

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique

Département de Métallurgie



Mémoire de Magister

Etudié par : **Mohamed Djamel HADID**

Ingénieur d'Etat en Métallurgie

Thème

**Evolution de la microstructure et des
propriétés mécaniques et électriques lors
d'un revenu après tréfilage d'un alliage
d'aluminium**

Présenté devant le jury :

Mr. SALHI Essaid

Mr. DJEGHLAL Mohamed-Elamine

Mr. MESRATI Nadir

Mr. LARIBI Merzak

Mr. KASSER Abdelmadjid

Professeur ENP

Professeur ENP

Professeur ENP

Professeur ENP

Maître de Conférences ENP

Président du jury

Directeur de thèse

Examineur

Examineur

Examineur

Année universitaire 2011-2012

E.N.P 10, Avenue Hassen-Badi, EL HARRACH, ALGER

Dédicaces

Je dédie ce travail à :

Mes très chers parents.

Mes frères et ma sœur.

Toute ma famille.

Mes amis et mes collègues,

Tous ceux qui ont pu m'aider de près ou de loin.

Hadid Mohamed Djamel

Remerciements

Je remercie Dieu tout Puissant pour m'avoir guidé et illuminé mon parcours.

Je tiens d'abord à remercier Mon Directeur de mémoire Mr DJEGHLAL Mohamed Lamine pour avoir accepté la direction de mes travaux, la confiance qu'il m'a accordé, pour son soutien et ces conseils.

Je remercie aussi tout le personnel de l'Entreprise des industries des câbles de Biskra EN.I.CA.B.

Je tiens également à remercier Monsieur E. SALHI de m'avoir accepté de présider mon jury, et Messieurs: M. LARIBI, A. KASSER et N. MESRATI qui m'ont fait l'honneur d'examiner ce travail.

Je remercie tout particulièrement Messieurs Zakaria Boumerzoug, Professeur à l'Université de Biskra, Saad Rahmani, Maître de Conférences à l'Université de Biskra, Abdlouahed Chala, Professeur à l'Université de Biskra, qui m'ont aidé et m'ont encouragé à finaliser ce travail.

Mr. Djeraj Sofiane, mon ami qui m'a toujours aidé durant la préparation de ce mémoire.

Enfin je remercie tous ceux qui m'ont aidée de près ou de loin afin de mettre en jour ce travail.

Mohamed Djamel HADID

ملخص

هذه الدراسة تركز على الأسلاك المصنوعة من خليط الألومنيوم (سلسلة 6101) ، التي تم الحصول عليها عن طريق السحب البارد و التي تستخدم في صناعة الكابلات الناقله للطاقة الكهربائية .من أجل الحصول على أفضل الخصائص الميكانيكية والكهربائية التي يتطلبها المقياس EN-50183 بالنسبة للخليط Al-Mg-Si ، قمنا بإخضاع الأسلاك المصنوعة عن طريق السحب البارد إلى علاج التطويع في درجة حرارة 170 درجة مئوية، لأوقات زمنية مختلفة. ودرنا تطور البنية المجهرية والخصائص الميكانيكية والكهربائية . أثبتت النتائج المتحصل عليها أن الخصائص الكهربائية تزداد بازدياد وقت العلاج ، في حين أن الخصائص الميكانيكية تكون الأفضل لوقت العلاج 4 ساعات.

كلمات مفتاحية: خليط الألمنيوم ، 6101 ، البنية المجهرية، التشوه البارد ،الترسب ، علاج التطويع ، القلذ .

Résumé

Cette étude porte sur des fils en alliages d'aluminium (série 6101), obtenus par tréfilage à froid et utilisés dans la fabrication des câbles de transport d'énergie électrique. Afin d'obtenir de meilleures propriétés mécaniques et électrique exigées par la norme (EN-50183) pour les alliages Al-Mg-Si, les fils ont subi un traitement de revenu à la température 170°C, aux différents temps de maintiens, au cours de ce traitement, l'évolution de la microstructure et des propriétés mécaniques et électrique ont été étudiés. Les résultats obtenus montrent que les propriétés électriques augmentent avec le temps de maintien, alors que les propriétés mécaniques sont meilleures pour un temps de revenu de 4 heures.

Mots clés: alliage d'aluminium, 6101, microstructure, déformation à froid, précipitation, écrouissage, revenu, tréfilage.

Abstract

This study focuses on aluminum alloy wires (6101 series), obtained by cold drawing and used in the manufacture of transmission cables of electric power. A purpose of obtaining better mechanical properties and electrical requirements of the standard (EN-50183) for the Al-Mg-Si alloys, the wires cold drawing undergo a revenue treatment at temperature of 170°C, during different times, and we study the evolution of the microstructure and mechanical and electrical properties. The results obtained show that the electrical properties increase with time keeping, while the mechanical properties are better for an aging time of 4 hours.

Key words: aluminum alloy, 6101, microstructure, cold deformation, precipitation, revenue treatment, wire drawing.

SOMMAIRE

Introduction générale	1
Chapitre I : Généralité sur l'aluminium et ses alliages	
I.1 Généralités.....	3
I.1.1 Aperçu historique	3
I.2 propriétés de l'aluminium	4
I.2.1 Propriétés physiques	4
I.2.1.1 Propriétés atomiques et cristallines.....	4
I.2.1.2 Densité	4
I.2.2 Propriétés thermiques	5
I.2.3 Propriétés électriques.....	5
I.2.4 Propriétés mécaniques	6
I.2.4.1 Caractéristique mécanique de traction.....	6
I.2.4.2 Résistance à la fatigue	6
I.2.5 Propriétés chimiques	8
I.3 Le recyclage de l'aluminium	8
I.4 Les alliages d'aluminium	8
I.4.1 Désignation des alliages d'aluminium	9
I.4.1.1 Les alliages de moulage.....	9
I.4.1.1.1 Classification des alliages d'aluminium de moulage.....	10
I.4.1.2 Les alliages de corroyage	11
I.4.1.2.1 Désignation des alliages d'aluminium corroyés.....	11
I.4.2 Alliages aluminium-magnésium-silicium de la série 6000	12
I.4.2.1 Propriétés générales.....	13
I.4.2.1.1 Effet du rapport Mg /Si	14
I.4.2.2 Alliages Al-Mg-Si pour conducteurs électriques.....	15
I.4.2.2.1 Alliages pour carrosserie automobile.....	16
I.5 Application de l'aluminium et de ses alliages.....	17
I.5.1 Aluminium dans les transports.....	17
I.5.1.1 Automobile.....	17
I.5.2 Construction aéronautique.....	18
I.5.3 Aluminium dans l'industrie électrique et électronique.....	18
I.5.4 Aluminium dans le bâtiment et l'architecture.....	19

CHAPITRE II : Présentation du tréfilage

II Généralités.....	20
II.1 Préambule	21
II.2 Le tréfilage	22
II.2.1 Outils et équipements industriels du tréfilage	22
II.2.1.1 La machine simple	22
II.2.1.1.1 Le lubrifiant	23
II.2.1.1.2 La filière	23
II.2.1.2 Les machines multiples	25
II.2.2 La finition (traitements thermiques)	25
II.2.3 Les observables du tréfilage	26
II.2.3.1 La force	26
II.2.3.2 Le frottement	28
II.2.3.3 La température	30

Chapitre III : Notions sur la déformation plastique et le durcissement par écrouissage

III.1. Introduction	32
III.2. Aspects mécaniques de la déformation	32
III.3. Aspects métallurgiques de la déformation.....	33
III.3.1. Mécanismes de déformation plastique.....	33
III.3.1.1. Système de glissement	33
III.3.1.2. Loi de Schmid.....	34
III.3.1.3. Dislocations	35
III.3.1.4. Autre mode de déformation : Le maillage	37
III.4. Mécanisme de durcissement	38
III.4.1. Limite élastique intrinsèque.....	38
III.4.1.1. Effet de précipitation d'une seconde phase.....	38
III.4.1.2. Effet des dislocations elles même.....	39
III.4.2. Effet des joints de grains	39
III.4.3. Durcissement par écrouissage	40
III.4.3.1. Courbe d'écrouissage	41
III.4.3.2. Influence des éléments d'alliage sur l'écrouissage.....	41

Chapitre IV : Les traitements thermiques des alliages aluminium

IV.1. Introduction	44
IV.2. Désignation conventionnelle des états de livraison ou états métallurgiques	44
IV.3. Principaux types de traitements thermiques	45
IV.3.1. Traitements thermiques d'homogénéisation	46
IV.3.2. Les traitements d'adoucissement par restauration ou recuit	46
IV.3.3. Les traitements de trempe (ou durcissement) structurale	47
IV.3.4. Principales familles d'alliages d'aluminium à durcissement structural	50
IV.3.5. Paramètres influençant la réponse au traitement thermique	51
IV.3.5.1. Influence de la température du traitement	51
IV.3.5.2. Influence du temps de traitement	52
IV.3.5.3. Influence du taux de chauffage	53
IV.3.5.4. Influence de La sévérité de la trempe	53

Chapitre V : Techniques expérimentales

V.1. Matériau étudié	54
V.2. Analyse de la composition chimique	54
V.3. Caractéristiques mécaniques et électrique de l'alliage	54
V.4. Caractérisation	55
V.4.1. Caractérisation microstructurale	55
V.4.1.1. Traitements thermiques	55
V.4.1.2. Préparation des échantillons	55
V. 4.1.2.1. Polissage	55
V.4.1.2.2. Attaques chimiques	57
V.4.1.3. Observation microscopique	57
V.4.1.4. Microscopie électronique à balayage	57
V.4.1.5. Essai de la micro-dureté	60
V.4.1.6. Essai de traction	61
V.4.1.7. Analyse de phases par diffraction des rayons X	65
V.4.1.7.1. Conditions expérimentales	66

Chapitre VI :

Résultats et interprétations

VI.1 Introduction	67
VI.2 Caractérisation structurales	67
VI.2.1. Observation au microscope optique	67
VI.2.1.1 Etat initial	67
VI.2.1.2 Etat déformé	68
VI.2.1.3 Etat revenu	69
VI.3 Observation en microscope électronique à balayage	71
VI.4 Diffraction des rayons X	74
VI.4.1 Etat déformé	75
VI.4.2 Etat revenu	76
VI.5 Evolution des propriétés des fils tréfilés en fonction du taux de déformation ...	82
VI.5.1 La microdureté	83
VI.5.2 La résistance à la rupture	84
VI.5.3 La résistivité électrique	85
VI.6 Evolution des propriétés mécaniques et électrique après le revenu	86
VI.6.1 La résistance à la rupture	86
VI.6.2 La microdureté	88
VI.6.3 La résistivité électrique	89
Conclusion générale	90
Références bibliographiques	92

Introduction

Générale

INTRODUCTION GENERALE

Les recherches et développements dans le domaine des alliages métalliques ont permis d'introduire une variété de nouveaux matériaux métalliques sur le marché. Ces développements se poursuivent constamment dans le sens de l'optimisation de la conception par l'amélioration générale des propriétés mécaniques et la réduction du poids. Les nouveaux alliages non-ferreux à base de magnésium, de silicium et autres métaux deviennent ainsi de plus en plus courants dans l'industrie des structures, de l'aérospatiale et du transport de l'énergie électrique.

L'aluminium est depuis longtemps reconnu comme un matériau métallique à la fois léger et résistant ayant des applications potentielles dans divers domaines. Comme l'aluminium à l'état pur possède une résistance mécanique assez limitée, son utilisation s'effectue presque exclusivement sous forme d'alliage. Des recherches s'effectuent constamment pour améliorer les propriétés mécaniques de ces alliages ainsi que pour développer de nouveaux alliages ou de nouvelles procédures de fabrication. Parmi les procédures de transformations, les traitements thermiques sont largement appliqués aux alliages d'aluminium et permettent de modifier diverses propriétés mécaniques telles que la résistance mécanique, la ductilité, la dureté, la résistance à la corrosion ou d'autres encore en provoquant des variations dans la microstructure du matériau.

L'objectif de notre étude est d'obtenir des propriétés mécaniques et électrique exigées par la norme EN-50 183 pour les alliages Al-Mg-Si et éliminer les pertes dues à des ruptures lors du câblage des fils, ces derniers sont traités thermiquement après l'étirage à froid.

Pour ce la on vise à déterminer les conditions de tréfilage et de traitement thermique optimales (temps et température), d'un alliage d'aluminium corroyé, série 6000. Ces alliages d'ancienne dénomination A-GS/L (Almelec) à cause de son compromis exceptionnel résistance mécanique/conductivité électrique, utilisé pour la fabrication des câbles nus et aériens, des lignes de transport et de distribution d'électricité.

Nous avons, pour cela, divisé le présent rapport en trois parties.

1- La première partie comporte une recherche bibliographique ayant conduit à quatre chapitres :

– Le premier chapitre fait le point sur l'état actuel des connaissances concernant l'aluminium et ses différents alliages de corroyage ainsi que leurs différentes caractéristiques en particulier les alliages d'aluminium-magnésium –silicium.

– Le second chapitre présente une brève étude bibliographique sur le procédé de tréfilage à froid

– Le troisième chapitre est consacré à la présentation des différents traitements thermiques utilisés aux alliages d'aluminium.

– Le quatrième chapitre donne des notions sur la déformation plastique et les mécanismes de durcissement.

2- La deuxième partie présente :

– Le cinquième chapitre montre les techniques expérimentales d'observation et d'analyse que nous avons choisies pour notre étude. Le matériau étudié est présenté, avec sa composition chimique et ses caractéristiques mécaniques.

– Le sixième et dernier chapitre de ce travail est réservé à la présentation des différents résultats obtenus, tel que : les essais de traction et de microdureté et des mesures de la résistivité électrique, et complétés par la diffraction des rayons X et les observations micrographiques optiques et électroniques. Suivi par des discussions et des interprétations.

3- Ce travail sera finalement clôturé par une conclusion générale.

Chapitre I
Généralités sur L'aluminium et
Ses Alliages

L'étude bibliographique de cette partie va parfois au-delà de notre domaine d'application, l'idée étant de fournir au lecteur un aperçu global de l'état actuel de la métallurgie de l'aluminium, ainsi que des pistes pour approfondir d'éventuelles recherches complémentaires ou parallèles. On s'intéresse en particulier à l'évolution des propriétés des alliages d'aluminium de corroyage en fonction de divers paramètres microstructuraux comme la composition chimique, les traitements thermiques, le mécanisme de déformation plastique, les phases durcissantes connues.

I.1 Généralités

I.1.1 Aperçu historique

En 1808, Davy obtient par action de l'arc électrique sur de l'alun, en présence de poudre de fer, un alliage métallique de fer et du métal mystérieux dont il soupçonne la présence dans l'alun et auquel il donne le nom d'aluminium. En 1825, Ørsted réussit à isoler l'aluminium, mais imparfaitement, et ne peut en déterminer les caractéristiques. En 1827, Wöhler obtient, par action directe du potassium sur le chlorure d'aluminium, suffisamment de métal pur pour en déterminer les propriétés physiques et chimiques.

En 1854, le Français H. Sainte-Claire Deville reprend, en la modifiant, la méthode de Wöhler : par action du sodium sur le chlorure double d'aluminium et de sodium, il produit les premiers kilogrammes de ce métal « aussi blanc que l'argent, malléable et ductile au plus haut point, et plus léger que le verre ».

Le procédé est breveté et développé industriellement à l'usine de Salindres de la société Henry Merle (puis A. R. Pechiney). Il sera exploité jusqu'en 1889.

C'est en 1886 qu'un nouveau procédé par électrolyse, imaginé par H. Sainte-Claire Deville, fut mis au point simultanément en France par Héroult et aux États-Unis par Hall. Le principe de la décomposition par électrolyse de l'alumine dissoute dans la cryolithe fondue (fluorure double de sodium et d'aluminium), breveté par Héroult, est celui qui est encore utilisé aujourd'hui [1].

I.2 propriétés de l'aluminium

L'aluminium pur ne présente que peu d'intérêt, car ses propriétés physico-chimiques sont médiocres. Les propriétés, le développement de ses alliages et les techniques de mise en forme ont donné accès pour ce métal à de nombreux domaines d'utilisation dont les principaux sont : l'aéronautique, l'automobile, les transports, l'emballage, la construction électrique et le bâtiment.

I.2.1 Propriétés physiques

I.2.1.1 Propriétés atomiques et cristallines

- numéro atomique 13
- masse molaire 26.947

L'aluminium a une structure cubique à faces centrées avec les caractéristiques suivantes :

- rayon atomique 1.4286 Å
- distance interatomique 2.858 Å
- Principal isotope : A_{127} stable comprenant 14 neutrons et 13 protons ;
- Valence dans les composés chimiques : 3 ;
- Volume atomique : $9.999 \times 10^{-6} \text{ m}^3/\text{mol}$ [2];

I.2.1.2 Densité

L'aluminium à 99.996 % a une densité de 2.699 gr/cm^3 à 20°C .

La densité augmente légèrement lorsque le titre du métal baisse. Elle est par exemple de 2.705 à 20°C pour Al à 99.5 %. Au point de fusion, la densité est :

- 2.55 gr/cm^3 à 660°C (phase solide)
- 2.382 gr/cm^3 à 660°C (phase liquide)

Ce qui correspond à une contraction volumique de 6.6 % à la solidification. La densité de l'aluminium liquide en fonction de la température est déterminée par la formule suivante :

$$d_7 = 2.382 - 0.000273 (T - 660)$$

I.2.2 Propriétés thermiques

Point de fusion	660 .24 °C pour Al à 99.996 %
Chaleur de fusion	92 μth/g
Point d'ébullition	2056 °C sous 760 mm Hg
Tension de vapeur	0.00062 mm Hg à 660 °C 1 mm Hg à 1030 °C

Tableau I.1: Quelques caractéristiques thermiques de l'aluminium.

Il est caractérisé aussi par :

-Un coefficient de dilatation tel que :

$$\alpha = 23.8 \cdot 10^{-6} \text{ k}^{-1} \text{ pour l'intervalle de température de } 20 \text{ °C à } 100 \text{ °C,}$$

$$\alpha = 25.4 \cdot 10^{-6} \text{ k}^{-1} \text{ pour l'intervalle de température de } 20 \text{ °C à } 300 \text{ °C,}$$

$$\alpha = 28.7 \cdot 10^{-6} \text{ k}^{-1} \text{ pour l'intervalle de température de } 20 \text{ °C à } 600 \text{ °C.}$$

-Une capacité thermique massique à 20 °C: $C=950 \text{ J.Kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

-Une conductibilité thermique à 20 °C : $\lambda=217.6 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$.

-Une résistivité électrique à 20 °C : $\rho=2.63 \text{ }\mu\Omega.\text{cm}$. Ce qui correspond à 65% de celle du cuivre.

I.2.3 Propriétés électriques

La résistivité de l'aluminium le plus pur (99.999 %) parfaitement recuit est de $2.630 \text{ }\mu\Omega$ à 20 °C. La conductibilité de l'aluminium commercial ou des alliages est inférieure à cette valeur. On peut expliquer que la conductibilité de l'aluminium diminue, en premier lieu, par les impuretés qu'il peut contenir. Les atomes des métaux en solution provoquent des distorsions du réseau cristallin. Ceux-ci freinent le déplacement des électrons. Cette action est beaucoup moins sensible si l'impureté est hors solution.

En second lieu, la conductibilité est affectée par l'écrouissage, qui perturbe profondément l'ordonnance du réseau cristallin. Enfin l'élévation de température augmente l'agitation thermique des atomes autour de leur position d'équilibre.

I.2.4 Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques intrinsèques de l'aluminium sont les suivantes :

- Module d'élasticité 6700 kg/mm²
- Module de torsion 2700 kg/mm²
- Coefficient de Poisson 0.34

I.2.4.1 Caractéristique mécanique de traction

Les caractéristiques indiquées dans le Tableau 5 doivent être considérées comme des valeurs types et non des valeurs garanties. En fait, ces caractéristiques sont susceptibles de varier en fonction de différents facteurs dont les principaux sont les suivants :

a- Les conditions de transformation et de moulage. Par exemple, sur produits filés, il est possible d'obtenir, suivant la nature de l'alliage et les conditions de filage, une texture soit recristallisée soit fibrée, ce qui se traduira par une différence sensible des caractéristiques mécaniques de traction, exemple : alliage 2014

-pour la texture recristallisée ; $R_{0.2} = 350\text{Mpa}$, $R_m = 460\text{Mpa}$, $A = 18\%$;

-pour la texture fibrée du même alliage $R_{0.2} = 435\text{Mpa}$, $R_m = 550\text{Mpa}$ $A = 10\%$;

b- La sensibilité à la trempe, dans le cas des alliages à durcissement structural ;

c- Les conditions de traitement thermique

d- Les maintiens à chaud : un séjour à une température supérieure à l'ambiante abaisse plus ou moins fortement les caractéristique mécanique mesurées après retour 20 °C.

I.2.4.2 Résistance à la fatigue

Les courbes de Wöhler des alliages d'aluminium présentent les caractéristiques générales ci-après :

— absence de coude marqué contrairement à la plupart des aciers et alliages de titane ;

— tendance à ne donner une asymptote qu'à partir de 108 cycles, d'où la nécessité de conduire les essais de fatigue jusqu'à 108 cycles pour connaître la limite de fatigue ; des essais réalisés par flexion rotative à la fréquence de 3 000 cycles/min ont toutefois montré qu'une légère baisse de la limite de fatigue pouvait être observée si l'expérimentation était conduite jusqu'à 109 cycles ;

Exemple :

- alliage 2024-T4: Limite de fatigue à 108 cycles : ± 170 MPa,
Limite de fatigue à 109 cycles : ± 165 MPa ;
- alliage 5056-0 : Limite de fatigue à 108 cycles : ± 125 MPa,
Limite de fatigue à 109 cycles : ± 110 MPa.

— rapport entre la limite de fatigue à 108 cycles (en contraintes alternées) et la charge de rupture en traction – ou rapport d’endurance : égal à :

- 0,35 à 0,45 dans le cas des alliages sans durcissement structural (alliages séries 1000, 3000 et 5000),
- 0,25 à 0,35 dans le cas des alliages avec durcissement structural (Alliages séries 2000, 6000 et 7000) ; d’une façon générale, ce rapport diminue lorsque la charge de rupture augmente.

Différents facteurs conditionnent l’initiation des fissures de fatigue et, par suite, la limite de fatigue [3].

Les caractéristiques mécaniques de l'aluminium varient beaucoup selon la nature des impuretés et leur teneur, ainsi que suivant la genèse du corroyage et du recuit du métal.

Pour l'aluminium raffiné le plus pur, à 99.999 %, on a trouvé sur un fil de 1.5 mm recuit pendant 113 h à 130 °C les caractéristiques suivantes [4]:

- Charge de rupture5.2 kg/mm²
- Allongement62 %

Le tableau I.2 ci-dessous donne les chiffres couramment admis pour l'aluminium raffiné et l'aluminium ordinaire commerciaux laminés :

Type du métal	Etat du métal	Charge de rupture Kg/mm ²	Limite élastique à (0.2%) Kg/mm ²	Allongement %	Dureté brinell
99.997	Recuit	5	2	60	14
	Ecroui mi - dur	8	6	18	24
	Ecroui dur	13	9	10	31
99.5	Recuit	8	4	42	20
	Ecroui mi dur	11	10	15	29
	Ecroui dur	18	15	10	47

Tableau I.2: Quelques caractéristiques mécaniques de l'aluminium pur aux états recuit, écroui mi-dur et écroui dur [4].

I.2.5 Propriétés chimiques

L'aluminium est fortement oxydable ($\varepsilon^{\circ}_{Al/Al^{+3}} = -1.66 \text{ V/ENH}$), mais il se recouvre d'une pellicule d'oxyde (Al_2O_3) épaisse, adhérent, qui protège le métal [1].

Par contre, cette alumine n'a qu'une résistance chimique limitée ; elle résiste cependant bien dans les solutions d'acide chlorhydriques, sulfurique et nitrique. Cependant les bases attaquent violemment le métal. Cette protection peut être améliorée par anodisation : il s'agit d'un traitement qui permet d'obtenir une couche épaisse de Al_2O_3 mais poreuse, et qui est ensuite colmatée par un traitement à l'eau chaude. Cette anodisation a un but décoratif, car une coloration est possible par des colorants spéciaux avant le colmatage [1,2].

I.3 Le recyclage de l'aluminium

L'aluminium est un des métaux dont le recyclage est le plus attractif tant sur le plan énergétique que sur le plan économique. Les refusions de l'aluminium ne représentent que **5%** de l'énergie nécessaire à l'élaboration du métal à partir du minerai. L'expérience de plusieurs dizaines d'années de récupération des « vieux métaux » montre que les déchets d'aluminium ont toujours une valeur marchande supérieure à celle de la ferraille [3].

I.4 Les alliages d'aluminium

Puisque l'aluminium non allié a des propriétés mécanique très réduites, il faudra donc améliorer ces propriétés en ajoutant des éléments entrant en solution solide ou formant des précipités qui entraîneront des compositions d'alliages industriels de plus en plus complexes. Cependant, L'aluminium pur a des emplois limités, sauf pour les conducteurs. Dès l'origine, on a cherché à faire des alliages pour avoir des caractéristiques mécaniques plus élevées.

L'aluminium peut entrer dans des compositions d'alliages avec le manganèse, le silicium, le magnésium, le zinc ou d'autres éléments. L'ajout d'une petite quantité (0.5 à 3 %) d'un ou de plusieurs autres éléments d'additions à l'aluminium, suffit encore pour améliorer certaines propriétés de l'aluminium telles que la résistance, la dureté ou la soudabilité [4].

Cependant, on peut considérer que ces alliages comportent [1] :

- 1) **Une addition principale** : déterminante pour les propriétés de résistance.
- 2) **Des additions secondaires** : en quantité plus faible qui ont une action spécifique.

Éléments	Effets
Cu	Augmente la résistance mécanique
Mn	Augmente la résistance mécanique et modifie la granulométrie
Mg et Si	Augmentent la résistance à la corrosion atmosphérique
Zn	Augmente la résistance mécanique

Tableau I.3 : Effet des éléments d'alliages de l'aluminium.

I.4.1 Désignation des alliages d'aluminium

Les principales nuances normalisées sont divisées en deux grandes familles : les aluminums corroyés, obtenus par déformation plastique (laminage...) et les aluminums pour la fonderie. Les compositions et les microstructures des deux familles sont assez différentes et chacune se divise en deux groupes : ceux pouvant être traités thermiquement et ceux ne pouvant pas être traités ou non trempant. [5]

Suivant le mode de transformation des alliages, on distingue:

I.4.1.1 Les alliages de moulage(ou fonderie)

Qui sont utilisés en fonderie pour la fabrication de pièces obtenues par la coulée du métal liquide dans des moules en sable, c'est la coulée en sable, ou des moules en acier ou en fonte, c'est la coulée en coquille. Par ce procédé, on élabore des pièces aux formes plus ou moins complexe : poignées de portes, blocs moteurs, etc.

Les alliages de moulage continus d'être désignés sous forme alphanumérique suivant la norme AFNOR NF A 02-004, dont lesquelles les lettres qui suivent A correspondent aux éléments d'addition [4]:

- U pour le cuivre
- M pour le manganèse
- S pour le soufre
- G pour le magnésium
- Z pour le zinc

Le choix d'un alliage résulte souvent d'un compromis entre les propriétés de fonderie (coulabilité, absences de crique à chaud, forme et répartition du retrait volumique) et les propriétés d'usages exigées de la pièce (caractéristiques mécaniques, aspect de surface, aptitude au polissage et à l'anodisation, résistance à la corrosion, etc.).

Le choix du procédé de moulage (sable, coquille, coulée sous basse pression, coulée sous pression, cire perdue, thixomoulage, etc.), s'il est le plus souvent dicté par des

considérations économiques liées à la taille et à la forme des pièces ainsi qu'à l'importance des séries, intervient également sur les caractéristiques relevées dans les pièces.

Les alliages de moulage 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.
- 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.

Les alliages d'aluminium, comme tous les autres matériaux de fonderie, ont les caractéristiques suivantes :

- Une bonne coulabilité pour bien remplir toutes les parties du moule.
- Un point de fusion relativement bas.
- Un transfert de chaleur rapide de l'aluminium liquide vers le moule, ce qui assure un cycle de mise en forme rapide.
- L'hydrogène qui est le seul gaz avec lequel l'aluminium et ses alliages sont solubles peut être contrôlé efficacement.
- Plusieurs alliages d'aluminium n'ont relativement pas de tendance au craquage à chaud.
- Une bonne stabilité chimique.
- Un bon fini de surface avec des surfaces lustrées et peu ou pas de défauts [6].

I.4.1.1.1 Classification des alliages d'aluminium de moulage

Ce système contient trois chiffres plus une décimale (par ex. 356.0). L'élément d'alliage principal. Les deuxième et troisième chiffres identifient l'alliage spécifique s'il s'agit d'une pièce moulée (.0) ou d'un lingot (.1 Ou .2) voir le tableau I.8 [5].

Séries d'alliages	Eléments d'alliages principaux
1xx.x	99% d'aluminium minimum
2xx.x	Cuivre
3xx.x	Silicium
4xx.x	Silicium +cuivre et/ou magnésium
5xx.x	magnésium
6xx.x	N'existe pas
7xx.x	zinc
8xx.x	Etain
9xx.x	Autres éléments

Tableau I.4: Classification d'alliages d'aluminium de fonderie [5].

I.4.1.2 Les alliages de corroyage

qui sont coulés en fonderie sous forme de plaques ou de billettes et ensuite-transformés en demi-produits : tôles, profilés, ... par laminage ou par filage, les demi-produits ainsi obtenus sont ensuite utilisés dans la construction mécanique où ils sont assemblés par soudage, rivetage, vissage, ..., dans le bâtiment, dans l'électricité, etc...

Certains alliages possèdent des caractéristiques mécaniques qui répondent très bien aux besoins du domaine aéronautique, comme par exemple l'alliage 2024 utilisé dans les structures des avions et le revêtement de leur fuselage [3].

Les alliages aluminium-magnésium présentent les meilleures performances du point de vue résistance à la corrosion marine et atmosphérique [4].

I.4.1.2.1 Désignation des alliages d'aluminium corroyés

Le premier chiffre indique l'élément d'alliage le plus important (Xxxx). Il est également utilisé pour désigner les différentes séries d'alliages d'aluminium telles que séries 1000, 2000 jusqu'à 8000 le deuxième chiffre (xXxx), s'il n'est pas nul, indique s'il y a eu modification de l'alliage spécifique. Les troisième et quatrième chiffres identifient un alliage spécifique dans la série. Par exemple pour l'alliage 5183, le chiffre 5 indique qu'il s'agit d'un alliage de magnésium, le chiffre 1 indique qu'il s'agit de la première modification par rapport à l'alliage originel 5083 et le nombre 83 identifie l'alliage dans la série 5xxx.

La seule exception dans la série est la série 1xxx (l'aluminium pur) où les deux derniers chiffres donnent la teneur en aluminium minimale au-dessus de 99%. L'alliage 1350 contient donc au moins 99.50% d'aluminium (voir tableau I.5).

Série	Désignation	Élément d'alliage principal	Phase principale présente dans l'alliage
Série 1000	1XXX	99% d'aluminium au minimum	-
Série 2000	2XXX	Cuivre (Cu)	Al ₂ Cu – Al ₂ CuMg
Série 3000	3XXX	Manganèse (Mn)	Al ₆ Mn
Série 4000	4XXX	Silicium (Si)	-
Série 5000	5XXX	Magnésium (Mg)	Al ₃ Mg ₂
Série 6000	6XXX	Magnésium (Mg) et Silicium (Si)	Mg ₂ Si
Série 7000	7XXX	Zinc (Zn)	MgZn ₂
Série 8000	8XXX	Autres éléments	-
Série 9000	/	Non utilisé	-

Tableau I.5: Désignation des alliages d'aluminium corroyés [5].

Suivant le processus par lequel les différents niveaux de caractéristiques mécanique sont obtenus, on distingue pour les alliages de corroyage :

- Les alliages à durcissement structural ou (trempants) correspondent aux séries 2000, 6000 et 7000 ; dans lesquels le durcissement est obtenu par une gamme de traitement thermique comportant une mise en solution, une trempe suivie d'un revenu ou d'une maturation à l'ambiante,
- Les alliages non susceptibles de durcissement structural (ou non trempants) correspondent aux séries 1000, 3000 et 5000 ; dans lesquels le niveau de caractéristiques mécanique est obtenu par l'effet d'écrouissage dû aux déformations (laminage, filage...) ou par des recuits [7].

Le tableau 2 donne les domaines de résistance mécanique pouvant être obtenus avec chacune des principales grandes séries d'alliages d'aluminium corroyés.

En fait, ces caractéristiques sont susceptibles de varier d'une façon relativement importante en fonction de nombreux facteurs dont les principaux sont mentionnés ci-après [9].

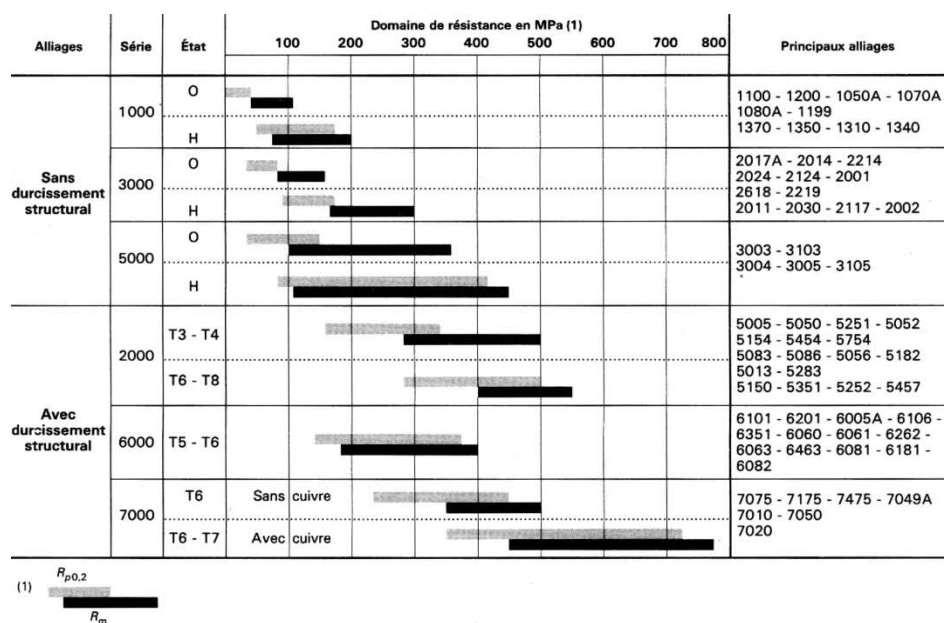


Tableau I.6 : Principales familles des alliages d'aluminium corroyés [9].

I.4.2 Alliages aluminium-magnésium-silicium de la série 6000

Les alliages aluminium-magnésium-silicium de la série 6000, à durcissement structural, ont un poids industriel important, en particulier dans le domaine des produits obtenus par filage : 80 % des alliages d'aluminium utilisés dans le monde pour la fabrication des profilés filés appartiennent à cette série.

