

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'Etat en Génie des Matériaux

**Caractérisation microstructurale d'un alliage  
d'aluminium 6063 déformé sévèrement par la  
technique ECAP**

KHERBOUCHE Sid Ali

MAAMERI Ettayib

Sous la direction du Professeur M. Mabrouk BOUABDALLAH

Présenté et soutenu publiquement le (20/06/2017)

**Composition du Jury :**

Président	A. KASSER	M.C.A ENP
Examineur	B. GUERGUEB	Docteur ENP
Examineur	H. YOUSFI	Professeur ENP
Promoteur	M. BOUABDALLAH,	Professeur ENP
Invité	M .O. DEJMA,	Doctorant ENP

ENP 2017



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'Etat en Génie des Matériaux

**Caractérisation microstructurale d'un alliage  
d'aluminium 6063 déformé sévèrement par la  
technique ECAP**

KHERBOUCHE Sid Ali

MAAMERI Ettayib

Sous la direction du Professeur M. Mabrouk BOUABDALLAH

Présenté et soutenu publiquement le (20/06/2017)

**Composition du Jury :**

Président	A. KASSER	M.C.A ENP
Examineur	B. GUERGUEB	Docteur ENP
Examineur	H. YOUSFI	Professeur ENP
Promoteur	M. BOUABDALLAH,	Professeur ENP
Invité	M .O. DEJMA,	Doctorant ENP

ENP 2017

# *Dédicace*

*À mes très chers parents ;*

*À mon frère ;*

*À toute ma famille ;*

*À tous mes camarades et collègues ;*

*À tous ceux qui me sont chers*

*Je dédie ce travail.*

*KHERBOUCHE Sid Ali*

# *Dédicace*

*À mes très chers parents ;*

*À mes frères et mes sœurs;*

*À toute ma famille ;*

*À tous mes camarades et collègues ;*

*À tous ceux qui me sont chers*

*Je dédie ce travail.*

*MAAMERI Ettayib*

## *Remerciement*

Nous remercions, en premier lieu, notre Dieu le très miséricordieux qui a bien voulu nous donner la force et le courage d'effectuer le présent travail.

Nous tenons à remercier nos deux promoteurs Pr. M.BOUABDALLAH et Mr. Dussama DJEMA pour avoir accepté de nous encadrer et de nous soutenir durant les moments difficiles de l'élaboration de ce projet.

Nous remercions Monsieur M.KASSER Maître de Conférence à l'ENP d'avoir accepté de présider le jury de notre soutenance et d'avoir contribué au commencement et à l'initiation directe dans notre projet.

Nous remercions Monsieur H.YOUSFI Professeur à l'ENP et B.GUERGUEB Docteur à l'ENP d'avoir accepté d'examiner notre travail.

Nous tenons aussi à exprimer notre reconnaissance au Département de génie mécanique pour l'aide qui nous a été accordé durant notre projet. Nous remercions particulièrement Messieurs BELKACEMI et GUERGUEB pour leurs conseils, assistances et encouragements, sans oublier Mr. TOUFIK et Madame AICHA pour leurs aides durant notre travail.

Nous tenons aussi à remercier le chef du Département de Génie Civil Mr LAARIBI pour nous avoir accordé l'utilisation de la presse hydraulique, ainsi que Madame Samia et Madame Fatima pour leur aide durant notre projet.

Nous tenons aussi à remercier l'ensemble du personnel technique et administratif du Centre Nationale de Recherche en Technologie Industrielle à Cheraga (CRTI) et plus Précisément le directeur adjoint Mr Riad BADJI et le chef de division de mécanique et métallurgie Mr. Nasser TALA IGHIL.

Sans oublier de remercier Mr. Rachid AMOUKRANE, Mr. Brahim Mehdi, Mr. Nabil KHERROUBA, Mr. MEHDI BRAHIM, Mr. KHIEREDDINE BETTAHAR et sans oublier Madame ZAKIA, ZAHRA et AMANE SAHLI, Bouzid RAHAL pour leur aide durant notre projet.

Nous remercions également Mr. Amr Saadi et Ali SARI ;

Sans oublier de remercier Mr. Halim ZAHANA chef atelier à BAINEM.

Nos remerciements aussi à tous les enseignants de l'Ecole Nationale Polytechnique, en particulier ceux du Département de Métallurgie, pour nous avoir offert un agréable cadre de formation.

Que toute personne ayant contribué de près ou de loin à l'aboutissement de ce travail, trouve ici l'expression de nos vifs remerciements et notre profonde gratitude.

## ملخص

الهدف من هذا العمل هو دراسة تطور البنية المجهرية لسبائك الألومنيوم 6063 تم تعديلها بإضافة الفضة. تعرضت هذه السبائك لتشوه لدن حاد باستخدام تقنية تسمى ECAP. تم تتبع تطور البنية المجهرية باستخدام المجهر الضوئي واختبارات الميكرو صلادة و كذلك انعكاس الأشعة السينية DRX. تم الحصول على انخفاض ملحوظ في حجم الحبيبات البلورية بعد كل تمريرة، مما يؤدي إلى زيادة في ميكرو التشوه، كثافة التزحزحات وميكرو صلادة.

**الكلمات الرئيسية:** تعديل سبيكة 6063، تشوه لدن حاد، ECAP، البنية المجهرية، ميكرو صلادة.

## Abstract

The aim of this work is to characterize a 6063 aluminum alloy modified by the addition of silver and subjected to severe plastic deformation (SPD). The deformation was carried out using technical called ECAP (Equal Channel Angular pressing). The evolution of the microstructure was followed by optical microscopy, microhardness tests and X-ray diffraction. A marked refinement of the grains is obtained after each pass, which results in an increase in microdeformation, dislocation density and microhardness.

**Key words:** Modified alloy 6063, SPD, ECAP, microstructure, microhardness.

## Résumé

Le présent travail vise à caractériser un alliage d'aluminium de nuance 6063 modifiée par une addition d'argent. Cet alliage est soumis à une déformation plastique sévère (SPD). La déformation a été réalisée à l'aide technique appelée ECAP (Equal Channel Angular pressing). L'évolution de la microstructure a été suivie par la microscopie optique, des essais de microdureté et de la diffraction des rayons X. Un affinement prononcé des grains est obtenu après chaque passe, ce qui se traduit par une augmentation des microdéformations, de la densité des dislocations et d'une augmentation importante de la microdureté.

**Mots clés :** Alliage 6063 modifié, SPD, ECAP, microstructure, microdureté.

# Table des matières

*Listes des figures*

*Liste des tableaux*

Introduction générale..... 16

## CHAPITRE 1: ALLIAGES 6XXX AL MG SI

Introduction ..... 19

1.1. Familles des alliages d'aluminium ..... 20

1.2. Généralités propres aux alliages Al-Mg-Si ..... 20

1.2.1. Le durcissement structural..... 21

1.2.2. Traitements thermiques des alliages de la série 6000 ..... 22

1.3. L'écroûissage et les différents stades de la déformation ..... 23

Conclusion..... 24

## CHAPITRE 2: DÉFORMATION PLASTIQUE SÉVÈRE

Introduction ..... 26

2.1. Matériaux à grains ultra fins..... 26

2.2. Déformation plastique des métaux..... 26

2.2.1. Le glissement..... 27

2.2.2. Le maclage ..... 27

2.3. Déformations plastiques conventionnelles..... 27

2.3.1. Laminage ..... 27

2.3.2. Extrusion ..... 27

2.3.3. Forgeage ..... 28

2.4. Déformations plastiques sévères ..... 29

2.5. Les principales techniques de déformation plastique sévères ..... 31

2.5.1. Extrusion Coudée à Aires Égales (ECAP) ..... 31

2.5.2. Torsion haute pression (HPT) .....	32
2.5.3. Laminage accumulé ou ARB (Accumulated Roll Bonding).....	34
2.6. Propriétés des métaux traités par le SPD.....	36
2.6.1. Propriétés mécaniques .....	36
2.6.2. Le comportement en fatigue.....	38
2.6.3. La stabilité thermique .....	39

### **CHAPITRE 3: EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING (ECAP)**

<b>Introduction</b> .....	42
<b>3.1. Principe du procédé ECAP</b> .....	43
<b>3.2. Paramètres fondamentaux du procédé ECAP</b> .....	44
3.2.1. Déformation plastique équivalente.....	44
3.2.2. Les routes ou passages successifs .....	46
3.2.3. Systèmes de glissement pour les différentes routes .....	47
3.2.4. Les schémas de cisaillement associés à ECAP .....	48
3.3. Paramètres expérimentaux du procédé ECAP.....	51
3.3.1. L'angle du canal $\phi$ et de l'angle de courbure $\Psi$ .....	51
3.3.2. La vitesse de pressage .....	51
3.3.3. La température de pressage .....	52
3.3.4. La contre-pression .....	52
3.4. Développement du procédé ECAP.....	53
3.5. Consolidation par ECAP .....	58
3.6. Propriétés obtenues après déformation par ECAP .....	59
3.7. Avantages de l'ECAP.....	63
Conclusion.....	64

## **CHAPITRE 4: MATÉRIAU ÉTUDIÉ ET LES TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES**

Introduction .....	66
4.1. Présentation de l'alliage étudié.....	66
4.2. Elaboration de l'alliage .....	67
4.3. Transformation de lingot.....	67
4.4. Présentation de l'ECAP.....	68
4.5. Matrice de déformation .....	69
4.6. Poinçon de pression.....	69
4.7. Renfort de la matrice .....	70
4.8. La presse de manipulation.....	71
4.9. Protocole de L'ECAP.....	72
4.10. Les problèmes évoqués lors de l'expérience.....	75
4.10.1. Le gonflement des éprouvettes.....	75
4.10.2. La mauvaise lubrification.....	76
4.10.3. Endommagement des pistons.....	77
4.10.4. Endommagement des boulons de fixation.....	78
4.10.5. L'absence de la protection au niveau de la presse.....	79
4.10.6. L'endommagement de l'angle de canal dans la matrice.....	79
4.10.7. La répulsion du renfort causé par la forte pression.....	80
4.11. Préparation métallographique.....	81
4.11.1. Découpage des échantillons.....	81
4.11.2. Enrobage des échantillons.....	82
4.11.3. Polissage des échantillons.....	82
4.11.4. Attaque chimique.....	83
4.12. Microscopie Optique.....	83

4.13. Essai de microdureté .....	84
4.14. La Diffraction des rayons X .....	86
4.14.1. Le principe de la méthode .....	86
4.14.2. Traitement des données via Maud.....	87
Conclusion.....	88

## **CHAPITRE 5: RÉSULTATS ET INTERPRÉTATIONS**

Introduction .....	90
5.1. Protocole des passes répétitives .....	90
5.2. Présentation des billettes déformées.....	90
5.3. Etude métallographique.....	91
5.4. Observation de l'état non déformé .....	91
5.5. Structure de l'état déformé .....	92
5.6. Evolution de la microdureté .....	100
5.7. L'indice d'inhomogénéité de la microdureté .....	102
5.8. Analyse structurale par diffractions des rayons X.....	104
5.8.1. Indexation des plans .....	104
5.8.2. Calcul de paramètre de la maille .....	105
5.8.3. Microdéformation.....	107
5.8.4. Détermination la taille des cristallites .....	108
5.8.5. Détermination de la densité de dislocation.....	108
Conclusion.....	110
Conclusion générale .....	112
Référence.....	115

## Listes des figures

<b>Figure 1-1</b> -Propriétés mécanique des alliages de la série 6000, en fonction des éléments d'alliage Mg et Si, d'après .....	21
<b>Figure 1-2</b> -Gamme d'élaboration des alliages étudiés.....	22
<b>Figure 1-3</b> -Evolution du durcissement structural en fonction du type de précipité pour la série 6xxx.....	23
<b>Figure 2-1</b> -Schéma de principe du procédé de laminage .....	27
<b>Figure 2-2</b> -Schéma de principe du procédé d'Extrusion .....	28
<b>Figure 2-3</b> - Schéma de principe du procédé de forgeage.....	29
<b>Figure 2-4</b> -Schéma de principe du procédé d'Extrusion Coudée à Aires Égales .....	32
<b>Figure 2-5</b> -Schéma de principe du procédé Torsion haute pression.....	33
<b>Figure 2-6</b> -Déformation $\epsilon_{eq}$ obtenue en HPT à différents rayons en fonction du nombre de tours.....	34
<b>Figure 2-7</b> -Schéma de principe du laminage accumulé ou ARB.....	35
<b>Figure 2-8</b> -Courbes contrainte-déformation d'un Acier IF produits par le procédé a) ECAP et b) ARB.....	37
<b>Figure 2-9</b> -Microdureté Vickers d'un Aluminium pur suivant le rayon de la section transverse a) après 1 et 4 passes d'ECAP et b) après différentes déformations en HPT [9]. .....	38
<b>Figure 2-10</b> : Graphe Wohler (S-N) des données d'essais de fatigue d'AlMg-0.5 par ECAP (route Bc) pour différents nombres de passes .....	39
<b>Figure 3-1</b> -Représentation schématique du procédé ECAP.....	43
<b>Figure 3-2</b> -Principe de l'ECAP pour un angle $\Phi$ quelconque et : $\Psi=0^\circ$ a), $\Psi=(\pi-\Phi)^\circ$ b) et une valeur arbitraire de $\Psi$ qui se trouve entre $\Psi=0$ et $\Psi=(\pi-\Phi)^\circ$ c).....	45
<b>Figure 3-3</b> -Variation de la déformation équivalente $\epsilon_N$ avec l'angle $\Phi$ pour des différentes valeurs de l'angle de courbure $\Psi$ (après un seul passage dans le coude)..... .....	46
<b>Figure 3-4</b> -Schémas des routes ou rotations successives possibles entre chaque nouveau passage à travers le dispositif ECAP [21].....	47

<b>Figure 3-5</b> -Plans de cisaillement associés aux différent es routes selon le nombre de passes durant le procédé ECAP .....	48
<b>Figure 3-6</b> -Schémas des distorsions d'un élément cubique (a) après 4 passages à travers le dispositif ECAP via les routes A, B <sub>A</sub> , B <sub>C</sub> et C (b) suivant ses trois plans X, Y et Z en fonction de la route utilisée et le nombre d'extrusions ( $\Phi = 90^\circ$ ).....	49
<b>Figure 3-7</b> -Les schémas de cisaillement sur les plans X, Y et Z pour les voies de traitement A, B <sub>A</sub> , B <sub>C</sub> et C lorsque vous appuyez sur Par 1, 2, 3 et 4 passes : les couleurs rouge, mauve, vert et bleu correspondent aux première, deuxième, troisième et Quatrième passe respectivement .....	50
<b>Figure 3-8</b> -Schémas de l'allure de la microstructure selon le plan Y d'un matériau extrudé 4 fois via ECAP par les routes A, B <sub>C</sub> et C .....	50
<b>Figure 3-9</b> -Le processus ECAP à l'aide d'une matrice rotative : (a) état initial, (b) après une passe et (c) après rotation de $90^\circ$ .....	54
<b>Figure 3-10</b> - Représentation schématique du processus d'extrusion latérale pour ECAP .....	55
<b>Figure 3-11</b> -Représentation schématique d'une installation multi-passes pour ECAP : les chiffres indiquent les positions pour l'examen de l'échantillon après l'équivalent de 1, 2, 3, 4 et 5 passes, respectivement .....	56
<b>Figure 3-12</b> -Une illustration schématique du processus ECAP-Conforme .....	57
<b>Figure 3-13</b> -Le principe du processus d'CAP pour une utilisation en production continue .....	58
<b>Figure 3-14</b> -Le principe ECAP utilisé pour la consolidation de la poudre d'alliage d'aluminium : la poudre est insérée dans une veste extérieure ajustée étiquetée abcd [20]. .....	59
<b>Figure 3-15</b> -Une comparaison de la limite d'élasticité et de la ductilité pour un alliage Al-3004 traité par laminage à froid ou ECAP .....	61
<b>Figure 3-16</b> -courbes d'ingénierie de traction de contrainte-déformation pour Cu testés à $22^\circ \text{C}$ avec une vitesse de déformation de $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ : Les conditions de traitement pour chaque courbe sont indiquées .....	62
<b>Figure 3-17</b> -Variation de la microdureté de Vickers avec le temps de vieillissement pour l'alliage Al-10.8% Ag après traitement en solution (ST), laminage à froid (CR) et ECAP .....	63
<b>Figure 4-1</b> -Lingot de l'alliage étudié après élaboration.....	67
<b>Figure 4-2</b> -Machine de tournage pour l'usinage des éprouvettes.....	68

<b>Figure 4-3-</b> Les éprouvettes usinées. ....	68
<b>Figure 4-4-</b> La matrice de déformation. ....	69
<b>Figure 4-5-</b> Poinçon de compression (100mm et 50mm). ....	70
<b>Figure 4-6-</b> Machine de fraisage et perçage de la pièce renfort. ....	71
<b>Figure 4-7-</b> Les pièces renforts après usinage. ....	71
<b>Figure 4-8-</b> La presse de manipulation. ....	72
<b>Figure 4-9-</b> La graisse de lubrification à base de lithium. ....	73
<b>Figure 4-10-</b> Dispositif de la méthode ECAP. ....	74
<b>Figure 4-11-</b> Le dispositif entre les deux parties de la presse. ....	74
<b>Figure 4-12-</b> Les éprouvettes gonflées. ....	75
<b>Figure 4-13-</b> La réduction du diamètre des éprouvettes par chariotage. ....	76
<b>Figure 4-14-</b> Le phénomène d'accumulation de la matière. ....	77
<b>Figure 4-15-</b> Les différents lubrifiants utilisés. ....	77
<b>Figure 4-16-</b> Endommagement du piston de compression. ....	78
<b>Figure 4-17-</b> Le cisaillement des boulons de fixation. ....	79
<b>Figure 4-18-</b> Le coté fonctionnel de la presse utilisée. ....	79
<b>Figure 4-19-</b> L'endommagement de l'angle de canal. ....	80
<b>Figure 4-20-</b> Systeme de bridage. ....	81
<b>Figure 4-21-</b> Micro-tronçonneuse MICRACUT 150. ....	82
<b>Figure 4-22-</b> Le matériel utilisé pour la réalisation de l'enrobage. ....	82
<b>Figure 4-23-</b> Polisseuse mécanique de type Hitech Europe. ....	83
<b>Figure 4-24-</b> Le Microscope optique utilisé. ....	84
<b>Figure 4-25-</b> Principe de l'essai de microdureté. ....	85
<b>Figure 4-26-</b> Le microduromètre utilisé pour nos essais. ....	85
<b>Figure 4-27-</b> Schéma de principe de la technique d'analyse par diffraction des rayons (DRX). ....	87

<b>Figure 4-28</b> -la loi de diffraction de BRAGG. ....	87
<b>Figure 4-29</b> -Interface du logiciel MAUD. ....	88
<b>Figure 5-1</b> -Présentation des billettes de l'alliage Al-Mg-Si 6063 déformées par ECAP. ....	90
<b>Figure 5-2</b> -Microstructure de l'alliage à l'état non déformé.....	91
<b>Figure 5-3</b> -Microstructure de l'alliage à l'état non déformé.....	92
<b>Figure 5-4</b> -Microstructure de l'alliage déformé N=1. ....	93
<b>Figure 5-5</b> -Microstructure de l'alliage déformé N=1. ....	94
<b>Figure 5-6</b> -Microstructure de l'alliage déformé N=2. ....	95
<b>Figure 5-7</b> -Microstructure de l'alliage déformé N=2. ....	96
<b>Figure 5-8</b> -Microstructure de l'alliage déformé N=3. ....	97
<b>Figure 5-9</b> -Microstructure de l'alliage déformé N=3. ....	98
<b>Figure 5-10</b> -Microstructure de l'alliage déformé N=4. ....	99
<b>Figure 5-11</b> -Evolution de la micro dureté Vickers en fonction du nombre de passes de l'alliage Al-Mg-Si après hyper déformation par ECAP via la route Bc de 1 passe jusqu'à 4 passes. ....	100
<b>Figure 5-12</b> -Evolution de la micro dureté Vickers suit la loi puissance.....	102
<b>Figure 5-13</b> -Représente l'indice d'inhomogénéité de la microdureté en fonction de nombre de passe.....	103
<b>Figure 5-14</b> -La superposition des diagrammes de diffraction avant et après déformation par l'ECAP.....	104
<b>Figure 5-15</b> -la variation du paramètre de la maille en fonction du nombre de passe..	106
<b>Figure 5-16</b> -La variation de la microdéformation en fonction de nombre de passe. ...	107
<b>Figure 5-17</b> -La courbe représente la taille de cristallite en fonction de nombre de passe. ....	108
<b>Figure 5-18</b> -La variation de la densité de dislocation ( $\rho$ ) en fonction du nombre de passage.....	109

## Liste des tableaux

<b>Tableau 1-1-</b> Nomenclature des alliages d'aluminium .....	20
<b>Tableau 2-1-</b> Résumé les changements géométriques de l'échantillon pendant le processus ARB où le rouleau est lié par 50% de réduction par passe .....	36
<b>Tableau 4-1-</b> Composition chimique de notre l'alliage d'étude .....	66
<b>Tableau 5-1-</b> Paramètre de maille pour chaque passe .....	105

# INTRODUCTION GÉNÉRALE

### Introduction générale

Les matériaux en général et les métaux en particulier prennent une place importante dans tout développement industriel ou progrès technologique. Vu les exigences de l'industrie moderne, de nombreux programmes de recherches sont en route pour le développement d'autres matériaux plus performants et moins coûteux tels que les composites, les céramiques, les polymères...etc., Parmi les matériaux de structures, les alliages métalliques occupent toujours une place importante, car les caractéristiques de ces derniers s'améliorent de jour en jour grâce aux recherches.

L'aluminium a connu un développement spectaculaire depuis sa naissance en 1854 symbolisée par la présentation à l'Académie des Sciences, par le chimiste français Sainte-Claire Deville, d'un petit lingot réalisé par voie chimique. Mais le véritable début du développement industriel de l'aluminium et ses alliages se produit en 1886 avec l'invention du procédé d'électrolyse de l'aluminium par Paul Héroult en France et Charles Martin Hall aux États-Unis. L'aluminium est aujourd'hui le premier métal non ferreux ; en tonnage, il a supplanté l'étain dans les années 1920, le plomb dans les années 1940, le zinc puis le cuivre dans les années 1950.

Il est bien admis que les propriétés des alliages d'aluminium sont déterminées essentiellement par la microstructure des produits correspondants. Bien qu'actuellement encore toutes les interactions entre la microstructure et les propriétés ne soient pas parfaitement connues, les résultats des nombreuses et importantes recherches effectuées ces dernières années ont permis d'améliorer considérablement nos connaissances à cet égard, si bien qu'aujourd'hui on peut considérer que les ingénieurs disposent des éléments suffisants pour obtenir la microstructure optimale nécessaire pour une application donnée.

Afin d'augmenter la dureté des métaux, et ainsi leur résistance à l'écoulement et leur résistance ultime, plusieurs mécanismes tels l'écrouissage, la précipitation et la transformation de phase sont couramment utilisés. Le mécanisme d'affinement des grains a pour effet d'augmenter la densité des joints de grains et ainsi bloquer le mouvement des dislocations. Ce principe est observé par la méthode de fabrication par déformation plastique sévère (SPD).

La diminution de la taille des grains des métaux et alliages métalliques tel que les alliages d'aluminium a un effet d'augmentation de la résistance mécanique sans diminuer les propriétés de ductilité comme c'est le cas lors de l'écrouissage. Cet avantage a amené à un très grand intérêt de fabriquer des métaux et alliages métalliques avec une taille des grains extrêmement fines (submicronique).

Les procédés de déformation plastique sévère (SPD) sont définis comme des procédés de déformation de métaux dans lesquels une forte contrainte plastique est imposée. L'objectif du processus SPD est de porter un changement au niveau de la microstructure du métal pour obtenir un métal déformé à grains ultra fins afin de produire des pièces

légères avec une haute résistance pour assurer la sécurité et la fiabilité des pièces pour le bien de l'humanité. Dans les procédés classiques de déformation des métaux tels que le laminage, Forgeage et extrusion, la déformation plastique imposée est généralement moins élevée que d'environ 2. Lorsque le roulement, le tirage et l'extrusion à plusieurs passages sont réalisés jusqu'à une déformation plastique supérieure à 2, l'épaisseur et le diamètre deviennent très minces et ne conviennent pas pour être utilisés pour les pièces de structure.

Les principaux procédés SPD sont : L'extrusion coudée à l'aire égal (ECAP), le laminage cumulatif (ARB) et la Torsion sous haute pression (HPT).

L'extrusion coudée à l'aire égale (ECAP) ou l'extrusion (ECAE) est connu comme l'outil le plus efficace parmi les déformations plastique sévères existantes, pour obtenir des grains ultrafins et des propriétés mécaniques extraordinaires. Dans le pressage angulaire à canal égal (ECAP), l'affinement des grains est réalisé lors de multiples passes des éprouvettes à travers un canal d'angle  $\Psi$  et un angle de courbure d'angle  $\varphi$ . En changeant la trajectoire entre les passes, l'évolution de la microstructure et la texture s'est révélé très sensible à la rotation des éprouvettes ce qui nous amène à choisir un chemin entre les passes pour obtenir une microstructure homogène avec moins de textures.

Dans ce contexte, nous avons voulu étudier l'effet de l'hyper déformation ECAP sur quelques propriétés microstructuraux d'un alliage d'aluminium 6063 modifiée. Pour cela, nous avons effectué une série d'expériences (la microscopie optique, la microdureté et la diffraction des rayons X) afin de caractériser le matériau à l'état initial et hyper déformé et de remonter aux informations qui nous intéressent. Nous montrons dans ce travail comment répond le matériau à l'ECAP en termes de changements tant au niveau de sa microstructure.

Ce travail s'articule sur trois (3) parties :

Dans la première partie, nous rappellerons quelques informations sur le matériau d'étude. Nous présentons aussi les déformations plastiques sévères, et plus précisément le procédé appelé ECAP.

Dans la deuxième partie, nous présentons le protocole expérimental suivi lors de l'hyper déformation. Nous présentons aussi les techniques expérimentales qui ont servi aux différentes caractérisations des échantillons.

Dans la troisième partie nous présentons les résultats obtenus ; la microstructure, évolution de microdureté et la diffraction des rayons X.

Nous clôturons cette étude par une conclusion générale et les perspectives qui se sortent de ce travail.

**CHAPITRE 1: ALLIAGES 6XXX**  
**AL MG SI**

## **Introduction**

L'aluminium est un métal relativement jeune par rapport à des métaux comme le fer et le cuivre. L'aluminium est l'élément métallique naturel le plus abondant de l'écorce terrestre dont il est le 3<sup>ème</sup> élément constitutif le plus important. Il représente environ 8%. Il n'y est présent que combiné avec l'oxygène, le silicium, le fluor ou autres éléments.

L'aluminium pur ne présente que peu d'intérêt, car ses propriétés mécaniques sont médiocres. Afin d'améliorer ces dernières, on est amené à ajouter certains éléments entrant en solution solide ou formant des précipités avec l'aluminium présent. De nombreuses nuances ont donc été développées afin de satisfaire les nombreux domaines d'applications pour ces alliages.

Même si, à l'heure actuelle, l'industrie lance de nombreux travaux de recherche autour des matériaux composites, les alliages métalliques et notamment les alliages d'aluminium, restent incontournables. Dans l'objectif de réaliser de nouveaux alliages répondant à des critères de durabilité toujours plus drastiques, une compréhension approfondie des mécanismes d'endommagement est indispensable. Les alliages d'aluminium de la série 6xxx sont largement utilisés pour des applications mécaniques, navales, aéronautiques, automobiles et alimentaires.

## 1.1. Familles des alliages d'aluminium

Les différents alliages à base d'aluminium sont désignés par un nombre de quatre chiffres et sont classés en fonction des éléments d'alliages principaux comme le montre le **tableau 1-1** :

**Tableau 1-1-** Nomenclature des alliages d'aluminium [1].

Série d'alliages	Eléments d'alliages principaux	Domaine de composition (% massique)
1XXX	—	Al > 99%
2XXX	Cuivre	2-6
3XXX	Manganèse	0,5-1,5
4XXX	Silicium	0,8-1,7
5XXX	Magnésium	0,5-5
6XXX	Magnésium + Silicium	Mg : 0,2 – 1,5 Si : 0,2 – 1,5
7XXX	Zinc + Magnésium	Zn : 5 – 7 Mg : 1 - 2
8XXX	Silicium + Fer	Si : 0,3 – 1 Fe : 0,6 - 2

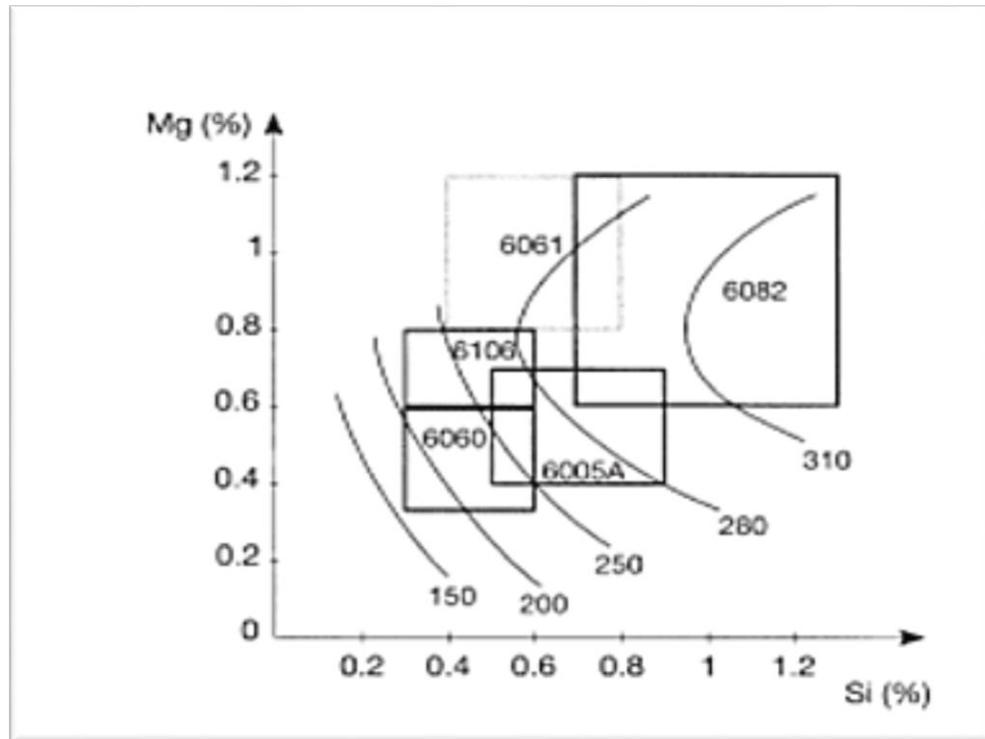
## 1.2. Généralités propres aux alliages Al-Mg-Si

Les alliages d'aluminium de la série 6000 se caractérisent par les éléments d'alliage, magnésium et silicium ajoutés avec des proportions bien définies et les éléments d'addition à des teneurs qui ne dépassent pas les proportions des éléments d'alliage. Ces alliages exhibent les caractéristiques suivantes [2] :

- Bonne aptitude à la transformation à chaud, laminage, extrusion et forgeage.
- Bonne résistance à la corrosion.
- Bonne soudabilité.
- Hautes performances et propriétés mécaniques avec l'addition du silicium.
- Bonne aptitude au soudage à l'arc et abrasion.
- Bonne formabilité à froid.

**La figure 1-2** montre l'évolution de la résistance mécanique des alliages de la série 6000 en fonction de la teneur en éléments d'alliage Mg et Si. La résistance de l'alliage 6061 augmente avec des teneurs supérieures à 0,8% et 0,6% pour Mg et Si respectivement, tandis que la résistance mécanique diminue avec l'augmentation de la

teneur Si et les faibles teneurs en Mg. Nous pouvons dire que le magnésium améliore beaucoup plus les propriétés mécaniques [2].



