

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

Laboratoire de Génie Sismique et de Dynamique des Structures

Thèse Doctorat 3^{ème} cycle D-LMD en Science Des Matériaux

Effet d'une addition d'Argent (Ag) sur le comportement mécanique et structural de l'alliage d'aluminium 6063

Présentée par : Oussama DJEMA

Sous la direction de :

Directeur de thèse	Mabrouk BOUABDALLAH	Professeur, ENP
Co-directeur de thèse	Riad BADJI	Directeur de Recherche, CRTI

Présentée et soutenue publiquement : le 10/06/2020

Composition du jury :

Président	Merzak LARIBI	Professeur, ENP
Examineur	Abdelmadjid KASSER	Maître de Conférences A, ENP
Examineur	Nacer TALA-IGHIL	Directeur de Recherche, CRTI
Examineur	Fayçal HADJ-LARBI	Maître de Recherche A, CDTA
Invité	Ali SARI	Chercheur Principal, CRNB

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

Laboratoire de Génie Sismique et de Dynamique des Structures

Thèse Doctorat 3^{ème} cycle D-LMD en Science Des Matériaux

**Effet d'une addition d'Argent (Ag) sur le comportement
mécanique et structural de l'alliage d'aluminium 6063**

Présentée par : Oussama DJEMA

Sous la direction de :

Directeur de thèse Mabrouk BOUABDALLAH Professeur, ENP

Co-directeur de thèse Riad BADJI Directeur de Recherche, CRTI

Présentée et soutenue publiquement : le 10/06/2020

Composition du jury :

Président Merzak LARIBI Professeur, ENP

Examineur Abdelmadjid KASSER Maître de Conférences A, ENP

Examineur Nacer TALA-IGHIL Directeur de Recherche, CRTI

Examineur Fayçal HADJ-LARBI Maître de Recherche A, CDTA

Invité Ali SARI Chercheur Principal, CRNB

ملخص:

الهدف من هذه الأطروحة هو دراسة الخصائص الهيكلية والميكانيكية للسبائك الألمنيوم 6063 التي تحتوي على كمية قليلة من الفضة (Ag). تم تقسيم العمل الى قسمين رئيسيين. يركز الجزء الأول على دراسة حركية المرحلة " β " بدلالة الزمن و الحرارة للسبائك في حالة غير مشوهة باستخدام نموذج JMA. أظهر التحليل بدلالة الزمن أن حركية المرحلة " β " تتبع نموذج JMA. كشفت نتائج DSC أن اضافة الفضة تغير حركية التسلسل في سبائك 6063 من خلال تشكيل مرحلة اضافية " β -pre". أشار حساب طاقات التنشيط أن تشكل المرحلة " β -pre" ينشط حركية المرحلة " β ". في الجزء الثاني من العمل تعرضت السبائك المدروسة لعملية التشوه الحاد ECAP الى غاية 4 تمريرات. أوضحت دراسة آلية التشوه البلاستيكي أن عنصر Ag يوقف حركية انزلاق الحبوب (GBs) و يؤدي الى ظهور الانتعاش الديناميكي بداية من التمريرة الثانية. تم التحقق من حدوث الانتعاش الديناميكي من خلال تحاليل DSC. كشفت نتائج DRX وجود حالة تشبع بداية من التمريرة الأولى و ذلك بسبب ظهور الانتعاش الديناميكي ، مما يعني أن اضافة Ag أدت الى استقرار البنية المجهرية. أبرزت دراسة الضغوط المتبقية و التصلب بعد تمريرة واحدة ECAP عدم تجانس التشوه الموجود في المناطق القريبة من سطح العينة. تجانس التشوه يتحسن بالابتعاد عن سطح العينة بالنسبة للتمريرة الأولى و زيادة عدد التمريرات ECAP. أظهرت نتائج محاكاة العناصر المحدودة (FEM) أنه يمكن تحسين تجانس التشوه من خلال دمج شريط تمرير متحرك في الجانب السفلي من قالب ECAP واختيار مسار المعالجة المناسب بعناية.

الكلمات المفتاحية: سبيكة 6063, اضافة Ag, الحركية, JMA, ECAP, البنية المجهرية, عدم تجانس التشوه, الضغوط المتبقية, FEM.

Abstract:

The aim of this thesis is the study of the mechanical and structural behavior of 6063 aluminum alloys containing a small silver (Ag) addition. The work was divided into two major parts. The first part focused to study the precipitation kinetics of the " β " phase during isothermal and non-isothermal treatments of the alloy in a non-deformed state by using the JMA model. Isothermal kinetics analysis showed that the " β " phase precipitation obeyed the JMA model. The DSC analysis revealed that the Ag addition modified the precipitation sequence in the investigated 6063 aluminium alloy through the formation of an additional metastable pre-" β " phase. Activation energies calculation indicated that the formation of pre-" β " phase enhanced the precipitation kinetic of the " β " phase. In the second part, the studied alloy was subjected to ECAP process up to 4 passes. The plastic deformation mechanism investigated using instrumented nanoindentation suggested that the Ag addition suppressed the grain boundaries sliding (GBs) and led to the occurrence of the dynamic recovery beyond the second pass. The occurrence of dynamic recovery upon ECAP was validated by the DSC analysis. The microstructural analysis by means of X-ray diffraction showed a steady-state tendency beyond the first pass due to the occurrence of the dynamic recovery, implying that the Ag addition stabilized the ECAP microstructure. The residual stresses and work hardening states evaluated with X-ray diffraction after single ECAP pass highlighted the deformation heterogeneity within the near surface regions of the processed billet. This deformation heterogeneity can be reduced with depth penetration for the first pass and by increasing the number of ECAP passes. The Finite Element Method (FEM) simulation showed that the deformation homogeneity can be improved by incorporating a moving slider in the bottom side of the ECAP die and by carefully choose the appropriate processing route.

Keywords: 6063 aluminium alloy, Ag addition, Precipitation kinetics, JMA, ECAP, microstructure, deformation heterogeneity, residual stresses, FEM.

Résumé :

L'objectif de cette thèse est l'étude du comportement mécanique et structural d'un alliage d'aluminium 6063 contenant une faible teneur d'Argent (Ag). Le travail est réparti en deux grandes parties. La première partie est consacrée à l'étude de la cinétique de précipitation de la phase β'' en conditions isothermes et non-isothermes de l'alliage dans un état initialement non déformé en utilisant le modèle de JMA. L'analyse de la cinétique isotherme a montré que la précipitation de la phase β'' obéit au modèle de JMA. Les analyses par DSC ont révélé que l'addition de Ag a modifié la séquence de précipitation de l'alliage 6063 par la formation d'une phase métastable supplémentaire pré- β'' . Le calcul des énergies d'activation a montré que la formation de la phase pré- β'' a accéléré la cinétique de précipitation de la phase β'' . Dans la seconde partie, l'alliage étudié a subi une déformation plastique sévère ECAP jusqu'à 4 passes. Le mécanisme de déformation plastique analysé par la nanoindentation instrumentée a suggéré que l'ajout de Ag a supprimé le glissement des joints de grains (GBs) et a conduit à l'apparition de la restauration dynamique au-delà de la deuxième passe. L'apparition de la restauration dynamique a été confirmée par les analyses DSC. L'analyse de la microstructure par DRX a révélé une tendance à un état de saturation au-delà de la première passe en raison de l'apparition précoce de la restauration dynamique, ce qui implique que l'addition de Ag a stabilisé la microstructure des échantillons ECAP. L'évaluation des contraintes résiduelles et l'état de durcissement par DRX après une passe ECAP ont mis en évidence l'hétérogénéité de déformation dans les régions proches de la surface de la billette traitée. Cette hétérogénéité de déformation diminue avec la pénétration en profondeur dans la première passe et l'augmentation le nombre de passes ECAP. La simulation par la méthode des éléments finis (FEM) a montré que l'hétérogénéité de déformation peut être minimisée par l'incorporation d'un curseur mobile dans la partie inférieure de dispositif ECAP et en choisissant soigneusement la route de traitement.

Mots clés : Alliage 6063, addition Ag, cinétique de précipitation, JMA, ECAP, microstructure, hétérogénéité de déformation, contraintes résiduelles, FEM.

Remerciements

Ce manuscrit est le fruit de cinq ans, jonchées de discussions intéressantes, d'expériences très enrichissantes (humaines et scientifiques) avec et grâce à toutes ces personnes, que je vais tenter de remercier.

أريد أولاً أن أحمّد الله عز وجل الذي أعانني ووفّقني إلى اتمام هذا البحث, فله الحمد و المنة على ما هبّأ لي من أسباب و سخر لي من أشخاص حمداً يليق بجلال وجهه و عظيم سلطانه و الصلاة والسلام على سيدنا محمد صلى الله عليه وسلم وعلى آله وصحبه أجمعين.

J'adresse en premier lieu mes plus vifs remerciements envers mes chers parents et chers sœurs et frères pour leur soutien permanent tout le long de mes années d'études.

Je tiens à remercier mon directeur de thèse Mr. Mabrouk BOUABDALLAH, Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique qui est à l'origine de cette thèse. Sa capacité d'analyse qui m'a permis de tirer à chaque fois le meilleur profit des résultats. Je tiens à le remercier particulièrement pour la confiance et la liberté de travail qu'il m'a accordé tout le long de cette thèse.

Je voudrais remercier également mon co-directeur de thèse Mr. Riad BADJI, Directeur de Recherche au Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI) de m'avoir donné l'accès au CRTI, ce qui m'a permis de faire mes premiers pas dans le domaine de la recherche scientifique. Ses conseils avisés et sa grande contribution à la correction et l'amélioration de mon article sont pour beaucoup dans le résultat final de ce travail.

Ce travail n'aurait jamais vu le jour sans l'aide de Dr. Ali SARI, chercheur Principal au Centre de Recherche Nucléaire de Bérine (CRNB), qui ne m'a jamais refusé aucune demande et toujours disponible pour répondre à mes questions en ce qui concerne la diffraction des rayons X. Je tiens à le remercier pour ses qualités humaines, ses conseils et encouragements lors de cette thèse. Je le remercie également pour toutes ses interventions au sein de CRND afin que je puisse utiliser le four à induction pour préparer mon alliage d'étude, de sa contribution à mes travaux de recherches par les analyses de diffraction de rayons X ainsi que d'avoir sauvé mon article par les analyses de DSC. Enfin, je le remercie d'avoir accepté d'examiner mon travail de thèse.

Je remercie Mr. Merzak LARIBI, Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique de m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de thèse. Je voudrais également le remercier en tant que directeur du Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux (LSGM) de m'avoir facilité l'accès au laboratoire et d'avoir mis à ma disposition tous les équipements scientifiques nécessaires. Je profite de cette occasion pour lui exprimer l'expression de ma parfaite reconnaissance pour ses encouragements et ses nombreux conseils.

Je souhaite exprimer ma profonde reconnaissance à Mr. Abdelmadjid KASSER, Maître de Conférences A à l'Ecole Nationale Polytechnique, d'avoir accepté de faire partie du jury de cette thèse. Je le remercie particulièrement pour l'intérêt qu'il a montré pour ce travail. Je le remercie aussi pour son soutien, ses nombreux conseils et ses encouragements le long de mon parcours qui m'ont beaucoup aidé. Plus qu'enseignant je tiens à lui exprimer mon entière gratitude.

Je remercie sincèrement Mr. Nacer TALA-IGHIL, Directeur de Recherche au CRTI pour avoir accepté d'être examinateur de cette thèse. Merci également en tant que directeur de division de métallurgie et mécanique d'avoir facilité mon accès aux équipements scientifiques.

Je suis extrêmement reconnaissant envers Mr. Fayçal HADJ-LARBI, Maître de Recherche A au Centre du Développement des Technologies Avancées (CDTA), d'avoir accepté d'évaluer ce travail en qualité d'examineur. Je le remercie aussi pour son soutien, ses encouragements pour réaliser le dispositif ECAP et pour les nombreuses discussions que nous avons eues en ce qui concerne la technique de déformation plastique sévère ECAP qui m'ont m'aider et m'ont permis d'avancer dans mes travaux de recherches.

Je profite de l'occasion qui m'est accordée par le biais de ce manuscrit pour exprimer mes sincères gratitudes et mes plus profondes reconnaissances envers mon chère ami Mr. Amar SAADI pour sa participation à ce travail par les analyses DSC.

Je tiens à exprimer ma gratitude envers Prof. Dr. Ing. Thomas Niendorf qui a accepté de m'accueillir au sein de l'institut de Matériaux métalliques à l'université de KASSEL en Allemagne. Je le remercie pour l'accueil chaleureux qu'il m'a réservé au sein de son équipe, de m'avoir facilité l'accès aux laboratoires, d'avoir mis à ma disposition tous les équipements scientifiques nécessaires pour la réalisation de mon travail. Je le remercie également pour sa rigueur scientifique, son professionnalisme au travail que j'ai pu apprécier beaucoup durant mon stage et pour sa disponibilité malgré son emploi de temps chargé.

Je tiens évidemment à remercier le Centre de Recherche Nucléaire de Draria (CRND) et l'Agence Nationale pour la transformation et la distribution de l'Or et des autres métaux précieux (AGENOR) pour l'utilisation du four de fusion à induction et de m'avoir fourni l'Argent pur ainsi que la société Ferob Metal de m'avoir fourni l'alliage d'aluminium 6063. Sans oublier de remercier BCL-blida pour son aide dans la réalisation le dispositif ECAP ainsi que les analyses chimiques des échantillons.

Je n'oublie pas d'exprimer mes vifs remerciements à toute personne qui a contribué à ma formation durant toute ma scolarisation.

Merci enfin à tous ceux que je n'aurais pas cités, de m'avoir aidé et encouragé à finaliser ce travail.

Table des matières

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Liste des symboles

Introduction générale.....20

Partie 1

Chapitre 1.1 : Revue bibliographique..... 26

1.1.1. Généralités sur les alliages Al-Mg-Si 26

1.1.1.1. Familles des alliages d'aluminium..... 26

1.1.1.2. Aluminium 6063 27

1.1.1.3. Traitements thermiques..... 29

1.1.1.4. Désignation des états métallurgiques 30

1.1.1.5. Phases cristallographiques 31

1.1.1.5.1. Précipités micrométriques..... 31

1.1.1.5.1.1. Les intermétalliques au fer (AlFeSi)..... 32

1.1.1.5.1.2. Les précipités Mg₂Si grossiers 32

1.1.1.5.2. Précipités nanométriques 33

1.1.1.5.2.1. Les dispersoïdes au chrome et au manganèse 33

1.1.1.5.2.2. Les précipités durcissants..... 34

1.1.1.5.2.2.1. Les amas riches en soluté (solute rich clusters) 34

1.1.1.5.2.2.2. Zone de Guinier-Preston (GP) 35

1.1.1.5.2.2.2. Précipité β" 36

1.1.1.5.2.2.3. Précipité β' 38

1.1.1.5.2.2.4. Précipité β-Mg₂Si..... 39

1.1.1.6. Influence de la composition de l'alliage 41

1.1.2. Théorie de Johnson-Mehl-Avrami (JMA)..... 50

1.1.2.1. Application du model de JMA en conditions isothermes	50
1.1.2.2. Adaptation du model de JMA aux conditions non-isothermes	57
1.1.3. Déformation plastique sévère (SPD)	62
1.1.3.1. Mécanismes de déformation par SPD	63
1.1.3.2. Les techniques de déformation plastique sévère (SPD).....	63
1.1.3.3. La technique ECAP.....	65
1.1.3.3.1. Principe de la technique	65
1.1.3.3.2. Déformation plastique équivalente	66
1.1.3.3.3. Les routes de déformation.....	69
1.1.3.3.4. Principes d'affinement des grains par ECAP.....	72
1.1.3.3.5. Limites de la technique ECAP	74
1.1.4. Conclusion du chapitre	75
 <i>Partie 2</i>	
Chapitre 2.1 : Matériau et techniques expérimentales	78
2.1.1 Matériau d'étude	78
2.1.1.1. Description du four d'élaboration	79
2.1.1.2. Procédure d'élaboration	83
2.1.1.3. Traitements thermiques.....	84
2.1.2. Déformation Plastique sévère par le technique ECAP.....	85
2.1.2.1. Présentation du dispositif ECAP.....	85
2.1.2.2. Préparation des billettes pour la déformation ECAP	86
2.1.2.3. Procédure de déformation	87
2.1.2.4. Présentation des billettes déformées	88
2.1.3. Caractérisation microstructurale.....	89
2.1.3.1. Microscopie optique.....	89
2.1.3.2. Microscopie électronique à balayage	89
2.1.4. Caractérisation mécanique	89
2.1.4.1. Micro-dureté	89

2.1.4.2. Nanoindentation	89
2.1.5. Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC).....	91
2.1.6. Diffraction des Rayons X (DRX).....	94
2.1.6.1. Identification de phases cristallines	94
2.1.6.2. Affinement de Rietveld.....	95
2.1.6.3. Analyse des contraintes résiduelles.....	98
2.1.7. Simulation par logiciel DEFORM.....	102
2.1.8. Conclusion du chapitre	105
 <i>Partie 3</i>	
<i>Chapitre 3.1: Analyse microstructurale et cinétiques de précipitation de la phase β''.....</i>	
3.1.1. Microstructures à l'état brut de coulé et homogénéisé	108
3.1.2. Cinétique de précipitation de la phase β'' en conditions isothermes	111
3.1.2.1. Evolution de la micro-dureté	111
3.1.2.2. Microstructures à l'état revenu	113
3.1.2.3. Application du modèle JMA à la précipitation de la phase β'' en conditions isothermes	115
3.1.3. Cinétique de précipitation de la phase β'' en conditions non isothermes	119
3.1.3.1. Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC).....	119
3.1.3.2. Application du modèle JMA à la précipitation de la phase β'' en conditions non isothermes	123
3.1.4. Corrélation des résultats	129
3.1.5. Influence de vieillissement naturel	132
3.1.6. Conclusion du chapitre	137
 <i>Chapitre 3.2 : Déformation Plastique Sévère ECAP</i>	
3.2.1. Analyse microstructurale.....	139
3.2.2. Evolution des propriétés mécaniques	141
3.2.2.1. Micro-dureté	141
3.2.2.2. Nanoindentation	142

3.2.3. Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC).....	146
3.2.4. Diffraction des Rayons X (DRX).....	150
3.2.4.1. Analyse préliminaire.....	150
3.2.4.2. Affinement Rietveld.....	153
3.2.4.2.1. Taille des cristallites et taux de microdéformations.....	154
3.2.4.2.2. Paramètre de maille.....	155
3.2.4.2.3. Densité de dislocations.....	156
3.2.5. Corrélation des résultats.....	157
3.2.5.1. Mécanismes de déformation plastique.....	157
3.2.5.2. Microdéformations.....	158
3.2.5.3. Mécanismes de durcissement.....	158
3.2.5.4. Séquence de précipitation.....	159
3.2.5.5. Le rôle de l'addition de Ag.....	160
3.2.6. Analyses des contraintes résiduelles.....	160
3.2.7. Simulation par logiciel DEFORM.....	165
3.2.7.1. Influence de curseur mobile.....	166
3.2.7.2. Influence des routes de traitement.....	169
3.2.8. Conclusion du chapitre.....	177
<i>Conclusion générale.....</i>	<i>178</i>
<i>Bibliographie.....</i>	<i>181</i>

Liste des tableaux

Tableau 1.1.1: Système de désignation des alliages d'aluminium.....	27
Tableau 1.1.2 : Composition chimique nominale de l'alliage Al 6063 (wt.%).....	28
Tableau 1.1.3 : Quelques propriétés de l'alliage 6063 à l'état T6.	29
Tableau 1.1.4 : Signification de l'exposant d'avrami (n) selon les différentes conditions de germination et croissance	55
Tableau 1.1.5 : Signification de l'exposant d'Avrami (n) pour divers modes de germination – croissance.....	56
Tableau 2.1.1: Composition chimique de l'alliage de base et l'alliage contenant Ag (wt. %).	78
Tableau 3.1.1: Paramètres de cinétique isotherme de la phase β'' pour différentes températures de revenu	117
Tableau 3.1.2: Paramètres de cinétique non isotherme de la phase β'' pour différentes vitesses de chauffage (α).....	129
Tableau 3.2.1: Paramètres de déformation (m et V^*) pour les différentes passes ECAP..	146

Liste des figures

Figure 1.1.1 : Composition limite des alliages d'aluminium de la série 6xxx et sa conséquence sur la limite élastique .	28
Figure 1.1.2 : Traitements thermomécaniques appliqués aux alliages d'aluminium de la série 6xxx .	30
Figure 1.1.3 : Evolution classique de quelques propriétés d'un alliage d'aluminium de la série 6xxx au cours des différents traitements thermiques .	31
Figure 1.1.4 : Microstructure obtenue par microscope optique montrant les précipités Mg_2Si grossiers et les intermétalliques au fer (AlFeSi) .	32
Figure 1.1.5 : Micrographie MET montrant les dispersoïdes.	33
Figure 1.1.6 : Analyses en sonde atomique tomographique d'un alliage Al-Mg-Si pré-vieilli à 100°C pendant 1 semaine. L'image de gauche montre tous les atomes Mg (vert) et Si (violet) alors que l'image de droite montre les clusters extraits par la méthode de séparation maximale.	34
Figure 1.1.7 : Analyses en sonde atomique tomographique d'un alliage Al-Mg-Si vieilli naturellement à long terme montrant les co-clusters.	35
Figure 1.1.8 : (a) Micrographie MET au champ lumineux et (b) Micrographie METHR agrandie montrant les zones GP .	36
Figure 1.1.9 : Micrographie METHR montrant les précipités β'' .	37
Figure 1.1.10 : Structure monoclinique de la phase β'' , structure $C2/m$, à base C centrée et de paramètres de maille $a = 1.516 \text{ nm}$, $b = 0.405 \text{ nm}$, $c = 0.674 \text{ nm}$ et $\beta = 105.3^\circ$	37
Figure 1.1.11 : (a) structure hexagonale de la phase β' (b) projection du motif élémentaire sur le plan $[001]_\beta$.	38
Figure 1.1.12 : Micrographie METHR montrant les précipités β' .	39
Figure 1.1.13 : Structure CFC de la phase β .	40
Figure 1.1.14 : Micrographie MET montrant précipités cubiques β .	40
Figure 1.1.15 : Evolution de la dureté des alliages d'aluminium de la série 6xxx avec la morphologie des précipités durcissants en fonction du temps de revenu .	41

Figure 1.1.16 : Thermogrammes DSC à différentes vitesses de chauffages pour l’alliage Al-Mg-Si (a) sans Ag (b) avec Ag.....	42
Figure 1.1.17 : Evolution de la dureté des alliages 6156 sans et avec Ag durant le vieillissement à 175 °C.....	43
Figure 1.1.18 : Micrographies MET d’alliage Al-Mg-Si vieillis au maximum de dureté (a) avec Ag et (b) sans Ag.....	44
Figure 1.1.19 : Evolution de (a) densité en nombre et (b) taille des précipités pour les alliages Al-Mg-Si sans et avec Ag pendant le vieillissement à 443K.....	44
Figure 1.1.20 : Micrographie HRTEM de la phase β'_{Ag} dans un alliage Al-Mg-Si-Ag sur- vieilli.....	45
Figure 1.1.21: Micrographies MET montrant la phase Q_{Ag} sur les joint des grains.	46
Figure 1.1.22: Une micrographie METHR montrant les précipités aléatoires.....	46
Figure 1.1.23: Thermogrammes de DSC des alliages Al-Mg-Si (a) Immédiatement après la trempe, (b) après deux semaines de vieillissement naturel. A1 : alliage sans Ag. A2 : alliage avec Ag.....	47
Figure 1.1.24: Evolution de la microdureté en fonction du temps de vieillissement des alliages Al-Mg-Si sans et avec Ag déformés sévèrement par HPT.....	49
Figure 1.1.25: (a) Micrographie MET montrant la ségrégation de Ag sur les joints des grains (GBs) engendrée par HPT, (b) Le profil d’analyse des joints de grains par EDS.....	49
Figure 1.1.26: Courbe de croissance schématique pour une région de produit.....	51
Figure 1.1.27: Schéma illustratif du concept du volume étendu.	52
Figure 1.1.28 : Illustration de la méthode de Pumphrey et Jones (principe du temps virtuel).	59
Figure 1.1.29 : Illustration de la méthode de calcul de la fraction transformée.	61
Figure 1.1.30: Techniques de déformations plastiques sévères: (a) ECAP, (b) REC, (c) HPT, (d) CCDF, (e) ARB et (f) RCS.....	64
Figure 1.1.31: Illustration schématique du principe de la technique ECAP.....	66
Figure 1.1.32 : Configuration géométrique du dispositif ECAP avec : (a) un seul angle ϕ , (b) deux angles ϕ et ψ	67

Figure 1.1.33: Variation de la déformation équivalente ε_N en fonction des angles ϕ et ψ après une passe ECAP (N=1)	68
Figure 1.1.34: Les quatre routes fondamentales du procédé ECAP	70
Figure 1.1.35 : (a) Schémas de déformation d'un élément cubique après 1 passe à travers le dispositif ECAP définissant les plans X, Y et Z. (b) Les caractéristiques de cisaillement des quatre routes ECAP.	71
Figure 1.1.36 : Principes d'affinement des grains dans les métaux c.f.c traités par ECAP. 72	
Figure 1.1.37 : Structure des grains après 4 passes ECAP par les routes A, B _C et C	73
Figure 2.1.1: Vue global du four de fusion à induction LEYBOLD-ISO1 (CRND).	79
Figure 2.1.2: Intérieur de l'enceinte du four.....	81
Figure 2.1.3: Schéma illustratif du four à induction utilisé.....	82
Figure 2.1.4: Représentation schématique des étapes d'élaboration du matériau d'étude..	84
Figure 2.1.5: Représentation schématique des séquences des traitements thermiques appliquées.	85
Figure 2.1.6 : (a)-Représentation schématique de dispositif ECAP, (b)- le dispositif ECAP réel utilisé.	86
Figure 2.1.7 : Image de la billette cylindrique usinée.	86
Figure 2.1.8 : Image prise lors d'un test ECAP (LGSDS).	87
Figure 2.1.9 : Images des billettes déformées par ECAP.	88
Figure 2.1.10 : (a)- Courbe de nanoindentation $P - h$ typique issue d'un test de nanoindentation. (b)- Image optique des empreintes résiduelles obtenues par un indenteur de Berkovich prises sur nos échantillons.	91
Figure 2.1.11 : Schéma simplifié de l'appareillage de DSC utilisé.....	92
Figure 2.1.12 : Exemple de correction de thermogramme de DSC à la vitesse de chauffage de 5°C/min.....	93
Figure 2.1.13 : Schéma simplifié de la géométrie Bragg-Brentano en mode $\theta - \theta$	94
Figure 2.1.14 : Spectre DRX du Silicium standard SRM 640c.....	98
Figure 2.1.15 : Illustration de diffractomètre en configuration ψ :(a)-position initiale : l'inclinaison de l'échantillon d'un angle ψ . (b)-variation de l'angle ψ par rotation de l'échantillon autour de l'axe vertical de diffractomètre.	99

Figure 2.1.16: Illustration des mesures de contraintes résiduelles le long de la section circulaire de la billette ECAP.....	100
Figure 2.1.17: Illustration de mesure de diamètre sur la billette ECAP.....	101
Figure 2.1.18: Fenêtre d'objet de la pièce à simuler.....	102
Figure 2.1.19: Maillage de la pièce en 2D et 3D.....	103
Figure 2.1.20: Exécution de la simulation.....	104
Figure 2.1.21: Fenêtre de DEFORM-post.....	104
Figure 3.1.1 : Micrographies optiques de l'alliage contenant Ag : <i>(a)</i> -état brut de coulée, <i>(b)</i> -état homogénéisé.. ..	109
Figure 3.1.2 : <i>(a)</i> -Micrographie MEB de l'alliage contenant Ag à l'état brut de coulée, <i>(b)</i> -Spectre EDS d'une particule Mg ₂ Si grossier, <i>(c)</i> - Spectre EDS d'une particule intermétallique au Fer.....	110
Figure 3.1.3 : Evolution en fonction du temps de la micro-dureté Vickers dans l'alliage de base et l'alliage contenant Ag après un revenu de 175 °C.	112
Figure 3.1.4 : Evolution en fonction du temps de la micro-dureté Vickers dans l'alliage contenant Ag après différentes températures de revenu.	113
Figure 3.1.5 : Micrographies optiques de l'alliage contenant Ag au cours du revenu à 175°C : <i>(a)</i> - trempé (0h), <i>(b)</i> -sous-vieilli (4h), <i>(c)</i> - pic-vieilli (20h), <i>(d)</i> - sur-vieilli (72h).	114
Figure 3.1.6 : Microstructures de l'alliage contenant Ag à différentes températures de revenu après un maintien pendant 20h: <i>(a)</i> - 150 °C, <i>(b)</i> -175 °C, <i>(c)</i> - 200 °C, <i>(d)</i> - 225 °C.	115
Figure 3.1.7: Application du modèle de JMA pour les différentes températures de revenu.	116
Figure 3.1.8: Evolution des fractions transformées expérimentale et calculée en fonction du temps pour les différentes températures de revenu.	118
Figure 3.1.9: Détermination de l'énergie d'activation pour la cinétique de précipitation isotherme de la phase β".	119
Figure 3.1.10: Thermogrammes DSC de l'alliage contenant Ag à l'état trempé ayant subi différentes vitesse de chauffage.....	121
Figure 3.1.11: Thermogrammes DSC lors du chauffage à 25 °C/min de l'alliage de base et l'alliage contenant Ag à l'état trempé.....	122

Figure 3.1.12: La partie des thermogrammes DSC illustrant les pics chevauchés.....	123
Figure 3.1.13 : Exemple de séparation des pic chevauchés pour la vitesse de chauffage de 5 °C/min.....	124
Figure 3.1.14: Le tracé de $\ln(Y_i - Y_{i-1}) + \frac{1}{n} \cdot Y_{i-1}$ vs $\left(\frac{1}{T_i} - \frac{1}{T_s}\right)$: (a)-5 °C/min, (b)-10 °C/min, (c)-20 °C/min.	125
Figure 3.1.15: Evolution des fractions transformées expérimentale et calculée en fonction de la température: (a)-5 °C/min selon $n1$, (b)-différentes vitesses de chauffage selon $n1$, (c)- les trois premières vitesses de chauffage selon $n1$	128
Figure 3.1.16: Détermination de l'énergie d'activation pour la cinétique de précipitation de la phase β'' par la méthode de Kissinger.....	131
Figure 3.1.17: Thermogrammes DSC de l'alliage de contenant Ag vieilli naturellement pour les différentes vitesses de chauffage.....	134
Figure 3.1.18: Thermogrammes DSC de l'alliage de contenant Ag à l'état trempé et vieilli naturellement pour une vitesse de chauffage de 30 °C/min.	135
Figure 3.1.19: Détermination de l'énergie d'activation pour la cinétique de précipitation de la phase β'' dans l'alliage contenant Ag vieilli naturellement par la méthode de Kissinger.....	136
Figure 3.2.1 : Micrographie optique de l'alliage contenant Ag à l'état non déformé (N=0)..	140
Figure 3.2.2 : Micrographies optiques après les différentes passes ECAP : (a)- N=0, (b)- N=1, (c)- N=2, (d)- N=3, (e)- N=4.	141
Figure 3.2.3 : Evolution de la micro-dureté en fonction de nombre de passe ECAP.....	142
Figure 3.2.4: Courbes de nanoindentation obtenues après une vitesse de chargement $P = 0.2 \text{ mN/s}$ pour les différentes passes ECAP.....	144
Figure 3.2.5: Evolution de la dureté (H) en fonction de la vitesse de déformation ($\dot{\epsilon}$) pour les différentes passes ECAP.	144
Figure 3.2.6: Thermogrammes DSC durant le chauffage continu à une vitesse de 20 °C/min pour les différentes passes ECAP.....	149
Figure 3.2.7: Evolution de pic de restauration en fonction de nombre de passes ECAP. .	150
Figure 3.2.8: Spectres de DRX pour les différentes passes ECAP.....	151