I.4.2.1 Propriétés générales

Les alliages de la série 6000 commercialisés sont nombreux : ils se différencient par leurs teneurs en Mg (elle peut varier entre 0,3 et 1,5 %), en Si (elle peut varier de 0,3 à 1,4 %) et par la présence d'additions secondaires (Mn, Cr, Cu, Pb, Bi...). Ils présentent néanmoins les propriétés générales ci-après :

- très bonne aptitude à la déformation à chaud par laminage et surtout par filage et matriçage;
- bonne aptitude à la mise en forme à froid (par cintrage par exemple) en particulier dans les états recuits (O) et, à un degré moindre, trempé mûri (T4) ;
- caractéristiques moyennes à l'état trempé revenu (T6) ;
- très bonne résistance à la corrosion pouvant être renforcée par des traitements d'anodisation ;
- possibilité d'obtenir de beaux états de surface dès la sortie de la presse à filer, états de surface qui peuvent être améliorés par brillantage et anodisation ;
- bonne aptitude au soudage ;
- bon comportement aux basses ou très basses températures mais résistance à chaud limitée à partir de 150 à 200 °C suivant la durée du maintien à chaud (par exemple, 150 °C pour une durée supérieure à 10 000 h, 175 °C pour une durée d'une centaine d'heures, 200 °C pour une durée de quelques heures) [8].

Le durcissement structural des alliages d'aluminium de la série 6xxx est dû principalement à la formation de la phase durcissante Mg_2Si [11]. La figure I.1 représente le diagramme d'équilibre ternaire des alliages Al-Mg-Si déterminant le domaine de la formation de la phase d'équilibre β (Mg_2Si).

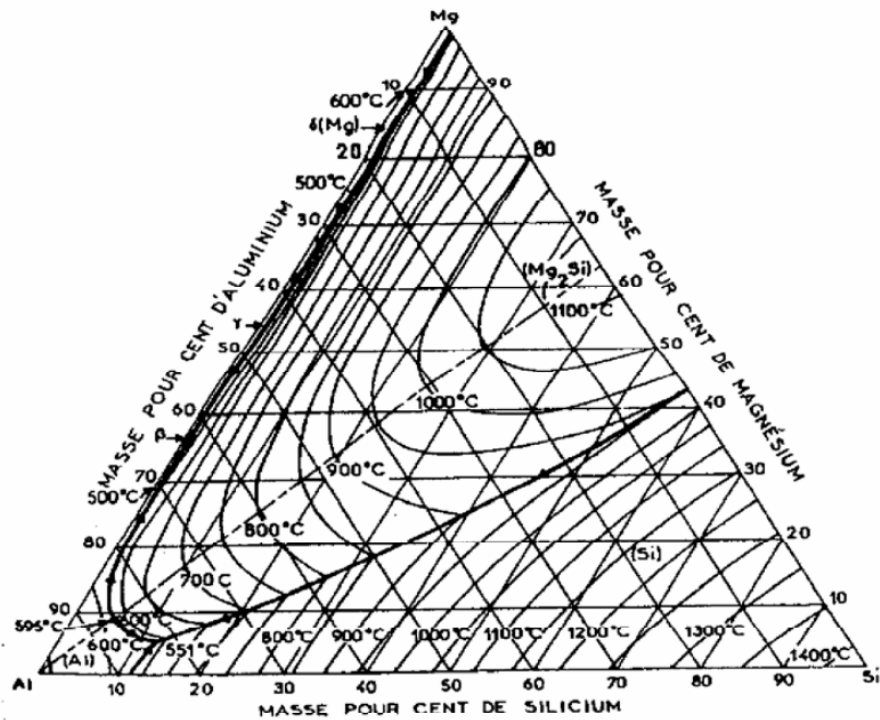


Figure I.1 : Diagramme d'équilibre ternaire des alliages Al-Mg-Si.

L'excès de silicium améliore les propriétés mécaniques au détriment de la résistance à la corrosion. Certains alliages comportent d'autres éléments d'addition tels que Fe, Cu, Si, Mn et Cr. Les éléments Mn et Cr ont pour effet d'augmenter leur résistance mécanique et leur ténacité, et d'affiner la taille des grains [12]. Le fer est l'élément le plus présent dans la plupart des composés intermétalliques. Il facilite la formation de la plupart des composés intermétalliques à cause de sa grande affinité avec le Si, Mn et Cu [13-14]. L'addition du cuivre améliore également les propriétés mécaniques de ces alliages en affinant la taille des grains, mais on limite sa teneur à 0.5% en masse, car il diminue leur résistance à la corrosion [15].

Dans les alliages Al-Mg-Si, un rapport $Si/Mg = 1.73 : 1$ (correspondant au 2:1 l'alliage est dit stoechiométrique) est exigé pour la formation de la phase β . Si le rapport est inférieur, l'alliage est dit à excès de Si. Dans son étude, Edwards [16] montre que pour les phases précurseurs métastables, le rapport de la composition appropriée devrait être plus de 1:1.

I.4.2.1.1 Effet du rapport Mg /Si

Les alliages dont le rapport Si/Mg est égal à 2 (en pourcentage atomique) sont dits "stoechiométriques". Leur élaboration industrielle veille à ce qu'il y ait ce rapport entre la concentration de Mg et celle de Si de façon à former la phase Mg_2Si [17].

Selon les écarts à la stœchiométrie du rapport Mg/Si, on distingue deux groupes d'alliages :

- alliages avec excès de silicium dont le rapport Mg /Si se trouve entre 0.8 et 1.8
- alliages avec excès de magnésium avec Mg /Si supérieur à 2 [18].

La présence de magnésium en excès aurait tendance à favoriser la phase stable Mg_2Si au dépend des phases durcissantes dont le rapport Mg /Si est < 2 [16]. Tandis que l'excès en Mg est indésirable du point de vue des propriétés mécaniques. Alors que l'excès de silicium améliore les propriétés mécaniques, mais peut affecter la ductilité de l'alliage. Aussi, l'excès de Si augmente le durcissement par maturation à l'ambiante mais, n'influe pas sur la cinétique de précipitation.

Gupta et al.[19], déduit que les alliages à excès de Si ont un pic de dureté supérieur aux alliages dits stœchiométriques.

D'une manière générale, l'excès de Si favorise les phases métastables (dont le rapport Mg /Si < 2) au dépend de la phase stable d'équilibre, en affectant la composition des précipités durcissants [20].

I.4.2.2 Alliages Al-Mg-Si pour conducteurs électriques

L'alliage représentatif est le 6101 (ancienne dénomination A-GS/L ou Almelec) : cet alliage permet par une combinaison de traitements thermiques et mécaniques d'obtenir une résistance mécanique double de celle de l'aluminium conducteur non allié (nuance 1370) avec une conductivité électrique de 10 à 15 % inférieure seulement. Son application principale est la fabrication des câbles nus aériens pour lignes de transport et de distribution d'électricité : elle est en particulier généralisée en France par EDF pour toutes les lignes moyenne et haute tensions. Une autre application voisine concerne la fabrication du câble porteur généralement isolé des câbles pré-assemblés de distribution, dont il constitue également le neutre.

Les fils unitaires, utilisés à l'état T8, sont obtenus suivant le processus ci-après :

- coulée et laminage en continu sous forme de fil machine de diamètre 9,5 mm (peut néanmoins varier entre 7,2 et 12 mm) ;
- mise en solution à 540 °C ;
- trempe à l'eau froide ;
- séchage en étuve afin d'éviter une oxydation anormale au cœur des bobines ;
- revenu (domaine 155 à 165 °C) : ce traitement, primordial, conditionne les caractéristiques mécaniques et électriques finales qui en France doivent garantir :

R_m : ≥ 324 MPa (fils de $\varnothing \leq 3,6$ mm)

..... ≥ 319 MPa (fils de $\varnothing > 3,6$ mm)

Résistivité : $\leq 3,28 \mu \Omega \cdot \text{cm}$ (soit une conductivité relative $C \geq 52,6$ % IACS).

La figure I.2 montre par un exemple l'importance de ce traitement sur ces propriétés.

Plusieurs nuances d'alliage 6101 (en France nuances 6101-55 et 6101-66 ainsi que l'alliage 6201) permettent de garantir ces valeurs sur des fils de différents diamètres (généralement compris entre 1,5 et 4,5 mm) tréfilés sur machines à accumulation ou à glissement [8].

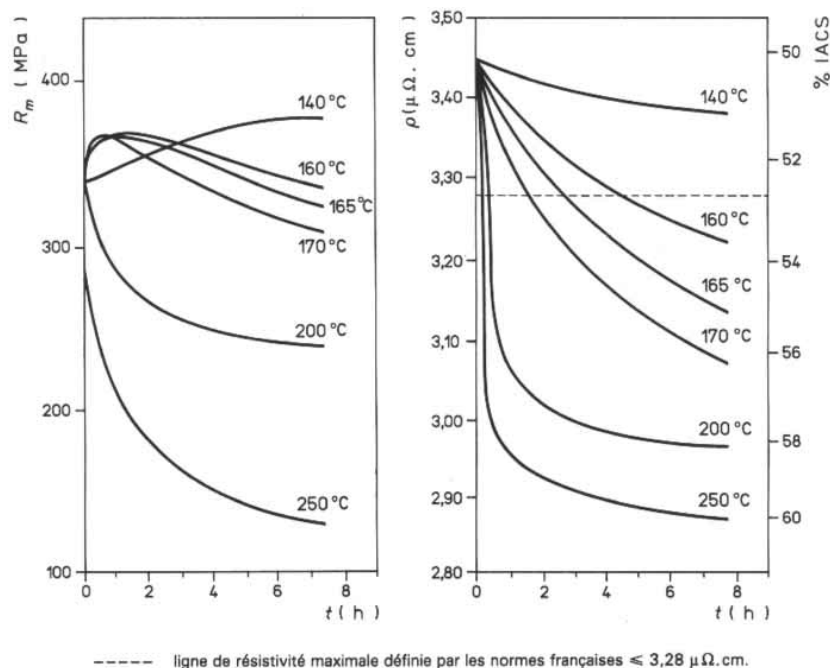


Figure I.2 : Fil en alliage 6101 (état mis en solution, trempé et écroui de 9,5 à 3,45 mm de diamètre) : influence de la température et de la durée du revenu sur les caractéristiques mécaniques et électriques [8].

I.4.2.2.1 Alliages pour carrosserie automobile

Différents alliages Al-Mg-Si ont été homologués ces dernières années en vue de leur application dans la carrosserie automobile (alliages 6009, 6010, 6011, 6015, 6016). Ils entrent en concurrence avec les alliages des séries 2000 (alliages 2002, 2036, 2037 et 2117) et 5000 (alliage 5182) ; leur intérêt est de présenter :

- une bonne aptitude à la mise en forme à l'état T4 sans susceptibilité à la formation de vermicules lors de l'emboutissage ;
- une bonne aptitude au soudage par points ;

- une bonne résistance à la corrosion ;
- la possibilité de durcir fortement lors des traitements de cuisson de peinture effectués après emboutissage, à condition que ces traitements, généralement de courte durée, soient réalisés à une température au moins égale à 180 °c [8].

I.5 Application de l'aluminium et de ses alliages

Le tableau I.7 donne les grands domaines d'utilisation de l'aluminium dans les pays gros consommateurs. On constate que le domaine des transports a une place privilégiée et arrive au premier rang en Europe, et particulièrement en France. Des différences très sensibles apparaissent par ailleurs dans les autres secteurs : c'est ainsi que les utilisations dans le domaine de la construction électrique ont une place importante en France, que celles concernant le bâtiment sont au tout premier plan au Japon, alors qu'elles sont moins développées en France, et enfin que les applications dans l'emballage dominent aux USA grâce à l'essor des boîtes à boissons [10].

	France	Europe	USA	Japon
Transports	33	26	22	29
Electricité	16	10	10	7
Bâtiment	12	21	22	32
Emballage	10	11	29	8

Tableau I.7: Utilisation de l'aluminium (en%) dans les principaux pays consommateurs [10].

I.5.1 Aluminium dans les transports

La nécessité de réduire le poids des véhicules en vue de diminuer leur consommation de carburant, ou d'augmenter leur charge utile ou leur rayon d'action, conduit la plupart des constructeurs à substituer de plus en plus d'aluminium à d'autres matériaux lourds, notamment à la fonte, l'acier, les métaux cuivreux.

I.5.1.1 Automobile

Dans le domaine de l'automobile où la bataille entre matériaux est la plus spectaculaire, l'aluminium est en compétition avec la fonte sur les blocs moteurs, avec les céramiques sur les pistons, avec l'acier, les plastiques, le magnésium sur les carters, avec le cuivre sur les échangeurs, avec l'acier, les plastiques, les composites sur la carrosserie.

I.5.2 Construction aéronautique

Dès le début du développement de l'aéronautisme, l'aluminium et ses alliages s'imposèrent comme les matériaux de base indispensables pour la construction des appareils volants plus lourds que l'air. La mise au point par Wilm de l'alliage duralumin (aluminium - cuivre - magnésium) permit un développement important (Bréguet 14 en France - Junkers J4 en Allemagne). Ces alliages furent peu à peu améliorés et d'autres alliages mis au point pour atteindre les caractéristiques physiques nécessaires aux structures des avions modernes.

La prépondérance de l'aluminium dans l'aéronautique n'a pu être conservée que par une évolution considérable au fil des ans des alliages utilisés ; aujourd'hui encore l'aluminium représente près de 80% de la masse à vide des structures des avions modernes.

Deux séries d'alliages se partagent le marché des alliages à haute performance : la série 2000 (principal élément d'addition : le cuivre) et la série 7000 (principal élément d'addition : le zinc) [1].

I.5.3 Aluminium dans l'industrie électrique et électronique

L'aluminium s'est solidement implanté dans le domaine des conducteurs électriques. Les premières réalisations en France datent de 1895 – première ligne électrique de 2.5 km de long en aluminium pur, et 1916 le premier câble mixte aluminium-acier. Actuellement, en France, la totalité des lignes de transport d'énergie électrique à haut et moyenne tension, ainsi que la majeure partie des lignes de basse tension des isolés de moyenne tension, des barres de connexion sont en aluminium.

De nouveaux marchés s'ouvrent à ce métal : les fils d'installation domestique, les câbles souples, les files isolés de bobinage ...

Les nuances utilisées sont les suivantes :

- L'aluminium non allié 1350 et 1370 ;
- L'alliage 1340 pour les fils fins émaillés pour bobinage ;
- L'alliage 1310 pour les fils fins destinés aux câbles souples ;
- Les alliages – dénomination commerciale **Almelec**, utilisé sous forme de fils à l'état trempé, écroui, revenu-restauré, permettant de réaliser des câbles à haute résistance en remplacement des câbles aluminium-acier.

Une nuance spéciale d'alliage 6101 est commercialisée depuis 1985, **Almecco** pour les fils d'installation domestique conçue pour donner des fils dont les caractéristiques mécaniques permettent une installation facile : pliage, tirage, dans les conduits, montage dans les appareillages.

De plus, la présence de nickel sur toute la surface empêche la formation d'oxyde et donne ainsi à l'utilisation l'assurance de contacts électriques de qualité et stables dans le temps.

L'aluminium raffiné est utilisé avec une pureté de 99.98% à 99.99% pour la fabrication des condensateurs électrolytiques. Un nouveau champ d'application apparaît pour les circuits intégrés avec une nuance ultra-pure : 99.995-99.9995%, dont les teneurs en uranium et thorium sont inférieures à 100 parties par million ; la limitation des teneurs en ces éléments étant pour éviter les erreurs de logiciels dans les mémoires de haute capacité

I.5.4 Aluminium dans le bâtiment et l'architecture

Dans ce domaine, l'aluminium est présent sous forme de produits laminés, filés, moulés. Du fait de la richesse des coloris et des tons qu'il est possible d'obtenir par les procédés d'anodisation et de thermoplaquage, l'aluminium offre une multitude de possibilités favorisant son insertion dans un milieu architectural donné.

Parmi les nombreuses et diverses applications, il est intéressant de citer :

- Les panneaux de façade et murs-rideaux qui sont une des applications les plus spectaculaires dans le bâtiment
- Les couvertures : bacs autoportants, en alliages 1050, 3003...., pour les toits à faible pente, les bâtiments à usage industriel ou administratif ... ;
- La menuiserie métallique constituée de profilés en alliage 6060 anodisés, très utilisés pour les fenêtres, les châssis coulissants, les portes et devantures de magasins, les verrières et vérandas

Chapitre II

Présentation du Tréfilage

II Généralités

Connu depuis l'antiquité, le tréfilage permet d'obtenir des fils métalliques de sections et de formes bien déterminées.

Le principe du tréfilage, est défini dans le sens du mot, qui fait appel à deux notions : celle de « traction » et celle de « fil », c'est une technique de mise en forme à froid des métaux qui permet de réduire la section d'un fil, par déformation plastique, en le tirant à travers l'orifice calibré d'une filière sous l'action d'une force de traction et en présence d'un lubrifiant (figure II.1). Cette technique permet d'obtenir des fils de diamètres inférieurs à 5 mm et de s'affranchir ainsi des limites technologique et économique d'un procédé de déformation à chaud, à savoir de respecter des tolérances serrées sur les diamètres et de conférer, éventuellement, des caractéristiques mécaniques adaptées par écrouissage [21]. Les matériaux les plus utilisés dans le cadre d'applications industrielles sont l'acier, le cuivre, l'aluminium et le tungstène. Les applications des produits mis en œuvre par cette technique (qui peuvent être utilisés en l'état, assemblés ou transformés) sont nombreuses : clôtures, armatures pour béton, électrode de soudage, câbles, agrafes, vis et boulons, ressorts, aiguilles, anneaux, boucles et crochets, armatures de pneumatiques [22].

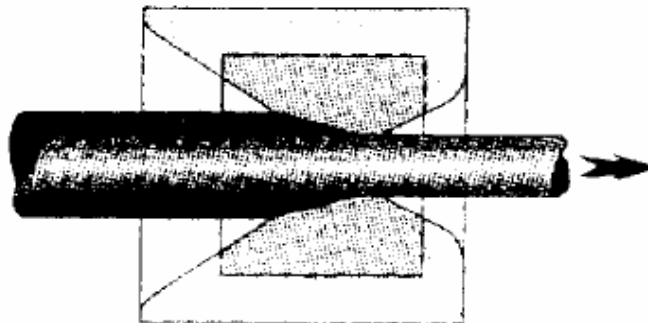


Figure II.1: Principe du tréfilage.

Les trois éléments-clés du tréfilage sont le fil, la filière et le lubrifiant.

- Le fil de départ, ou fil-machine provient du laminage à chaud.
- La filière assure la réduction, se compose d'un noyau en carbure de tungstène ou diamant et d'une monture en acier,
- Le lubrifiant joue le rôle de troisième corps : produit liquide ou pulvérulent suivant le procédé choisi, il s'intercale, sous forme d'un film mince, entre les deux antagonistes.

II.1 Préambule

En préambule, nous rappelons les définitions des grandeurs mécaniques utilisées pour décrire le tréfilage (figure II.1).

- l'allongement du fil λ

La conservation du volume, entre l'entrée et la sortie de filière, au cours de la déformation plastique permet d'écrire que $S_e.L_e=S_s.L_s$. Nous avons alors :

$$\lambda = \frac{L_s}{L_e} = \left(\frac{R_e}{R_s} \right)^2 \dots\dots\dots(1)$$

Avec L_e , L_s : les longueurs initiales et finales de fil.

- la réduction du fil :

$$r = 1 - \left(\frac{R_s}{R_e} \right)^2 \dots\dots\dots(2)$$

- la déformation :

$$\varepsilon = \ln\lambda = 2 \ln \left(\frac{R_e}{R_s} \right) \dots\dots\dots(3)$$

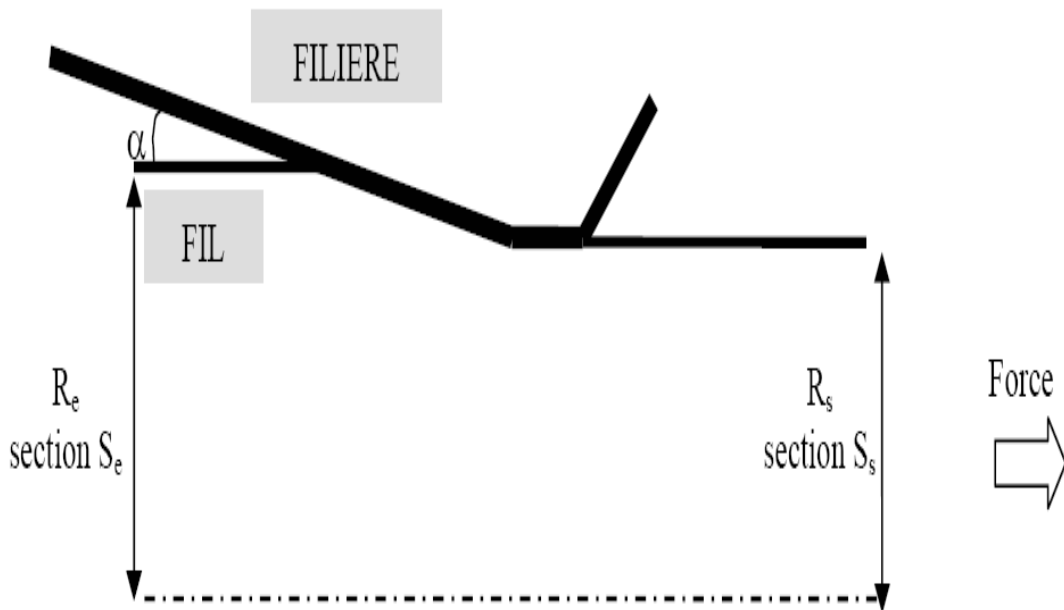
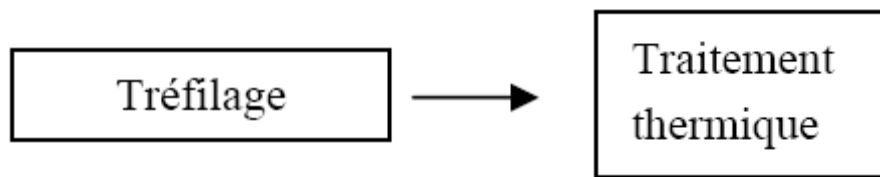


Figure II.2 : Schéma d'une passe de tréfilage et notations utilisées.

II.2 Le Tréfilage

Une opération industrielle de tréfilage se compose de :



II.2.1 Outils et équipements industriels du tréfilage

L'ensemble du matériel de tréfilage comporte trois éléments [22] :

- un dispositif de dévidage du fil,
- une machine à tréfiler,
- un dispositif de récupération du fil écroui.

Parmi tous les dispositifs, nous distinguons :

- les machines de tréfilage humide, qui sont particulièrement adaptées pour l'obtention de fils plus fins. Ce sont ces dispositifs qui nous intéressent particulièrement dans cette étude,
- les machines de tréfilage à sec, qui permettent d'obtenir des fils jusqu'à 1 mm et utilisent des savons comme lubrifiants.

La lubrification est mise en œuvre par immersion ou aspersion d'huile minérale.

Suivant la réduction de diamètre souhaitée, le nombre de passes (c'est-à-dire de passages en filière) est ajusté. Pour des réductions de section de l'ordre de 21% entre toutes les passes et 17% pour la dernière. Ce sont des dispositifs simples (ou mono passes) qui sont utilisés. Pour des réductions de section plus importantes, il faut envisager des réductions successives et donc utiliser des machines multiples (appelées également multi passes). Les dispositifs mono passes sont généralement utilisés pour des phases de calibrage, de finition ou pour l'obtention d'un état de surface particulier.

II.2.1.1 La machine simple

C'est la configuration de base qui ne peut effectuer qu'une seule réduction. Elle se compose d'un système de dévidage du fil, d'un bloc à tréfiler et d'un dispositif de traction/réception (figure II.3).

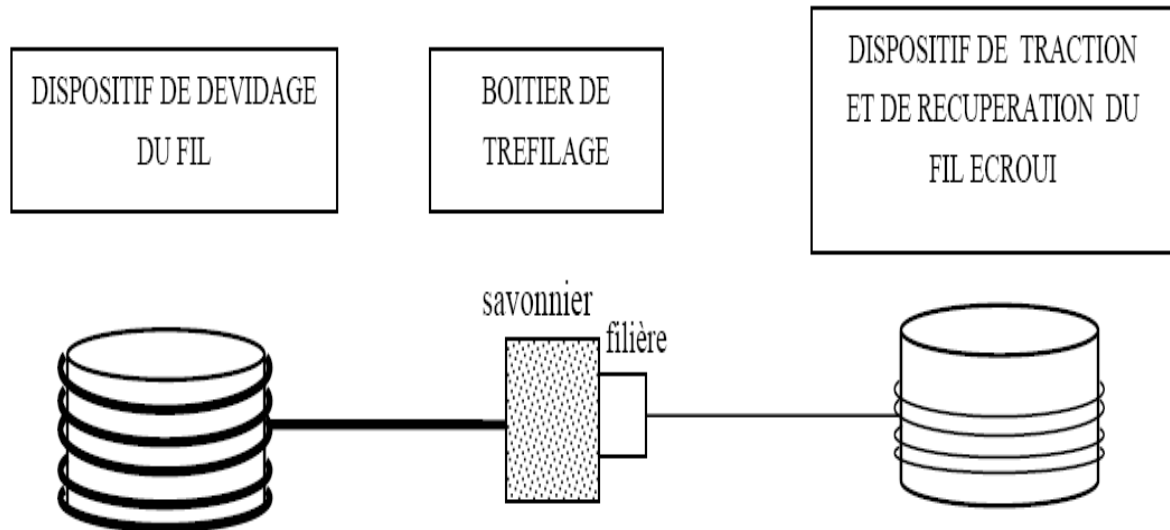


Figure II.3 : Schéma de principe d'une machine à tréfiler simple (ou mono passe).

Le boîtier de tréfilage comprend le réservoir de lubrifiant (appelé également savon ou graisse) et le support de filière dans lequel est logé l'outil calibrant.

II.2.1.1.1 Le lubrifiant

L'utilisation d'un lubrifiant est capitale au cours du procédé pour limiter le frottement et l'usure et assurer un régime de lubrification stable. Son rôle est de diminuer les forces d'étirage, d'éviter les échauffements excessifs aux grandes vitesses, et d'améliorer ainsi la durée de vie des outils et du fil.

En général, pour les gros et moyens diamètres, ce sont des savons qui sont utilisés (tréfilage à sec) : il s'agit de corps pulvérulents composés d'une matière grasse (sel métalliques d'acides gras) et de charges minérales. Le rôle de ces lubrifiants est de former un film suffisamment épais sur le fil de manière à éviter toute interaction entre le métal et la filière qui pourrait conduire à une dégradation de l'état de surface. Ils permettent ainsi des réductions successives, mais donnent un aspect terne au fil. Suivant les applications ultérieures du fil, un nettoyage s'impose pour ôter tous les résidus de lubrifiant.

II.2.1.1.2 La filière

Elle se compose de deux parties : un noyau, très dur, qui va assurer la réduction du diamètre du fil et une frette en acier qui maintient le noyau et lui permet de résister aux fortes pressions développées au cours du tréfilage. Elle se compose de plusieurs parties (figure II.4):

- un cône d'entrée jouant le rôle d'un entonnoir d'engagement, de répartiteur et d'entraîneur de

lubrifiant,

- un cône de travail, de demi-angle α , dans lequel s'effectue la réduction de section par déformation progressive du fil,
- une portée cylindrique qui calibre le diamètre du fil
- un cône de sortie qui décharge progressivement la filière des efforts et permet l'évacuation du lubrifiant.

Le tréfilage des gros fils se fait le plus souvent avec des filières en carbure de tungstène lié cobalt.

Pour les fils plus fins, ce sont des filières diamant (de géométrie différente) qui sont plutôt utilisées sauf dans le cas du cuivre qui se tréfille avec ce type de filière même pour les diamètres importants. La durée de vie de ces filières est plus importante que celle des filières en carbure, mais leur coût est nettement plus élevé.

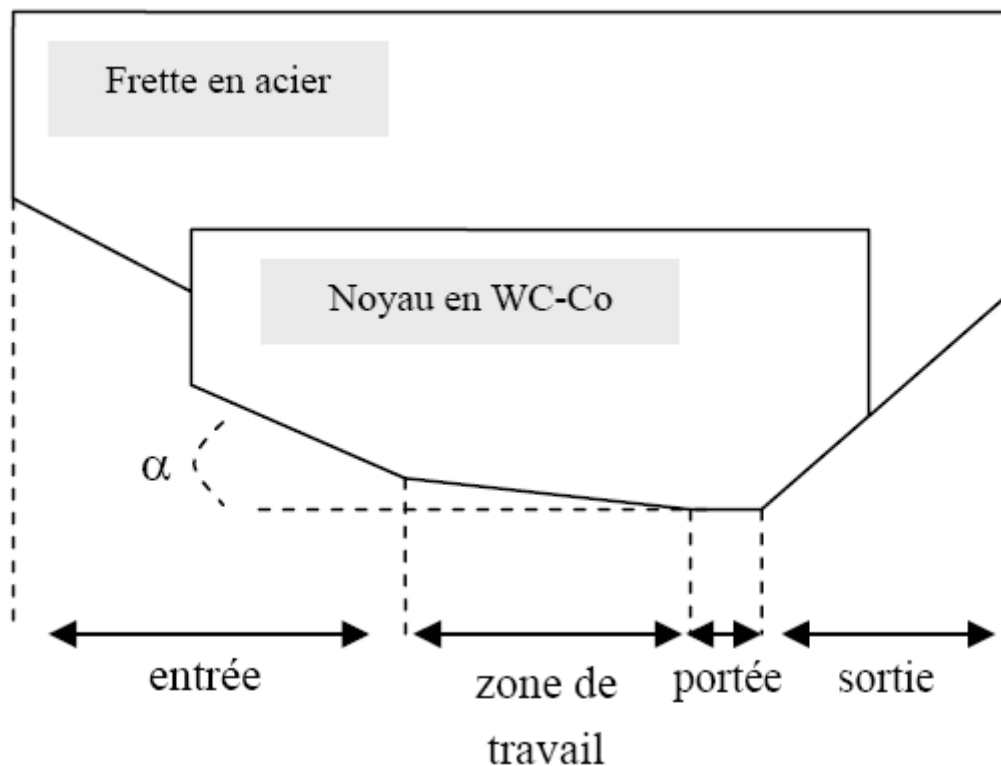


Figure II.4 : Schéma d'une filière de tréfilage.

Au cours du tréfilage, le matériau de filière se dégrade : l'endommagement peut provenir d'une usure par fatigue ou d'une usure abrasive liée à une mauvaise lubrification. La durée de vie d'une filière est conditionnée par de nombreux facteurs : la nuance du métal, la préparation de surface du fil (qui va "accrocher" le lubrifiant), l'état de surface du fil machine (rugosité),

nature et forme de la filière (angles de raccordement), le refroidissement, le lubrifiant et la vitesse de tréfilage.

II.2.1.2 Les machines multiples

Elles permettent des réductions de section importantes grâce à un enchaînement de filières.

Il existe trois types de machines multiples [22] :

- les machines continues ou à passage direct : Ce sont les équipements les plus modernes et les plus répandus. Ces bancs travaillent en général à des vitesses élevées et sans glissement du fil sur les bobines grâce à un équilibrage rigoureux des vitesses. En effet, chaque bobine voit sa vitesse contrôlée par un moteur séparé dans le but d'assurer un débit massique de fil identique dans toutes les filières. Les bobines n'accumulent que 5 ou 6 spires de fil.
- Les machines à accumulation : Il n'y a pas d'équilibrage automatique des vitesses. Les passes sont calculées pour que chaque filière débite plus de fil que ce qui est nécessaire à la suivante d'où une accumulation du fil sur la bobine. Cette dernière favorise le refroidissement du fil, problématique du point de vue métallurgique pour les aciers au carbone, et permet de ne pas interrompre la production de bobines aval en cas de problème sur les bobines amont.
- Les machines à glissement : Dans ces machines dédiées au tréfilage humide, il n'y a ni équilibrage des vitesses, ni accumulation de fil. Le glissement du fil sur les bobines compense les différences de vitesses.

Ces équipements permettent de tréfiler du fil "en ébauche", c'est-à-dire qu'ils permettent de réduire le diamètre du fil machine de 9,5mm à 1 ou 2mm en plusieurs passes. Le fil peut ensuite être tréfilé en "reprise" à sec sur des bancs de même type ou bien en milieu humide sur des bancs fonctionnant en immergé pour l'obtention de fils très propres.

II.2.2 La finition (traitements thermiques)

En dernière étape, les traitements thermiques sont mis en œuvre pour obtenir des fils présentant une structure adaptée au retréfilage ou aux déformations ultérieures, pour supprimer l'effet de l'érouissage et adoucir le fil (recuit) ou encore pour communiquer au fil des caractéristiques particulières (trempe). Les fours de recuit peuvent être de types statiques (couronnes, bobines) ou au défilé (fours pouvant atteindre 20m de longueur) [22].

II.2.3 Les observables du tréfilage (force, frottement et température)

II.2.3.1 La force

Le fil est tiré au travers de la filière par une force de traction. L'écoulement plastique du métal est rendu possible par l'action combinée de la traction axiale et de la compression radiale imposée par la filière. A l'interface fil-filière, s'exerce en plus de la pression latérale imposée par la filière, un cisaillement fonction des conditions de frottement. La force nécessaire pour tréfiler le fil est donc la somme de la force nécessaire pour déformer plastiquement le fil et de la force nécessaire pour vaincre le frottement. En terme de contrainte de tréfilage, nous pouvons écrire que (relation 1) :

$$\sigma_z = \frac{F_z}{\pi R_s^2} = \sigma_{\text{déformation plastique}} + \sigma_{\text{frottement}} \dots\dots\dots(4)$$

La contrainte de tréfilage est donc fortement dépendante :

- de la géométrie de la filière : la valeur de l'angle de filière et la longueur de sa portée vont conditionner la surface de contact entre le fil et augmenter la part du frottement,
- des propriétés mécaniques du fil et plus particulièrement de sa contrainte d'écoulement,
- des conditions de frottement à l'interface fil-filière via l'utilisation d'un lubrifiant.

Différentes méthodes (analytiques et numériques) ont été proposées pour calculer la contrainte de tréfilage. Parmi les on cite la plus connue:

- **La méthode des tranches** (Modèle analytique) [23]

Elle consiste à considérer le fil découpé en tranches cylindriques infinitésimales d'épaisseur dz dont l'axe z est la direction de tréfilage. Chaque tranche est soumise à une traction axiale, à une pression et à une cission de frottement. La résolution des équations d'équilibre nécessite de prendre en compte le critère de plasticité et de choisir une condition de frottement. Si une contre-traction $\sigma_{z,e}$ est exercée, l'expression de la contrainte de tréfilage en sortie de filière $\sigma_{z,s}$ est donc :

- avec un frottement de Coulomb μ :

$$\sigma_{z,s} = \sigma_{z,e} \lambda^{-\mu \cot \alpha} + \sigma_0 \left(1 + \frac{1}{\mu \cot \alpha}\right) (1 - \lambda^{-\mu \cot \alpha}) \dots\dots\dots(5)$$

• avec un frottement de Tresca m :

$$\sigma_{z,s} = \sigma_{z,e} + \bar{\sigma}_0 \ln \lambda \left(1 + \frac{\bar{m}}{\sqrt{3}} \cot \alpha \right) \dots\dots\dots(6)$$

Cette méthode élémentaire est en fait insuffisante car la comparaison avec les résultats expérimentaux de Wistreich [24] indique que la contrainte de tréfilage ainsi calculée est sous-estimée et ne rend pas compte de l'existence d'un minimum de force lorsque l'angle varie (figure II.5).