**Figure 1-1-**Propriétés mécanique des alliages de la série 6000, en fonction des éléments d'alliage Mg et Si, d'après [2].

### 1.2.1. Le durcissement structural

Dans les alliages d'aluminium de la série 6000, le magnésium et le silicium se combinent pour former le composé  $Mg_2Si$ , durcissant dans l'état métastable. Ces alliages sont utilisés à l'état trempé mûri ou trempé revenu, ce qui leur confère de bonnes propriétés mécaniques. Leurs applications sont très variées : secteur automobile, naval, aéronautique et les profilés filés [3,4].

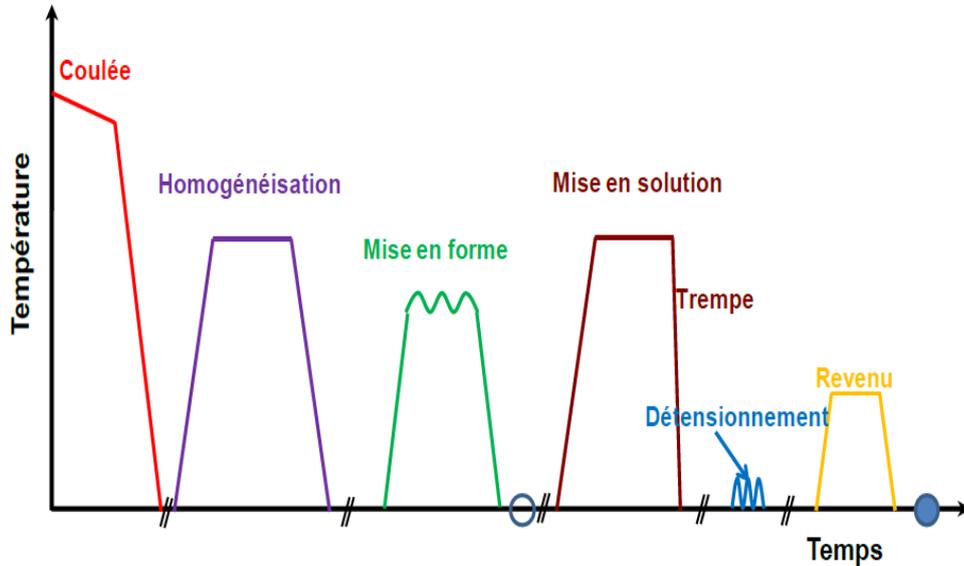
Les principaux éléments d'alliage, notamment dans la série 6000, se répartissent en deux types de phases :

- Une matrice en solution solide  $\alpha$  de structure CFC contenant essentiellement de l'aluminium.

Des précipités durcissantes dont la morphologie et la distribution spatiale dépendent du traitement thermique subi par l'alliage.

### 1.2.2. Traitements thermiques des alliages de la série 6000

Un traitement thermique usuel subi par les alliages d'aluminium de la série 6000 est un traitement de durcissement structural. Ce traitement est réalisé après les traitements de réchauffage et de mise en forme (**Figure 1-3**) [5].



**Figure 1-2-**Gamme d'élaboration des alliages étudiés [6].

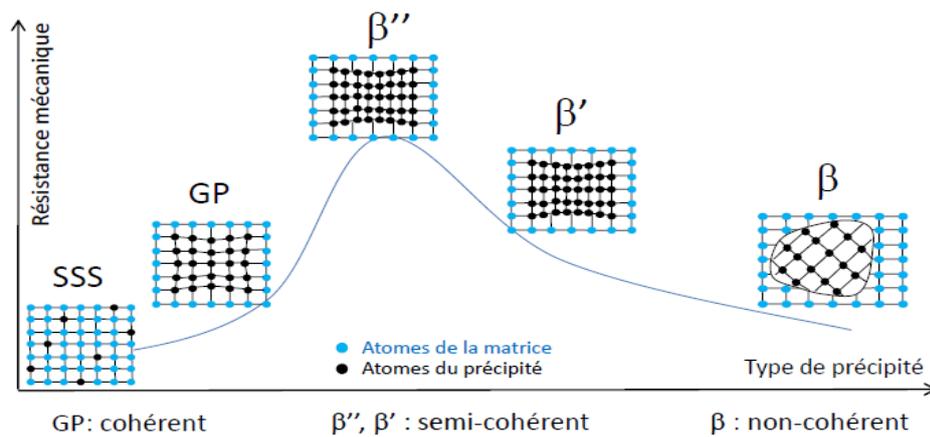
Les étapes d'homogénéisation, de mise en solution et de trempe sont les suivantes :

- Le traitement d'homogénéisation précède le traitement thermique. Il permet de dissoudre les phases métalliques en excès et d'homogénéiser la composition de la solution solide.
- La mise en forme est réalisée à haute température avec un fort taux de corroyage. Cette étape permet la refermeture des porosités provenant de la coulée.
- La mise en solution solide est réalisée à température élevée, permet de mettre en solution le magnésium et le silicium qui seront ensuite retenus dans un état sursaturé métastable à la température ambiante lors de la trempe.
- La trempe suit la mise en solution. Cette étape consiste en un refroidissement brutal et permet de maintenir à température ambiante la solution solide sursaturée obtenue précédemment. Le métal est alors dans un état métastable.

Selon le besoin, peuvent suivre :

- La trempe peut être suivie d'un traitement de détensionnement de traction ou de compression. Il est réalisé avant le revenu et a pour but de libérer par déformation plastique les contraintes résiduelles engendrées par la trempe.

- Une étape de maturation ou de vieillissement naturel consiste à laisser le métal ainsi obtenu à température ambiante. L'état métastable évolue vers une structure plus stable pendant laquelle des précipités peuvent se former.
- Un revenu est l'étape ultime permettant d'améliorer notablement les caractéristiques mécaniques de l'alliage. Il est réalisé à une température supérieure à la température ambiante. En effet, pendant cette étape un durcissement important est constaté. Ce durcissement suit une évolution typiquement représentée sur la **Figure 1-3** avec un état optimal au maximum du pic. Les caractéristiques du pic (hauteur, largeur, abscisse) sont essentiellement liées à la température de revenu et à l'état initial [5,7].



**Figure 1-3**-Evolution du durcissement structural en fonction du type de précipité pour la série 6xxx [3].

### 1.3. L'écrouissage et les différents stades de la déformation

La déformation plastique d'un matériau cristallin modifie ses propriétés de par son influence sur sa structure interne ; ces évolutions de propriétés et de microstructure, appelées écrouissage, jouent un rôle très important pour les caractéristiques mécaniques du matériau. En effet, le durcissement par écrouissage est largement utilisé pour augmenter les caractéristiques mécaniques de nombreux alliages métalliques.

L'écrouissage dépend du matériau, de la quantité de déformation appliquée et des conditions de déformation (température, vitesse et mode de déformation). En particulier, on distingue la déformation à froid (température de déformation inférieure à environ 1/3 de la température absolue de fusion) et la déformation à chaud ( $T_{\text{déf}} > T_f/3$ ) [8].

L'écrouissage des polycristaux représente la capacité d'un matériau à se durcir sous l'effet d'une déformation. Le principal phénomène est dû à la capacité des dislocations à rendre plus difficile le déplacement d'une dislocation évoluant au milieu des dislocations d'un autre système. D'une manière générale, on peut observer différents stades de la déformation :

- **Stade I** : Stade au cours duquel le taux d'écroutissage est faible. Les dislocations ne sont pas gênées et glissent sur leur plan sans obstacle majeur. Ce stade est observé pour des déformations très faibles, inférieures à 0.05 sur des monocristaux. Il n'est pas observable sur des polycristaux.
- **Stade II** : Stade au cours duquel on observe une augmentation des dislocations sans annihilation significative. Ce stade s'opère pour des déformations comprises entre 0.05 à 0.2.
- **Stade III** : Stade au cours duquel le taux d'écroutissage diminue par l'effet de l'annihilation des dislocations. Ce stade est observé jusqu'aux déformations d'environ 0.5.
- **Stade IV** : Stade au cours duquel l'annihilation des dislocations par restauration dynamique n'équilibre pas le taux de création des dislocations. On observe un écroutissage faible mais constant.
- **Stade V** : Stade au cours duquel l'écroutissage est nul (égal à 0) [8].

## **Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons présenté l'aluminium et ses alliages classés en familles. En particulier, nous avons traité les alliages de la série 6000, l'objectif de notre étude est de donner également leurs compositions chimiques et l'ordre de grandeur de leurs résistances mécanique.

# **CHAPITRE 2: DÉFORMATION PLASTIQUE SÉVÈRE**

## Introduction

Il est bien connu que la diminution de la taille des grains des métaux et alliages métalliques à un effet d'augmentation de la résistance mécanique sans diminuer les propriétés de ductilité comme c'est le cas de l'écroutissage. Cet avantage a amené à un très grand intérêt de fabriquer des métaux et alliages métalliques avec une taille des grains extrêmement fine.

Les procédés thermomécaniques classiques (laminage, extrusion, étirage, recuit, homogénéisation, etc.) sont utilisés pour contrôler la taille des grains des alliages commerciaux en fonction de leur application spécifique. Parce que ces procédés classiques ne peuvent pas être utilisés pour produire des matériaux avec des tailles de grains submicroniques car il existe invariablement une limite inférieure, l'attention des chercheurs a été orientée vers le développement de nouvelles techniques qui pourront être utilisées pour la fabrication de matériaux à grains très fins (**UFG**) ayant des tailles de grains dans le domaine submicronique.

Au regard des techniques permettant d'affiner la microstructure, les procédés à grandes déformations plastiques (Severe Plastic Déformation **SPD**) sont particulièrement attractifs. L'affinement de grains est possible pour des matériaux massifs qui permettraient des applications industrielles. Les tailles de grains obtenus avec ces procédés sont généralement de l'ordre nanométrique [9].

### 2.1. Matériaux à grains ultra fins

Les matériaux à grains ultra fins (UFG : ultrafine grained materials) sont définis comme des poly-cristaux ayant des très petits grains avec une taille moyenne des grains inférieure à 1  $\mu\text{m}$ . Pour les matériaux UFG massifs, il existe aussi des conditions additionnelles :

- Ils doivent présenter des microstructures assez homogènes composées par des grains plus ou moins équi-axes, qui sont séparés en majorité par des joints fortement désorientés.
- La présence d'une grande fraction de joints de grains fortement désorientés est importante afin d'obtenir des matériaux ayant des propriétés avancées et uniques [10].

### 2.2. Déformation plastique des métaux

Il est maintenant bien établi que la déformation plastique des cristaux métalliques est produite sous l'action des contraintes externes, cette déformation est un phénomène qui se manifeste sous deux formes principales : le glissement et le maclage [10].

### 2.2.1. Le glissement

Le passage d'une dislocation dans le cristal ne laisse aucune trace ; le cisaillement étant une période du réseau, celui-ci est reconstitué sans perturbation de là-dedans la dislocation [10].

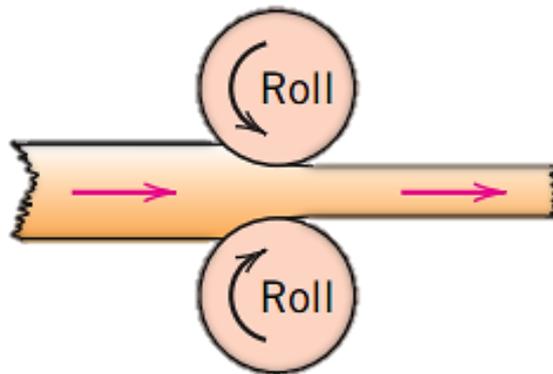
### 2.2.2. Le maclage

Au contraire, le maclage est un mode de déformation qui s'accompagne d'une modification cristalline en volume. Il peut se décrire comme un cisaillement homogène d'une partie du cristal située entre deux plans d'accolement ou plans de macles. La partie maclée est globalement basculée et amenée dans une position symétrique de celle de la matrice par rapport à un plan de macle qui joue le rôle de plan miroir [10].

## 2.3. Déformations plastiques conventionnelles

### 2.3.1. Laminage

Le laminage, le procédé de déformation le plus largement utilisé, consiste à faire passer un morceau de métal entre deux rouleaux comme le montre la **Figure 2-1**. Une réduction de l'épaisseur résulte des contraintes de compression exercées par les rouleaux. Le laminage à froid peut être utilisé dans la production de feuilles, de bandes et de feuilles avec une finition de surface de haute qualité. Les formes circulaires, ainsi que les poutres en I et les rails de chemin de fer, sont fabriquées à l'aide de rouleaux rainurés [11].



**Figure 2-1**-Schéma de principe du procédé de laminage [11].

### 2.3.2. Extrusion

Pour l'extrusion, une barre de métal est forcée à travers un orifice de filière par une force de compression qui est appliquée à un piston comme le montre la **figure 2-2**. La pièce extrudée qui émerge à la forme désirée et une aire de section transversale réduite.

Les produits d'extrusion comprennent des tiges et des tubes qui ont des géométries de section transversale assez compliquées. Des tubes sans soudure peuvent également être extrudés [11].

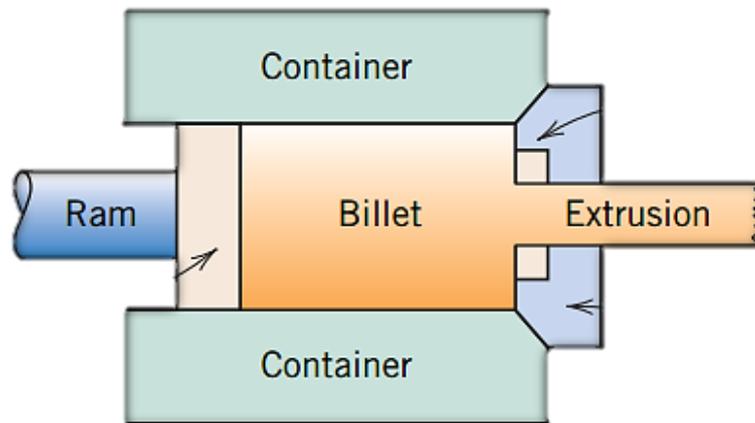


Figure 2-2-Schéma de principe du procédé d'Extrusion [11].

### 2.3.3. Forgeage

Le forgeage travaille ou déforme mécaniquement une seule pièce d'un métal généralement chaud ; Ceci peut être réalisé par l'application de coups successifs ou par compression continue. Les pièces forgées sont classées comme étant fermées ou ouvertes. Pour une matrice fermée, une force est amenée à porter sur deux moitiés de matrice ou plus ayant la forme terminée de telle sorte que le métal se déforme dans la cavité entre elles (**Figure 2-3**). Pour la matrice ouverte, on utilise deux matrices ayant des formes géométriques simples (par exemple, parallèles à plat, semi-circulaires), normalement sur de grandes pièces à usiner. Les articles forgés ont des structures de grain exceptionnelles et la meilleure combinaison de propriétés mécaniques. Les clés, les vilebrequins d'automobile et les bielles de piston sont des articles typiques formés en utilisant cette technique [11].

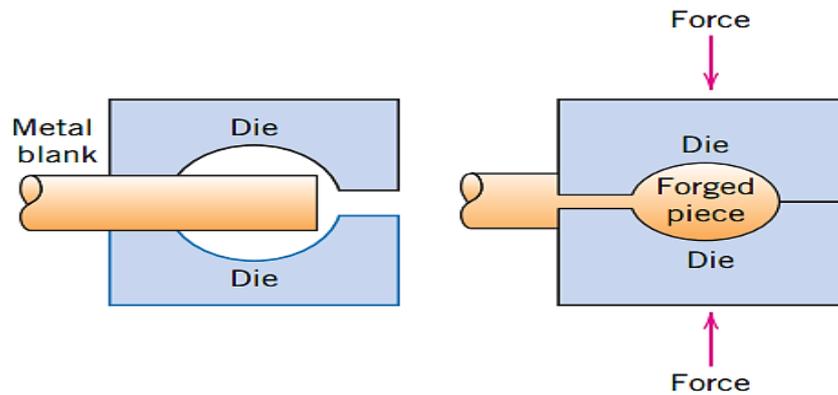


Figure 2-3- Schéma de principe du procédé de forgeage [11].

## 2.4. Déformations plastiques sévères

De nombreuses descriptions détaillées des techniques de déformations plastiques sévères. Ces méthodes doivent satisfaire un certain nombre de conditions dans le but de produire des échantillons massifs sous forme nanostructure. Tout d’abord, il est nécessaire d’obtenir des structures présentant des tailles de grains ultrafines avec un grand nombre de joints de grains fortement désorientés, un changement important des propriétés du matériau se produisent [12, 13].

De plus, la formation de nanostructures dans l’intégralité du volume de l’échantillon doit être uniforme afin de permettre aux matériaux d’avoir des propriétés stables. Enfin, bien que les échantillons soient sujets à d’importantes déformations plastiques lors du procédé de SPD, ils ne doivent pas subir de dégâts mécaniques autres que ceux provenant de celui-ci. On définit un matériau comme ayant une taille de grains ultrafine un poly-cristal possédant une taille de grains très petite avec des tailles moyennes inférieures à environ 1  $\mu\text{m}$  [12, 13].

Dans ce chapitre, nous présenterons la déformation plastique sévère en exposant le principe physique s’y rattachant, en introduisant les différentes méthodes et équipements utilisés dans le domaine ainsi qu’en élaborant sur certaines particularités du procédé.

La déformation plastique sévère « SPD » peut être décrite comme un procédé mécanique selon lequel le matériau subit une déformation plastique importante entraînant l’affinement des grains constituant sa microstructure. De cet affinement découlera une augmentation de la résistance mécanique du matériau déformé [13]. Cette relation entre l’augmentation de la limite d’écoulement d’un matériau et l’affinement de ses grains peut être décrite par l’équation de Hall-Petch :

$$\sigma_y = \sigma_0 + K_y d^{-1/2} \quad (\text{II.1})$$

Selon cette relation, la limite d'écoulement  $\sigma_y$  d'un matériau est fonction de la taille de ses grains, et augmente avec la racine carrée de la diminution de la taille du grain  $d$ . Cette relation prend aussi en paramètre la contrainte de friction  $\sigma_0$  et une constante propre au matériau  $K_y$  [11].

Engendrant entre autres un réarrangement des dislocations, le SPD permet un raffinement typique des grains d'un ordre inférieur à celui du micromètre, voir nanométrique. De ce fait, ce procédé occasionne un affinement de la taille des grains beaucoup plus important que les procédés thermomécaniques conventionnels. Cependant, il est important de noter que cette relation a une limite. En effet, l'équation de Hall-Petch n'est pas valide lorsque le diamètre moyen définissant la taille des grains est inférieur à 1 micron ou supérieur à 3 millimètres [13].

Le raffinement des grains lors du SPD a lieu en plusieurs étapes. Tout d'abord, les dislocations que l'on retrouve en grand nombre aux joints de grains et à l'intérieur même des grains se réarrangent et forme des groupes, que nous appellerons cellules, pour réduire leur niveau d'énergie de déformation. Comme la déformation du matériau continue son cours, la densité de dislocation augmente et des défauts d'orientations se développent entre les cellules, formant ce que nous appellerons des sous-grains. Ce phénomène se répète à l'intérieur même des sous-grains jusqu'à ce que la taille de ceux-ci devienne assez petite pour leur permettre de tourner sur eux-mêmes. Une déformation additionnelle engendre une rotation des sous-grains à un angle plus élevé avec une forme typiquement équi-axiale [14]. Ce phénomène où les sous-grains pivotent sur eux-mêmes n'est pas encore très bien compris et soulève encore beaucoup de questions. Certains chercheurs décrivent le procédé comme quoi le mouvement des dislocations empêché dû à la taille infime des sous-grains, et leur rotation devient énergiquement favorable [15].

Bien que ce procédé puisse ressembler sur certains points à l'écrouissage, il n'altère pas les propriétés du matériau de la même façon. En effet, le mécanisme de durcissement de l'écrouissage peut se décrire à partir d'interactions du champ des déformations dislocation-dislocation. L'écrouissage a pour effet d'augmenter la densité de dislocations, réduisant du même coup la distance moyenne entre celles-ci. Considérant que les interactions de déformation dislocation-dislocation sont en moyenne répulsives, les déplacements de ces dislocations sont entravés par la présence d'autres dislocations. Or, l'opposition au déplacement de ces dislocations augmente avec leur densité. C'est donc la raison pour laquelle la résistance mécanique d'un matériau augmente avec son taux d'écrouissage, donné par la relation suivante :

$$E = \left[ \frac{S_0 - S_d}{S_0} \right] * 100 \quad (\text{II.2})$$

Où  $E$  représente le taux d'écrouissage,  $S_0$  l'aire initiale de la section transversale et  $S_d$  l'aire de la section une fois déformée. Nous pouvons donc constater que les mécanismes de durcissement de la déformation plastique sévère portant sur l'affinement des grains

n'est différents du procédé d'écroutissage basé sur l'interaction des champs de déformation dislocation-dislocation [11].

## 2.5. Les principales techniques de déformation plastique sévères

Il existe un grand nombre de techniques de déformation plastique sévères. Elles sont le plus souvent dérivées des techniques traditionnelles de déformation comme le laminage ou l'extrusion. On peut citer :

- L'ARB (Accumulative Roll Bonding),
- Le CCB (Continuous Cyclic Bending),
- Le CGP (Constrained Groove Pressing) qui est dérivée du laminage,
- L'ECAP (Equal Channel Angular Pressing)
- Le CEC (Cyclic Extrusion Compression) ou le TE (Twist Extrusion) sont des dérivées de l'extrusion.
- Seule la torsion sous pression intense (HPT ; High Pressure Torsion) ne provient pas de l'adaptation d'un procédé industriel existant.

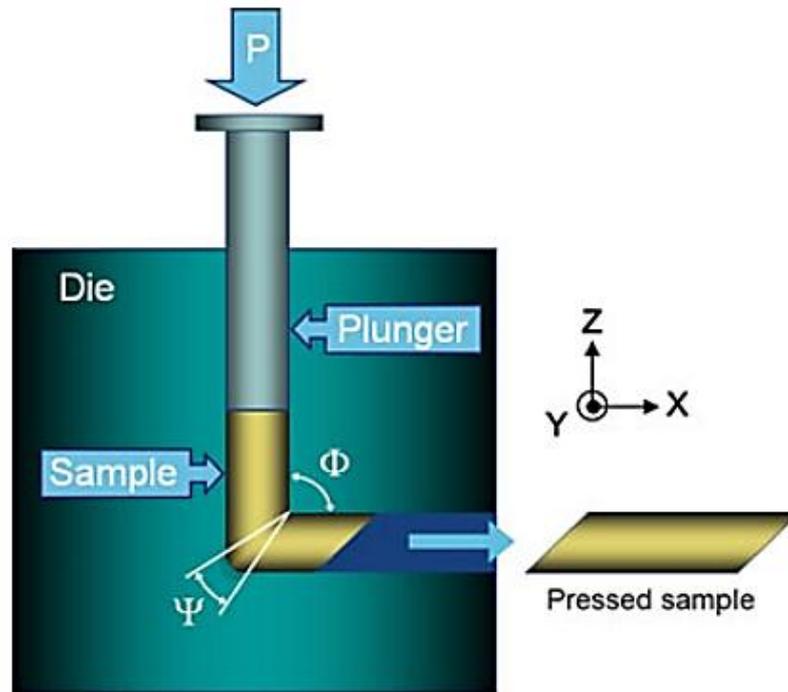
Les techniques ECAP et HPT sont les deux techniques sur lesquelles le plus grand nombre d'études existe [16].

**NB :** Nous nous intéresserons aux trois techniques les plus utilisées (ECAP, HPT et ARB).

### 2.5.1. Extrusion Coudée à Aires Égales (ECAP)

L'Extrusion Coudée à Aires Égales (ou Equal Channel Angular Pressing, ECAP) permet de diminuer la taille des grains sans modifier la géométrie de l'échantillon. Le principe consiste à extruder à froid un échantillon métallique dans une filière à section constante et comportant un coude faisant un angle  $\Phi$ , ce coude pouvant présenter une courbure introduite par l'angle  $\Psi$  (Figure 2-4) [17].

L'extrusion peut être répétée afin d'introduire un grand taux de déformation et finalement affiner la taille des grains jusqu'à la limite théorique imposée par les caractéristiques du métal ou de l'alliage métallique utilisé [17].



**Figure 2-4**-Schéma de principe du procédé d'Extrusion Coudée à Aires Égales [17].

**NB :** Le procédé ECAP est détaillé dans le chapitre III.

### 2.5.2. Torsion haute pression (HPT)

L'origine scientifique du traitement par HPT peut être attribuée à un article classique, écrit par Percy Bridgman (Prix Nobel de Physique en 1946) et apparaissant dans le Journal « Applied Physics » en 1943, cette technique est combinée entre la torsion la compression [18, 17]. Dans ce premier rapport, Bridgman expose les principes de ce type de tests.

Les principes du traitement HPT sont représentés schématiquement sur la **Figure 2-5**. L'échantillon, dans forme d'un petit disque, est situé entre deux enclumes où elle est soumise à une compression par une pression appliquée,  $P$ , de plusieurs GPa. Le disque est soumis à une contrainte de torsion qui est imposée par la rotation de l'enclume inférieure, soit à température ambiante, soit à une température élevée [18].

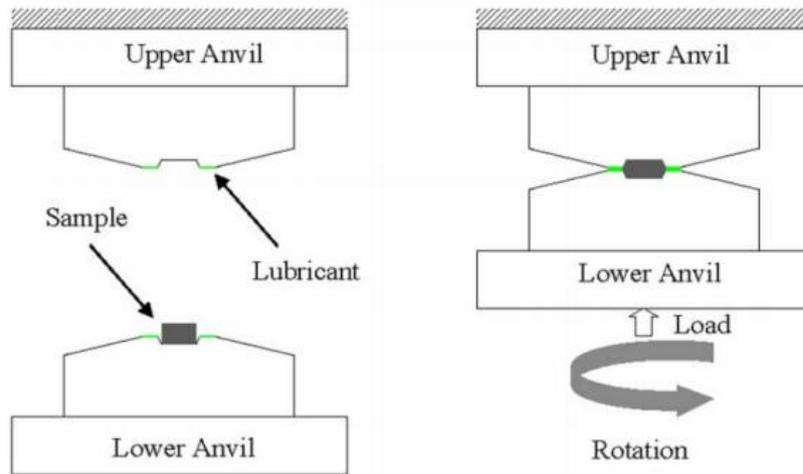


Figure 2-5-Schéma de principe du procédé Torsion haute pression [18].

La déformation équivalente de Von Mises  $\epsilon_{eq}$  est donnée par la relation suivante :

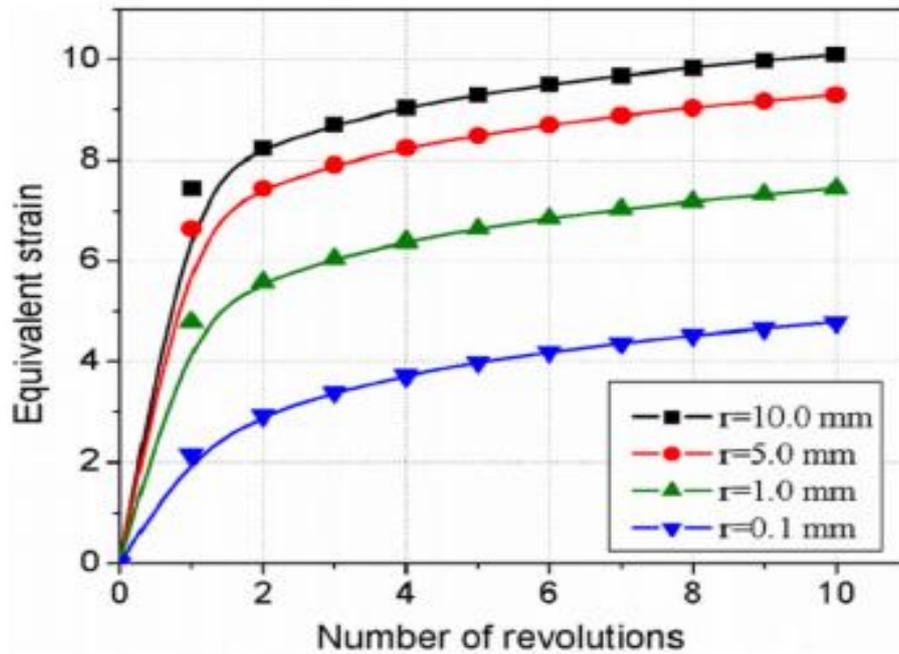
$$\epsilon_{eq} = \frac{2\pi Nr}{h\sqrt{3}} \quad (II.3)$$

Où  $N$  est le nombre de tours,  $r$  et  $h$  représentent le rayon et l'épaisseur du disque respectivement [18].

La figure 2-6 présente la déformation de Von Mises en fonction du nombre de tours imposé, pour une hauteur fixe de 0,1 mm et des rayons de 0,1 à 10 mm. On peut alors remarquer qu'à partir de deux tours, la déformation atteint un régime quasi-permanent.

De plus, même si théoriquement, la déformation est nulle en  $r = 0$  mm, à proximité du centre du disque ( $r = 0,1$  mm), la déformation cumulée est malgré tout de l'ordre de 4 au bout de 5 tours et n'est inférieure à la valeur en  $r = 10$  mm que d'un facteur 2,5 [17].

Des nombreux travaux s'intéressent au rôle du HPT sur les alliages d'aluminium et amènent à la conclusion que le HPT est un outil efficace pour obtenir un raffinement de grains très important, typiquement de l'ordre de 100 à 300 nm ou inférieur. De plus, le HPT conduit à une meilleure résistance mécanique et un meilleur comportement plastique, même si la ductilité baisse [17].



**Figure 2-6**—Déformation  $\varepsilon_{eq}$  obtenue en HPT à différents rayons en fonction du nombre de tours [17].

Par exemple, concernant l'alliage d'aluminium 6061 soumis en HPT à une pression de 4 GPa et 5 tours, sont passés d'une taille moyenne de grain initiale de 50  $\mu\text{m}$  à environ 250 nm en  $\frac{3}{4}$  R, soit une ration de 1/200, ce qui est similaire à ce qui est obtenu après 6 passes en ECAP [17].

Cette méthode présente l'inconvénient d'utiliser des échantillons la forme de disques relativement petits et n'est pas disponible pour production de grands matériaux en masse. Un autre inconvénient est que les microstructures produites dépendent de là la pression et l'emplacement dans le disque [13].

### 2.5.3. Laminage accumulé ou ARB (Accumulated Roll Bonding)

Le Co-tréfilage avec ré-empilement (ou Accumulative Roll-Bonding, ARB), développé par Saito et al, est basé sur le principe du laminage : une tôle laminée est coupée suivant sa longueur, empilée puis ré-laminée (**Figure 2-7**) [17].