Figure 3.2.9: (a)- Evolution de la réflexion (111) en fonction de nombre de passes ECAP. 110, (b)- Evolution de la réflexion (200) en fonction de nombre de passes ECAP.	152
Figure 3.2.10: Affinement par Rietveld des spectres de DRX pour les différentes passes ECAP.	153
Figure 3.2.11: Evolution de la taille des cristallites et le taux de microdéformations en fonction de nombre de passes ECAP.	154
Figure 3.2.12: Evolution de paramètre de maille en fonction de nombre de passes ECAP.	155
Figure 3.2.13: Evolution de la densité de dislocations en fonction de nombre de passes ECAP.	157
Figure 3.2.14: Distribution en profondeur des contraintes résiduelles en fonction de la position angulaire pour la billette N = 1.	161
Figure 3.2.15: Distribution en profondeur de la largeur de réflexion (511) en fonction de la position angulaire pour la billette N = 1.	162
Figure 3.2.16: Distribution des contraintes résiduelles en fonction de la position angulaire sur la surface des billettes pour les différentes passes ECAP.	163
Figure 3.2.17: Distribution de la largeur de réflexion (511) en fonction de la position angulaire sur la surface des billettes pour les différentes passes ECAP.	164
Figure 3.2.18: Dispositif ECAP amélioré avec le curseur mobile dans sa partie inférieure.	165
Figure 3.2.19: Distribution de la déformation effective le long d'une billette pressée une fois à travers un dispositif ECAP amélioré.	166
Figure 3.2.20: Distribution de la déformation effective le long d'une billette pressée une fois à travers un dispositif ECAP amélioré et conventionnel pour différents coefficients de frottement.	168
Figure 3.2.21: Evolution de l'indice d'inhomogénéité en fonction de coefficient de frottement pour une billette pressé à travers un dispositif ECAP conventionnel et amélioré.	169
Figure 3.2.22: Distribution de la déformation effective le long d'une billette après une passe ECAP (N=1).	170

Figure 3.2.23: Distribution de la déformation effective le long des billettes pour différentes passes ECAP selon la route A.	171
Figure 3.2.24: Distribution de la déformation effective le long des billettes pour différentes passes ECAP selon la route B _A	172
Figure 3.2.25: Distribution de la déformation effective le long des billettes pour différentes passes ECAP selon la route B _C	173
Figure 3.2.26: Distribution de la déformation effective le long des billettes pour différentes passes ECAP selon la route C.....	174
Figure 3.2.27: Distribution de la déformation effective le long des billettes pour différentes passes ECAP selon la route E.....	175
Figure 3.2.28: Evolution de l'indice d'inhomogénéité (<i>SII</i>) en fonction de nombre de passes pour les différentes routes de traitement ECAP	176

Liste des abréviations

Ag	Argent
Al	Aluminium
ARB	Accumulative Roll Bonding
C.F.C	Cubique à Faces Centrées
DEFORM	Design Environnement for Forming
DRX	Diffraction des Rayons X
DSC	Differential Scanning Calorimetry
ECAP	Equal-Channel Angular Pressing
ED	Direction d'extrusion
EDS	Energy Dispersive X-ray Spectroscopy
FEM	Finite element method
FWHM	Full Width at Half Maximum
GBs	Grain Boundaries segregation
GOF	Goodness Of Fit
GP	Guinier Preston
HPT	High Pressure Torsion
JMA	Johnson-Mehl-Avrami
MAUD	Material Analysis Using Diffraction
MEB	Microscope Electronique à Balayage
MET	Microscope Electronique à Transmission
Mg	Magnésium
ND	Direction normale
PDF	Powder Diffraction File
Si	Silicium
SPD	Sever Plastic Deformation
SSSS	Solution Solide Sursaturée
TD	Direction transversale
UFG	Ultrafine Grained

Liste des symboles

$\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$	Taux de microdéformations
$\langle D \rangle$	Taille moyenne des cristallites
H_v	Micro-dureté Vickers
\dot{P}	Vitesse de chargement de nanoindentation
V^*	Volume d'activation
$\dot{\varepsilon}$	Vitesse de déformation
AsQ	As-Quenched
h	Profondeur d'indentation
N	Nombre de passes ECAP
wt. %	Pourcentage massique
Φ	Angle de canal du dispositif ECAP
Ψ	Angle de courbure du dispositif ECAP
H	Dureté de nanoindentation
K	Constante de vitesse
P	Charge d'indentation
Q	Energie d'activation
SII	Indice d'inhomogénéité de déformation
a	Paramètre de maille
b	Vecteur de Burger
m	Sensibilité à la vitesse de déformation
n	Indice d'Avrami
y	Fraction transformée
α -Al	Matrice d'aluminium
ε	Déformation plastique équivalente
θ	Angle de Bragg
μ	Coefficients de frottement
ρ	Densité de dislocations
σ	Contrainte de déformation
ψ	Angle de pole

Introduction générale

Du fait de leur légèreté, leurs bonnes caractéristiques mécaniques, leur excellente résistance à la corrosion, leur bonne formabilité et usinabilité et leur prix attractif par rapport aux autres alliages, les alliages d'aluminium ont aujourd'hui connu un essor tout particulier dans divers secteurs industriels. Malgré la diversité des alliages d'aluminium, les systèmes Al-Mg-Si (6xxx) ont suscité un grand intérêt industriel et scientifique puisqu'ils représentent près des deux tiers des applications structurelles et de transport. Un alliage représentatif de cette série est le 6063 qui a été l'objet de notre travail de thèse.

Les systèmes Al-Mg-Si sont des alliages à durcissement structural. Cela signifie que leurs propriétés mécaniques sont contrôlées principalement par la précipitation de nano-phases durcissantes. L'état de précipitation va permettre de durcir ou adoucir le matériau et dépend de l'histoire thermique subie. Il est donc primordial de connaître et comprendre les évolutions microstructurales qui apparaissent au cours des traitements thermiques afin d'optimiser les propriétés de l'alliage.

L'addition de petites quantités d'autres éléments à la composition ternaire des systèmes Al-Mg-Si est largement citée dans la littérature. L'objectif de ces additions est l'amélioration des propriétés de ces alliages. L'Argent (Ag) est l'un des éléments qui ont attiré une attention particulière en raison de son effet bénéfique sur les cinétiques de formation des phases durcissantes ainsi que les propriétés mécaniques et la stabilité thermique.

Il y a plus de 50 ans, Hall et Petch [1,2] ont établi une relation entre la taille de grains des métaux et leur résistance mécanique. Plus les grains sont fins, plus la résistance mécanique est élevée. Donc la nanostructuration des métaux et/ou des alliages métalliques semble être une voie prometteuse pour atteindre des propriétés mécaniques et/ou physiques exceptionnelles. Les matériaux à grains ultra fins (UFG où ultrafine-grained materials) sont définis comme des polycristaux ayant des très petits grains avec une taille moyenne des grains inférieure à 1 μm . Pour leur part, les matériaux avec une taille des grains nanométrique (< à 100 nm) sont dits matériaux nanocristallins ou nanomatériaux, ou encore nanostructurés (NC). Cette classe des matériaux présente une large gamme de propriétés mécaniques et physiques nettement améliorées par rapport aux matériaux conventionnels de structure à gros grains. Par exemple ; une haute dureté, une haute résistance mécanique, une excellente stabilité thermique, une superplasticité et un comportement tribologique intéressant, qui sont des caractéristiques

hautement recherchées pour certaines applications spécifiques. Certains matériaux UFG peuvent même associer deux propriétés habituellement l'une opposée de l'autre ce qui est rarement conciliable dans les matériaux conventionnels à gros grains. Ils combinent, par exemple, une résistance mécanique élevée avec une bonne ductilité [3].

Deux approches fondamentales et complémentaires ont été développées pour synthétiser les matériaux UFG : La première approche est appelée "bottom-up" dans laquelle les matériaux UFG sont fabriqués par l'assemblage des atomes individuels ou par la consolidation des nanoparticules solides. Parmi les techniques "bottom-up" on peut donner par exemple la condensation en gaz inerte. Les inconvénients de ces techniques sont l'obtention de très petits échantillons contenant généralement une certaine porosité résiduelle ainsi que la contamination qui est introduite pendant la fabrication. La deuxième approche est appelée "top-down" dans laquelle un matériau massif solide ayant des gros grains est traité par des méthodes de déformation plastique sévère (SPD) afin de diminuer la taille moyenne de ses grains. Cette approche évite les produits à dimensions réduites et la contamination. Elle a aussi l'avantage de pouvoir être facilement appliquée à un grand nombre d'alliages ou matériaux composites [3].

Parmi les nombreuses techniques SPD, l'extrusion coudée à aires égales (ECAP, Equal-Channel Angular Pressing) est considérée comme la technique SPD la plus efficace puisqu'elle offre un grand potentiel pour développer des microstructures UFG avec des grains homogènes et équiaxes et une grande fraction de joints de grains fortement désorientés. De plus, cette technique permet de contrôler la microstructure résultante en choisissant la route de déformation. Le procédé ECAP a été inventé au début des années 80 par Segal et al [4] à l'Institut de Minsk dans l'ex-Union Soviétique et il a commencée attirer l'attention des chercheurs dans les années 90 où de nombreux travaux de recherches ont été publiés sur l'influence des paramètres du procédé ECAP (angles de dispositif, nombre de passes, route de déformation, etc.) sur la microstructure des divers métaux et alliages métalliques.

Ce travail de thèse a porté sur l'étude de comportement mécanique et structural des alliages d'aluminium 6063 contenant une faible proportion d'Argent (Ag). Nous avons, pour cela, divisé ce travail en deux grandes parties :

La première partie est consacrée à l'étude de la cinétique de précipitation de la phase β'' en conditions isothermes et non isothermes de l'alliage dans un état initialement non déformé. L'analyse de la cinétique de précipitation a été faite à l'aide du modèle de JMA.

Introduction générale

Dans la seconde partie, nous montrons le comportement de l'alliage après déformation plastique sévère par ECAP via la route B_C en termes de propriétés mécaniques, thermodynamiques et microstructurales. Par ailleurs, l'hétérogénéité de la déformation plastique en ECAP a été examinée par analyse de contraintes résiduelles et simulation par éléments finis.

Afin d'atteindre l'objectif final, plusieurs objectifs intermédiaires ont été tracés et le manuscrit s'articule autour de quatre principaux chapitres :

Le premier chapitre de thèse est consacré à une revue bibliographique dans laquelle on présente les systèmes Al-Mg-Si, leur évolution structurale et les différents phénomènes de précipitation rencontrés et on fait un bilan bibliographique sur l'impact de l'addition de l'Argent (Ag) sur ces alliages. Nous rappelons ensuite la théorie de JMA pour les transformations de phase par germination et croissance. Ce chapitre se termine par la présentation des techniques de Déformations Plastiques Sévères (SPD) et tout particulièrement le procédé ECAP.

Le second chapitre présente les diverses techniques expérimentales qui ont été mises en œuvre dans ce travail. Nous y décrivons d'abord le matériau étudié avec sa méthode d'élaboration ainsi que ses caractéristiques microstructurales. Par la suite, nous présentons la procédure expérimentale de déformation plastique sévère par ECAP ainsi que les techniques de caractérisations utilisées en précisant les conditions expérimentales de ce travail. L'ensemble de résultats issu des différentes caractérisations expérimentales feront l'objet du troisième et le quatrième chapitre.

Dans le troisième chapitre, nous présentons d'abord les microstructures obtenues après les différents traitements thermiques appliqués. Ensuite, nous exposons les résultats de l'analyse de la cinétique de précipitation de la phase β'' dans des conditions de traitements thermiques isothermes et non isothermes de l'alliage dans un état initialement non déformé où les paramètres de cinétiques sont évalués et commentés à la lumière de la bibliographie consultée.

Dans le quatrième chapitre, nous présentons les résultats de la caractérisation de l'alliage après déformation plastique sévère par ECAP. Nous les interprétons et les discutons en les comparant aux données de la littérature. Nous mettons ensuite en évidence l'hétérogénéité de la déformation plastique par ECAP à travers l'analyse de la distribution des contraintes résiduelles et simulations par éléments finis.

Introduction générale

Enfin, une conclusion générale clôt ce travail de thèse, récapitulant ainsi les avancées réalisées et dégagant les perspectives à venir.

Partie 1

Chapitre 1.1 :

Revue bibliographique

Chapitre 1.1 : Revue bibliographique

Dans ce chapitre, une synthèse bibliographique exposant les caractéristiques générales des alliages Al-Mg-Si est proposée dans un premier temps. Une attention toute particulière est portée aux phases nanométriques ayant un impact sur les propriétés mécaniques ainsi que les conséquences de l'ajout de l'Argent qui est l'objectif de cette thèse. Dans une seconde partie du chapitre, la théorie de Johnson-Mehl-Avrami (JMA) généralement adoptée pour décrire les cinétiques de transformation de phase est présentée. La dernière partie du chapitre apporte un aperçu sur les méthodes de déformation plastique sévère (SPD), et plus particulièrement le procédé ECAP (Equal-Channel Angular Pressing) utilisé dans cette étude.

1.1.1. Généralités sur les alliages Al-Mg-Si

Les alliages de la série 6xxx sont des alliages à durcissement structural enrichis principalement en Mg et Si. Ces éléments d'addition forment des précipités nanométriques assurant le durcissement de l'alliage. En plus de ces phases nanométriques, des précipités plus grossiers sont également présents dans cet alliage, mais de moindre importance, voire sans effet, sur le durcissement structural.

1.1.1.1. Familles des alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium sont divisés en deux branches principales appelées alliages corroyés et alliages moulés. Les alliages corroyés sont à nouveau subdivisés en deux sous-catégories: les alliages traités thermiquement (alliage à durcissement structural) et non-traités thermiquement (alliage à durcissement par écrouissage) [5].

La diversité des applications fonction des alliages disponibles, nécessite l'emploi d'une nomenclature précise pour désigner les gammes d'aluminium ou d'alliages d'aluminium. Depuis 1970, un système de normalisation international a été mis en place par l'organisme américain Aluminium Association (AA) pour différencier les alliages d'aluminium suivant leur composition chimique.

Pour les alliages corroyés, le premier chiffre de sa désignation représente le groupe auquel appartient un alliage. Le second chiffre est réservé aux modifications successives de la composition chimique de l'alliage: le chiffre zéro correspond à l'alliage original et les chiffres 1 à 9 sont réservés aux modifications successives. Les deux derniers chiffres n'ont pas de signification particulière et servent seulement à identifier l'alliage dans leur groupe. La seule

exception est la série 1xxx où ces deux derniers chiffres indiquent le pourcentage en aluminium au-delà de 99,00 % (exemple : 1050 qui comporte au minimum 99,50 % d'aluminium). La notation est similaire pour les alliages moulés, avec la distinction que le dernier chiffre représente la forme du produit [5]. Le Tableau 1.1.1 qui présente les familles d'alliages d'aluminium en fonction de leur principal élément d'addition en proportion massique.

Tableau 1.1.1: Système de désignation des alliages d'aluminium [6].

Alliages corroyés		Alliages moulés	
Désignation	Principaux éléments	Désignation	Principaux éléments
1xxx	>99% Al	1xx.x	>99% Al
2xxx	Cu	2xx.x	Cu
3xxx	Mn	3xx.x	Si + Cu ou Si + Mg
4xxx	Si	4xx.x	Si
5xxx	Mg	5xx.x	Mg
6xxx	Mg + Si	6xx.x	Non utilisée
7xxx	Zn + Mg	7xx.x	Mg + Zn
8xxx	Autres éléments	8xx.x	Sn
		9xx.x	Autres éléments

1.1.1.2. Aluminium 6063

Les alliages d'aluminium de la série 6xxx sont très nombreux. Ils se différencient principalement par la teneur en éléments d'additions et plus particulièrement en Mg et Si (Figure 1.1.1). Ces éléments interviennent dans les propriétés mécaniques finales.

L'alliage, dont il est question dans ce travail, est un alliage d'aluminium 6063. Il s'agit d'un alliage très répandu de la série 6xxx. Les spécificités liées aux alliages 6063, sont répertoriées dans le Tableau 1.1.2. Les éléments d'addition majoritaires sont le Mg et le Si. Cependant, d'autres éléments d'addition à savoir Mn, Cr et Zn sont introduits pour inhiber la recristallisation et contrôler la taille des grains pendant la mise en forme à chaud.

Al 6063 est habituellement utilisé à l'état T6 grâce aux bonnes propriétés mécaniques procurées par le durcissement structural. Cet alliage est principalement utilisé pour les applications architecturales et structurelles grâce à sa bonne aptitude à la mise en forme à froid, ses bonnes propriétés mécaniques, sa résistance à la corrosion et son coût modeste comparé à d'autres familles d'alliage. De plus, cet alliage offre de bonnes aptitudes au soudage (notamment à l'état T6). Les propriétés classiques principales de cet alliage sont résumées dans le Tableau 1.1.3.

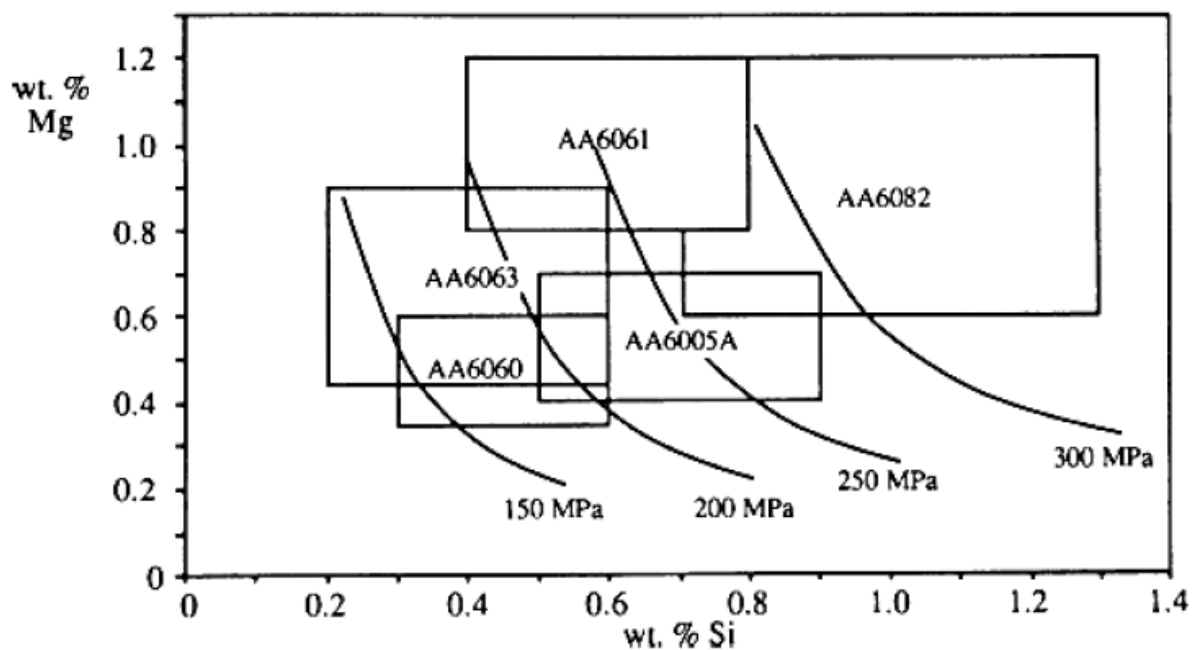


Figure 1.1.1 : Composition limite des alliages d'aluminium de la série 6xxx et sa conséquence sur la limite élastique [7].

Tableau 1.1.2 : Composition chimique nominale de l'alliage d'aluminium 6063 (wt. %) [8].

Elément	Mg	Si	Fe	Cu	Mn	Cr	Zn	Ti	Autres	Al
Min	0.45	0.20	-	-	-	-	-	-	0.05	Bal
Max	0.90	0.60	0.35	0.10	0.10	0.10	0.10	0.10	0.15	

Tableau 1.1.3 : Quelques propriétés de l'alliage 6063 à l'état T6 [8].

Propriétés	Valeur
Masse volumique	2.69 g/cm ³
Résistivité électrique	0.033 $\mu\Omega\cdot m$
Dureté	73 HB
Allongement à la rupture	12 %
Coefficient de Poisson	0.33
Limite élastique à la traction (R_e)	214 MPa
Limite de résistance à la rupture (R_m)	241 MPa
Module d'élasticité (Young)	68.3 GPa
Module de rigidité	25.8 GPa

1.1.1.3. Traitements thermiques

Les traitements thermiques appliqués aux alliages d'aluminium de la série 6xxx peuvent être classés en deux étapes principales. La première étape est l'élaboration du matériau, dans lequel l'alliage est fondu, coulé, homogénéisé et puis mise en forme à chaud. Cette étape contrôle la composition chimique et la structure des grains. La deuxième étape, le traitement de durcissement structural (mise en solution, trempe et revenu). Cette étape concerne la conception de l'état de précipitation. Selon le besoin, la trempe peut être suivie d'un traitement de détensionnement de traction ou de compression contrôlée (2 ou 3%). Ce traitement est réalisé avant le revenu pour but de relaxer par déformation plastique les contraintes résiduelles engendrées par la trempe. La Figure 1.1.2 présente les diverses étapes des traitements thermiques.

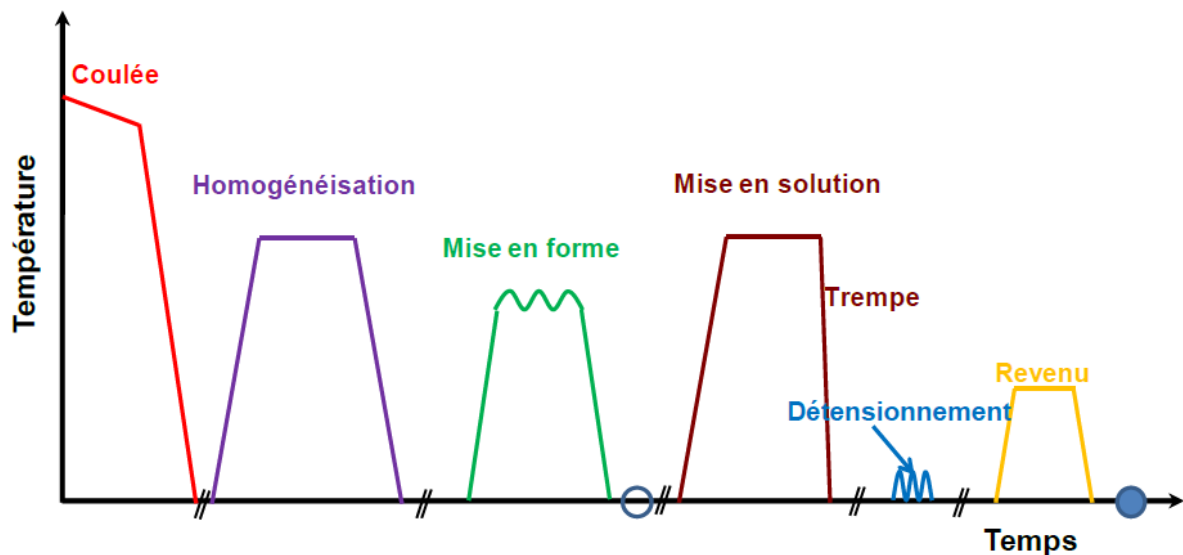


Figure 1.1.2: Traitements thermomécaniques appliqués aux alliages d'aluminium de la série 6xxx [9].

1.1.1.4. Désignation des états métallurgiques

L'état métallurgique d'un alliage est en lien direct avec ses propriétés mécaniques, résultant de l'application d'un traitement thermique (Figure 1.1.3). L'état métallurgique est représenté par une désignation standard, décrite pour les alliages corroyés dans la norme NF EN 515 : le traitement thermique est désigné par la lettre « T » suivi d'au moins un numéro de 1 à 9. Voici une liste des principales désignations susceptibles de nous intéresser :

- T4 : c'est l'état après une mise en solution suivi d'un vieillissement naturel (maturation à température ambiante) jusqu'à l'obtention d'un état pratiquement stable.
- T6 : c'est le traitement de revenu (100-300°C) jusqu'à l'obtention de maximum de dureté «pic de durcissement ».
- T7 : c'est un état de sur-revenu ou la dureté diminue. Cependant, certaines propriétés peuvent être améliorées par un tel traitement comme ténacité, résistance à la corrosion...etc.

Dans le cas d'un détensionnement après trempe, deux chiffres sont ajoutés: 51 pour un détensionnement par traction, et 52 dans le cas du détensionnement par compression [10].

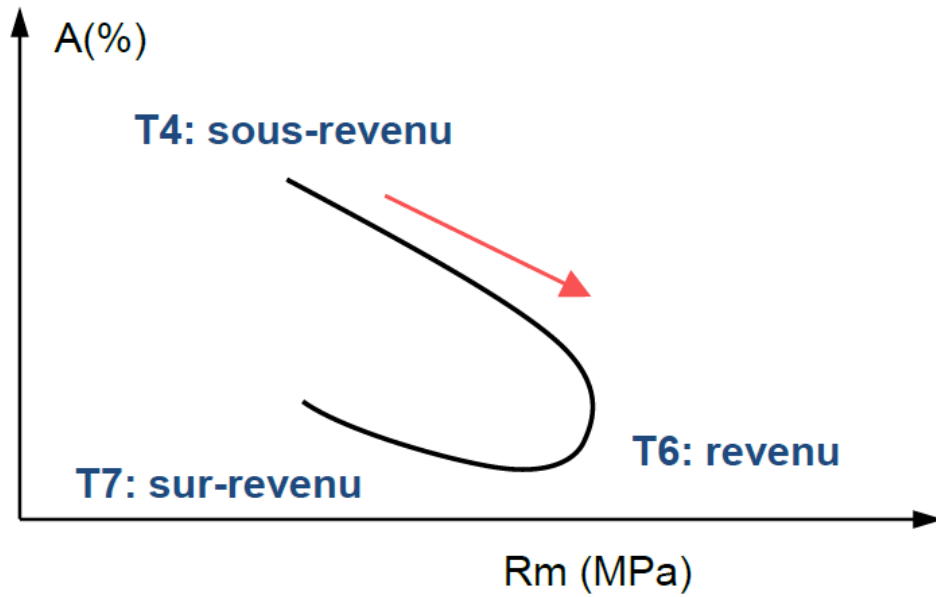


Figure 1.1.3 : Evolution classique de quelques propriétés d'un alliage d'aluminium de la série 6xxx au cours des différents traitements thermiques [9].

1.1.1.5. Phases cristallographiques

Les différentes phases susceptibles d'apparaître dans les alliages d'aluminium de la série 6xxx peuvent être réparties selon la taille en deux catégories: Précipités micrométriques et les précipités nanométriques.

1.1.1.5.1. Précipités micrométriques

Les observations métallographiques réalisées en microscopie optique par Asensio-Lozano et al [11] montrent la présence de deux types de précipités micrométriques (Figure 1.1.4) :

- Les phases grises: Les intermétalliques au fer ($AlFeSi$), de forme fragmentée et allongée dont la taille varie entre 1 et 5 μm .
- Les phases noires : Les précipités intergranulaires Mg_2Si de forme globulaire dont la taille allant de 5 à 20 μm .

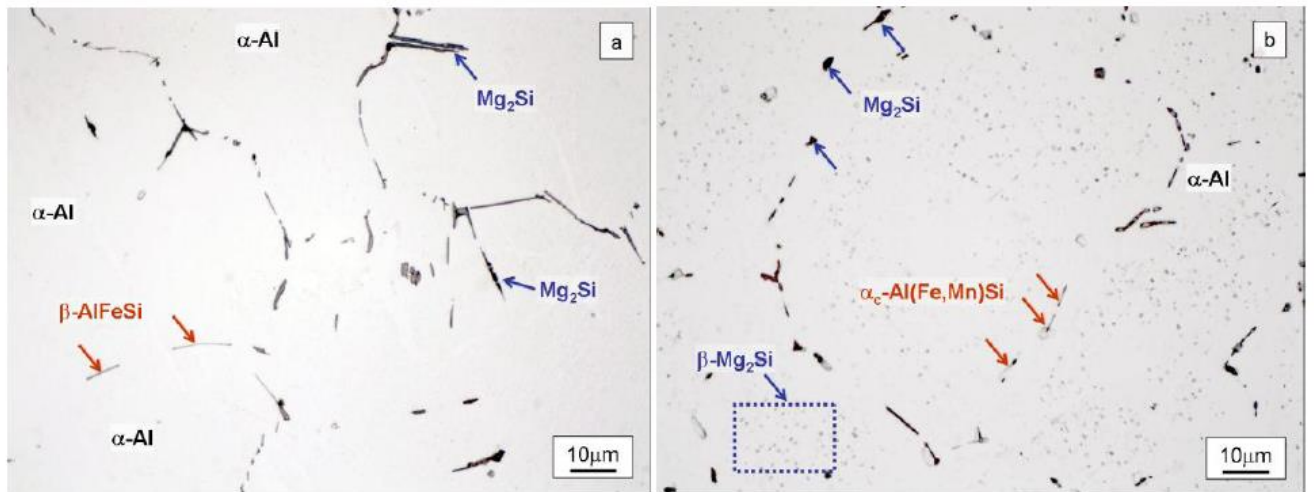


Figure 1.1.4: Microstructure obtenue par microscope optique montrant les précipités Mg_2Si grossiers et les intermétalliques au fer ($AlFeSi$) [11].

1.1.1.5.1.1. Les intermétalliques au fer ($AlFeSi$)

Le Fe est toujours présent dans les alliages d'aluminium de la série 6xxx, soit comme une impureté ou comme une addition d'alliage. Comme Fe a une très faible solubilité dans la matrice d'aluminium (0,002 % à 20°C), presque tous les atomes de Fe présents dans les alliages 6xxx se lieront avec l'excès de Si et Al abondant pour former typiquement un volume pour cent d'intermétalliques contenant du Fe. Lors de la solidification, ces intermétalliques se forment sur les bords des dendrites d'aluminium par une réaction eutectique, ce qui explique leur forme de plaque. La plupart de ces intermétalliques sont la phase $\beta-AlFeSi$ en forme de plaque tandis qu'une petite fraction des phases peut être la phase cubique $\alpha_c-Al(Fe,Mn)Si$ avec une morphologie connue sous le nom "Chinese-script-like" [12].

1.1.1.5.1.2. Les précipités Mg_2Si grossiers

La plupart des précipités Mg_2Si grossiers se forment pendant l'étape de la coulée. Ces précipités peuvent être dissous durant les étapes d'homogénéisation et de mise en solution. Cependant, une trempe trop lente entraîne leur précipitation aux joints de grains. De par leur taille et leur densité, ces précipités ne participent pas au durcissement structural de l'alliage. Ils présentent même de nombreux désavantages. Leur présence diminue la quantité de Mg et Si disponible pour la précipitation des phases nanométrique durcissantes. Ils ont également un effet néfaste sur la ductilité et la ténacité du matériau en agissant comme zone de concentration de contraintes [13].

1.1.1.5.2. Précipités nanométriques

Il existe deux types de précipités nanométriques :

- Les dispersoïdes au chrome et au manganèse.
- Les précipités durcissants.