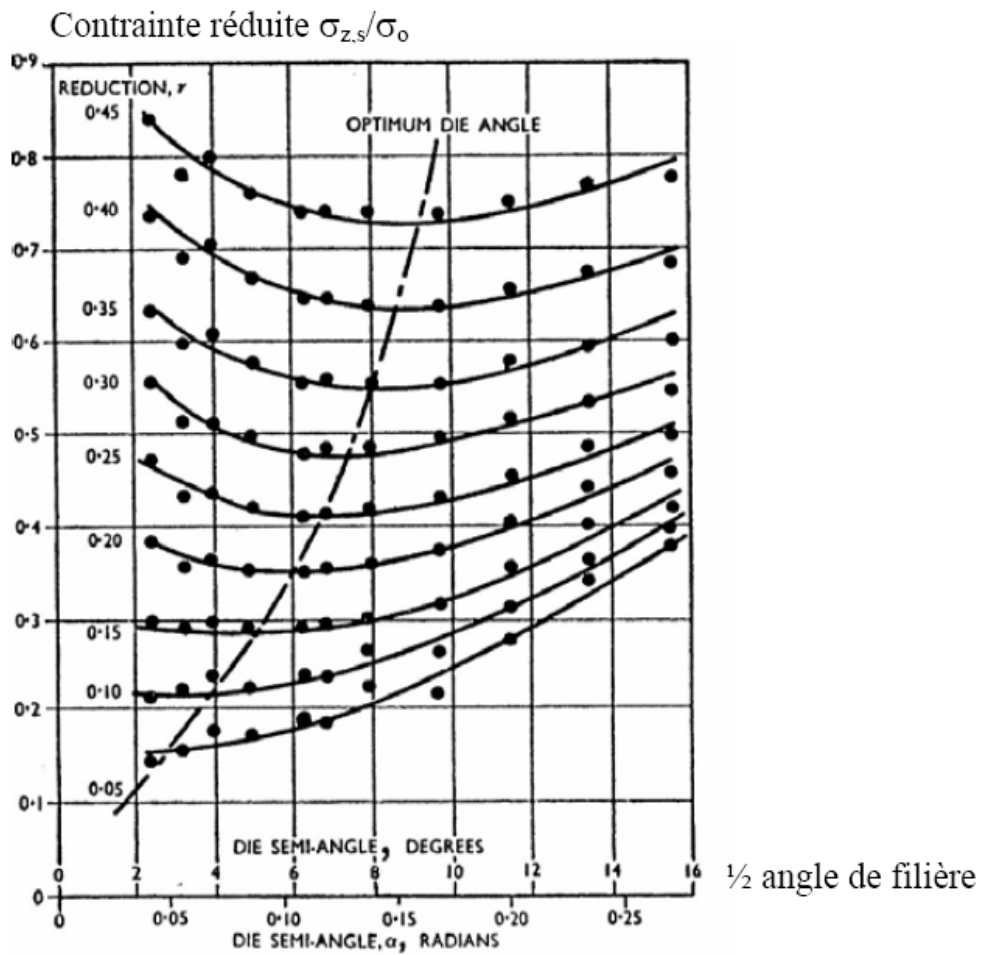


Figure II.5 : Influence de la réduction et de l'angle de filière sur la contrainte de tréfilage [24].

La notion de travail redondant a été introduite pour expliquer pourquoi la déformation du métal, induite par la réduction du fil, peut être supérieure à la déformation homogène attendue selon :

$$\varepsilon = \ln\lambda = 2 \ln \left(\frac{R_e}{R_s} \right) \dots\dots\dots(7)$$

D'un point de vue physique, cela s'explique par une discontinuité de vitesse aux limites de la zone de travail. Pour une réduction donnée, cet effet est d'autant plus marqué que l'angle de travail de la filière est grand.

II.2.3.2 Le frottement

Contrairement à d'autres procédés où il est moteur, le frottement est un phénomène parasite pour le tréfilage. Il génère une augmentation de la force de tréfilage et de la température au cours de l'opération et rend les conditions de tréfilage critiques (rayures du fil, usure de la filière). L'objectif du tréfileur est donc de le minimiser en ajustant les paramètres du procédé (réduction du fil, angle de filière) ou en utilisant un bon lubrifiant (c'est-à-dire un lubrifiant qui recouvre de manière homogène le fil).

Le frottement peut être estimé de manière expérimentale, lors d'essais de tréfilage, par mesures directe ou indirecte [25] :

- la mesure directe consiste à mesurer la force axiale et la force normale de tréfilage. Cette voie nécessite de disposer toutefois de matériels de tréfilage sophistiqués et bien instrumentés. La technique la plus connue est le "split-die", développée par Mc Lellan en 1952-53 puis améliorée par Wistreich[4], qui consiste à utiliser une filière coupée en deux et à mesurer conjointement la force qui tend à séparer les deux parties ainsi que la force axiale lors du tréfilage,
- la mesure indirecte consiste à mesurer la force axiale de tréfilage et à calculer le coefficient de frottement grâce à un modèle mécanique et à la connaissance de la contrainte d'écoulement du fil. Ce type de calcul peut toutefois être entaché d'erreurs qui découlent d'une connaissance qu'approchée de la contrainte d'écoulement ou d'hypothèses plus ou moins discutables sur le frottement et le travail redondant. Cette approche fournit quoi qu'il en soit de bonnes estimations.

Une autre méthode d'identification assez précise du coefficient de frottement a été proposée plus récemment : l'Upsetting Sliding Test[26] (figure II.6).

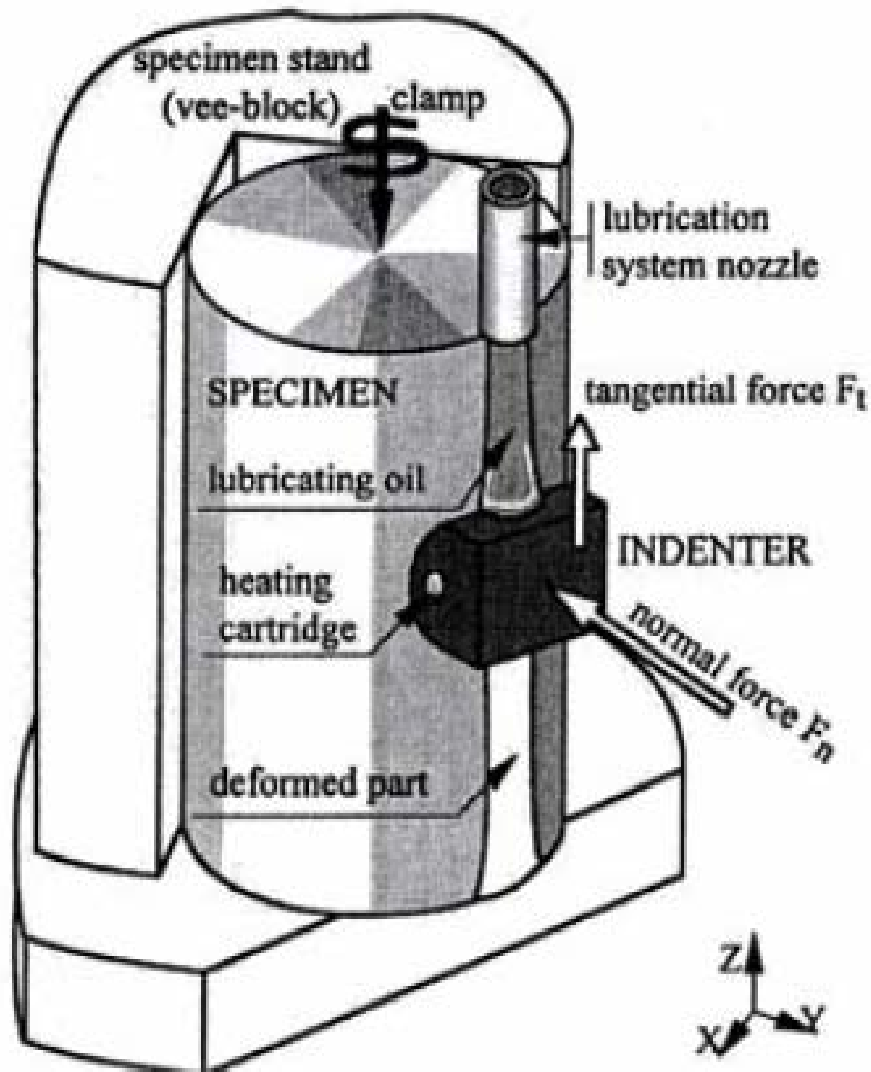


Figure II.6 : Principe de l'Upsetting Sliding Test [26].

Il s'agit d'un essai de laboratoire qui consiste à reproduire les conditions de contact physique, chimique et mécanique de l'interface pièce-outil du procédé de mise en forme au moyen d'un indenteur (qui représente l'outil) et d'un échantillon (qui représente la pièce). Après un ajustement des paramètres de l'essai (géométrie de l'indenteur et pression de contact), l'indenteur se déplace sur l'échantillon, et la mesure des forces tangentielle et normale, permet de calculer avec une bonne précision le coefficient de frottement. Pour le tréfilage, l'avantage de cet essai réside dans la possibilité de tester, en laboratoire, des conditions de contact représentatives du procédé puisque les matériaux des deux antagonistes ainsi que leurs états de surface peuvent être fidèles à la réalité : il est alors possible de tester les différents revêtements de surface et lubrifiants utilisés dans l'industrie et de les classer en

fonction de leurs performances en terme de lubrification. Toutefois, il est actuellement mis en œuvre à des vitesses de glissement inférieures à celles attendues en tréfilage.

II.2.3.3 La température

La connaissance de ce paramètre est capitale puisqu'elle va conditionner le déroulement de l'opération. En effet, un échauffement élevé va modifier les propriétés rhéologiques du lubrifiant, sa consistance et donc son épaisseur passante. Dans le cas le plus critique, un échauffement excessif peut dégrader le lubrifiant et compromettre ses performances, accentuer les phénomènes d'usure qui vont conduire à un état de surface du fil non souhaité voire provoquer des changements métallurgiques.

La thermique du tréfilage a été étudiée sur le plan expérimental et théorique [25]. La génération de chaleur a d'abord été mesurée au moyen de méthodes calorimétriques consistant à mesurer en sortie de filière l'échauffement d'un bain d'huile ou d'un tube de cuivre, suite au passage du fil tréfilé. Pour améliorer les mesures, des essais avec thermocouples implantés dans la filière ont été développés et ont permis de connaître la distribution de températures le long du contact fil-filière dans le cas de dispositifs mono passes [27]. Nous présentons sur la figure II.7 le profil de températures obtenu avec un savon de tréfilage, entre 1 et 10 m/s : ce résultat met en évidence la forte croissance de l'échauffement lorsque la vitesse augmente.

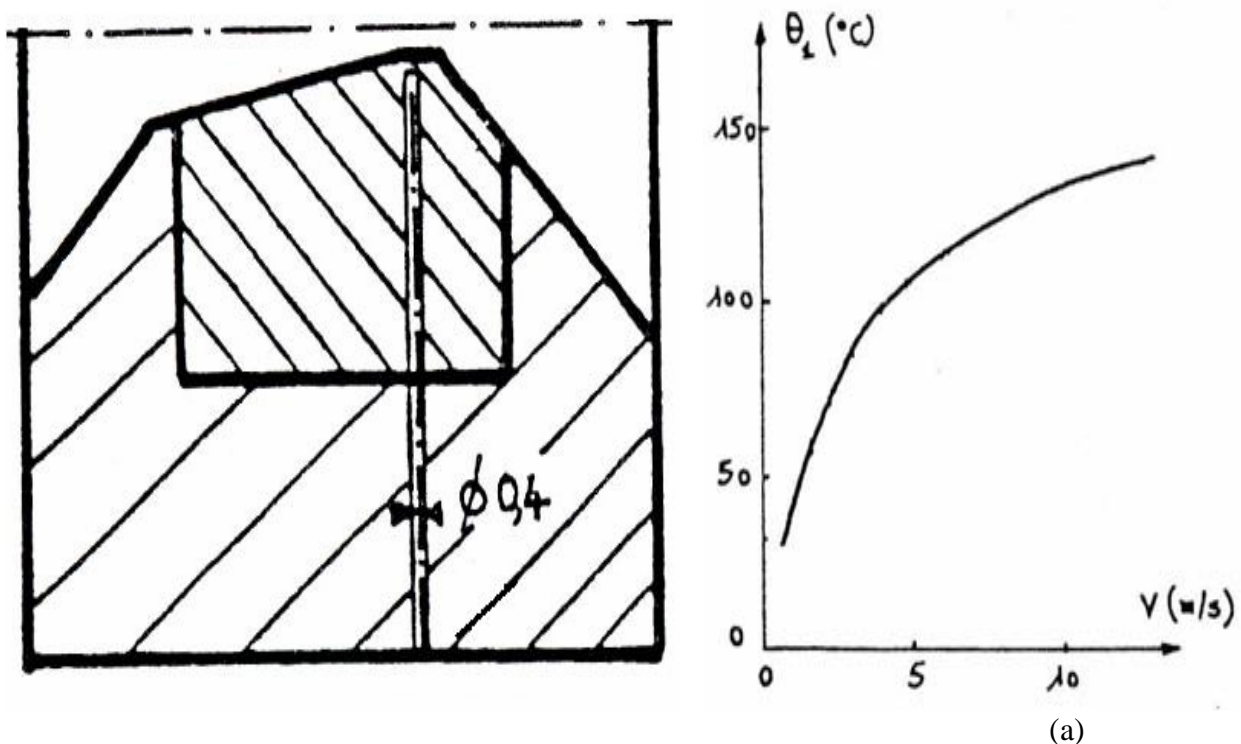


Figure II.7 : Mesure des températures de filière lors d'une opération de tréfilage : emplacement du thermocouple (a) et profil obtenu (b) [27].

Fil : acier $\sigma_0=355$ MPa, $R_e=1,2$ mm, $R_s=1,06$ mm; Filière : carbure de tungstène - $\alpha=6^\circ$;
 Lubrifiant : savon Wyrax]

Sur le plan théorique, l'analyse thermique classique est celle de Siebel et Kobitsch. La généralisation de Baque permet d'écrire que l'accroissement de température superficielle du fil ΔT_s est la somme de l'échauffement généré par la déformation plastique et par le frottement :

$$\Delta T_s = \frac{\bar{\sigma}_0 \varepsilon}{\rho C} + \sqrt{\frac{3}{2}} \frac{\tau}{b} \sqrt{uL} \dots\dots\dots(8)$$

Où σ_0 désigne la contrainte d'écoulement moyenne du métal, ε la déformation telle que $\varepsilon=\ln(R_e/R_s)^2$, τ la cission de frottement, u la vitesse de tréfilage, L la longueur de contact entre le fil et la filière, ρ la masse volumique du fil, C la capacité calorifique du fil et b son effusivité définie par : $b = \sqrt{k\rho C}$ où k est la conductivité thermique.

Cette théorie a été tout d'abord discutée par Altan qui propose une comparaison entre le calcul et les résultats expérimentaux de Ranger. Elle a également servi de base de réflexion à d'autres auteurs qui ont fourni des analyses plus détaillées et suggéré des extensions [28].

La littérature fait également état de travaux portant sur la mesure et la prédiction des températures sur dispositifs multi passes [28]. Ces calculs trouvent leur application dans la mise au point de systèmes de refroidissement qui permettent de réguler la température du fil entre les passes et d'éviter que l'accumulation de chaleur ne devienne préjudiciable à l'opération.

Chapitre III
Notions sur la Déformation
Plastique et le Durcissement
par Ecrouissage

III.1 Introduction

L'étude de la déformation plastique a sans doute eu pour origine le souci de maîtriser le comportement mécanique des matériaux, et dans un premier temps, les métaux. De ce fait, elle a été longtemps empirique et ce n'est que depuis quelques dizaines d'années qu'ont été élaborés les concepts nécessaires à la compréhension des phénomènes physiques se produisant lors des écoulements plastiques [29].

III.2 Aspects mécaniques de la déformation

Lorsqu'un solide cristallin est soumis à une contrainte, il se déforme de manière réversible tant que la contrainte est inférieure à une certaine valeur critique, dite limite élastique. Au-delà de cette contrainte critique, la déformation cesse d'être réversible. Lorsque la contrainte est supprimée, il subsiste une déformation (dite déformation plastique), et si l'on poursuit la déformation, le solide finit par se rompre.

Restreignons-nous dans ce qui suit à l'essai de traction à vitesse de déformation imposée, à température constante. La déformation plastique se caractérise par les observations suivantes [30] :

- Classiquement, la limite d'élasticité décroît avec la température.
- La déformation plastique induit, en général, un durcissement du matériau. La limite d'élasticité croît en général avec le taux de déformation.
- Les mesures de l'énergie emmagasinée dans l'échantillon au cours de la déformation plastique, montrent que cette déformation entraîne la création de défauts structurels (défauts ponctuels et dislocations). Toutefois, l'énergie emmagasinée n'est qu'une petite fraction (5 à 10%) de l'énergie développée pour déformer l'échantillon.

Une autre conséquence est que, en traction uniaxiale, la section de l'éprouvette décroît avec la déformation. Il en résulte un accroissement, d'origine géométrique, de la contrainte appliquée à l'échantillon.

III.3 Aspects métallurgiques de la déformation

III.3.1 Mécanismes de déformation plastique

Lorsqu' un matériau polycristallin est soumis à l'action d'une contrainte mécanique extérieure, une déformation plastique se produit. Celle-ci est générée principalement par un mécanisme de glissement des dislocations sur des plans cristallins précis et/ou par un maillage mécanique.

III.3.1.1 Système de glissement

Prenons un échantillon d'aluminium, par exemple, préparé de façon à avoir une surface polie. Lorsqu'on le déforme, on voit apparaître sur la surface, à partir d'un certain effort, des lignes parallèles qui sont espacées de quelques dizaines de nanomètres (Figure III.1). Le glissement s'effectue sur les plans cristallins denses, où le nombre d'atomes par unité de surface est le plus élevé. D'autre part, la direction du glissement sur ces plans correspond à une direction dense, où la distance interatomique est la plus courte. La combinaison d'un plan de glissement et d'une direction de glissement, dans ce plan, constitue ce que l'on appelle un *système de glissement* [31].

Une observation en coupe de la surface montre que ces lignes témoignent en fait de la déformation irréversible du matériau, par glissement le long de plans dans la maille cristalline, à la manière de cartes glissant les unes sur les autres (Figure III.2). Si l'on poursuit la déformation, d'autres lignes se forment, ce qui traduit le déclenchement de glissements le long d'autres plans cristallographiques (Figure III.1).

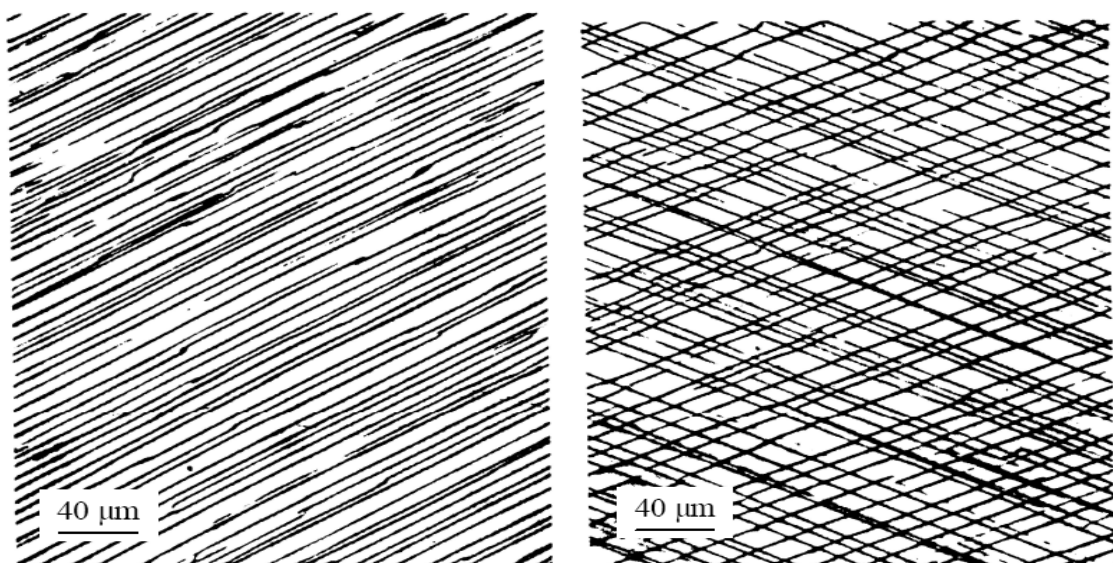


Figure III.1 : Lignes de glissement apparaissant à la surface d'un échantillon d'aluminium quasi pur [32].

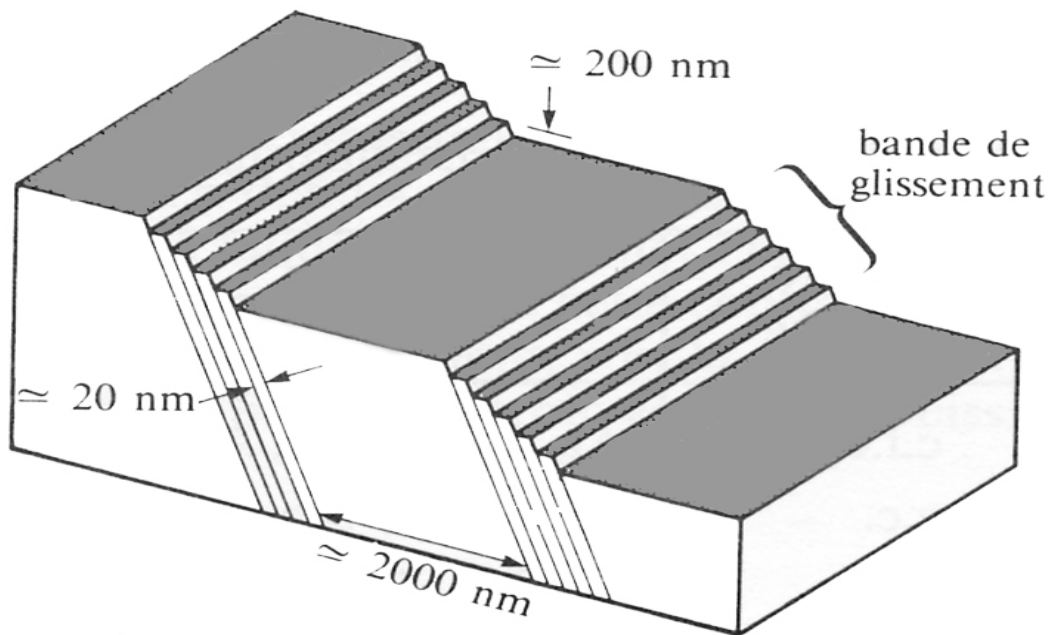


Figure III.2 : Schéma de la formation de bandes de glissement.

III.3.1.2 Loi de Schmid

La déformation plastique s'effectue donc suivant un nombre discret de modes de déformation. Quand on soumet un échantillon monocristallin à une force F en traction simple, seule la composante projetée sur un système de glissement activable peut induire une déformation plastique. Considérons la composante tangentielle t au plan de glissement et dans la direction de glissement. Avec les notations de la Figure III.3, on obtient une expression pour cette cission résolue t :

$$\tau = \frac{F}{S_0} \cos \theta \cos \chi \dots\dots\dots(9)$$

Le terme $(\cos \theta \cos \chi)$ est appelé facteur de Schmid pour le système de glissement considéré. Il permet de calculer la contrainte macroscopique nécessaire à l'activation du système en fonction de la direction d'application.

On remarque également que, sauf cas très particuliers, le mouvement induit par glissement ne sera pas colinéaire à l'effort appliqué. Ces constatations montrent que la déformation plastique est, par nature, anisotrope [33].

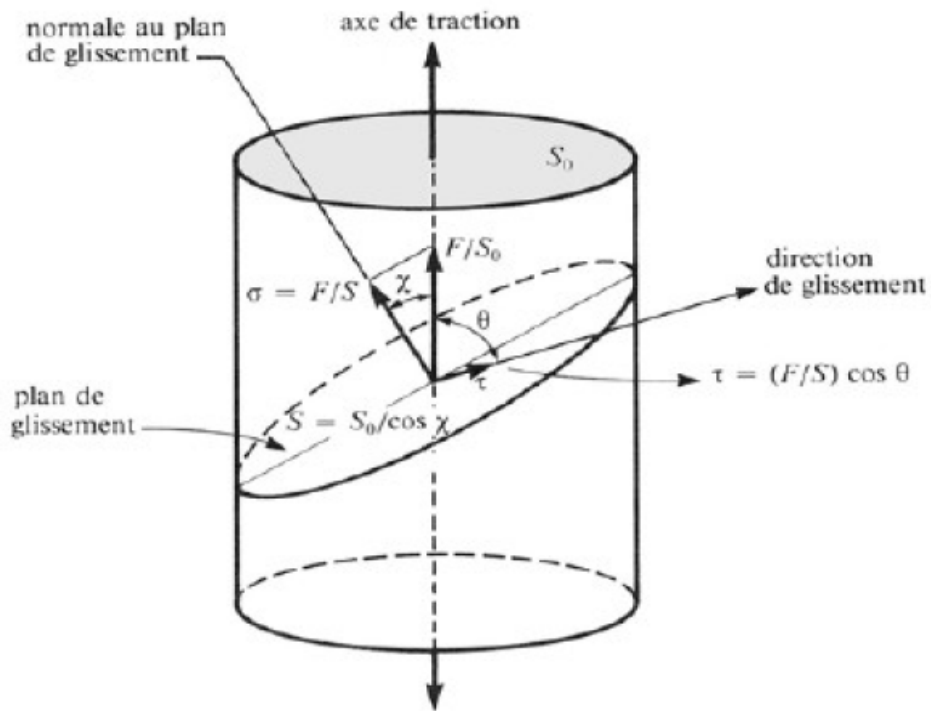


Figure III.3 : Loi de Schmid [33].

Dans un monocristal, plusieurs systèmes de glissement sont souvent activables, et il faut donc considérer les contributions possibles des différents systèmes à la déformation.

TABLEAU 1 : SYSTEMES DE GLISSEMENT POUR QUELQUES METAUX			
Structure cristalline	Plans de glissement	Directions de glissement	Exemples de métaux
cfc	{111}	<110>	Al, Fe γ , Cu, Ni, Au, Ag
cc	{110}, {112}, {123}	<111>	Fe α , Nb, Mo
hc	{0001}, {10 $\bar{1}$ 0}	<1120>	Mg, Ti, Zn, Zr α , Be

Structures : cfc : cubique à faces centrées ; cc : cubique centrée ; hc : hexagonale compacte

Tableau III.1 : Plans et directions de glissement pour plusieurs classes de métaux.

III.3.1.3 Dislocations

Ce sont les défauts linéaires (les dislocations) dans la structure cristalline, qui se déplacent sous l'effet des contraintes appliquées. La déformation plastique peut donc se produire grâce à ces mouvements. Deux types de mouvements de dislocations peuvent être

rencontrés, le glissement et la montée. Cette dernière est principalement active lors de sollicitations à chaud lorsque la diffusion est importante [33].

Notons que le mouvement d'une dislocation s'effectue dans une direction perpendiculaire à la ligne de dislocation, parallèlement à la force appliquée dans le cas d'une dislocation coin, et perpendiculairement à la force dans le cas d'une dislocation vis.

La traversée du matériau par une dislocation induit donc une translation élémentaire d'amplitude b , le vecteur de Burgers de cette dislocation (Figure III.5); et c'est bien le passage de très nombreuses dislocations qui permet la création d'une marche visible à l'échelle macroscopique.

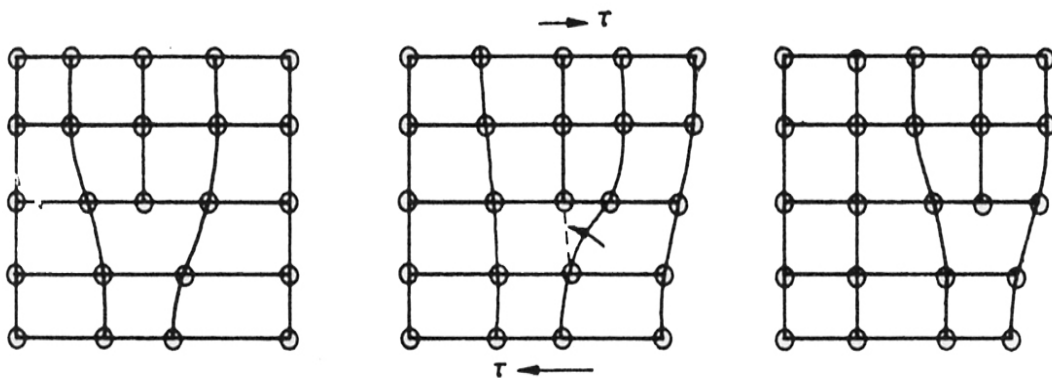


Figure III.4 : Déplacement d'une dislocation coin dans un cristal.

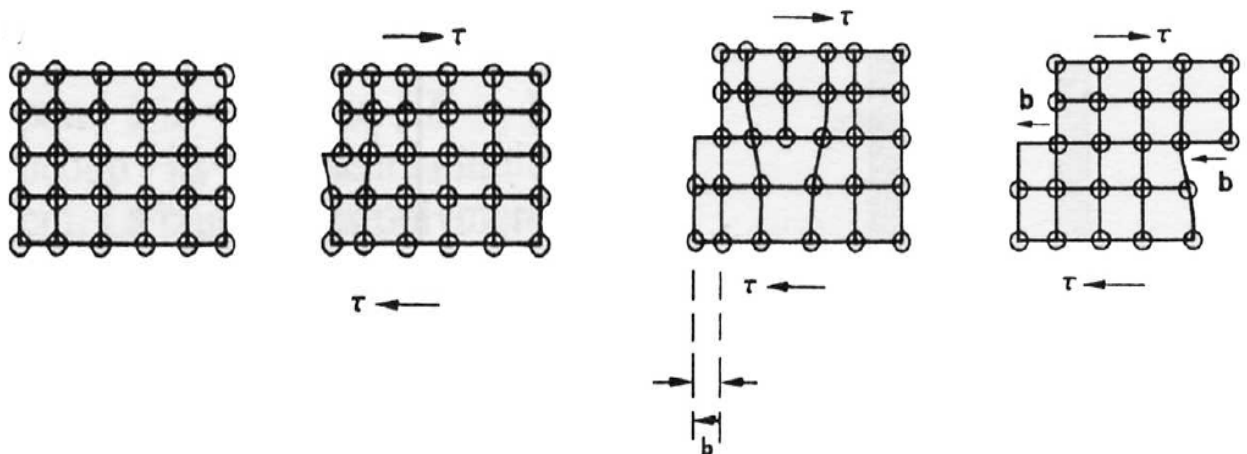


Figure III.5 : Glissement d'une partie d'un cristal dû au passage d'une dislocation coin [33].

Notons que la déformation due à un glissement cristallographique n'induit pas de changement de volume : à l'inverse de la déformation élastique, on pourra donc considérer que, à toute échelle, la déformation plastique est isochore.

III.3.1.4 Autre mode de déformation (Le maclage)

Un autre mécanisme, le maclage, peut également jouer un rôle important dans la déformation plastique dans les matériaux de structure c.f.c [34], il provoque principalement un glissement constant sur toute l'épaisseur de la macle (voir la figure III.6). Ce mécanisme intervient le plus souvent dans les cas suivants [35]:

- Il n'y a pas assez de systèmes de glissement pour satisfaire la condition de Von Mises qui stipule que pour assurer à chaque grain une déformation compatible avec l'ensemble, il faut faire intervenir au moins cinq systèmes de glissement indépendants.
- Le glissement est difficile (métaux c.c. en régime de basse température).
- L'énergie de faute d'empilement est faible (métaux c.f.c.), et c'est le cas des aciers inoxydables austénitiques qui présente une énergie de faute d'empilement γ_{SFE} relativement faible de l'ordre de 20 mJ/m² à la température ambiante.

Les macles de déformations sont souvent d'épaisseur faible, typiquement en dessous de 1 μm .

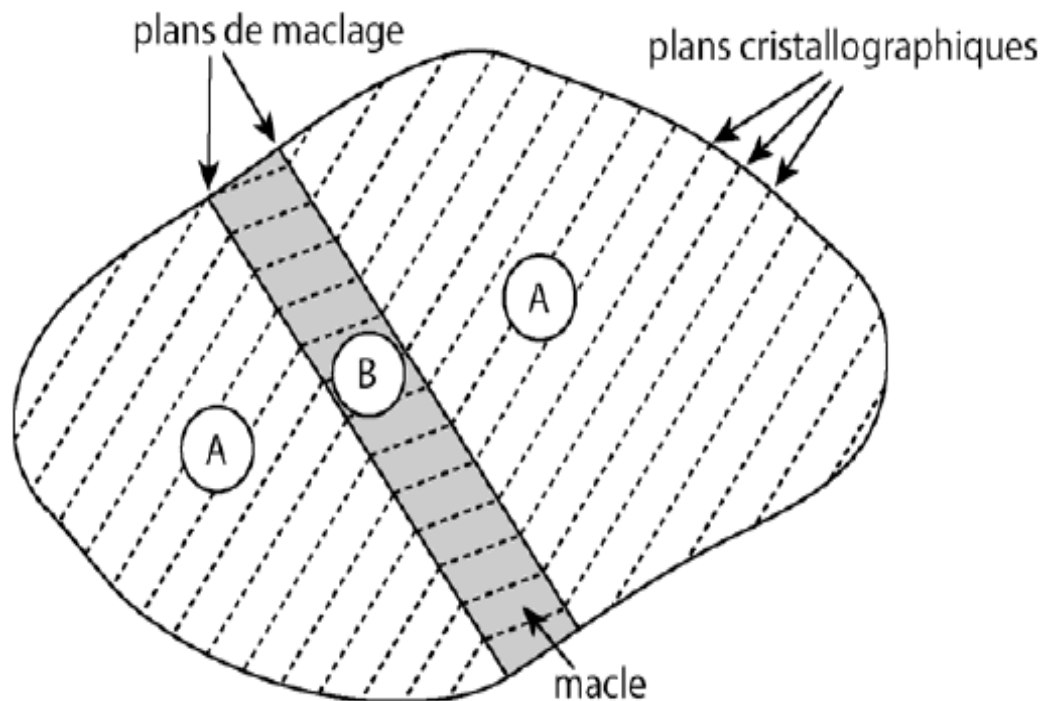


Figure III.6 : Les deux cristaux A et B sont en position de macle [35].

De même que pour la déformation par glissement des dislocations, le maclage se fait selon des plans cristallographiques bien déterminés. Par exemple pour le réseau c.f.c le plan de maclage est la famille $\{111\}$ dans la direction $\langle 112 \rangle$.

III.4 Mécanisme de durcissement

La limite élastique σ_y est atteinte lorsque le champ des contraintes appliquées provoque le déplacement irréversible des dislocations à travers l'ensemble de la structure. Si l'on veut augmenter cette limite (paramètre macroscopique), il faut augmenter la difficulté de déplacement des dislocations (échelle microscopique). Il faut créer des obstacles.

On peut schématiser le problème en admettant que la limite élastique d'un matériau polycristallin (mono ou polyphasé) est composée de deux parties [33] :

- La limite élastique intrinsèque σ_i du monocristallin ;
- L'effet de polycristallinité essentiellement attachée à l'action des joints de grains

III.4.1 Limite élastique intrinsèque

III.4.1.1 Effet de précipitation d'une seconde phase

Il constitue un des meilleurs moyens d'augmenter la résistance à la déformation plastique d'un matériau.