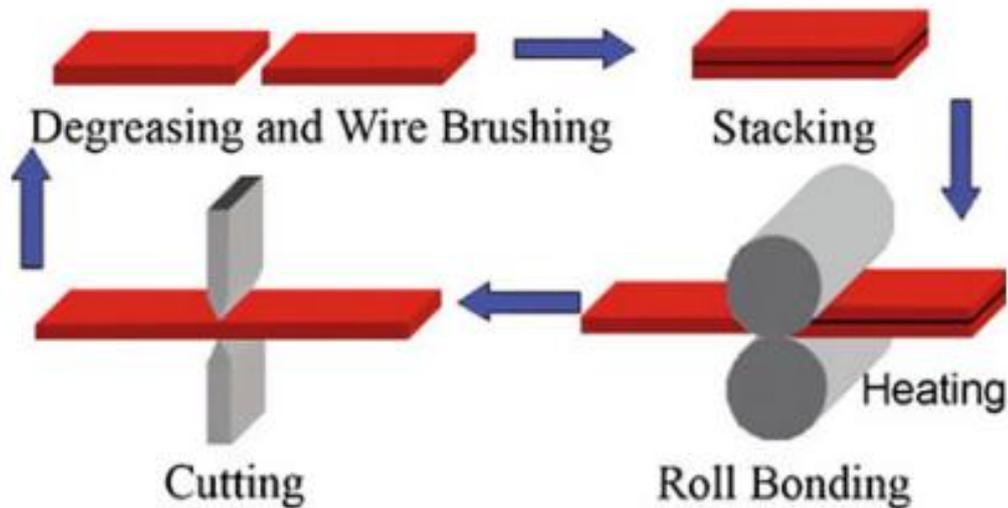


Figure 2-7-Schéma de principe du laminage accumulé ou ARB [17].

Le procédé peut être reproduit autant de fois que nécessaire et donc conduire à de très importantes déformations plastiques. Conformément à l’hypothèse habituellement formulées en laminage, on se place dans le cas de la déformation plane [13, 17].

La déformation équivalente après n passes vaut :

$$\epsilon_{eq} = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln(r), r = 1 - \frac{t}{t_0} = 1 - \frac{1}{2^n} \quad (II.4)$$

Où  $t_0$  est l'épaisseur initiale des feuilles empilées,  $t$  l'épaisseur après le roulage et  $r$  la réduction de l'épaisseur par passe.

L'épaisseur de cet empilement est de plusieurs centaines de  $\mu\text{m}$  (entre 1 mm et 300  $\mu\text{m}$ ), sa largeur est le plus souvent de 20  $\mu\text{m}$  tandis que sa longueur peut atteindre plusieurs centaines de  $\mu\text{m}$  (le plus souvent entre 20 et 300  $\mu\text{m}$ ). Le matériau est déformé par laminage jusqu'à obtenir une épaisseur de feuille comprise entre 100 et 200  $\mu\text{m}$  [16].

Le **tableau 2-1** résume les changements géométriques. Les feuilles épaisses d'éprouvettes sont empilées et collées par rouleau d'une épaisseur de 50% réduction par passe. Le nombre de feuilles initiales incluses dans échantillon traité par n passe d'ARB devient  $2n$ . Après 10 passes du processus ARB, le nombre de couches devient 1024 de sorte que là L'épaisseur moyenne de la feuille initiale est inférieure à 1 mm [13, 17].

**Tableau 2-1**-Résume les changements géométriques de l'échantillon pendant le processus ARB où le rouleau est lié par 50% de réduction par passe [13].

Nombre de passe, n	1	2	3	5	10
Nombre de couches, m	2	4	8	32	1024
Réduction totale, r(%)	50	75	87.5	96.9	99.9
La déformation équivalente, $\epsilon_{eq}$	0.8	1.6	2.4	4	8

Les forts taux de déformation obtenus par ARB permettent de nanostructure des matériaux monophasés ou multi phases. Les tailles de grains atteintes lors du laminage des métaux de hautes puretés sont remarquablement petites. Pour du Zr ou du Ti pure la taille de grains moyenne est de 80 nm après 80 passe de déformation. De même le cuivre une taille de grains de 140 nm. Avec du nickel pure la taille de grains moyenne est proche de 10 nm, ce qui n'a pu être obtenu par aucune autre technique de déformation plastique sévères. Il en est de même pour des matériaux multi-phasés, comme les composites à matrice de cuivre qui ont des épaisseurs de lamelles comprises entre 10 et 100 nm selon la seconde phase du composite (Ni, Co, Ag, Zr) [16].

Cherukuri et al ont comparé le comportement de l'alliage d'aluminium 6061 soumis notamment à l'ECAP et l'ARB, pour une déformation cumulée comparable ( $\approx 4$ ) et à température ambiante. Ceux-ci n'ont pas noté d'influence notable du procédé considéré quant à la structure à grains ultrafins obtenue (taille de grain inférieure à 1  $\mu\text{m}$ ), la microdureté, la ductilité ou la coulabilité de l'alliage 6061 [17].

Il est également possible d'obtenir des composites sandwiches en utilisant pour le premier laminage deux tôles de matériau différent et éventuellement d'épaisseurs différentes [17].

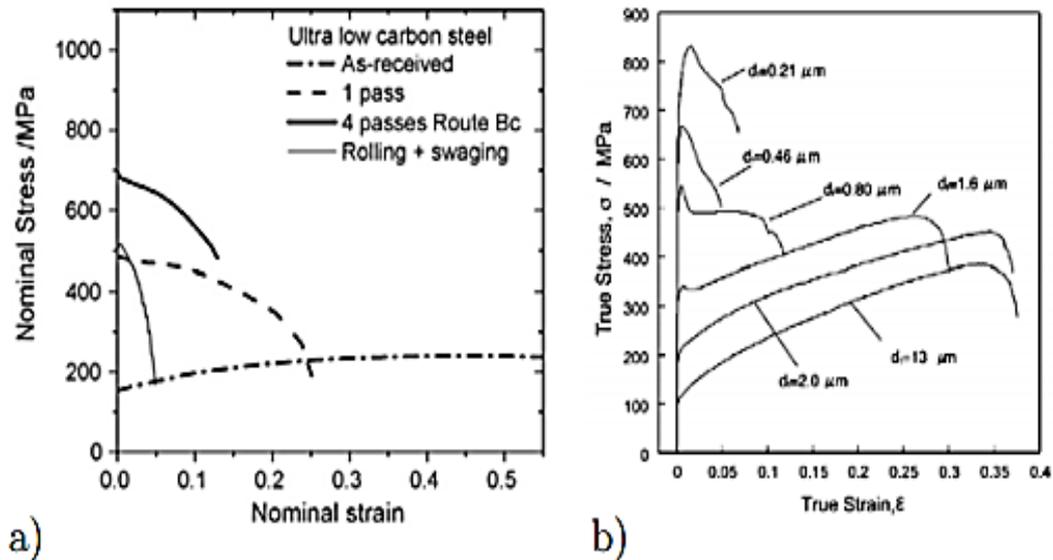
## 2.6. Propriétés des métaux traités par le SPD

### 2.6.1. Propriétés mécaniques

#### 2.6.1.1 La Limite élastique

La réduction de la taille de grains introduite par les procédés de SPD permet donc d'obtenir une amélioration du renforcement du matériau. L'intensité de cette amélioration

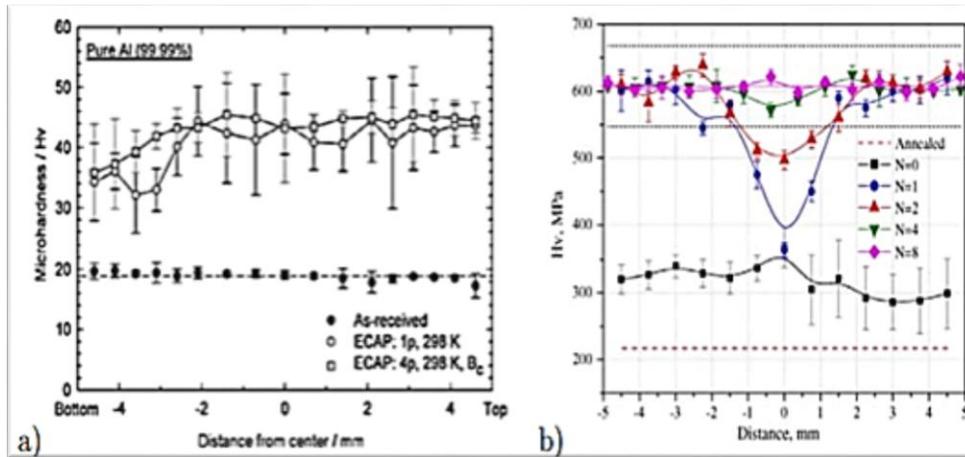
peut être caractérisée par des essais mécaniques classiques après déformation en SPD. On peut par exemple montrer sur la **figure 2-8** l'amélioration de la limite élastique pour différentes valeurs d'affinement de microstructure par ECAP, laminage et ARB. L'amélioration de la limite élastique est indéniable après avoir été déformé avec des procédés de SPD. En revanche, il est aussi visible qu'une nette perte de la ductilité et du taux d'écroutissage intervient [9].



**Figure 2-8-**Courbes contrainte-déformation d'un Acier IF produits par le procédé a) ECAP et b) ARB [9].

### 2.6.1.2 La dureté

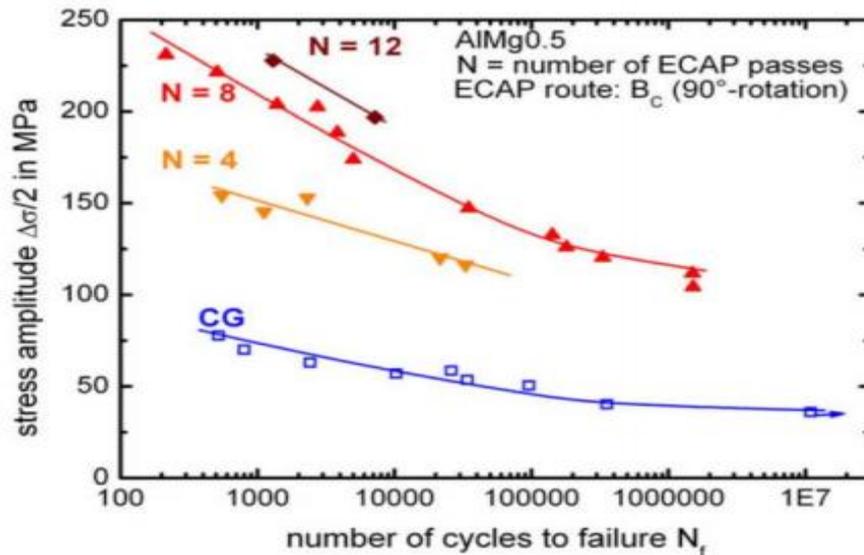
La dureté est améliorée après déformation avec ces procédés. Généralement, ces valeurs sont mesurées sur la section transverse (en ECAP) ou suivant le rayon (en HPT). Il est en réalité aussi intéressant de mesurer la dureté suivant la longueur de l'échantillon (en ECAP) ou la surface du disque (en HPT) pour vérifier l'homogénéité de la dureté après ces procédés. Le dernier point important est que le procédé HPT introduit un gradient de déformation suivant le rayon (la déformation théorique étant nulle au centre du disque). **La figure 2-9** montre l'amélioration de la dureté ainsi que son homogénéisation avec l'augmentation du nombre de passes ECAP ou du nombre de tours [9].



**Figure 2-9-**Microdureté Vickers d'un Aluminium pur suivant le rayon de la section transverse a) après 1 et 4 passes d'ECAP et b) après différentes déformations en HPT [9].

### 2.6.2. Le comportement en fatigue

La fatigue est un élément important pour un matériau en vue de son industrialisation. Le comportement en fatigue a donc été étudié. Ces propriétés ne sont pas directement dépendantes de la taille de grains mais plutôt de la limite élastique, de la ductilité et de l'homogénéité du matériau. De nombreux travaux ont été réalisés et synthétisés par Mughrabi & Hoppel (2010). Ces études concordent avec la littérature sur les facteurs influençant la fatigue (conjonction de la limite élastique et ductilité). On peut noter que la limite d'endurance pour les matériaux nanostructures est plus élevée comme le montre la **figure 2-10**. Plus le nombre de passes (taux de déformation) à travers ECAP est élevé, plus l'amplitude de contrainte par rapport au nombre de cycle est importante [9].



**Figure 2-10** : Graphe Wohler (S-N) des données d’essais de fatigue d’AlMg-0.5 par ECAP (route Bc) pour différents nombres de passes [9].

### 2.6.3. La stabilité thermique

La stabilité thermique de matériaux déformés par ces procédés (SPD) a été étudiée dans divers travaux pour quantifier cette observation. En effet, l’accumulation très importante des dislocations entraîne une tendance au matériau à vouloir recouvrir son état pour se stabiliser. Ces observations ont pu être mises en évidence par Islamgaliev sur du cuivre déformé par ECAP. Cette tendance s’accroît avec l’augmentation de la déformation [9].

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

- La possibilité de restaurer le matériau sans le recristalliser pour équilibrer les contraintes internes et lui redonner de l’érouissage.
- La stabilité induite par des particules.

De nombreuses autres propriétés sont affectées par ces procédés d’hyper déformations. On peut noter [9] :

- Le fluage.
- La conductivité thermique et électrique.
- La résistance à la corrosion.
- Les propriétés magnétiques.

### **Conclusion**

Le procédé SPD permet l'amélioration des propriétés mécaniques de pièces métalliques en affinant la taille des grains. Le procédé s'appuie sur la loi de Hall Petch mettant en relation le diamètre des grains et la résistance mécanique du matériau. Les principaux procédés SPD ainsi que leurs mécanismes de durcissement ont été exposés.

Ensuite, les principaux avantages des différents procédés SPD ont été revus. Certains d'eux se démarquent telle la méthode HPT qui permet d'améliorer les propriétés magnétiques des matériaux et le processus ARB permettant de fabriquer des pièces composites à matrice métallique. De plus, la méthode ECAP permet de réaliser le travail à froid sans réduction de l'aire de la section transversale de la pièce ainsi que d'obtenir des grains équi-axes.

Concernant l'utilisation de matériaux transformés par le procédé SPD est limitée en raison d'un manque de connaissance sur le procédé et sur les propriétés obtenues de façon industrielle entre autres pour des pièces de grande taille. Les principales applications du procédé SPD sont présentement observées pour des boulons, des implants dentaires, des plaques de protection balistiques et des accessoires de sport.

**CHAPITRE 3: EQUAL CHANNEL  
ANGULAR PRESSING (ECAP)**

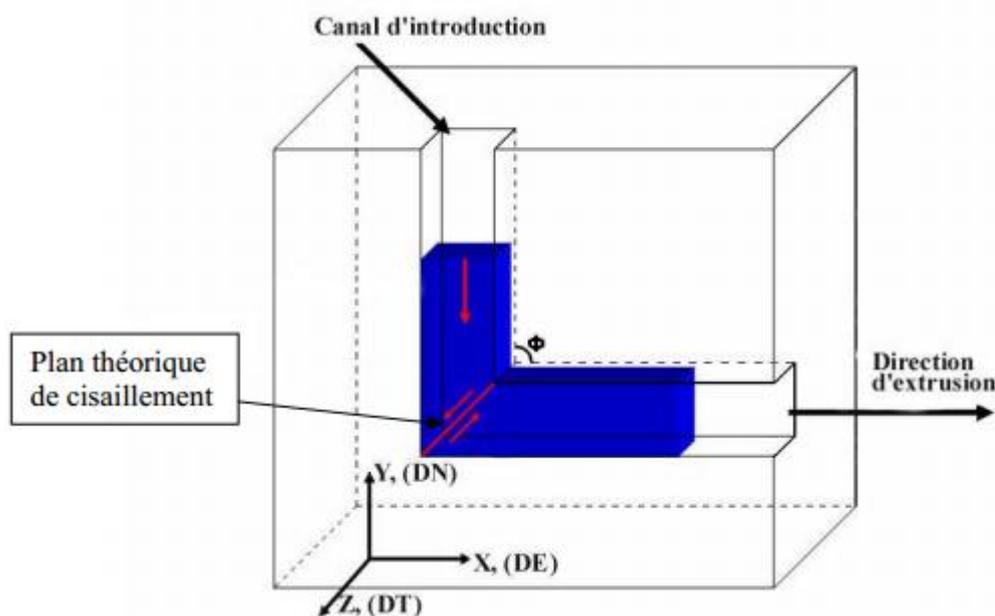
## Introduction

Les procédés de grandes déformations plastiques sont des techniques prometteuses pour le raffinement de la microstructure des matériaux. La plus connue et la plus répandue est celle de l'extrusion l'ECAP (Equal Channel Angular Extrusion ou Extrusion Coudée à Aires Égales), un procédé qui a été inventé dans l'ex Union Soviétique (Minsk) au début des années 1980 par Segal et al. L'objectif de base, à cette époque-là, était de développer un procédé de mise en forme qui sera capable d'introduire des grands taux de déformation aux billettes par cisaillement simple. Cependant, même si l'objectif a été atteint avec succès, le procédé ECAP connu aussi sous le nom d'ECAP (Equal Channel Angular Pression), a attiré une attention limitée de la part de la communauté scientifique. C'est seulement après dix ans que le procédé a commencé à attirer l'attention des chercheurs dans le monde et des plusieurs d'articles scientifiques ont été publiés dans les plus importants journaux des sciences des matériaux

Au cours de la dernière décennie, le pressage angulaire à canal égal (ECAP) est apparu comme une procédure largement connue pour la fabrication des métaux et d'alliages à grains ultrafins. Ce procédé examine les développements récents liés à l'utilisation de l'ECAP pour le raffinement des grains, y compris la modification de l'ECAP conventionnel pour augmenter l'efficacité du procédé, les techniques de mise à l'échelle de la procédure et le traitement des matériaux difficiles à déformer. Une attention particulière est accordée aux principes de base du traitement ECAP, y compris la déformation imposée dans l'ECAP, les systèmes de glissement, les modèles de cisaillement associés à l'ECAP et les principaux facteurs expérimentaux qui influencent l'ECAP, y compris la géométrie des matrices et les régimes de pressage. Il est démontré que tous ces paramètres fondamentaux et expérimentaux jouent un rôle essentiel dans le raffinement de la microstructure pendant l'opération de pressage. L'attention est portée sur les caractéristiques significatives des microstructures produites par l'ECAP dans les monocristaux, les matériaux poly-cristallins avec des composites monophasés et multiphasés, et les matrices métal-matrice. Il est montré que la formation de grains ultrafins dans les métaux et les alliages sous-tend une amélioration très significative de leurs propriétés mécaniques et fonctionnelles. Néanmoins, il est également démontré que, pour obtenir des propriétés avancées après traitement par ECAP, il est nécessaire de contrôler une large gamme des paramètres microstructuraux comprenant les désorientations des limites des grains, la texture cristallographique et les distributions de toutes les deuxièmes phases. Des progrès significatifs ont été réalisés au cours des dernières années dans le développement de l'ECAP, ce qui suggère qu'il existe d'excellentes perspectives pour la future intégration réussie du processus ECAP dans les opérations commerciales de fabrication.

### 3.1. Principe du procédé ECAP

Il existe plusieurs articles qui décrivent le procédé fondamental d'écoulement plastique d'un métal pendant l'extrusion ECAP. Ce procédé consiste à extruder d'un échantillon, bien lubrifié, qui est introduit dans le canal vertical d'un coude et ensuite pressé, à l'aide d'un piston, afin de passer dans un deuxième canal ayant la même section transversale et qui forme un angle  $\Phi$  avec le canal d'introduction (**Figure 3-1**). L'échantillon sous la forme d'un billet ou d'une barre, est usiné pour s'adapter dans le canal et la matrice, est soumis principalement à une déformation par cisaillement qui est considérée théoriquement comme du cisaillement simple s'exerçant dans le plan de la bissectrice de l'angle  $\Phi$ . Malgré l'introduction d'une déformation très intense lorsque l'échantillon passe à travers le plan de cisaillement, l'échantillon émerge finalement de la filière sans subir de changement dans les dimensions transversales [12, 20].



**Figure 3-1-**Représentation schématique du procédé ECAP [10].

L'échantillon en sortie de canal possède la même géométrie qu'avant déformation. Ce processus peut donc être répété pour atteindre des déformations très importantes et ainsi obtenir une taille de grains très fine. Après chaque passe, l'échantillon peut être tourné dans différentes directions et ainsi modifier le chemin de déformation dans l'échantillon. Idéalement, la déformation est localisée dans un plan de cisaillement simple situé à l'intersection des deux canaux. Le frottement entre les matrices outils et l'échantillon doit être minimum pour conserver cet état de déformation « parfait ». Il est constaté expérimentalement que la déformation n'est pas totalement homogène et provoque donc une répartition de la taille de grains dans la section de l'échantillon [10, 12].

### 3.2. Paramètres fondamentaux du procédé ECAP

L'ECAP est un procédé de mise en forme caractérisé par quelques paramètres fondamentaux comme la déformation imposée après chaque passage dans le coude ainsi que le cisaillement et le changement de chemins de déformation pendant chaque route. Ces différents paramètres définissent la nature de l'extrusion par ECAP et sont influencés principalement par deux paramètres caractérisant la géométrie du coude ECAP, l'angle d'intersection des deux canaux et l'angle de courbure fait par ces deux canaux [10].

Ces Différents processus définissent de manière unique la nature précise de l'opération de pressage. Tous ces paramètres jouent un rôle essentiel dans la détermination La nature de la structure UFG introduite par ECAP [12].

#### 3.2.1. Déformation plastique équivalente

Un échantillon déformé par ECAP est soumis à une forte déformation au cours de chaque passage dans le coude. La grandeur de cette déformation peut être estimée à l'aide d'une méthode analytique basée sur plusieurs configurations du coude ECAP. Ces configurations sont présentées schématiquement dans la **figure 3-2**, où  $\Phi$  est l'angle d'intersection des deux canaux et  $\Psi$  représente l'angle associé à la courbure entre les deux canaux. Les conditions montrées dans la **figure 3-2** correspondent à deux situations limite quand  $\Psi=0^\circ$  et  $\Psi=(\pi-\Phi)^\circ$  pour les deux premiers cas (**Figure. III-2. a et b**) et une situation intermédiaire entre ces deux valeurs pour le troisième cas (**Figure.III-2.c**) [12,20].

Segal [12] a donné les premières expressions pour la déformation équivalente par cisaillement imposée à un échantillon extrudé par ECAP après N passes dans le coude [20]. Dans son approche l'échantillon a été déformé dans un coude à  $\Psi=0^\circ$  et les effets du frottement ont été négligés (il faut préciser qu'à la place d'une notation  $\Phi$ , l'angle d'intersection a été noté  $2\phi$ ) :

$$\varepsilon_N = \frac{2N}{\sqrt{3}} \cot\phi \quad (\text{III.1})$$

Pour la situation présentée dans la **figure 3-2-a**, un petit élément carré qui se trouve à l'entrée du coude, noté **abcd**, pendant son passage dans le plan théorique de cisaillement sera transformé dans un parallélogramme noté **a'b'c'd'**. Il a été démontré que la déformation par cisaillement  $\gamma$  est donnée par l'équation suivante [12] :

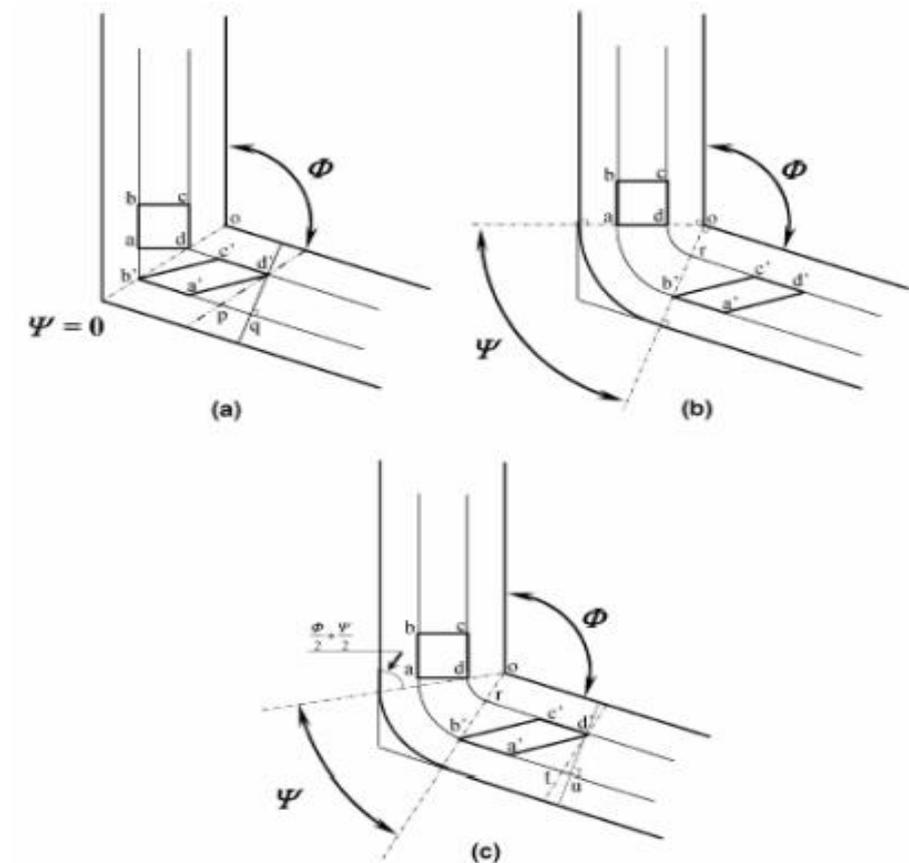
$$\gamma = 2 \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2}\right) \quad (\text{III.2})$$

En utilisant la même méthode pour le cas présenté dans la **figure 3-2-b**, on obtient [12] :

$$\gamma = \Psi \quad \text{(III.3)}$$

Une analyse similaire pour la situation présentée dans la figure 3-2-c amène à :

$$\gamma = 2 \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) + \Psi \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) \quad \text{(III.4)}$$



**Figure 3-2-**Principe de l'ECAP pour un angle  $\Phi$  quelconque et :  $\Psi=0^\circ$  a),  $\Psi= (\pi - \Phi)^\circ$  b) et une valeur arbitraire de  $\Psi$  qui se trouve entre  $\Psi=0$  et  $\Psi= (\pi - \Phi)^\circ$  c) [12].

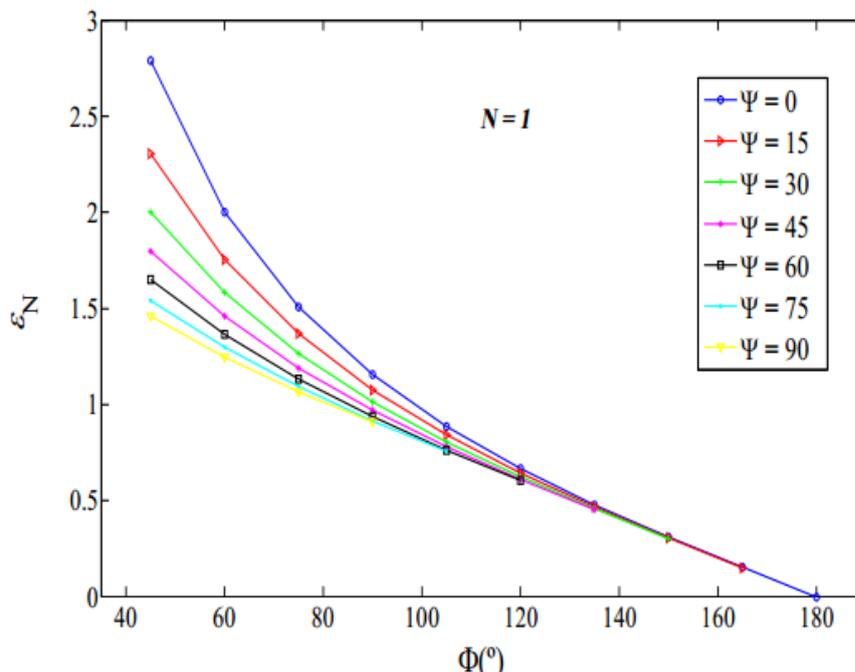
Après une courte inspection il résulte que la solution générale de l'équation (4) est réduite à l'équation (2) quand  $\Psi=0^\circ$  et à l'équation (3) quand  $\Psi= (\pi - \Phi)^\circ$ . Finalement, la déformation équivalente après N passages dans le coude ECAP ( $\epsilon_N$ ), peut être écrite dans une forme générale par la relation [12].

$$\epsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[ 2 \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) + \Psi \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) \right] \quad \text{(III.5)}$$

Même si les deux méthodes (de Segal et d'Iwahashi et al) amènent à des résultats similaires pour la déformation équivalente, l'équation (5) a l'avantage de prendre en compte aussi l'angle de courbure  $\Psi$ . L'équation (5) est aussi compatible avec d'autres

approches alternatives et fourni une méthode simple et directe pour estimer la déformation équivalente pour des coudes ayant différentes valeurs des angles  $\Phi$  et  $\Psi$  [12].

La **figure 3-3** montre une représentation graphique de l'équation (5) qui a été établie premièrement par Iwahashi et al pour des coudes à  $\Phi=90^\circ$  et supérieures à cette valeur. Par la suite, cette représentation a été élargie par Furuno et al pour des coudes ayant des angles  $\Phi$  inférieurs à  $90^\circ$ .



**Figure 3-3**-Variation de la déformation équivalente  $\epsilon N$  avec l'angle  $\Phi$  pour des différentes valeurs de l'angle de courbure  $\Psi$  (après un seul passage dans le coude) [12].

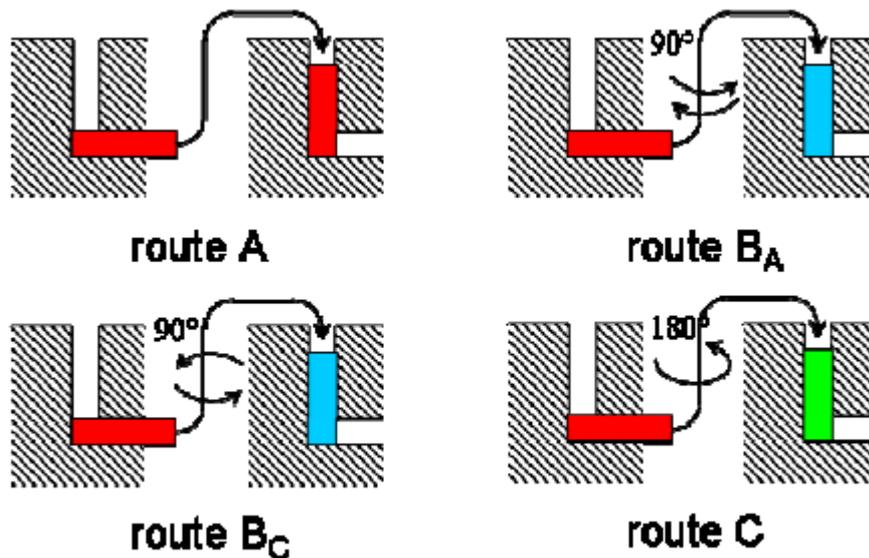
Plusieurs conclusions peuvent être tirées après une analyse de cette représentation graphique :

- L'angle de courbure  $\Psi$  a une influence relativement faible sur la déformation équivalente sauf pour des coudes ayant des angles  $\Phi$  inférieures à  $90^\circ$ .
- Des déformations exceptionnellement et grandes peuvent être atteintes en une seule passe dans des coudes avec des angles  $\Phi$  et  $\Psi$  petits.
- Pour des coudes conventionnels, avec l'angle  $\Phi=90^\circ$ , la déformation équivalente est proche de  $\sim 1$  pour une seule passe et cette déformation est presque indépendante de l'angle  $\Psi$  [12,20].

### 3.2.2. Les routes ou passages successifs

Afin d'étudier les modifications micro-structurelles produites lors des passages successifs à travers le système, quatre routes ou rotations, illustrées ci-dessous sur la **Figure 3.4**, sont principalement utilisées [21].

- La route **A** consisté en un simple enchaînement de passages, sans la moindre rotation du matériau entre chaque extrusion ;
- La route **B<sub>A</sub>** impose une rotation du barreau de 90° dans le sens des aiguilles d'une montre puis de 90° dans le sens inverse successivement ;
- La route **B<sub>C</sub>** est une rotation de 90° mais toujours dans le même sens entre chaque passage ;
- La route **C** consiste en une rotation de 180° du matériau [21].