1.1.1.5.2.1. Les dispersoïdes au chrome et au manganèse

Les dispersoïdes au chrome et au manganèse sont des précipités incohérents avec la matrice d'aluminium et ne contribuent guère au durcissement structural de l'alliage. Ces précipités se forment lors de l'étape d'homogénéisation et sont répartis de façon homogène (Figure 1.1.5). Leur diamètre varie entre 50 et 500 nm. Les dispersoïdes présentent une bonne stabilité thermique. Ils jouent un rôle d'ancrage des joints de grain ce qui permet d'améliorer la résistance à la recristallisation et à la croissance de grains [9,14].

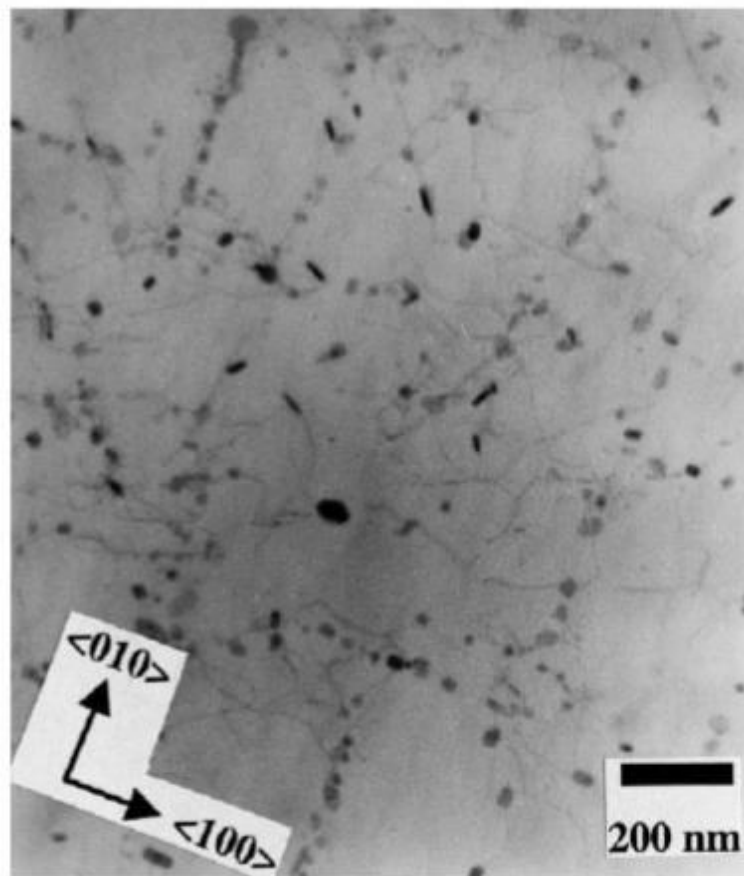
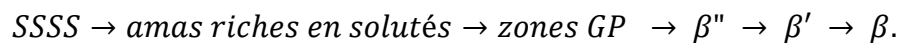


Figure 1.1.5 : Micrographie MET montrant les dispersoïdes [15].

1.1.1.5.2.2. Les précipités durcissants

Il est bien connu dans les alliages d'aluminium que la formation des phases nanométriques durcissantes suit une séquence de précipitation avant l'apparition d'une phase stable. Bien qu'elle ait été considérablement étudiée, la séquence de précipitation dans la série 6xxx est très complexe et elle est toujours soumise à discussions. Elle dépend notamment du rapport des concentrations en Mg et Si ainsi que de la présence d'autres éléments d'addition. La séquence de précipitation communément admise pour les alliages Al-Mg-Si à partir de la solution solide sursaturée (SSSS) est la suivante [16,17]:



1.1.1.5.2.2.1. Les amas riches en soluté (solute rich clusters)

Le magnésium et le silicium initialement présents en solution solide sursaturée (SSSS) se combinent en amas de soluté riches en Mg et Si (solute rich clusters). Ces objets doivent être perçus comme des enrichissements locaux en éléments d'alliage et non comme des particules définies, c'est pourquoi leur observation au microscope électronique en transmission (MET) est impossible. Deux populations de clusters se forment après la trempe. Plusieurs auteurs [18-22] ont montré, à l'aide de sondes atomiques tomographiques 1D et 3D, l'apparition des clusters homo-atomiques, c'est-à-dire, qu'il y a formation indépendante de clusters de silicium et de clusters de magnésium (Figure 1.1.6). Par la suite, les clusters de magnésium se dissolvent pour former des co-clusters de magnésium-silicium (Figure 1.1.7).

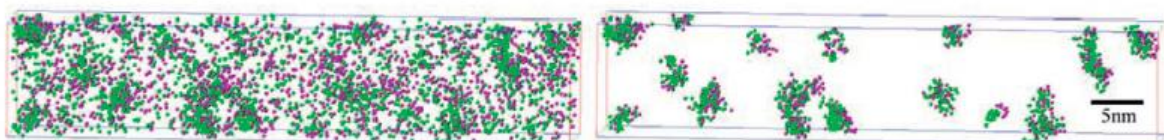


Figure 1.1.6 : Analyses en sonde atomique tomographique d'un alliage Al-Mg-Si pré-vieilli à 100°C pendant 1 semaine. L'image de gauche montre tous les atomes Mg (vert) et Si (violet) alors que l'image de droite montre les clusters extraits par la méthode de séparation maximale [18].

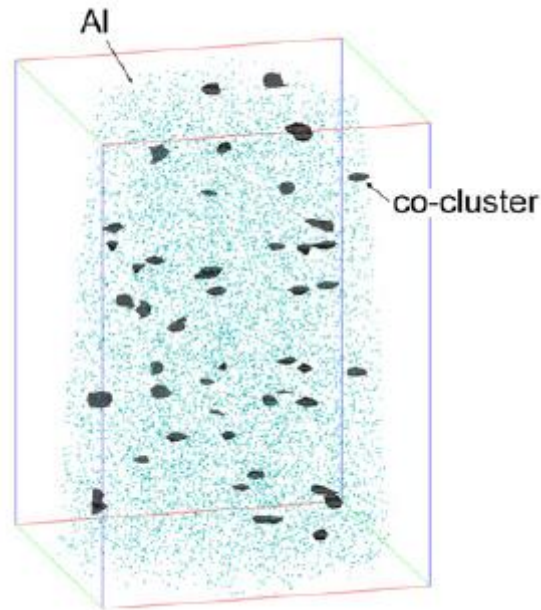


Figure 1.1.7 : Analyses en sonde atomique tomographique d'un alliage Al-Mg-Si vieilli naturellement à long terme montrant les co-clusters [23].

1.1.1.5.2.2.2. Zone de Guinier-Preston (GP)

Au cours du traitement thermique, les co-clusters évoluent pour former des zones de Guinier Preston (GP). Les zones GP sont des précipités cohérents avec une énergie interraciale induisant des distorsions plus ou moins importantes du réseau cristallin de la matrice. Les zones GP sont visibles au MET à l'opposé des clusters (Figure 1.1.8). Leur structure cristalline est sujette à discussion [5].

Deux types de zones GP sont décrits dans la littérature: (1) Zones GP de type plaque rapportés par Matsuda et al [24]. Pendant le pré-vieillissement à des températures comprises entre 70 et 150 °C, il se forme des zones GP monocouches ou multicouches qui ont un effet positif sur les vieillissements artificiels successifs. (2) Des zones GP sphériques riches en solutés de 1-3 nm de diamètre rapportés par Marioara et al [25]. Ces zones sont définies comme des collections de solutés désordonnés qui ont les mêmes paramètres de réseau que la matrice d'aluminium.

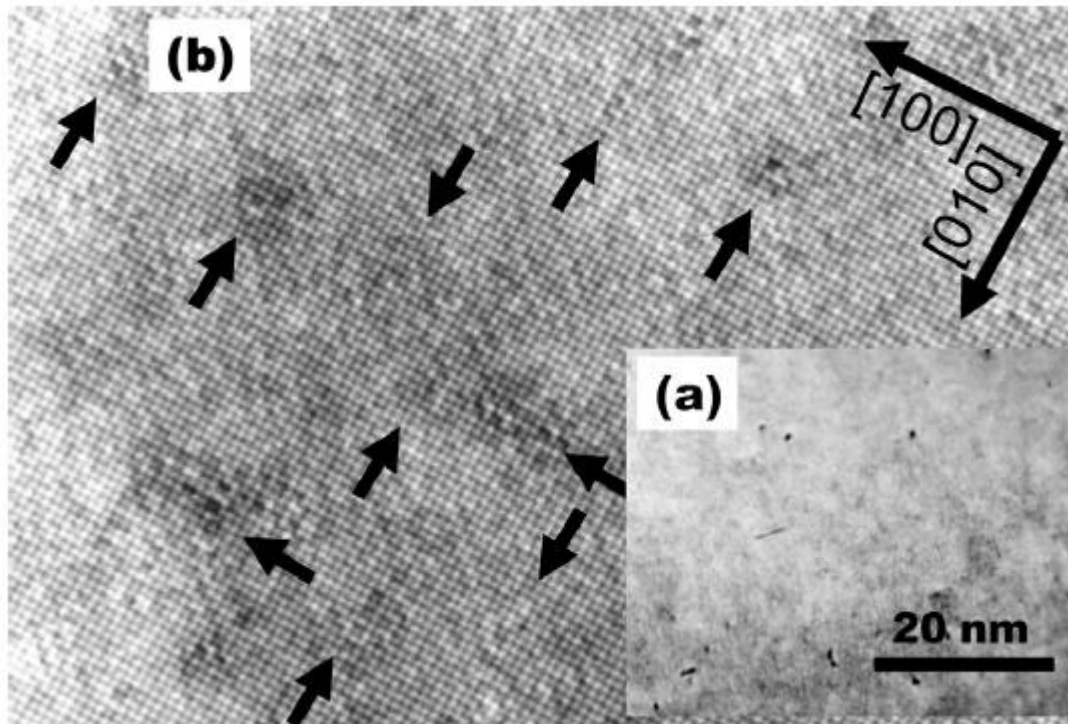


Figure 1.1.8 : (a) Micrographie MET au champ lumineux et (b) Micrographie METHR agrandie montrant les zones GP [26].

1.1.1.5.2.2.2. Précipité β''

Lors de la poursuite du vieillissement thermique les zones GP se transforment en précipités β'' . Du fait de leurs dimensions, les précipités β'' sont aussi appelés dans la littérature zone « GP II ». Les précipités β'' se présentent sous la forme d'aiguilles de 10 à 50 nm de longueur et de 1 à 5 nm de diamètre. Ces précipités s'étendent selon leur direction [010] et sont orientés selon l'axe de zone $\langle 001 \rangle$ de la matrice d'aluminium. Ils croissent de manière cohérente dans cette direction et semi-cohérent dans les deux autres directions. La Figure 1.1.9 présente une micrographie MET montrant les précipités β'' . La composition chimique de cet précipité rapportée par Zandbergen et al [27] est Mg_5Si_6 . Cette affirmation est reprise par plusieurs auteurs [28,29]. Du fait de leur forte densité et de leur cohérence avec la matrice d'aluminium, les précipités β'' provoquent un champ de contrainte important qui rend difficile le mouvement des dislocations, ce qui apporte un maximum de durcissement pour l'alliage [9,14].

La structure cristalline du précipité β'' est monoclinique de type $C2/m$ avec les paramètres $a = 1.516$ nm, $b = 0.405$ nm, $c = 0.674$ nm et $\beta = 105.3^\circ$. L'angle entre le vecteur β''_a et [010] Al est de 33.69° et l'angle entre le vecteur β''_c et [100] Al est de 18.43° (Figure 1.1.10) [5].

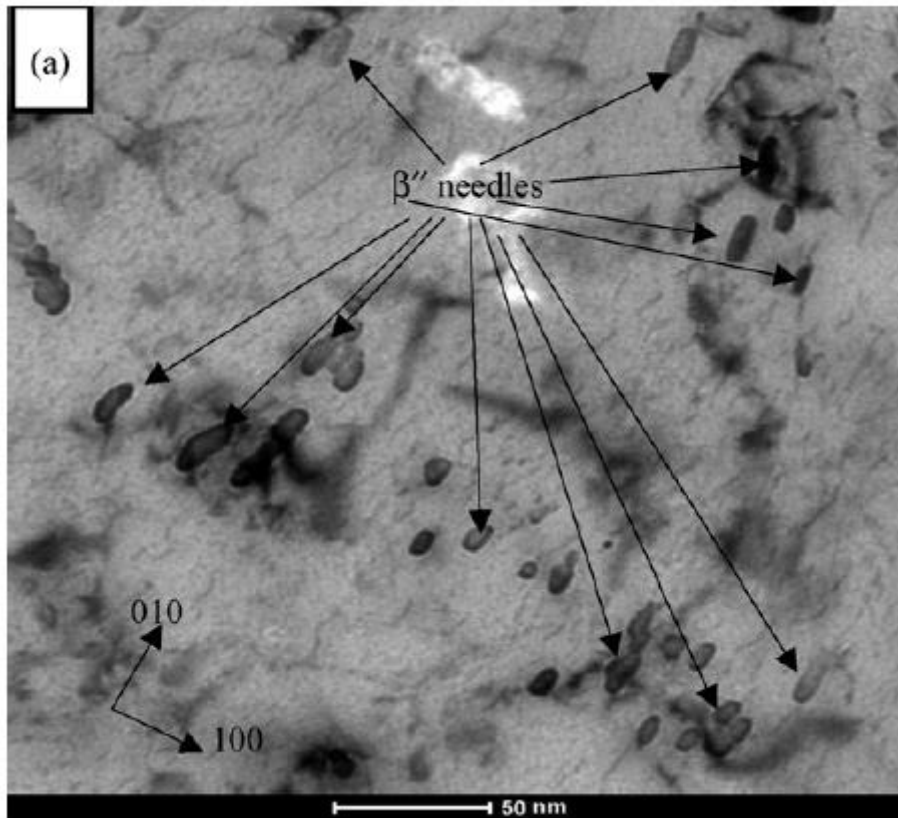


Figure 1.1.9 : Micrographie METHR montrant les précipités β'' [16].

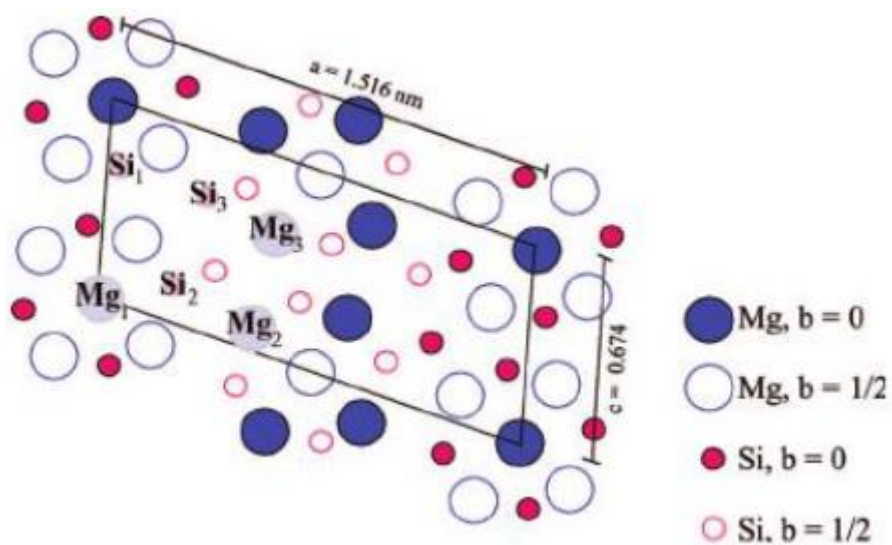


Figure 1.1.10 : Structure monoclinique de la phase β'' , structure C2/m, à base C centrée et de paramètres de maille $a = 1.516 \text{ nm}$, $b = 0.405 \text{ nm}$, $c = 0.674 \text{ nm}$ et $\beta = 105.3^\circ$ [29].

1.1.1.5.2.2.3. Précipité β'

Lors du sur-revenu, la phase β'' se décompose en plusieurs composés qui apparaissent en fonction des compositions. Le principal est β' qui précipite sous forme de bâtonnets de taille comprise entre 5 à 15 nm de diamètre [9]. Leur structure cristallographique a été bien déterminée par la microscopie électronique à transmission et la diffraction électronique. La cristallographie des phases β' qui en découle est hexagonale de type P63/m et de paramètres $a = b = 0.705$ nm et $c = 0.405$ nm (Figure 1.1.11). Cette dernière valeur est très proche du paramètre du réseau α -Al garantit la semi-cohérence des précipités β' avec la matrice [9].

La stœchiométrie de cette phase a été également contestée, bien que divers auteurs obtiennent un rapport Mg/Si inférieur à 2. Ce rapport peut varier de 1 à 1.7 selon la nuance de l'alliage. Deux études récentes ont proposé une stœchiométrie Mg_9Si_5 . Ces précipités participent au durcissement structural de l'alliage mais en second ordre en raison d'une semi cohérence avec la matrice [14]. La Figure 1.1.12 présente une micrographie MET à haute résolution d'une section de précipités β' .

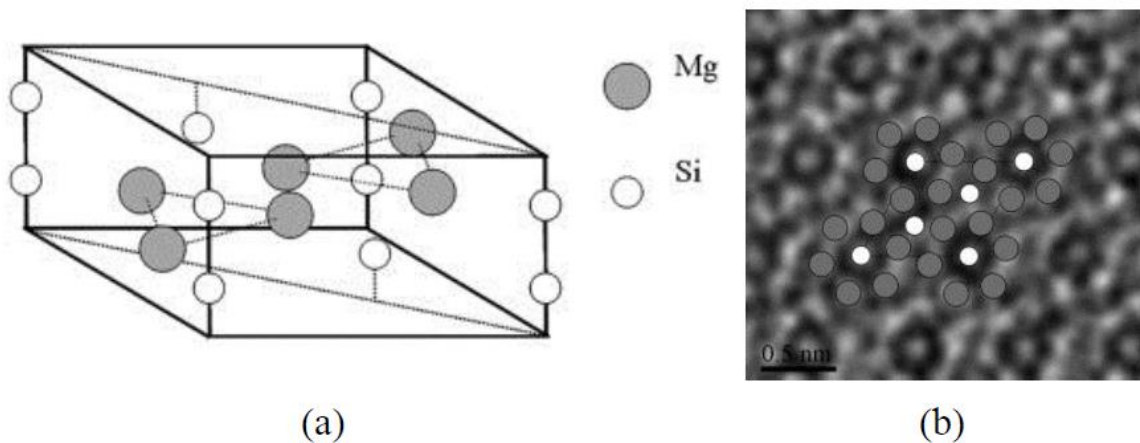


Figure 1.1.11 : (a) structure hexagonale de la phase β' (b) projection du motif élémentaire sur le plan $[001]_{\beta}$ [30].

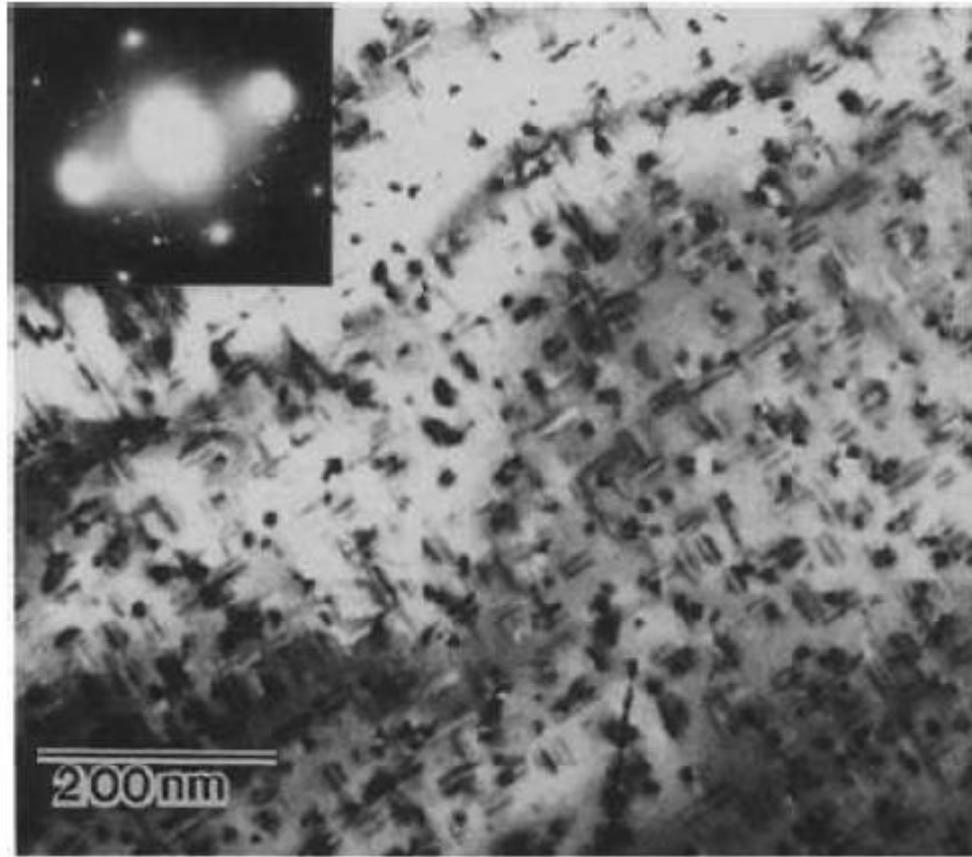


Figure 1.1.12 : Micrographie METHR montrant les précipités β' [31].

1.1.1.5.2.2.4. Précipité β - Mg_2Si

Si le vieillissement thermique se prolonge suffisamment longtemps, les précipités β' évoluent au cours du sur-revenu pour former la phase β . La phase β est la dernière phase dans la séquence de précipitation des alliages Al-Mg-Si. Cette phase est thermodynamiquement stable et possède une stœchiométrie Mg_2Si . Elle précipite sous forme de plaquette carrée de quelques dizaines de nanomètres d'épaisseur et de quelques centaines de nanomètres de longueur de côté, constitue donc la phase grossière de précipitation. La phase β a une structure cubique à faces centrées (groupe espace CaF_2), avec un paramètre de maille $a = 0.639$ nm [9,14] (Figure 1.1.13).

Bien que conservant toutefois des relations d'orientation avec la matrice (les plans $[110]$ et $[001]$ du précipité sont respectivement parallèles aux plans $[100]$ et $[001]$ de l'aluminium), la phase β de précipitation est en incohérence totale avec la matrice et crée des interfaces matrice-précipités jouant le rôle de puits à dislocations. Ceci ne contribue guère au

durcissement structural de l'alliage. Leur participation au durcissement structural est beaucoup plus faible que celle des précipités β'' et β' [14]. La Figure 1.1.14 montre une image MET des précipités β .

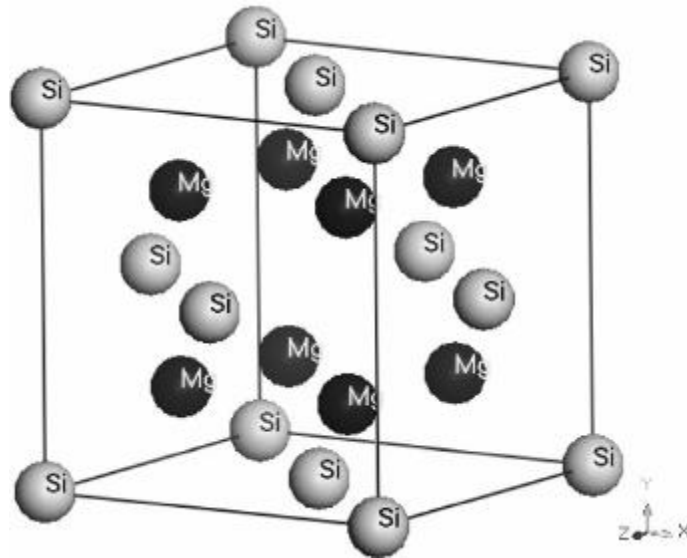


Figure 1.1.13 : Structure CFC de la phase β [32].

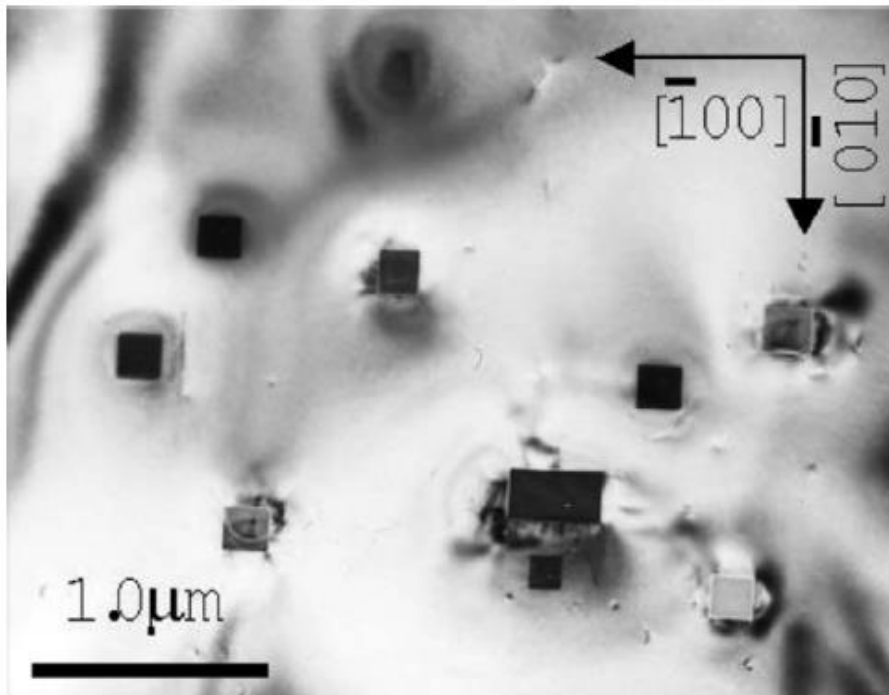


Figure 1.1.14: Micrographie MET montrant précipités cubiques β [33].

Pour résumer les modifications microstructurales au cours de durcissement structural, la Figure 1.1.15 montre l'évolution de la dureté des alliages d'aluminium de la série 6xxx au cours de temps vieillissement.

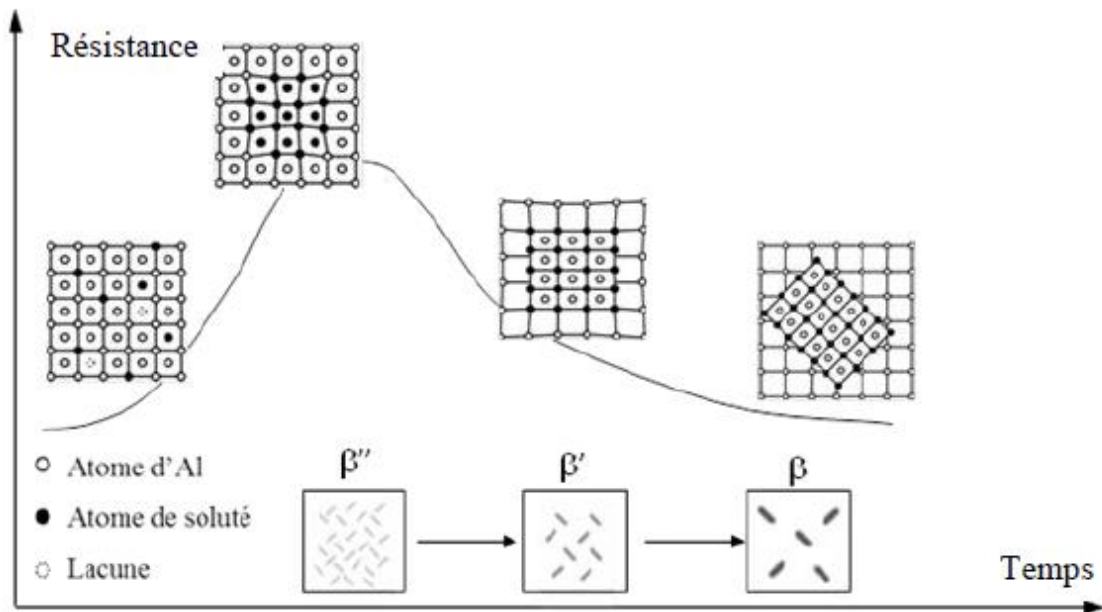


Figure 1.1.15 : Evolution de la dureté des alliages d'aluminium de la série 6xxx avec la morphologie des précipités durcissants en fonction du temps de revenu [14].

1.1.1.6. Influence de la composition de l'alliage

Les différentes caractéristiques liées aux phases, décrites précédemment dans la section 1.1.1.5.2.2, comme la stœchiométrie et la structure sont celles que l'on retrouve habituellement dans un grand nombre de publications. Néanmoins ces dernières peuvent être légèrement différentes dans les articles plus récents, notamment les valeurs de paramètres de maille et la stœchiométrie de phase, dues à des écarts de la stœchiométrie ainsi que la présence d'autres éléments d'addition qui peuvent même favoriser l'apparition d'autres phases.

Au cours des dernières années, une attention particulière a été portée sur le rôle de l'addition d'Argent (Ag) dans les alliages Al-Mg-Si. La raison principale est qu'une petite addition de

Ag tend à accélérer la cinétique de précipitation et améliorer les propriétés mécaniques et la stabilité thermique.

Kim et al [34] ont étudié la cinétique de précipitation des alliages Al-Mg-Si sans et avec l'addition de Ag par analyse calorimétrique. La Figure 1.1.16 montre les thermogrammes DSC publiés par ces auteurs [34]. Comme le montre la figure, la présence de Ag déplace le pic exothermique principal de la phase β'' vers les températures plus basses par rapport à son homologue dans alliage de base sans Ag. Cela suggère que la cinétique de précipitation de la phase β'' est accélérée par addition de Ag. Les énergies d'activation calculées pour la précipitation de la phase β'' pour l'alliage sans et avec Ag sont respectivement de 127 et 108 kJ/mol . Ceci confirme ainsi la conclusion que l'addition de Ag accélère la cinétique de précipitation de la phase β'' .

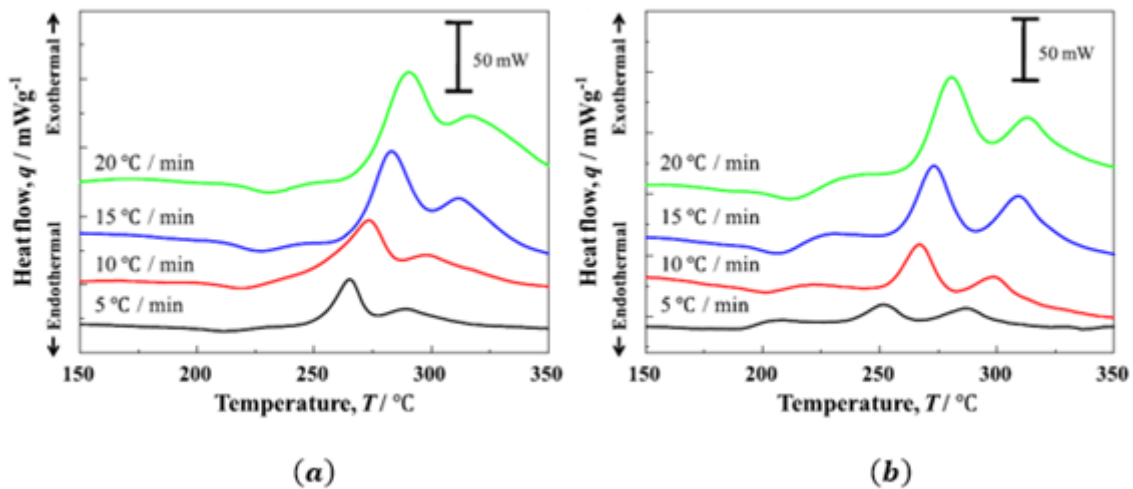


Figure 1.1.16 : Thermogrammes DSC à différentes vitesses de chauffage pour l'alliage Al-Mg-Si (a) sans Ag, (b) avec Ag [34].