Lorsque des particules non cisailables sont dispersées dans une matrice, le franchissement d'une « ligne » de précipités par une dislocation ne peut se faire que par incurvation de la dislocation entre les particules, ce qui exige une contrainte supplémentaire que l'on peut apprécier par un calcul identifier à celui effectué pour le fonctionnement d'une source de Frank-Read.

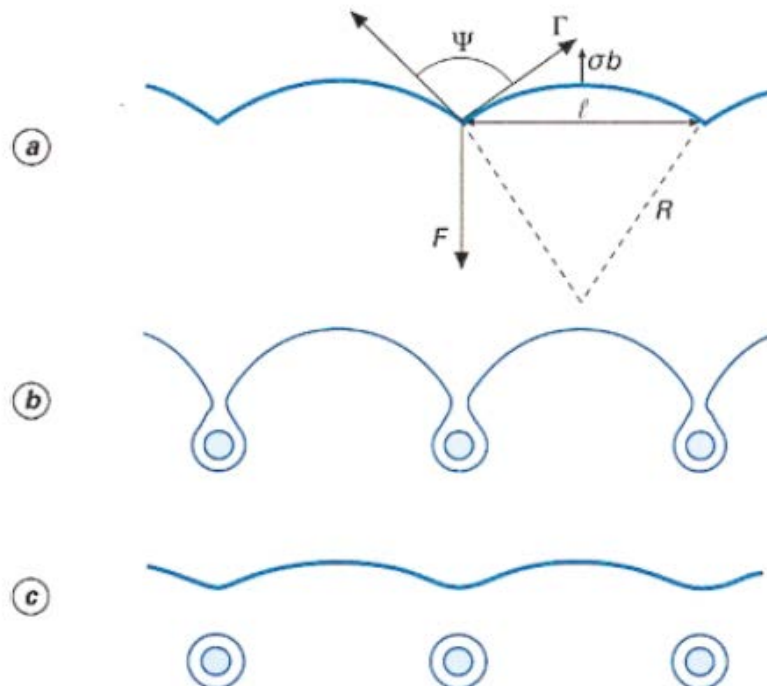


Figure III.7 : Résistance au mouvement des dislocations par présence de précipités non cisailables.

Il faut remarquer qu'un précipité cohérent (même structure que la matrice, continuité des plans cristallins) pouvant être cisailé par la dislocation a une interaction avec celle-ci plus grande qu'un précipité incohérent (structure différente de la matrice) [33].

III.4.1.2 Effet des dislocations elles même

Lorsque l'on déforme un matériau au-delà de sa limite élastique, la résistance continue d'augmenter. C'est l'effet de consolidation qui est un durcissement dû à l'interaction des dislocations entre elles.

On peut montrer que la contrainte nécessaire pour produire une déformation plastique dans un matériau durci par consolidation est :

$$\sigma = 0.2 Gb \sqrt{\rho} \dots \dots \dots (10)$$

ρ : densité des dislocations.

Si on élève graduellement la température d'un métal déformé au préalable, les dislocations vont tendre à se réarranger, à s'annihiler, ce qui entraîne un abaissement progressif de la limite élastique : c'est le phénomène de restauration qui précède la recristallisation.

III.4.2 Effet des joints de grains

Les joints de grains interrompant de façon brutale la régularité de l'empilement cristallin, ils interviennent d'abord comme obstacles à la libre propagation des dislocations de réseau soit qu'ils les piègent, soit qu'ils les repoussent, et, dans tous les cas, du fait de l'accumulation de divers défauts dans leur voisinage (dislocations empilées ou ancrées, précipitation préférentielle, ségrégation, etc.) [29]. Ce grain subit une déformation plastique qui, en général, ne se poursuit pas dans le grain B, car il n'y a pas continuité du plan de glissement.

La déformation plastique se propage d'un grain à un autre pour une valeur critique de la cession, qui est liée à la dimension moyen d du grain ; la limite élastique est globalement décrite par la relation de Hall-Petch :

$$\sigma_y = \sigma_i + k_y d^{-1/2} \dots \dots \dots (11)$$

($\sigma_i, k_y =$ constantes).

Cette loi bien respectée expérimentalement montre qu'à un affinement du grain correspond une augmentation de la limite élastique [33].

III.4.3 Durcissement par écrouissage

Lorsqu'un métal est déformé plastiquement, on observe généralement un durcissement. Plus la déformation plastique est grande, plus le métal s'oppose à cette déformation, il est alors dit écroui.

L'écrouissage des matériaux cristallins s'explique par l'immobilisation progressive des dislocations et va jusqu'à leur blocage complet. En effet, pour qu'il y ait déformation plastique, il faut un mouvement de dislocations. Au début de la déformation plastique les dislocations sont assez mobiles et glissent sur de longues distances. Elles ont néanmoins des problèmes à franchir les joints de grains et les précipités et s'empilent devant ces obstacles. Avec la progression de la déformation plastique, le nombre de dislocations s'immobilisant devant ces obstacles augmente et en conséquence la contrainte nécessaire à la continuation de la déformation augmente aussi.

Lors de cette première phase de l'écrouissage, la contrainte augmente très vite avec le taux de déformation plastique. Vers la fin de cette étape, la contrainte atteint un niveau qui permet d'activer des systèmes de glissement secondaires. Les dislocations qui se trouvent (et qui glissent) sur des plans cristallographiques sur lesquels la contrainte critique est plus élevée que sur les plans primaires, commencent alors à se déplacer par rapport aux dislocations déjà immobilisées. Les dislocations secondaires ont encore moins de chance de s'échapper. Elles ne s'empilent pas seulement devant les mêmes obstacles mais aussi devant les empilements des dislocations primaires. En effet, les dislocations entre deux systèmes de glissement réagissent pour former des barrières insurmontables. Les dislocations qui suivent y restent accrochées.

A ce stade, les dislocations commencent à s'arranger en une structure cellulaire. Les dislocations se concentrent au bord de ces cellules et vont former les parois. L'intérieur des cellules, par contre, s'appauvrit en dislocations mais reste le seul endroit où les dislocations disposent encore d'une certaine mobilité. Lors de cette deuxième étape de l'écrouissage, la contrainte d'écoulement plastique augmente comme lors de la première phase, mais souvent moins vite. Enfin, dans la phase finale la contrainte atteint un niveau qui permet de déplacer les dislocations vis ou une partie de celles-ci dans un plan de glissement autre que le plan sur lequel la dislocation vient de s'immobiliser. Le niveau élevé de la contrainte permet maintenant aussi de contourner les obstacles et donc de continuer la déformation plastique. La déviation d'une partie de la dislocation, c.à.d. le mouvement sur un plan de glissement incliné

par rapport au plan de glissement principal, provoque des croisements entre les dislocations de différents plans de glissement. La réticulation des dislocations à travers les plans de glissement qui en résulte, renforce la microstructure cellulaire. Vers la fin de ce stade, l'ancrage des dislocations se perfectionne de plus en plus et le métal se fragilise.

Lorsqu'un matériau a été écroui par déformation plastique, sa microstructure est perturbée et certaines de ces propriétés physiques sont altérées. Le matériau n'est plus dans son état d'équilibre. La création des dislocations et des défauts ponctuels lors de l'écrouissage consomme de l'énergie, qui reste en grande partie emmagasinée dans le métal écroui. Il s'agit surtout de l'énergie élastique que l'on retrouve dans les champs de contraintes résiduelles et dans les contraintes propres des dislocations [36].

III.4.3.1 Courbe d'écrouissage

Deux types d'équations sont couramment utilisés pour représenter la relation $\sigma=f(\epsilon)$ dans les aciers :

$$\sigma = K \epsilon^n \dots\dots\dots(12)$$

$$\sigma = \sigma_0 + C \epsilon^n \dots\dots\dots(13)$$

Si la première de ces relations est vérifiée (loi de Hollomon), le coefficient d'écrouissage (n) permet de distinguer un régime de consolidation linéaire (n = 1) et des régimes de consolidation paraboliques (n < 1). Les métaux présentent toujours plusieurs stades successifs de consolidation, caractérisés par des valeurs différentes des coefficients figurant dans les équations (1) et (2) où K et C sont des constantes [34].

III.4.3.2 Influence des éléments d'alliage sur l'écrouissage

L'influence considérable des éléments d'alliage sur l'écrouissage est liée à l'état métallurgique du matériau : éléments en solution solide (de substitution ou d'insertion) ou éléments sous forme d'une dispersion de deuxième phase.

A des températures de déformation intermédiaires, les atomes de soluté sont suffisamment mobiles pour ségréger rapidement aux dislocations et l'écrouissage augmente très sensiblement (cas du Mg et du Cu dans les alliages d'aluminium, figures III.8 et III.9, et des éléments d'insertion comme le carbone et l'azote dans les aciers à des températures de l'ambiante jusqu'à 300 °C). Dans ces conditions, la mobilité réduite des dislocations « décorées d'atomes de soluté » retarde la formation de cellules « propres » et, par conséquence, fait augmenter la densité des dislocations pour une déformation donnée (figure III.9) [37].

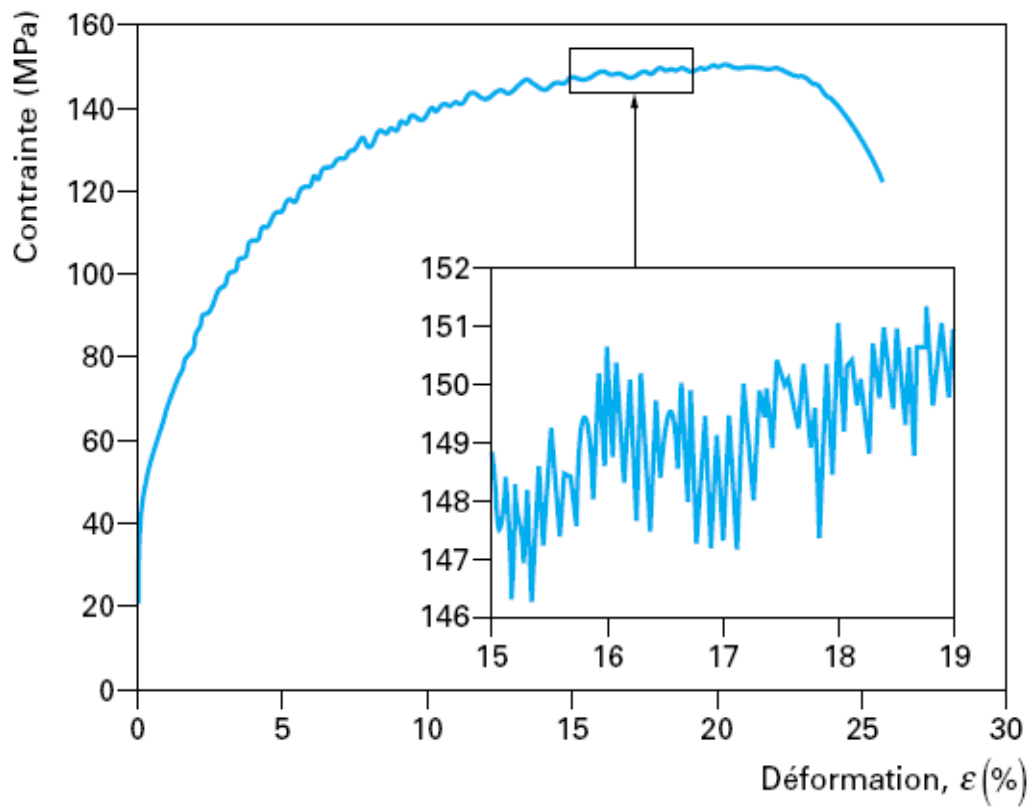


Figure III.8 : Contrainte en dents de scie dans la courbe de traction à température ambiante du Al-2 % Mg [37].

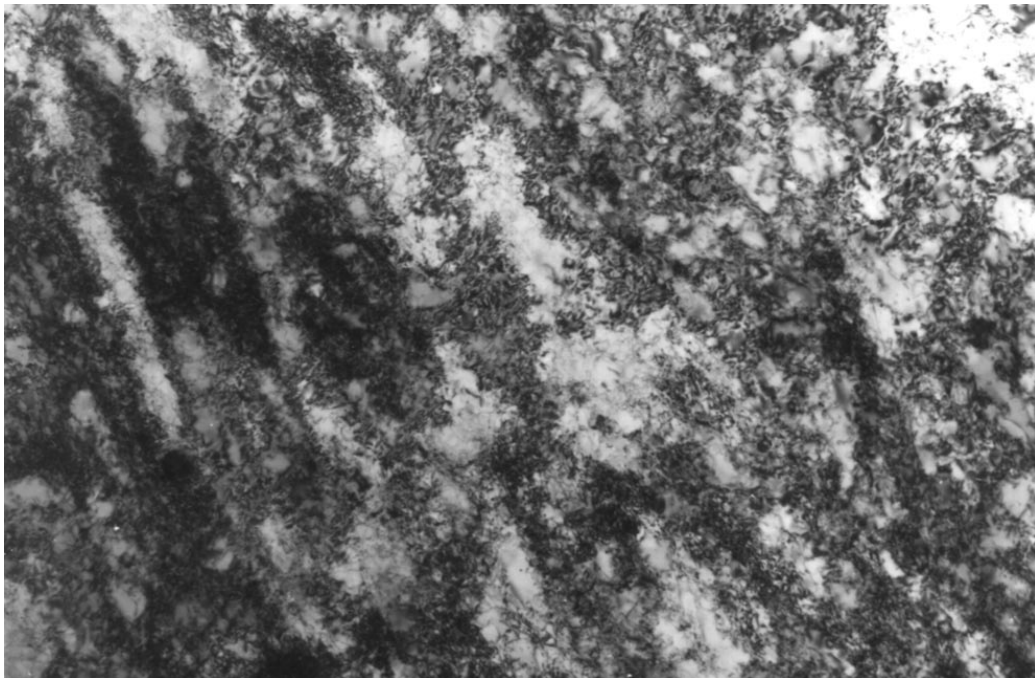


Figure III.9 : Microstructures des dislocations dans Al-5 % Mg [37].

L'influence d'une deuxième phase sur l'écroutissage s'explique par son influence sur le taux d'accumulation de dislocations. Une fraction importante des dislocations doit accommoder les différences de déformation plastique locale entre les précipités (durs) et la matrice (molle). L'accumulation des dislocations autour des particules a deux effets selon la taille de celles-ci :

— à faible taille, la multiplication des boucles de dislocations autour d'une particule crée des contraintes internes qui permettent éventuellement de cisailer la particule. Il en résulte une propagation rapide de zones cisillées favorisant une déformation localisée par bandes de cisaillement avec un taux d'écroutissage relativement faible ;

— en revanche, si la taille de la particule permet à celle-ci de résister aux contraintes locales, l'accumulation des dislocations (géométriquement nécessaires) autour de chaque particule développe une microstructure de dislocations de forte densité avec une dimension caractéristique de la distance moyenne entre particules. Cet effet est d'autant plus important que la deuxième phase est répartie sous forme de disques (exemple Al_2Cu dans des alliages d'aluminium) ou de fibres comme pour la perlite [37].

Chapitre IV
Les Traitements Thermiques des
Alliages d'Aluminium

IV.1 Introduction

Les traitements thermiques permettent de contrôler la microstructure des alliages et par le fait même ses propriétés. Le but visé de ces séries d'opérations de chauffage et de refroidissement est l'amélioration des propriétés mécaniques de l'alliage. Lorsque ces traitements sont appliqués aux alliages d'aluminium, leur utilisation permet d'ailleurs d'agir dans deux sens, à savoir :

— soit dans le sens d'une diminution de la résistance mécanique, diminution accompagnée généralement d'une augmentation de l'aptitude à la déformation plastique (ce sont les traitements d'adoucissement) ;

— soit au contraire dans le sens d'une augmentation de la résistance mécanique (ce sont les traitements de durcissement)

IV.2 Désignation conventionnelle des états de livraison ou états métallurgiques

Il existe une série de traitements de base standards développés par l'industrie dans le but de contrôler la microstructure et la méthode de fabrication et de fournir des alliages ayant des propriétés spécifiques [38]. La désignation de ces séries est présentée en Tableau IV.1.

Désignation	Traitement ou état	Définitions
F	Etat brut de fabrication	aucun contrôle spécial n'est appliqué aux conditions thermiques
O	Etat recuit	le traitement améliore la plasticité du matériau
H	Etat écroui	écrouissage, avec ou sans traitements thermiques supplémentaires
W	Traitement thermique de dissolution	traitement précédant le mûrissement
T	Etat durci par traitements thermiques	autre traitement servant à l'obtention de trempes stables

Tableau IV.1: Séries de traitements thermiques standards [38].

IV.3 Principaux types de traitements thermiques

Les traitements thermiques appliqués aux alliages d'aluminium peuvent être classés en trois types principaux :

- les traitements dits d'homogénéisation généralement pratiqués sur les produits coulés avant leur transformation ou également sur les produits déjà corroyés ;
- les traitements d'adoucissement par recuit ou restauration, généralement appliqués en cours ou en fin de transformation ;
- les traitements de trempe structurale comprenant :
 - une mise en solution,
 - une trempe,
 - une maturation ou /et un revenu produisant le durcissement.

La possibilité ou non d'effectuer ce dernier type de traitement permet d'ailleurs de classer les alliages d'aluminium en deux grandes catégories, à savoir :

- les alliages susceptibles de durcissement structural qui, après trempe, voient leur dureté et leur résistance mécanique augmenter par maturation ou /et revenu : ce sont essentiellement les alliages des familles 6000 [Al-Si-Mg], 2000 [Al-Cu] et 7000 [Al-Zn] ;
- les alliages non susceptibles de durcissement structural pour lesquels les modifications précédemment énoncées ne sont pas notables : ce sont l'aluminium non allié, les alliages des familles 3000 (Al-Mn) et 5000 (Al-Mg) [39].

Traitements de base			Symbole	
Traité thermiquement avec mise en solution séparée	Sans écrouissage	Mûri		T4
		Revenu		T6
		Sur-revenu		T7
	Avec écrouissage	Écroui	Mûri	T3
			Revenu	T8
		Revenu et écroui		T9
Traité thermiquement sans mise en solution séparée	Sans écrouissage	Mûri		T1
		Revenu		T5
	Avec écrouissage	Revenu et écroui		T10
		Écroui	Mûri	T11
			Revenu	T12

Tableau IV.2 : Produits corroyés : symboles respectifs des différents traitements correspondant à l'état T (État durci par traitement thermique) [39].

IV.3.1 Traitements thermiques d'homogénéisation

Les traitements dits d'homogénéisation consistent à maintenir à une température assez élevée (le plus souvent entre 450 et 610 °c) et pendant des temps prolongés (en général durant 6 à 48 h) les plaques ou billettes coulées, afin de faciliter leur transformation ou d'améliorer les propriétés des produits obtenus.

Ces traitements ont pris depuis ces dernières années une ampleur considérable, si bien qu'à l'heure actuelle ils sont extrêmement répandus et tendent à se généraliser non seulement dans le cas des alliages d'aluminium mais également dans le cas de l'aluminium non allié.

Les effets de l'homogénéisation peuvent être plus ou moins complexes suivant l'alliage auquel ils s'appliquent et également suivant les conditions de coulée de cet alliage. D'une façon générale, plusieurs types d'évolution aisément observables dans les alliages d'aluminium peuvent être retenus à savoir [39]:

- la dissolution de phases intermétalliques en excès ;
- le nivellement des concentrations dans la solution solide ;
- la coalescence de phases intermétalliques déjà présentes ;
- la précipitation de nouvelles phases intermétalliques.

IV.3.2 Les traitements d'adoucissement par restauration ou recuit

Ils ont pour but principal d'adoucir et de régénérer la plasticité d'un métal ou un alliage durci par écrouissage ou par trempe structurale. Dans le cas de l'écrouissage, se sont les traitements de restauration et les recuits de recristallisation. Ces traitements ont des effets semblables à ceux pour l'aluminium.

Seules les températures de traitement sont plus élevées pour les alliages :

-le traitement de restauration est effectué entre 200 à 300 °c pendant 1 à 8 heures, permettant le réarrangement des dislocations et une diminution de la densité des dislocations dans le métal en conservant la structure de grains d'origine. La restauration favorise l'état d'équilibre et est facilitée par une augmentation de la température puisqu'elle est basée sur la diffusion à l'état solide.

-le traitement de recristallisation est effectué entre 300 à 400 °c pendant 0,5 à 3 heures et refroidissement lent (10°C/heure) permettant d'éliminer la microstructure écrouie obtenue suite au travail à froid (laminage, étirage etc.) par la formation de nouveaux grains (phénomène de recristallisation). Ce traitement contribue à abaisser la limite d'élasticité et la limite ultime et à augmenter la ductilité de l'alliage [40].

IV.3.3 Les traitements de trempe (ou durcissement) structurale

Puisque on utilise à notre alliage -6101-, ce traitement, on va le détaillé plus dans ce chapitre.

Le traitement thermique dit de durcissement structural comporte trois grands stades :

Mise en solution : Chauffage à haute température (500-560°C) afin de solubiliser les éléments d'alliage dans l'aluminium et former une phase unique (α) sans toutefois atteindre la température du liquidus. La solubilité des éléments d'alliage est généralement plus élevée à haute température.

Trempe : refroidissement de l'alliage plus ou moins rapide jusqu'à la température de la pièce suite à la mise en solution afin d'obtenir une solution sursaturée en éléments d'alliage (Mg et Si). La trempe peut être faite par immersion dans l'eau ou par convection forcée avec l'air ambiant ou une bruite. La vitesse de refroidissement influence les propriétés mécaniques de l'alliage. Un taux de refroidissement supérieur à 10°C/s permet généralement d'obtenir un alliage complètement sursaturé. Une trempe trop sévère peut occasionner des contraintes résiduelles et la distorsion des pièces.

Vieillissement : Chauffage à basse température (115-190°C) sur une longue période ou en périodes étagées permettant l'apparition de fins précipités d'éléments d'alliage suite à la trempe. Ces derniers contribuent à augmenter substantiellement la résistance de l'alliage en ralentissant le déplacement des dislocations lors de la déformation du métal. Suite à la trempe, un chauffage provoque un vieillissement dit artificiel, alors qu'un alliage laissé à la température ambiante subit un vieillissement naturel [41].

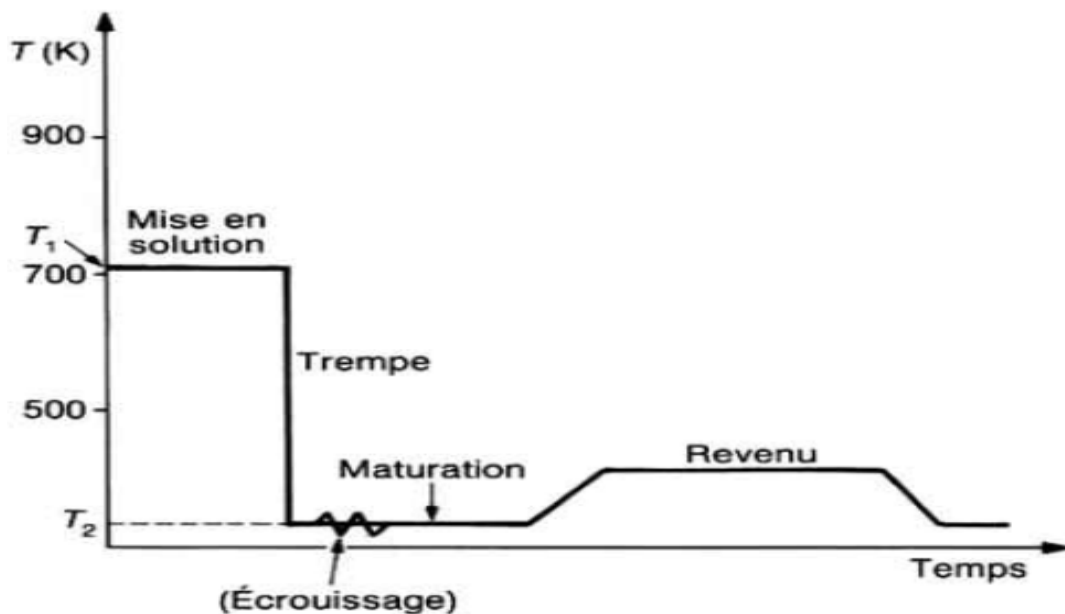
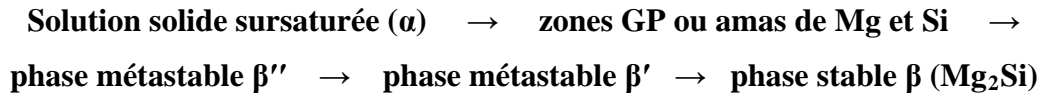


Figure IV.1 : Principe des traitements thermiques de durcissement d'un alliage d'aluminium par précipitation [42].

Les précipités d'équilibre des alliages de la série 6000 ont la composition chimique Mg_2Si . Par contre, le phénomène de précipitation étant basé sur la diffusion des atomes de soluté, des phases intermédiaires apparaissent lors du vieillissement. La séquence de précipitation reconnue jusqu'à maintenant dans la littérature pour les alliages de la série 6000 s'établit comme suit [40] :



Il est admis que la résistance d'un alliage vieilli est contrôlée par les interactions entre les dislocations et les précipités qui surviennent lors de la déformation de l'alliage. Selon la littérature [40], la phase β'' est celle qui permet d'atteindre la résistance maximale des alliages de la série 6000 ce qui en fait la phase d'intérêt qui doit être favorisée. La phase β'' est une phase semi-cohérente en forme d'aiguilles orientées dans la direction $\langle 100 \rangle$ [43]. Cette phase est suffisamment grosse et dense afin de ralentir efficacement la propagation des dislocations lors de la déformation du métal. Un chauffage trop court ou trop long ou s'il est effectué à une température trop haute ou trop basse favorise la présence d'autres phases de tailles et de formes différentes qui s'accompagne généralement d'une baisse de la résistance et de la dureté de l'alliage. La Figure IV.2 montre la variation générale de la résistance de l'aluminium traitable thermiquement lors d'un vieillissement artificiel.

Généralement, la résistance de l'alliage augmente au début du chauffage, atteint un maximum et diminue par la suite. Ce comportement dépend de la taille des précipités qui est fonction du temps d'exposition et de la température à laquelle se produit la diffusion des atomes de soluté. Les zones GP sont trop fines et peuvent facilement être coupées lors du passage des dislocations sur les plans de glissement et l'écroutissage résultant est faible. L'alliage est alors en condition sous-vieilli. Les précipités d'équilibre β sont grossiers et les dislocations peuvent facilement contourner ces derniers par le mécanisme d'Orowan. La limite d'élasticité est alors faible mais le taux d'écroutissage est élevé. On parle alors d'alliage survieilli. Enfin en présence de la phase β'' , une haute résistance et un fort taux d'écroutissage sont observés au cours de la déformation.

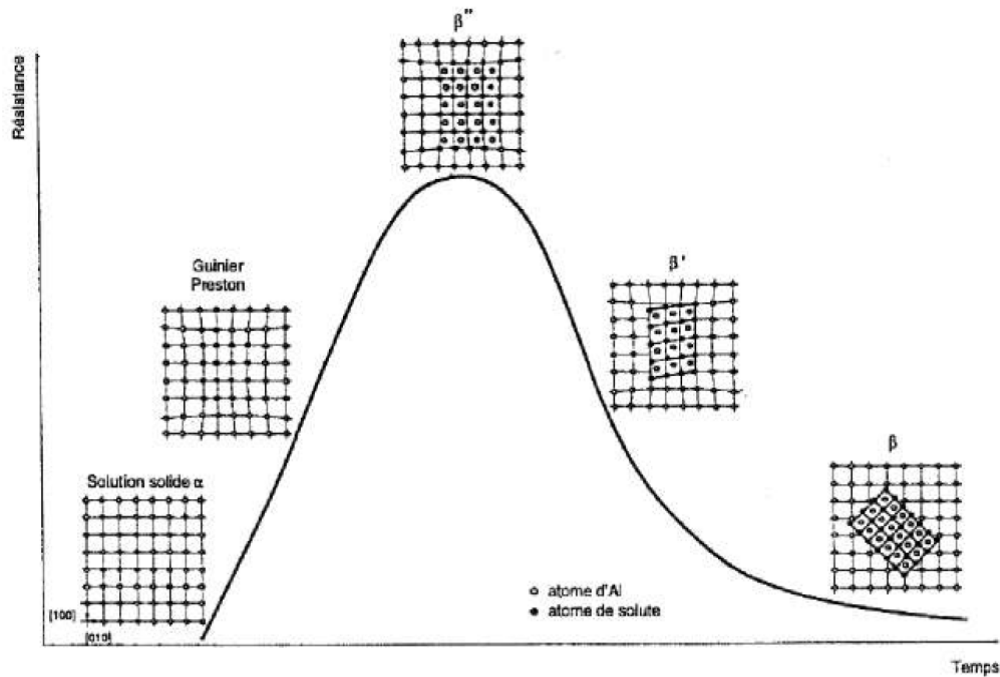


Figure IV.2 : Variation de la résistance d'un alliage de la série 6000 lors d'un traitement de vieillissement artificiel à 165°C [44].

Les conditions de chauffage favorisant la présence de la phase β'' favorisent aussi l'apparition de zones sans précipité le long des joints de grains (*precipitate-free zones*) (PFZ). Ces zones sans précipité existent parce que les lacunes et les atomes de soluté ont tendance à diffuser plus facilement dans les joints de grains que dans le grain. La taille de cette zone dépend de la nature de la microstructure, de la composition de l'alliage et surtout de l'historique thermique subi par l'aluminium. Cette répartition hétérogène des précipités dans le grain favorise un glissement accru autour des joints de grains lors de la déformation puisque les dislocations peuvent se déplacer plus facilement dans la PFZ. Ce glissement préférentiel peut mener à des concentrations de contraintes le long des joints de grains et provoquer une rupture intergranulaire prématurée lors de la déformation [40].

Système	Précipitation	Paramètres cristallographiques des précipités	Épitaxie	Réseau du précipité
Al-Mg-Si (Mg/Si \approx 1,6)	Zones GP filiformes		Zones // $[001]_{Al}$	
	β' -Mg ₂ Si	$a = 0,634$ nm	Aiguilles // $[001]_{Al}$	cfc
	β -Mg ₂ Si	$a = 0,634$ nm	Plaquettes : $(001)_{\beta}$ // $(001)_{Al}$ $[110]_{\beta}$ // $[100]_{Al}$	cfc

Tableau 3 : Caractéristiques morphologiques, cristallographiques et structurales de la précipitation dans les alliages de la famille 6000 [42].

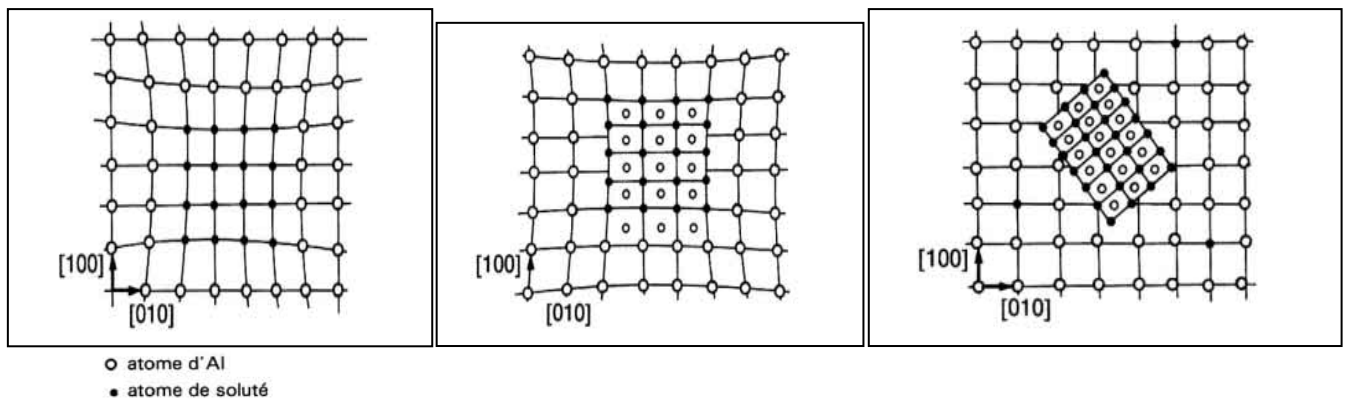


Figure 3 : Représentations schématiques de cohérence entre précipités et matrice:

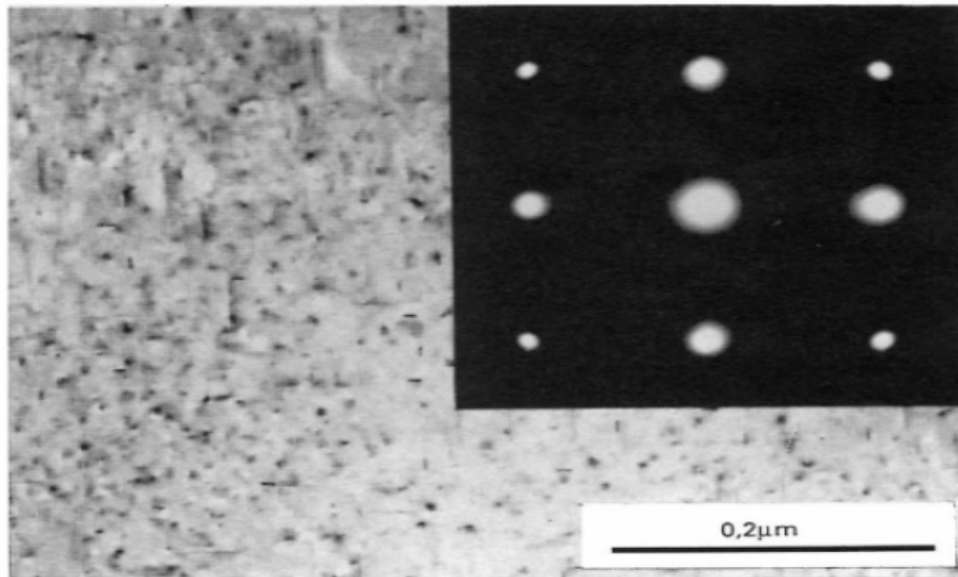
- a) précipité cohérent avec distorsion du réseau due à une variation de volume (zone GP);
 b) précipité semi-cohérent (β'') ;c) précipité incohérent (β) [42].

IV.3.4 Principales familles d'alliages d'aluminium à durcissement structural

Il existe évidemment un très grand nombre de types de précipitations pouvant être obtenues par décomposition d'une solution solide sursaturée à base d'aluminium. Toutefois, dans bien des cas, la précipitation ne peut entraîner qu'un durcissement faible de l'alliage (cas par exemple des systèmes Al-Mg, Al-Si, Al-Zn). Aussi, pratiquement, le nombre de systèmes de précipitation utilisés industriellement pour le durcissement structural des alliages d'aluminium est-il assez limité. En pratique, quatre systèmes sont utilisés essentiellement :

Système	Précipitation d'équilibre
Al-Cu	Al_2Cu
Al-Cu-Mg	Al_2CuMg
Al-Mg-Si	Mg_2Si
Al-Zn-Mg	MgZn_2

Tableau 4 : Systèmes de précipitation pour le durcissement structural des alliages d'aluminium [39].