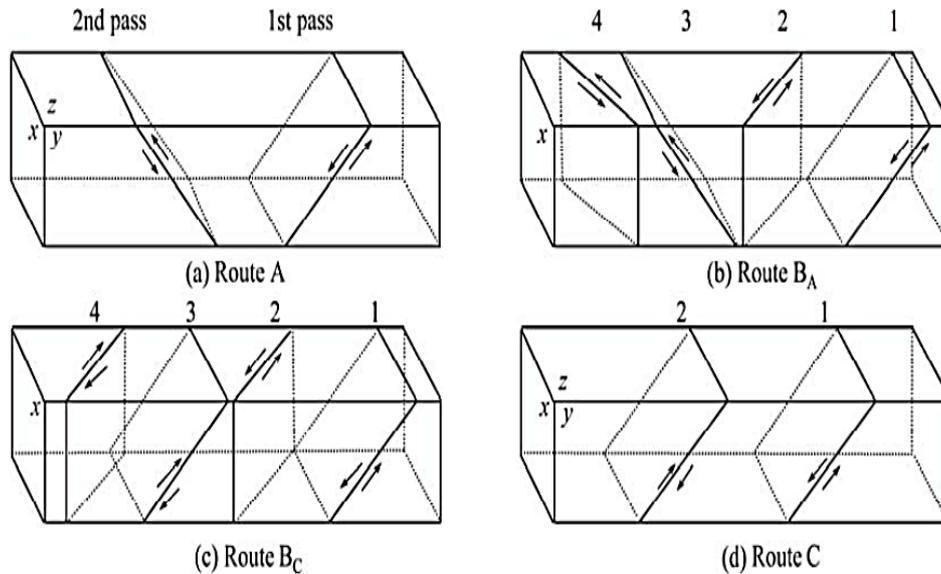
**Figure 3-4-**Schémas des routes ou rotations successives possibles entre chaque nouveau passage à travers le dispositif ECAP [21].

### 3.2.3. Systèmes de glissement pour les différentes routes

Afin de mieux comprendre les phénomènes impliqués lors des extrusions selon les rotations entre chaque passage successif, des études concernant les plans de déformation et les dislocations ont été réalisées [21].

Les plans de cisaillement associés à ces quatre modes de passage sont schématisés sur la **Figure 3-5**. Lors de passages successifs par la route C, les déformations sont appliquées dans le même plan (rotation de 180°) mais l'orientation de la déformation de cisaillement réalisée est opposée à chaque nouvelle passe, faisant alors de cette route un procédé aux déformations dites redondantes. La déformation réalisée lors d'un passage est annulé par la déformation suivante, ce qui rend le procédé moins efficace pour l'affinement de grains. Les déformations créées par la route B<sub>C</sub> apparaissent elles aussi redondantes, les déformations induites par le troisième et le quatrième passage annulant celles du premier et du second respectivement, la route B<sub>C</sub> restant plus efficace que la route C. Les routes A et B<sub>A</sub> ne produisent quant à elles pas de déformations redondantes,

ce qui permet une accumulation des déformations produites lors de chaque nouvelle passe [21, 12].



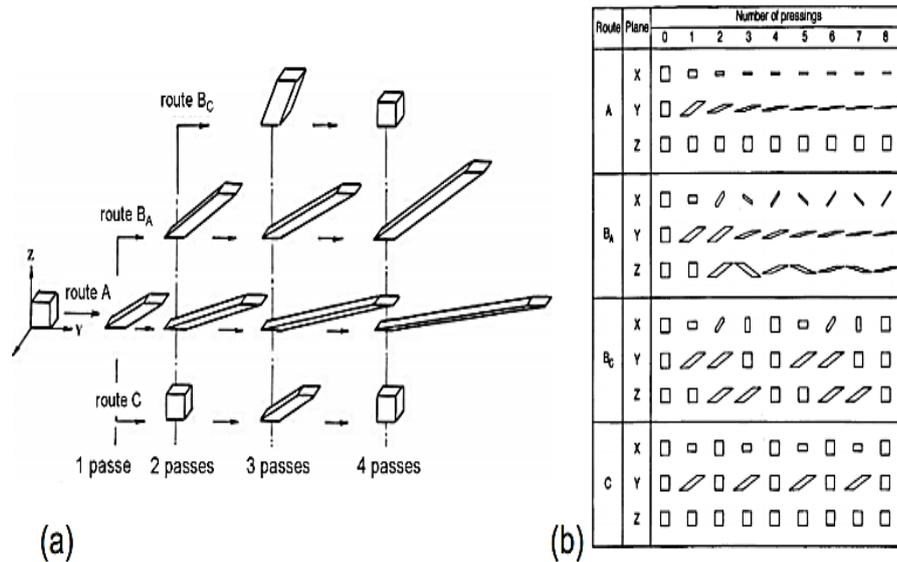
**Figure 3-5**-Plans de cisaillement associés aux différentes routes selon le nombre de passes durant le procédé ECAP [21].

### 3.2.4. Les schémas de cisaillement associés à ECAP

De nombreux travaux étudiant l'influence de ces rotations sur l'affinement de grains tendent cependant à conclure que la route  $B_C$  serait la plus efficace vis-à-vis de l'affinement de la taille de grains des matériaux. Dans le cas de l'aluminium pur extrudé avec un angle  $\Phi$  de  $90^\circ$ , Iwahashi et al ont rapporté que cette route semblait la plus efficace et la route A la moins efficace par comparaison entre les routes A,  $B_C$  et C. Concluant là aussi que la route  $B_C$  était plus efficace. Langdon et al. ont résumé l'efficacité des différentes routes par rapport à l'affinement de grains ainsi, par ordre d'efficacité croissante : route  $B_C >$  route C  $>$  route A et  $B_A$ . Mais ces observations semblent différées légèrement selon la nature du matériau. Des études de Stolyarov et al montrent que dans le cas du titane, de structure hcp tout comme le magnésium, extrudé avec un angle  $\Phi$  de  $90^\circ$ , la route  $B_C$  se révèle meilleure pour l'affinement de la taille de grains par rapport aux routes C et  $B_A$ , cette dernière étant la moins efficace [20].

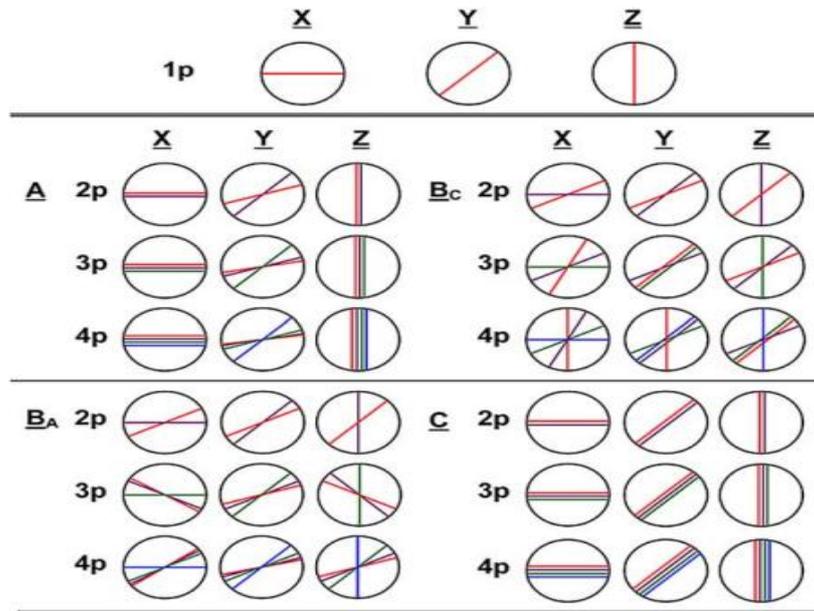
La route A induit des déformations continues dans les plans X et Y mais aucune déformation dans le plan Z, la route  $B_A$  induit des déformations continues dans les trois plans, de telle sorte que ces deux routes A et  $B_A$  produisent une déformation anisotrope. Les routes  $B_C$  et C apparaissent alors plus efficaces que les routes A et  $B_A$ , l'élément cubique étant restauré après  $4n$  passages par la route  $B_C$  et  $2n$  passages par la route C, avec n un nombre entier (déformation isotrope). La route  $B_C$  étant de plus préférée à la

route C qui n'implique aucune déformation dans le plan Z. Toutes ces remarques peuvent être illustrées par la **Figure 3-6** ci-dessous [20, 22].



**Figure 3-6**-Schémas des distorsions d'un élément cubique (a) après 4 passages à travers le dispositif ECAP via les routes A, BA, BC et C (b) suivant ses trois plans X, Y et Z en fonction de la route utilisée et le nombre d'extrusions ( $\Phi = 90^\circ$ ) [21].

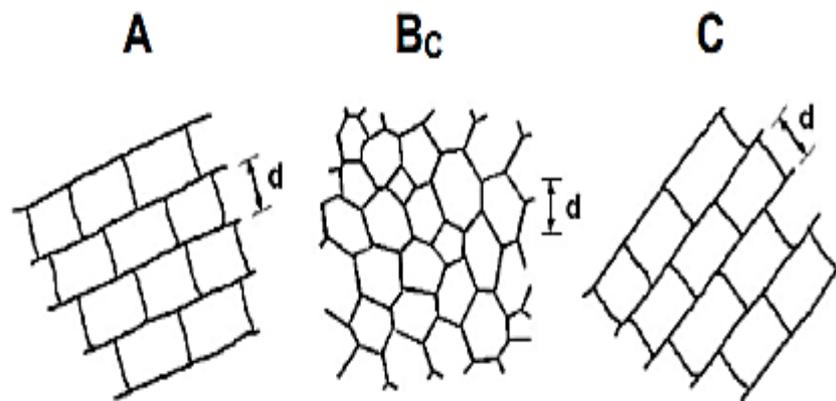
Une telle explication est cela dit superficielle et n'explique pas le mécanisme fondamental de l'affinement de grains en fonction de la route choisie. La rotation du barreau entre deux passes selon la route BC produit des durcissements croisés par les interactions des dislocations mobiles avec la dislocation nécessaire géométriquement, ces interactions rendant difficile l'inversion de l'accumulation de dislocations et pouvant expliquer l'efficacité de la route BC (**figure 3-7**) en termes d'affinement de grains malgré ses effets de contraintes redondantes [20].



**Figure 3-7**-Les schémas de cisaillement sur les plans X, Y et Z pour les voies de traitement A, B<sub>A</sub>, B<sub>C</sub> et C lorsque vous appuyez sur Par 1, 2, 3 et 4 passes : les couleurs rouge, mauve, vert et bleu correspondent aux première, deuxième, troisième et Quatrième passe respectivement [20].

La présence de divers systèmes de cisaillements dans le cas de la route B<sub>C</sub> permet d'obtenir une grande densité de dislocations et la formation de mailles équi-axiales dans les trois directions orthogonales du matériau, comme illustré sur la **Figure 3-8** [21].

**plan Y après 4 passes**



**Figure 3-8**-Schémas de l'allure de la microstructure selon le plan Y d'un matériau extrudé 4 fois via ECAP par les routes A, B<sub>C</sub> et C [21].

Finalement, en comparant ces modèles de cisaillement avec les données expérimentales de la littérature, trois conditions sont déduites pour la formation d'une

microstructure optimum et de grains équi-axiaux séparés par des joints de grains fortement désorientés. Il est nécessaire d'obtenir le développement de déformations sur une grande plage angulaire dans chaque direction de l'échantillon, une restauration régulière et périodique de la structure équi-axiale de l'échantillon durant les passages successifs, et enfin la présence de déformations dans les trois plans orthogonaux. Ces conditions sont plus aisément remplies pour la route B<sub>C</sub> avec un angle d'extrusion de 90°. Avec un angle d'extrusion de 120°, l'efficacité de cette route diminue et celle de la route A augmente, mais la route B<sub>C</sub> reste la procédure optimale. L'étude portée à ce procédé a donc été réalisée essentiellement sur ces deux routes [21].

### 3.3. Paramètres expérimentaux du procédé ECAP

Lorsque les matériaux sont traités à l'aide d'ECAP, plusieurs facteurs différents influent sur la viabilité et les caractéristiques microstructurales des billettes sous pression. Ces facteurs se répartissent en trois catégories distinctes. Tout d'abord, il existe des facteurs directement associés à l'installation ECAP expérimentale, telles que les valeurs des angles dans la matrice entre les deux parties du canal et à l'arc de courbure externe où les canaux se croisent. Deuxièmement, il existe des facteurs expérimentaux liés aux régimes de traitement où un contrôle peut être exercé par l'expérimentateur, y compris, par exemple, la vitesse de pressage, la température de l'opération de pressage et la présence ou l'absence de contre-pression [12].

#### 3.3.1. L'angle du canal $\Phi$ et de l'angle de courbure $\Psi$

L'influence de la géométrie du coude par les deux angles  $\Phi$  et  $\Psi$  a été présentée avant (§III.2.1) donc on n'insiste pas sur ces deux paramètres. Il est quand même important de préciser que le consensus général dans la littérature est que le coude à  $\Phi=90^\circ$  avec un petit arc de courbure ou voir même sans courbure (angle  $0^\circ \leq \Psi < 20^\circ$ ), est le meilleur compromis entre taux de déformation imposé et la pression nécessaire pour pousser l'échantillon dans le coude sans provoquer sa fissuration [12].

#### 3.3.2. La vitesse de pressage

L'extrusion ECAP est faite d'habitude avec des presses hydrauliques de grande capacité qui fonctionnent à des grandes vitesses d'avancement du piston. Typiquement, les vitesses d'avancement dans le coude sont dans le domaine  $\sim 1-20 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ . La première étude en détail sur l'influence de la vitesse d'avancement a été faite par Berbon et al sur l'aluminium pur et un alliage Al-Mg pour des vitesses de 10-2 jusqu'à  $10 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ . Cette étude a démontré qu'il n'y a pas une influence significative de la vitesse sur la taille finale des grains ultrafins obtenus avec l'ECAP mais, comme la restauration se produit plus facilement pour des vitesses plus lentes, ces vitesses plus lentes produisent des microstructures plus homogènes. Une conclusion similaire a été obtenue après l'étude

d'échantillon en Al pur et des alliages à base d'aluminium extrudés à des vitesses de 0,18 et 18 mm\*s<sup>-1</sup>. Un échauffement plus grand a été observé pour des grandes vitesses.

Des tests sur du titane pur en utilisant des vitesses de 0,2 et 2,8 mm\*s<sup>-1</sup> ont révélé des différences mineures entre les microstructures obtenues après une passe. La température à laquelle est faite l'extrusion est un paramètre clef car on peut la contrôler facilement et ainsi influencer des processus comme la restauration ou la recristallisation [10,20].

### 3.3.3. La température de pressage

Une des premières études sur l'influence de la température d'extrusion a été faite sur des échantillons en Al pur et alliages à base d'aluminium (Al-Mg, Al-Mg-Si) pour des températures comprises entre la température ambiante et 573 K. Les résultats de cette étude indiquent l'existence de deux tendances importantes. Premièrement, il existe une augmentation de la taille finale des grains avec l'augmentation de la température. Deuxièmement, la fraction des angles à petites désorientations augmente avec la température. Cette dernière conclusion a été considérée comme due aux plus grands taux de restauration à des hautes températures qui amènent à un plus important phénomène d'annihilation des dislocations à l'intérieur des grains et par conséquent à une diminution des dislocations qui sont absorbées dans les parois des sous grains. La tendance à former des grains ou sous grains ayant des tailles plus grandes avec l'augmentation de la température a aussi été confirmée par d'autres études. Des analyses détaillées des clichés de Kikuchi ont confirmé aussi la tendance à former des joints fortement désorientés à des basses températures.

La conclusion généralement acceptée est qu'en maintenant une température basse pendant l'extrusion on peut atteindre la plus petite taille des grains possible ainsi que la plus grande fraction de joints de grains fortement désorientés [10,20].

### 3.3.4. La contre-pression

Le rôle important de la contre-pression dans l'extrusion ECAP a été proposé pour la première fois par Segal et al au début des années 80. Durant ces dernières années des études ont été faites sur l'application d'une contre-pression contrôlée par l'ordinateur. Pendant l'extrusion du Cu pur sans l'application de la contre-pression généralement les échantillons présentent des fissures en surface tandis que par l'application d'une contre-pression de 300 Mpa les fissures n'apparaissent plus mêmes après 16 passes. De façon similaire, un échantillon en Al trempé présentait des fissures après une passe sans contre-pression tandis que par l'application d'une contre-pression de 450 Mpa l'échantillon a pu être extrudé jusqu'à 4 passes sans l'apparition des fissures.

Un autre avantage important de l'utilisation de la contre-pression est l'amélioration visible introduite dans l'écoulement du métal dans le coude. Comme il a déjà été montré

par Semiatin et DeLo, pendant l'ECAP le coin extérieur du coude ne se remplit pas toujours en formant une zone nommée "zone morte", spécialement dans les matériaux subissant un fort durcissement pendant la déformation. Ce phénomène fait que la forme de la zone de déformation, qui théoriquement est une ligne, devient plus large en prenant la forme d'un éventail. En conséquence, le processus d'affinement de la microstructure devienne moins uniforme, spécialement dans la partie inférieure des billettes. Par contre, l'application de la contre-pression amène à une disparition de la "zone morte" pour tous les métaux purs et alliages. Techniquement, cette contre-pression peut être appliquée en utilisant plusieurs méthodes. La plus simple consiste dans l'augmentation du frottement dans le canal de sortie ou par une petite diminution de l'aire transversale de ce canal. Cette deuxième solution est plus souvent utilisée car elle aide aussi à compenser les effets de retour élastique des échantillons extrudés. Ce phénomène amène à une petite augmentation de la taille des échantillons après la sortie du coude et donc à l'impossibilité de poursuivre une extrusion à plusieurs passes.

Une autre possibilité pour l'application de la contre-pression est l'utilisation d'un deuxième piston dans le canal de sortie qui appliquera une pression constante contrôlée par un ordinateur. La nature de la texture cristallographique et la distribution des désorientations entre les grains dans le matériau de départ sont aussi deux paramètres importants qui doivent être pris en compte par l'expérimentateur. L'importance de l'état initial (ex. texture, microstructure) et de la nature du matériau (ex. énergie de faute d'empilement, taux de restauration dynamique) [10,20].

### 3.4. Développement du procédé ECAP

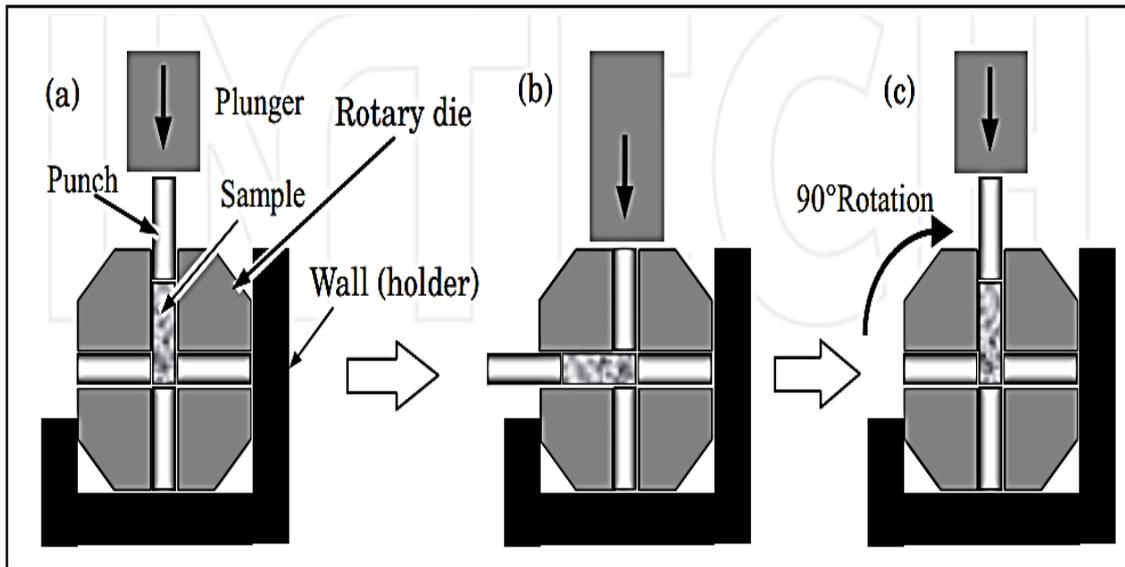
Une limitation importante dans l'ECAP conventionnel, est que l'échantillon doit être retiré de la matrice et réinséré, avec ou sans rotation intermédiaire, afin d'obtenir un grand nombre de passes et une déformation élevée. Ces opérations sont à la fois fonctionnelles et nécessitent beaucoup de temps, en conséquence, plusieurs procédures sont en cours de développement pour annuler ces limites.

Une procédure simple qui élimine efficacement la nécessité d'enlever les échantillons de la matrice entre chaque passage est de faire usage de l'ECAP de rotation-mort [23].

Cette approche est illustrée schématiquement dans la **Figure 3-9**, l'installation consiste en une matrice contenant deux canaux, ayant la même section transversale, se croisant au centre de la matrice à un angle de 90°. Trois poinçons de longueur égale sont insérés dans la partie inférieure du canal vertical et dans le canal horizontal comme indiqué sur la **Figure 3-9** (à l'échantillon est inséré dans le canal vertical de sorte qu'il repose sur le poinçon inférieur et un poinçon supérieur est inséré pour appuyer sur l'échantillon avec un plongeur). La configuration après un seul pressage est représentée sur la **figure 3-9 (b)** et la matrice est ensuite tournée de 90°, de sorte que l'échantillon peut être pressé à nouveau comme le montre la **Figure 3-9 (c)**. Une inspection attentive

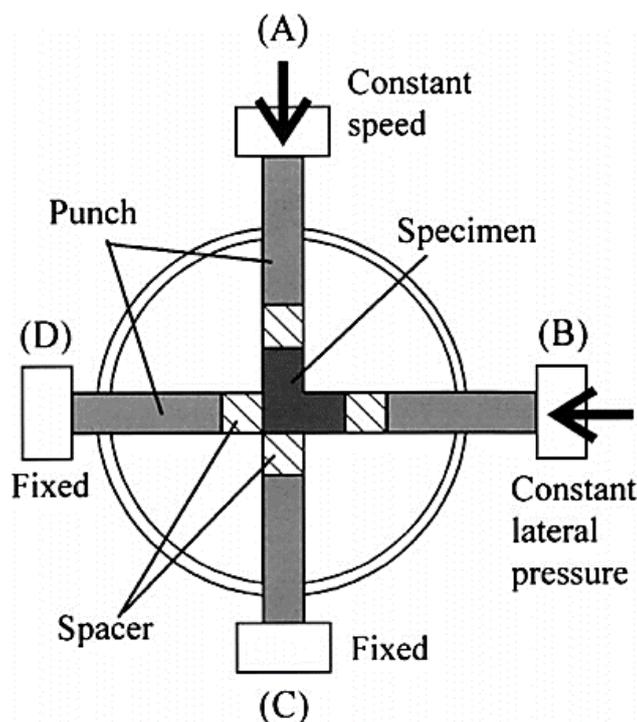
de la procédure montre que ce type de traitement équivaut à la route A où l'échantillon est pressé sans rotation [23].

Cependant, un avantage important de ce type de pression est la simplicité de fonctionnement. Par exemple, l'ECAP à matrice rotative a été utilisé efficacement pour des pressions consécutives jusqu'à un maximum de 32 passes. Cependant, un inconvénient du procédé illustré dans la **Figure 3-9** est que les rapports d'aspect de l'échantillon sont faibles, de sorte que les effets finaux peuvent conduire à des inhomogénéités significatives [23].



**Figure 3-9**-Le processus ECAP à l'aide d'une matrice rotative : (a) état initial, (b) après une passe et (c) après rotation de 90° [20].

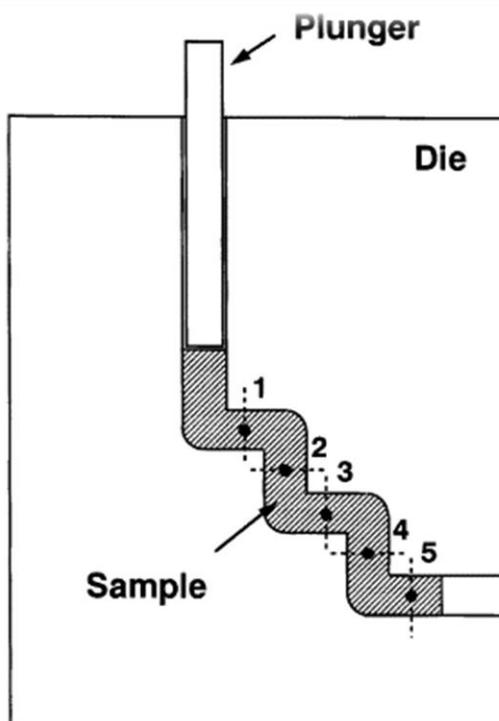
Une approche alternative mais physiquement similaire est le processus d'extrusion latérale illustré schématiquement dans la **Figure 3-10**.



**Figure 3-10-** Représentation schématique du processus d'extrusion latérale pour ECAP [20].

Ce procédé utilise quatre poinçons (punch-pull cams) qui sont capables de générer des forces élevées pendant le fonctionnement. Un échantillon est montré en place à la **Figure 3-10** il est pressé par le poinçon A sous une pression latérale exercée par le poinçon B. Des pressions répétitives peuvent être effectuées, comme dans le cas de la ECAP rotative, ce processus équivaut à la route A. Cette procédure a été utilisée efficacement pour presser jusqu'à 10 Passes [20].

Une procédure alternative, qui ne nécessite pas l'acquisition d'une installation de pressage complexe, consiste à construire une matrice ayant des passes multiples. Un exemple de matrice multi-passe est représenté sur la **Figure 3-11** où la matrice contient un canal plié à travers cinq angles séparés de 90. L'inspection montre que cela équivaut à la voie C puisque la seconde et les passes suivantes se produisent après avoir effectivement tourné l'échantillon par 180. Ce type de matrice est utile pour comparer les caractéristiques microstructurales dans le même échantillon après différents nombres de passes. Par exemple, les positions marquées 1, 2, 3, 4 et 5 de la **Figure 3-11** correspondent à la pression de 1, 2, 3, 4 et 5 passes d'ECAP, respectivement. Dans les expériences utilisant une installation multi-passes avec une matrice de deux pièces qui a été facilement séparée pour permettre l'accès à l'échantillon, il a été démontré que l'évolution microstructurale et les valeurs de la dureté locale étaient identiques après le même nombre de passes, Multi-passe die ou une matrice classique contenant un seul plan de cisaillement [20].



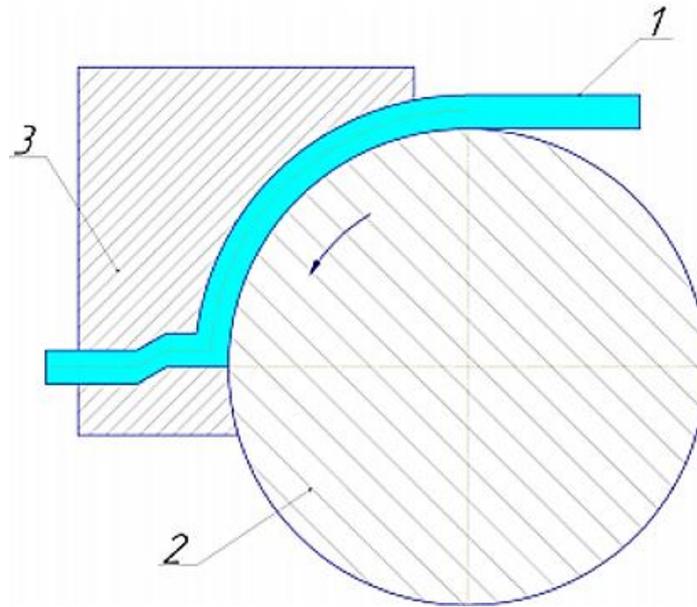
**Figure 3-11**-Représentation schématique d'une installation multi-passes pour ECAP : les chiffres indiquent les positions pour l'examen de l'échantillon après l'équivalent de 1, 2, 3, 4 et 5 passes, respectivement [20].

Deuxième limitation de ce procédé est qu'il n'est pas continu. En effet, pour accroître la déformation, il faut réaliser plusieurs passes. Visant à remédier à cet inconvénient, de nombreuses variantes ont été développées, comme présenté sur la **figure 3-12**. Le procédé ECAP-Conforme est prometteur puisqu'il permet d'affiner des produits longs et est donc adapté à l'industrie [24].

Le processus d'extrusion en conformité a été développé il y a plus de 30 ans pour l'extrusion continue de produits métalliques, mais très récemment, il a été commodément combiné avec ECAP dans le processus ECAP-Conforme [24].

La caractéristique principale de la Multi-ECAP-Conforme est qu'elle combine trois étapes successives Cisailles au cours d'un cycle de traitement.

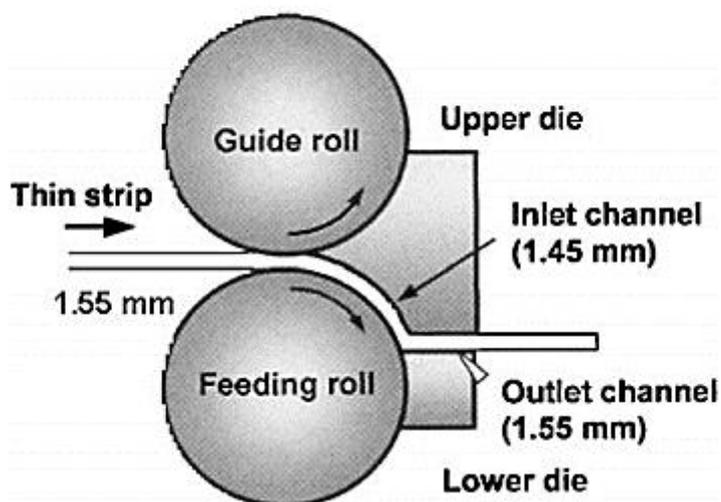
Le procédé est mis en œuvre comme suit (**figure 3-12**): une billette métallique en forme de tige 1 est soumise à un pressage angulaire continu; La billette est alimentée à l'entrée d'un canal de travail formé entre le rouleau rotatif 2 avec une rainure en forme de U et une base limite fixe 3, Entourant le rouleau tournant et couvrant une partie de la longueur de la rainure. La billette est pressée à travers le canal de travail dans la direction vers la sortie dans la chaussure 3 en raison de la rotation du rouleau 2 et des forces de frottement initiées entre la rainure et le bille [24].



**Figure 3-12-**Une illustration schématique du processus ECAP-Conforme [24].

Le schéma de traction en continu et suivi d'une déformation par ECAP (**figure 3-13**) attire une attention considérable car il produit des matériaux ultrafins avec des propriétés physiques et mécaniques uniques, et ces matériaux peuvent avoir d'importantes applications dans l'industrie [20].

Néanmoins, le processus ECAP actuellement utilisé dans le laboratoire nécessite beaucoup de main-d'œuvre car il nécessite beaucoup d'efforts manuels pour ajouter et retirer les billettes des matrices classiques. En conséquence, il est maintenant reconnu que toute application industrielle étendue nécessitera le développement d'une certaine forme de technique de traitement continu qui peut être utilisée efficacement dans la production de volumes relativement importants de matériaux. Des progrès initiaux ont été réalisés dans le développement de procédures ECAP continues pour le traitement de longueurs métalliques [20].