La Figure 1.1.17 montre la variation de la dureté avec le temps de vieillissement à 175°C pour un alliage 6156 sans et avec Ag obtenue par Zhang et al [35]. Il est clair que la dureté de l'alliage s'est nettement améliorée après l'ajout de Ag. De plus, le temps nécessaire pour atteindre la dureté maximale est significativement réduit, ce qui est conforme avec les travaux

de Kim et al [34] qui ont montré que l'addition de Ag accélère la cinétique de précipitation de la phase β'' .

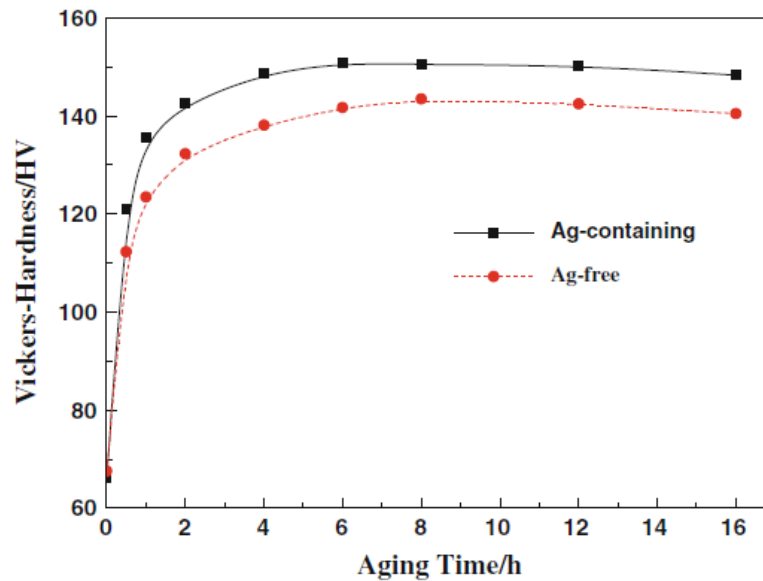


Figure 1.1.17 : Evolution de la dureté des alliages 6156 sans et avec Ag durant le vieillissement à 175 °C [35].

Pour expliquer les phénomènes précédents, Zou et al [36] ont examiné par le MET la microstructure des alliages Al-Mg-Si sans et avec Ag après avoir atteint le maximum de dureté (Figures 1.1.18 et 1.1.19). Les résultats montrent que l'alliage contenant Ag présente une microstructure de précipités β'' plus fines avec une densité en nombre élevée par rapport à l'alliage de base sans Ag. Cela est dû le fait que Ag fournit des sites de germination pour les amas riches en soluté (clusters) et les zones GP, ce qui permet améliorer la dureté de l'alliage et d'accélérer la cinétique de précipitation.

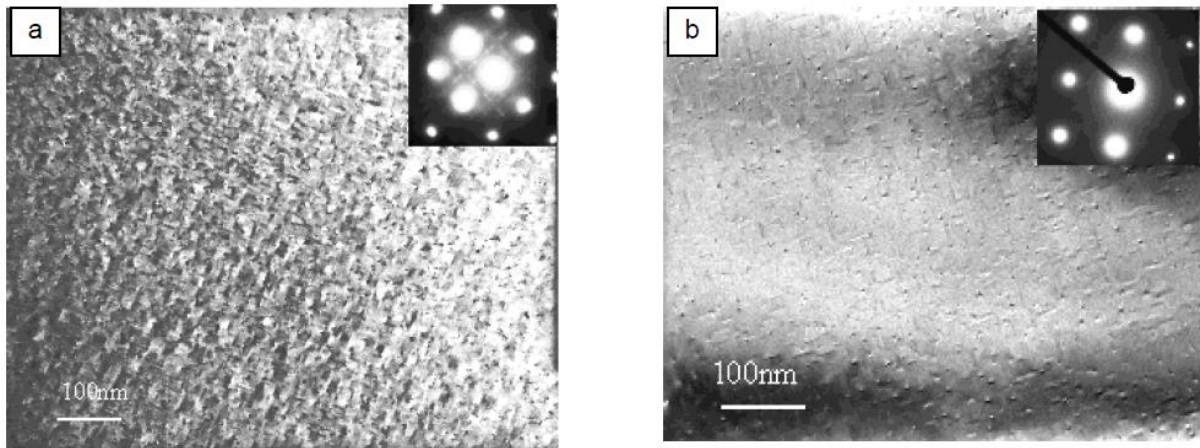


Figure 1.1.18 : Micrographies MET des d’alliages Al-Mg-Si vieillis au maximum de dureté (a) avec Ag et (b) sans Ag [36].

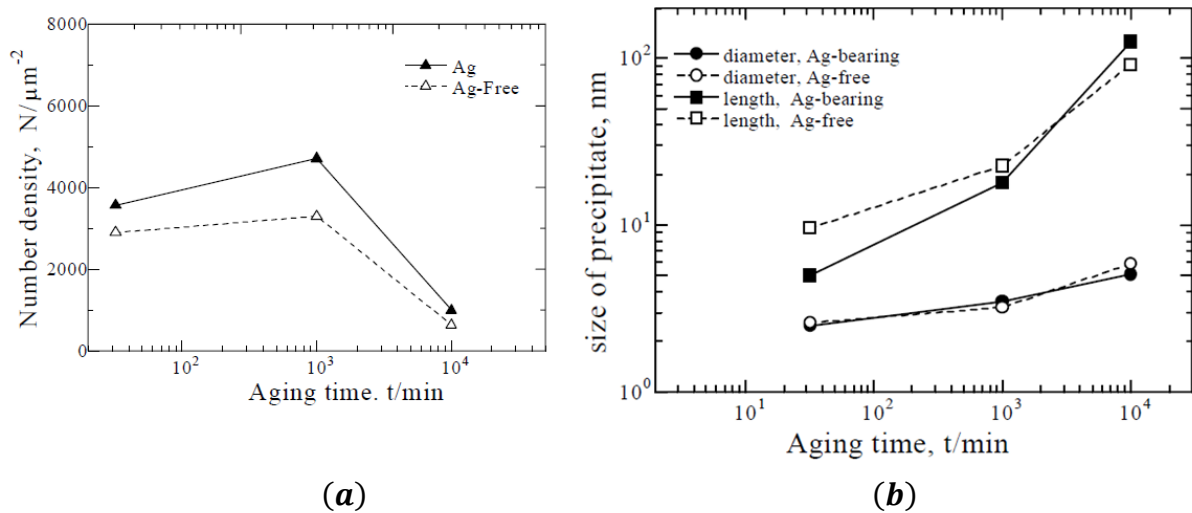


Figure 1.1.19 : Evolution de (a) densité en nombre et (b) taille des précipités pour les alliages Al-Mg-Si sans et avec Ag pendant le vieillissement à 443K [36].

Dans un autre travail de recherche, Nakamura et al [37,38] ont montré que la présence de Ag dans les alliages Al-Mg-Si peut affecter la structure cristalline des précipités. D’après l’analyse par le MET à haute résolution (Figure 1.1.20), Ag entre dans la composition de la phase β' en remplaçant Si, ce qui réduit le paramètre de maille de son réseau hexagonal de $a = 0.705 \text{ nm}$ à $a = 0.69 \text{ nm}$, tandis que la direction c reste inchangée $c = 0.405 \text{ nm}$. La stœchiométrie de la phase β'_{Ag} a été identifiée comme Mg_3Si_2Ag .

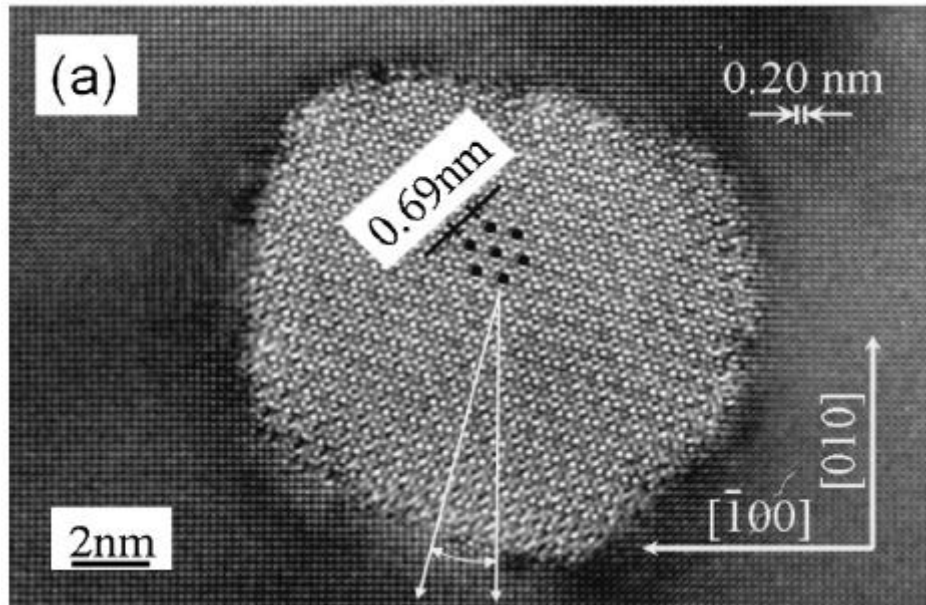


Figure 1.1.20 : Micrographie HRTEM de la phase β'_{Ag} dans un alliage Al-Mg-Si-Ag sur-veilli [37].

Plusieurs travaux de recherches [39-42] ont montré que Ag peut modifier la séquence de précipitation habituellement rencontrée dans les alliages Al-Mg-Si (voir paragraphe 1.1.1.5.2.2) par la formation d'autres phases. Un nouveau précipité inter-granulaire Q_{Ag} a été découvert par Matsuda et al [39] dans un alliage Al-Mg-Si-Ag vieilli au pic de durcissement. Ce précipité est une phase quaternaire possède une structure hexagonal avec un paramètre de maille $a = 1.05 \pm 0.01 \text{ nm}$. Le ratio Mg: Si: Ag dans cette nouvelle phase est de 8: 5: 2 ou 9: 5: 2 et le ratio de (Mg + Ag) à Si est proche de 2.0. La Figure 1.1.21 présente une micrographie METHR de précipité Q_{Ag} qui est désigné par des flèches.

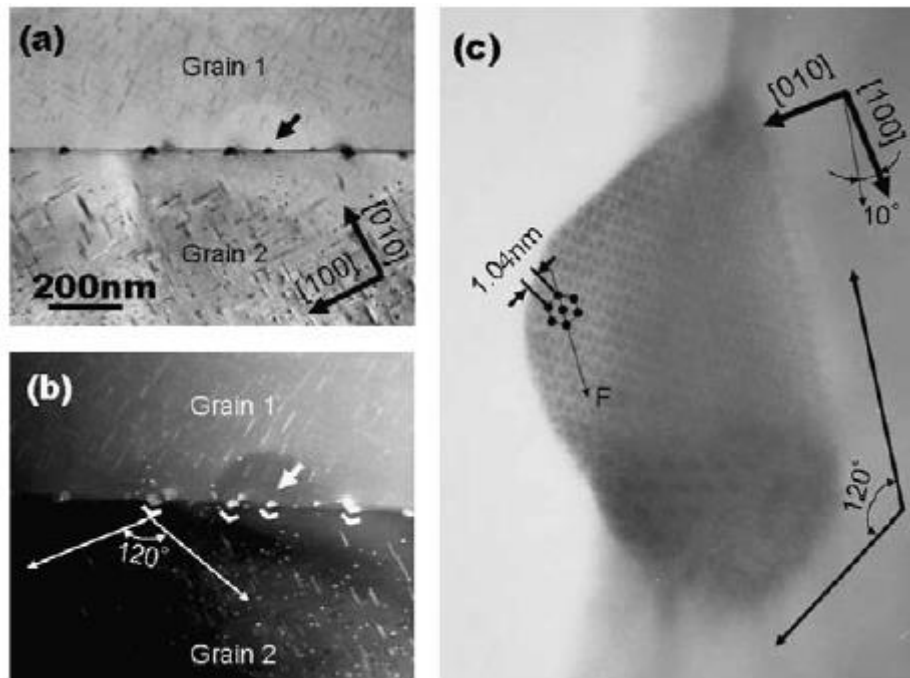


Figure 1.1.21: Micrographies MET montrant la phase Q_{Ag} sur les joint des grains [39].

Gaber et al [40] et plus tard par Ali et al [41] ont montré l'apparition d'un autre type de précipité métastable appelé précipités aléatoires (random precipitates). La Figure 1.1.22 présente une micrographie par METHR pour les précipités aléatoires typiques, dans lesquels les atomes ne sont pas périodiquement ordonnés. Les précipités aléatoires sont entièrement cohérents avec la matrice d'aluminium et ils contribuent donc de manière significative au durcissement de l'alliage.

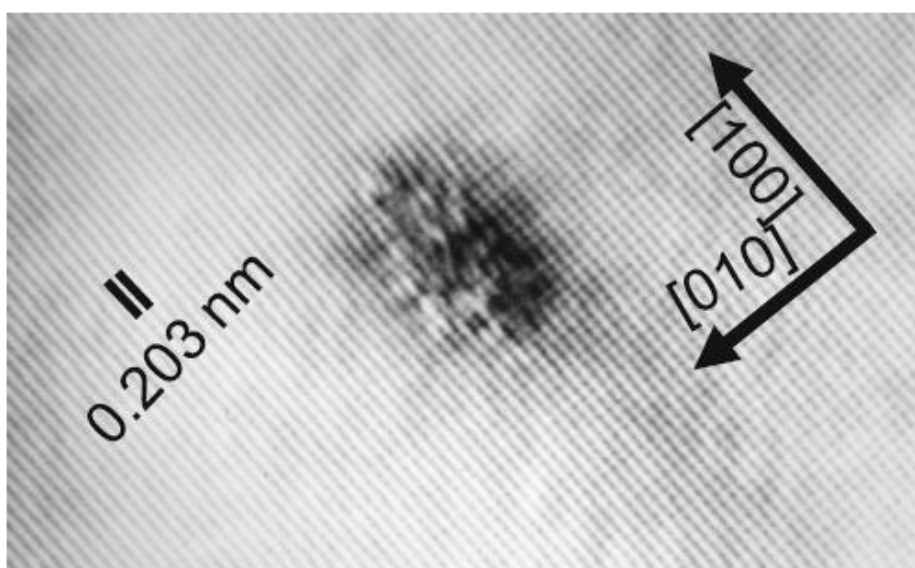


Figure 1.1.22: Une micrographie METHR montrant les précipités aléatoires [41].

Récemment, Weng et al [42] ont montré par analyse calorimétrique que Ag stimule la formation d'une nouvelle phase appelée pré-β". Les thermogrammes de DSC de l'alliage contenant Ag (A2) montre l'apparition un pic exothermique supplémentaire (V) qui n'existe pas dans l'alliage de base sans Ag (A1) (Figure 1.1.23a). Ce nouveau pic est dû à la formation de la phase pré-β". Cette phase pré-β" a été déjà observée par Marioara et al [25,43] dans les alliages Al-Mg-Si ayant un excès de silicium. La phase pré-β" est considérée comme des zones GP plus développée et elle se produit juste avant la phase β". La phase pré-β" est entièrement cohérente avec la matrice d'Aluminium, elle contient du Mg, du Si et une quantité substantielle Al. La stœchiométrie de cette phase est $(Al + Mg)_5Si_6$. La structure de la phase pré-β" est similaire à celle de β", elle est sous forme aiguilles orientées parallèlement à la direction [100] de la matrice d'aluminium.

Dans la même étude, Weng et al [42] ont montré un autre effet bénéfique de Ag est de réduire l'effet néfaste de vieillissement naturel dû à la formation des amas riches en Ag. La Figure 1.1.23b présente les thermogrammes de DSC des alliages Al-Mg-Si sans et avec Ag après deux semaines de de vieillissement naturel. Après vieillissement naturel, le pic exothermique (II) lié à la formation de la phase β" devient plus petit et il se déplace vers les températures plus élevées par rapport à l'état trempé dans la Figure 1.1.23a, indiquant l'effet de vieillissement naturel. Cependant, l'alliage A2 contenant Ag présente un petit effet retardateur (3.8°C) par rapport à alliage A1 sans Ag (6.4°C).

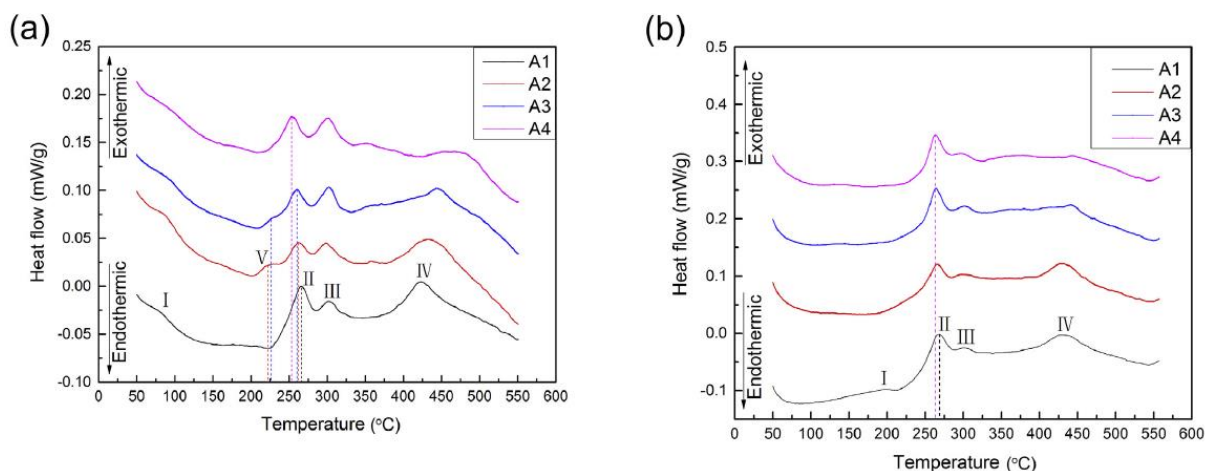


Figure 1.1.23: Thermogrammes de DSC des alliages Al-Mg-Si (a) Immédiatement après la trempe, (b) après deux semaines de vieillissement naturel. A1 : alliage sans Ag. A2 : alliage avec Ag [42].

Dans une autre étude, Sauvage et al [44] ont montré que la présence de Ag est bénéfique pour la stabilité thermique des alliages Al-Mg-Si déformé sévèrement (les déformations plastiques sévères seront expliquées dans la troisième partie du chapitre). La Figure 1.1.24 présente la variation de la micro-dureté en fonction du temps de de vieillissement l'alliage Al-Mg-Si sans et avec Ag déformés sévèrement par la technique HPT. La micro-dureté de l'alliage contenant Ag est maintenue presque stable lors du vieillissement naturel ou artificiel. Cependant, l'alliage de base sans Ag montre une chute de micro-dureté significative après un vieillissement artificiel de longue durée.

Pour comprendre ce comportement, la microstructure de l'alliage contenant Ag a été examinée par le MET après déformation plastique sévère (as-HPT state) (Figure 1.1.25). L'analyse montre la déformation plastique sévère induit une ségrégation de Ag le long des joints de grains (GBs, Grain Boundaries segregation), ce qui réduit leur mobilité et permet d'améliorer la résistance à la croissance de grains.

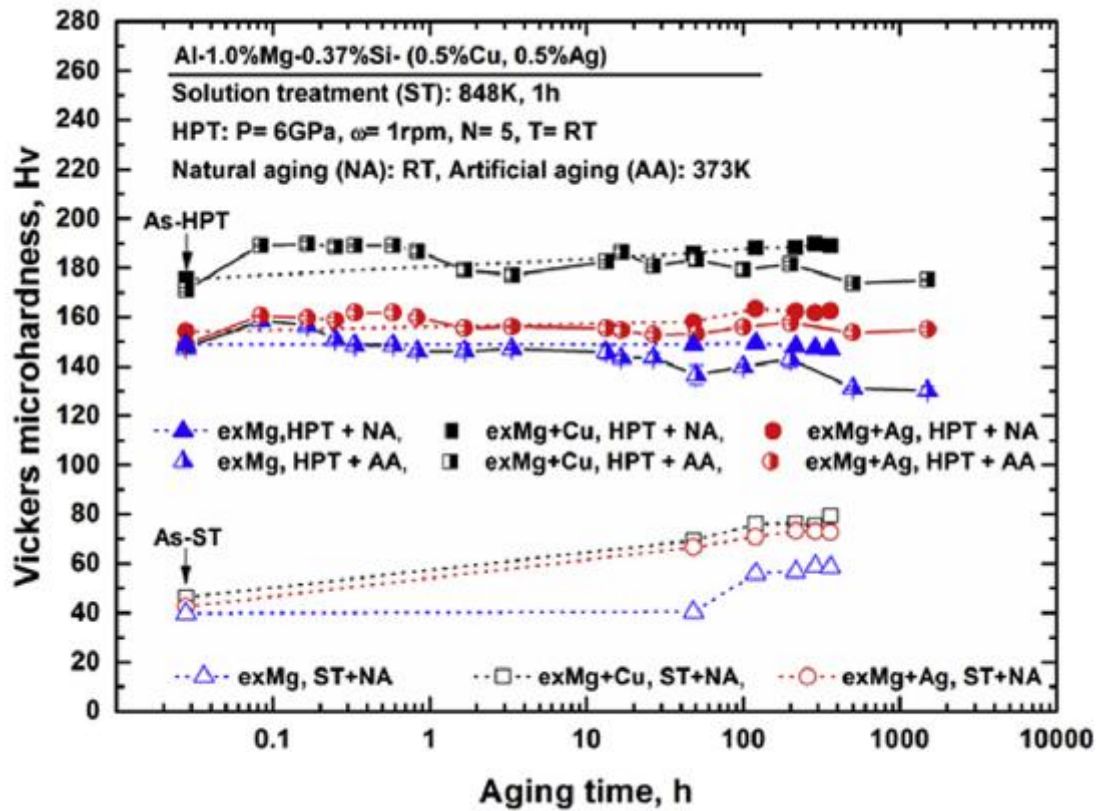


Figure 1.1.24: Evolution de la micro-dureté en fonction du temps de vieillissement des alliages Al-Mg-Si sans et avec Ag déformés sévèrement par HPT [44].

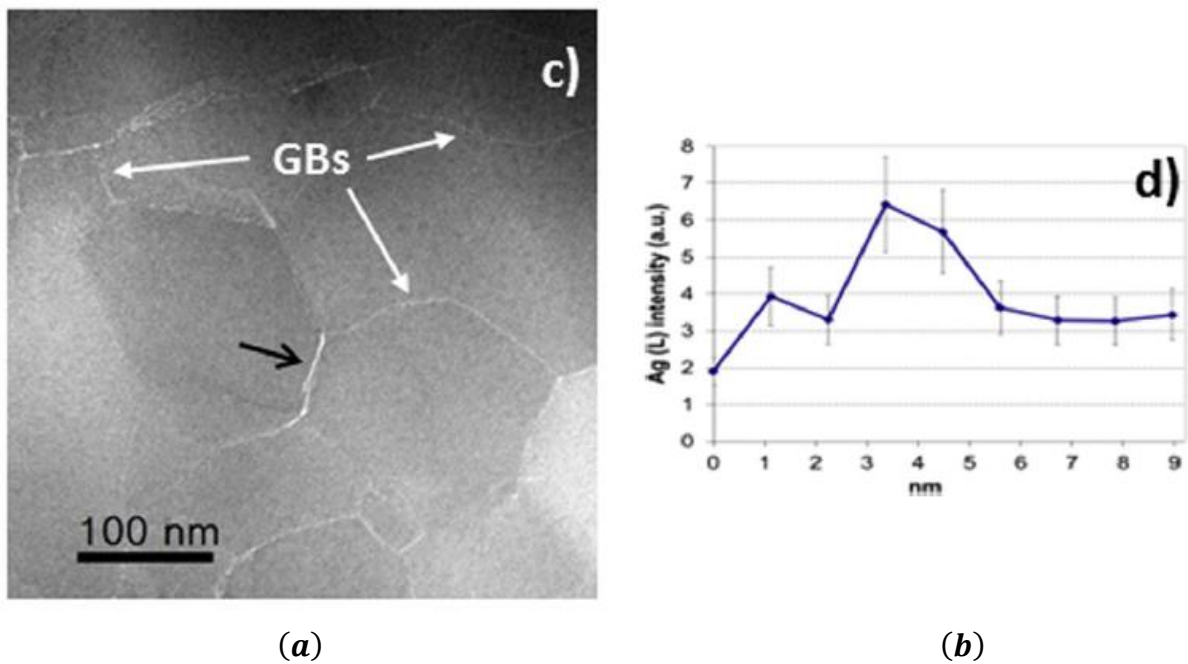


Figure 1.1.25: (a) Micrographie MET montrant la ségrégation de Ag sur les joints des grains (GBs) engendrée par HPT, (b) Le profil d'analyse des joints de grains par EDS [44].

1.1.2. Théorie de Johnson-Mehl-Avrami (JMA)

L'équation de Johnson-Mehl-Avrami (JMA) a été formulée pour décrire l'étendue de la transformation en fonction du temps. Cette équation a été présentée pour la première fois en 1939 par Johnson et Mehl [45]. De 1939 à 1941, Avrami [46-48] a publié une série d'articles vulgarisant cette équation. Il a été découvert par la suite que Kolmogorov [49] avait dérivé la même équation dès 1937. Cette équation est connue depuis comme l'équation JMAK ou KJMA. Récemment, le papier de Johnson et Mehl a été réimprimé avec des annexes [50]. Récemment, Hillert [51] a rapporté la contribution du métallurgiste russe Mirkin [52] dans le développement de cette équation et il a proposé de l'appeler KMJMA ou KM-JMA. Dans le présent travail, nous allons adopter l'appellation de JMA qui est la plus adoptée dans la littérature.

Les hypothèses de cette théorie énoncées par Johnson et Mehl [45] sont les suivantes:

1. La réaction de transformation se déroule par germination et croissance.
2. Les taux de germination et de croissance sont constants tout au long de la réaction.
3. La germination se produit de manière aléatoire dans le matériau.
4. Le produit de réaction est de forme sphérique, sauf lorsque les sphères en croissance commencent à entrer en collision les unes avec les autres.

Des modifications et améliorations récentes de la théorie ont permis d'éviter les limitations 3 et 4 énumérées ci-dessus en incorporant un facteur de germination hétérogène et en ajustant le facteur de forme et la dimension de croissance pour décrire la croissance de disques, bâtonnets, aiguilles et autres morphologies courantes [53].

1.1.2.1. Application du model de JMA en conditions isothermes

Le modèle classique de Johnson-Mehl-Avrami (JMA) décrit la cinétique de la transformation en conditions isothermes d'une phase mère α en une autre phase β , par germination et croissance. Ce modèle dissocie la cinétique de germination et de croissance des contraintes géométriques de l'empiétement ce qui simplifie grandement l'analyse du problème.

Afin de produire des expressions pour décrire la cinétique de précipitation quand une interférence mutuelle entre les particules est présente, il est d'abord reconnu que les courbes de croissance d'un produit transformé sont similaires à la Figure 1.1.26; elles sont caractérisées par une période d'incubation (τ) à l'intersection de la région linéaire et axe des

temps. A l'instant $t = \tau$, les premiers germes de la phase β se forment, et par la suite, la taille des germes formés augmentent de façon continue [54].

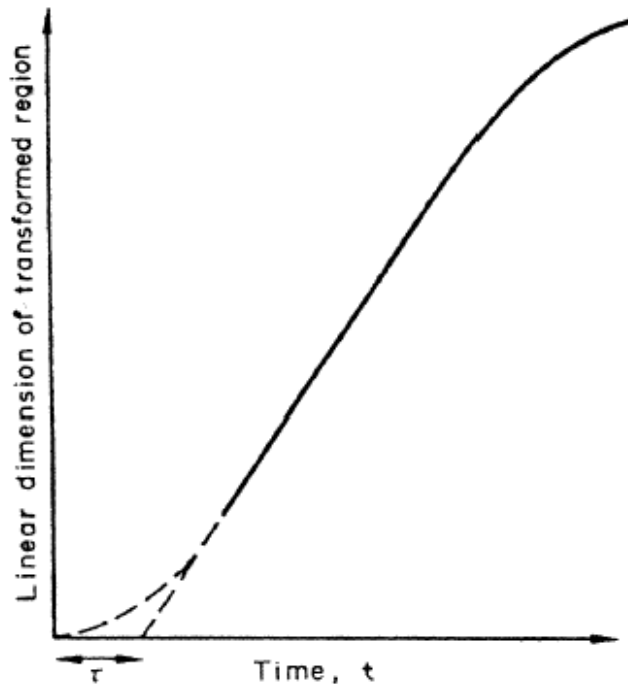


Figure 1.1.26: Courbe de croissance schématique pour une région de produit [54].

Un autre concept clé est défini dans le développement classique du modèle de JMA est le volume étendu. Le volume étendu est le volume total qui serait transformé si la croissance des régions transformées n'était pas entravée par les régions transformées préexistantes (c'est-à-dire en négligeant l'empiètement). Le volume «fantôme» est la partie du volume étendu qui chevauche des régions précédemment transformées. En particulier, les germes fantômes sont les germes dans le volume étendu qui apparaissent dans des régions précédemment transformées.

Par exemple, dans la Figure 1.1.27, le volume étendu se compose initialement de A et B. Pendant un intervalle de temps infinitésimal, le volume étendu augmente par transformation des régions A', B', C et D. Les intersections $A' \cap B$ et $B' \cap A$, ainsi que le noyau D, représentent tous des volumes fantômes, alors que ces régions étaient déjà transformées [55].

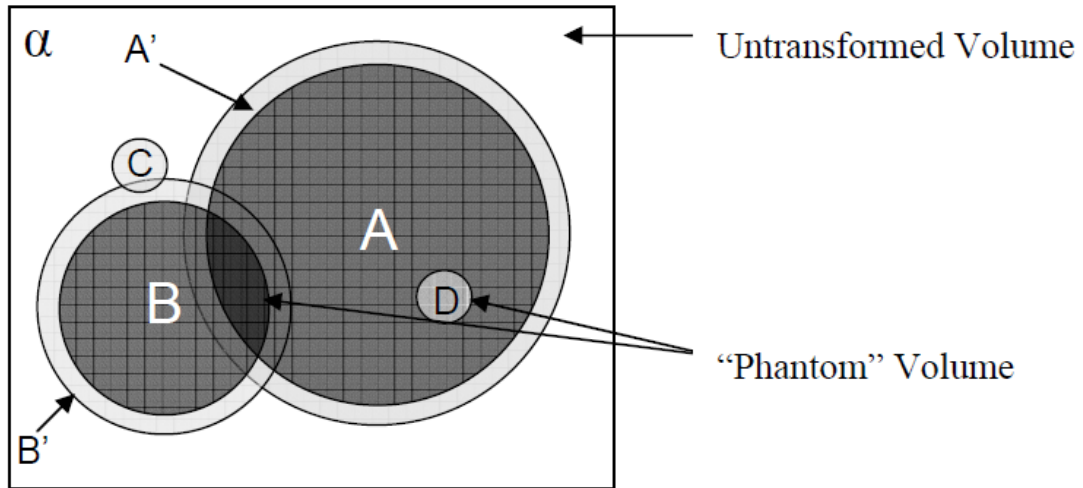


Figure 1.1.27: Schéma illustratif du concept du volume étendu [55].