Précipitation homogène d'aiguilles de phase métastable β' (majoritaire) suivant les directions $[100]_{Al}$.
 $G = 150\,000$

(b) alliage 6061 (0,9% Mg-0,6% Si-0,3% Cu), trempe à l'eau froide, revenu 8 h à 175 °C

Figure IV.4 : Précipitation structurale dans les alliages des systèmes Al-Mg-Si et Al-Mg-Si-Cu [42].

IV.3.5 Paramètres influençant la réponse au traitement thermique

3.5.1 Influence de la température du traitement

Pour une durée de chauffage donnée, l'influence de la température est significative. La Figure IV.5 illustre la variation des propriétés mécaniques pour un TT de 5.5 heures pour le 6063 sans prédéformation. Si la température est trop basse ou trop élevée la résistance finale est plus faible. Il existe une température optimale qui permet d'atteindre la résistance maximale de l'alliage en favorisant la phase β'' [45]. Une augmentation de la température au-delà d'une certaine limite favorise la précipitation de phases grossières β ce qui mène à une diminution de la résistance de l'alliage.

Lorsque l'alliage subit un travail à froid avant le vieillissement, l'influence de la température est moins critique. Selon [46], un vieillissement artificiel à 160°C plutôt qu'à 185°C est préférable parce que cela permet d'obtenir un plus grand écart entre la limite d'élasticité et la limite ultime (rapport S_u/S_y). Un rapport plus élevé se traduit par une meilleure formabilité de l'alliage et donc moins de rejet potentiel lors de la déformation. Ainsi, lorsque qu'une résistance minimale est souhaitée, une augmentation drastique de la température de traitement afin d'augmenter la productivité du procédé n'est pas souhaitable.

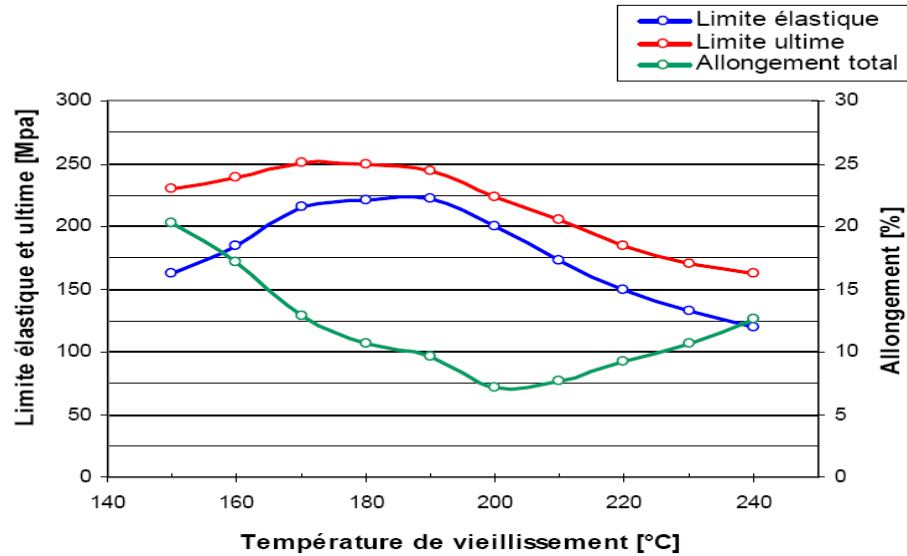


Figure IV. 5 : Propriétés mécaniques du 6063 pour un vieillissement de 5.5 heures à différentes températures [45].

IV.3.5.2 Influence du temps de traitement

Le temps de traitement a moins d'impact sur la variation des propriétés mécaniques que la température puisque le phénomène de précipitation est basé sur la diffusion des atomes de soluté dans la matrice. On utilise généralement une échelle logarithmique temporelle pour étudier la variation des propriétés. La Figure IV.6 montre que la résistance atteint un maximum puis diminue lors du surveillissement. L'allongement à la rupture diminue progressivement de 18.8 à 6.3% [45].

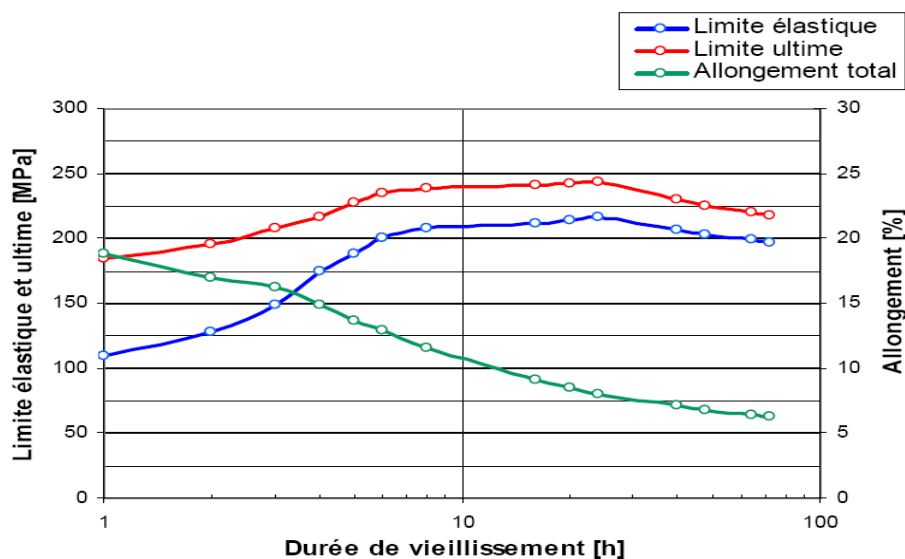


Figure IV.6 : Propriétés mécaniques du 6063 pour un vieillissement à 175°C pour différentes durées [45].

IV.3.5.3 Influence du taux de chauffage

Le taux de chauffage peut avoir une influence déterminante sur le phénomène de précipitation. Lorsque le taux de chauffage est lent (30°C/heure dans le cas des fours industriels pour TT) ou en présence d'une période de chauffage à basse température, les zones GP formées lors du vieillissement naturel continuent de croître et forment des sites propices à la précipitation de phases subséquentes. Ces dernières sont par conséquent plus fines et homogènes. Par contre, lors d'un chauffage rapide comme dans le cas de l'entrée des tubes dans une fournaise préchauffée (+300°C/heure), les zones GP se dissolvent puisqu'elles ne sont pas suffisamment grosses ce qui ralentit la précipitation et favorise l'apparition de précipités plus grossiers. Cela entraîne une diminution de la résistance de l'alliage [41].

IV.3.5.4 Influence de La sévérité de la trempe

La sévérité de la trempe influence la proportion d'éléments d'alliage qui demeurent dans la solution suite au refroidissement. La vitesse à laquelle se fait la trempe dépend du médium utilisé et des épaisseurs de la pièce. Une trempe à l'air (F) est lente et permet à une fraction des éléments d'alliage de former des précipités d'équilibre Mg_2Si grossiers généralement aux joints des grains. Cela peut diminuer la ténacité de l'alliage et favoriser une rupture intergranulaire. Par contre, une trempe à l'eau (T4) permet de conserver le maximum d'éléments d'alliage en solution. Dans ce cas, les précipités apparaissant lors du vieillissement artificiel sont plus fins et mieux dispersés dans la matrice ce qui contribue à augmenter la résistance maximale pouvant être atteinte [40].

Les alliages d'aluminium refroidis à l'air (F) suite à la mise en solution (soit dans ce cas-ci suite à l'extrusion) ont des joints de grain plus grossiers que ceux des alliages trempés à l'eau (T4). Ceci explique la valeur de l'allongement à la rupture plus faible dans le cas des alliages refroidis à l'air. Lors du vieillissement artificiel, l'allongement à la rupture des alliages refroidis à l'air diminue, atteint un minimum, puis augmente en fonction du temps. Des observations au MEB ont montré que le mode de rupture passe de transgranulaire à intergranulaire au cours du vieillissement. Le chauffage de longue durée contribue à former une zone sans précipité (PFZ) le long des joints de grain. La répartition hétérogène des précipités produit un écart entre la limite d'élasticité près des joints et celle à l'intérieur du grain. Il en résulte une déformation hétérogène. Ainsi, le type de trempe combiné à un vieillissement inadéquat peut contribuer à abaisser l'allongement à la rupture et donc la formabilité de l'alliage [47].

Chapitre V

Techniques Expérimentales

Ce chapitre est consacré à présenter le matériau d'étude et les techniques expérimentales utilisées au cours de cette étude. La microstructure du matériau et les moyens de caractérisation de la microstructure et des propriétés mécaniques seront donc décrits.

V.1 Matériau étudié

Le matériau étudié est fourni par la société MIDAL CABLES (BAHRAIN), il est en alliage Al-Mg-Si (série AA6101) et présenté sous forme de bottes de fil de 9.5 mm de diamètre (Figure V.1).



Figure V.1 : Le fil machine de l'alliage sous forme des bottes.

V.2 Analyse de la composition chimique

La composition chimique de l'alliage d'aluminium AA6101, est donnée dans le Tableau V.1.

% Al	% Mg	% Si	% Cu	% Fe	% Pb	% V	% Zn
97.34	1.34	0.51	0.27	0.21	0.20	0.05	0.08

Tableau V.1 : Composition chimique du Matériau.

V.3 Caractéristiques mécaniques et électriques de l'alliage à l'état de réception

Les caractéristiques mécaniques de l'alliage à l'état brut (fil machine), sont indiquées ci-dessous (Tableau V.2) :

la charge à la rupture R_m (Mpa)	l'allongement A (%)	la micro-dureté (HV)	Résistivité électrique ρ ($\Omega \cdot \text{mm}^2/\text{m}$)
215	11	66,84	0,03447

Tableau V.2 : Propriétés mécaniques et électrique de l'alliage.

V.4 Caractérisation

Elle est scindée en deux parties, l'une microstructurale où l'on met en évidence les différentes phases qui apparaissent, l'autre mécanique et électrique qui nous a permis de déterminer l'effet de la précipitation et l'évolution de la phase Mg_2Si , sur quelques propriétés de l'alliage AA6101.

V.4.1 Caractérisation microstructurale

La Caractérisation microstructurale - ou la métallographie- est une technique qui est basée sur l'observation de la microstructure des échantillons en utilisant un microscope optique ou électronique. Avant d'observer les échantillons par le microscope, il faut préparer la surface de ces derniers.

Les échantillons destinés à la caractérisation microstructurale ont été découpés à l'aide d'une tronçonneuse à partir des fils tréfilés.

V.4.1.1 Traitements thermiques

Les traitements thermiques que nous avons réalisés dans ce travail ont pour but principal de lancer le processus de vieillissement est de provoquer la précipitation de la phase beta.

Le traitement thermique des échantillons s'est effectué dans un four à résistance électrique. Il consiste en un maintien des fils tréfilés de diamètre 3.45mm à température égale à (170°C) suivi d'un refroidissement à l'air libre.

Ce traitement est effectué pour des différents échantillons à des différents temps de maintien, dans le but de voir l'évolution de la microstructure en fonction du temps.

V.4.1.2 Préparation des échantillons

V.4.1.2.1 Polissage

La manipulation des échantillons prélevés a nécessité leur enrobage à froid dans des résines époxydes, durcissantes à froid (durcissement à l'air dans des moules plastiques). Cet enrobage permet de faciliter le polissage manuel de petits échantillons (Figure V.2).

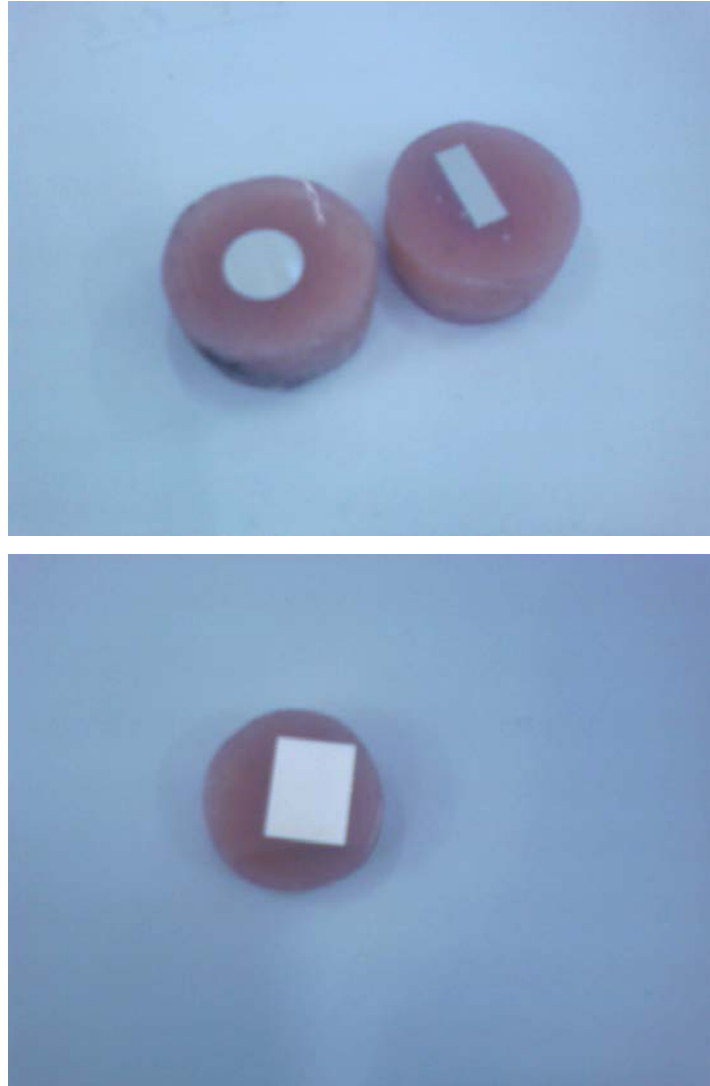


Figure V.2 : Echantillons coupés et enrobés.

Le polissage a pour buts principaux l'obtention d'une surface plane, de rugosité minimale et également l'élimination de la couche d'oxyde superficielle (Al_2O_3) dont la microstructure n'est pas représentative du matériau à étudier. Il est effectué en deux étapes : la première consiste en un polissage grossier de la surface à l'aide de papiers recouverts de poudre abrasive de granulométrie décroissante (80, 240, 400, 800, 1000 et 1200), Un polissage de finition à la pâte diamantée de 6 et 3 microns est effectué en dernier sur un feutre sous une lubrification appropriée. L'échantillon est rincé à l'eau à chaque changement de papier pour éviter que des particules de grand diamètre n'affectent le stade de polissage à plus faible granulométrie. Les échantillons étaient nettoyés à l'eau distillée et séchés.

V.4.1.2.2 Attaques chimiques

Après polissage de l'échantillon, on a utilisé deux réactifs différents, KELLER et HF dilué; le premier a révélé bien les joints de grains mais le deuxième à montré clairement la phase secondaire.

La composition de l'attaque HF dilué est la suivante :

- 200 mL d'eau
- 1 mL d'acide fluorhydrique

L'attaque est menée durant une minute et 40 secondes, Cette attaque permet de révéler la phase secondaire.

La composition de l'attaque KELLER est la suivante :

- 95 mL H₂O
- 1 mL HF
- 1.5 mL HCl
- 2.5 mL HNO₃

L'attaque est menée durant une minute et 30 secondes, Cette attaque permet de révéler les joints de grains.

V.4.1.3 Observation microscopique

L'observation microscopique est réalisée, au laboratoire de Métallurgie de l'ENP, à l'aide d'un microscope optique de type **OLYMPUS** à différents grossissements, allant de 50 à 1000, équipé d'une camera numérique qui sert à prendre des photos vues au microscope optique. L'ensemble est connecté à un micro-ordinateur équipé d'un logiciel d'acquisition des données (Archimed version 5.5.0) avec lequel nous pouvons transformer ces données numériques en images sur écran du micro-ordinateur. Le grossissement utilisé pour nos échantillons est de 200 X et 500X.

V.4.1.4 Microscopie électronique à balayage

Les principes de fonctionnement et de formation de l'image en microscopie électronique à balayage (MEB), sont entièrement différents de ceux du microscope optique. Pour les comprendre il faut nécessairement connaître les différents phénomènes qui se produisent quand un objet est bombardé par un faisceau d'électrons. Bombarder par un faisceau d'électrons un point sur une surface réémet plusieurs signaux caractéristiques dont les principaux sont :

- Des électrons rétro diffusés e_r qui proviennent d'interactions élastiques entre les électrons incidents et les atomes sous la surface ; leur énergie est voisine de celle des électrons incidents, e_0 , et ils sont engendrés jusqu'à une profondeur de l'ordre de 1 μm sous la surface. L'intensité de l'émission des électrons rétrodiffusés est fonction de l'orientation de la surface par rapport au faisceau incident et du numéro atomique des éléments qui la composent.

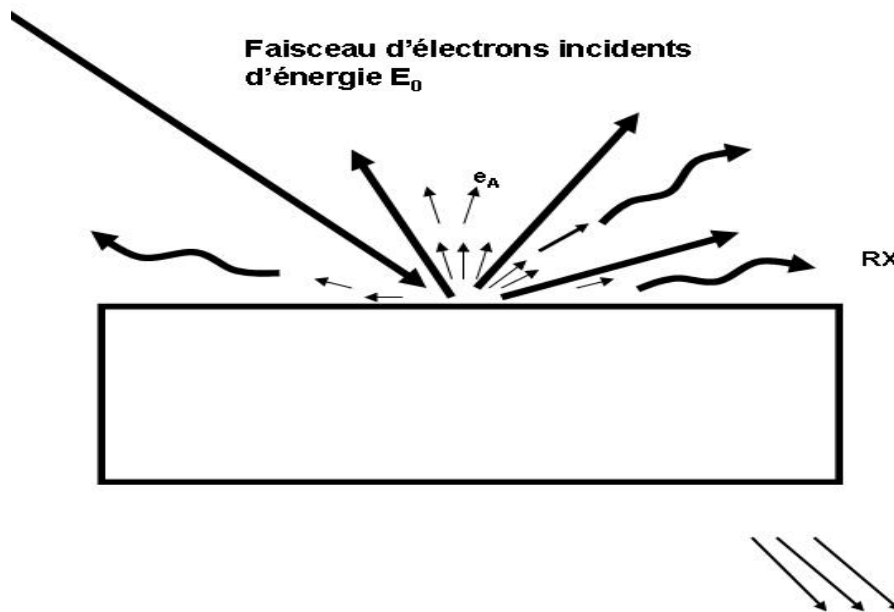


Figure V.3 : Représentation schématique de l'interaction entre un faisceau d'électrons et la surface d'un échantillon.

- des électrons secondaires, e_s , produits par des chocs inélastiques entre les électrons incidents et les atomes de l'échantillon; leur énergie est inférieure à 50eV, et ils proviennent d'une zone située à moins de 0,1 μm de la surface ; l'intensité des électrons secondaires est principalement fonction de l'orientation de la surface ;

- des électrons Auger créés par l'interaction des électrons incidents et des électrons des sous-couches électroniques des atomes ; leur distribution spectrale est fonction des éléments qui composent la surface ; ils proviennent des toutes premières couches atomiques de la surface (à moins de 1nm) et sont utilisés pour faire des analyses chimiques superficielles (spectroscopie Auger).

- des rayons X, dont la distribution spectrale dépend des éléments présents sous la surface. Tout comme les électrons rétrodiffusés, les rayons X proviennent d'une zone de quelques micromètres d'épaisseur [48].

Dans un MEB , un faisceau d'électrons , d'un diamètre inférieur à 10 nm , est focalisé sur l'échantillon à l'aide de lentilles électromagnétiques ; l'intensité des électrons réémis par la surface dépend de l'orientation et de la composition de celle-ci les électrons réémis (rétrodiffusés ou secondaires) sont captés par un détecteur d'électrons ,et le signal électrique ainsi obtenu est amplifié et sert à moduler l'intensité du faisceau d'électrons d'un écran cathodique ; des bobines de balayage permettent au faisceau incident de couvrir ligne par ligne la surface à étudier . Le faisceau d'électrons de l'écran cathodique se déplace de façon synchrone, ligne par ligne ; à chaque position du faisceau incident sur l'échantillon correspond une position du spot sur l'écran cathodique.

On obtient ainsi sur l'écran cathodique une image reconstituée de la surface de l'échantillon à partir des signaux fournis par chaque point de la surface.

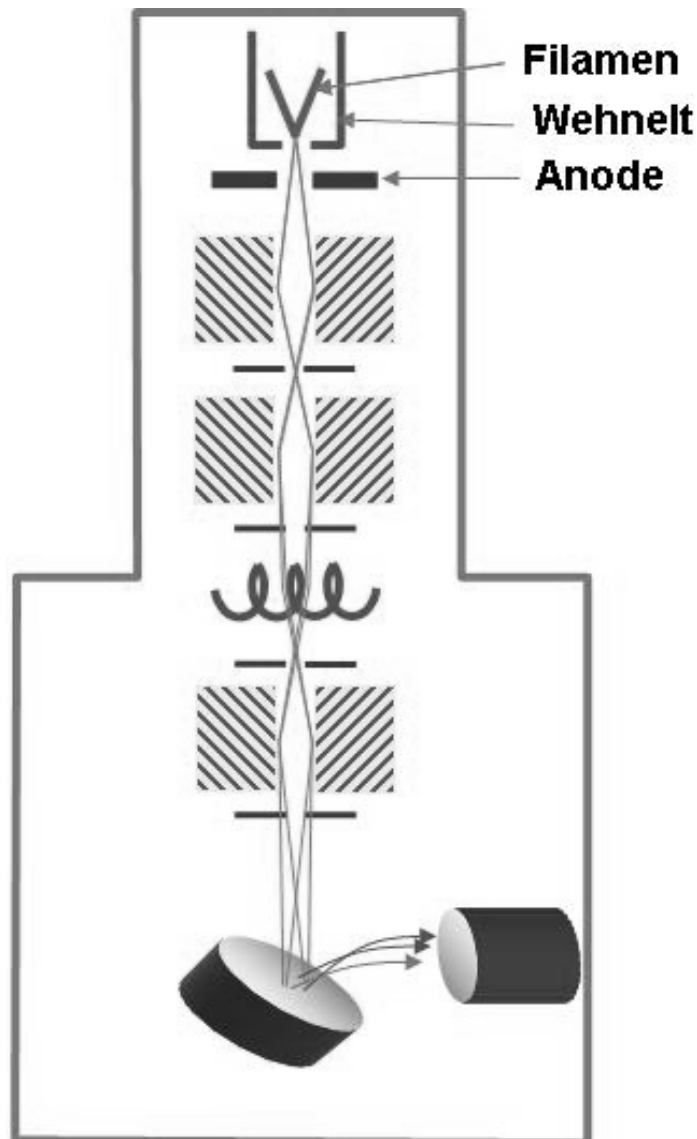


Figure V.4 : Représentation schématique d'un microscope électronique à balayage

V.4.1.5 Essai de la micro-dureté

L'essai de la micro-dureté est un essai mécanique très utile et très pratique car il est rapide, relativement simple, peu coûteux, ponctuel et pratiquement non destructif. Les essais de la micro-dureté réalisés au niveau du laboratoire de Métallurgie de l'ENP, sur les échantillons après observation au microscope, sont selon la méthode de Vickers.

La micro-dureté Vickers consiste à enfoncer un pénétrateur en diamant de forme pyramidale droite à base carrée et d'angle au sommet de 136° comme montré par la figure V.5.

La machine d'essai est constituée d'un dispositif pour l'enfoncement d'une pyramide en diamant sous une faible charge et un microscope métallographique. Par la mesure des deux diagonales de l'empreinte laissée sur la surface après l'enlèvement de la charge, on peut avoir les valeurs de la micro-dureté directement à partir d'un tableau (chaque micro-duromètre a un tableau de valeurs de la micro-dureté propre à lui).

Pour nos essais, nous avons utilisé une charge F de 200 gf pendant un temps t égal à 10 secondes, sans choc ni vibration.

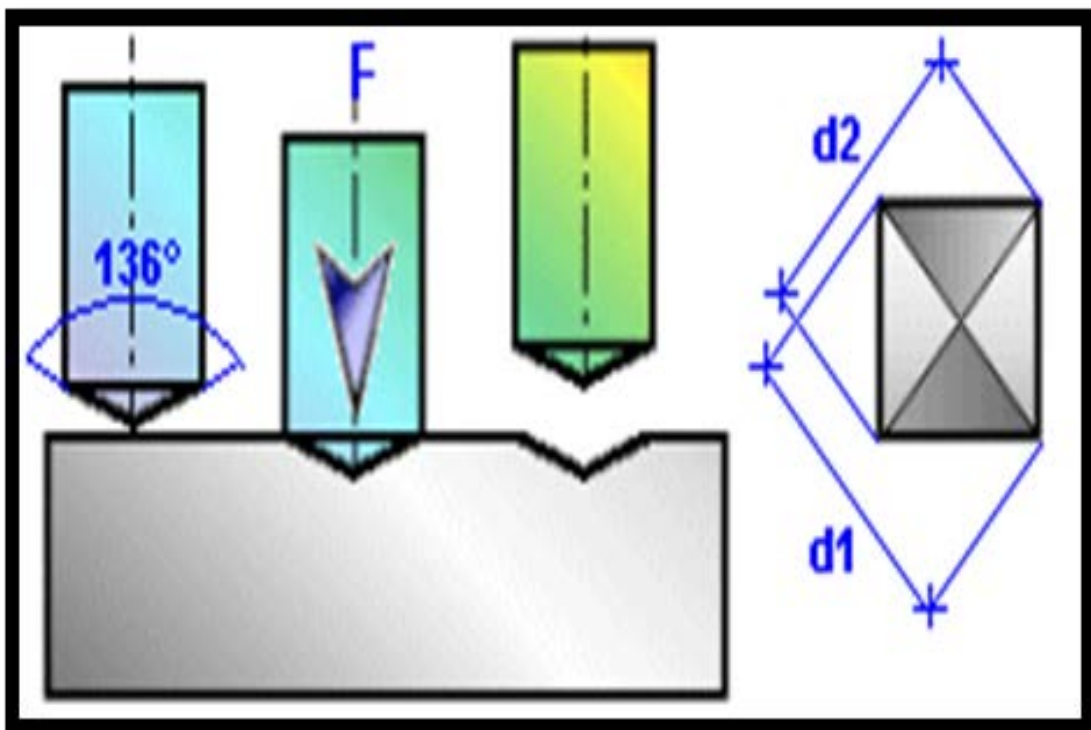


Figure V.5 : Représentation schématique de l'essai de Vickers.

Nous calculons HV à l'aide de la formule suivante :

$$HV = 1,854 (F/d^2) \dots\dots\dots(14)$$

Avec :

- **d (μm)** : la moyenne des diagonales de l'empreinte carrée;
- **F (N)** : la force appliquée.

V.4.1.6 Essai de traction

L'essai de traction est le procédé expérimental le plus largement utilisé dans l'étude du comportement mécanique des métaux et alliages, il permet de donner des valeurs exactes qui sont utilisables comme base de calcul. Il consiste à appliquer à une éprouvette, un effort de traction et à mesurer l'allongement correspondant, ou bien à imposer un allongement et à mesurer l'effort de traction.

Dans une machine d'essai de traction, les éprouvettes sont solidement maintenues par leur tête entre les mâchoires de la machine. Ces mâchoires, en s'écartant l'une de l'autre, exercent une force de traction suivant l'axe géométrique de l'éprouvette de telle manière que la sollicitation soit répartie uniformément sur toute la largeur des extrémités.

La vitesse de traction doit être bien déterminée au préalable, pour cela il faut consulter les normes relatives à l'exécution de l'essai de traction.

Dans notre expérience, nous avons utilisé une machine de type **Zwick/Roell (Z 100)** au laboratoire de l'entreprise EN.I.CA.B de Biskra, la machine est connectée à un micro-ordinateur équipé d'un logiciel d'acquisition des données. Les éprouvettes sont des fils tréfilés.

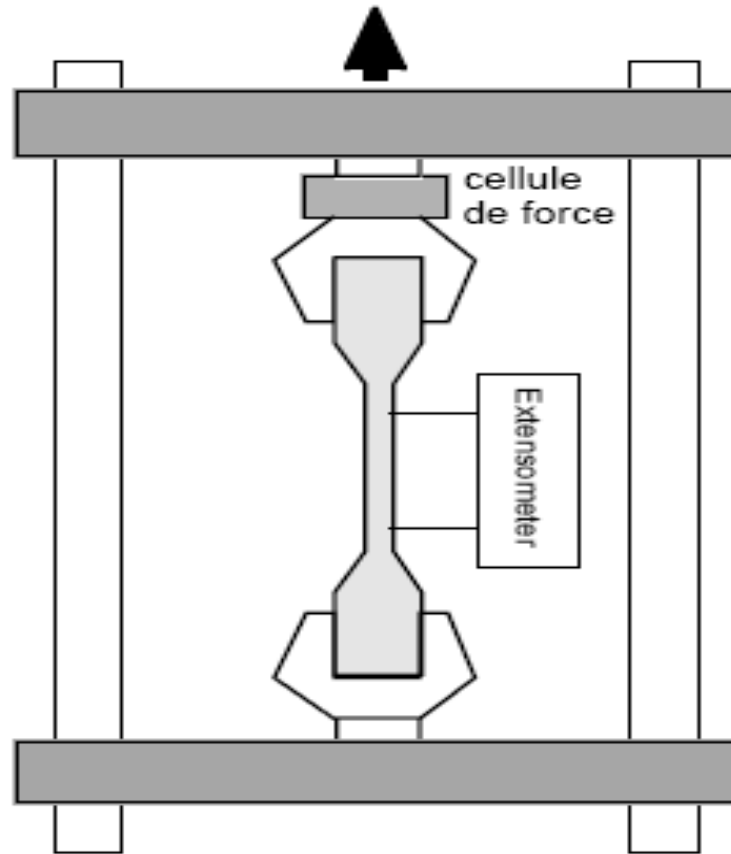


Figure V.6 : Schéma du principe de fonctionnement d'une machine de traction.

Des appareils adaptés à la machine, permettent de mesurer à chaque instant l'effort de traction ou la charge et l'allongement correspondant de l'éprouvette.

Généralement une courbe de traction conventionnelle a l'aspect montré dans la figure ci-dessous:

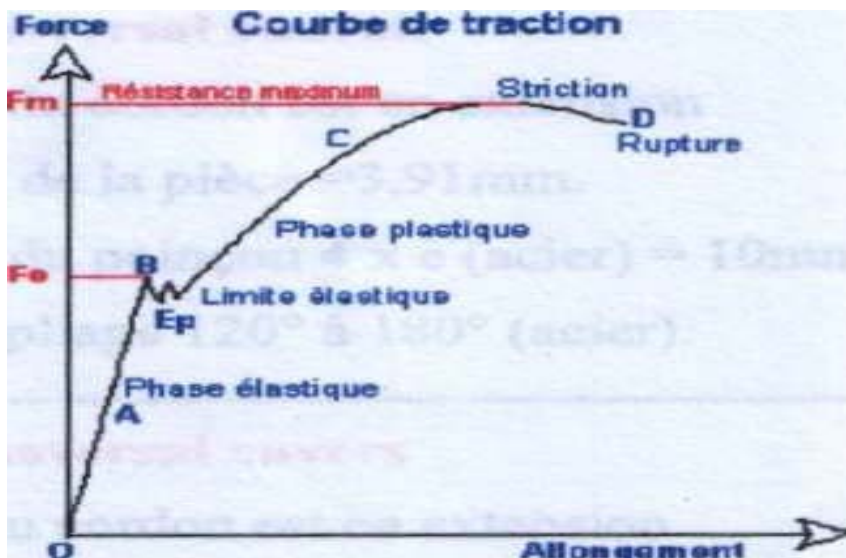


Figure V.7 : Courbe conventionnelle de traction

Les différents domaines de la courbe de traction sont :

- OB qui est la phase élastique.
- BC qui est la phase plastique.
- Entre F_m et D qui la phase de striction.
- D qui est la rupture.

Les déformations de l'éprouvette sont permanentes et irréversibles.

Les principales valeurs caractéristiques de traction que nous pouvons en déduire sont donc :

1. Limite élastique R_e

C'est l'effort de la limite élastique F_e divisé par la section initial S_0 de l'éprouvette

$$R_e = \frac{F_e}{S_0} \dots\dots\dots(15)$$

2. Résistance à la rupture R_r

C'est le quotient de l'effort de rupture F_r divisé par la section initiale S_0 de l'éprouvette.

$$R_r = \frac{F_r}{S_0} \dots\dots\dots(16)$$

3. Allongement à la rupture $A\%$

L'allongement maximum de rupture L_r est égal à la différence des longueurs de l'éprouvette après rupture L_u et avant l'essai L_0 .

$$L_r = L_u - L_0 \dots\dots\dots(17)$$

D'où

$$A\% = \frac{L_u - L_0}{L_0} \times 100 \dots\dots\dots(18)$$

4. Module d'élasticité ou module de Young E

L'allongement relatif élastique, c'est le quotient de l'allongement de la limite élastique « a » par la longueur initiale de l'éprouvette

$$\varepsilon = \frac{a}{L_0} \dots\dots\dots(19)$$

Le module de Young E est donné par la relation suivante

$$E = \frac{R_e}{\varepsilon} \dots\dots\dots(20)$$

D'où

$$E = \frac{F_e \cdot L_0}{S_0 \cdot a} \dots\dots\dots(21)$$

5. La striction Z

La striction est la réduction localisée des dimensions transversales de l'éprouvette se produisant au cours de l'essai sous l'influence de la charge.

Le coefficient de striction Z est le rapport de la variation ultime de la section transversale S_0-S_u à la section initiale S_0 .

$$Z = \frac{S_0 - S_u}{S_0} \dots\dots\dots(22)$$

L'allongement de striction Z_u est le rapport de variation ultime de section transversal produite par l'essai S_0-S_u à la section après rupture S_u .

$$Z_u = \frac{S_0 - S_u}{S_u} \dots\dots\dots(23)$$

- S_0 est la section initiale de l'éprouvette avant déformation.
- S_u est la section de l'éprouvette après la rupture.

Dans les machines de traction modernes pilotées automatiquement par ordinateurs, ces grandeurs sont facilement acquises.

V.4.1.7 Analyse de phases par diffraction des rayons X

L'analyse de phases par diffraction des rayons X s'effectue à l'aide d'un diffractomètre à montage Ω .

Le principe consiste à envoyer un faisceau de rayons X sur le matériau à étudier, pour qu'il y ait diffraction d'un rayon de ce faisceau, il faut que les conditions suivantes soient remplies.

$$2d_{hkl} \sin \Theta = n \lambda \quad (\text{loi de Bragg}) \dots\dots\dots(24)$$

• Facteur de structure $F_{hkl} \neq 0$

n : Ordre de diffraction.

λ : Longueur d'onde du faisceau de rayons X.

d : Distance de deux plans réticulaires.

Θ : Angle d'incidence des rayons X.

$P_1, P_2, P_3, \text{ etc. } \dots$: sont les plans de cette famille ; θ est l'angle de Bragg.