**Figure 3-13**-Le principe du processus d'ECAP pour une utilisation en production continue [20].

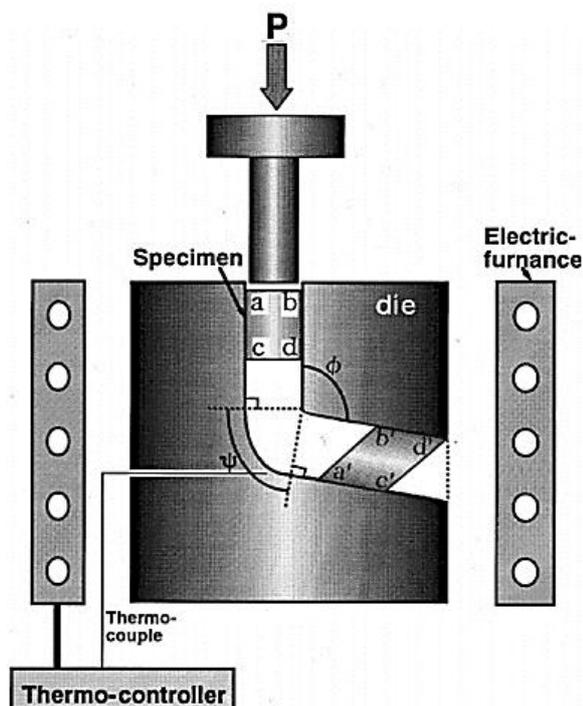
### 3.5. Consolidation par ECAP

Bien qu'ECAP soit généralement associé au traitement des métaux solides, il se peut qu'utiliser également pour la consolidation des poudres métalliques [20].

**Figure 3-14** montre une installation ECAP utilisée efficacement pour presser une poudre d'aluminium de l'alliage Al-2024. La poudre avait une taille initiale de  $< 45 \mu\text{m}$  et elle était pressée isostatiquement à froid sur une taille de billette avec un diamètre de 20 mm et une longueur de 70 mm. Comme présente la **Figure 3-14**, les canaux dans la matrice se sont rencontrés à un angle de  $105^\circ$  et il y avait un arc extérieur de courbure de 75. Des pressions répétitives de la billette ont été effectuées à une température de 573 K jusqu'à un maximum de 3 passages à travers la filière. Une différence importante dans la presse des poudres est que les informations sur les problèmes de gravure se trouvent à la surface des échantillons de presse. À une rupture de vide lors de la consolidation ECAP, la poudre Al-2024 a été introduite et insérée dans une enveloppe extérieure et étanche de l'alliage Al-2024 et le pressage a été conduit à une température de 573 K. L'échantillon de chemise en est marqué comme abcd dans la **Figure 3-14**. Les résultats de cette recherche ont démontré la production d'un alliage totalement dense sans la présence de craquage superficiel. Les résultats de cette recherche ont démontré la production d'un alliage totalement dense sans présence de craquage superficiel. Il a été démontré récemment que la propension à craquage peut être considérablement réduite, voire éliminée, en appuyant sous une limite [20].

La contre-pression et, en plus, une granulométrie de  $1 \mu\text{m}$  a été obtenue lors de la consolidation de la poudre d'aluminium pur. Ces résultats et d'autres résultats similaires

confirment, par conséquent, le potentiel d'utilisation d'ECAP comme outil de consolidation de poudre pour la production de microstructures UFG [20].



**Figure 3-14-**Le principe ECAP utilisé pour la consolidation de la poudre d'alliage d'aluminium : la poudre est insérée dans une veste extérieure ajustée étiquetée abcd [20].

### 3.6. Propriétés obtenues après déformation par ECAP

Au cours de la dernière décennie, il a été largement démontré qu'un raffinement majeur du grain, jusqu'à la gamme nanométrique, peut conduire à une dureté très élevée dans divers métaux et alliages, mais néanmoins ces matériaux présentent souvent une faible ductilité sous essai de traction. Une tendance similaire est bien connue pour les métaux soumis à une forte contrainte par d'autres procédés tels que le laminage, l'extrusion et le forage. La résistance et la ductilité sont les propriétés mécaniques clés de tout matériau, mais ces propriétés présentent généralement des caractéristiques opposées. Ainsi, les matériaux peuvent être forts ou ductiles, mais ils sont rarement les deux [12].

Les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium transformés ECAP montrent normalement une augmentation significative de la limite d'élasticité et de la résistance à la traction finale, tandis que la ductilité à la température ambiante diminue après la première passe et reste relativement inchangée en augmentant le nombre de passes [25].

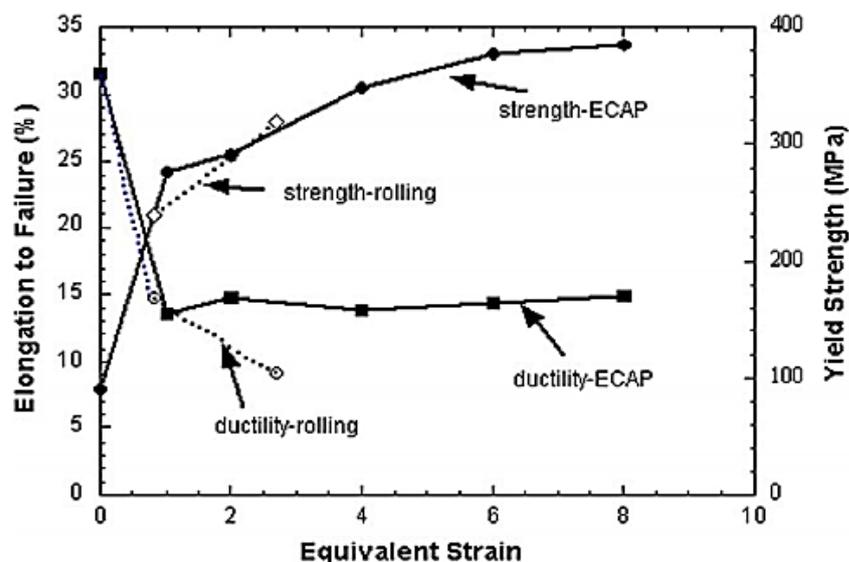
De nombreux travaux ont été publiés sur les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium après ECAP. Sans traitement thermique des alliages tels que l'Al-Mg, Al-

Mn, et Al-Mn-Mg alliages ont montré des améliorations de la résistance et également un peu de la ductilité après ECAP [25].

Il existe plusieurs paramètres qui déterminent les propriétés mécaniques de l'aluminium traité ECAP. A l'exception de la composition d'alliage, les conditions de traitement sont indispensables. Des expériences récentes sur les alliages 6xxx montrent que le caractère initial du matériau est le plus important, suivant le nombre de passes ECAP, la température de pressage et le traitement thermique après ECAP [25].

Par exemple, les expériences ont été réalisées pour comparer la résistance et la ductilité de l'alliage d'aluminium 3004 traité par ECAP et de laminage à froid. Comme illustré par les données représentées sur la **Figure 3-15**, la limite d'élasticité a augmenté de manière monotone avec l'augmentation de déformation équivalente conférée dans l'alliage soit par laminage à froid ou ECAP. Cependant, il est évident que la ductilité globale présente différentes tendances de ces deux méthodes de traitement [26].

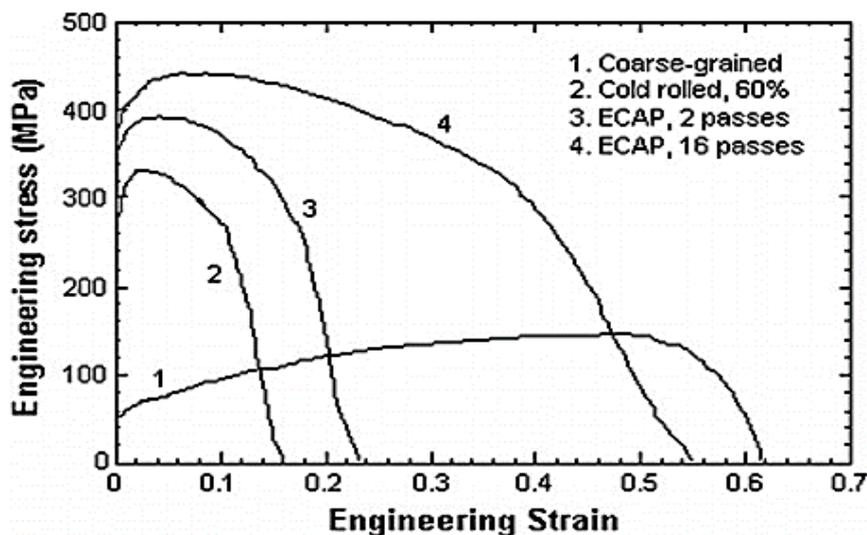
Après un seul passage du ECAP, ce qui équivaut à une déformation de  $\sim 1$ , L'allongement à la rupture ou la ductilité de l'alliage diminue à partir de  $\sim 32\%$  à  $\sim 14\%$ . Cependant, il n'y a pas de réduction supplémentaire de la ductilité avec des passes ECAP supplémentaires et donc avec l'imposition de déformation encore plus grandes. En revanche, le laminage à froid diminue la ductilité d'une ampleur similaire au départ, mais par la suite, la ductilité continue de diminuer avec l'augmentation de pression de roulement mais à un rythme plus lent. Par conséquent, le traitement par ECAP conduit finalement à une plus grande rétention de la ductilité de laminage à froid conventionnel [26].



**Figure 3-15**-Une comparaison de la limite d'élasticité et de la ductilité pour un alliage Al-3004 traité par laminage à froid ou ECAP [26].

Dans la première étude, on a traité du Cu à haute pureté (99,996%) à température ambiante en utilisant ECAP avec un 90° Rotation dans le sens des aiguilles d'une montre autour de l'axe de la billette entre les passes consécutives dans la route B<sub>C</sub> [27].

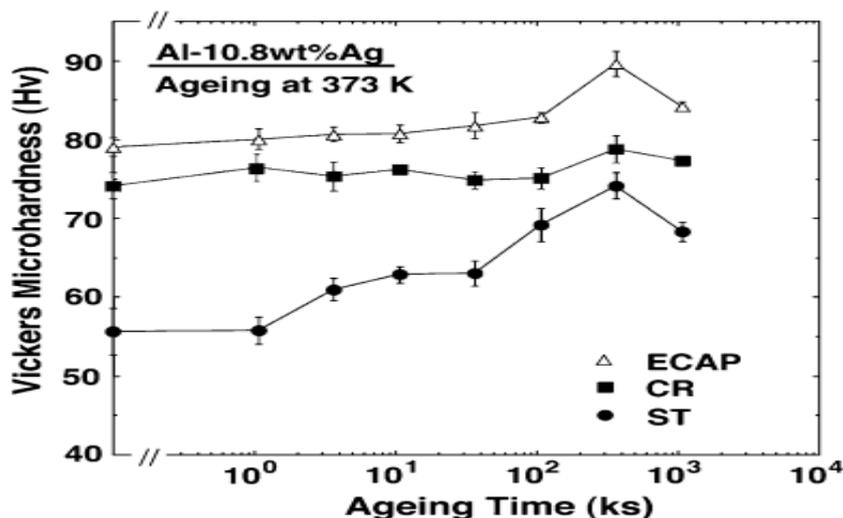
La résistance et la ductilité ont été mesurées par des essais de traction uni-axiale et les courbes de séparation de résignation en gineering sont représentées sur la Figure.III.16 pour les échantillons de Cu testés à la température ambiante dans l'état initial grossier et dans trois états traités. Il est évident que le Cu initial à grain grossier, avec une taille de grain d'environ 30 μm, a une contrainte typique à faible rendement avec le durcissement de déformation importante et un grand allongement à la rupture. Dans le même temps, le laminage à froid du cuivre à une réduction d'épaisseur de 60% augmente significativement la résistance, comme montré par la courbe 2 sur la **figure 3-16**, mais diminue considérablement l'allongement à la rupture Ce résultat est cohérent avec le comportement mécanique classique des métaux qui sont déformées plastiquement. La même tendance est vraie aussi pour Cu soumis à deux passes d'ECAP. Cependant, une contrainte supplémentaire de Cu à 16 passes d'ECAP, comme le montre la courbe 4 de la **Figure 3-16** augmente simultanément à la fois la résistance et la ductilité. De plus, l'augmentation de la ductilité est beaucoup plus importante que l'augmentation relativement faible de la contrainte. Ainsi, les données représentées sur la **figure 3-16** pour le Cu traité par ECAP démontrent clairement une amélioration de la résistance ainsi que la ductilité avec déformation accumulée en raison d'une augmentation du nombre de passes de 2 à 16. [27].



**Figure 3-16**-courbes d'ingénierie de traction de contrainte-déformation pour Cu testés à 22 ° C avec une vitesse de déformation de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  : Les conditions de traitement pour chaque courbe sont indiquées [27].

Le principe de la haute résistance et de la ductilité élevée grâce à l'introduction de phases métastables intermédiaires a été réalisées avec succès récemment dans un alliage commercial Al-Zn-Mg-Cu-Zr [et un alliage Al-10,8% Ag soumis à ECAP et vieillissement ultérieur. Le principe de cette approche est illustré sur la **Figure 3-17** pour l'alliage Al-Ag où La microdureté de Vickers est tracée par rapport au temps de vieillissement à 373 K pour les échantillons dans un état traité par solution (ST) et après laminage à froid (CR) et ECAP. Pour la condition ST, la dureté est initialement faible, mais augmente avec le temps de vieillissement jusqu'à une valeur de crête après 100 h ( $3,6 \times 10^5 \text{ s}$ ). Pour la condition CR, la dureté est plus élevée, mais il n'y a qu'une augmentation mineure avec le vieillissement. La dureté est encore plus élevée après ECAP et augmente encore avec le vieillissement à une valeur de crête après 100 h.

Les valeurs relativement faibles de dureté enregistrée après CR par rapport aux ECAP sont dues à la déformation équivalente inférieure imposée à l'échantillon : ces déformations ont été de 1,4 à CR et 8 en ECAP de sorte que la microstructure après CR est composée de sous-grains ou des limites des cellules ayant de faibles angles de désorientation [28].



**Figure 3-17**-Variation de la microdureté de Vickers avec le temps de vieillissement pour l'alliage Al-10.8% Ag après traitement en solution (ST), laminage à froid (CR) et ECAP [28].

### 3.7. Avantages de l'ECAP

Comparé aux autres techniques de déformation plastique sévère, l'ECAP est spécialement attractif grâce à plusieurs avantages dont les plus importants sont :

- Grâce au fait que les deux canaux du coude ont la même section transversale, les échantillons peuvent être extrudés de façon répétitive afin d'atteindre des taux de déformation exceptionnellement élevés ;
- Différentes routes peuvent être utilisées pour contrôler l'évolution de la texture et de la microstructure pendant la déformation ;
- Après plusieurs passages dans le coude, pour atteindre le taux de déformation désiré, les échantillons gardent une homogénéité raisonnable sur la plupart de la longueur du barreau extrudé ;
- Ce procédé peut être appliqué à des billettes assez grandes de telle façon qu'il existe un réel potentiel de produire des matériaux qui pourront être utilisés dans un large domaine d'applications ;
- L'extrusion par ECAP nécessite des procédures assez simples qui peuvent facilement être exécutées sur un grand nombre d'alliages et le matériel nécessaire pour faire du ECAP est facilement trouvable dans la plupart des laboratoires ;
- L'ECAP peut être développé et appliqué à des matériaux ayant différentes structures cristallines ainsi qu'à une grande variété de matériaux : des alliages durcis par précipitation, des intermétalliques, des matériaux composites, etc. ;

- Le procédé peut être conçu pour des grandes échelles et il existe du potentiel pour qu'un jour l'ECAP soit utilisé dans les procédés industriels de traitement des matériaux.
- Production de graines ultrafines équi-axes (UFG) ont été obtenus par exemple Taille des grains inférieure à 1  $\mu\text{m}$ .
- Les propriétés insolites apparaissent comme élevées : Résistance à la traction, ductilité et possibilité d'obtenir une super-plastie à basse température.
- Capacité de contrôler les propriétés cristallographiques et texture mécanique pendant l'ECAP multi-passe par rotation judicieuse de la pièce à usiner entre passes.
- Déformations uniformes et unidirectionnelles peut être produit sous un niveau relativement faible de pression et charge pour les produits massifs.
- Formation de microstructures complexes : Textures équi-axes, lamelles et fibreuses.
- Augmentation de la dureté.
- Réalisation de la consolidation en poudre.

Ces différentes caractéristiques attractives ont mené dans les dernières années a beaucoup d'études expérimentales et théoriques qui ont amélioré la compréhension des phénomènes ayant lieu pendant la déformation par ECAP.

## **Conclusion**

Le procédé d'extrusion ECAP présente un vaste champ d'applications dans le domaine de la synthèse et la déformation des matériaux, d'importantes contraintes et le mode de déformation simple contribuant tous deux à des effets importants et uniques sur la structure et les propriétés des alliages étudiés. Cette technique produit diverses modifications structurales, selon le matériau et les conditions employées : l'affinement de grains jusqu'à l'échelle nanométrique, l'affinement de phases et de particules, la restitution de vides, de pores et d'autres volumes présentant des défauts, l'amélioration de la diffusivité, le contrôle des texturations, le contrôle de la géométrie des structures, la solidification et la création de liens entre les particules, la transformation de phases et l'amélioration de la super-élasticité du matériau.

# CHAPITRE 4: MATÉRIAU ÉTUDIÉ ET LES TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

## Introduction

Dans ce chapitre, nous commençons par une description de l'alliage utilisé avec la méthode de déformation plastique sévère ECAP, Les techniques de caractérisation microstructurale : Microscopie optique, microdureté et la diffraction des rayons X.

### 4.1. Présentation de l'alliage étudié

Le matériau utilisé est l'alliage d'Aluminium 6063 modifié, il se compose principalement des éléments d'addition comme le magnésium et le silicium. Il contient aussi d'autres éléments d'addition cuivre, du manganèse et d'autres éléments en plus petite quantité. En effet, l'addition de manganèse (ou de chrome) dans la plupart des alliages de la série 6xxx permet d'augmenter leur limite élastique et de contrôler la taille de grain.

L'analyse de la composition chimique a été effectuée à l'aide d'un spectromètre à émission optique. Les résultats obtenues confirme que l'alliage étudié de nuance 6063 avec une addition supplémentaire de l'argent.

Le **tableau 4-1** représente la composition chimique de notre alliage d'études en pourcentage massique :

**Tableau 4-1-**Composition chimique de notre l'alliage d'étude.

<i>Si</i>	<i>Mg</i>	<i>Fe</i>	<i>Ag</i>	<i>Cu</i>	<i>Mn</i>	<i>Zn</i>	<i>Ti</i>	<i>V</i>
<i>0.443</i>	<i>0.337</i>	<i>0.267</i>	<i>0.11</i>	<i>0.028</i>	<i>0.024</i>	<i>0.020</i>	<i>0.013</i>	<i>0.011</i>
<i>Ga</i>	<i>Cr</i>	<i>Pb</i>	<i>Ni</i>	<i>Bi</i>	<i>Sb</i>	<i>Co</i>	<i>Sn</i>	<i>Al</i>
<i>0.010</i>	<i>0.007</i>	<i>0.006</i>	<i>0.002</i>	<i>0.001</i>	<i>&lt;0.005</i>	<i>&lt;0.003</i>	<i>&lt;0.002</i>	<i>98.594</i>

## 4.2. Elaboration de l'alliage

Notre alliage d'étude nous a été fourni sous forme d'un lingot de forme irrégulière.

Le lingot a été ensuite homogénéisé à 550°C pendant 24 h dans le but d'éliminer les ségrégations chimiques formées lors de l'état de la coulée et donc assurée l'homogénéité de la composition chimique



**Figure 4-1**-Lingot de l'alliage étudié après élaboration.

## 4.3. Transformation de lingot

Le lingot a été usiné par la suite dans un tour mécanique (Département Génie Mécanique) sous forme de cylindres de 10 mm de diamètre et de 60 mm environ en longueur. C'est sous cette forme finale (**Figure 4-2**) que les billettes vont subir la déformation plastique sévère de type ECAP.



**Figure 4-2-**Machine de tournage pour l'usinage des éprouvettes.



**Figure 4-3-**Les éprouvettes usinées.

#### 4.4. Présentation de l'ECAP

Les caractéristiques de la microstructure déformée sont influencées par différents paramètres parmi lesquels la déformation totale imposée et le mode opératoire qui lui est associé comme le nombre de passes à travers le moule et le type de routes. A cela s'ajoute la nature du matériau incluant sa structure cristalline, son énergie des défauts d'empilement.

Toutes ces caractéristiques interagissent entre elles de différentes manières de telle sorte que lorsqu'elles sont combinées aux facteurs expérimentaux comme les valeurs des angles  $\Phi$  et  $\Psi$  du moule, les valeurs de la vitesse et la température d'extrusion, il y a une multiplicité de permutations qui rendent difficile l'identification précise des impératifs dans le but d'atteindre une microstructure, à grains ultra fins, optimale.

Le moule utilisé présente une section efficace cylindrique, un diamètre de 10 mm, une longueur du canal suffisante pour permettre à une billette d'environ 60mm de se déformé.

Concernant cette partie on a réalisé un dispositif composé de trois parties, une matrice de déformation, elle a la forme qu'on a déjà expliquée dans le chapitre 3 dans l'ECAP et un bloc supérieur qu'on a ajouté comme renfort pour la matrice et poinçon de pression.

#### 4.5. Matrice de déformation

La matrice de déformation est réalisée par électroérosion, avec l'angle de canal choisi de  $90^\circ$  et un angle de courbure de  $20^\circ$ . Elle est réalisée par un acier très dur (nuance Z200 trempé) afin de supporter la charge appliquée par la presse et les contraintes intérieures effectuées sur les parois de la matrice durant notre processus de déformation.



Figure 4-4-La matrice de déformation.

#### 4.6. Poinçon de pression

Nos poinçons de pression sont sous forme de cylindrique. Ces pistons supportent de grande charge jusqu'à  $F = 90 \text{ kN}$  ce qui nous a facilité la compression de nos éprouvettes d'aluminium.



**Figure 4-5-**Poinçon de compression (100mm et 50mm).

Nous avons réalisé des pistons à différentes longueurs afin de faire pousser les éprouvette le maximum possible pour les passer dans l'angle de déformation, ce qui nous permis d'ajouter une autre éprouvette et éviter de faire ouvrir le dispositif à chaque fois.

#### **4.7. Renfort de la matrice**

Le renfort de la matrice est sous forme parallélépipèdes, il est mis et fixé sur la matrice avec des axes afin d'assurer la continuité renfort-matrice, il est sous différents épaisseurs pour l'objectif de gagner de longueur des éprouvettes afin d'atteindre des passes supérieures qui nécessite de grande longueur.

Pour l'usinage du renfort, on a procédé en deux étapes :

- **Fraisage** : pour l'usinage de la forme parallélépipèdes.
- **Perçage** : pour la réalisation des différents perçages coaxiale aux perçages de la matrice.



Figure 4-6-Machine de fraisage et perçage de la pièce renfort.



Figure 4-7- Les pièces renforts après usinage.

#### 4.8. La presse de manipulation

Durant nos essais, on a utilisé une presse au niveau du département de génie civil, Elle est composée en deux partie la partie fonctionnelle et la partie de manipulation :

- a) **La partie fonctionnelle** : cette partie est composée de deux parties, une partie supérieure mobile et une partie inférieure fixe (Figure 4-9).
- b) **La partie de manipulation** : elle représente le tableau de commande de la presse (Figure 4-8).

Cette presse est commandée manuellement à partir de la partie de manipulation elle peut exercer une force jusqu'à une force de 100 KN.



**Figure 4-8-**La presse de manipulation.

#### **4.9. Protocole de L'ECAP**

On prend une éprouvette de notre alliage, on suit après les étapes suivantes :

On lubrifie l'éprouvette, le poinçon et le chemin de déformation à l'intérieur de la matrice avec une graisse à base de lithium



**Figure 4-9**-La graisse de lubrification à base de lithium.

- a) Les trois pièces (matrice, renfort et piston) sont mises en ordre pour obtenir un dispositif, puis insérer l'éprouvette, enfin mettre le poinçon de pression
- b) Le dispositif est mis entre les deux parties de la presse (le pôle inférieur est fixe et le supérieur est mobile).
- c) Pour les passes supérieures on était obligé d'usiner d'autre éprouvette avec une longueur de 75 mm et un nouveau bloc renfort de la matrice d'épaisseur de 45 mm.

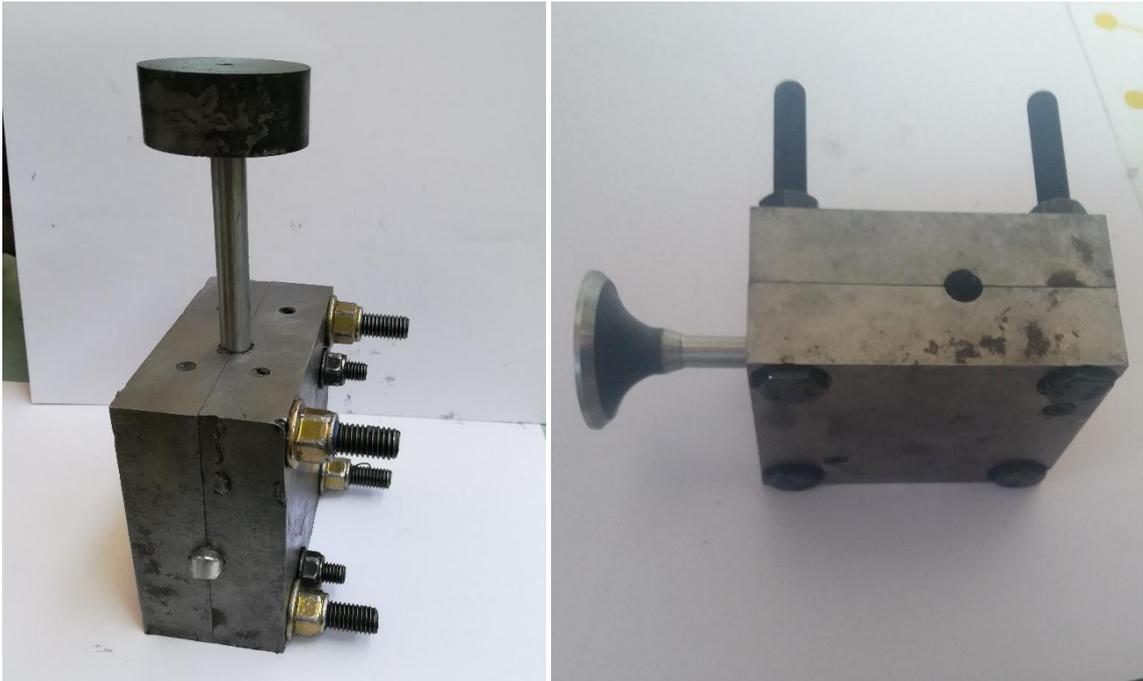


Figure 4-10-Dispositif de la méthode ECAP.



Figure 4-11-Le dispositif entre les deux parties de la presse.

#### 4.10. Les problèmes évoqués lors de l'expérience

Lors de notre expérience, on a rencontré plusieurs problèmes, qu'on va les citer :

##### 4.10.1. Le gonflement des éprouvettes

Le phénomène de gonflement des échantillons est dû au diamètre des éprouvettes et le diamètre du chemin de la matrice de déformation, le diamètre des éprouvettes épouse le diamètre du chemin, les éprouvettes à la sortie subissent un gonflement et une augmentation de diamètre ce qui ne crée pas de problèmes pour les autres passes.



**Figure 4-12-**Les éprouvettes gonflées.

La solution trouvée est de réduire le diamètre des éprouvettes par chariotage pour éliminer cet excès de diamètre.

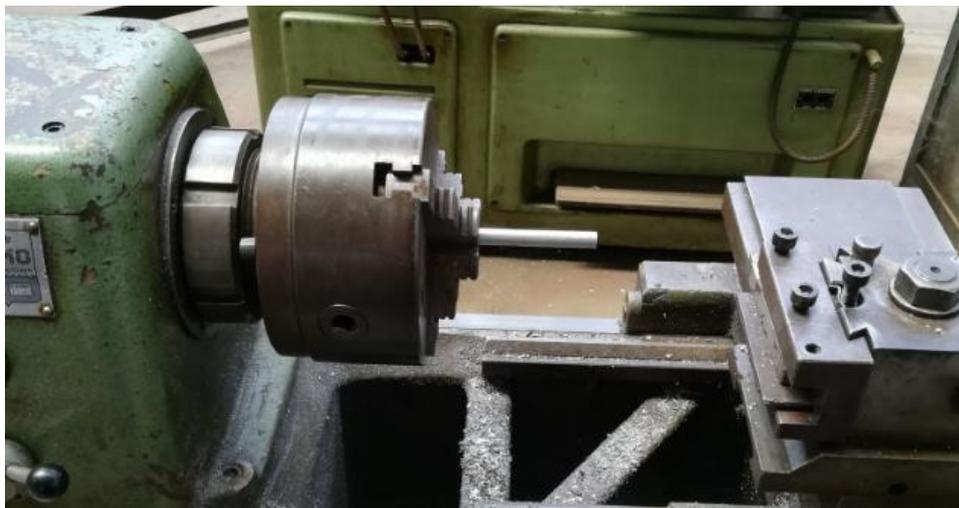


Figure 4-13-La réduction du diamètre des éprouvettes par chariotage.

#### 4.10.2. La mauvaise lubrification

Pour le cas de la lubrification, l'ECAP a besoin d'un lubrifiant spécial afin d'assurer le glissement de l'échantillon au niveau de la matrice sans causer le phénomène de gonflement ni le phénomène d'accumulation de la matière au niveau de l'échantillon.

Pour cela on a utilisé différente marque de l'lubrifiant afin d'assurer les conditions voulu.



**Figure 4-14-**Le phénomène d'accumulation de la matière.



**Figure 4-15-**Les différents lubrifiants utilisés.

### 4.10.3. Endommagement des pistons

Ce phénomène est dû à la forte pression appliquée sur le piston qui atteint les environs de 80 KN, on a perdu plusieurs.



**Figure 4-16-**Endommagement du piston de compression.

#### 4.10.4. Endommagement des boulons de fixation

Le cisaillement des boulons de fixation de la matrice est causé à la haute pression qui endommage les différentes parties de la matrice et l'ouverture de cette dernière qui peut être un vrai danger pour l'opérateur.

Pour réduire le danger, on a utilisé différents boulons avec des écrous à frein de fixation afin d'assurer et d'augmenter la sécurité.



**Figure 4-17-**Le cisaillement des boulons de fixation.

#### **4.10.5. L'absence de la protection au niveau de la presse**

La presse utilisée est sans couvercle de sécurité qui peut nous protéger contre les tirs des boulons cisailés de la matrice.



**Figure 4-18-**Le côté fonctionnel de la presse utilisée.

#### **4.10.6. L'endommagement de l'angle de canal dans la matrice**

On a eu un endommagement de l'angle de déformation à cause des plusieurs passés effectués.

On a eu aussi l'usure du chemin de déformation de la matrice qui est causé par le phénomène de l'usure à cause du frottement du poinçon et les parois de la matrice.



**Figure 4-19-**L'endommagement de l'angle de canal.

#### **4.10.7. La répulsion du renfort causé par la forte pression**

Les fortes pressions appliquées nous provoquent plusieurs problèmes, et parmi ces problèmes la répulsion de la pièce renfort. Cette dernière nous provoque le gonflement des éprouvettes et le débordement de la matière au niveau de la surface de la matrice.

Dans le but de résoudre ce problème, on a conçu un système dit « système de bridage », qui sert à la fixation du renfort à la matrice pour assurer une continuité du bloc, et d'éviter tous problèmes survenus de ce décalage.



**Figure 4-20-**Système de bridage.

## 4.11. Préparation métallographique

L'étude métallographique est un moyen de contrôle essentiel de la structure micrographique des matériaux métalliques. On commence par la préparation d'échantillon, enrobage le polissage et l'attaque chimique et en fin l'observation micrographique à l'aide d'un microscope optique

### 4.11.1. Découpage des échantillons

Les éprouvettes obtenues après déformation sont découpées en utilisant une micro tronçonneuse (**Figure 4-11**). Lors de cette opération, il est indispensable de lubrifier le disque. La découpe doit être aussi précise que possible.