En définissant (g) comme la vitesse de croissance, et supposons que la vitesse de croissance est constante et identique dans toutes les directions (croissance isotrope), pour $t > \tau$, le volume élémentaire d'un germe en forme sphérique de la phase β est donné par :

$$v_{\tau} = \frac{4\pi}{3} g^3 (t - \tau)^3 \quad (1.1.1)$$

Dans l'ensemble, au cours des premières étapes de la transformation, lorsque $V^{\beta} \ll V^{\alpha}$, l'interférence des particules voisines peut être négligée, l'incrément de volume étendu de la phase β est défini par :

$$dV_e^{\beta} = v_{\tau} \cdot I \cdot V^{\alpha} \cdot d\tau \quad (1.1.2)$$

Avec :

I : est la vitesse de germination.

Dans ce cas, V^{α} , le volume de la matrice, est presque égal à V , le volume total étendu de la phase β à l'instant t est donc:

$$V_e^{\beta} = \frac{4\pi}{3} \int_{\tau=0}^t I \cdot V \cdot g^3 \cdot (t - \tau)^3 d\tau \quad (1.1.3)$$

L'Equation (1.1.3) peut être intégrée en supposant que (I) ne varie pas avec le temps, et le résultat est :

$$y_e^\beta = \frac{V_e^\beta}{V} = (\pi/3) \cdot I \cdot g^3 \cdot t^4 \quad (1.1.4)$$

y_e^β représente la fraction volumique transformée étendue de la phase β à l'instant (t). La vitesse de transformation selon cette équation augmente rapidement dans les premiers stades de transformation.

Sur la base de l'hypothèse que les noyaux sont distribués aléatoirement dans l'espace, Avrami [47] a proposé une expression entre la variation du volume réel (V^β) et celle du volume étendu (V_e^β). A tout moment donné du processus de transformation (t), la fraction volumique transformée réelle est $y = V^\beta/V$ et la fraction volumique non transformée est donc $(1 - y)$. Pendant un temps supplémentaire (dt) le volume étendu augmentera de dV_e^β et le volume réel augmentera de dV^β . Cependant, seules les particules ayant apparues dans l'espace non transformé $(1 - y)$ contribuent réellement à l'augmentation de la fraction volumique de la nouvelle phase β . Par conséquent :

$$dV^\beta = \left(1 - \frac{V^\beta}{V}\right) dV_e^\beta \Rightarrow V_e^\beta = -V \cdot \ln\left(1 - \frac{V^\beta}{V}\right) \quad (1.1.5)$$

En substituant dans l'équation (1.1.3), on obtient :

$$-\ln(1 - y) = \frac{4\pi}{3} \int_{\tau=0}^t I \cdot g^3 \cdot (t - \tau)^3 d\tau \quad (1.1.6)$$

En considérant les vitesses de germination (I) et de croissance (g) sont constantes :

$$y = 1 - \exp\left(-\frac{1}{3} \cdot \pi \cdot g^3 \cdot I \cdot t^4\right) \quad (1.1.7)$$

Si maintenant la vitesse de germination est dépendante du temps, on trouve une équation de même forme mais avec une dépendance temporelle en t^3 . Ces exemples suggèrent ainsi la forme générale de l'équation JMA :

$$y = 1 - \exp(-K' \cdot t^n) \quad (1.1.8)$$

Qui peut être aussi écrite sous la forme :

$$y = 1 - \exp(-(Kt)^n) \quad (1.1.9)$$

Avec :

$$K = \sqrt[n]{K'} = \sqrt[n]{\frac{1}{3} \cdot \pi \cdot g^3} \quad (1.1.10)$$

C'est l'équation générale de JMA pour les transformations de phases à température constante où (n) est ce que l'on appelle l'exposant d'Avrami qui est indicatif du mécanisme de transformation et (K) est une constante de vitesse dépendante de la température qui peut être exprimée par une relation d'Arrhenius:

$$K(T) = K_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (1.1.11)$$

Avec Q est l'énergie d'activation effective pour la germination et la croissance, K_0 est une constante pré-exponentielle.

L'Equation (1.1.9) peut aussi s'écrire :

$$\ln[-\ln(1 - y)] = n \ln t + n \ln K \quad (1.1.12)$$

Ainsi, l'exposant d'Avrami peut être évalué à partir de la pente de la courbe $\ln[-\ln(1 - y)]$ par rapport à ($\ln t$) [54,56]. La signification de l'indice d'Avrami (n) est essentielle pour l'analyse de la cinétique de précipitation. Criado et Ortega [57] ont rapporté un tableau qui résume la signification de l'exposant d'Avrami (n) selon les différentes conditions expérimentales de germination et de croissance.

Tableau 1.1.4 : Signification de l'exposant d'avrami (n) selon les différentes conditions de germination et croissance [57].

Condition de germination et de croissance	Mécanisme de croissance	
	Réaction à l'interface	Diffusion
	n	n
Germination instantanée et croissance unidimensionnelle	1.0	0.5
Germination instantanée et croissance bidimensionnelle	2.0	1.0
Germination instantanée et croissance tridimensionnelle	3.0	1.5
Vitesse de germination constante et croissance unidimensionnelle	2.0	1.5
Vitesse de germination constante et croissance bidimensionnelle	3.0	2.0
Vitesse de germination constante et croissance tridimensionnelle	4.0	2.5

Plus tard, Christian [54], dans son célèbre livre « The Theory of Transformations in Metals and Alloys », a présenté des valeurs pour l'exposant d'Avrami (n) selon la morphologie du précipité pour les divers modes de germination et de croissance.

Tableau 1.1.5 : Signification de l'exposant d'Avrami (n) pour divers modes de germination – croissance [54].

Transformation polymorphes, précipitation discontinue, réactions eutectoïdes, croissance contrôlée par réaction à l'interface, etc.	
Mécanisme	n
Vitesse de germination croissante	> 4
Vitesse de germination constante	4
Vitesse de germination décroissante	3-4
Vitesse de germination nulle (saturation de sites)	3
Germination sur les bords de grains (sites saturés)	2
Germination sur les joints de grains (sites saturés)	1
Croissance contrôlée par diffusion	
Mécanisme	n
Vitesse de germination croissante	>2.5
Vitesse de germination constante	2.5
Vitesse de germination décroissante	1.5-2.5
Vitesse de germination nulle (saturation de sites)	1.5
Croissance de particules de volume initial appréciable	1.0-1.5
Aiguilles et plaquettes très espacées	1.0
Epaississement des aiguilles	1.0
Epaississement de plaquettes	0.5
Précipitations sur les dislocations	$\sim \frac{2}{3}$

Cette approche classique de JMA a été utilisée avec succès par Sha [58] pour décrire les cinétiques des précipitations dans divers séries des alliages d'aluminium.

Le modèle JMA classique est soumis à diverses modifications. Parmi ces modifications, celles apportées par Austin-Ricket [59] et plus tard par Lee et al [60] portent sur l'exposant d'empiètement (c) de la fraction non transformée ($1 - \gamma$). Ce paramètre est introduit afin de corriger certains effets morphologiques ou chimiques de la transformation qui peuvent être :

- Une déplétion du soluté dans la matrice non transformée due à la croissance compétitive des produits de la transformation.
- Une collision directe de deux germes en croissance.
- Un épuisement en sites de germination.

L'équation de JMA modifiée proposée par Lee et al [60] a donc la forme suivante:

$$y = 1 - \left[\frac{1}{1 + c(Kt)^n} \right] \quad (1.1.13)$$

Le model modifié de JMA a été appliqué avec succès par Badji et al [61,62] pour étudier la cinétique de précipitation de la phase σ dans les aciers inoxydables duplex 2205.

1.1.2.2. Adaptation du model de JMA aux conditions non-isothermes

Le modèle de JMA susmentionné donne une description mathématique de la cinétique de transformation uniquement dans des conditions isothermes. Pour modéliser la cinétique de la transformation de phase non-isotherme pendant le chauffage et refroidissement continu, les auteurs s'appuient de plus en plus sur une approche populaire qui consiste à utiliser la règle dite de l'additivité à l'aide de l'équation de JMA.

Une condition de validité du principe d'additivité avait déjà été donnée par Avrami [47] qui a introduit le concept de réaction isocinétique. Une réaction isocinétique possède un rapport constant entre la vitesse de germination (I) et la vitesse de croissance (g). Cahn [63] a réexaminé la condition de validité et en a conclu qu'une réaction est additive si la vitesse de transformation ne dépend que de la température et de la fraction transformée, c'est-à-dire :

$$\frac{dy}{dt} = h(T) \cdot f(y) \quad (1.1.14)$$

Ou h et f sont des fonctions quelconques. Cette condition est par exemple satisfaite dans le cas d'une germination instantanée d'un nombre donnée de sites suivie d'une croissance dont la vitesse dépend de la température uniquement.

Christian [54] a proposé un critère plus restrictif que l'Equation (1.1.14) en montrant que l'additivité s'applique seulement si :

$$\frac{dy}{dt} = f(T, y) \quad (1.1.15)$$

Ou f est une fonction quelconque. Christian [54] souligne que cette relation est rarement satisfaite dans les cas réels, car la densité des grains varie avec la température. De plus, lors de changement brutal de température de transformation, la vitesse de croissance va varier progressivement en raison des mécanismes de diffusion qui la gouvernent. Malgré ces restrictions, la règle d'additivité est largement utilisée et permet d'estimer les cinétiques de réaction de manière satisfaisantes.

Pour le cas de refroidissements continus, Scheil [64] a présenté une règle d'additivité qui permet de calculer l'évolution de la cinétique non-isotherme de transformation de phase à partir des cinétiques isothermes. Pour cela, il a décomposé la courbe de refroidissement donnée en une succession de paliers isothermes de durée égale à l'incrément de temps Δt_j à la température T_j . Si t_j est le temps nécessaire pour atteindre une certaine fraction transformée y_i durant un maintien isotherme à la température T_j , le quotient $\Delta t_j/t_j$ représente la fraction du temps nécessaire pour la formation une certaine fraction transformée y_i à cette température.

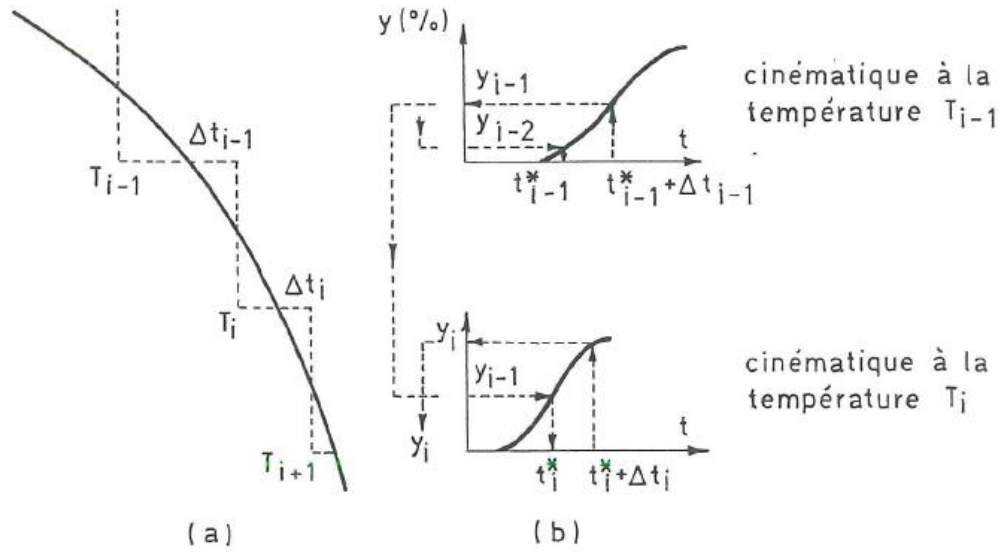
On considère que la transformation commence lorsque la somme des fractions du temps réalisée pour les différentes températures atteint l'unité :

$$\int_0^t \frac{\Delta t}{t} = 1 \quad (1.1.16)$$

En pratique, cette intégrale se calcule numériquement et l'on définit « la somme de SCHEIL » :

$$\sum_{j=1}^i \frac{\Delta t_j}{t_j} = 1 \quad (1.1.17)$$

Dès 1948, Pumphrey et Jones appliquent le concept d'additivité pour modéliser la croissance d'une phase lors du refroidissement continu. Afin d'assurer la continuité de l'avancement de la transformation entre les différents paliers, ils ont introduit un temps de passage ou temps virtuel de passage t_i^* d'un palier $i - 1$ au palier suivant i , pour lequel le taux de phase est égal à y_{i-1} ; ce temps virtuel t_i^* correspond au temps de phase relatif y_{i-1} en considérant les paramètres de la cinétique isotherme au palier i . La Figure 1.1.28 explique les étapes du calcul de la fraction volumique de la nouvelle phase qu'ils proposent.



- y_{i-1} = proportion de nouvelle phase au temps t_{i-1}
- y_i = proportion de nouvelle phase au temps $t_i = t_{i-1} + \Delta t_i$

Figure 1.1.28 : Illustration de la méthode de Pumphrey et Jones (principe du temps virtuel).

Le temps virtuel t_i^* est calculé à partir de la fraction volumique du palier précédent y_{i-1} et des coefficients cinétiques n_i et K_i caractéristiques de la cinétique de transformation isotherme à la température T_i du palier i , en inversant la formule de JMA :

$$t_i^* = \left[\frac{\ln\left(\frac{1}{1-y_{i-1}}\right)}{K_i} \right]^{\frac{1}{n_i}} \tag{1.1.18}$$

La nouvelle fraction volumique y_i à l'instant $(t_i^* + \Delta t)$ est déterminée en ajoutant la durée du palier Δt au temps virtuel t_i^* . En utilisant à nouveau l'équation de JMA :

$$y_i = 1 - \exp\left[-(K_i(t_i^* + \Delta t))^{n_i}\right] \tag{1.1.19}$$

On en déduit la nouvelle valeur de t_{i+1}^* le calcul se poursuit jusqu'à la fin de la simulation du refroidissement continu.

La méthode de Pumphrey et Jones a été utilisée par de nombreux chercheurs pour évaluer les transformations non isothermes au chauffage et refroidissement, par exemple : transformation de l'austénite en ferrite + perlite dans les aciers [65], la transformation de $\alpha \rightarrow \gamma$ dans la ZAT de l'acier AISI 1005 [66] et la transformation de $\beta \rightarrow \alpha$ dans les alliages de titane [67].

Récemment, une approche basée sur le concept d'additivité sans utiliser le temps virtuel a été adoptée par Kherrouba et al [68,69] pour modéliser les cinétiques de transformation qui apparaissent lors de chauffage et refroidissement continu dans les alliages de titane Ti-6Al-4V. Le calcul de la fraction transformée de la nouvelle phase formée s'effectue, par étapes, de la manière suivante :

La loi de chauffage ou refroidissement est discrétisée en une succession de paliers isothermes et de durée égale à l'incrément de temps Δt , comme déjà montrée sur la Figure 1.1.28.

La cinétique sur les paliers est calculée à l'aide de l'équation de JMA :

$$y_i = 1 - \exp[-(K_1 \cdot t_1)^{n_1}] = 1 - \exp[-(K_2 \cdot t_2)^{n_2}] = \dots = 1 - \exp[-(K_i \cdot t_i)^{n_i}] \quad (1.1.20)$$

La fraction volumique de la nouvelle phase formée est atteinte lorsque la condition suivante est satisfaite (c. à d la somme de Scheil) :

$$\frac{K_1 \cdot \Delta t}{\left[\ln \left(\frac{1}{1 - y_i} \right) \right]^{\frac{1}{n_1}}} + \frac{K_2 \cdot \Delta t}{\left[\ln \left(\frac{1}{1 - y_i} \right) \right]^{\frac{1}{n_2}}} + \dots + \frac{K_i \cdot \Delta t}{\left[\ln \left(\frac{1}{1 - y_i} \right) \right]^{\frac{1}{n_i}}} = 1 \quad (1.1.21)$$

Si l'exposant d'Avrami (n) est constant pendant une transformation non isotherme, la transformation est isocinétique et le concept d'additivité pourrait être écrit comme suit :

$$\frac{\Delta t \cdot \sum_{j=1}^i K_j}{\left[\ln \left(\frac{1}{1 - y_i} \right) \right]^{\frac{1}{n}}} = 1 \quad (1.1.22)$$

La fraction transformée peut donc être écrite comme suit :

$$y_i = 1 - \exp \left[- \left(\Delta t \cdot \sum_{j=1}^i K_j \right)^n \right] \quad (1.1.23)$$

Pour des conditions non isothermes, la constante de vitesse (K_i) est exprimée par:

$$K_i = K_s \exp \left[-\frac{Q}{R} \cdot \left(\frac{1}{T_i} - \frac{1}{T_s} \right) \right] \quad (1.1.24)$$

Où : T_s est la température du début de la transformation et K_s est la valeur de la constante de vitesse à la température $T = T_s$.

En prenant les logarithmes et en utilisant le développement limité au voisinage de zéro l'Equation (1.1.23) s'écrira :

$$\begin{aligned} \ln \left\{ \ln \left[\ln \left(\frac{1}{1-y_i} \right) \right] - \ln \left[\ln \left(\frac{1}{1-y_{i-1}} \right) \right] \right\} + \frac{1}{n} \ln \left[\ln \left(\frac{1}{1-y_{i-1}} \right) \right] \\ = -\frac{Q}{R} \cdot \left(\frac{1}{T_i} - \frac{1}{T_s} \right) + \ln(n \cdot \Delta t \cdot K_s) \end{aligned} \quad (1.1.25)$$

Les données de DSC permettent de mesurer le flux de chaleur dégagé ou absorbé pendant la transformation, et donc de calculer la fraction transformée à tout instant (t). Pour cela, il suffit de considérer que l'aire totale du pic correspond à 100% de transformation (c. à .d $y = 1$). La fraction transformée, à une température donnée T_i , est égale au rapport entre la quantité de chaleur intégrée à cet instant, et la variation d'enthalpie globale associée, à la réaction. En terme d'aire du pic, on écrit que la fraction transformée y_i , à une température donnée T_i , est le rapport de l'aire de la portion du pic à cet instant A_j , sur l'aire totale du pic A_T :

$$y_i = \frac{A_i}{A_T} = \frac{\int_{t_s}^{t_i} \frac{dh}{dt} dt}{\int_{t_s}^{t_f} \frac{dh}{dt} dt} = \frac{\int_{T_s}^{T_i} \frac{dh}{dT} dT}{\int_{T_s}^{T_f} \frac{dh}{dT} dT} \quad (1.1.26)$$

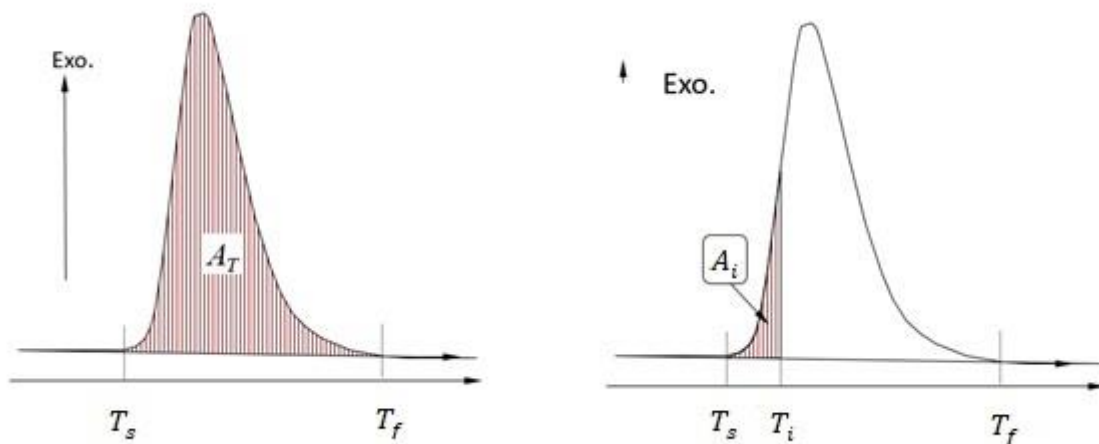


Figure 1.1.29 : Illustration de la méthode de calcul de la fraction transformée.

En définissant $Y_i = \ln \left[\ln \left(\frac{1}{1-y_i} \right) \right]$, l'équation (1.1.25) s'écrit comme :

$$\ln(Y_i - Y_{i-1}) + \frac{1}{n} \cdot Y_{i-1} = -\frac{Q}{R} \cdot \left(\frac{1}{T_i} - \frac{1}{T_s} \right) + \ln(n \cdot \Delta t \cdot K_s) \quad (1.1.27)$$

Selon l'équation (1.1.27), pour une valeur donnée de (n) , le tracé de $\ln(Y_i - Y_{i-1}) + \frac{1}{n} \cdot Y_{i-1}$ par rapport à $\left(\frac{1}{T_i} - \frac{1}{T_s} \right)$ comporte ligne droite uniquement pour une certaine plage de température pour chaque vitesse de chauffage ou refroidissement. Les valeurs de l'énergie d'activation globale (Q) et de la constante pré-exponentielle (K_s) peuvent être obtenues à partir de la pente et l'intersection de la ligne droite avec l'axe des ordonnées, respectivement. La valeur appropriée de (n) est vérifiée en trouvant la meilleure concordance entre les fractions transformées expérimentales et celle calculée à partir du modèle (Equation 1.1.23). En comparant avec les méthodes classiques, cette nouvelle méthode permet d'obtenir les paramètres cinétiques (n, Q et K_s) à partir d'un seul test DSC en utilisant une régression linéaire simple.

1.1.3. Déformation plastique sévère (SPD)

Le terme « déformation plastique sévère » (SPD) est un terme modifié de « déformation plastique intensive ». Ce terme a été introduit pour la première fois en 1992 par Musalimov et Valiev [70], où ils ont décrit la déformation d'un alliage Al-4% Cu-0,5% Zr. En effet, leur idée a été inspirée à partir des travaux réalisés par Bridgman [71], Langford & Cohen [72], et Rack & Cohen [73] où des aciers ont subi des déformations extrêmement importantes combinés à de grandes pressions hydrostatiques, résultant un affinement important de la microstructure (200-500 nm) sans rupture.

La déformation plastique sévère (SPD), comme son nom l'indique, consiste à imposer des déformations très importantes à un métal, afin d'obtenir des grains ultra-fins ($\leq 1 \mu\text{m}$). Les techniques classiques de mise en forme telles que le forgeage, le laminage ou l'extrusion peuvent difficilement atteindre une telle déformation car le matériau tendrait vers des dimensions beaucoup trop faibles, ce qui limite leurs applications.

L'idéal est d'utiliser une technique SPD qui satisfait un certain nombre de conditions dans le but de produire des échantillons massifs ayant une taille des grains nanométrique. Tout d'abord, il est nécessaire d'obtenir des structures présentant des tailles de grains ultrafines avec une grande fraction de joints de grains fortement désorientés (HAGB : High-Angle Grain Boundaries), un changement important des propriétés du matériau se produisant alors. 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, de grandes déformations appliquées à l'échantillon ne changeant pas sa forme initiale [74].

1.1.3.1. Mécanismes de déformation par SPD

L'affinement de la microstructure par les procédés SPD engendre l'apparition de nouveaux joints de grains à fortes désorientations. Différents mécanismes sont responsables de ce phénomène [75] :

- L'allongement des grains apparait lors de la déformation plastique entraînant l'augmentation des désorientations entre grains,
- La création de joints de grains à forte désorientation par la subdivision de grains,
- La localisation de bandes de cisaillement entraînant la fragmentation de grains allongés.

La subdivision d'un grain commence aux faibles/moyennes déformations, lorsque le grain se fragmente en cellules. Les dislocations commencent alors à s'accumuler dans les joints des cellules. La désorientation croit avec l'augmentation de la déformation pouvant atteindre 15-30°. Des désorientations plus élevées peuvent apparaître par l'effet de la texture. La rotation générale et uniforme du grain est suffisante pour augmenter la désorientation avec ses voisins. Pour des chemins de déformation constants, la géométrie des grains évolue de manière continue. Les grains initiaux s'orientent dans la direction de cisaillement et forment une microstructure lamellaire qui s'affine avec l'augmentation de la déformation.

Après une déformation critique, on n'observe plus d'affinement microstructural et un palier de saturation est atteint. A ce stade, la génération et les mécanismes de restauration sont en équilibre. L'affinement est influencé par différents paramètres tels que la température d'extrusion, la composition de l'alliage, la vitesse et le chemin de déformation [76].

1.1.3.2. Les techniques de déformation plastique sévère (SPD)

De nombreuses descriptions détaillées des techniques de déformations plastiques sévères ont déjà vu le jour. Ces techniques sont le plus souvent dérivées des techniques traditionnelles de déformation comme le laminage, le tréfilage ou l'extrusion. On peut citer dans ce domaine l'ARB (Accumulative Roll Bonding), le CCB (Continuous Cyclic Bending) et le CGP (Constrained Groove Pressing) qui sont dérivées du laminage. Le CCDC (Cyclic Channel Die Compression) qui s'inspire de la déformation par compression tandis que 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 [3]. La Figure 1.1.30 montre une représentation schématique de toutes ces méthodes.

De tous les procédés de déformations plastiques sévères existant, la méthode ECAP, fait l'objet de cette étude, semble une méthode très prometteuse pour la création de matériaux nanostructurés. La simplicité de la procédure, la bonne homogénéité induite aux matériaux ainsi que la possibilité de développement à l'échelle industrielle comptent parmi les avantages de ce nouveau procédé.

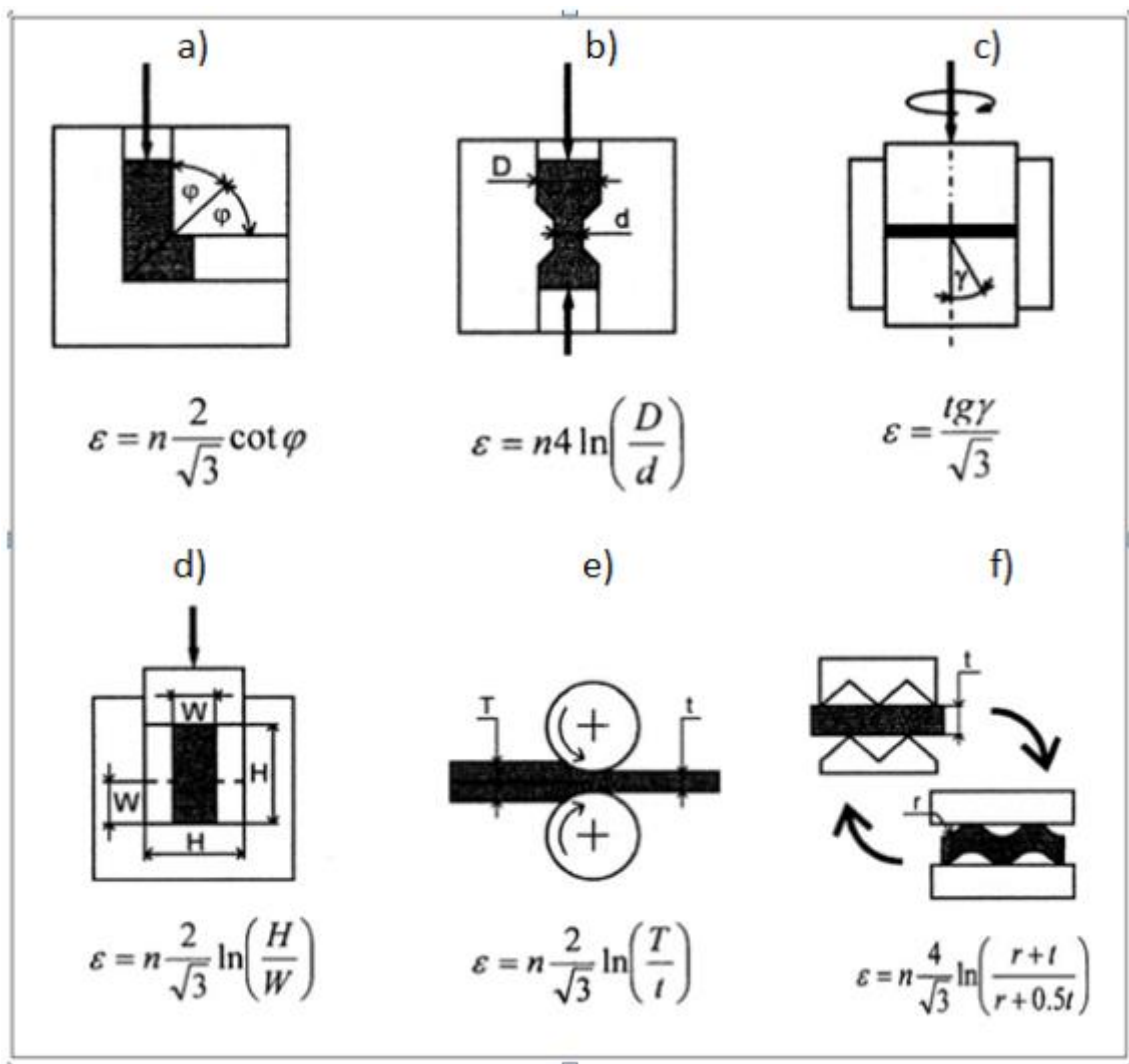


Figure 1.1.30: Techniques de déformations plastiques sévères: (a) ECAP, (b) REC, (c) HPT, (d) CCDF, (e) ARB et (f) RCS [77].

1.1.3.3. La technique ECAP

ECAP (Equal Channel Angular Pressing ou Extrusion coudée à aire égale), un procédé qui a été inventé dans l'ex Union Soviétique (Minsk) au début des années 1980 par Segal [4] dans le but de procéder à une déformation par cisaillement pur. Cette technique a ensuite été reprise dans les années 90 par Valiev [70] pour atteindre des tailles de grains nanométriques. Cette technique est également parfois appelée ECAE pour Extrusion ou bien encore ECAF pour Forging, même si l'acronyme ECAP est le plus souvent employé et qu'il a très récemment été recommandé pour nommer le procédé. C'est ce terme qui sera utilisé tout au long de cette étude.

1.1.3.3.1. Principe de la technique

Le principe fondamental de la technique ECAP est qu'une billette (généralement de section carrée ou ronde) est pressée via un piston dans une matrice rigide et forcée de s'écouler dans le canal coudé (Figure 1.1.31). Une déformation de cisaillement est introduite dans le matériau dans une zone mince au niveau du plan d'intersection des canaux entrants et sortants. L'une des principales caractéristiques de la technique ECAP est que les dimensions extérieures de la billette restent pratiquement inchangées, de sorte que le pressage peut être répété plusieurs fois avec la même billette afin d'atteindre des déformations cumulatives très élevées [78].

La géométrie de la zone de cisaillement, qui peut être caractérisée par un angle d'ouverture ψ (voir la Figure 1.1.31), est un détail crucial affectant l'uniformité de la déformation sous cisaillement au cours de test ECAP, et donc également les propriétés macroscopiques et microscopiques obtenues. De très petits angles d'ouverture correspondent à une déformation de cisaillement pure et idéale avec une distribution de contrainte totalement homogène. Cependant, l'homogénéité est considérablement réduite lorsque la zone de cisaillement présente une forme en éventail ($\psi \gg 0^\circ$) et des gradients peuvent être observés dans les distributions de contrainte post-ECAP [78].