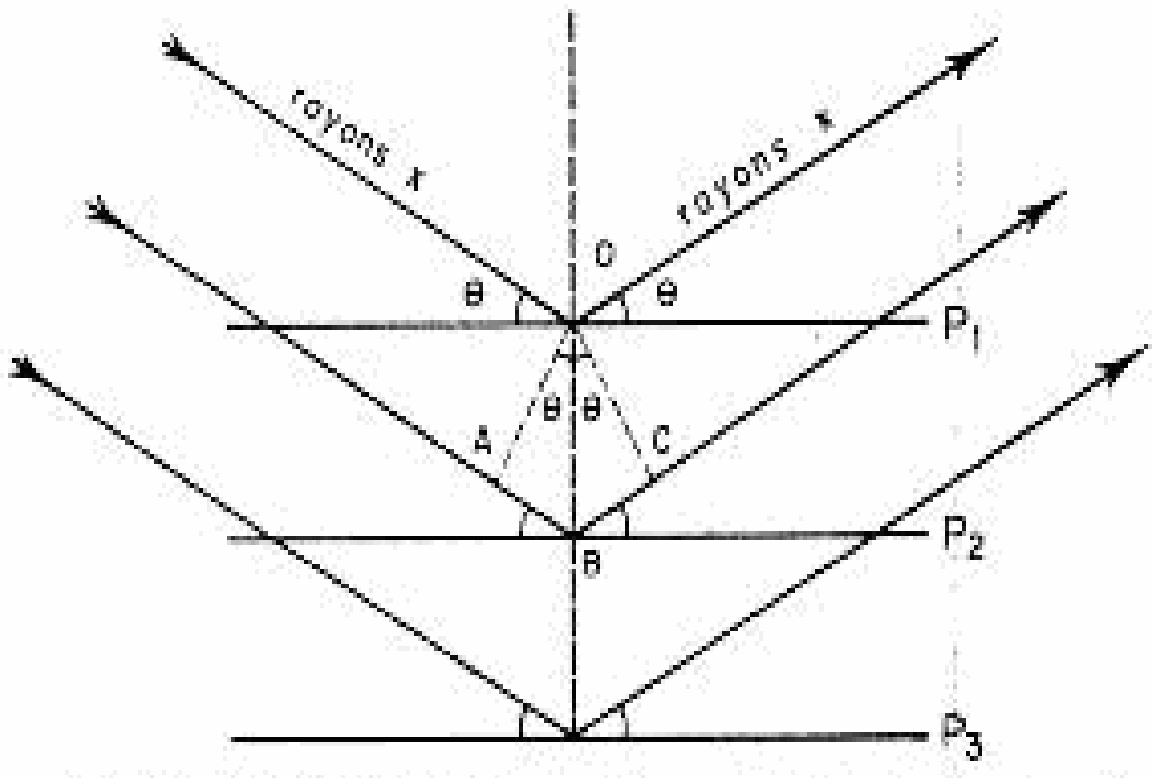


Figure V.8 : Schéma de diffraction de rayons X par une famille de plans réticulaires.

Un détecteur de rayon X est placé à une position telle qu'il ne détecte que les rayons diffractés faisant un angle 2Θ avec le faisceau incident.

On obtient ainsi un spectre de diffraction donnant les intensités des faisceaux diffractés avec les angles 2Θ leur correspondant.

Le traitement des données de ce spectre se fait à l'aide d'un logiciel d'analyse de phases (PROFILE) interfacé au fichier Powder Diffraction Data de l'International Center of Diffraction Data.

Les résultats obtenus nous permettent, l'identification des structures cristallines (CC, CFC, HC, ...) des phases constituant l'échantillon, ainsi que leur proportion calculée à partir d'une relation théorique reliant les intensités des faisceaux diffractés à la fraction volumique des différentes phases.

Les limites de détection de cette méthode qui a un seuil de détection de l'ordre de 3 à 5% en volume, ne permettent pas d'identifier la nature des différents précipités présents dans la couche de diffusion, ainsi seule la couche de combinaison peut être correctement analysée [49].

V.4.1.7.1 Conditions expérimentales

Les échantillons polis à des profondeurs allant de 0 à 300 μm , par pas de 5 à 20 μm ont été exposés aux rayons X produits par un diffractomètre automatique de type, **D8 ADVANCE (BRUKER)**, du laboratoire physique de l'université de Biskra, équipé d'un détecteur à localisation linéaire et connecté à un système informatique doté d'un logiciel d'analyse de phases interfacé au fichier PDF.

Pour l'identification des phases, les paramètres opératoires utilisés sont :

- Rayonnement $K\alpha$ Cr ; $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$;
- Tension du tube : 20 KV ;
- Intensité du filament : 20 mA.

Chapitre VI

Résultats et Interprétations

VI.1 Introduction

L'objectif de notre travail est d'étudier l'évolution de la microstructure et des propriétés mécaniques et électriques d'un alliage d'aluminium à durcissement structural de nuance AA6101, en fonction du temps de revenu. Pour cela, les fils en alliage d'aluminium, obtenus par tréfilage à froid, subissent un traitement de revenu à la température 170°C, pendant différents temps des maintiens (3, 4, 5, 6 et 7 heures). Les propriétés mécaniques et électriques sont déduites à partir des essais de traction et de microdureté et des mesures de la résistivité électrique, et complétés par la diffraction des rayons X et les observations micrographiques optiques et électroniques.

VI.2 Caractérisation microstructurale

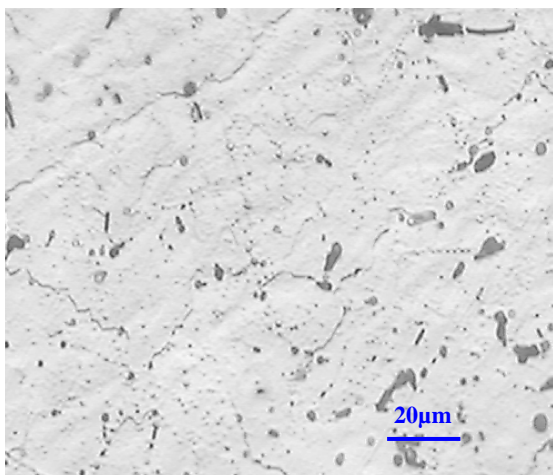
VI.2.1 Observation au microscope optique

VI.2.1.1 Etat Initial

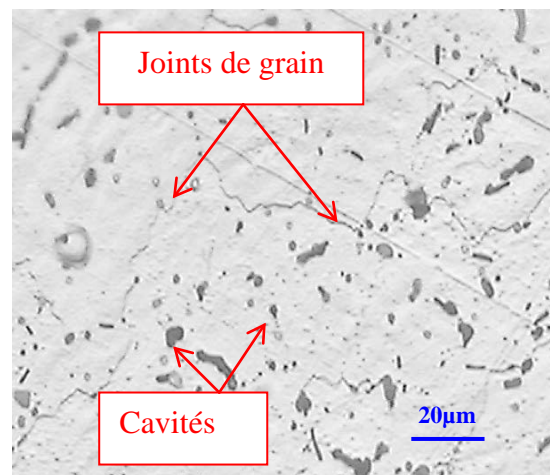
La microstructure à l'état initial des échantillons prélevés à partir du fil machine à l'état de réception est présentée sur la figure VI.1. Cette microstructure montre l'existence de certaines phases à l'intérieur des grains.

L'analyse des deux échantillons du fil machine qui, sont coupés de deux manières différentes (coupe longitudinale et transversale) montre une structure assez régulière, ce qui nous amène à dire que les cristallites peuvent être sensiblement isotropes.

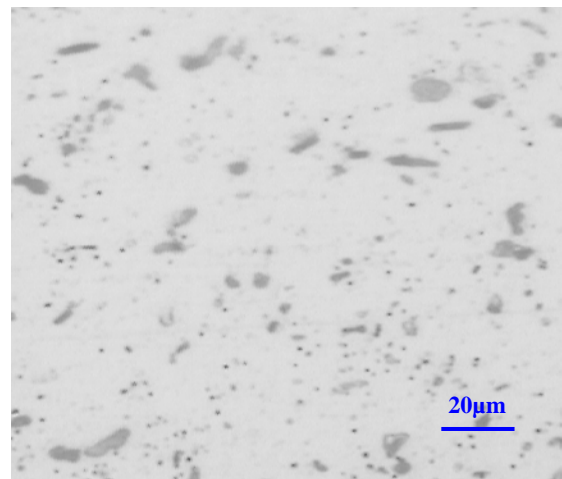
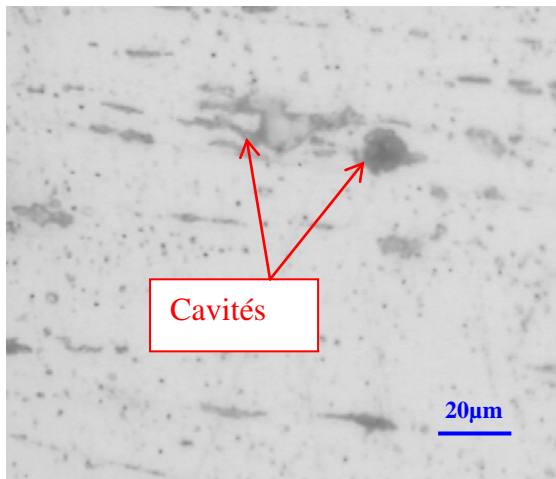
Pour notre micrographie, on a utilisé deux réactifs différents, KELLER (Figure VI.1.a et b) et HF dilué (Figure VI.1.c et d) ; le premier a bien révélé les joints de grains mais le deuxième à montré clairement la phase secondaire.



(a) Coupe longitudinale; attaque de KELLER



(b) Coupe transversale; attaque de KELLER.

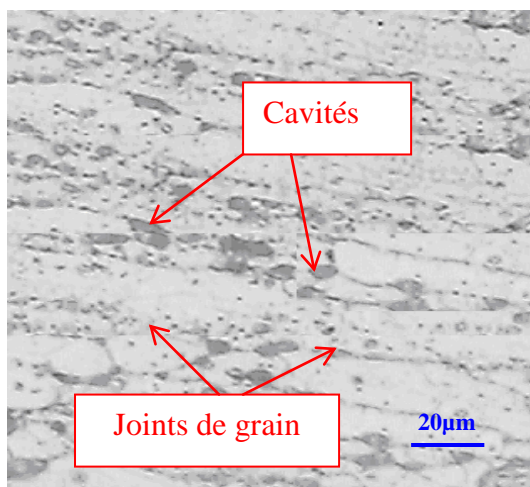


(c) Coupe longitudinale; attaque au HF dilué (d) Coupe transversale ; attaque au HF dilué.

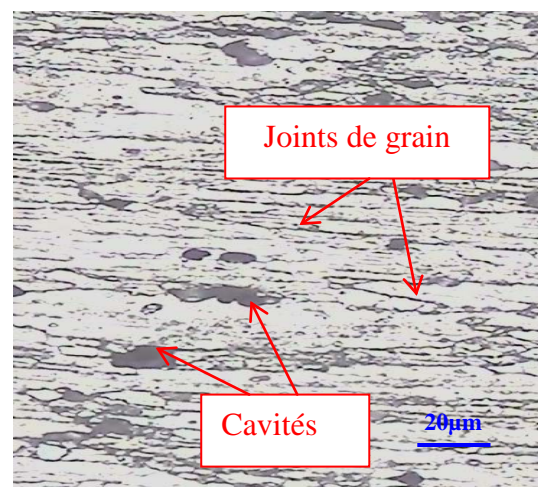
Figure VI.1 : Microstructure de fil de machine de $\phi = 9.5$ mm à l'état initial; sans revenu.

VI.2.1.2 Etat Déformé

L'examen en microscopie optique des fils déformés, montre que le tréfilage provoque une déformation des grains qui se traduit par leur allongement parallèlement à l'axe du fil, c'est-à-dire par rapport à la direction du tréfilage (Figure VI.2. a et b).



(a) Fil $\phi = 5.29$ mm, $\epsilon = 66.99$ %;



(b) Fil $\phi = 3.45$ mm, $\epsilon = 86.81$ %;

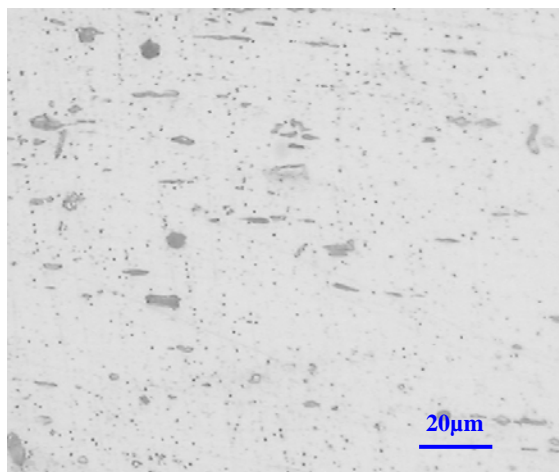
Figure VI.2 : Microstructure de fil en alliage d'aluminium 6101, après déformation par tréfilage ; sans revenu (attaque de KELLER).

Les alliages d'aluminium déformés par compression biaxiale et traction uniaxiale ont été attribués à la germination de la cavité à des surfaces d'intersection de joints de grains coulissant. Cependant, il n'est pas clair comment un phénomène général, cela pourrait être en matériaux SP [51].

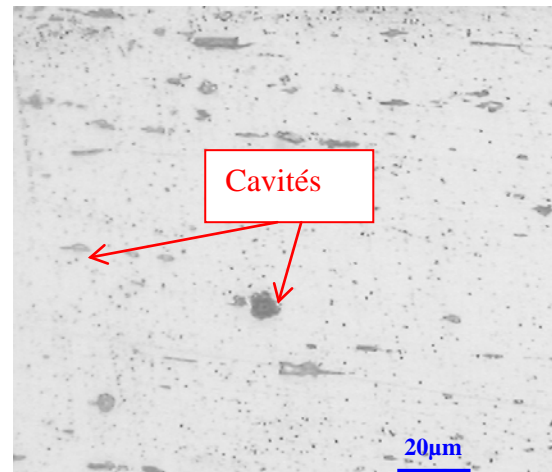
Une cavité située au joint de grain, que ce soit nucléée ou préexistante, peut se développer au cours de la déformation par des processus de diffusion et / ou déformation plastique de la matrice environnante. Les relations ont été développées, ainsi elles décrivent le changement du rayon de la cavité et le changement de volume de la cavité avec la souche, pour une croissance de différent mécanisme [49,50]. Ces relations ont été testées expérimentalement par métallographie et des mesures de densité ou, il a été démontré que la diffusion peut être importante dans les premiers stades de la croissance de la cavité [52].

VI.2.1.3 Etat de revenu

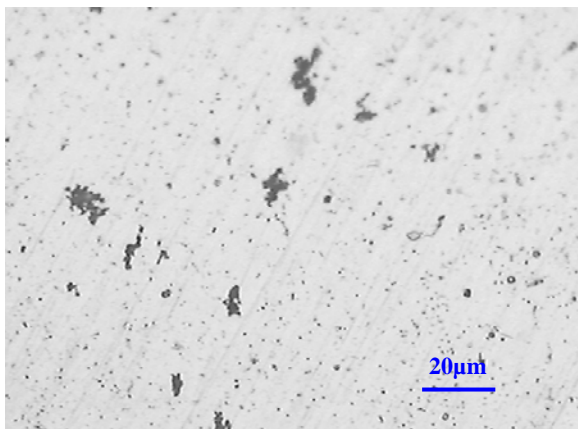
Les différents échantillons déformés à $\epsilon = 86.81\%$, ont subi des revenus à la température = 170°C : pendant 3, 4, 5, 6 et 7 h ; les microstructures obtenues sont présentées sur la figure VI.3 en fonction du temps de maintien, on remarque que les précipités seront nombreux, de tailles plus grandes et ont différentes formes.



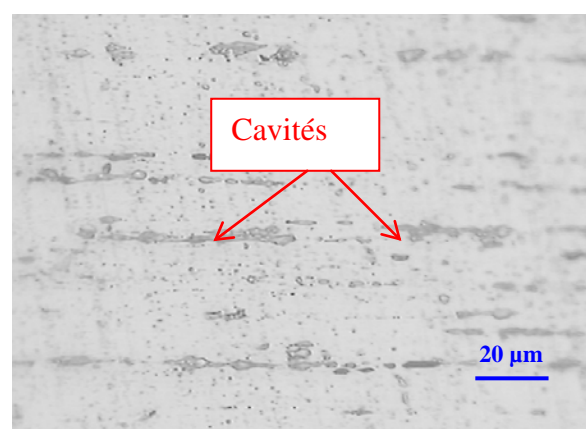
(a) Coupe transversale; 3h.



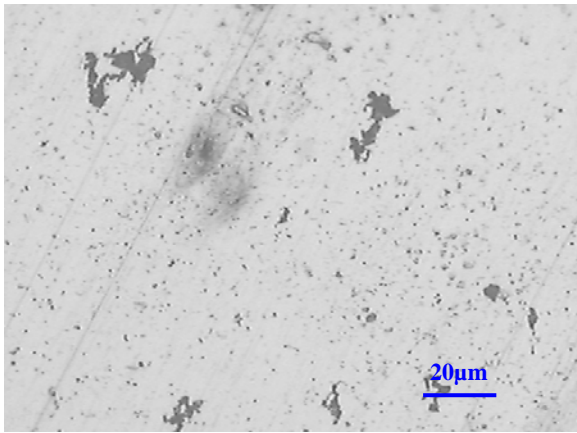
(b) Coupe longitudinale; 3h.



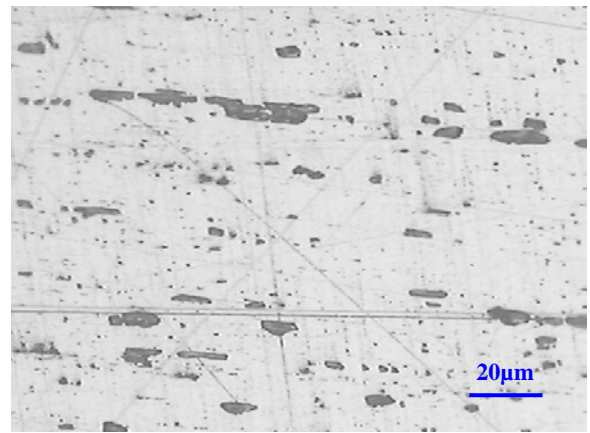
(c) Coupe transversale; 4h.



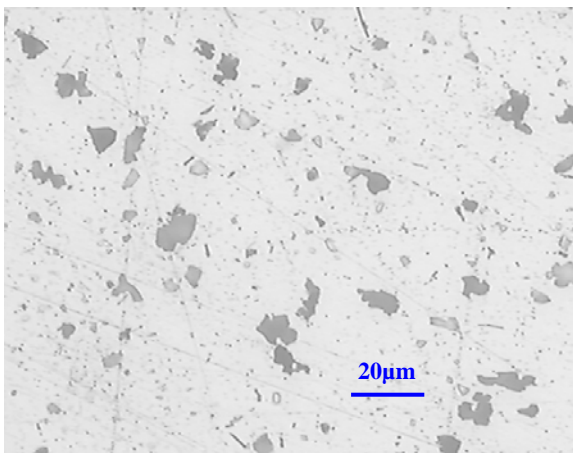
(d) Coupe longitudinale; 4h.



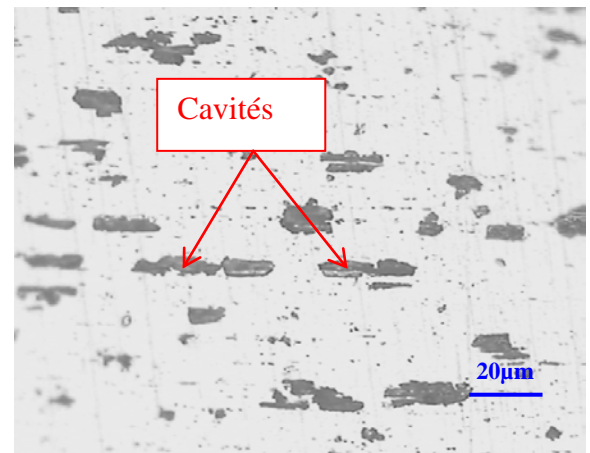
(e) Coupe transversale; 5h.



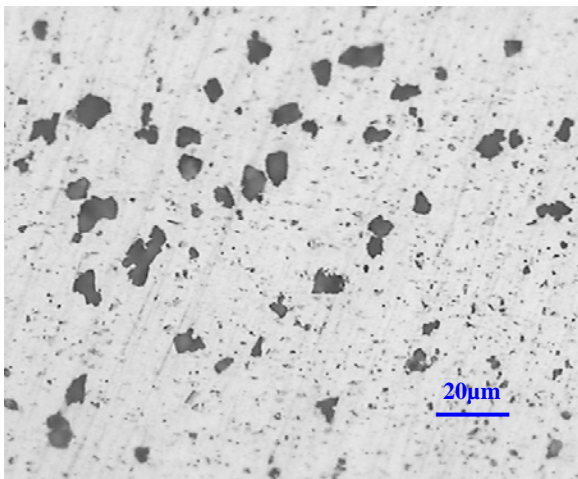
(f) Coupe longitudinale; 5h.



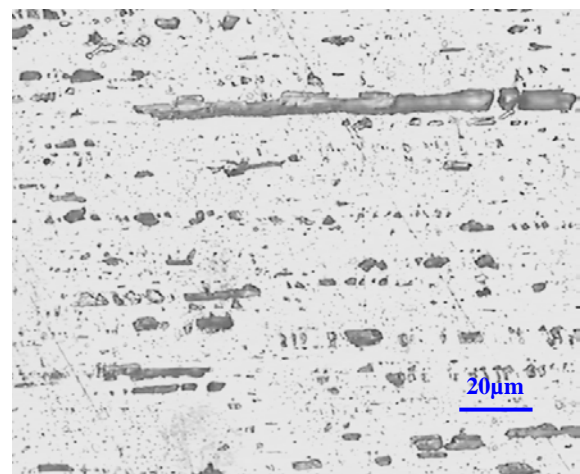
(g) Coupe transversale; 6h.



(h) Coupe longitudinale; 6h.



(i) Coupe transversale; 7h.



(j) Coupe longitudinale; 7h.

Figure VI.3 : Evolution de la microstructure par microscopie optique, des fils déformés à $\epsilon=86.81\%$ et traités à 170°C après l'attaque au HF dilué.

VI.3 Observation en microscopie électronique à balayage

Les figures suivantes, montrent les micrographies des échantillons respectivement, à l'état déformé sans revenu, avec revenu à 170°C pendant 3, 4, 5, 6 et 7 heures, obtenues par microscopie électronique à balayage (MEB). La micrographie, figure 6, de l'échantillon déformé $\epsilon = 86,81\%$, sans lui faire subir un traitement thermique révèle la présence de précipités de petites tailles, repartis aléatoirement dans la matrice.

Les micrographies des figures 7, 8, 9, 10 et 11 montrent également, l'existence de précipités dispersés dans la matrice. La taille et la densité de ces précipités varient en fonction de la durée de maintien et la température de traitement thermique. Toutes les micrographies montrent l'existence du précipité. Pour déterminer la composition chimique de ces précipités, il est nécessaire d'en effectuer l'analyse par EDAX (Energy Dispersive X-ray analysis). D'après la micro-analyse chimique des précipités effectués sur ces échantillons, le précipité est le Mg_2Si .

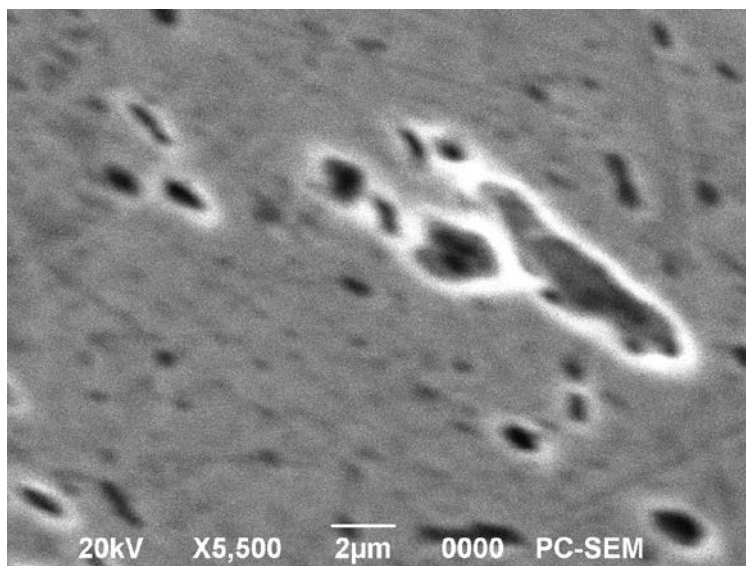
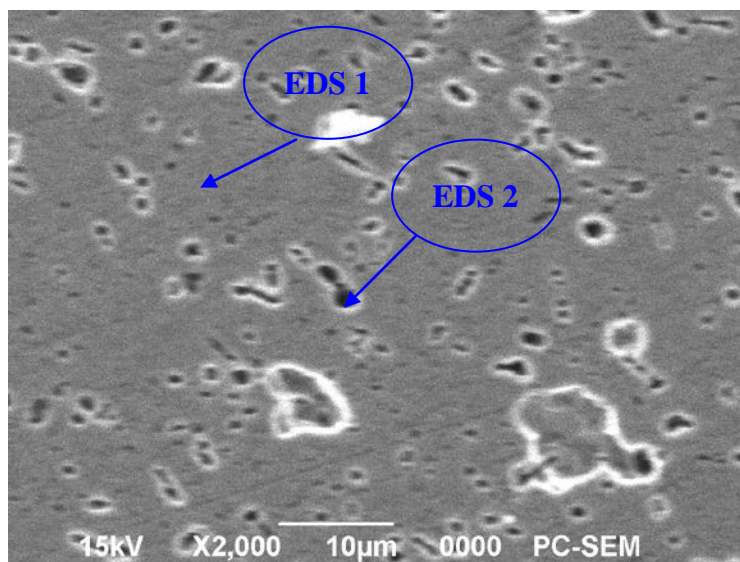


Figure VI.4 : Observation au MEB de la microstructure du fil déformé $\epsilon = 86,81\%$, non traité.



<i>Element</i>	<i>at %</i>
<i>VL</i>	00.05
<i>FeL</i>	00.22
<i>CuL</i>	00.36
<i>ZnL</i>	00.08
<i>MgK</i>	01.36
<i>AlK</i>	97.18
<i>SiK</i>	00.55
<i>PbM</i>	00.20

(a)

<i>Element</i>	<i>at %</i>
<i>VL</i>	00.00
<i>FeL</i>	00.00
<i>CuL</i>	00.00
<i>ZnL</i>	00.00
<i>MgK</i>	64.86
<i>AlK</i>	00.00
<i>SiK</i>	35.14
<i>PbM</i>	00.00

(b)

Figure VI.5 : Observation au MEB de la microstructure du fil déformé $\epsilon= 86,81\%$, et traité à $T=170^{\circ}\text{C}$ pendant 3h ; avec micro-analyse chimique EDS de l'échantillon
(a) EDS 1 : matrice. (b) EDS 2 : précipité Mg_2Si .

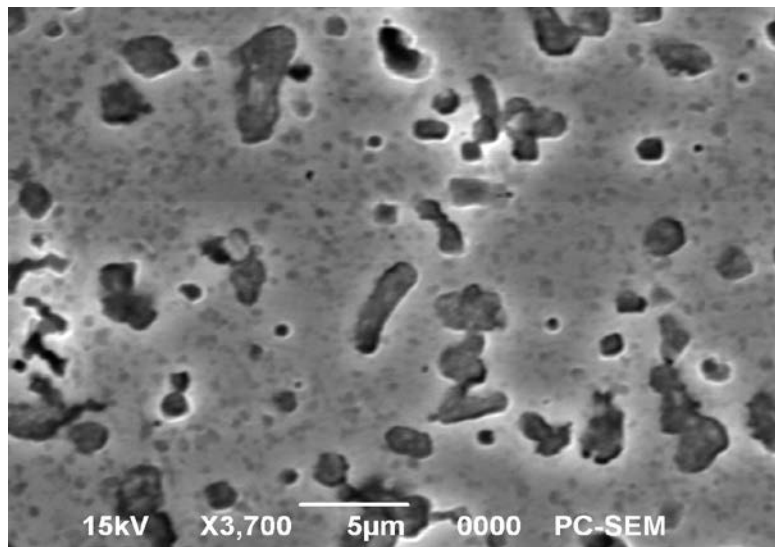
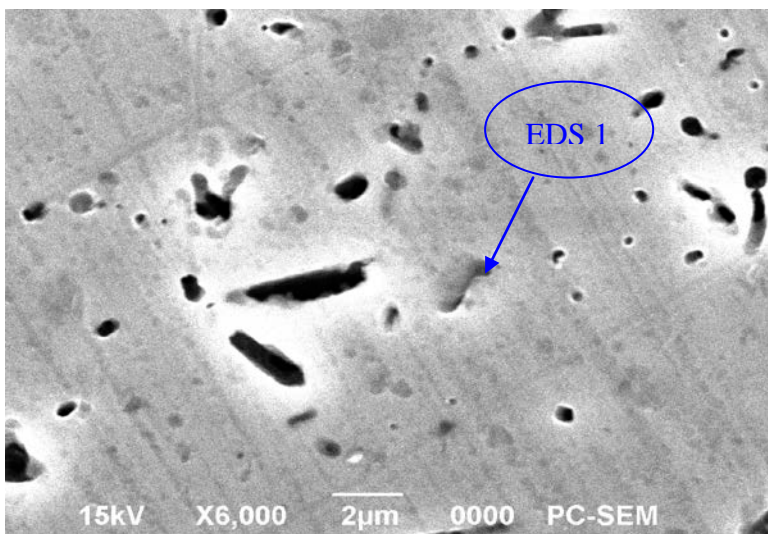
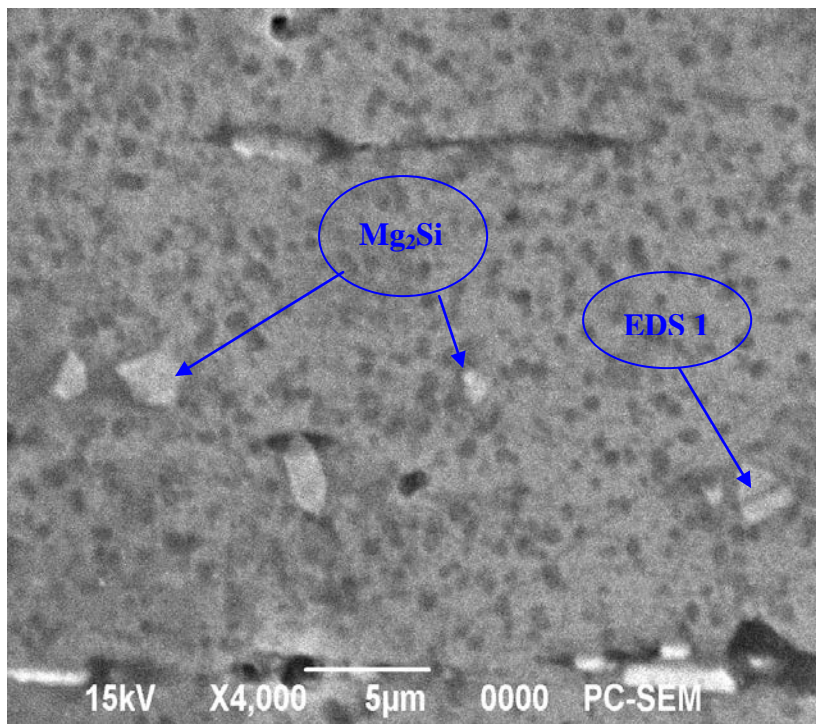


Figure VI.6 : Observation au MEB de la microstructure du fil déformé $\epsilon= 86,81\%$, et traité à $T=170^{\circ}\text{C}$ pendant 4h.



<i>Element</i>	<i>at %</i>
<i>VL</i>	00.00
<i>FeL</i>	00.00
<i>CuL</i>	00.00
<i>ZnL</i>	00.00
<i>MgK</i>	66.37
<i>AlK</i>	00.00
<i>SiK</i>	33.63
<i>PbM</i>	00.00

Figure VI.7 : Observation au MEB de la microstructure du fil déformé $\epsilon= 86,81\%$, et traité à $T=170^{\circ}\text{C}$ pendant 5h ; avec micro-analyse chimique EDS 1 du précipité Mg_2Si .



<i>Element</i>	<i>at %</i>
<i>VL</i>	00.00
<i>FeL</i>	00.00
<i>CuL</i>	00.00
<i>ZnL</i>	00.00
<i>MgK</i>	64.23
<i>AlK</i>	00.00
<i>SiK</i>	35.77
<i>PbM</i>	00.00

Figure VI.8 : Observation au MEB de la microstructure du fil déformé $\epsilon = 86,81\%$, et traité à $T = 170^\circ\text{C}$ pendant 6h ; avec micro-analyse chimique EDS 1 du précipité Mg_2Si .

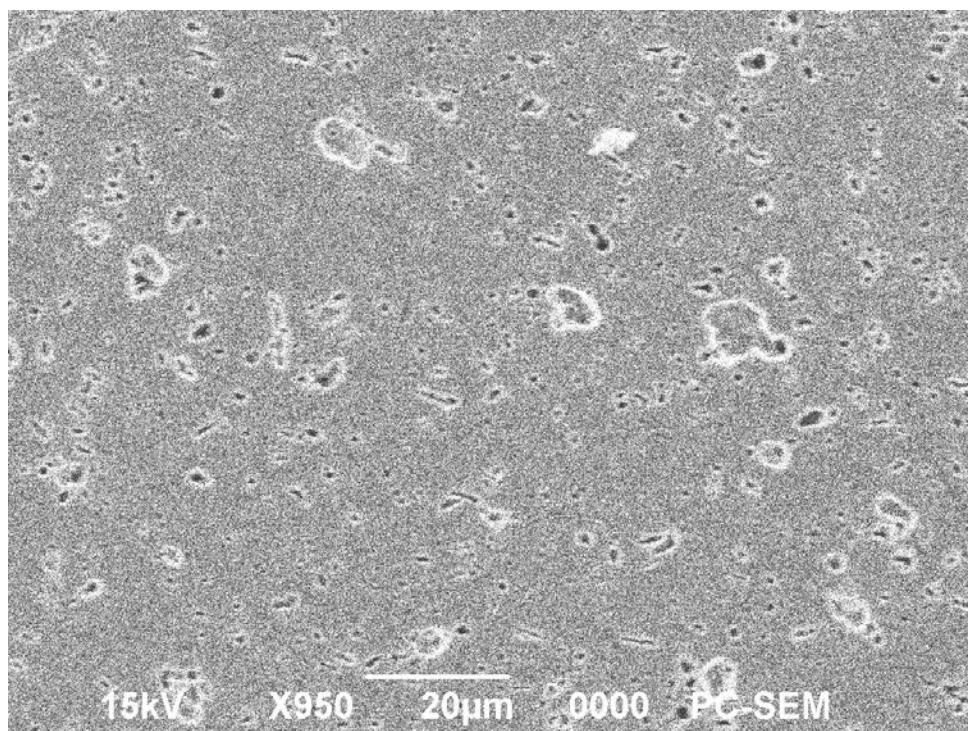


Figure VI.9 : Observation au MEB de la microstructure du fil déformé $\epsilon = 86,81\%$, et traité à $T = 170^\circ\text{C}$ pendant 7 h ; avec micro-analyse chimique EDS 1 du précipité Mg_2Si .

VI.4 Diffraction des rayons X

Les spectres de diffraction des rayons X des échantillons étudiés à l'état déformé sans et avec revenu montrent des intensités qui ont été normalisées de façon à ce que le pic le plus intense ait une intensité (100) en unités arbitraires (u.a). Selon les fiches ASTM, les pics enregistrés correspondent à la structure de la matrice α -aluminium (C.F.C.). La réflexion la plus intense remarquée c'est celle due aux plans (111), comme prescrite par les fiches ASTM. Ceci signifie l'existence d'une orientation privilégiée (texture), étant donné que cet alliage est un fil obtenu par tréfilage. Les échantillons à l'état sans et avec traitement de revenu sont donc tous texturés avec leurs plans (111) Al parallèles au plan de tréfilage.