Figure 4-21- Micro-tronçonneuse MICRACUT 150.

#### 4.11.2. Enrobage des échantillons

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. La **figure 4-22** présente le matériel utilisé pour la réalisation de l'enrobage à froid.



(a).Résine plus durcisseur.



(a).Moule.

Figure 4-22-Le matériel utilisé pour la réalisation de l'enrobage.

#### 4.11.3. Polissage des échantillons

Les échantillons subissent un polissage en utilisant des papiers abrasifs de granulométrie croissante 600, 800, 1000 et 1200 et enfin un papier finition à l'aide

d'injection de l'alumine en petite quantité afin d'éliminer tous les défauts de surface dans le but d'obtenir un état miroir de la surface des échantillons. Ces derniers sont lavés avec l'éthanol et séché à l'air comprimée.



**Figure 4-23-**Polisseuse mécanique de type Hitech Europe.

#### 4.11.4. Attaque chimique

L'observation des échantillons en microscope optique nécessite une attaque chimique pour révéler sa microstructure, pour cela on a utilisé un réactif de Keller dont sa composition est la suivante :

- Acide fluorhydrique (HF) : 2 ml
- Acide chlorhydrique (HCl) : 3ml
- Acide nitrique (HNO<sub>3</sub>) : 5 ml
- Eau distillée (H<sub>2</sub>O) : 180 ml

#### 4.12. Microscopie Optique

Après polissage et l'attaque chimique, nos échantillons sont envoyés pour l'observation de leurs microstructures afin de voir le changement de la taille des grains au niveau de chaque passe, pour cela on a utilisé un microscope optique NIKON couplé à une caméra (**figure 4-13**) au laboratoire de Métallurgie et Mécanique au Centre de Recherche en Technologies industrielles CRTI). Les agrandissements utilisés sont **x200** et **x500**.

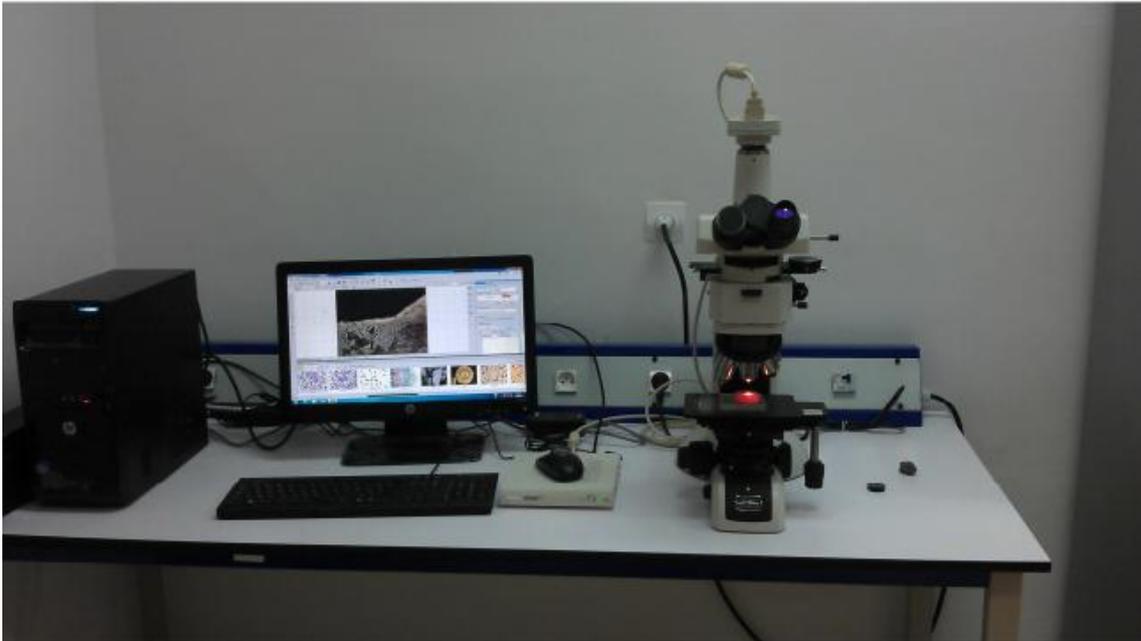


Figure 4-24-Le Microscope optique utilisé.

### 4.13. Essai de microdureté

A l'inverse des essais de dureté usuels, les essais de microdureté sont destinés à définir les propriétés à l'intérieur des grains, soit de la matrice, soit de ses divers constituants. La microdureté Vickers (HV) est l'une des caractéristiques mécaniques des alliages suivis durant les traitements thermiques. En général la dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la déformation, sa mesure est basée sur la détermination des dimensions d'empreintes produites dans le matériau par enfoncement d'un pénétrateur, sous l'action d'une charge appliquée.

Avant qu'on procède aux essais, il est nécessaire que les échantillons soient polis, La charge choisie est de 500 g. L'objectif est de maximiser les écarts de tailles d'empreintes entre les différents états. Le test s'effectue pendant une durée de 10 secondes. Vickers HV est liée à la diagonale moyenne ( $d$ ) de l'empreinte mesurée en  $\mu\text{m}$  et à la charge pondérale appliquée ( $F$ ) en grammes ; elle se calcule par la relation suivante :

$$HV = \frac{189 \cdot F \cdot 10^3}{d^2} \quad (\text{IV.1})$$

Où  $F$  est le niveau de la charge appliquée ;  $d$  est le diamètre de l'empreinte et  $d_m$  est la moyenne des deux diagonales de l'empreinte ; La **figure 4-14** montre la dimension de l'empreinte et la formule de calcul de la dureté selon Vickers.

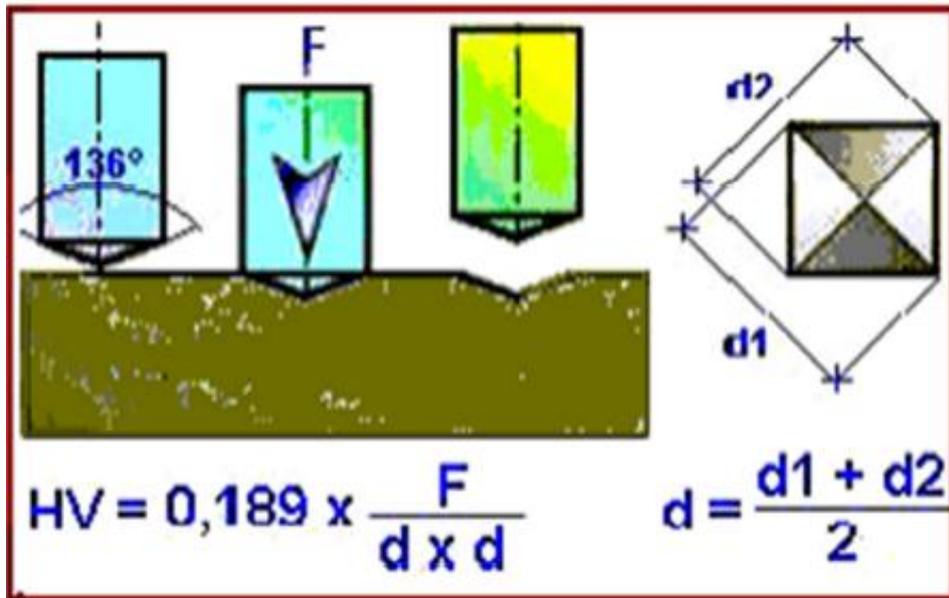


Figure 4-25-Principe de l'essai de microdureté.



Figure 4-26-Le microduromètre utilisé pour nos essais.

## 4.14. La Diffraction des rayons X

### 4.14.1. Le principe de la méthode

Le principe de la diffraction des rayons X s'appuie sur l'irradiation d'un échantillon par un faisceau monochromatique de rayons X, dont le recueil des ondes diffractées est effectif selon la condition de Bragg :

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (\text{IV.2})$$

Avec :

$n$ : ordre de la diffraction.

$\lambda$ : longueur d'onde du faisceau de rayon X.

$d$ : distance de deux plans réticulaires.

$\theta$ : angle d'incidence des rayons X.

Ainsi, lorsque l'angle du faisceau incident augmente progressivement, jusqu'à ce que la condition de diffraction soit vérifiée pour la première famille de plans réticulaires (hkl), un faisceau diffracté sera capté par le détecteur. Ceci permet de représenter l'intensité des rayons diffractés en fonction de la position angulaire ( $2\theta$ ), faisant apparaître des pics de diffraction (diffractogramme).

L'angle  $2\theta$  de diffraction dépend de l'énergie du rayonnement incident et de la structure cristalline de l'échantillon. Donc à chaque phase cristalline correspond une signature unique ; c'est l'ensemble des caractéristiques des pics de diffraction. La comparaison de ces derniers avec la base de données qui fournit un fichier de référence J.C.P.D.S (Joint Commette Powder Diffraction Standard) permet, a priori, une caractérisation et une identification de la structure cristalline de toutes les phases présentes dans le matériau avec celles de la base de données de référence. Le dépouillement des diffractogrammes permet de suivre l'évolution d'une structure cristalline du matériau de base en fonction de différents types de traitement (mécanique, thermochimique...).

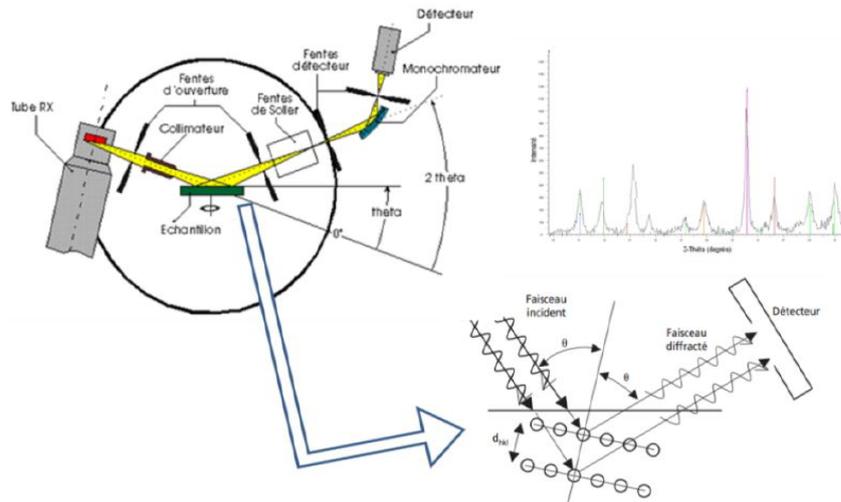


Figure 4-27-Schéma de principe de la technique d'analyse par diffraction des rayons (DRX).

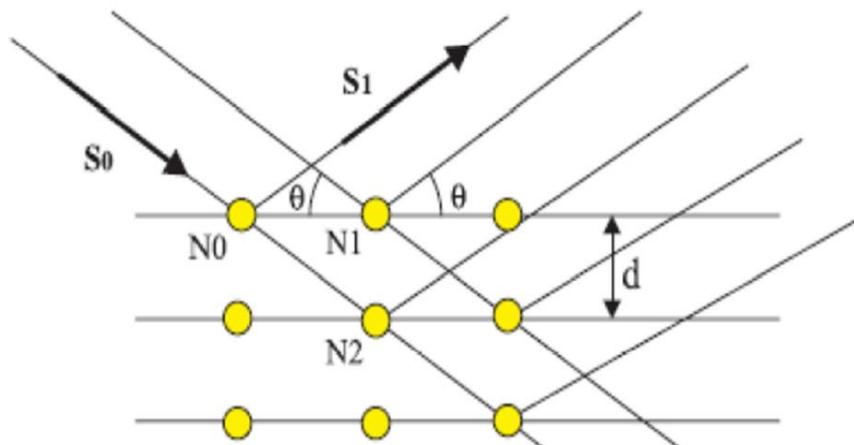


Figure 4-28-la loi de diffraction de BRAGG.

#### 4.14.2. Traitement des données via Maud

L'analyse des données a principalement été réalisée avec le logiciel MAUD. MAUD est l'acronyme de Material Using Diffraction. Ce logiciel a été développé par Luca Lutterotti de l'université de Trent en Italie. En se basant sur la méthode de Rietveld, cette application permet de modéliser via une fonction mathématique un diffractogramme théorique se rapprochant le plus possible du diffractogramme expérimental. Le logiciel MAUD (Material Analysis Using Diffraction) a été utilisé pour indexer les pics du diffractogramme réalisé. En fait, ce logiciel permet aussi l'analyse quantitative, l'analyse de texture et d'anisotropie et la détermination des contraintes résiduelles. (Figure 4-29).

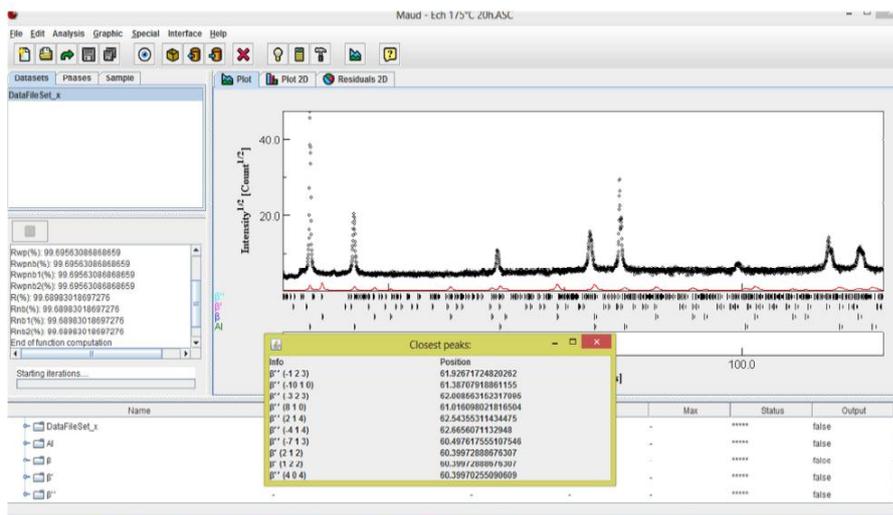


Figure 4-29-Interface du logiciel MAUD.

### Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les différentes techniques et outils utilisés dans la réalisation de notre étude. Nous avons adopté une démarche expérimentale rigoureuse dans le but d’assurer, au mieux, la cohérence et la fiabilité des résultats obtenus.

La combinaison de ces matériaux, techniques expérimentales et outil logiciel est indispensable pour l’aboutissement de nos expérimentations.

# CHAPITRE 5: RÉSULTATS ET INTERPRÉTATIONS

## Introduction

Dans ce chapitre nous présenterons les éprouvettes déformées, leur caractérisation métallographique par microscope optique, l'évolution de la microdureté et la diffraction des rayons X. Les différents résultats seront interprétés en relation avec d'autres travaux et informations recueillies dans la bibliographie.

### 5.1. Protocole des passes répétitives

Nous avons choisi de travailler avec la route B<sub>C</sub>. Après que les billettes aient subi les passes N=1, 2, 3 et 4, elles ont été découpées en plusieurs échantillons cylindriques qui nous permettent de réaliser les différentes techniques de caractérisation.

### 5.2. Présentation des billettes déformées

Nous montrons dans la **figure 5-1** les photos prises des billettes après les différentes passes. Nous notons qu'à mesure que le nombre de passes augmente, la longueur des éprouvettes diminue (l'un des inconvénients de la méthode).



**Figure 5-1-**Présentation des billettes de l'alliage Al-Mg-Si 6063 déformées par ECAP.

### 5.3. Etude métallographique

Cette partie concerne plus particulièrement l'observation métallographique des échantillons étudiés à l'état déformé et non déformé. Cette partie nous permet de suivre les changements de la microstructure au cours des déformations successives.

### 5.4. Observation de l'état non déformé

La figure 5-2 représente la microstructure de l'alliage 6063 modifié par addition d'argent à l'état non déformé. Rappelons que l'échantillon a subi, après la coulée, un traitement d'homogénéisation suivi d'une trempe. La microstructure est caractérisée par des grains allongés, grossier et non uniforme, cette structure est en effet, caractéristique d'un alliage qui n'a subi aucun procédé de mise en forme.

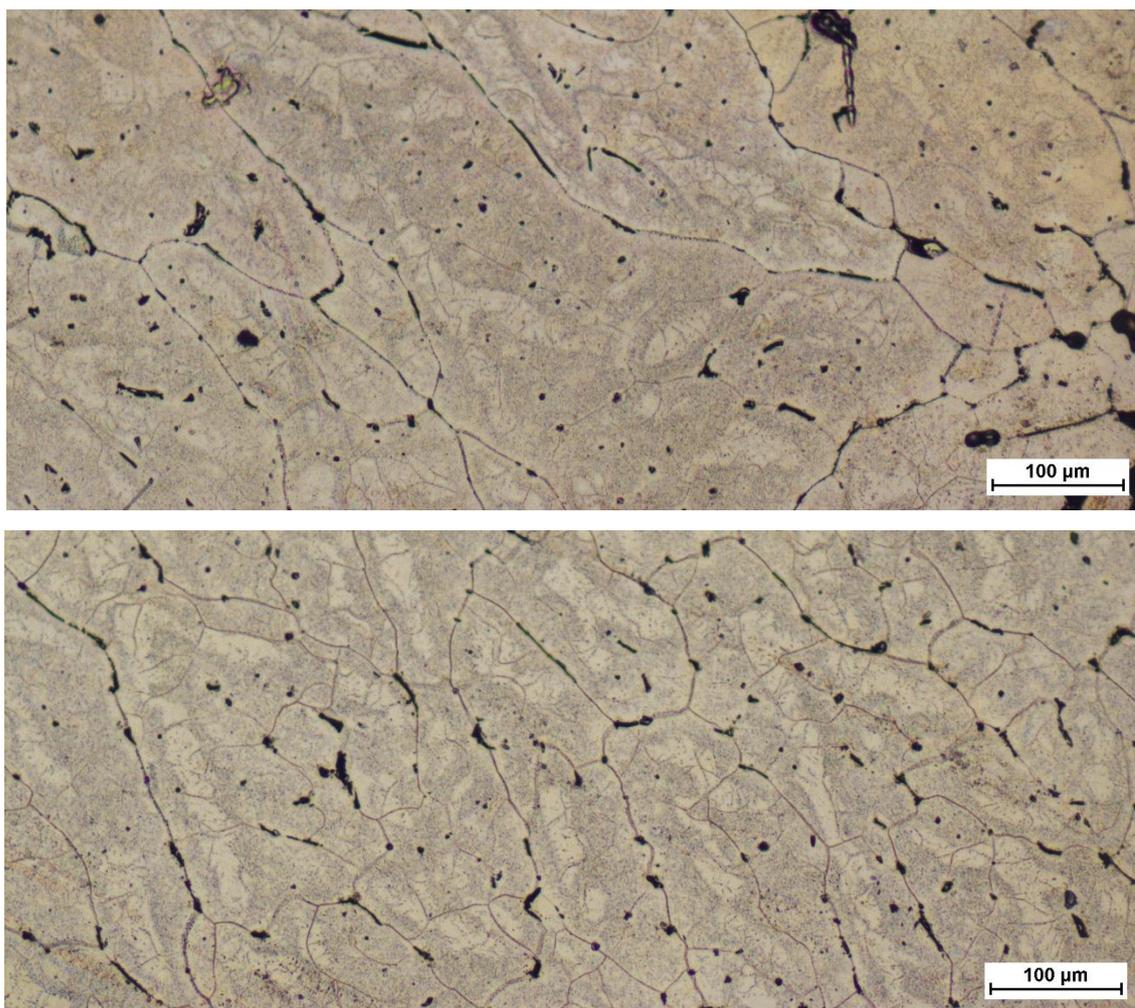


Figure 5-2-Microstructure de l'alliage à l'état non déformé.

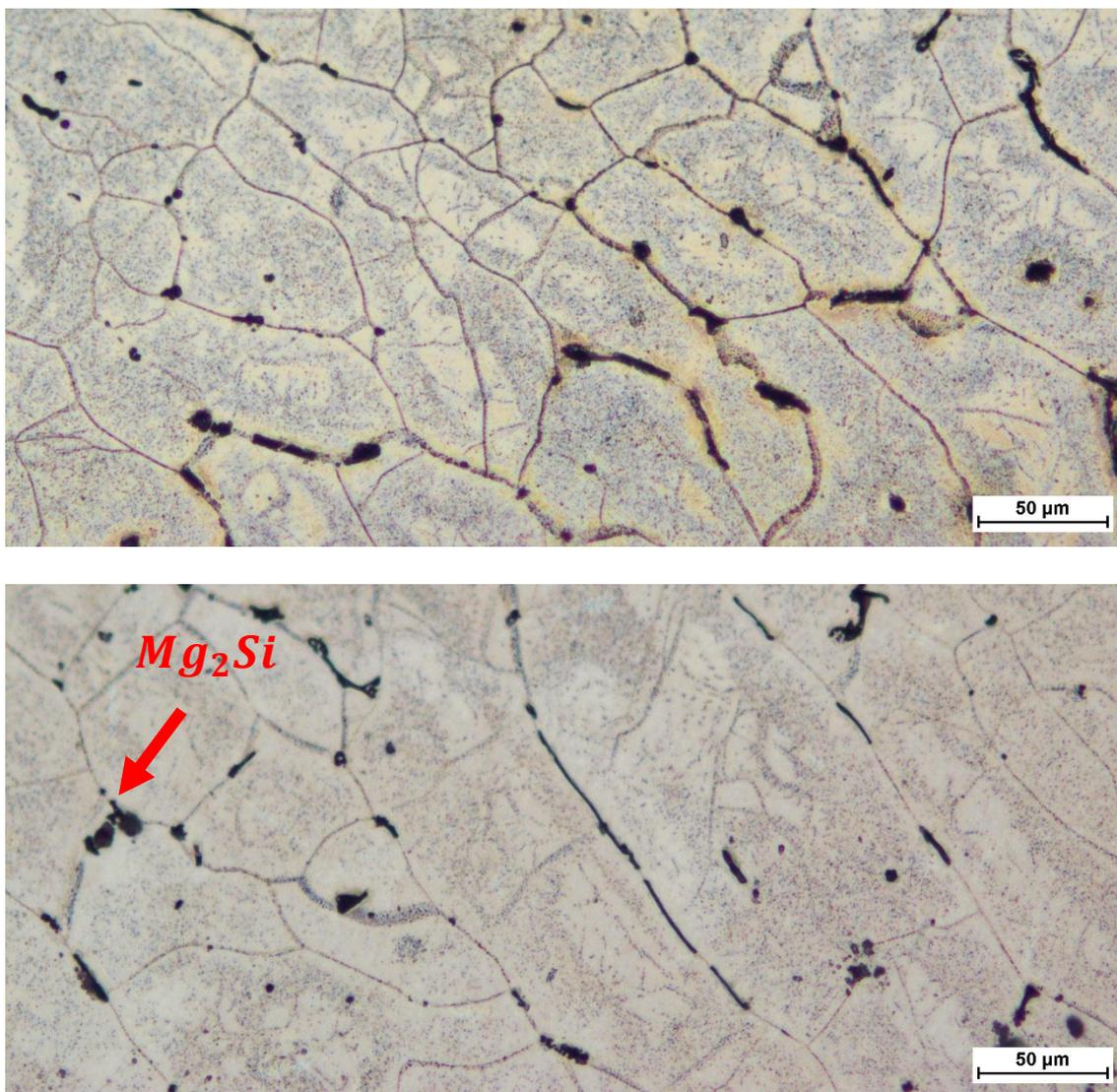
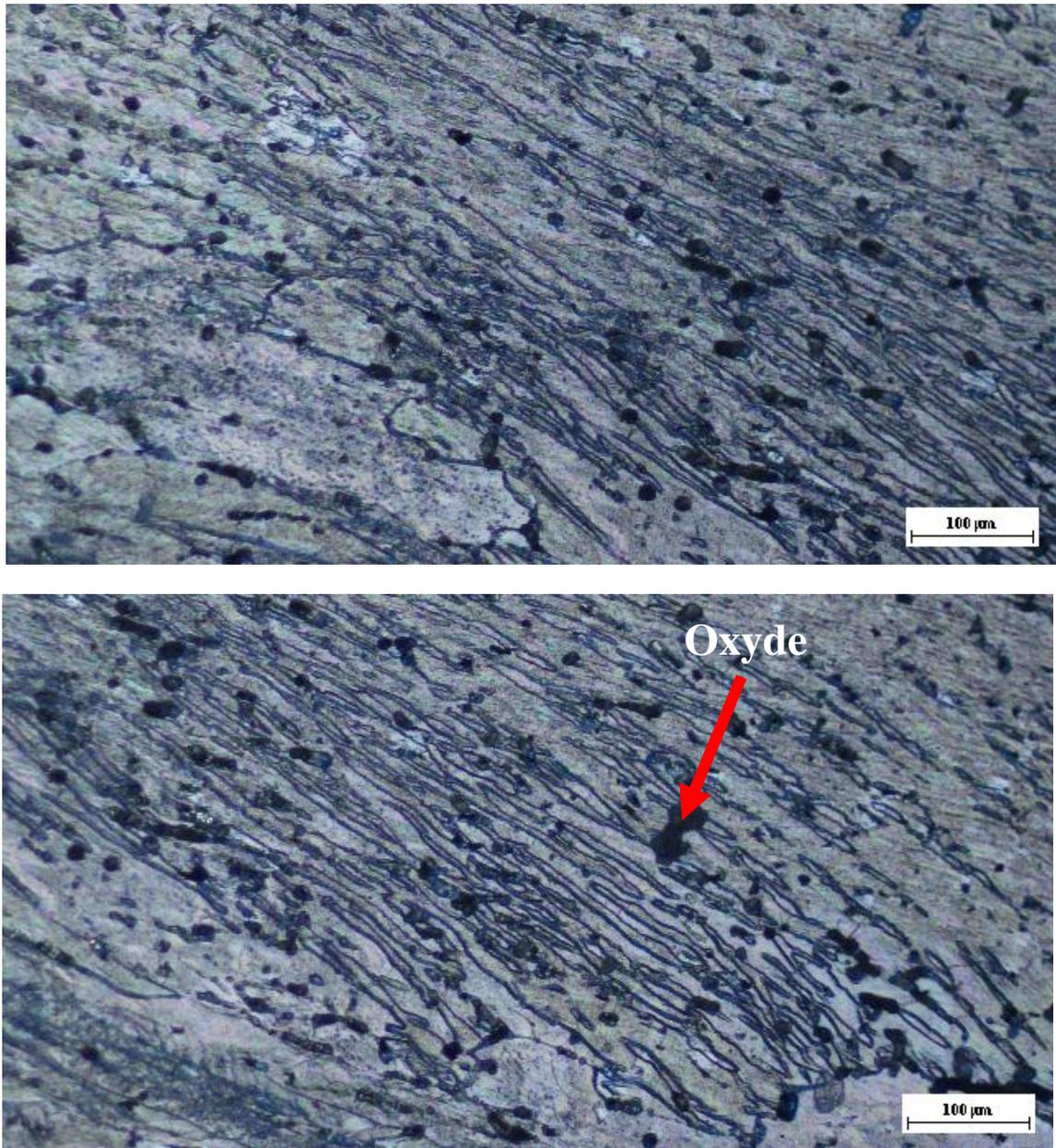


Figure 5-3-Microstructure de l'alliage à l'état non déformé.

### 5.5. Structure de l'état déformé

Les observations par le microscope optique nous permettent de suivre l'évolution de la microstructure en fonction du taux de déformation (nombre de passe). Il est aisé de constater (**figure 5-4**) qu'après la première passe, les grains s'allongent sévèrement selon la direction de l'extrusion. En comparant avec la structure de l'état initial, on peut voir que l'écrasement des grains et la consolidation dynamique qui s'en suit, entraîne la formation de grains allongés dans la direction de la déformation. En augmentant le nombre de passes, les grains deviennent de plus en plus allongés sous l'effet de l'écrasement répétitif (**figures V-6, V-7, V-8, V-9 et V-10**). A partir de la 3<sup>ème</sup> passe, l'observation des cristallites par la microscopie optique devient difficile malgré le changement de l'oculaire vers le grossissement le plus élevé (1000 X), d'où la nécessité d'utiliser des techniques plus avancées pour mettre en évidence cette structure, en

l'occurrence, la microscopie électronique. Les micrographies nous montrent aussi que le plan de cisaillement change entre chaque passe due au choix de la route B<sub>C</sub>.