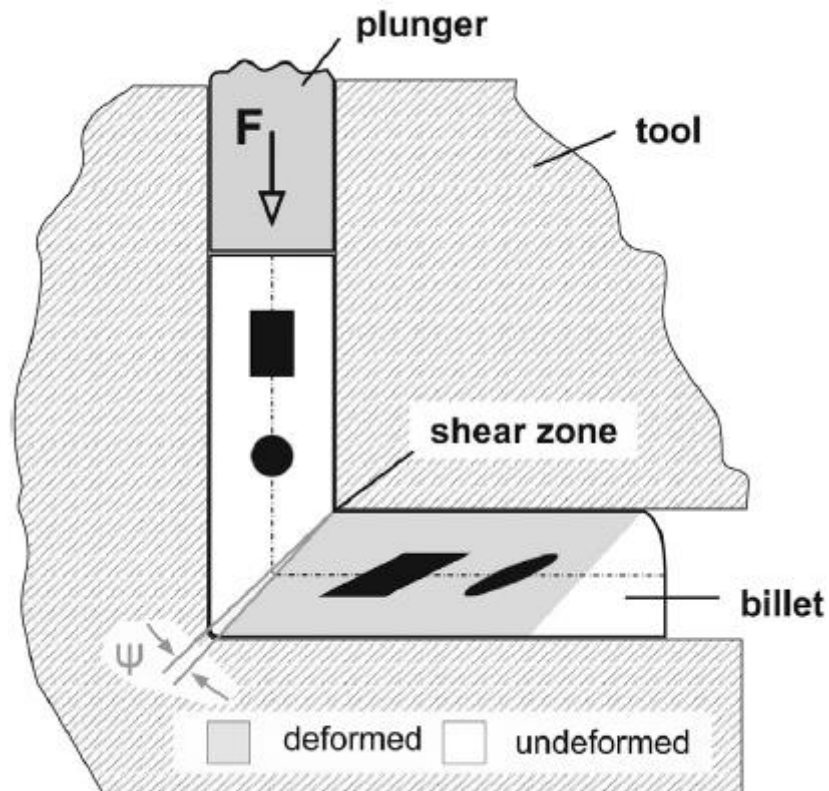


Figure 1.1.31: Illustration schématique du principe de la technique ECAP [78].

1.1.3.3.2. Déformation plastique équivalente

Un échantillon déformé par ECAP est soumis à une forte déformation plastique. La grandeur de cette déformation peut être estimée à l'aide d'une méthode analytique basée sur la configuration géométrique du dispositif ECAP qui possède deux angles, l'un est noté ϕ représente l'angle d'intersection des deux canaux et l'autre noté ψ décrit l'arc de courbure externe de l'intersection des canaux (Figure 1.1.32). En pratique, l'angle ϕ varie entre 45° et 157.5° et l'angle ψ doit être compris dans l'intervalle $0^\circ \leq \psi \leq (\pi - \phi)$ [3].

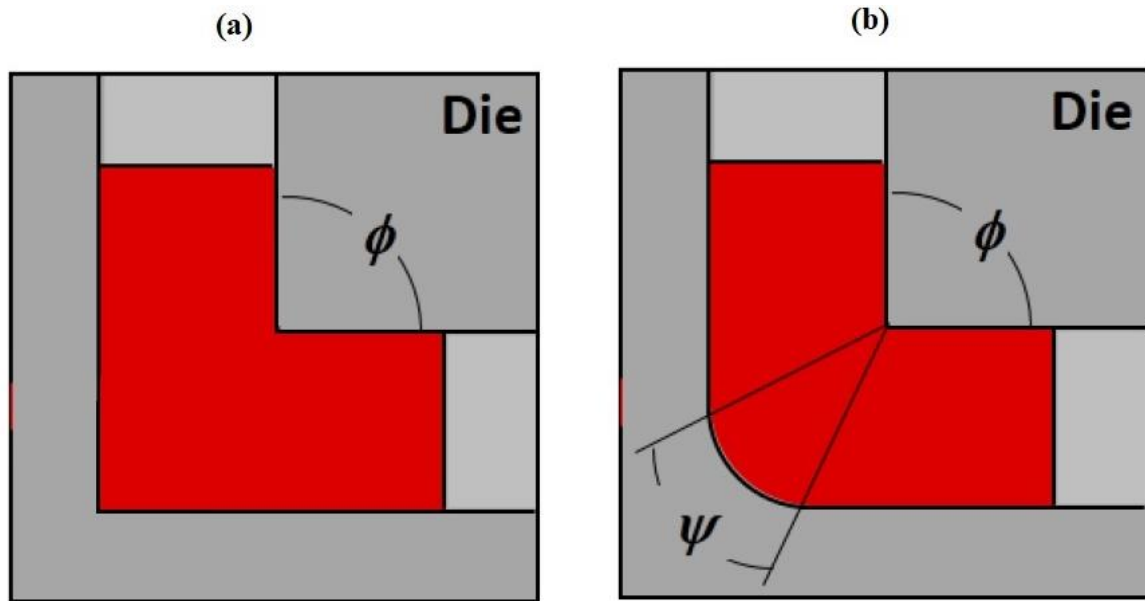


Figure 1.1.32 : Configuration géométrique du dispositif ECAP avec : (a) un seul angle ϕ , (b) deux angles ϕ et ψ .

Segal [79] a donné les premières expressions pour la déformation par cisaillement (γ) imposée à un échantillon déformé sévèrement par ECAP dans un dispositif possédant un angle $\psi = 0$ (Figure 1.1.32a):

$$\gamma = 2 \cot\left(\frac{\phi}{2}\right) \quad (1.1.28)$$

Par la suite, Iwahashi et al [80] ont dérivé une équation plus généralisée qui peut être appliquée pour les types de configurations ayant différentes valeurs des angles ϕ et ψ (Figure 1.1.32b):

$$\gamma = 2 \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + \psi \cdot \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) \quad (1.1.29)$$

Il est clair que l'Equation (1.1.29) peut être réduite à l'Equation (1.1.28) quand $\psi = 0$.

La déformation équivalente de von Mises après N passes d'extrusion vaut alors :

$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + \psi \cdot \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) \right] \quad (1.1.30)$$

Selon cette équation, la déformation équivalente résultante pour une configuration ayant des angles $\phi = 90^\circ$ et $\psi = 20^\circ$ qui est fréquemment utilisées dans la littérature pour la déformation des alliages d'aluminium [81] est approximativement ~ 1.05 pour chaque passe effectuée.

L'équation (1.1.30) montre que la déformation équivalente dépend principalement des angles de déformation ϕ et ψ . Pour illustrer la dépendance de la déformation équivalente de ces angles ϕ et ψ , un graphe est établi premièrement par Iwahashi et al [82] pour des angles ϕ supérieurs à 90° et étendu par la suite par Furuno et al [83] pour inclure des angles ϕ aussi petits que 90° (Figure 1.1.33).

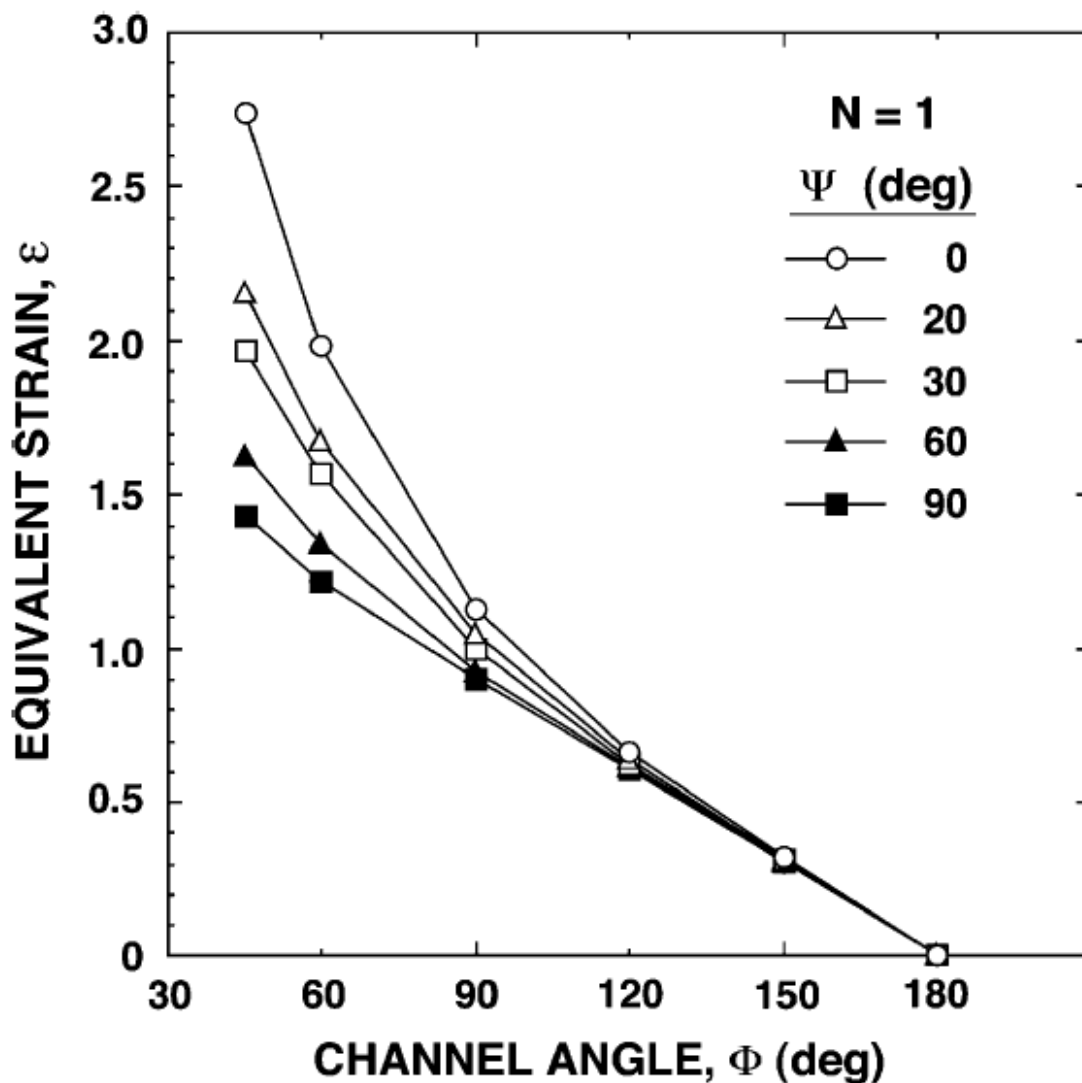


Figure 1.1.33: Variation de la déformation équivalente ε_N en fonction des angles ϕ et ψ après une passe ECAP ($N=1$) [83].

Plusieurs conclusions peuvent être tirées après une analyse de cette représentation graphique [3] :

- L'angle de courbure ψ a une influence relativement faible sur la déformation équivalente sauf pour des configurations ayant des angles ϕ inférieures à 90° ;
- Des déformations exceptionnellement grandes peuvent être atteintes en une seule passe dans des configurations avec des angles ϕ et ψ petits;
- Pour des configurations conventionnelles, avec l'angle $\phi = 90^\circ$, la déformation équivalente est proche de ~ 1 pour une seule passe et cette déformation est presque indépendante de l'angle ψ .

1.1.3.3.3. Les routes de déformation

Depuis que la technique ECAP a été inventée, Segal [79] a noté que différentes microstructures peuvent être développées dans n'importe quel matériau sélectionné en faisant tourner l'échantillon entre chaque deux passes, car toute rotation modifie le plan de cisaillement opérationnel et la direction de cisaillement lorsque l'échantillon passe dans le dispositif. Après cela, différentes routes ECAP ont été largement étudiées et quatre routes de traitement typiques ont finalement été publiées (Figure 1.1.34). Dans la route A, les échantillons sont pressés sans aucune rotation entre les passes. Dans les routes B_A et B_C, les échantillons pivotent de 90° dans des directions différentes ou dans la même direction après chaque passe respectivement. Dans la route C, les échantillons sont soumis à une rotation de 180° entre les passes.

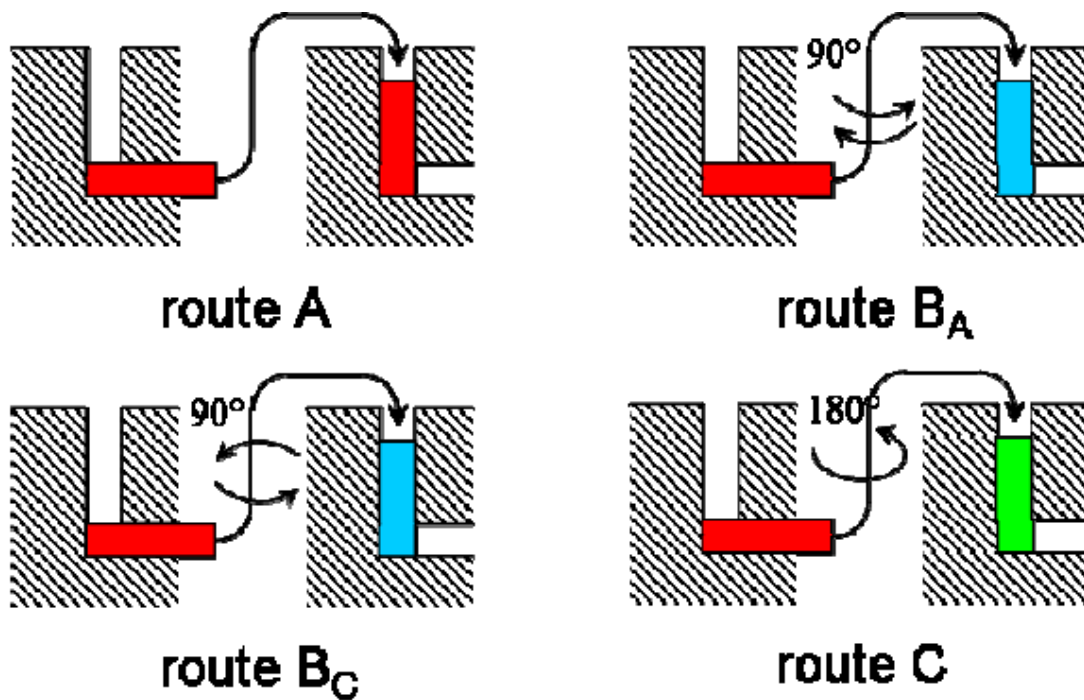


Figure 1.1.34: Les quatre routes fondamentales du procédé ECAP [80].

Les caractéristiques de cisaillement de ces routes ECAP sont illustrées sur la Figure 1.1.35. Chaque face du cube donne un carré avant ECAP. Après ECAP, l'élément cubique est déformé. Il ressort de la Figure 1.1.35 que lors de la route A, des déformations continues se produisent dans les plans X et Y, mais qu'aucun changement ne se produit dans le plan Z. Au cours de la route B_A, des déformations continues se produisent dans les trois plans, de telle sorte que ces deux routes A et B_A produisent une déformation anisotrope. L'élément cubique est répliqué toutes les 4 passes pendant la route B_C et toutes les 2 passes pendant la route C. Il n'y a pas de déformation dans le plan Z lors du traitement avec la route A ou C.

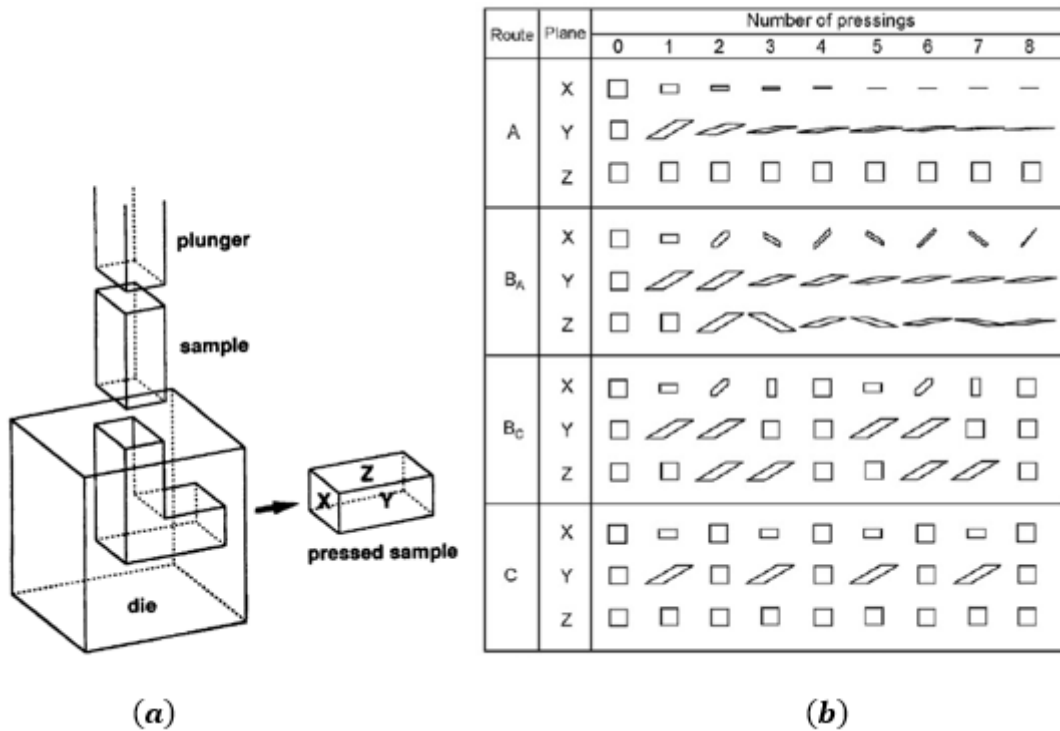


Figure 1.1.35 : (a) Schémas de déformation d'un élément cubique après 1 passe à travers le dispositif ECAP définissant les plans X, Y et Z. (b) Les caractéristiques de cisaillement des quatre routes ECAP [3].

De nombreuses études ont mis l'accent sur l'importance du choix de la route de déformation pour atteindre la microstructure la plus isotrope possible. À partir de ces distorsions macroscopiques illustrées à la Figure 1.1.35, ainsi que des observations expérimentales, la route B_C a été trouvée comme la meilleure procédure pour la production de grains ultrafins équiaxes dans les métaux de structures CFC, tels que les alliages d'aluminium [84,85]. Nemoto et al [86] ont rapporté que la microstructure à grains ultrafins en aluminium pur après 10 passes par la route A était la même que celle après 4 passes par la route B_C.

Une nouvelle route de traitement appelée E a été récemment rapportée par Frint et al [78]. Cette route combine la route C avec la route B_C dans laquelle les billettes ont été tournées le long de sa longueur, en alternant les rotations de 180° et 90°. Par rapport à la route B_C, la route E offre un volume optimal de la billette entièrement déformé et un affinement rapide du grain. Cette nouvelle route peut assurer une microstructure à grains ultrafins (UFG : Ultrafine Grained) totalement homogène pour la plupart des matériaux et particulièrement pour les alliages d'aluminium.

1.1.3.3.4. Principes d'affinement des grains par ECAP

Les principes généraux d'affinement des grains des métaux c.f.c lors du traitement par ECAP sont décrits schématiquement sur la Figure 36 où les grains sont représentés sur le plan Y (voir Figure 1.1.35a). Les trois rangées correspondent à l'apparence des grains après avoir été pressées respectivement par 1, 2 et 4 passes et les trois colonnes correspondent aux routes de traitement A, B_c et C respectivement. Les quatre couleurs rouge, mauve, vert et bleu sont utilisées pour désigner le glissement introduit dans les premier, deuxième, troisième et quatrième passes, respectivement, et les chiffres (η) sous les illustrations correspondent à la plage angulaire totale de glissement associée à chaque route de traitement après le nombre sélectionné de passes. La largeur des bandes de sous-grains initiales est égale à (d) pour chaque passe ECAP [87,88].

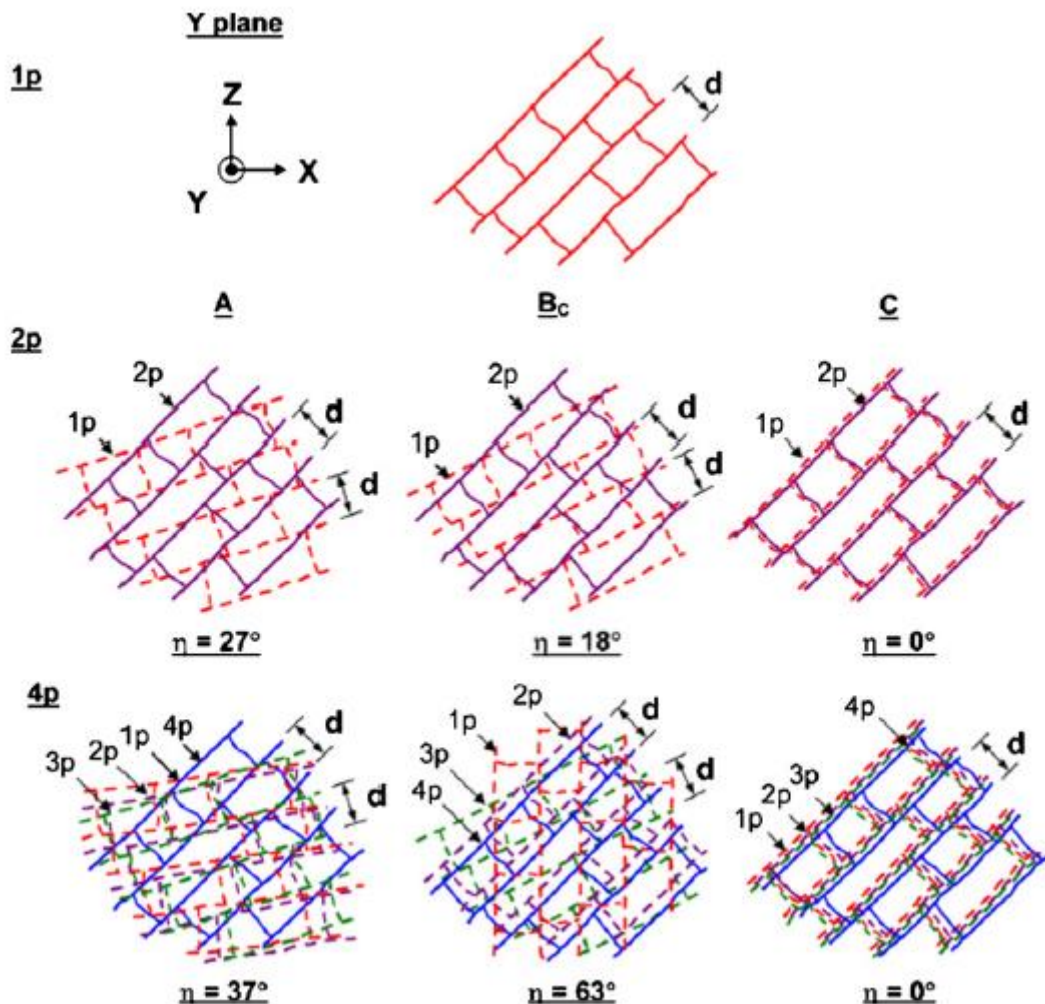


Figure 1.1.36 : Principes d'affinement des grains dans les métaux c.f.c traités par ECAP [87,88].

Il ressort clairement de la Figure 1.1.36 qu'il existe plusieurs systèmes de glissement qui se croisent lors de l'utilisation de la route B_C, ce qui donne une densité élevée de dislocations pouvant ensuite être réorganisées et annihilées conformément à la théorie des structures de dislocation à faible énergie (LEDS: low-energy dislocation structures).

En outre, il est évident de cette Figure 1.1.36 que la route B_C a la plus grande plage angulaire de glissement de 63°, correspondant à la valeur la plus élevée pour (η), et que cette route conduit le plus rapidement à la formation d'un ensemble de grains raisonnablement équiaxe avec une taille moyenne proche de d . La Figure 1.1.37 montre clairement les différentes structures de grains produites après 4 passes pour chaque route.

Nous pouvons conclure des Figures 1.1.36 et 1.1.37 que la vitesse de développement d'une microstructure équiaxe est plus faible lorsqu'on utilise les routes de traitement A ou C [87,88].

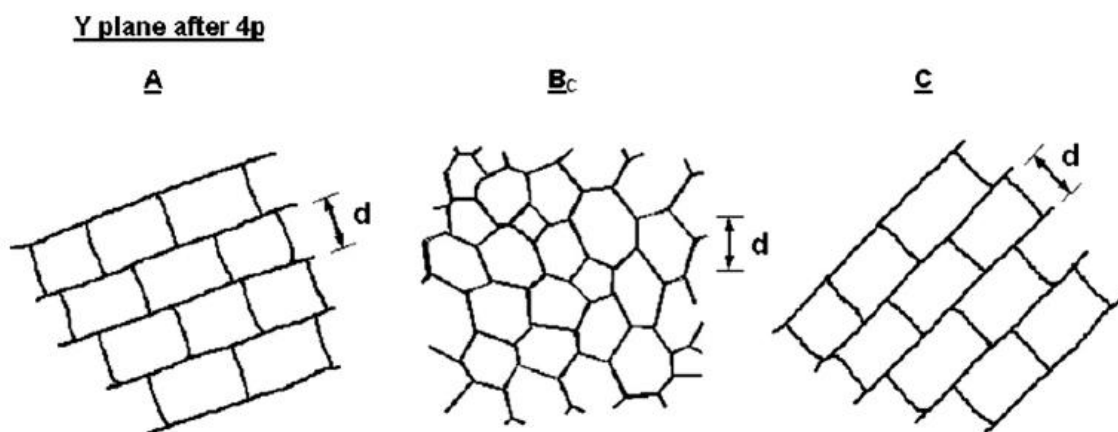


Figure 1.1.37 : Structure des grains après 4 passes ECAP par les routes A, B_C et C [88].

1.1.3.3.5. Limites de la technique ECAP

Malgré le grand nombre des avantages cruciaux, la technique ECAP présente certaines limites dans sa forme de base. Généralement, ce procédé ne permet pas de produire des matériaux ayant des tailles de grains inférieures à ~100 nm [89]. Elle est le plus souvent comprise entre le micromètre (1,2 μm pour de l'aluminium pur [3]) et quelques centaines de nanomètres (300 nm pour le cuivre [90] pur ou le nickel pur [91]).

Il y a aussi, les problèmes causés par le frottement. En effet, plusieurs travaux de recherches [78,92,93] ont montré que le frottement de contact entre la surface de la billette et les parois internes de dispositif ECAP joue un rôle important en ce qui concerne l'homogénéité de déformation: le frottement doit être réduit pour obtenir des conditions optimales de traitement, c'est-à-dire, une déformation simple et uniforme et une bonne qualité de surface des billettes.

Un autre inconvénient de procédé ECAP est qu'aux deux extrémités de chaque billette, il existe une zone partiellement déformée appelée « zone morte ». C'est d'ailleurs la principale limitation de cette méthode. Il devient alors nécessaire d'éliminer ces zones mortes après chaque passe. Passes après passes, la zone d'intérêt est donc réduite. De plus, il devient très difficile de déformer les billettes de cette dimension au-delà d'un certain nombre de passes à cause de la longueur réduite, ce qui limite le taux de déformation applicable.

En pratique, à cause de la taille relativement petite des billettes produites par ECAP et des temps de traitement assez longs, les matériaux traités par ECAP restent principalement intéressants pour les rares types d'applications où les coûts des matériaux eux-mêmes ne jouent qu'un rôle mineur. Par conséquent, il est clairement nécessaire de poursuivre les travaux détaillés sur la mise à l'échelle et la commercialisation du processus ECAP, qui prennent en compte les différents paramètres technologiques de traitement [78].

1.1.4. Conclusion du chapitre

L'aluminium 6063 retenu pour l'industrie d'extrusion est un alliage de la série 6xxx dont les éléments d'addition majoritaires sont le Mg et le Si. Sous l'effet des traitements thermiques, ces éléments d'addition, en partie mis en solution, précipitent sous formes de nano-phases durcissantes qui confèrent à cet alliage ses propriétés mécaniques intéressantes. Il apparaît que la présence de Ag dans cet alliage est bénéfique surtout en termes de comportement mécanique, cinétique de précipitation et stabilité thermique. La théorie de Johnson-Mehl-Avrami (JMA) est le modèle empirique le plus approprié pour mieux comprendre les mécanismes de précipitation des différentes phases ainsi que leurs cinétiques. La déformation plastique sévère (SPD) est passée d'une technique de traitement de matériaux relativement peu importante à une procédure bien établie et reconnue permettant d'obtenir un affinement important des grains dans une large gamme d'alliages métalliques. ECAP est la technique SPD la plus populaire parce qu'il s'agit d'un procédé simple capable d'introduire une déformation plastique élevée sans trop changer la forme initiale de l'échantillon.

Partie 2

Chapitre 2.1 :

Matériau et techniques expérimentales

Chapitre 2.1 : Matériau et techniques expérimentales

Ce chapitre est consacré à la description de l'ensemble des techniques et procédures expérimentales utilisées pour réaliser ce travail. Nous commençons par la description du matériau objet de notre étude avec sa procédure d'élaboration ainsi que sa microstructure. Puis, nous décrivons le procédé de déformation plastique sévère ECAP (Equal-Channel Angular Pressing). Par la suite, nous présentons les moyens de caractérisation structurale, mécanique et calorimétrique. Nous donnerons également un aperçu sur les logiciels de simulation employés pour cette étude.

2.1.1 Matériau d'étude

Le matériau faisant l'objet de ce travail est un alliage Al-Mg-Si-(Ag). Cet alliage a été réalisé à l'aide d'un four de fusion par induction. L'alliage d'aluminium 6063 est d'abord fondu puis une petite quantité d'Argent (Ag) de haute pureté (99.98 wt. %) est ajoutée. Le long de cette étude, l'alliage d'aluminium 6063 est nommé « alliage de base » et l'alliage Al-Mg-Si-(Ag) est nommé « alliage contenant Ag ». Les compositions chimiques de l'alliage de base et de l'alliage contenant Ag sont présentées dans le Tableau 2.1.1. Ces analyses chimiques ont été faites par spectromètre à émission optique à la Base Centrale Logistique (BCL).

En comparant les deux compositions, on remarque que les deux alliages se différencient essentiellement par la présence ou non de l'élément d'Argent (Ag). On constate aussi que les teneurs des éléments d'addition majoritaires Mg et Si pour les deux alliages sont dans les limites recommandées pour les alliages d'aluminium 6063 (voir Tableau 1.1.2 de la section 1.1.2 du chapitre 1.1). Notons enfin que les alliages comportent une teneur élevée de Fe afin d'améliorer la formation des intermétallique au Fer (AlFeSi) (voir section 1.1.5.1 du chapitre 1.1). Ces phases intermétalliques présentent un intérêt technologique car elles améliorent considérablement l'extrudabilité des alliages d'aluminium 6063 qui sont principalement destinés pour l'industrie d'extrusion [12].

Tableau 2.1.1: Composition chimique de l'alliage de base et l'alliage contenant Ag (wt. %).

Alliages	Mg	Si	Fe	Ag	Mn	Cu	Ti	Zn	Al
Base	0.46	0.36	0.20	-	0.02	0.02	0.02	0.01	Balance
Contenant Ag	0.45	0.39	0.21	0.13	0.03	0.02	0.02	0.01	Balance

2.1.1.1. Description du four d'élaboration

Le four utilisé pour l'élaboration est un four à induction de type IS 01 marque LEYBOLD (Figure 2.1.1), se trouvant au Centre de Recherche Nucléaire de Draria (CRND). Ce type de four est destiné aux opérations de fusions et de coulées à l'air, sous vide (primaire ou bien secondaire) ou sous atmosphère protectrice (utilisation de gaz). Le principe de fonctionnement du four à induction repose sur l'échauffement produit par effet joule des courant de Foucault induits dans la masse à fusionner, placée au sein d'un champ électromagnétique crée par un courant alternatif de moyenne fréquence (jusqu'à 10 KHz), permettant d'atteindre une température de 2000°C.