La mise en évidence de l'effet de revenu, sur l'évolution cristallographique pour les différents temps de maintien des fils déformés, nécessite l'utilisation des techniques instrumentales particulièrement sensibles, est indispensable pour mieux explorer les confins de la microstructure du matériau et ses probables modifications.

L'analyse par diffraction des rayons X, nous renseigne sur l'évolution de la structure de la texture, la variation de certaines grandeurs cristallographiques.

Les figures VI.10 et VI.11 montrent le spectre du fil machine à l'état brut et à l'état déformé respectivement.

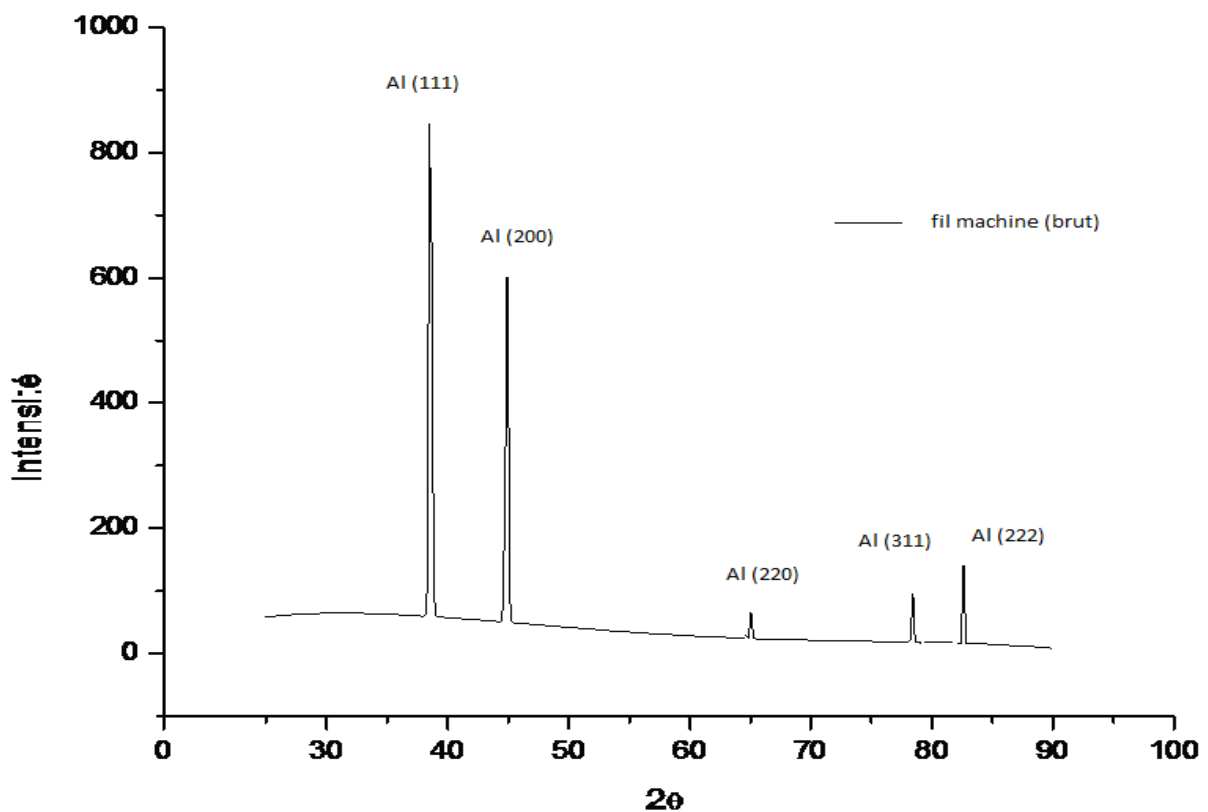


Figure VI.10: Spectre de rayon X du fil machine à l'état brut.

VI.4.1 Etat Déformé

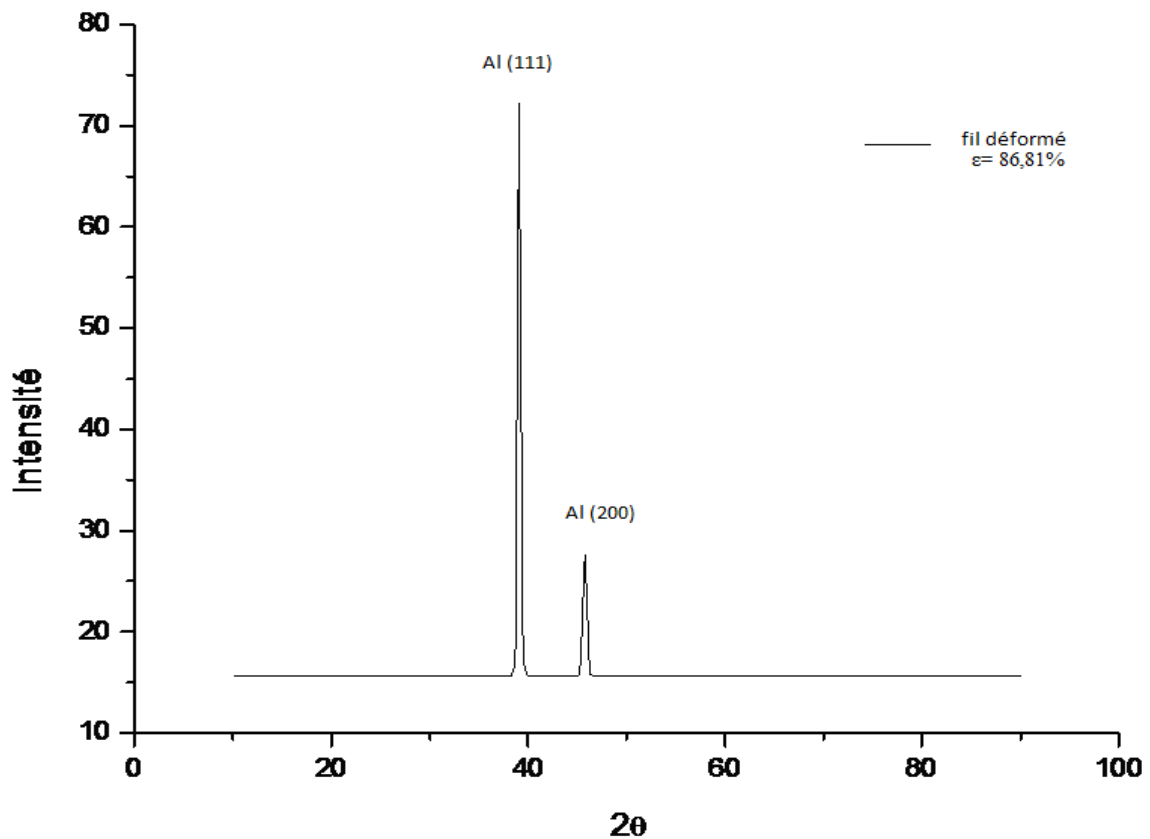


Figure VI.11: Spectre de rayon X du fil déformé $\epsilon = 86,81\%$; sans traitement thermique.

Interprétation

La figure VI.10 montre le spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon à l'état initial. Diverses orientations ont été observées telles que α (111), α (200), α (220), α (311), α (222) avec une orientation dominante α (111).

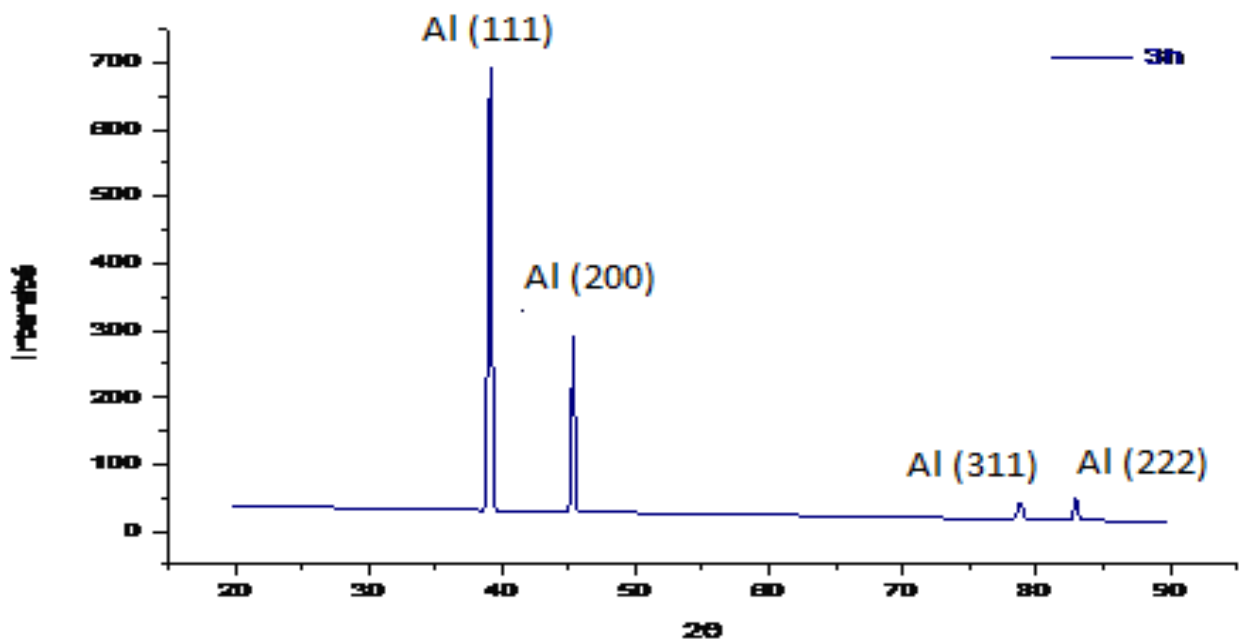
Le spectre de diffraction des rayons X obtenu dans le cas de l'échantillon déformé à $\epsilon = 86,81\%$ (figure VI.11) montre les mêmes deux premières orientations α (111), α (200), que celui obtenu pour l'échantillon de référence, avec la disparition des autres orientations. L'orientation dominante reste α (111) avec une légère diminution de son intensité par rapport celle de l'état brut et une intensité relativement basse du pic α (200).

En fonction du taux de déformation, on remarque que les pics se déplacent vers les petits angles, l'intensité des deux premiers pics diminue et les autres se disparaissent, ce qui peut être expliqué par un changement d'orientation des plans suivant une direction quelconque.

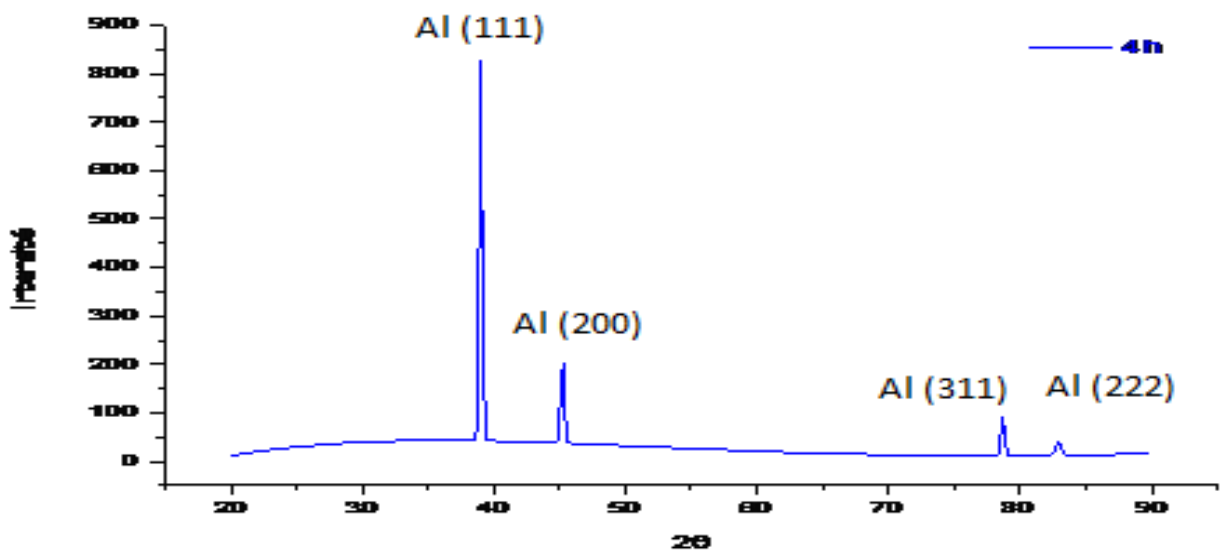
Après la déformation du métal, le pic (111) initialement localisé par l'angle deux thêtas $2\theta = 39.65^\circ$ se déplace dans le sens des petits angles pour avoir une nouvelle position localisée par $2\theta = 39.04^\circ$, soit une variation négative de $\Delta\theta = -0.61^\circ$.

De même, pour le pic (200) initialement localisé par l'angle deux thêtas $2\theta = 45.86^\circ$ se déplace dans le sens des petits angles pour avoir une nouvelle position localisée par $2\theta = 45.28^\circ$, soit une variation négative de $\Delta\theta = -0.58^\circ$.

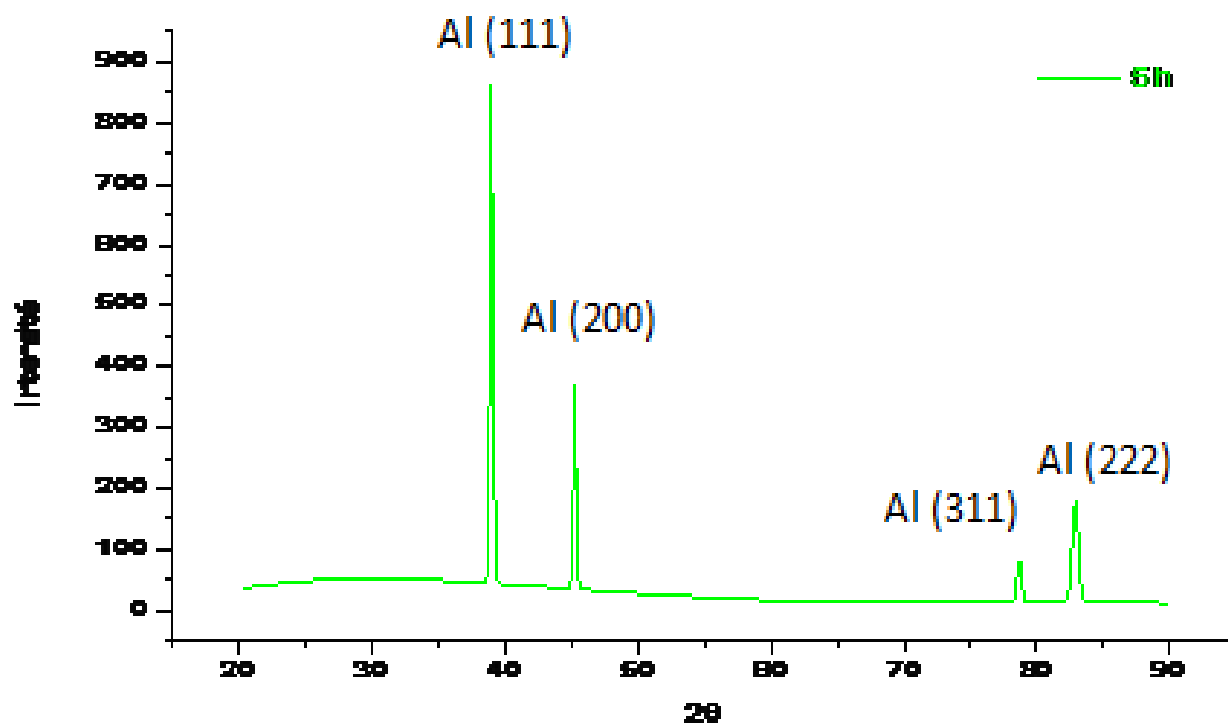
VI.4.2 Etat revenu



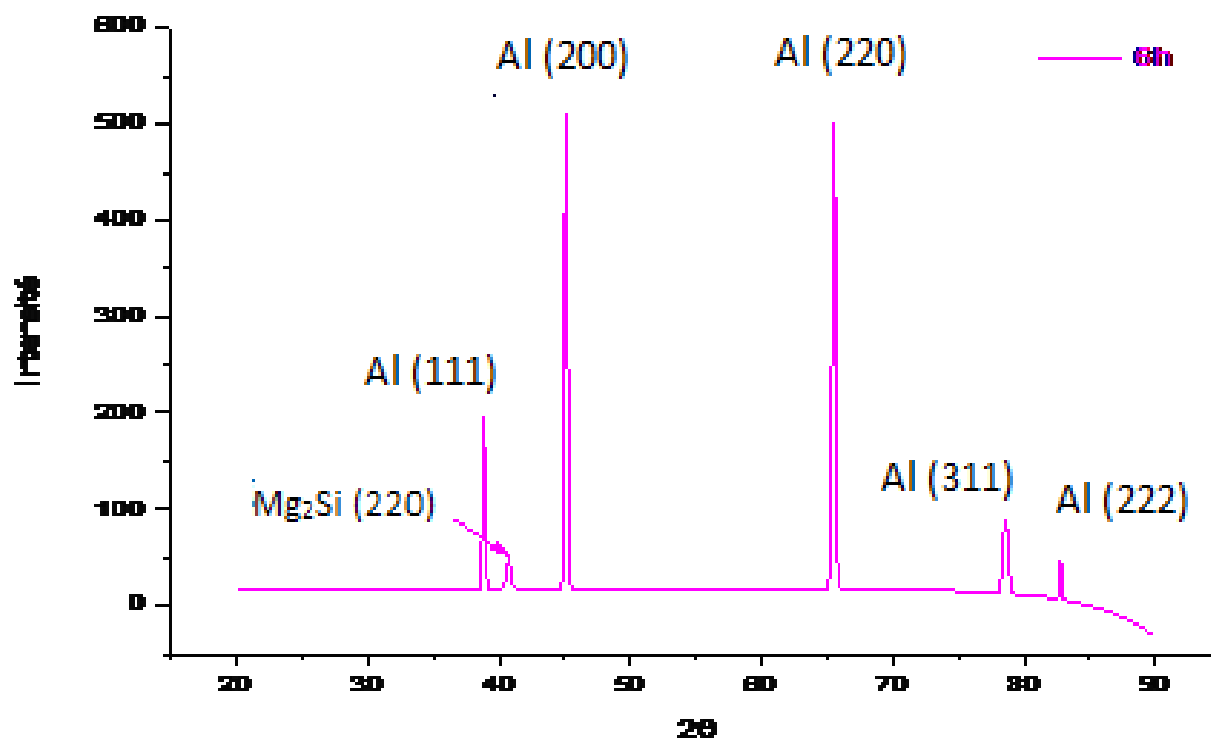
(b)



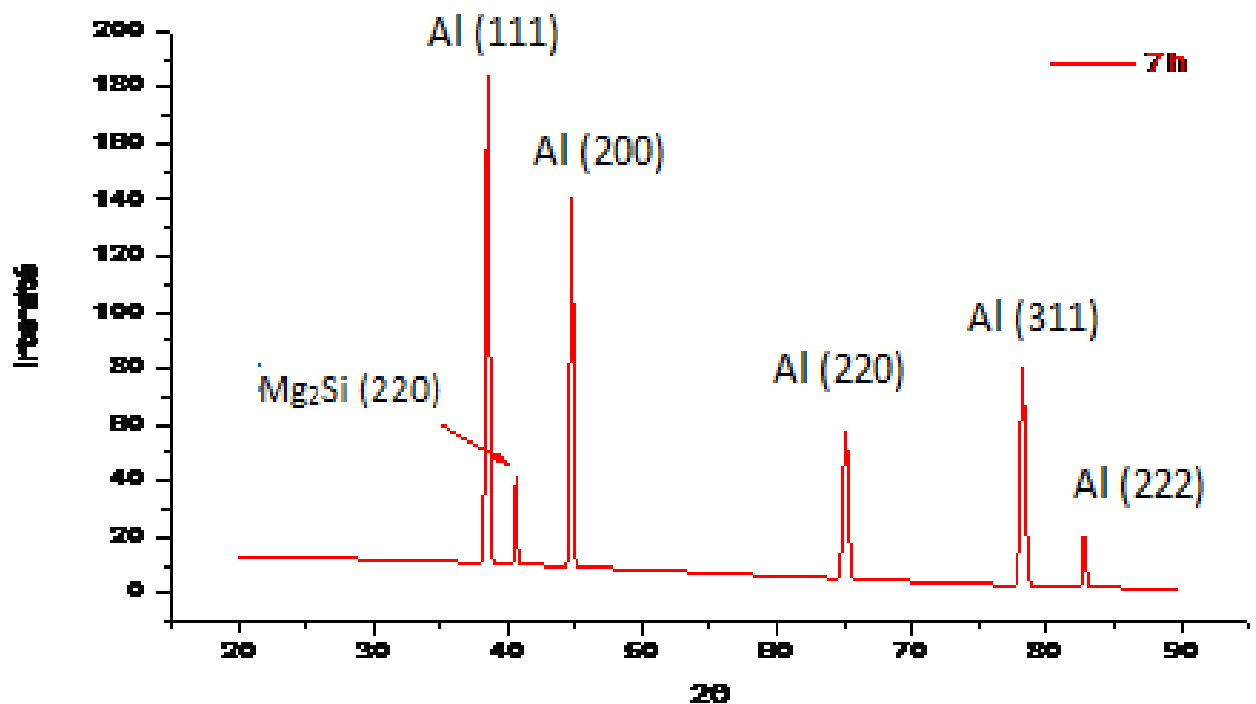
(c)



(d)



(e)



(f)

Figure VI.12 : Spectre de rayon X des fils déformés $\epsilon= 86,81\%$ et traités à $T=170^{\circ}\text{C}$;
 (b), (c), (d), (e), (f) pendant 3, 4, 5, 6 et 7h respectivement.

Interprétation

En fonction du temps de maintien, on remarque que les pics se déplacent vers les petits angles et l'intensité de ces pics augmente puis diminue, ce qui peut être expliqué par un changement d'orientation des plans suivant une direction quelconque.

Après 6h d'un traitement de revenu, on observe l'apparition d'un nouveau pic à la position environ $2\theta= 40.72^{\circ}$; selon les fichiers ASTM, ce pic enregistré correspond au précipité Mg_2Si .

D'autre part, on doit noter que parmi les conséquences immédiates du temps de revenu, la variation notable dans l'intensité des pics (Figure VI.13). Ainsi on remarque que tous les pics tendent de manière générale à augmenter d'intensité puis ils diminuent. Le maximum de tous les pics est atteint après 5 h de maintien sauf pour le pic des plans (311) qui atteint le maximum après 6h de maintien. Par contre les intensités des pics (200) de la

matrice et (311) du précipité n'apparaissent qu'après 6h de traitement puis elles diminuent; cela peut être expliqué par la tendance des domaines diffractants (les cristallites) à s'orienter dans une direction privilégiée, et à former une certaine texture en fonction du temps de traitement.

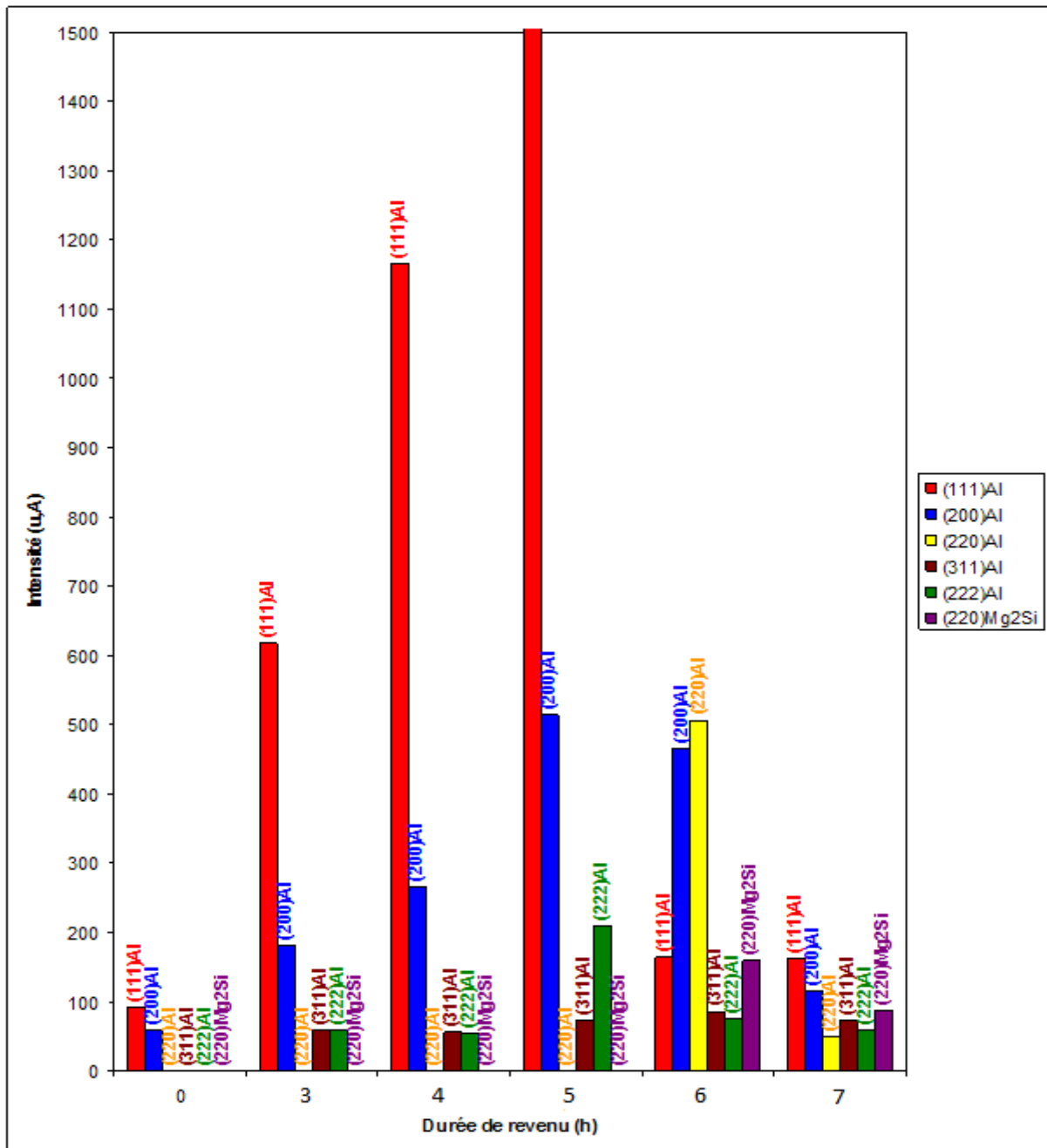


Figure VI.13: Evolution de l'intensité des pics du fil déformé ($\epsilon=86,81\%$) au cours du traitement de revenu.

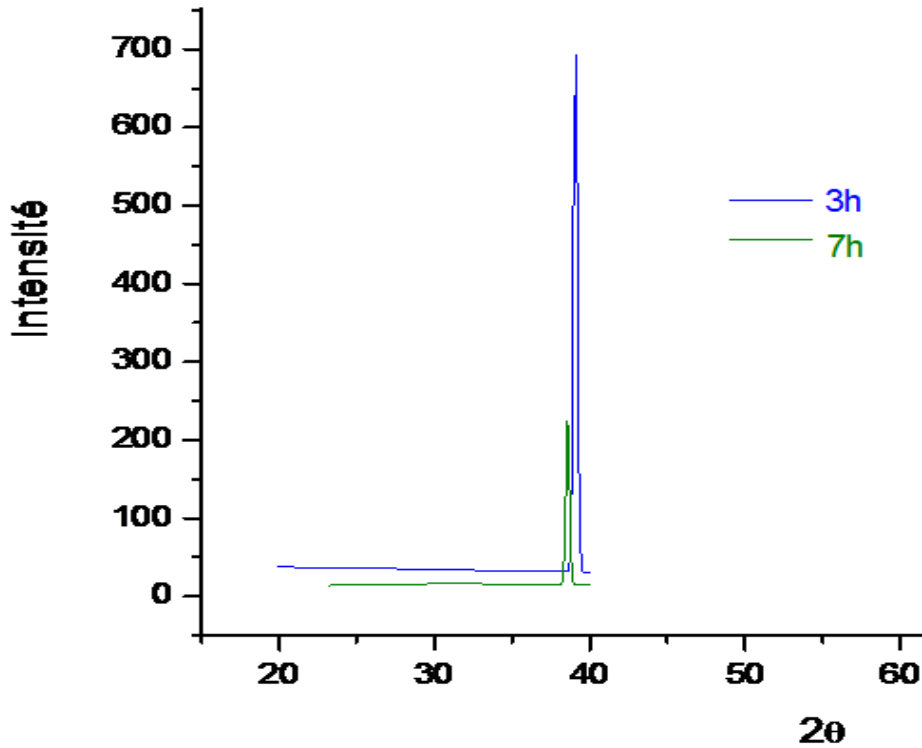


Figure VI.14: Le déplacement du pic (111) vers les petits angles au cours du traitement de revenu.

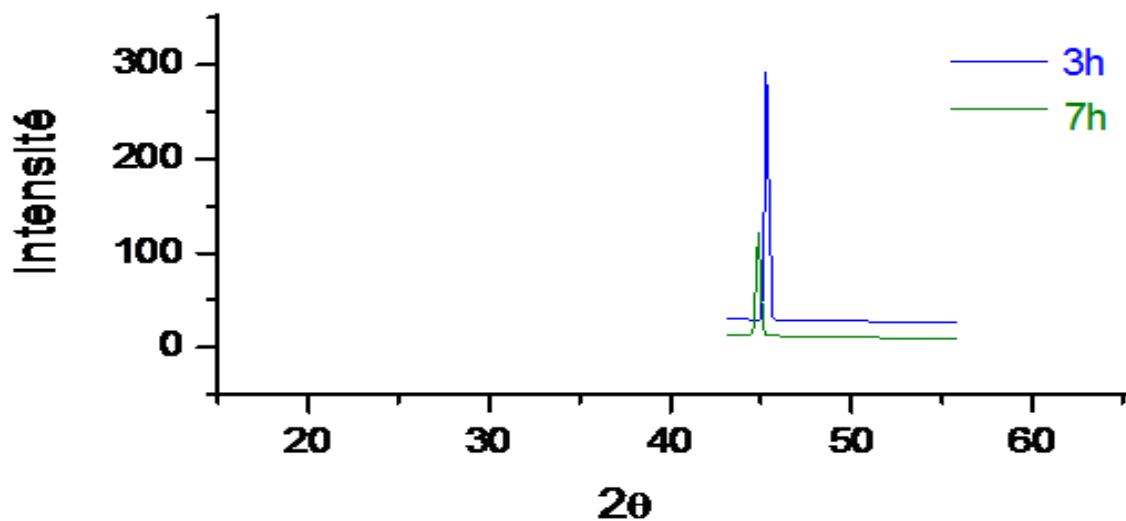


Figure VI.15: Le déplacement du pic (200) vers les petits angles au cours du traitement de revenu.

Au cours de revenu, le pic (111) initialement localisé par l'angle deux thêtas $2\theta = 39.04^\circ$ se déplace dans le sens des petits angles pour avoir une nouvelle position localisée par $2\theta = 38.56^\circ$, soit une variation négative de $\Delta\theta = -0.48^\circ$, comme il est montré sur la figure VI.14.

De même, pour le pic (200) initialement localisé par l'angle deux thêtas $2\theta = 45.28^\circ$ se déplace dans le sens des petits angles pour avoir une nouvelle position localisée par $2\theta = 44.8^\circ$, soit une variation négative de $\Delta\theta = -0.48^\circ$, comme il est montré sur la figure VI.15.

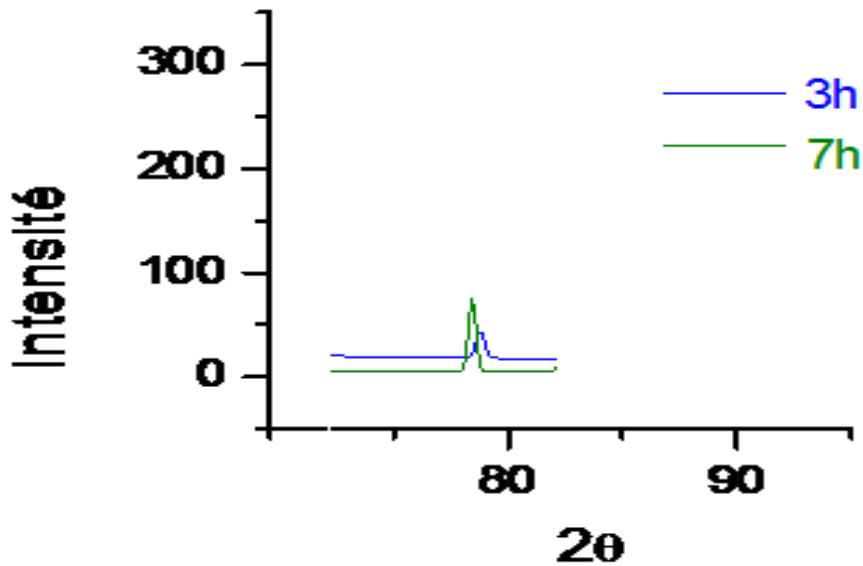


Figure VI.16 : Le déplacement du pic (311) vers les petits angles au cours du traitement de revenu.

La même constatation est faite pour le pic (311) initialement localisé par l'angle deux thêtas $2\theta = 78.6^\circ$ se déplace dans le sens des petits angles pour avoir une nouvelle position localisée par $2\theta = 78.16^\circ$ soit une variation négative de $\Delta\theta = -0.44^\circ$, comme il est montré sur la figure VI.16.

Tableau VI.1 : Le déplacement des pics au cours du traitement de revenu.

Le pic	(111)	(200)	(311)
Décalage $\Delta\theta(^\circ)$	-0.48°	-0.48°	-0.44°

Comme nous l'avons affirmé précédemment, les spectres montrent clairement que les trois premiers pics se déplacent dans le sens des petits angles d'environ un demi-degré.

Ce déplacement est causé par l'apparition des contraintes internes provoquées par le mouvement des éléments d'addition vers la précipitation, et engendrant des distorsions dans

le réseau cristallin. Ces changements observés dans les spectres sont dus principalement au déplacement (le tableau VI.1).

Dans notre cas, on a observé deux phénomènes et qui sont : le déplacement des pics par rapport à leurs positions initiales ; l'augmentation des pics jusqu'à un maximum puis leurs abaissement en fonction du temps de traitement, pouvant être expliqué par la naissance d'une désorientation des grains sous l'effet du procédé d'un revenu.

Aussi, l'apparition des nouveaux pics après 6h de maintien, un correspond au pic (220) de la matrice α -aluminium et l'autre correspond au pic (220) de la phase secondaire.