**Figure 5-4**-Microstructure de l'alliage déformé N=1.

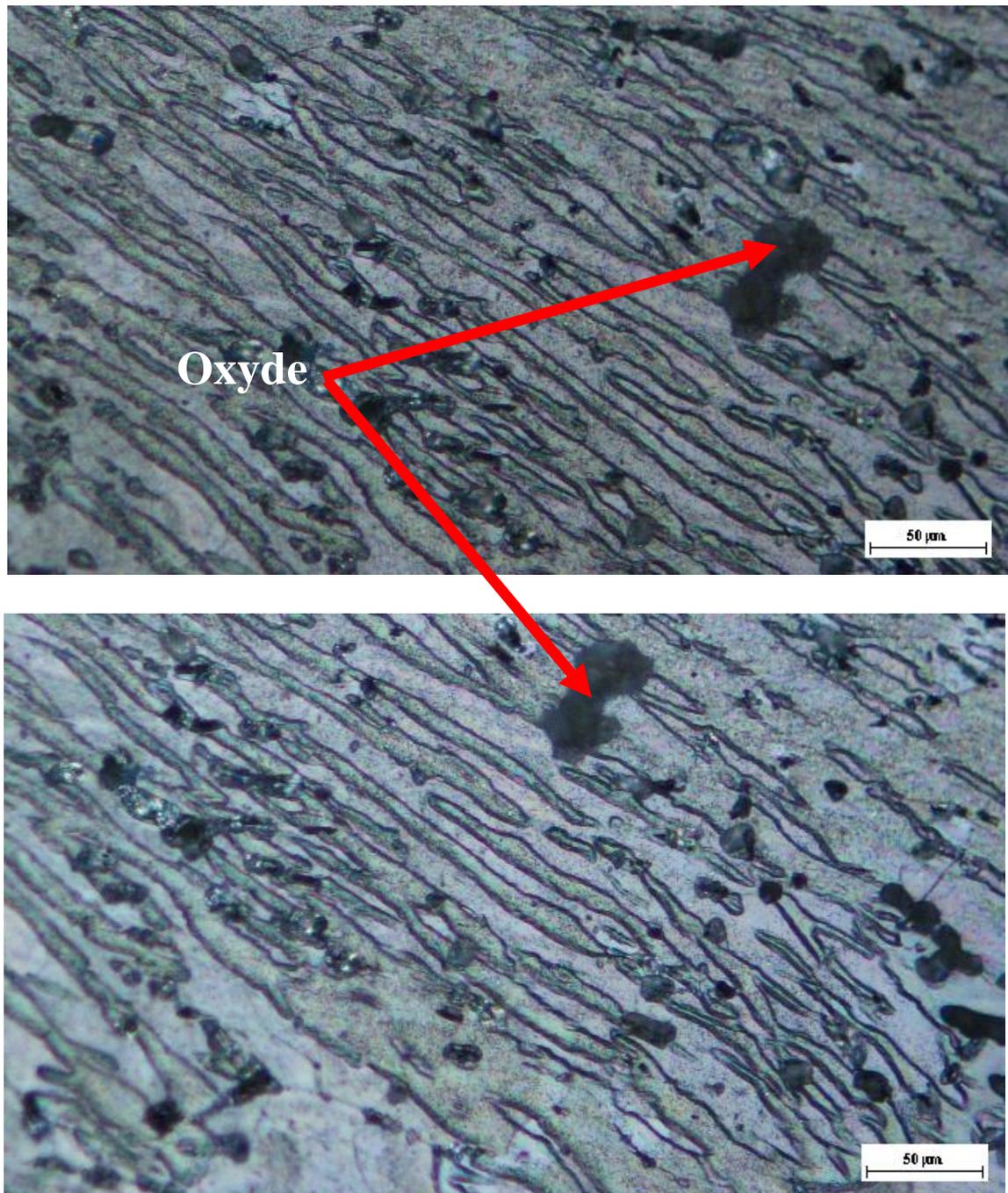
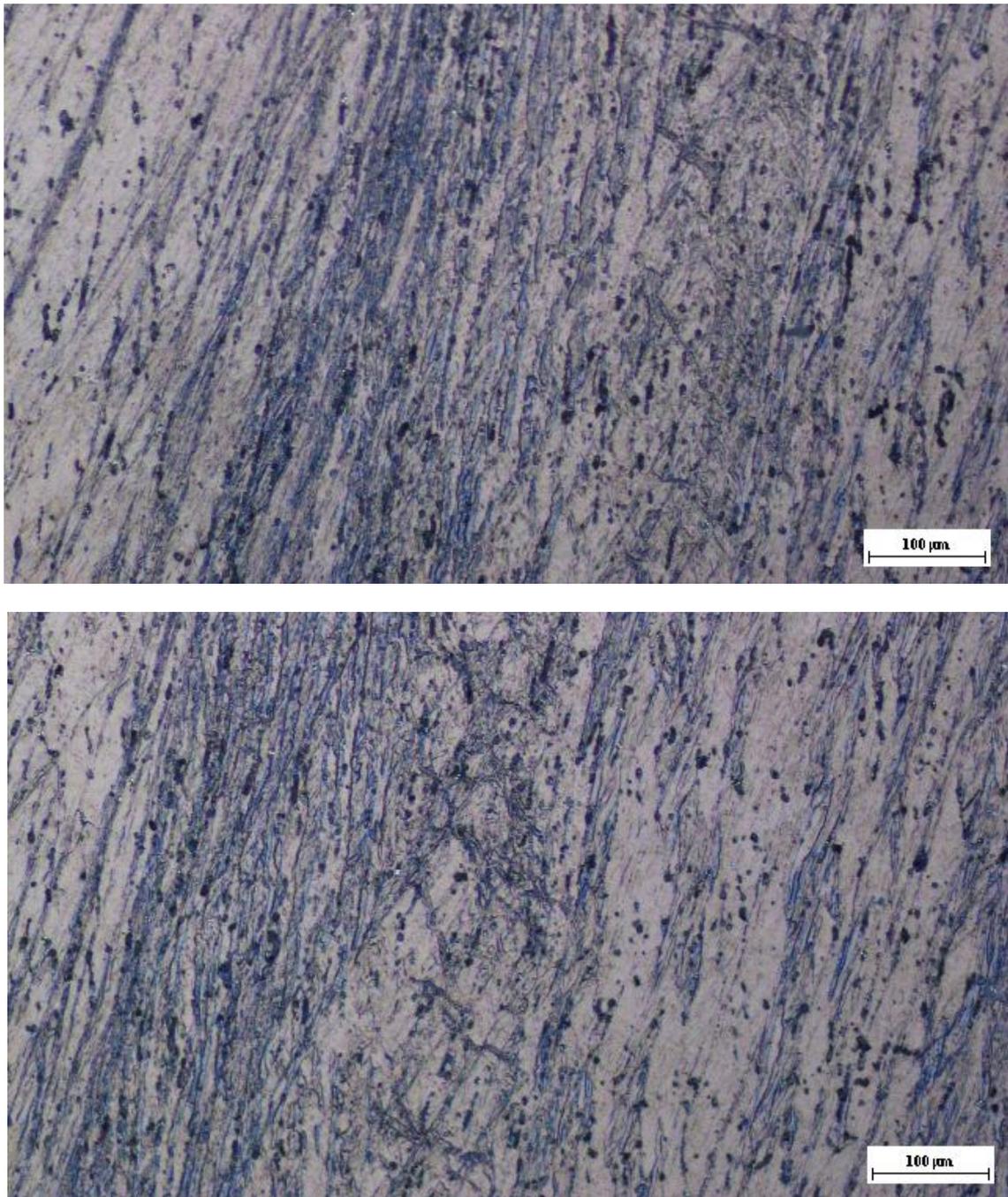
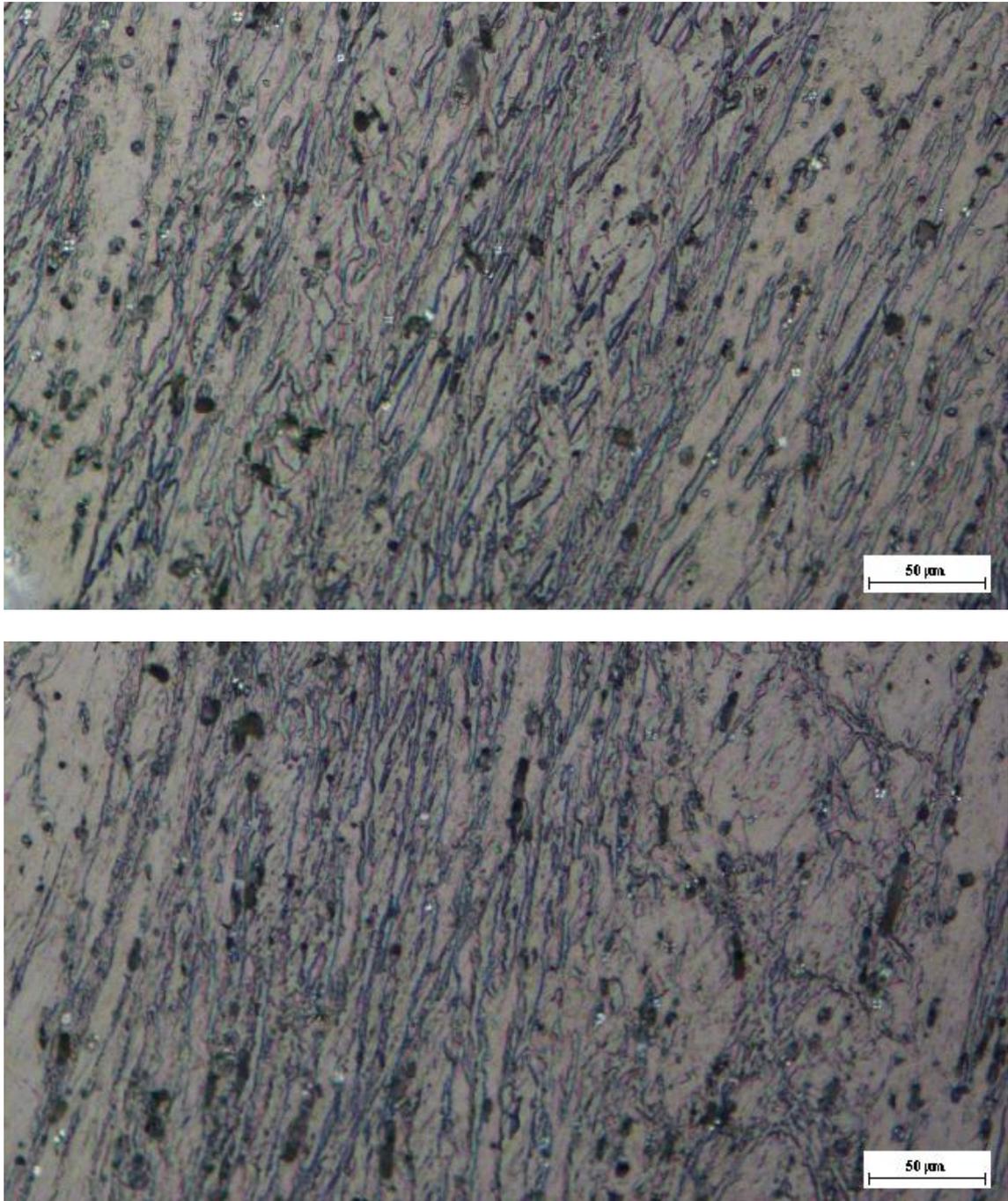


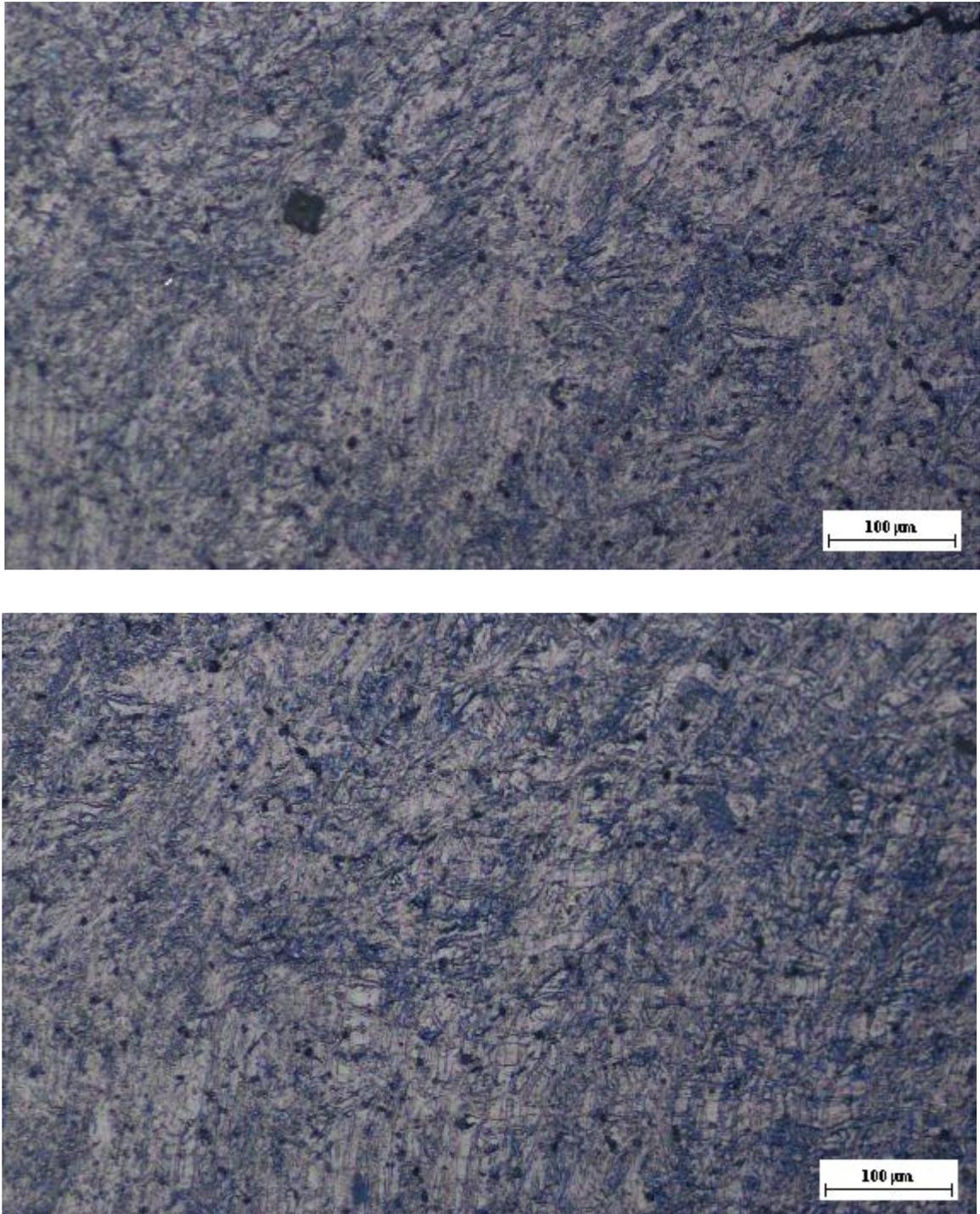
Figure 5-5-Microstructure de l'alliage déformé N=1.



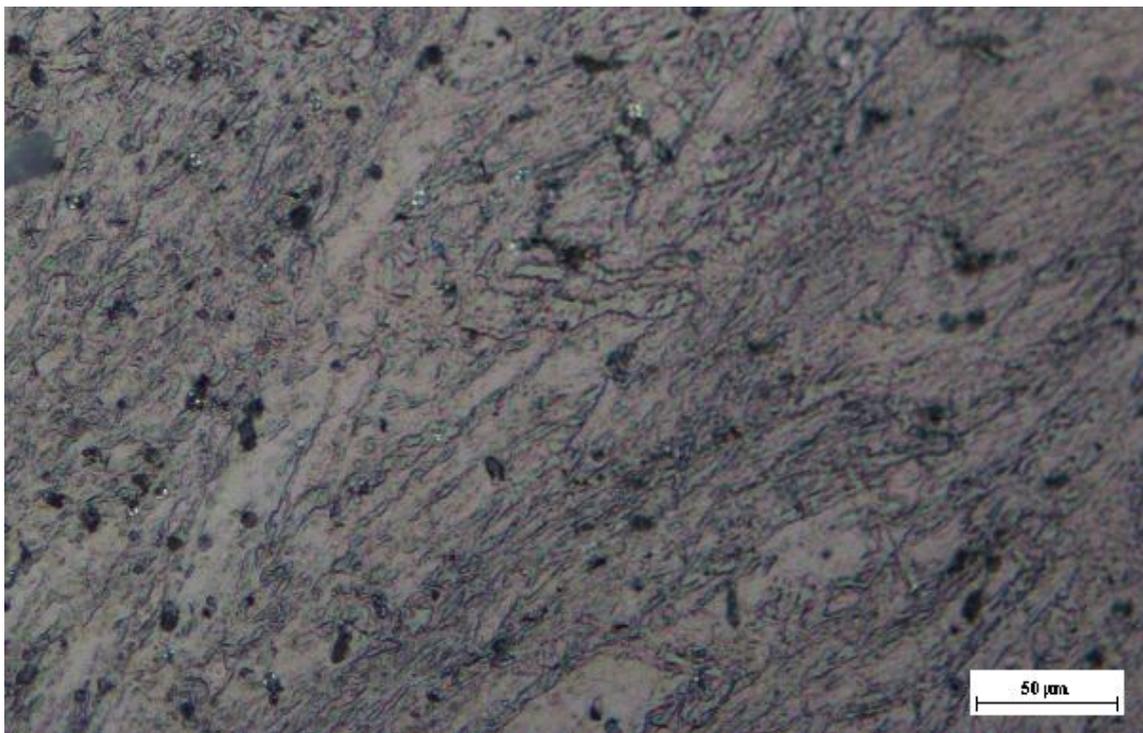
**Figure 5-6-**Microstructure de l'alliage déformé N=2.



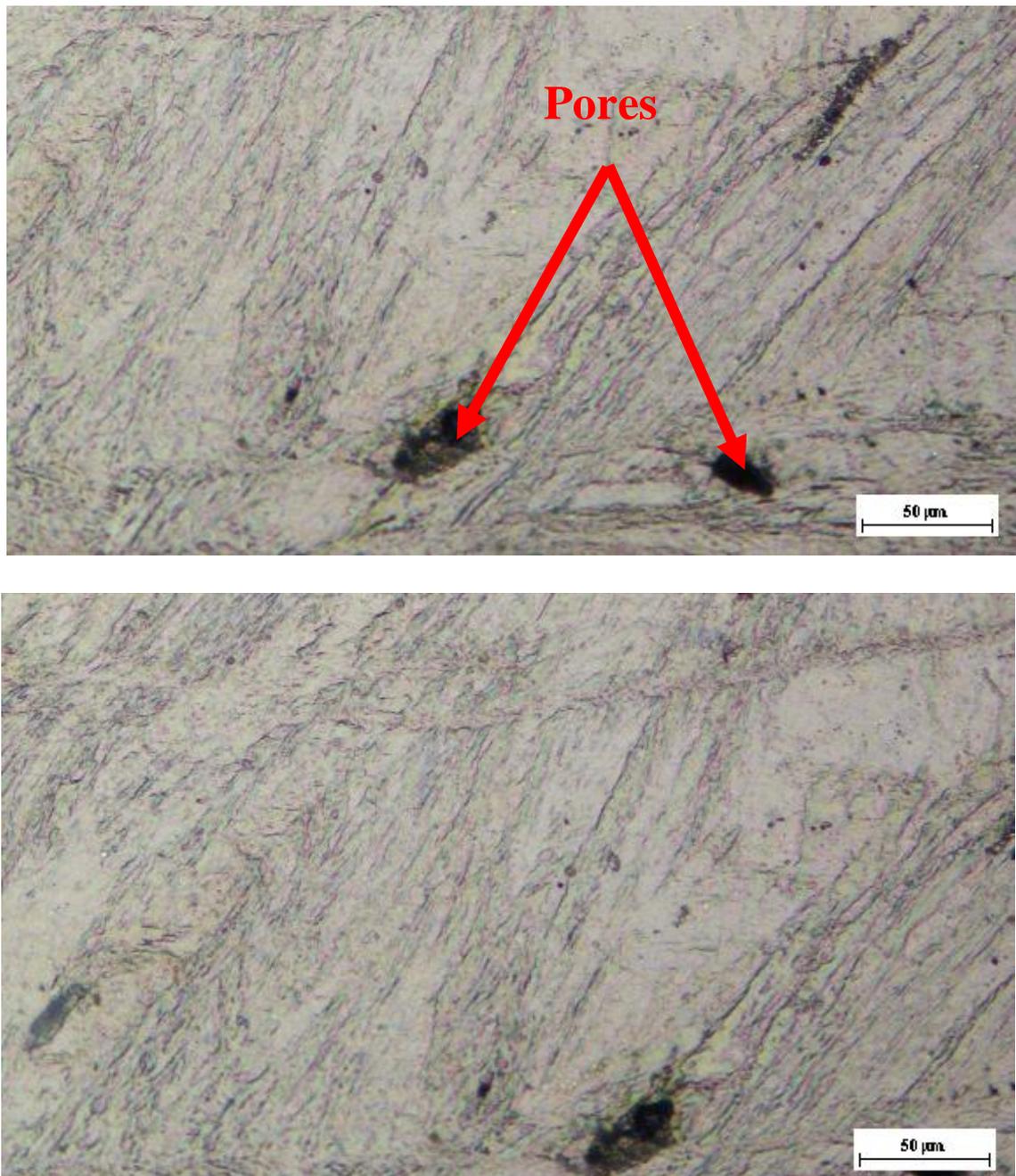
**Figure 5-7-**Microstructure de l'alliage déformé N=2.



**Figure 5-8-**Microstructure de l'alliage déformé N=3.



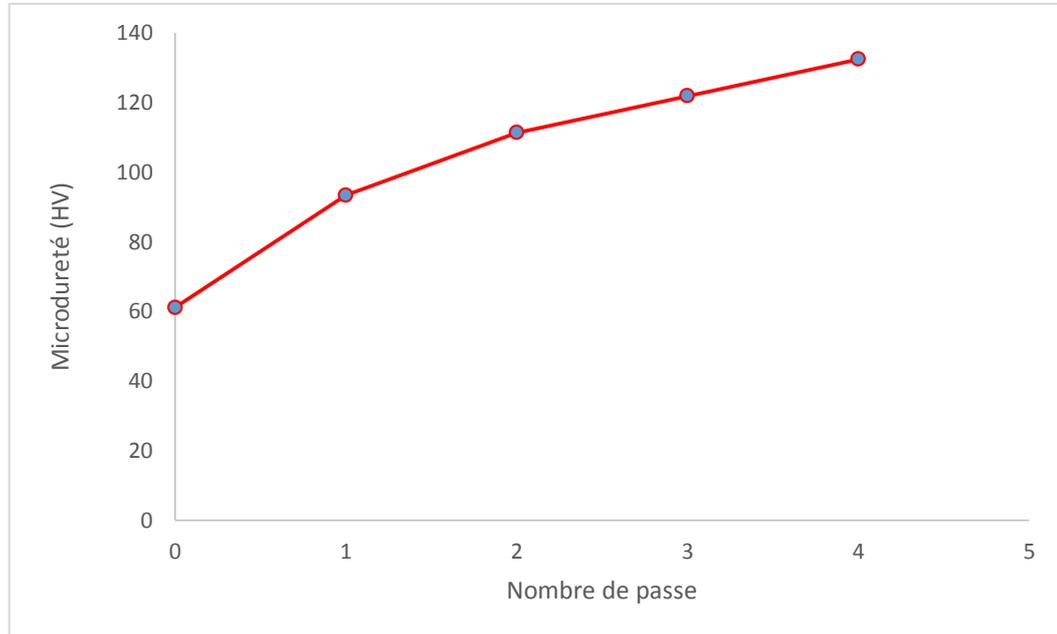
**Figure 5-9**-Microstructure de l'alliage déformé N=3.



**Figure 5-10**-Microstructure de l'alliage déformé N=4.

## 5.6. Evolution de la microdureté

La figure 5-11 présente l'évolution de la microdureté en fonction du nombre de passes ECAP. On peut nettement voir que la première passe induit une augmentation significative de la microdureté. Puis, celle-ci augmente légèrement et atteint une valeur relativement élevée autour de **132 Hv** après la quatrième passe. Donc, la microdureté a été doublée après la 3<sup>ème</sup> passe, ce qui confirme la réussite de nos essais.



**Figure 5-11**-Evolution de la micro dureté Vickers en fonction du nombre de passes de l'alliage Al-Mg-Si après hyper déformation par ECAP via la route Bc de 1 passe jusqu'à 4 passes.

Il a été bien affirmé, dans la littérature [29,30], que les contributions des différents mécanismes de durcissement peuvent agir de manière indépendante les uns des autres et le durcissement total pour un matériau nano structuré (e.g. alliages d'Al) tel que le durcissement par l'addition d'une solution solide, par précipitation ...et.

Le durcissement total pour un matériau nano structuré (e.g. alliages d'Al), peut être exprimé par la loi (V.1) :

$$\sigma = \sigma_0 + \sigma_{gs} + \sigma_{ss} + \sigma_{dis} + \sigma_{pr} \quad (\text{V.1})$$

Où  $\sigma_0$  est la contrainte Peierls stress, est  $\sigma_{gs}$  le terme de durcissement par effet de taille des grains,  $\sigma_{ss}$  est le terme de durcissement par mise en solution solide,  $\sigma_{dis}$  est le terme de durcissement par accumulation de dislocation et  $\sigma_{pr}$  est le terme de durcissement par précipitation [30].

Concernant notre étude expérimentale, les termes les plus effectifs pour le durcissement sont ceux associés à la réduction de la taille des grains et à l'accumulation de densité de dislocations donc notre équation va devenir la suivante :

$$\sigma = \sigma_{gs} + \sigma_{dis} \quad (\text{V.2})$$

La **figure 5-12** présente l'augmentation de la microdureté observée suit une loi en puissance sous la forme :

$$Hv = 96.36N^{0.249} \quad (\text{V.3})$$

Avec :

**Hv** : la microdureté

**N** : nombre de passe variant entre 1 et 4.

Nous constatons que la dureté peut croître légèrement si nous appliquons une deux passes supplémentaires. Cependant, d'après plusieurs auteurs [32,33], cette augmentation se stabilise après la sixième passe et peut même diminuer si le processus de déformation continu.

Il est bien connu que les déformations sévères provoquent une fragmentation des grains .L'augmentation de la dureté est liée au changement de la microstructure (affinement des grains) observée par métallographie optique, et peut être également relié avec l'augmentation de densité de dislocations provoqué par l'écrouissage de notre alliage. Cette densité de dislocation est confirmée par diffraction des rayons X.

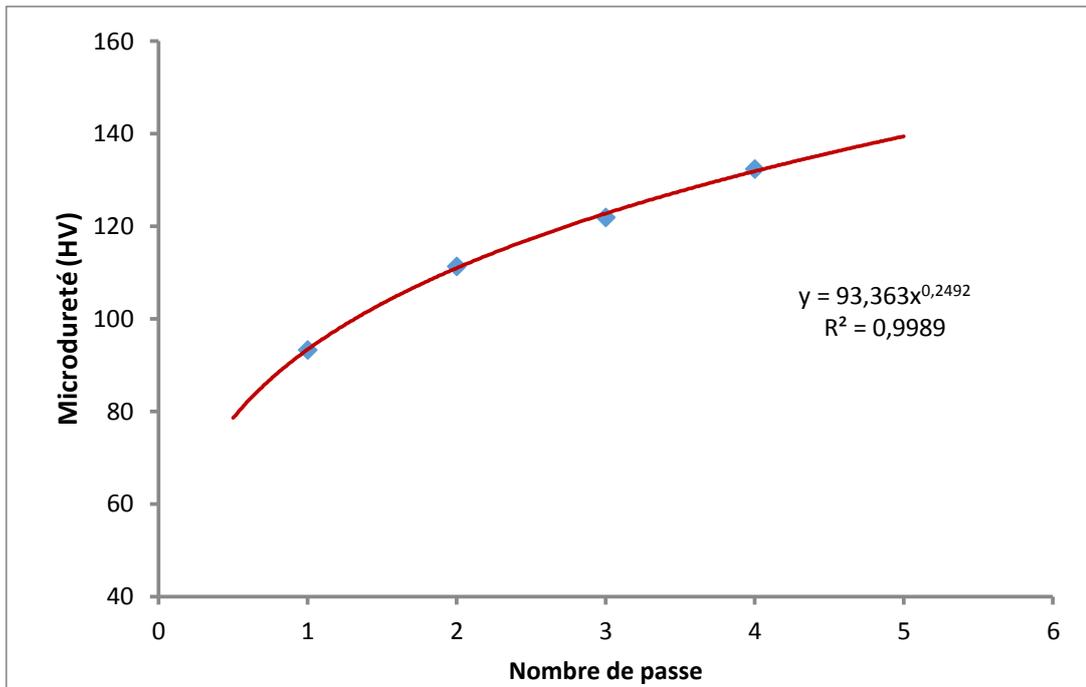


Figure 5-12-Evolution de la micro dureté Vickers suit la loi puissance.

### 5.7. L'indice d'inhomogénéité de la microdureté

La figure 5-12 représente l'indice d'inhomogénéité de la microdureté en fonction de nombre de passe qui est calculé par l'équation suivante :

$$HI = \frac{HV_{max} - HV_{min}}{HV_{moy}} \quad (V.4)$$

**HI** : l'indice de l'inhomogénéité

**HV<sub>max</sub>** : la microdureté maximale

**HV<sub>min</sub>** : la microdureté minimale

Et pour le **HV<sub>moy</sub>** est calculé par la relation :

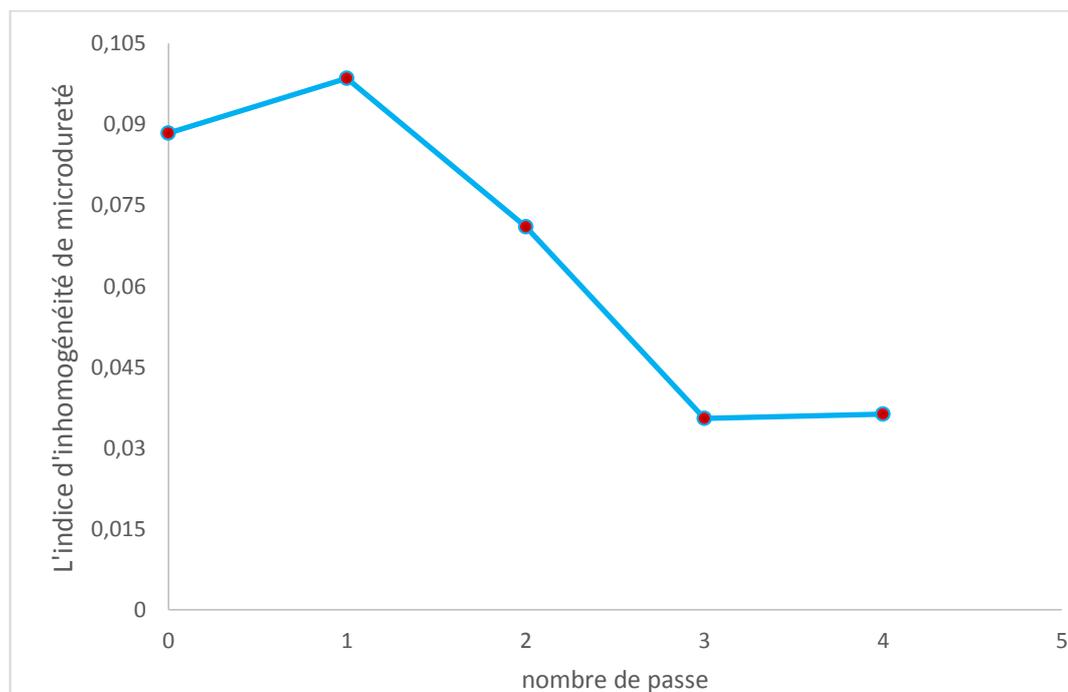
$$HV_{moy} = \frac{\sum_{i=1}^n HV_i}{n} \quad (V.5)$$

**HV<sub>i</sub>** : Les micro-duretés pour chaque passe.

**n** : Nombre mesuré pris en considération

On remarque notre alliage de réception à une valeur d'indice d'inhomogénéité 0,08. Cet indice augmente pour atteindre sa valeur maximale de 0,098 dans la première

pas. Après elle diminue pour atteindre une valeur minimale de 0,035, peut être considérée comme le début du domaine de stabilité à partir de la quatrième passe.



**Figure 5-13**-Représente l'indice d'inhomogénéité de la microdureté en fonction de nombre de passe.

L'écart entre l'angle de canal et de courbure est un paramètre important qui affecte l'homogénéité de déformation. L'indice d'inhomogénéité de la microdureté calculé pour les différentes passes (**Figure 5-13**) diminue avec l'augmentation du nombre de passe, donc plus l'alliage est déformé, plus il devient homogène. Ce résultat explique que la zone en contact avec l'angle de canal est la plus affectée (une haute microdureté) que la zone en contact avec l'angle de courbure, ce qui explique le choix de la route B<sub>C</sub>. L'avantage de cette route est de faire tourner les éprouvettes d'un angle de 90° dans le même sens entre chaque passe. Cette procédure assure une plus grande homogénéité (à la quatrième passe) donc une diminution de l'indice de l'inhomogénéité de l'alliage. Donc notre étude est en bon accord avec les travaux de recherche précédents qui confirment que la route B<sub>C</sub> est la plus efficace pour les alliages d'aluminium [33].

Pour l'augmentation observée pour la première passe est interprété qu'à l'état initial, notre alliage est inhomogène vu le grand nombre de défauts contenus dans le matériau qui sont dus aux défauts d'élaboration et de coulée.

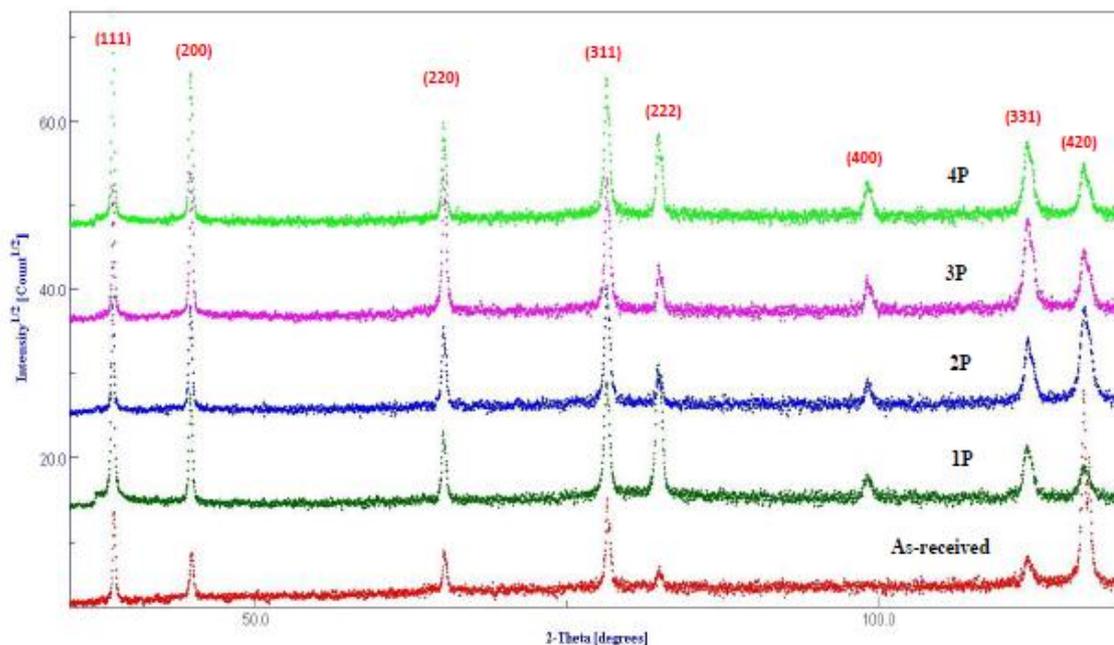
## 5.8. Analyse structurale par diffractions des rayons X

Les résultats de diffraction des rayons X des échantillons déformés, nous donnent les principaux paramètres microstructuraux qui évoluent en fonction du taux de déformation (dans notre cas est le nombre de passes). Notons que les diffractogrammes constituent aussi une autre source non négligeable d'information comme l'ordre à courte distance (topologie des espèces chimiques).