Figure 2.1.1: Vue global du four de fusion à induction LEYBOLD-ISO1 (CRND).

L'installation du four est de type ouvert, montée sur un châssis en profilé d'acier soudé. Cette installation comprend des pompes primaires et secondaires contrôlées par une armoire de commande située au voisinage immédiate de l'enceinte de four. Toutes les composantes électriques nécessaires au fonctionnement et au contrôle de l'installation, ainsi que les interrupteurs pour les pompes à vide, les alimentations en courant et les indicateurs se trouvent dans cette armoire de commande.

Matériau et techniques expérimentales

L'enceinte du four est en acier inoxydable amagnétique, à doubles parois pour le refroidissement interne par circulation d'eau. Elle est dotée de plusieurs ouvertures permettant d'y adapter les accessoires nécessaires à l'opération de fusion désirée. Le couvercle de l'enceinte est équipé d'un système ouverture/fermeture pneumatique qui peut pivoter latéralement afin de rendre l'intérieur facilement accessible. Le couvercle comporte aussi une vitre de regard afin d'observer l'intérieur de l'enceinte.

L'enceinte du four (Figure 2.1.2) comporte à l'intérieur un inducteur dans lequel est monté un creuset en oxyde de céramique, avec une plaque de fond pour montage du creuset. L'inducteur est un enroulement de tube en cuivre en forme de spire, revêtu par une couche protectrice et refroidi par une circulation interne d'eau. L'inducteur est relié à l'enceinte par une gaine électrique coaxiale orientable à un générateur de moyenne fréquence pour l'alimentation en courant électrique. Celle-ci sert également à l'alimentation de l'eau de refroidissement. En outre, l'inducteur est fixé de sorte que l'axe de rotation se trouve lors de la coulée dans le bec verseur. Pour les creusets de faible diamètre, comme dans notre cas, nous disposons entre le creuset et l'inducteur une fine couche de mica permettant de remplir le vide entre l'inducteur et le creuset par une poudre de ciment réfractaire. A la partie supérieure de l'ensemble inducteur – creuset, une petite quantité de poudre mélangée à un liant qui sert comme un support de la colonne interne. Pour l'opération de la coulée, l'ensemble inducteur – creuset est basculé avec précaution à l'aide d'un levier manipulé à l'extérieur de l'enceinte du four. Le liquide est versé dans un moule placé sur un porte moule disposée dans la base de l'enceinte du four.

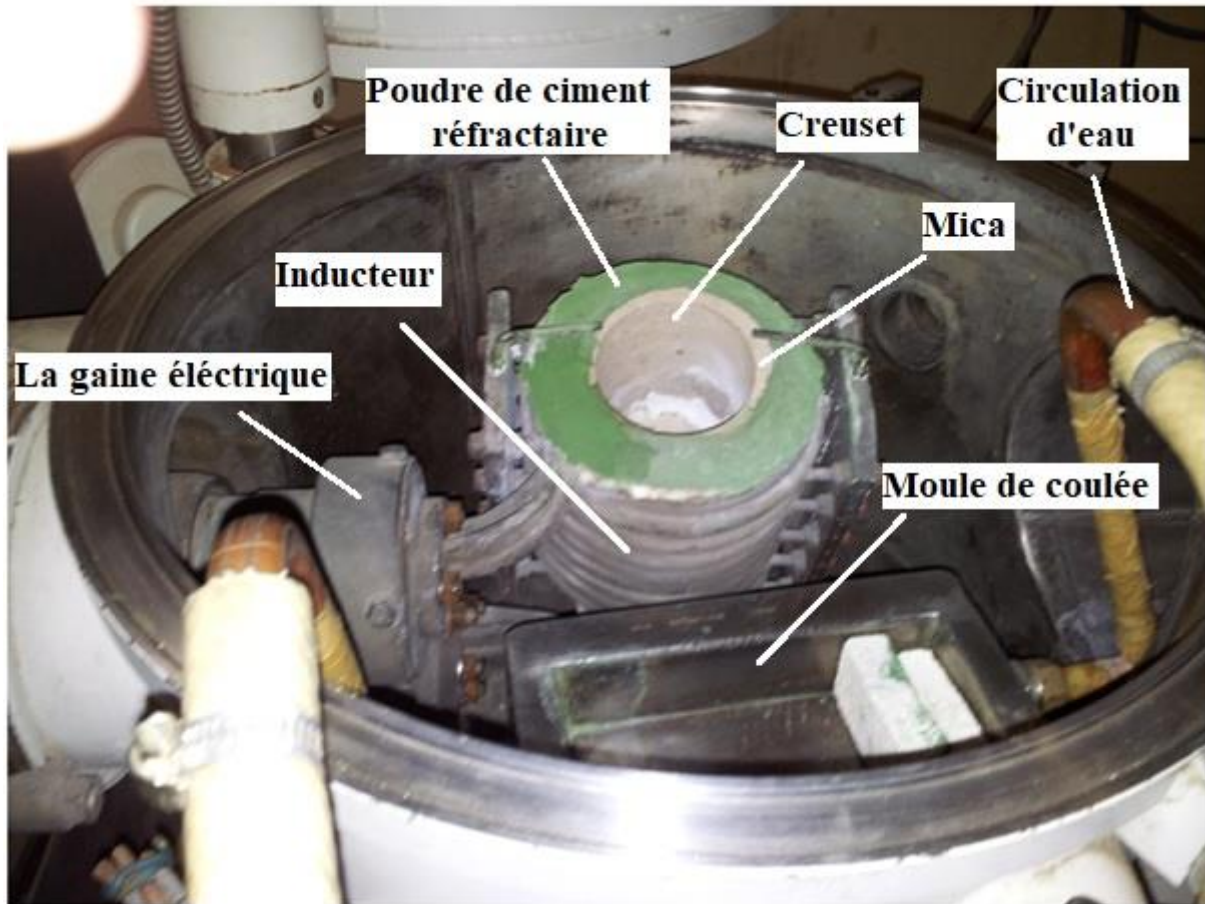


Figure 2.1.2: Intérieur de l'enceinte du four.

Notons que le four est également équipé d'un barillet pourvu d'un sas vide fixé au couvercle de l'enceinte. Le barillet est équipé de brides pour deux accessoires:

- Un dispositif permettant d'introduire des éléments d'addition dans le bain en fusion lors de l'élaboration.
- Un thermocouple permettant de vérifier la température de bain en fusion lors de l'élaboration.

La Figure 2.1.3 montre un schéma illustratif de tous les composants du four à induction utilisé.

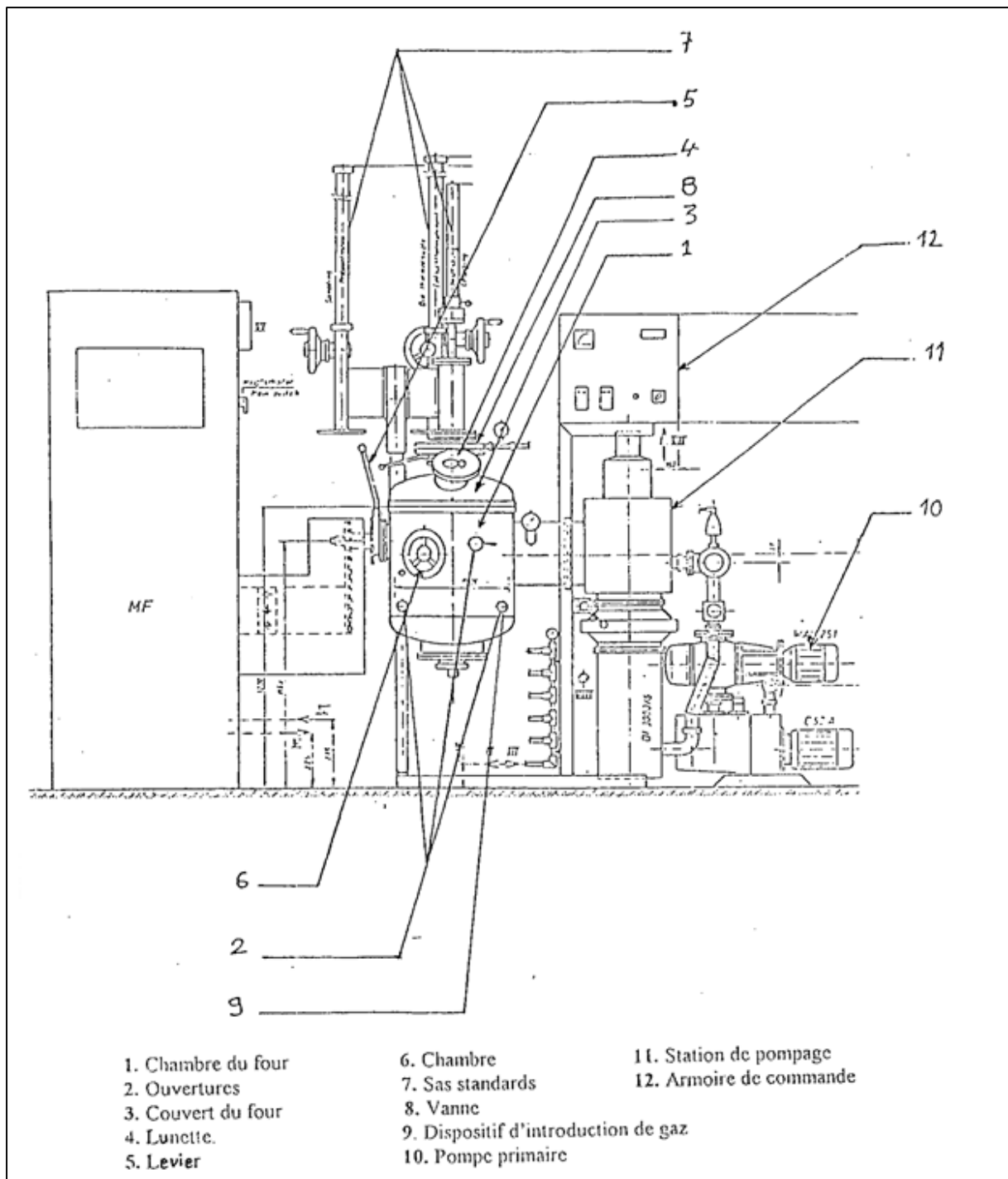


Figure 2.1.3: Schéma illustratif du four à induction utilisé [94].

2.1.1.2. Procédure d'élaboration

L'alliage de base Al 6063 a été fourni par la société Algéro-Turque Ferob Metal sous forme des profilés extrudés qui sont ensuite découpés en petites plaquettes afin de pouvoir les introduire dans le creuset de fusion. L'argent (Ag) de haute pureté (99.98 wt. %) a été fourni par l'Agence Nationale pour la transformation et la distribution de l'Or et des autres métaux précieux (AGENOR) sous forme de petits granulas pesant approximativement 1.5g.

Avant de procéder à la fusion de l'alliage souhaité, il est impératif de nettoyer le creuset et les éléments d'alliage (Al 6063 et Ag) afin de limiter la contamination. Les plaquettes Al 6063 ont ensuite été pesés sur une balance de haute précision ($\sim 10^{-5}$ mg) pour une masse totale d'environ 1000 g. Étant donné que la couche d'oxyde des alliages d'aluminium flotte sur la surface supérieure du bain liquide après la fusion, nous avons effectué l'élaboration de notre alliage à l'air.

Après l'enfournement des plaquettes Al 6063 dans le creuset, on augmente la température du four graduellement pour entraîner un chauffage progressif des plaquettes jusqu'à la fusion totale. Même si le point de fusion de Al 6063 est environ 660 °C, on chauffe jusqu'à une température de 750 °C afin d'obtenir une excellente coulabilité. Ensuite, un petit granulat Ag d'environ 1.6 g est introduit dans la masse liquide. La masse liquide est maintenue pour une durée adéquate d'environ 30 min afin d'assurer un bon brassage électromagnétique qui permet d'homogénéiser tout le volume de l'alliage.

Avant d'être coulée, la masse liquide a subi un traitement de dégazage pour retirer l'hydrogène qui pourrait se trouver à l'intérieur et pouvant causer de porosités une fois la solidification terminée. Le dégazage se fait par l'injection d'argon pur pendant une durée d'environ 20 minutes avec un débit de 0.6 L/min au moyen d'une cane en aluminium introduite au fond du creuset. La cane est munie à son extrémité de deux trous de 0.5 mm de diamètre chacun. L'argon est utilisé puisque c'est un gaz inerte (sans réaction).

A la fin de l'opération de fusion, la coulée de la masse liquide a été faite par gravité dans un moule métallique refroidi par circulation interne d'eau. Afin d'éviter au maximum le piégeage des bulles de gaz qui pourraient se former à la surface du liquide en mouvement, le versement du liquide devra se faire le plus proche possible du moule, de manière continue et sans turbulences. Le lingot obtenu est de forme parallélépipède de dimensions 112 x 62 x 24 mm³. Le même processus d'élaboration a été répété à chaque fois que nous avons besoin de la

matière. Les différentes étapes d'élaboration de notre matériau sont schématisées sur la Figure 2.1.4.

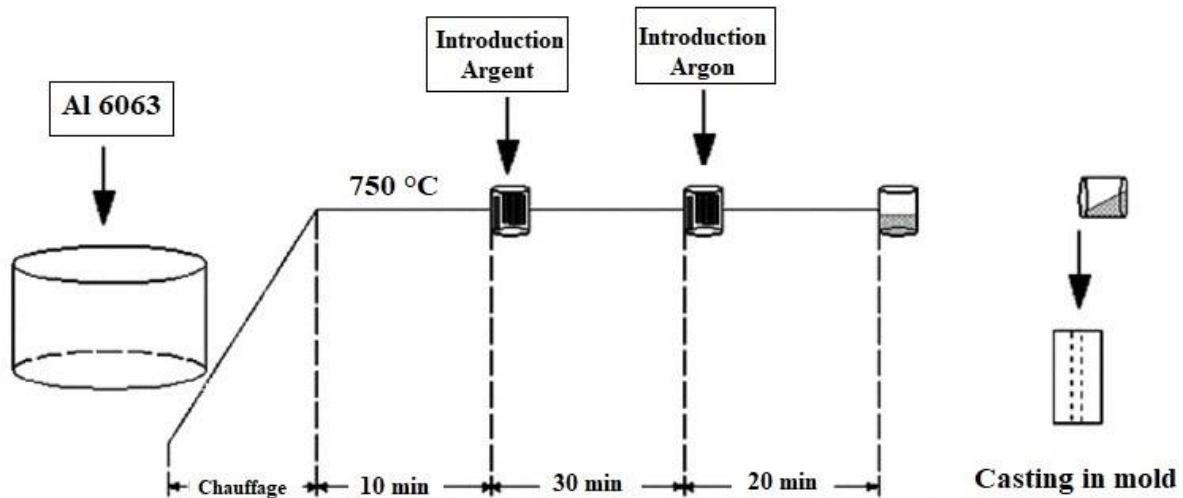


Figure 2.1.4: Représentation schématique des étapes d'élaboration du matériau d'étude.

2.1.1.3. Traitements thermiques

Après l'opération de la coulée, les lingots élaborés ont subi un traitement d'homogénéisation à 560 °C pendant 24 heures suivi d'un refroidissement lent à l'air ambiant. Ce traitement permet de réduire les ségrégations inhérentes à la coulée et les défauts de solidification ainsi qu'uniformiser la dispersion des solutés dans la solution solide. Afin d'obtenir une solution solide sur-saturée, plusieurs échantillons découpés des différents lingots homogénéisés ont subi un traitement de mise en solution à une température de 560 °C pour un temps de maintien de 30 min suivi d'une trempe rapide à l'eau. Dans le but d'étudier la cinétique de précipitation de la phase β'' en conditions isothermes, les échantillons trempés ont été immédiatement soumis à un processus de vieillissement artificiel à des températures comprises entre 150 °C et 225 °C avec des temps de maintien allant de 5 min à 72 h. Les traitements thermiques ont été effectués dans des fours à résistance électrique au Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux (LSGM) à l'Ecole Nationale Polytechnique (ENP). La séquence des traitements thermiques appliqués est représentée schématiquement dans la Figure 2.1.5.

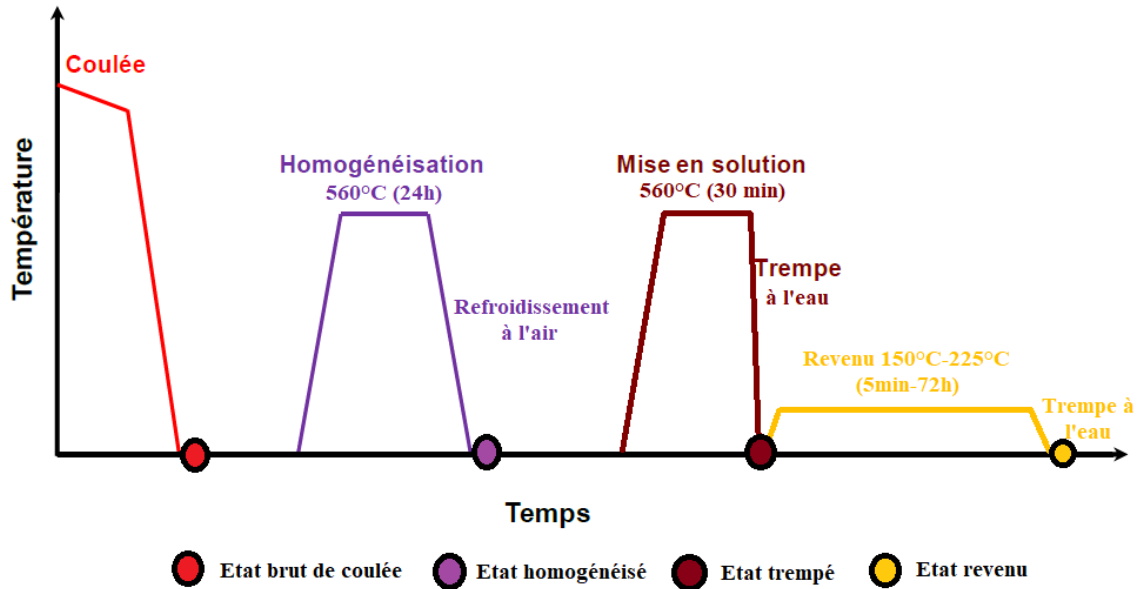
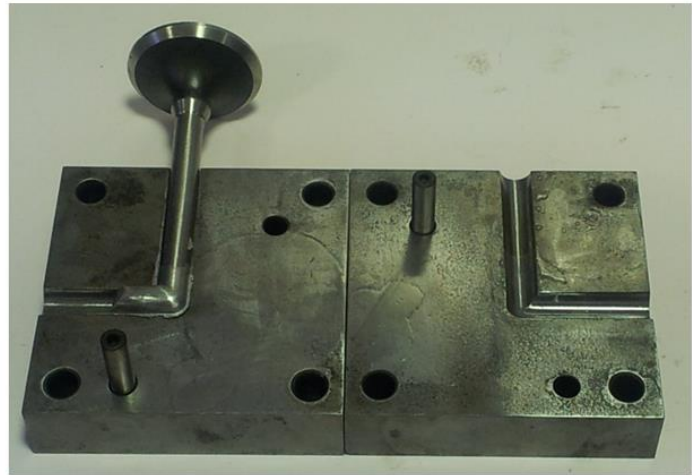
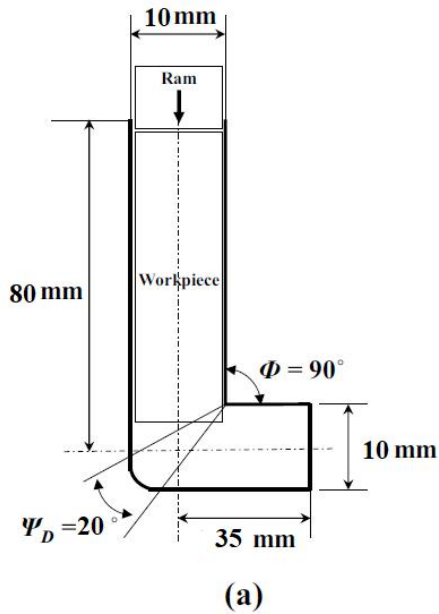


Figure 2.1.5: Représentation schématique des séquences des traitements thermiques appliqués.

2.1.2. Déformation Plastique sévère par le technique ECAP

2.1.2.1. Présentation du dispositif ECAP

La déformation plastique sévère ECAP a été faite à l'aide d'un dispositif de section transversale cylindrique ayant un diamètre de 10 mm et une longueur du canal de 80 mm. L'angle de canal du dispositif est $\Phi = 90^{\circ}$ et l'angle de courbure est $\Psi = 20^{\circ}$. Selon la formule d'Iwahashi [80] (voir section 1.1.3.3.2 du chapitre 1.1), cette configuration impose une déformation équivalente (ϵ) d'environ ~ 1.05 par passe. Ce dispositif a été réalisé à partir d'un acier à outil de nuance Z-200 par électroérosion au niveau de la BCL. Une représentation schématique de dispositif utilisé est présentée sur la Figure 2.1.6.



(b)

Figure 2.1.6 : (a)-Représentation schématique de dispositif ECAP, (b)- le dispositif ECAP réel utilisé.

2.1.2.2. Préparation des billettes pour la déformation ECAP

Les lingots homogénéisés ont été découpés en des plaques de forme parallélépipèdes de dimensions $75 \times 15 \times 15 \text{ mm}^3$ par une bobine de fil en Cuivre dans un atelier privé. Les plaques parallélépipèdes ont été ensuite usinées en des billettes de forme cylindriques d'environ 9,7 mm de diamètre et 60 mm de longueur à l'aide d'un tour mécanique au département Génie Mécanique à L'Ecole Nationale Polytechnique. C'est sous cette forme finale (Figure 2.1.7) que les billettes vont ensuite être hyper déformées par la technique ECAP.



Figure 2.1.7 : Image de la bielle cylindrique usinée.

2.1.2.3. Procédure de déformation

Afin que nous puissions comparer nos résultats avec ceux publiés dans la littérature pour les alliages Al-Mg-Si, nous avons choisi de travailler par la route Bc, où la billette est soumise à une rotation de 90° le long de son axe longitudinal dans la même direction entre chaque deux passes consécutives (voire section 1.1.3.3.3 du chapitre 1.1). Les billettes ont été pressées avec des vitesses d'avancement très lentes jusqu'à 4 passes ($N=4$) à la température ambiante. Pour chaque passe, nous avons réalisé 4 billettes destinées pour les caractérisations structurale et mécanique ultérieures. Pour diminuer les forces de frottement, les billettes ont été revêtues par un lubrifiant spécial appelé disulfure de molybdène (MoS_2) avant d'être introduit dans le dispositif ECAP. Les canaux d'entrée et de sortie du dispositif ont également été revêtus à l'intérieur par le même lubrifiant avant chaque passe. La presse employée est une machine de traction-compression disponible au sein de Laboratoire de Génie Séismique et de Dynamique des Structures (LGSDS) à l'Ecole Nationale Polytechnique (ENP) (Figure 2.1.8). Un piston à géométrie cylindrique pour presser les billettes a été conçu par le même matériau que le dispositif ECAP (Z-200), et il est aussi revêtu par MoS_2 afin de faciliter l'extrusion.



Figure 2.1.8 : Image prise lors d'un test ECAP (LGSDS).

2.1.2.4. Présentation des billettes déformées

La Figure 2.1.9 illustre une billette représentative pour chaque passe ECAP. Notons qu'après chaque passe une légère augmentation du diamètre de la billette par rapport à l'état initial non déformé est constatée. Pour cela avant d'entamer la passe ultérieure, nous avons réduit le diamètre de la billette déformée après chaque passe à 9,7 mm (diamètre de la billette initiale non déformée). Notons également qu'à mesure que le nombre de passes augmente, la longueur des billettes diminue, ce qui réduit la zone d'intérêt (la partie médiane des billettes). Cela est dû à l'élimination des zones mortes qui se forment sur les deux extrémités de la billette déformée après chaque passe. Pour cette raison, pour effectuer la 4^{ème} passe, nous avons usiné des billettes avec une longueur initiale de 75 mm.

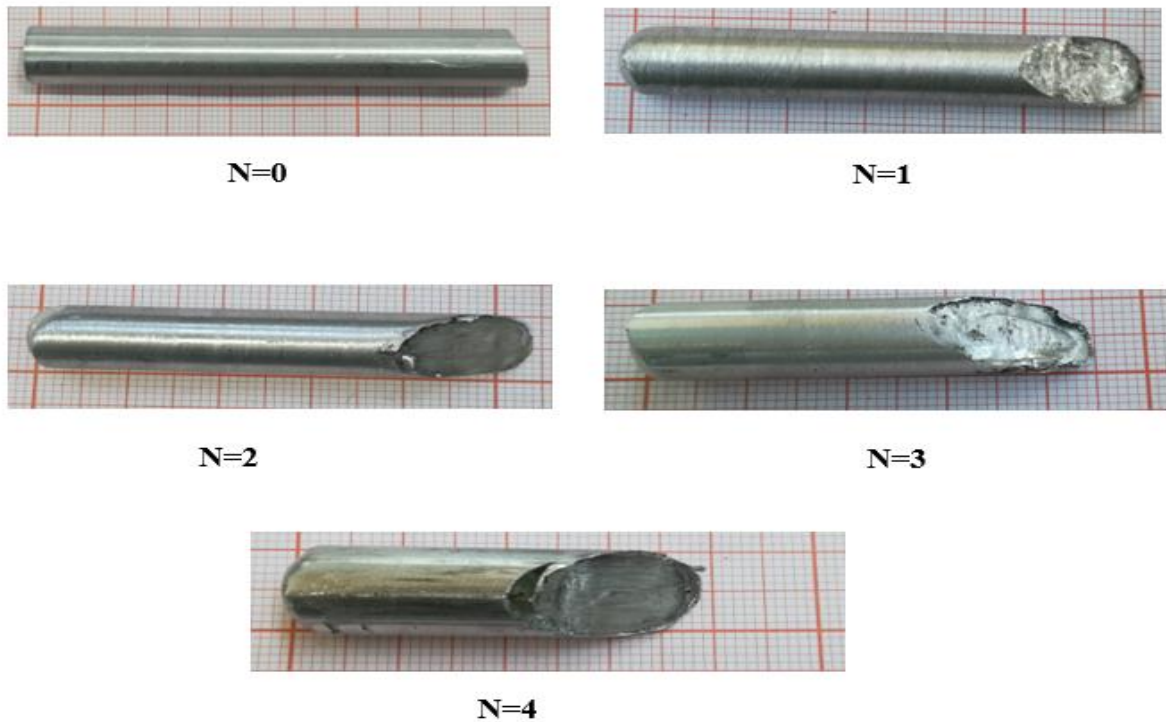


Figure 2.1.9 : Images des billettes déformées par ECAP.

2.1.3. Caractérisation microstructurale

2.1.3.1. Microscopie optique

La microscopie optique a notamment été utilisée afin de caractériser la structure granulaire (taille et forme des grains) et la morphologie des précipités micrométriques (intermétalliques au fer et Mg₂Si grossiers). Les microstructures ont été révélées grâce à une attaque chimique effectuée sur les échantillons préalablement polis. Le réactif d'attaque comporte 15 g NaOH dilué dans 100 ml H₂O. L'attaque se fait à la température ambiante pendant une durée de 3 à 5 min. Les micrographies ont été réalisées à l'aide d'un microscope optique de marque Nikon au sein de Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI).

2.1.3.2. Microscopie électronique à balayage

Une étude plus fine des précipités micrométriques observés précédemment par le microscope optique a été menée par le biais d'un Microscope Electronique à Balayage (MEB) de type ZEISS du CRTI. La composition chimique des précipités a été identifiée par spectrométrie de rayons X à dispersion d'énergie (EDS, Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) installée sur le MEB. Afin de réaliser ces observations, les échantillons ont été attaqués chimiquement à l'aide de réactif Keller (2,5 ml HNO₃, 1,5 ml HCL, 1 ml HF, 95 ml H₂O) pendant une durée d'environ 3 minutes.

2.1.4. Caractérisation mécanique

2.1.4.1. Micro-dureté

Les mesures de micro-dureté Vickers ont été réalisées par un micro-duromètre semi-automatique de marque Mitutoyo au Laboratoire Sciences et Génie des Matériaux (LSGM) à ENP. La charge utilisée est une masse de 100 g appliquée pendant environ une vingtaine de secondes. Chaque valeur rapportée sur les courbes de micro-dureté représente la moyenne de dix mesures. La micro-dureté Vickers (H_v) est reliée à la moyenne des diagonales de l'empreinte résiduelle (d) et la charge appliquée (F) suivant la relation :

$$H_v = 189 \times 10^{-3} \cdot \frac{F}{d^2} \quad (2.1.1)$$

2.1.4.2. Nanoindentation

Les essais de nanoindentation instrumentée ont notamment été réalisées dans l'objectif de définir le mécanisme de déformation plastique dominant. La nanoindentation est dite « instrumentée » en raison de sa capacité à mesurer, continûment et avec une grande sensibilité,

l'évolution de la charge appliquée (P) sur le matériau en fonction de la profondeur d'indentation (h) tout le long de l'essai. On acquiert alors un cycle de charge-décharge permettant de construire la courbe de nanoindentation ($P - h$) dont l'allure générale est représentée sur la Figure 2.1.10a.

Pour nos mesures, l'appareillage employé est Anton Paar TTX-NHT3 du CRTI où l'instrument est placé au sein d'une enceinte acoustique posée sur une table anti-vibratoire pour isoler la machine de toute vibration extérieure. Les indentations ont été effectuées à des vitesses de chargement et de déchargement constantes (\dot{P}) allant de 0.04 à 1.67 mN /s. La charge maximale (P_m) a été fixée à 8 mN pendant une durée de maintien de 20 secondes. L'indenteur utilisé est Berkovich en diamant (pyramide à base triangulaire) dont l'empreinte résiduelle est montrée sur la Figure 2.1.10b. Les mesures ont été répétées 5 fois pour chaque vitesse de chargement et de déchargement afin d'assurer la reproductibilité des résultats obtenus. Le module d'élasticité (Young) (E) et la dureté (H) ont été déterminés à partir de la phase de décharge de la courbe de nanoindentation ($P - h$) en employant le modèle développé par Oliver et Pharr [95]. Ce modèle est basé sur l'observation qu'au stade initial de la décharge, la courbe de nanoindentation est linéaire (comportement élastique). Ainsi, la raideur de contact (S), définie comme étant la résistance à une force appliquée, peut être calculée à partir de la pente de la tangente de la courbe de décharge à la profondeur maximale (h_m) (Figure 2.1.10a) :

$$S = \left\{ \frac{dP}{dh} \right\}_{h=h_m} = 2 \cdot \beta \cdot E_r \cdot \sqrt{\frac{A_c}{\pi}} \quad (2.1.2)$$

β est une constante géométrique qui dépend de la forme de l'indenteur ($\beta = 1.034$ pour un indenteur de Berkovich). A_c est l'aire de contact entre l'indenteur et la matière. E_r est le module élastique réduit qui explique le fait que la déformation élastique se produit à la fois dans l'échantillon testé et dans l'indenteur.

Le module d'élasticité de l'échantillon (E) peut être déterminé en découplant les déformations du l'indenteur et de l'échantillon :

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1 - \vartheta^2)}{E} + \frac{(1 - \vartheta_i^2)}{E_i} \quad (2.1.3)$$

E_i et ϑ_i sont respectivement le module de Young et le coefficient de Poisson de l'indenteur. E et ϑ sont les mêmes paramètres pour l'échantillon.