VI.5 Evolution des propriétés des fils en fonction de la déformation

Il existe des caractéristiques essentielles que le produit fini vendu doit posséder afin de satisfaire aux exigences du client sans quoi il sera rejeté et constituera une perte nette pour l'entreprise. L'optimisation du traitement thermique des fils d'almelec a pour but de respecter ces exigences à un moindre coût et avec un minimum de temps et de ressources humaines.

diamètres des fils ϕ (mm)		Taux de déformation ϵ (%)	la charge à la rupture R_m (MPa)	La micro-Dureté (HV)		l'allongement A(%)	résistivité électrique ρ (Ω .mm ² /m)
				Transversale	Longitudinale		
Fil-machine	9,5	0	215	66,84	64,54	11	0,03447
1 ^{ere} passe	8,43	21,26	254	74,17	76,31	4	0,03474
2 ^{eme} passe	7,49	37,84	263	82,85	81,09	3,5	0,03482
3 ^{eme} passe	6,67	50,71	277	-	-	3	0,03489
4 ^{eme} passe	5,94	60,91	285	-	-	2	0,03491
5 ^{eme} passe	5,29	68,99	294	93,17	90,34	2	0,03493
6 ^{eme} passe	4,73	75,21	301	-	-	2	0,03505
7 ^{eme} passe	4,23	80,17	309	-	-	1,6	0,03510
8 ^{eme} passe	3,78	84,17	318	-	-	1,6	0,03545
9 ^{eme} passe	3,45	86,81	325	99,11	100,55	1,6	0,03551

Tableau VI.2: L'évolution des caractéristiques des fils en fonction du taux de déformation (ϵ).

Pour faciliter l'interprétation de l'influence des variables d'étirage sur certaines propriétés, nous représentons les informations du tableau ci-dessus avec des courbes tracées sur les figures suivantes.

VI.5.1 La microdureté

Le tréfilage à froid effectué avant le traitement thermique produit un écrouissage élevé du matériau. Le taux de déformation lors de l'étirage dépasse 86%. Cette déformation à froid produit une microstructure avec une forte densité de dislocations.

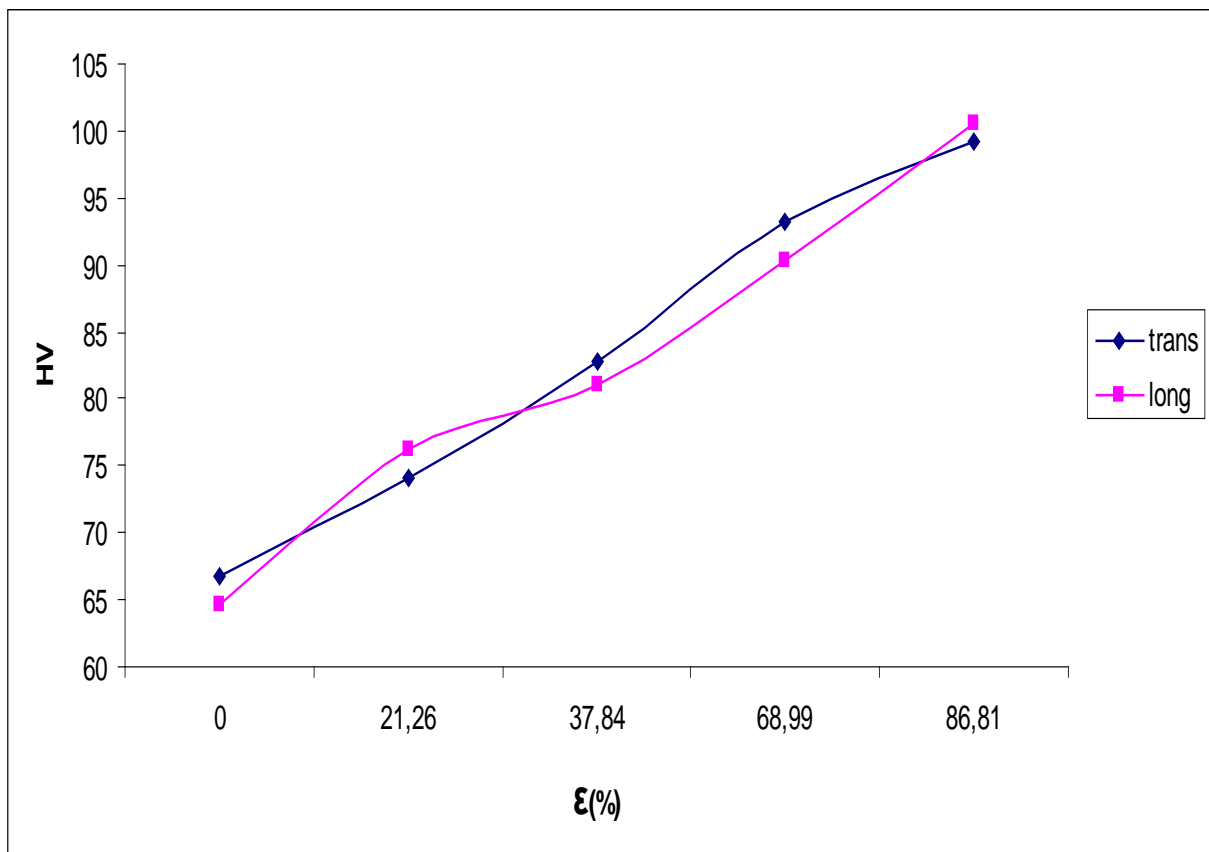


Figure VI.17: La microdureté des fils en fonction du taux de déformation; sans traitement.

D'après le graphe, nous remarquons que les échantillons qui sont coupés selon la direction longitudinale du fil ont presque la même dureté que celle des échantillons qui sont coupés selon la direction transversale, ce qui signifie que l'alliage est mécaniquement isotrope.

Interprétation

Au cours de l'étirage du fil à travers la filière, nous avons une déformation plastique qui est à l'origine d'un mouvement de dislocations. Cette déformation provoque une modification générale de ses propriétés mécaniques, car sous l'effet combiné de la force de traction appliquée au fil et de la compression latérale qui apparaît le long des parois de la filière comme une force de réaction, nous aurons une création d'autres dislocations qui interceptent le plan de glissement des dislocations mobiles. Ce phénomène est appelé durcissement structural par écrouissage, qui induit une augmentation des propriétés mécaniques du fil tréfilé.

VI.5.2 La résistance à la rupture

La résistance à la rupture augmente en fonction du taux de déformation. Sa valeur atteint 325 MPa à $\epsilon = 86.81\%$ après qu'elle était de 215 MPa à $\epsilon = 0\%$. La figure donne la variation de la résistance à la rupture en fonction du taux de déformation.

L'écrouissage d'un métal ou alliage a pour effet d'augmenter sa dureté et sa résistance mécanique (résistance à la rupture et limite d'élasticité) mais, en contrepartie, de diminuer sa plasticité, c'est-à-dire son allongement à la rupture et son aptitude à la déformation

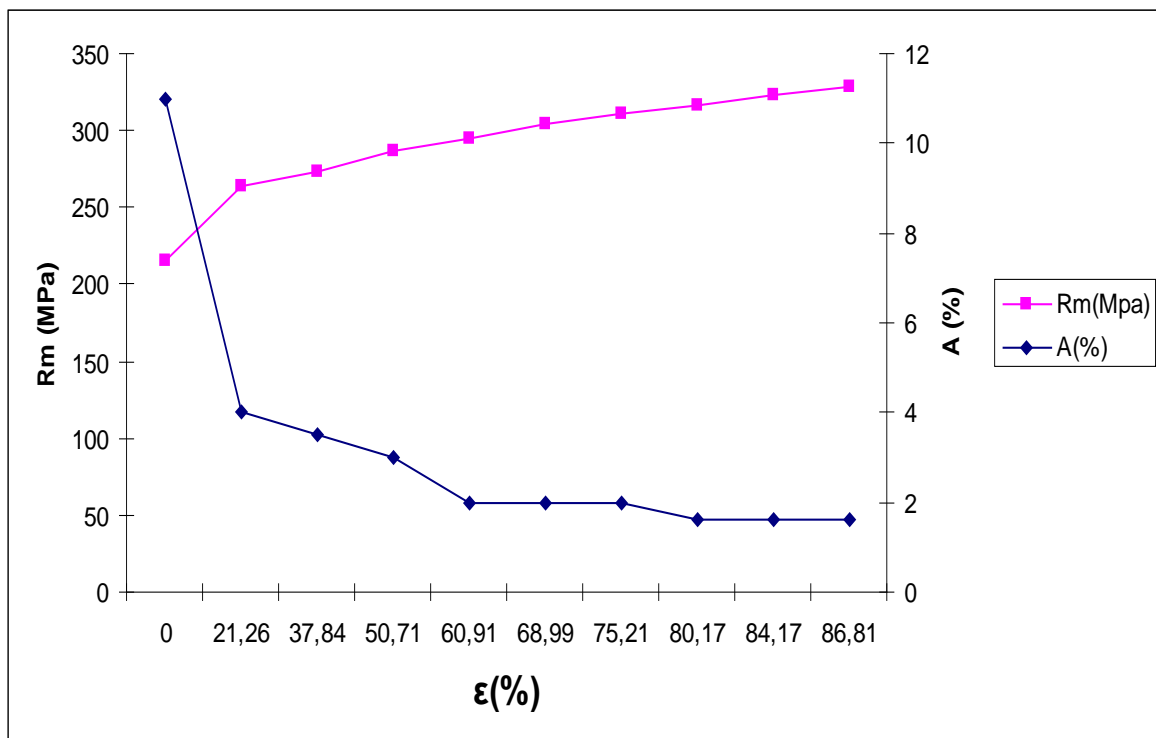


Figure VI.18: La résistance à la rupture et l'allongement en fonction du taux de déformation.

Interprétation

La déformation plastique à froid conduit à l'écroutissage du matériau, donc à son durcissement. Cet écroutissage dépend de la composition chimique du matériau, du taux de déformation appliqué et des conditions de déformation (température, vitesse et mode de déformation). En effet, la déformation à froid entraîne une importante augmentation de la densité de dislocations (i.e. énergie élastique stockée) dans le matériau. Il s'ensuit une hétérogénéité de la microstructure et de la texture cristallographique à l'intérieur des grains.

VI.5.3 La résistivité électrique

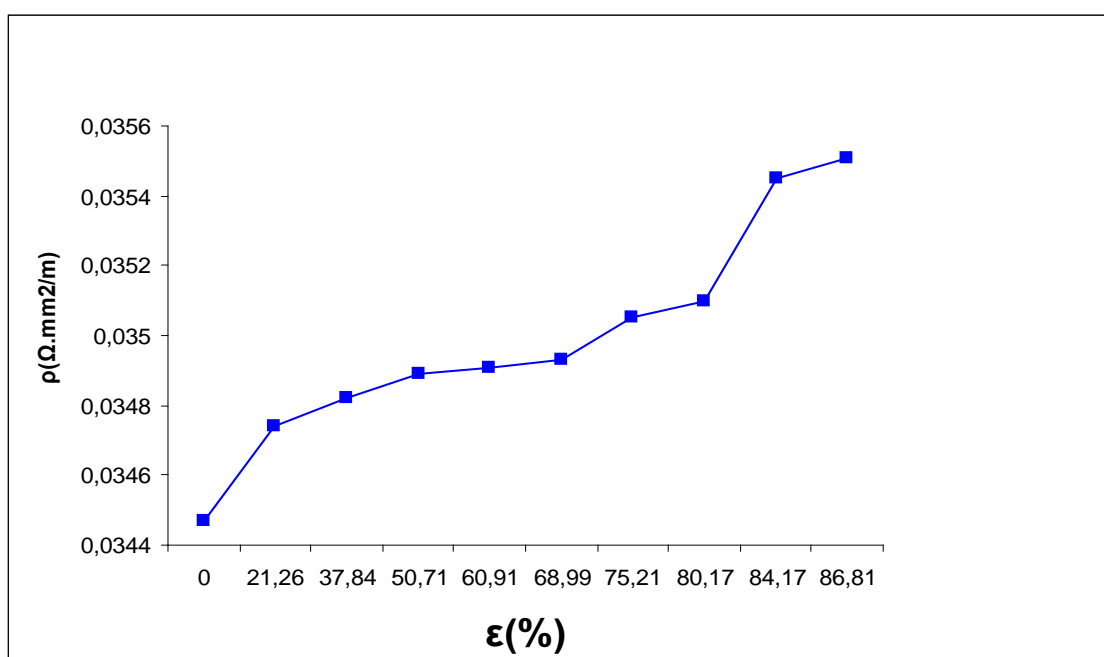


Figure VI.19: La résistivité électrique en fonction du taux de déformation.

Interprétation

D'une manière simplifiée en admettant que la conductibilité électrique est due à la circulation des électrons dans le métal, elle se trouve donc en relation directe avec le nombre des « électrons libres » et avec leur liberté de circulation dans la masse du métal. Les électrons sont ralentis par leurs chocs avec les atomes et l'on conçoit que la résistivité électrique soit affectée par tout ce qui détruit la « continuité » de la matière, ceci à toutes les échelles : atomique, microscopique ou macroscopique. Dans notre cas, l'alliage a subi une forte déformation à froid, alors il est affecté par l'effet de l'écroutissage, qui perturbe profondément l'ordre du réseau cristallin et influe sur la résistivité électrique ce qui explique son augmentation progressive après chaque passe.

VI.6 Evolution des propriétés mécaniques et électrique après le revenu

Pour mieux comprendre l'effet du traitement thermique (revenu), on a traité le diamètre final 3.45mm à température $T=170^{\circ}\text{C}$ à différents temps de maintien, on mesure à chaque heure l'évolution des caractéristiques du matériau.

Temps de maintien (h)	la charge à la rupture R_m (Mpa)	La microdureté (HV)		résistivité électrique ρ ($\Omega.\text{mm}^2/\text{m}$)
		transversale	longitudinale	
3	329	107	105,17	0,03214
4	333	112,5	113,05	0,03196
5	325	95,54	96,63	0,03178
6	321	90,39	89,87	0,03162
7	318	84,19	85,49	0,03145

Tableau VI.3: L'évolution des propriétés du fil final 3.45mm après le traitement de revenu t à $T=170^{\circ}\text{C}$.

VI.6.1 La résistance à la rupture

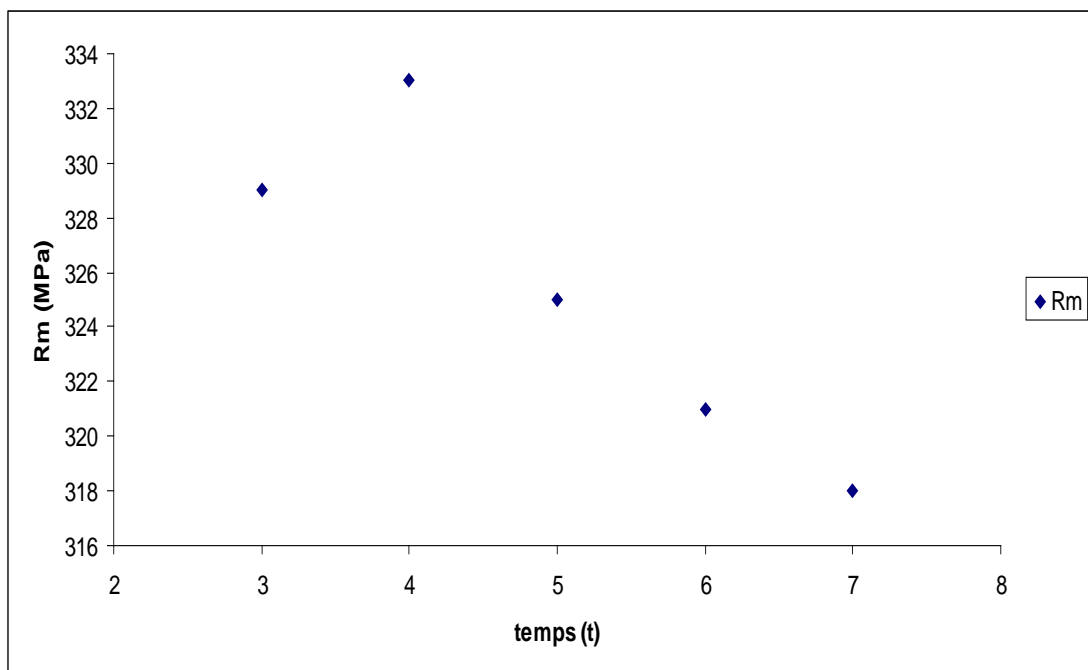


Figure VI.20: L'évolution de la résistance à la rupture après revenu à 170°C .

Interprétation

Généralement, la résistance de l'alliage augmente au début du chauffage, atteint un maximum et diminue par la suite. Ce comportement dépend de la taille des précipités qui est fonction du temps d'exposition et de la température à laquelle se produit la diffusion des atomes de soluté. Les zones GP sont trop fines et peuvent facilement être coupées lors du passage des dislocations sur les plans de glissement et l'écroutissage résultant est faible. L'alliage est alors en condition sous-vieilli. Les précipités d'équilibre β sont grossiers et les dislocations peuvent facilement contourner ces derniers par le mécanisme d'Orowan. La limite d'élasticité est alors faible mais le taux d'écroutissage est élevé. On parle alors d'alliage sur-vieilli. Enfin en présence de la phase β'' , une haute résistance et un fort taux d'écroutissage sont observés au cours de la déformation.

Les conditions de chauffage favorisant la présence de la phase β'' favorisent aussi l'apparition de zones sans précipité le long des joints de grains (precipitate-free zones) (PFZ). Ces zones sans précipité existent parce que les lacunes et les atomes de soluté ont tendance à diffuser plus facilement dans les joints de grains que dans le grain. La taille de cette zone dépend de la nature de la microstructure, de la composition de l'alliage et surtout de l'historique thermique subi par l'aluminium. Cette répartition hétérogène des précipités dans le grain favorise un glissement accru autour des joints de grains lors de la déformation puisque les dislocations peuvent se déplacer plus facilement dans la PFZ. Ce glissement préférentiel peut mener à des concentrations de contraintes le long des joints de grains et provoquer une rupture intergranulaire prématurée lors de la déformation [2]. Habituellement, les zones sans précipité sont observées grâce au microscope électronique à transmission (MET) [5].

VI.6.2 La microdureté

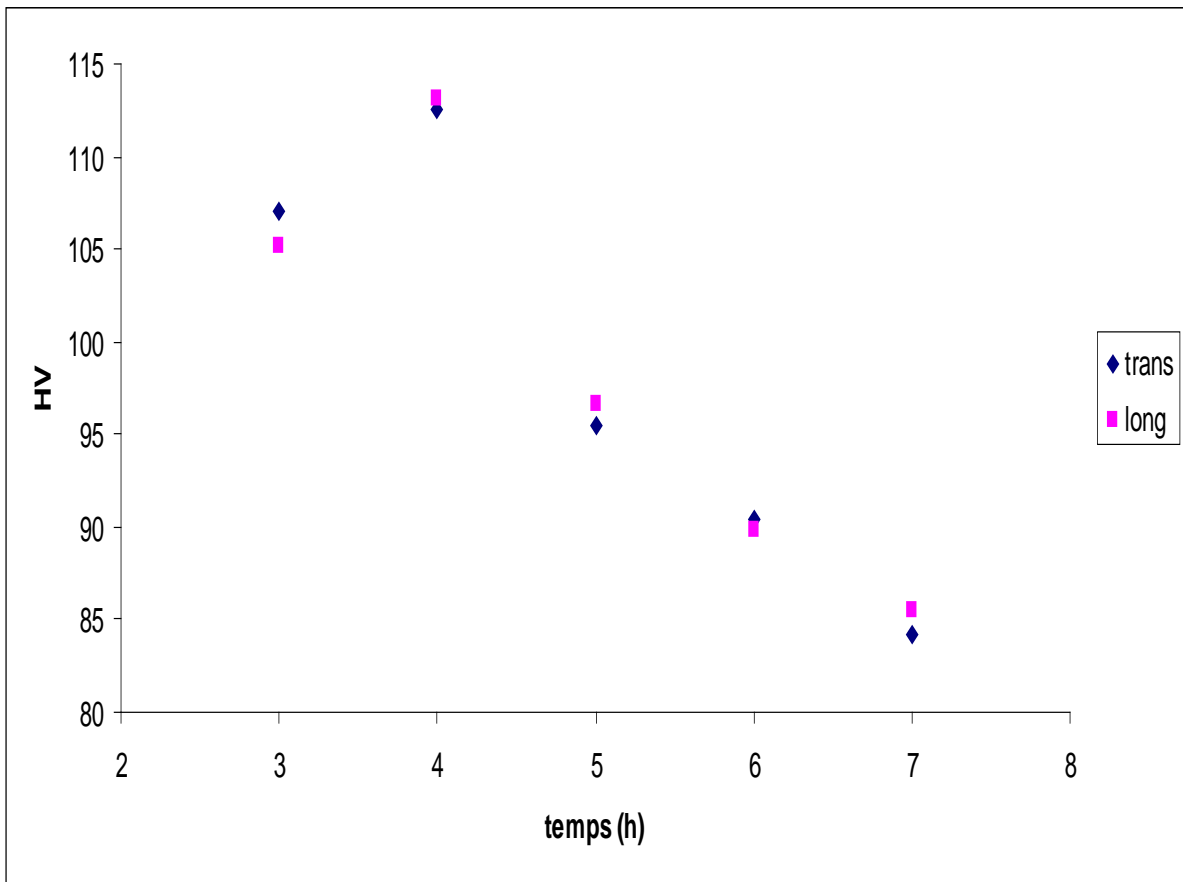


Figure VI.21: Evolution de la microdureté après revenu à 170°C.

Interprétation

L'augmentation de résistance de l'alliage au cours du traitement thermique actuel est probablement due à la précipitation des éléments d'alliage. Par contre, un revenu engendre généralement une diminution de l'allongement à la rupture. Or, ces mêmes essais ont montré une augmentation de l'allongement à la rupture suite au TT. Ce phénomène est probablement dû à un réarrangement des dislocations ou une diminution de la densité de dislocations comme lors d'une restauration d'un métal écroui.

Précédant la précipitation, les seuls obstacles au déplacement des dislocations sont les atomes en solution solide sursaturée. Dans ce cas, les dislocations demeurent droites, et la cission critique reste faible. Mais entre les zones GP, la distance est très faible. Les dislocations ne peuvent pas se courber, Elles ne peuvent donc se déplacer qu'en coupant les précipités et en les cisillant. La dureté de l'alliage est par conséquent améliorée par ce phénomène.

VI.6.3 La résistivité électrique

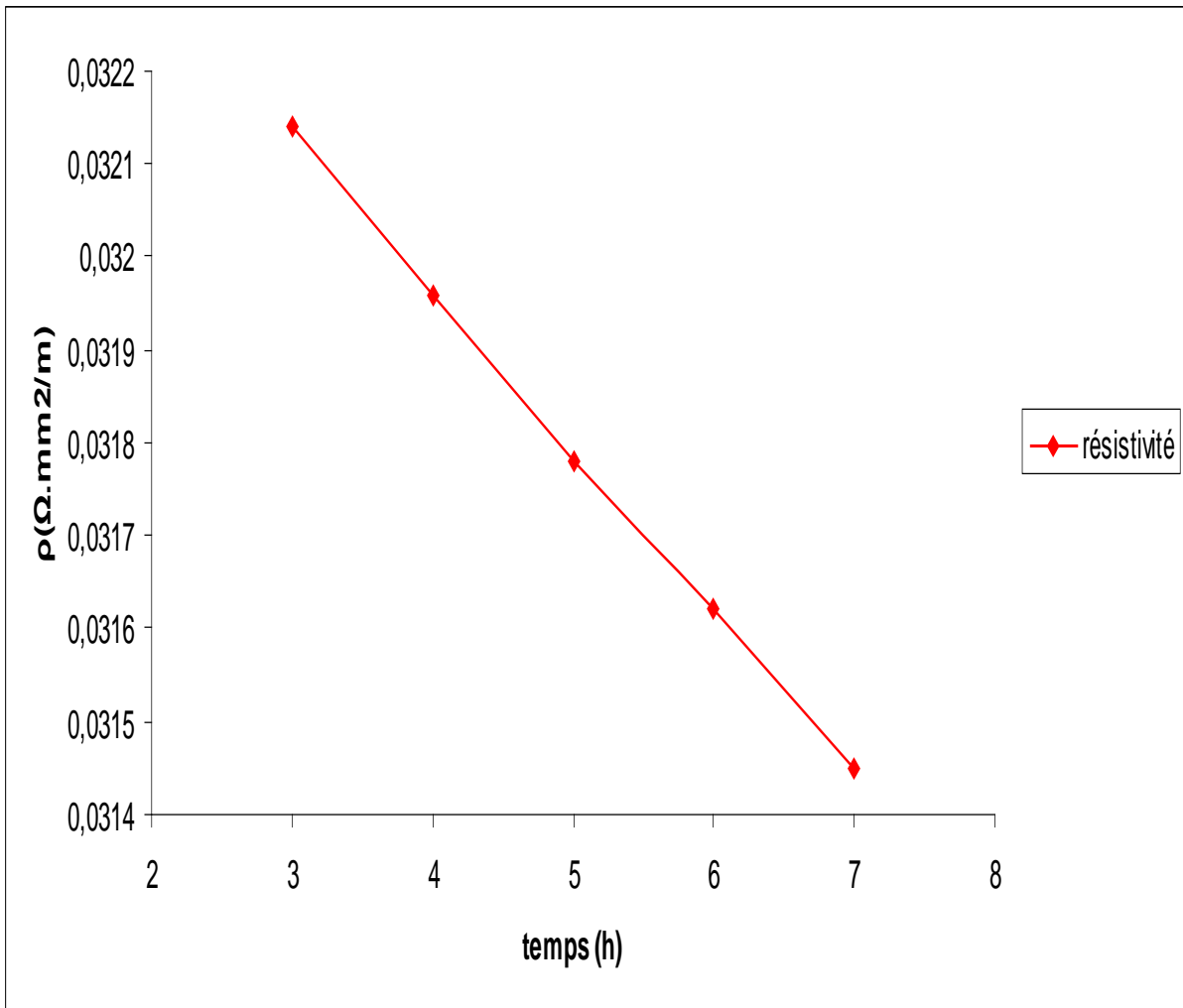


Figure VI.22: L'évolution de la résistivité électrique après revenu à 170°C.

Interprétation

La formation des précipités métastables semi-cohérents β' (Mg_2Si) augmente l'incohérence des joints de grains et crée une mince zone pauvre en éléments d'alliages autour de ceux-ci (*precipitate-free zones*) (PFZ). Ces zones pauvres en solutés servent de court-circuit pour le passage d'électrons, ce qui a pour effet d'augmenter la conductivité et diminuer la résistivité du matériau de façon significative, comme on peut le constater pour les températures de traitement isothermes de 170°C et plus.

Conclusion

Générale

CONCLUSION GENERALE

Ce projet de recherche est basé sur une problématique industrielle liée au domaine de l'étréage à froid des fils d'alliage d'aluminium. Cette étude visait à comprendre les opérations de tréfilage et traitement thermique effectué chez EN.I.CA.BISKRA et ses influences sur les caractéristiques mécaniques et électriques de l'alliage d'aluminium AA 6101.

Les conclusions que nous pouvons tirer de cette étude sont :

- Ce travail a permis de montrer l'effet de l'érouissage par tréfilage à froid combiné par un traitement thermique de revenu sur le comportement mécanique et électrique du matériau.
- Le précipité qui peut se former au cours du traitement thermique est : β' (Mg_2Si).
- L'observation après l'attaque chimique de KELLER, nous a permis de voir certains défauts comme les cavités, leurs nombres augmentent avec l'augmentation de la température.
- La combinaison entre l'érouissage et la précipitation de la phase β'' , a permis de donner des bonnes propriétés mécaniques au matériau.
- l'alliage est mécaniquement isotrope, il a les mêmes propriétés dans les deux directions, longitudinale et transversale.
- les caractéristiques mécaniques de cet alliage (la microdureté et la charge à la rupture) augmentent progressivement en fonction du temps de maintien au traitement thermique, jusqu'à un maximum puis elles diminuent.
- la caractéristique électrique (la résistivité) : On note une diminution continue de cette dernière au fur et à mesure que le temps de revenu s'élève.

Les perspectives que nous proposons concernant la poursuite de cette étude sont :

- Il serait nécessaire d'utiliser d'autres températures pour le traitement thermique afin de voir son influence sur la précipitation de la phase secondaire.
- Utiliser la méthode d'enlèvement des couches lors de l'utilisation de la diffraction des rayons X pour révéler plus les différentes phases.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Métallurgie extractive de l'aluminium. Auteur : Philippe VOISIN. Techniques de l'ingénieur M2340 année 2008.
- [2] Propriétés générales de l'aluminium et de ses alliages. Auteur : Christian VARGEL. Techniques de l'ingénieur M4661. Année 2008.
- [3] Aluminium et alliages d'Aluminium corroyés, propriétés mécaniques. Auteur : Roger DEVELAY. Techniques de l'ingénieur M 134, Année 2008.
- [4] Ingénieurs du groupe de Pechiney- aluminium Vol 1.Ed EYROLLES (1964), pp. 339-342, 357.
- [5] Revue Métallurgie 49-Spécial soudage –avril 2003, Classification des Alliages d'Aluminium.
- [6] Effet du magnésium, des traitements thermiques et de la Porosité sur les propriétés mécaniques de traction et de fatigue de L'alliage sous pression a380.1. Auteur : Sébastien Morin. Université Du Québec a Chicoutimi. Thèse d'ingénieur, Juillet 2002.
- [7] Christian. Vargel. Le comportement de l'aluminium et de ses alliages. Edition dunod (Paris), 1979.
- [8] Propriétés de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés. Auteur : Roger DEVELAY. Techniques de l'ingénieur M440. Année 2008.
- [9] Aluminium et alliages d'aluminium corroyés: Propriétés métalliques. Auteur : Roger DEVELAY. Techniques de l'ingénieur M438. Année 2008.
- [10] Matériaux industriels : Matériaux métalliques. Auteur : Michel COLOMBIE et COLL (collection DUNOD-Paris septembre 2000, №1058). ISBN 210004575X.
- [16] D. J. Chakrabarti et D. E. Laughlin, Prog. in Mater. Sci., Vol. 49, pp. 389 - 410, 2004.
- [17] A. Boushaba, Mémoire de Magister. Université de Constantine, 2005.
- [18] C. Cayron, Thèse de doctorat, École polytechnique Lausanne, 2000.
- [19] A.K. Gupta, D.J. Lloyd et S.A. Court, Mater. Sci. Eng. A, Vol. 316, pp. 11–17, 2001.
- [20] F. Geuser, Thèse de doctorat, Université de Rouen, 2005.
- [21] LAVERROUX, M. Mise en forme des aciers inoxydables par tréfilage. La revue de métallurgie CIT, 1993, pp. 1293-1302.
- [22] SIMONNET, G. Tréfilage de l'acier M645, In Traité des matériaux métalliques, Techniques de l'ingénieur, 1996, pp. 2-11.

- [23] SACHS, G. Plasticity problems in metals. Transactions of the Faraday Society, vol.24, 1928, pp. 84-92.
- [24] WISTREICH, J.G. Investigation of the mechanics of wire drawing. Proc. Inst. Mech. Eng., 169, 1955, pp. 654-678.
- [25] SCHEY, J. A. Tribology in metalworking: Friction, lubrication and wear. Ed American society for metals, 1983, pp. 736.
- [26] DUBAR, L., DUBOIS, A. and DUBAR, M. Friction and wear phenomena in cold metal forming: an integrated approach. Proceedings of ICTMP, 2004.
- [27] FELDER, E et LE FLOCH, A.. Measurement of thermomechanical conditions in wire drawing dies. Annals of the CIRP, vol.25/1, 1976.
- [28] KEMP, I.P. , POLLARD, G. and BRAMLEY, A.N. Temperature distributions in the high speed drawing of high strength steel wire. Int. J. Mech. SCI., vol.27, n°11-12, 1985, pp. 803-811.
- [29] L'état métallique - Déformation plastique. Auteur : Georges SAADA. Techniques de l'ingénieur M 1290.
- [30] SAAD Jakani : Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé, thèse de Doctorat 2004, Université PARIS SUD.
- [31] Durcissement des aciers – Mécanismes. Auteur : Daniel Bouleau. Techniques de l'ingénieur M 4340.
- [32] C.N.Reid, Deformation Geometry for Materials Scientists, Pergamon Press, Oxford 1973.
- [33] Jean Barralis et Gérard Maeder. « Précis Métallurgie ». Nathan, 1997.
- [34] JAOUL B (1965), Etude de la plasticité et application aux métaux. Dunod, Paris.
- [35] Jean-Pierre Michel, Tomá Kruml, Jean-Philippe Chateau: Mécanismes de la déformation plastique 2005, Ecole de Mines de Nancy.
- [36] F. Atmani. « Comportement électrochimique d'un dépôt PVD du titane sur l'acier inoxydable austénitique AISI 316L laminé à froid, en milieu physiologique simulé ». Thèse de Magister, Ecole Nationale Polytechnique, Département de Métallurgie. 2005.
- [37] Ecrouissage d'alliages d'aluminium. Auteurs : Bruno CHENAL et Julian DRIVER. Techniques de l'ingénieur M 230.
- [38] Barralis, J. et Maeder, G., "Précis de métallurgie, élaboration, structures-propriétés et normalisation", 6e édition, Éditions Nathan, Paris, 1993.
- [39] Traitements thermiques des alliages d'aluminium. Auteur : Roger DEVELAY. Techniques de l'ingénieur M 1290, Année 2008.

- [40] Polmear, I. J., Light Alloys - Metallurgy of the Light Metals, 3rd ed. 1995, Oxford, Butterworth-Heinemann.
- [41] ASM, Aluminum Alloys Handbook, ASM, 2003.
- [42] Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium. Auteur : Bruno DUBOST et Pierre SAINFORT. Techniques de l'ingénieur M 240, Année 2008.
- [43] Rack, H. J., The influence of Prior Strain upon Precipitation in a High-Purity 6061 Aluminum Alloy, Materials Science and Engineering, 1977, Vol. 29.
- [44] Dutkiewicz, J. and L.Litynska, The Effect of Plastic Deformation on Structure and Properties of Chosen 6000 Series Aluminium Alloys, Materials Science and Engineering A, 2002, Vol. 324(1-2).
- [45] Munitz A., C. Colter, and M. Talianker, Aging Impact on Mechanical Properties and Microstructure of Al-6063, Journal of Materials Science, 2000, Vol. 35.
- [46] Green R.H., The Basic Metallurgical Limits of the Tube Drawing Alcan 50S, Report No. KW-412, Alcan Laboratories, Kingston.
- [47] Haas, M.D. and J.M. Hosson, On the Effets of Thermomechanical Processing on Failure Mode in Precipitation-Hardened Aluminium Alloys, Journal of Materials Science, 2002, Vol. 37.
- [48] J. P. EBERHART. Méthodes physiques d'étude des minéraux et des matériaux solides. Doin éditeurs. 1976.
- [49] N. Ridley and Z. C. Wang, The Effect of Microstructure and Deformation Conditions on Cavitation in Superplastic Materials, Mater. Sci. Forum, 1997, pp. 63-80.
- [50] A. H. Chokshi, The Influence of Grain Size on Cavitation in Superplasticity, Mater. Sci. Forum, 1997, pp. 89-108.
- [51] M. G. Zelin, H. S. Yang, R. Z. Valiev, and A. K. Mukherjee, Cavity Distribution Pattern in a Superplastically Deformed Aluminum Alloy, Metall. Trans., 1993, pp. 417-424.
- [52] J. W. Hancock, Creep Cavitation without a Vacancy Flux, Metal Sci., 1976, 10, pp. 319-325.