Une raie de diffraction est caractérisée par sa position, son intensité et sa forme (élargissement, asymétrie). Comme la connaissance des paramètres qui définissent ces raies est essentielle pour toute analyse des profils des raies de diffraction, nous rappelons brièvement ces paramètres dans les sous-sections suivantes.

### 5.8.1. Indexation des plans

La figure 5-14 montre les résultats de l'analyse par diffraction des rayons X. l'ensemble des pics observés correspondent à la phase  $\alpha$  sursaturée en éléments d'alliages (Mg, Si, Ag, ...). Ceci en raison du fait que la structure analysée a subi un traitement d'homogénéisation dans le domaine monophasé a suivi d'une trempe. Aucun traitement de recuit n'a été réalisé. L'exploitation des pics de diffraction en utilisant le logiciel MAUD nous permet de déterminer d'autres caractéristiques de notre alliage déformé.



**Figure 5-14**-La superposition des diagrammes de diffraction avant et après déformation par l'ECAP.

Les pics indexés reflètent à la structure cristallographique CFC de la matrice d'aluminium.

Les réflexions de Bragg observées ont été élargies après chaque passe d'ECAP, qui est liée à la réduction de la taille des cristallites et à l'importante déformation du réseau mis en place par ECAP. Les élargissements typiques des réflexions les plus intenses (220) Al et (222) Al avec le numéro de passage ECAP, ce qui a été confirmé par les micrographies otiques et l'affinement des grains

D'autre part, Le changement d'intensité des réflexions ont été observées après le processus ECAP, qui est liée à la texturation des échantillons déformés.

Les pics se déplacent vers des valeurs  $\theta$  élevées (**figure 5-14**). Un tel comportement a été expliqué dans la littérature par la création de défauts d'empilement par déformation intensive et confirme la variation du paramètre de réseau pendant ECAP.

**5.8.2. Calcul de paramètre de la maille**

La position en angle d'un pic de diffraction sur les diffractogrammes permet de connaître le paramètre réticulaire  $d_{hkl}$  et les indices de Miller (h, k, l).

Après détermination des positions des pics d'aluminium ; on a recouru à la relation de Bragg pour déterminer la distance réticulaire  $d_{hkl}$  :

$$n\lambda = 2 * d_{hkl} * \sin(\theta) \tag{V.3}$$

L'aluminium est de structure cubique à face centré donc le paramètre de la maille est calculé par :

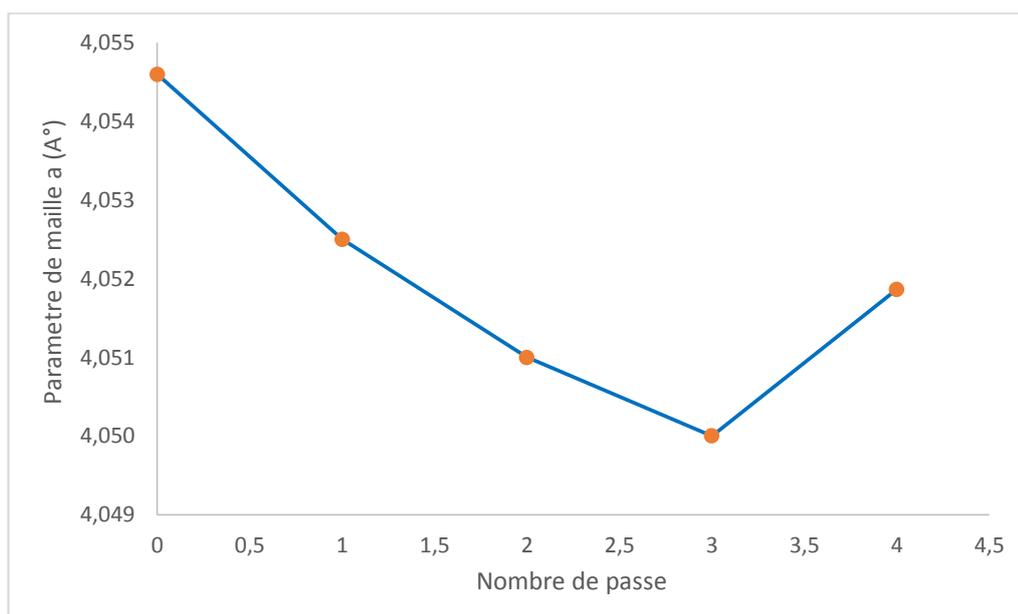
$$a = d_{hkl} * \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \tag{V.4}$$

**Le tableau 5-1** représente les valeurs de paramètre de maille pour chaque passe :

**Tableau 5-1-** Paramètre de maille pour chaque passe.

Nombre de passe	0	1	2	3	4
Paramètre de maille (Å)	4,054	4,0525	4,051	4,050	4,052

**La figureV-15** schématise la petite variation de paramètre de maille après chaque passe :



**Figure 5-15**-la variation du paramètre de la maille en fonction du nombre de passe.

Une diminution importante du paramètre de réseau est obtenue jusqu'à la troisième passe. La variation maximale était de  $\sim 0,5\%$ , et par la suite, il a été légèrement augmenté, mais il reste toujours inférieur à celui de l'aluminium 6063 non déformé.

En outre, les valeurs obtenues sont beaucoup plus élevées que la valeur donnée par la fiche ASTM de l'aluminium. Ce fait peut témoigner de la conservation d'une grande quantité d'atomes de Si et de Mg dans le réseau d'aluminium. La diminution du paramètre de réseau était probablement due à la déformation par l'ECAP [34].

En outre, il a été démontré qu'une réduction de la taille des cristallites peut également expliquer la diminution du paramètre de réseau

En conclusion, le paramètre du réseau n'a pas changé régulièrement pendant le processus ECAP. Ce comportement du paramètre de maille en fonction du nombre de passes provient principalement de deux effets opposés d'alliage :

- (i) L'existence des lacunes et la dissolution des éléments, ayant des rayons atomiques inférieurs (par exemple Fe (1,17 Å) et Si (1,26 Å)) que Al (1,43 Å) diminue le paramètre de réseau.
- (ii) La dissolution des éléments, ayant des rayons atomiques supérieurs (par exemple, un élément de Mg (1,6 Å) que l'élément Al, augmente le paramètre de réseau.

On peut tirer comme remarque que la déformation par ECAP de l'alliage Al 6063 entraîne deux phénomènes une compression et une dilatation du réseau cristallographique et cela est vu par l'évaluation de la variation du paramètre de maille d'Al.

### 5.8.3. Microdéformation

La figure 5-16 représente la variation de la microdéformation en fonction des différentes passes par le procédé ECAP.

On remarque une augmentation de la microdéformation des cristallites durant la première passe, suivi d'une augmentation rapide au niveau de la deuxième passe pour atteindre un maximum 0,08941% dans la troisième passe. La microdéformation atteint la stabilité dans la quatrième passe

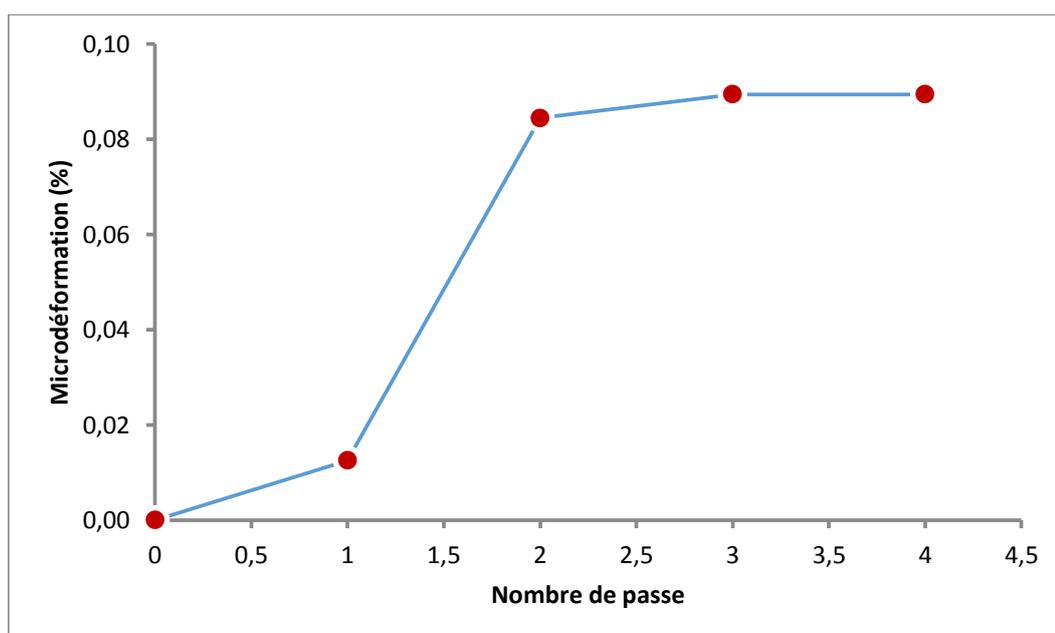


Figure 5-16-La variation de la microdéformation en fonction de nombre de passe.

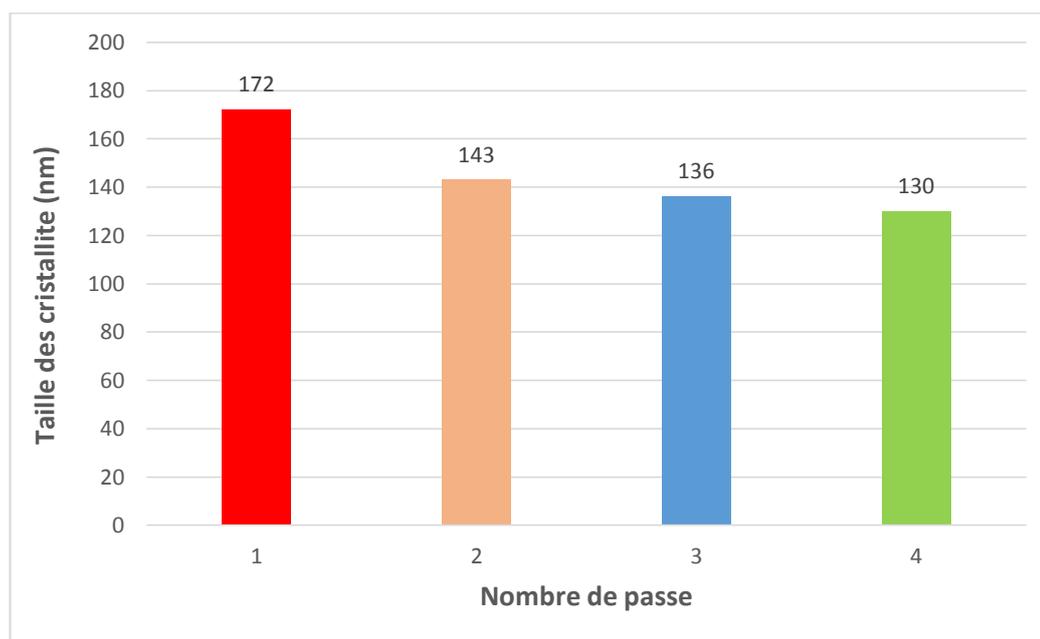
La microdéformation à l'état initiale (état trempé) est différente de la valeur nulle. Ces micro-contraintes sont à l'origine de la trempe. En effet, la trempe conduit à un excès de lacunes qui se manifeste sous forme de microdéformation du réseau cristallin de la phase  $\alpha$ .

L'augmentation de la microdéformation après la première passe est liée à une forte contrainte appliquée sur notre alliage par le procédé ECAP suivi d'une augmentation importante par rapport à la passe une, car notre alliage devient dense (dans la première passe il y a des défauts de porosité et lacunes), ces défauts diminuent le taux déformation dans la première passe (fermeture de porosité).

Après de la troisième passe, la microdéformation se stabilise. Cette dernière est expliquée par l'atteinte de la microdéformation limite de l'alliage.

#### 5.8.4. Détermination la taille des cristallites

La variation de la taille des cristallites en fonction du nombre de passe est donnée dans la **Figure 5-17**. Après la première passe, on peut remarquer clairement une diminution importante de la taille des cristallites. Cette variation diminue jusqu'à atteindre un minimum de 129,734 nm au niveau de la quatrième passe. Ces résultats ont été confirmé par la micrographie optique



**Figure 5-17**-La courbe représente la taille de cristallite en fonction de nombre de passe.

Cette diminution importante de la taille des cristallites est en fonction de deux paramètres essentiels cités ci-dessus (le paramètre de maille et la microdéformation). Dans chaque passe, il y a une augmentation de la microdéformation qui influe d'une manière directe sur la diminution de la taille des cristallites vue l'inverse proportionnalité existante entre ces deux paramètres.

La taille des grains à l'état non déformé sont de taille grossière de l'ordre de 65  $\mu\text{m}$  on ne peut pas les exprimer sur le histogramme (la taille initiale des grains est calculée à l'aide du logiciel Image J).

#### 5.8.5. Détermination de la densité de dislocation

La **figure 5-18** montre la variation de la densité de dislocation ( $\rho$ ) en fonction du nombre de passe ECAP. Pour les échantillons plastiques sévèrement déformés, la densité

de dislocation,  $\rho$ , peut être calculée en fonction de la taille des cristallites,  $\langle D \rangle$ , les déformations  $\langle \varepsilon \rangle$  et le vecteur Burger,  $b$ , selon l'équation [31] :

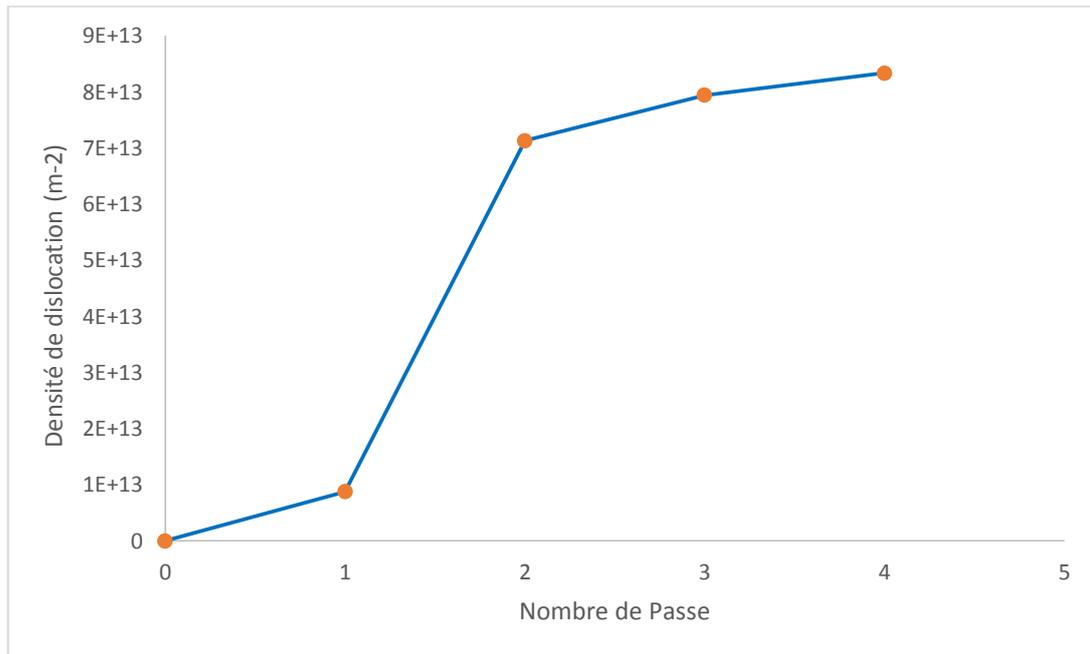
$$\rho_D = 2\sqrt{3} \frac{\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}}{\langle D \rangle * b} \quad (\text{V.5})$$

Où  $b = \frac{\sqrt{2}}{2} a$  pour la structure CFC et  $a$  étant le paramètre réseau.

On voit clairement dans **la figure 5-17** que la densité de dislocation augmente en fonction de nombre de passe pour atteindre une valeur maximale de  $8,33 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-2}$ .

La microdureté augmente car l'affinement des grains provoque une augmentation de densité des joints de grains qui sont une source de dislocation.

L'augmentations de la densité de dislocation peut être expliqué que l'alliage est écroui, il a subi une très grande déformation plastique ce qui implique une multiplication de la densité de dislocation. Après la troisième passe, il y a une petite augmentation car l'alliage entre dans le domaine de saturation en densité de dislocation. Le résultat obtenu est confirmé par la littérature des déformations plastique sévère vue l'ordre de densité de dislocation est de  $10^{13}$ .



**Figure 5-18**-La variation de la densité de dislocation ( $\rho$ ) en fonction du nombre de passage.

## **Conclusion**

Nous avons présenté dans ce chapitre les résultats des expérimentations conduites dans le cadre de cette étude. Ces expérimentations avaient comme premier objectif l'étude des paramètres microstructuraux (paramètre de la maille, la taille de la cristallite, la microdéformation et la densité de dislocation) pour les différentes passes. Le deuxième objectif était l'évaluation de la microdureté pour chaque passe pour chaque échantillon déformé sévèrement.

Les résultats issus de chaque analyse étaient en bonne cohérence avec les hypothèses de l'étude et confirment bien que le matériau déformé est de plus en plus disloqué à chaque fois qu'on avance dans les passes, ce qui implique une augmentation au niveau de la microdureté pour atteindre une valeur deux fois plus grande que la valeur de l'échantillon de réception.

**CONCLUSION GÉNÉRALE ET  
PERSPECTIVES**

### Conclusion générale

Dans ce travail, nous avons étudié l'effet de l'ECAP, un type particulier de déformations plastiques sévères sur un alliage industriel, un alliage d'aluminium 6063 modifié par l'argent. Nous nous sommes intéressés à l'étude des changements (avec l'hyper déformation) de la microstructure et la microdureté.

La route B<sub>c</sub> est utilisée dans notre protocole expérimental dans cette hyper déformation, elle signifie qu'à chaque passe on tourne nos billettes autour de leur axe longitudinal d'un angle de 90° dans le sens des aiguilles de la montre entre deux passes successives. Ce choix se justifie par le fait que l'étude de ce matériau hyper déformé par ECAP est la première du genre. Les différentes études faites dans cette méthode dans les laboratoires du monde par l'application d'autre type de route (A, B<sub>A</sub> et C), par conséquent il serait bénéfique qu'on utilise une autre route différente à celle déjà prise et c'est pour cela qu'on a choisi la route B<sub>c</sub>.

Pour aboutir à nos objectifs, nous avons utilisé plusieurs techniques expérimentales dont essentiellement la diffraction des rayons X, les mesures de la micro dureté et la microscopie optique. Nous avons eu dans ce travail, l'occasion d'utiliser le logiciel MAUD pour l'indexation du diffractogrammes, le calcul des paramètres de la maille, la taille de la cristallite, la mesure de la microdéformation et la mesure de la densité de dislocation. Il s'est avéré que ce dernier est très efficace pour ce type d'analyse. En effet, les résultats obtenus sont très proche de ceux donnés par la littérature.

On peut tirer les conclusions suivantes :

- 1) La microstructure de notre alliage d'aluminium 6063 modifié par l'argent hyper déformé par ECAP *via* route B<sub>c</sub> jusqu'à 4 passes consiste grains allongées et alignées le long de la direction d'extrusion avec une taille plus fine.
- 2) Une différence significative dans les morphologies des grains entre les grains initiaux et les grains déformés après la première passe.
- 3) L'augmentation du nombre de passages jusqu'à 4 entraîne une diminution de la taille des grains (une perte en épaisseurs des grains), ce qu'on appelle l'affinement des grains.
- 4) Le passage à l'ECAP a entraîné une augmentation de la valeur de la microdureté qui tend à se stabiliser après la 4<sup>ème</sup> passe.
- 5) Augmenter le nombre de passages jusqu'à 4 à un taux de contrainte plus faible.
- 6) Une amélioration considérable de propriétés mécaniques meilleures que celle de l'alliage reçu.
- 7) Une diminution de la taille des cristallites en fonction de nombre de passe.
- 8) Une microstructure de plus en plus brisée à chaque fois que notre matériau subit une passe supplémentaire.
- 9) Une microstructure plus homogène a la 4ème passe.

10) Le MAUD est un logiciel efficace pour le traitement des diffractogramme des rayons X

Les résultats qu'on a pu obtenir sont en bon accord avec la théorie et le niveau de précision est acceptable. On s'intéresse par la suite, en vue d'améliorer nos calculs et d'élargir notre étude et d'optimiser notre travail.

### **Perspective**

- L'étude de l'influence de l'angle de canal et de courbure sur les propriétés de notre alliage d'étude.
- Réaliser d'autres essais à différentes températures pour voir les différentes microstructures des bielles déformées.
- Faire d'autre essais en choisissant une autre route afin d'effectuer une comparaison des propriétés obtenues par les deux routes.
- Une amélioration de notre matrice de déformation afin d'atteindre des passes supérieures.
- Réduire le nombre de problème qu'on a pu avoir durant notre étude expérimentale.
- Il serait très intéressant de faire une étude microscopique en utilisant le microscope électronique à balayage (MEB) vu que la taille des grains est devenue microscopique.
- Mesure de la résistivité électrique pour voir l'influence de la méthode ECAP sur la conductivité de notre matériau suivant le nombre de passe.
- Il est judicieux de déterminer les propriétés mécaniques de cet alliage telles que l'essai de traction et l'essai de flexion.

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

### Référence

- [1]. Joffrey Tardelli. « Etude Du Comportement Electrochimique Des Phases Intermétalliques Des Alliages D'aluminium 2214-T6 Et 7050-T74 : Approche Multi échelle De Matériaux Polyphasés ». Thèse De Doctorat. L'université De Lorraine, Nancy.2012.
- [2]. Madjid Ifires. « Etude Du Comportement Electrochimique De L'alliage Aa6061 Dans Le Milieu Nacl En Présence D'inhibiteur De Corrosion ». Thèse Doctorat. Université Saad Dahleb De Blida.26 Janvier 2012.
- [3]. A. Heinz, A. Haszler, C. Keidel, S. Moldenhauer, R. Benedictus, and W. S. Miller. «Recent Development in Aluminium for Aerospace Applications». Materials Science and Engineering a, 280(1):102–107, 2000.
- [4]. W.S. Miller, L. Zhuang, J. Bottema, A.J. Wittebrood, P. De Smet, A. Haszler, And A. Vieregge. «Recent Development in Aluminium Alloys For the Automotive Industry». Materials Science and Engineering a, 280(1):37–49, 2000.
- [5]. Reboul M. « Corrosion Des Alliages D'aluminium ». Techniques De L'ingénieur, 2005, P. Cor 325 1-19.
- [6]. U. S. Geological Survey. «Mineral Commodity Summaries». 2011, 201 P. Disponible Sur Internet Le 2 Avril 2012 :[Http:// Minerals .Usgs.Gov /Minerals/Pubs / Mcs /2011/Mcs2011. Pdf](http://Minerals .Usgs.Gov /Minerals/Pubs / Mcs /2011/Mcs2011. Pdf).
- [7]. De Geuser F. « Interprétation Et Traitement Des Données De Sonde Atomique Tomographique : Application A La Précipitation Dans Les Al-Mg-Si ». Vol. Thèse Doctorat .Université De Rouen, 2005.
- [8]. Bruno CHENAL, Julian DRIVER. « Écrouissage d'alliages d'aluminium ». Techniques de l'ingénieur, M230.
- [9]. Pougis, Arnaud. « Affinement De Microstructures De Métaux Par Des Déformations Plastiques Extrêmes ». Thèse Doctorat. Université De Lorraine. 23 Septembre 2013.
- [10]. Goran, Daniel. « Hétérogénéité De La Déformation Plastique Des Monocristaux De Nickel Déformés A Froid Par Ecae ». Thèse Doctorat. L'universite Paul Verlaine De Metz.28 Juin 2007.
- [11]. William D. Callister, Lr. David G. Rethwisch. « Materials Science and Engineering an Introduction ». 9th Edition. United States America. (Pages 433-437).

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

[12]. Ruslan Z. Valiev, Terence G. Langdon. « Principles of Equal-Channel Angular Pressing as a Processing Tool for Grain Refinement ». 881–981, S.L.: Progress in Materials Science, 2006, Vol. 51.

[13]. Azushima, A., R. Kopp, A. Korhonen, D. Y. Yang, F. Micari, G. D. Lahoti, P. Groche, J. Yanagimoto, N. Tsuji, A. Rosochowski Et A. Yanagida. 2008. « Severe Plastic Deformation (Spd) Processes for Metals ». *Cirp Annals – Manufacturing Technology*, Vol. 57, No 2, P. 716-735.2008

[14]. Mishra, A., B. K. Kad, F. Gregori ET M. A. Meyer. « Microstructural Evolution In Copper Subjected To Severe Plastic Deformation: Experiments And Analysis ». *Acta Materialia*, Vol. 55, No 1, P. 13-28.2007.

[15]. Wu, X., N. Tao, Y. Hong, B. Xu, J. Lu Et K. Lu. « Microstructure And Evolution Of Mechanically-Induced Ultrafine Grain In Surface Layer Of Al-Alloy Subjected To Ussp ». *Acta Materialia*, Vol. 50, No 8, P. 2075-2084.2002.

[16]. Xavier Queleñec. « Nanostructuration D'un Composite Cu-Fe Par Déformation Intense : Vers Un Mélange Forcé A L'échelle Atomique ». *Science Des Matériaux [Cond-Mat. Mtrl-Sci]*. Université De Rouen, 2008.

[17]. Siret, Olivier. « Étude De La Soudabilité À Froid Des Alliages D'aluminium : Influence De La Sollicitation Mécanique Sur La Création Des Jonctions Métalliques ». *École Nationale Supérieure Des Mines De Saint-Étienne : S.N.*, 12 Octobre 2010.

[18]. Aicha Loucif. «Microstructural Evolution In An Alsimg Alloy Subjected To Severe Plastic Deformation». Thèse Doctorat. Université Badji Mokhtar Annaba.27 Juin 2012.

[19]. Zhrebtsov Sv, Salishchev Ga, Galejev Rm, Valiakhmetov or, Semiatin SL (2004) Formation of Submicroncrystalline Structure under Warm Severe Plastic Deformation in Ti–6al–V Large-Scale Billets. Proceedings of the Conference “Nanomaterials by Severe Plastic Deformation”, 835–840.

[20]. R.Z. Valiev and T.G. Langdon. « Developments in the Use of Ecap Processing For Grain Refinement» *Rev.Adv.Mater.Sci*.13 (2006) 15-26.

[21]. Girard, Grégory. « Etude De Nouvelles Formes De Matériaux Basés Sur Le Magnésium Pour Le Stockage Réversible De Grandes Quantités D'hydrogène Effet D'addition D'éléments De Transition ». Thèse Doctorat. Université Joseph Fourier - Grenoble 1.19 Octobre 2009.

[22]. V.M. Segal. «Engineering and Commercialization of Equal Channel Angular Extrusion (Ecae) ». *Materials Science and Engineering A* 386 (2004) 269–276.

[23]. Akira Watazu. «Rotary-Die Equal Channel Angular Pressing Method». Recent Trends in Processing and Degradation of Aluminium Alloys, Japan, Downloaded From: [Http://Www.Inte Chope N.Com/Books /Re Ce Nt-Tre Nds -In-Process Ingand-De Gradation-Of-Aluminium-Alloys](http://www.intechopen.com/books/recent-trends-in-processing-and-degradation-of-aluminium-alloys).

[24]. Elvira Fakhretdinova, Georgy Raab, Oleg Ryzhikov, Ruslan Valiev. «Processing Ultrafine-Grained Aluminum Alloy Using Multi-Ecap-Conform Technique». Materials Science and Engineering 63 (2014) 012037.

[25]. Jens Christofer Werenskiold. « Equal Channel Angular Pressing (Ecap) Of Aa6082: Mechanical Properties, Texture and Microstructural Development ».October 2004. [Http://Hdl.Handle.Net/11250/244538](http://hdl.handle.net/11250/244538).

[26]. R.Z. Valiev and I.V. Alexandrov. «Paradox of Strength and Ductility in Metals Processed by Severe Plastic Deformation». J. Mater. Res., Vol. 17, No. 1, Jan 2002.

[27]. Zhu Yt, Langdon Tg. Jom 2004. «The Fundamentals of Nanostructured Materials Processed By Severe Plastic Deformation». Jom October 2004, Volume 56, Issue 10, Pp 58–63 .Doi: 10.1007/S11837-004-0294-0.

[28]. Kunihiro Ohashi, Takeshi Fujita, Kenji Kaneko, Zenji Horita, Terence G. Langdon. «The aging characteristics of an Al–Ag alloy processed by equal-channel angular pressing». Materials Science and Engineering A 437 (2006) 240–247.

[29]. Sabirov, I. - Murashkin, M.Yu. - Valiev, R.Z. « Nanostructured aluminium alloys produced by severe plastic deformation: New horizons in development» Materials Science & Engineering A 560 (2013) 1–24.

[30]. Topping T.D.- Ahn B., Li Y.- Nutt S.R.- Lavernia E.J. « Influence of Process Parameters on the Mechanical Behavior of an Ultrafine-Grained Al Alloy »Metall. Mater. Trans. (2012) A 43: 505–519.

[31]. Carlos Reyes-Ruiz, Jose Maria Cabrera , I. A. Figueroa, Ismeli Alfonso López «Texture and Lattice Distortion Study of an Al-6061-T6 Alloy Produced by ECAP» .Materials Transactions, Vol. 56, No. 11 (2015) pp. 1781 to 1786. 2015 The Japan Institute of Metals and Materials.

[32]. Y. W. Tham , M. W. Fu , H. H. Hng , Q. X. Pei & K. B. Lim «Microstructure and Properties of Al-6061 Alloy by Equal Channel Angular Extrusion for 16 Passes»Materials and Manufacturing Processes, 22:7-8, 819-824. 15 Sep 2010 DOI: 10.1080/10426910701446754

## RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

[33]. Nahed El Mahallawy, Farouk A. Shehata, Mohamed Abd El Hameed, Mohamed Ibrahim Abd El Aal, Hyoung Seop Kim « 3D FEM simulations for the homogeneity of plastic deformation in Al–Cu alloys during ECAP». *Materials Science and Engineering A* 527 (2010) 1404–1410. 10 October 2009.

[34]. T. Khelfa, M. A. Rekik, M. Khitouni, J. M. Cabrera-Marrero «Structure and microstructure evolution of Al–Mg–Si alloy processed by equal-channel angular pressing». *Int J Adv Manuf Technol*. Springer-Verlag London 2 017