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

$$H = \frac{P_m}{A_c} \quad (2.1.4)$$

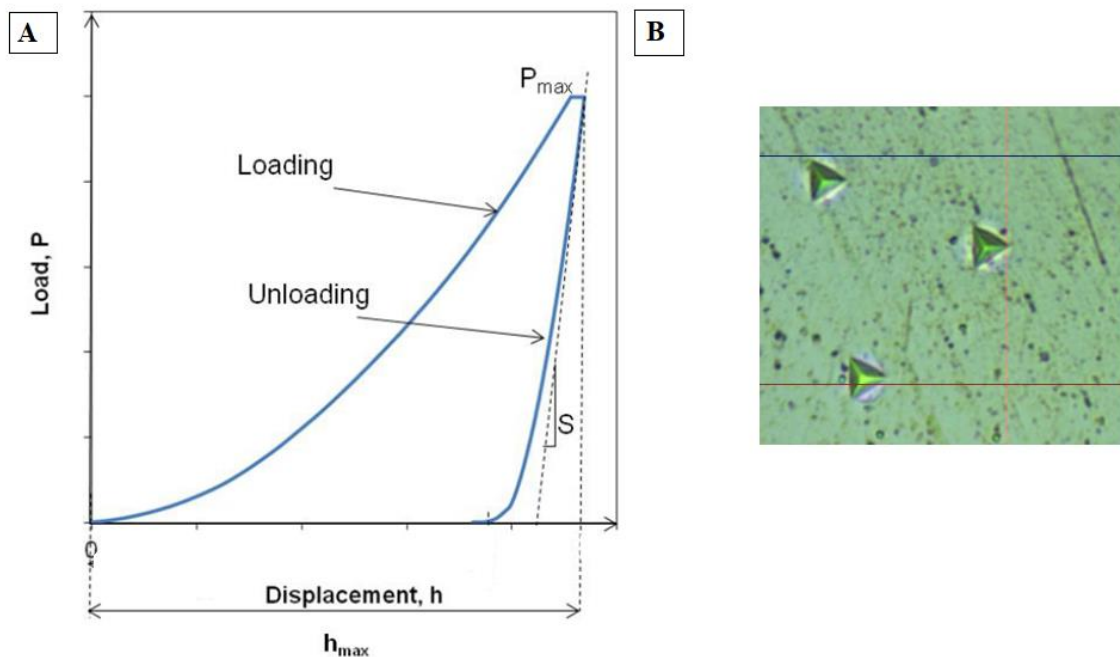


Figure 2.1.10 : (a)- Courbe de nanoindentation ($P - h$) typique issue d'un test de nanoindentation [95]. (b)- Image optique des empreintes résiduelles obtenues par un indenteur de Berkovich prises sur nos échantillons.

2.1.5. Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC)

La DSC a été utilisée dans l'objectif d'identifier les précipités formés durant les traitements thermiques ainsi que d'étudier la cinétique de précipitation en conditions non-isothermes. Les essais ont été menés en utilisant l'appareillage NETZSCH DSC 204 contenant deux creusets en alumine placés dans la même enceinte, dans lesquels on place d'une part l'échantillon d'étude pesant environ 45 mg et d'autre part un échantillon de référence Aluminium de haute pureté (99.99 wt.%) ayant une masse proche que l'échantillon d'étude et ne présentant pas de

Matériau et techniques expérimentales

transformations de phases dans la gamme de températures étudiée (Figure 2.1.11). Les cycles thermiques consistent en une montée en température jusqu'à 600 °C à des vitesses constantes allant de 5 °C/min à 30 °C/min. Afin de surmonter le problème de l'oxydation des échantillons, l'azote a été injecté dans l'enceinte de l'appareil au cours de chaque essai avec un débit de 20 mL/min.

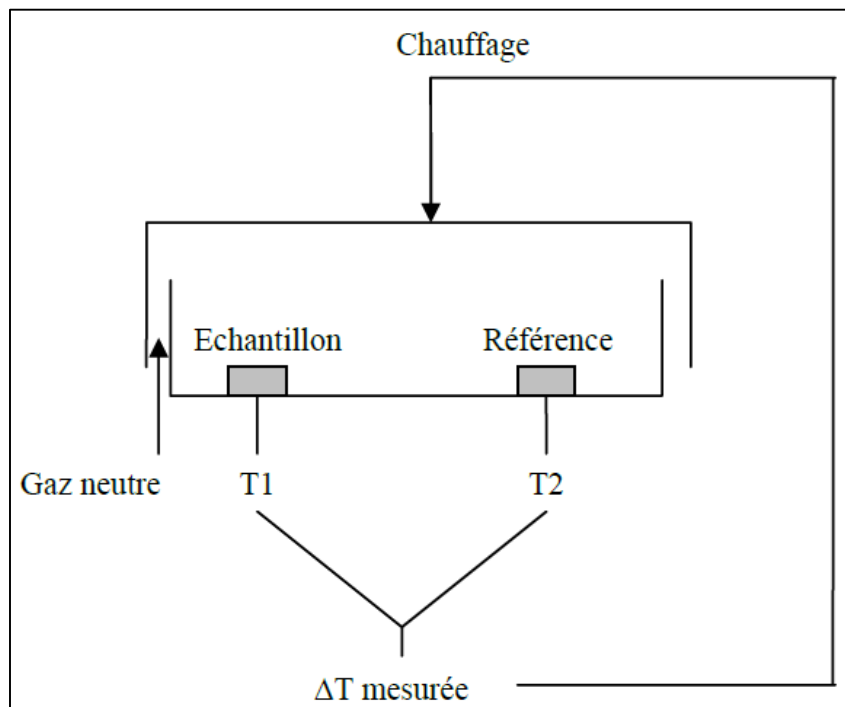


Figure 2.1.11 : Schéma simplifié de l'appareillage de DSC utilisé.

Les thermogrammes de DSC obtenus ont été ensuite corrigés en soustrayant la ligne de base afin de faciliter leur traitement (Figure 2.1.12). Le signal de ligne de base est obtenu à partir de deux échantillons d'Aluminium de haute pureté (99.99 wt. %) ayant une masse proche à celle de l'échantillon d'étude.

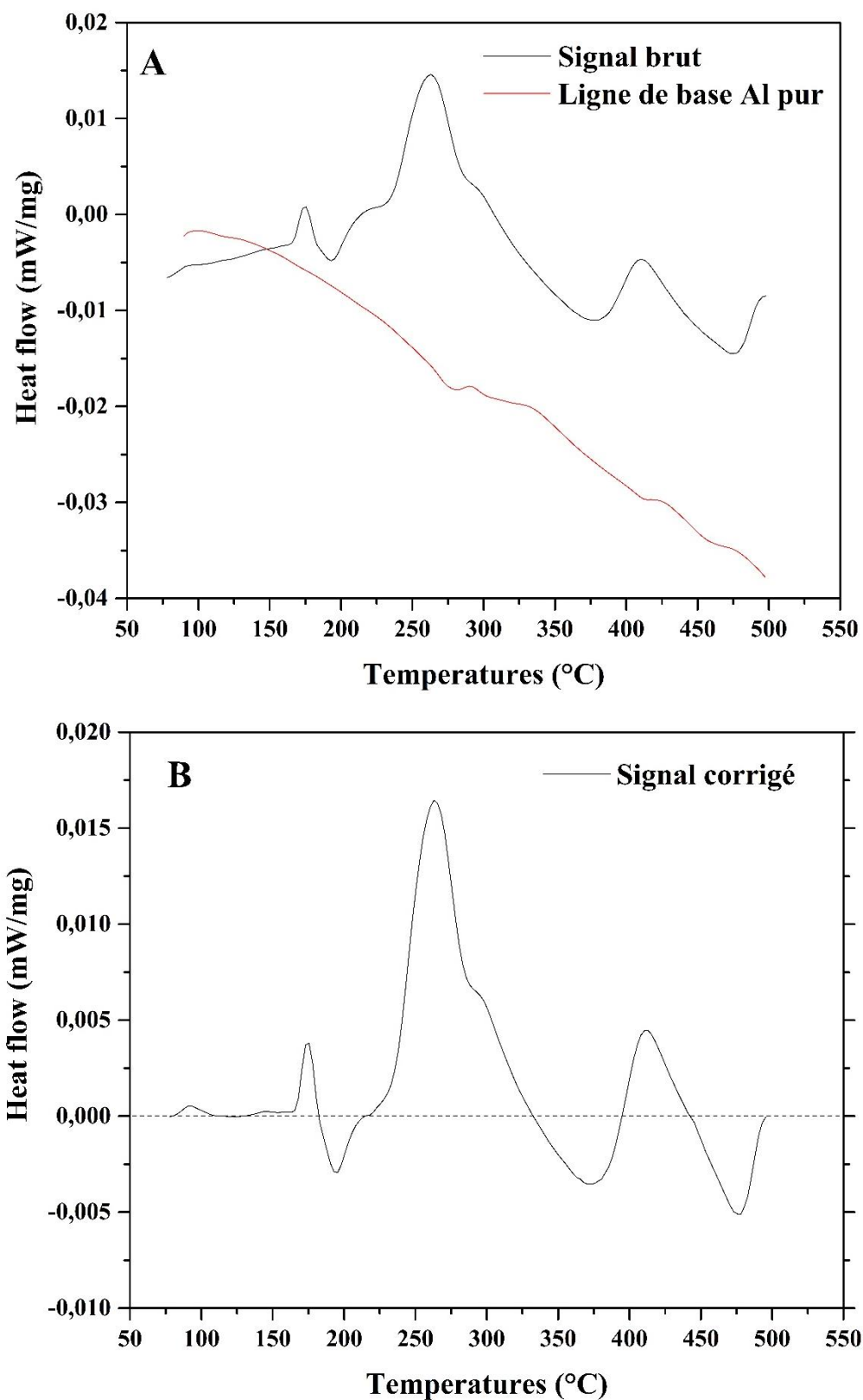


Figure 2.1.12 : Exemple de correction de thermogramme de DSC à la vitesse de chauffage de 5°C/min.

2.1.6. Diffraction des Rayons X (DRX)

L'équipement utilisé est un diffractomètre Panalytical X'Pert Pro MPD de type géométrique Bragg-Brentano en mode $(\theta - \theta)$. Le diffractomètre est muni d'une source de cuivre émettant des rayons X d'une longueur d'onde $\text{CuK}\alpha = 1,540598 \text{ \AA}$ avec une tension d'accélération de 30 kV et un courant de 40 mA. L'ensemble des spectres de diffraction ont été enregistrés dans un domaine angulaire (2θ) allant de 20° à 140° avec un incrément de 0.02° et un temps d'acquisition de 350 secondes pour chaque incrément. Cette partie a été effectuée au Centre de Recherche Nucléaire de Birine (CRNB).

Dans le cas des diffractomètres à géométrie Bragg-Brentano en mode $(\theta - \theta)$, l'échantillon reste fixe en position horizontale alors que le tube (la source) et le détecteur de rayons X sont mobiles. Ils se déplacent simultanément en sens inverse dans le cercle goniométrique d'un angle θ avec une vitesse angulaire ω (Figure 2.1.13).

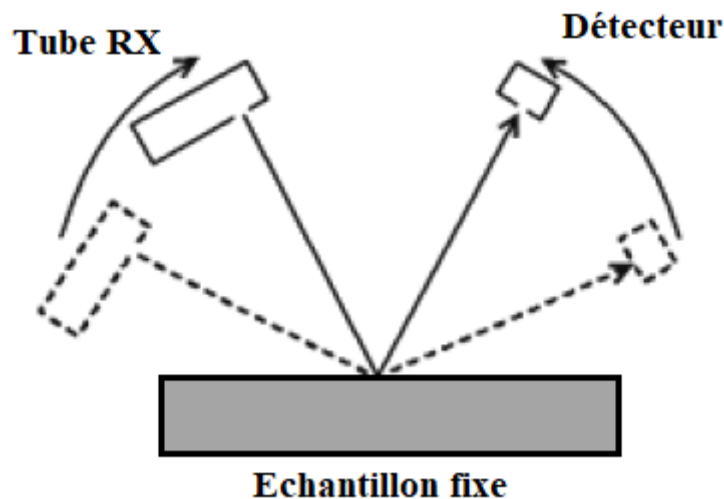


Figure 2.1.13 : Schéma simplifié de la géométrie Bragg-Brentano en mode $(\theta - \theta)$.

2.1.6.1. Identification de phases cristallines

L'identification des différentes phases cristallines constituant l'alliage d'étude a été effectuée à l'aide de la base de données cristallographiques PFD2 (Powder Diffraction File) version 2004 de l'organisme américain ICDD (International Centre for Data Diffraction) implémentée dans le logiciel de traitement des spectres de diffraction de rayons X (DRX) X'Pert

HighScore Plus de PANalytical. Chaque fiche PDF2 contient des informations d'une phase cristalline spécifiée (Formule chimique, structure cristallographique, groupe spatial, paramètres de maille...etc.) et elle est identifiée par un code de référence. Par exemple, la phase d'Aluminium (α -Al) majoritaire dans notre alliage est identifiée par la fiche PDF 98-024-0129.

L'identification des phases dans un spectre de DRX se fait en trois étapes majeures:

- La détermination de bruit de fond (Determine Background).
- La recherche les pics des phases constituant le spectre DRX (Search peaks).
- La sélection des phases dans la base de données. Parmi les candidats proposés, on choisit la phase (le candidat) sur la base des observations microstructurales et la valeur du Score la plus élevée.

2.1.6.2. Affinement de Rietveld

Les spectres de DRX ont été ensuite analysés par la méthode d'affinement de Rietveld [96] afin d'évaluer les paramètres structuraux (paramètres de maille) et microstructuraux (taille des cristallites, microdéformations), puis remonter aux défauts cristallins (densité de dislocations). L'essentiel de la méthode réside à ajuster un spectre calculé à partir des données instrumentales et structurales de l'échantillon, au spectre réel (expérimental) par la minimisation des écarts entre les profils des deux spectres au sens des moindres carrés:

$$M = \sum_i \left(\frac{|y_i - y_{ci}|^2}{y_i} \right) \quad (2.1.5)$$

y_i : l'intensité expérimentale à la position angulaire $2\theta_i$.

y_{ci} : l'intensité calculée à la position angulaire $2\theta_i$.

Le calcul d'intensité à chaque position angulaire $2\theta_i$ du spectre fait intervenir la somme des contributions des réflexions de Bragg pour toutes les phases présentes dans l'échantillon ainsi que la contribution du bruit de fond :

$$y_{ci} = \sum_{\varphi} S_{\varphi} \sum_K L_K |F_K|^2 P_K A \Phi_{iK} + y_{bi} \quad (2.1.6)$$

S_{φ} est le facteur d'échelle de la phase φ . K représente les indices de Miller (hkl) d'une réflexion de Bragg de la phase φ . L_K contient les facteurs de polarisation, de Lorentz et de

multiplicité. $|F_K|^2$ est le module du facteur de structure de la réflexion (hkl). P_K exprime l'orientation préférentielle. A est le facteur d'absorption. Φ_{iK} décrit la fonction de profil modélisant la forme de la réflexion (hkl) de la phase φ à la position angulaire $2\theta_i$. y_{bi} est l'intensité du bruit de fond à la position angulaire $2\theta_i$.

Le calcul par la méthode des moindres carrés (Eq. 2.1.5) permet d'avoir une idée sur la qualité de l'affinement. Mais, pour savoir si l'affinement est adéquat ainsi que pour déterminer à quel moment il est terminé, une série de facteurs de fiabilité (ou de confiance) est utilisée:

Facteur de profil pondéré (R_{wp} -weighted profile) caractérise la qualité de l'accord entre les intensités expérimentales et celles calculées à partir du modèle. Un affinement acceptable correspond à R_{wp} de l'ordre de 10 à 15 %.

$$R_{wp} = 100 \cdot \left[\frac{\sum_i \frac{(y_i - y_{ci})^2}{y_i}}{\sum_i \frac{(y_i)^2}{y_i}} \right]^{1/2} \quad (2.1.7)$$

Facteur espéré (R_{exp} -expected) est basé sur la statistique de comptage et il permet d'évaluer la pertinence du nombre de paramètres affinés (P) par la méthode des moindres carrés en fonction du nombre de points (N) du spectre de diffraction expérimental.

$$R_{exp} = 100 \cdot \left[\frac{N - P}{\sum_i \frac{(y_i)^2}{y_i}} \right]^{1/2} \quad (2.1.8)$$

Facteur Goodness Of Fit (GOF) est exprimé par le rapport entre R_{wp} et R_{exp} . Pour un affinement parfait, la valeur de GOF devrait tendre vers 1. Mais dans la pratique, il est difficile d'atteindre cette valeur. Un bon affinement commence à des valeurs de GOF inférieures à 2. Une valeur de GOF proche de 1 (par exemple, 1.4 ou 1.3) peut être considérée comme satisfaisante et signale la fin de l'affinement [97].

$$GOF = \frac{R_{wp}}{R_{exp}} \quad (2.1.9)$$

Pour notre travail, nous avons utilisé le programme MAUD (Material Analysis Using Diffraction) développé par Luca Lutterotti et Paolo Scardi [98] et fondé sur la méthode de Rietveld. Le mode de fonctionnement du logiciel est bien détaillé dans le tutoriel qui est disponible sur le site internet officiel du logiciel [99].

Avant d'entamer l'affinement des spectres des échantillons d'étude, il est impératif de déterminer la contribution instrumentale (diffractomètre) sur la largeur des réflexions en affinant un spectre d'un échantillon standard. L'élargissement angulaire des réflexions dû à l'instrument est souvent décrit par la fonction de résolution de Caglioti [100]:

$$FWHM^2 = H^2 = U \tan^2 \theta + V \tan \theta + W \quad (2.1.10)$$

FWHM (Full Width at Half Maximum) représente la demi-largeur à la mi-hauteur de la réflexion de diffraction. U, V et W sont les paramètres de Caglioti à affiner sur le spectre de l'échantillon standard.

Dans notre étude, nous avons utilisé une poudre de silicium standard SRM640c [101] bien cristallisée, non texturée et possédant des tailles de cristallites larges, isotropes et exemptes de micro-déformations. Ce standard présente aussi l'avantage des réflexions individualisées et bien réparties dans le domaine angulaire (2θ) compris entre 20° et 140° avec le rayonnement $\text{CuK}\alpha$ (Figure 2.1.14). Ainsi, il ne présente pas d'effet d'élargissement sur le spectre de DRX.

Le spectre de standard a été acquis avec le même diffractomètre et dans les mêmes conditions expérimentales utilisées pour l'acquisition des spectres des échantillons d'étude (voir section 2.1.6). Le spectre de standard a été affiné en adoptant la procédure proposée par Luca Lutterotti [102] pour déterminer l'élargissement instrumental. Lors de l'affinement du spectre de standard, l'élargissement dû à l'échantillon (effet de taille des cristallites et des micro-déformations) est supposé nul, indiquant au programme qu'il s'agit d'une caractérisation instrumentale et qu'ainsi aucune contribution de l'échantillon à l'élargissement des réflexions n'est prise en considération. Seuls les paramètres de l'instrument (déplacement d'échantillon $2\Delta\theta$, paramètres de l'élargissement instrumental (U, V, W), paramètres d'asymétrie et paramètres gaussiens) sont affinés.

Les paramètres issus de l'affinement Rietveld du spectre de standard sont ensuite sauvegardés dans un fichier appelé «instrument_Si.lst». Ce fichier sera injecté dans le programme MAUD lors de l'affinement des spectres des échantillons d'études. La taille de la cristallite et les micro-déformations ont été évaluées à l'aide d'un modèle isotrope.

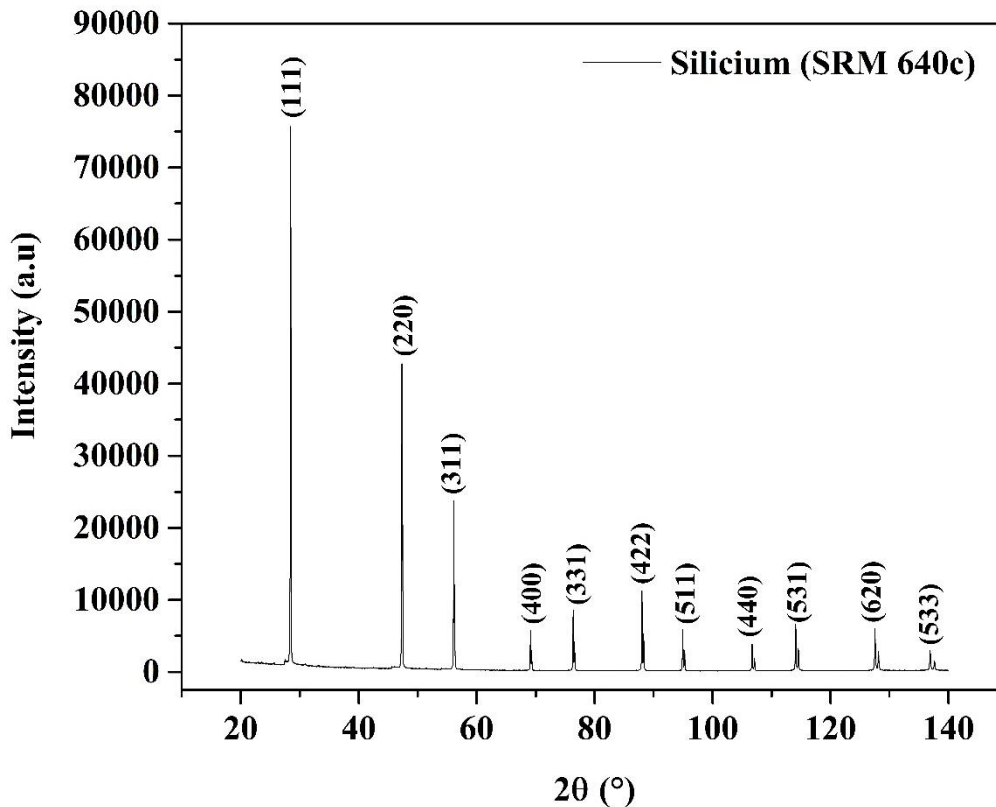


Figure 2.1.14 : Spectre DRX du Silicium standard SRM 640c.

2.1.6.3. Analyse des contraintes résiduelles

Les contraintes à l'échelle macroscopique sur les billettes déformées par ECAP ont été analysées sur un diffractomètre Siemens D500 à géométrie Bragg-Brentano en mode ($\theta - 2\theta$) avec un goniomètre en configuration ψ . Un collimateur de 2 mm de diamètre est installé à la sortie du faisceau incident afin de limiter la divergence du faisceau. Les acquisitions ont été réalisées avec une radiation de Cuivre sous une tension de 40 kV et intensité de 40 mA sur la famille de plans (511) relative à la matrice d'aluminium. Cette expérimentation a été effectuée à l'université de KASSEL en Allemagne.

Dans le cas des diffractomètres à géométrie Bragg-Brentano en mode ($\theta - 2\theta$), le tube (la source) de rayons X reste fixe tandis que le détecteur et l'échantillon sont mobiles. Le détecteur se déplace sur le cercle goniométrique d'un angle 2θ avec une vitesse angulaire 2ω double par rapport à celle de l'échantillon. Dans le diffractomètre à configuration ψ , l'inclinaison de l'échantillon est obtenue par une rotation du berceau d'Euler d'un angle ψ (ψ représente l'angle entre la normale à la surface de l'échantillon et la normale au plan cristallin

(hkl) sélectionné) (Figure 2.1.15a). La variation de l'angle ψ s'effectue par la rotation de l'échantillon autour de l'axe vertical de diffractomètre (Figure 2.1.15b).

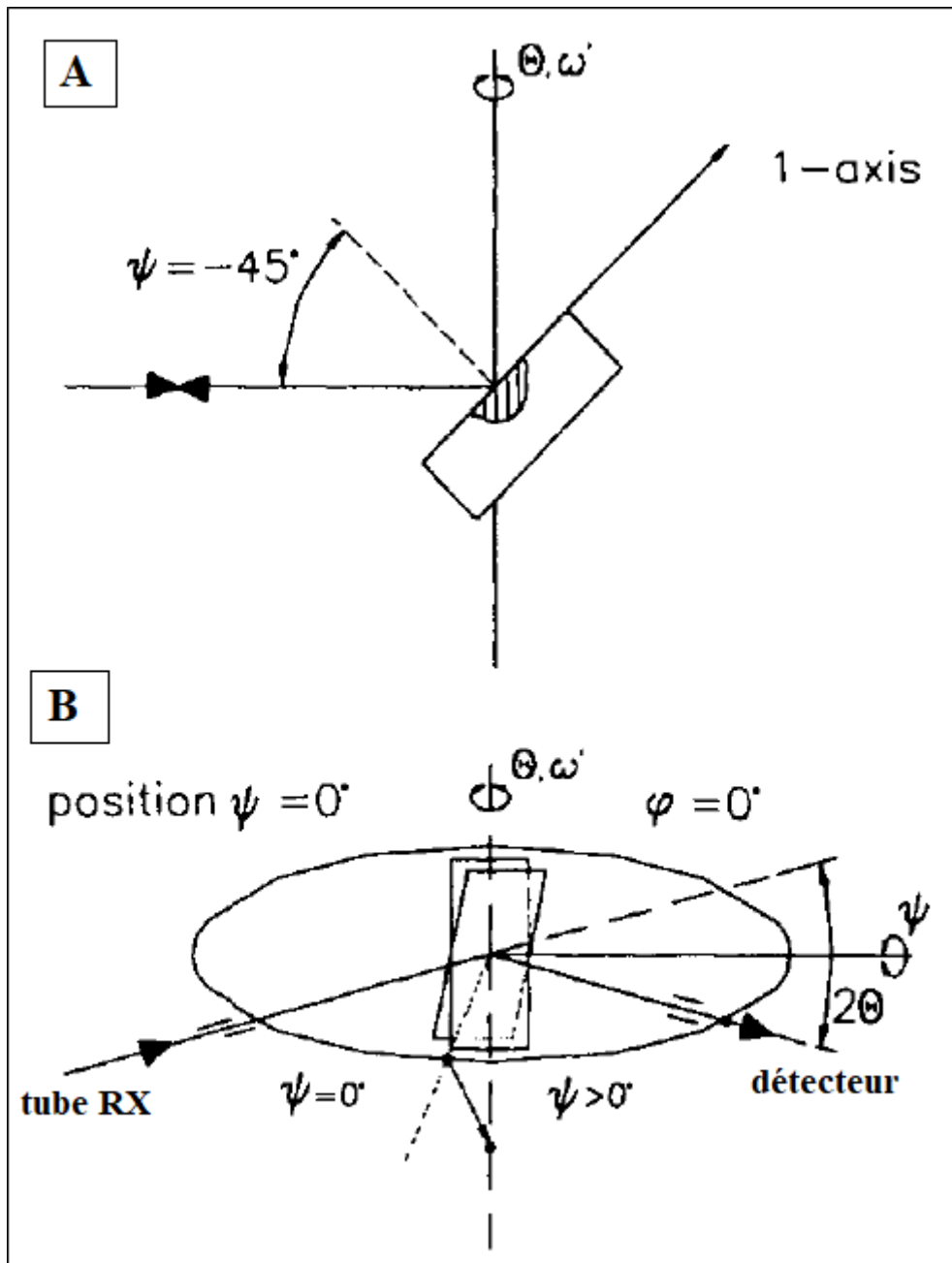


Figure 2.1.15 : Illustration de diffractomètre en configuration ψ : (a)-position initiale : l'inclinaison de l'échantillon d'un angle ψ . (b)-variation de l'angle ψ par rotation de l'échantillon autour de l'axe vertical de diffractomètre [103].

Le profil des contraintes résiduelles superficielles a été déterminé par l'analyse le long de la section circulaire de la billette à chaque incrément de $22,5^\circ$, comme montre la Figure 2.1.16.

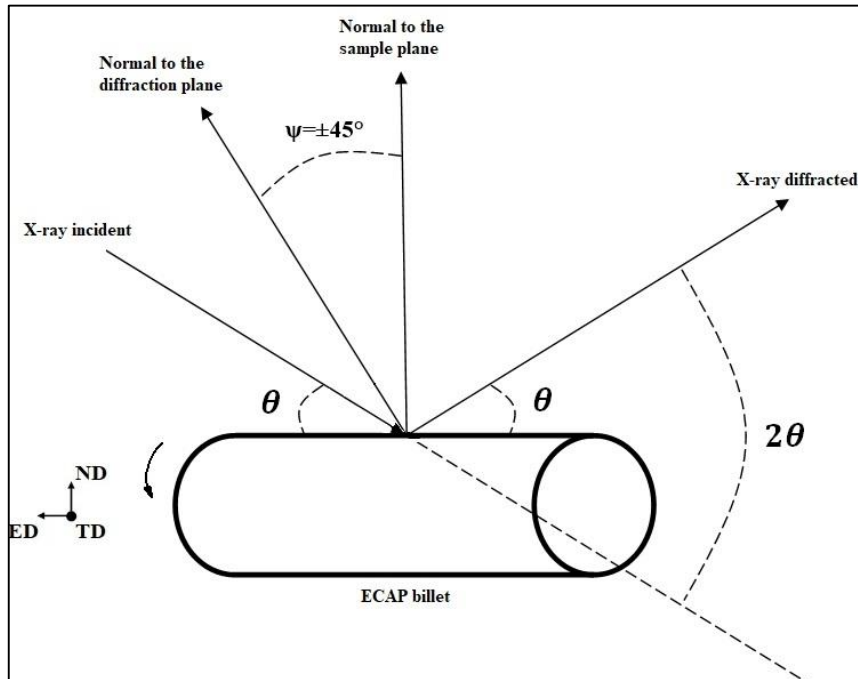


Figure 2.1.16: Illustration des mesures de contraintes résiduelles le long de la section circulaire de la billette ECAP.

Pour l'analyse des profils de contraintes en profondeur, des enlèvements séquentielle des couches superficielle de la matière ont été effectués par électro-polissage à l'aide d'une solution spéciale « Struers A2 ». Le contrôle de diamètre la billette après chaque élimination de matière a été effectué à l'aide d'un pied à coulisse à vernier. Comme la billette ECAP n'est pas parfaitement cylindrique, il est impératif de prendre en considération la variation de diamètre (d_1 et d_2) sur deux directions perpendiculaires par rapport à la position 0° de la première mesure des contraintes (Figure 2.1.17).

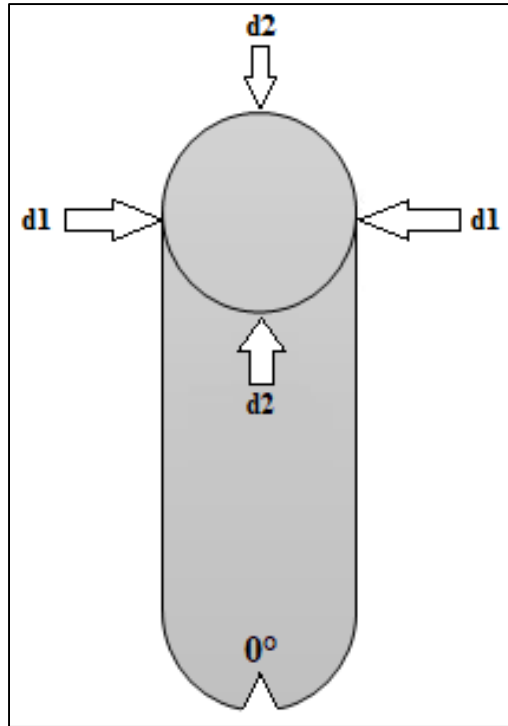


Figure 2.1.17: Illustration de la mesure de diamètre sur la billette ECAP.

Le traitement des données de diffraction a été effectué avec un logiciel développé par l'université de Kassel afin de déterminer les largeurs à mi-hauteur des pics (FWHM) ainsi que calculer les contraintes résiduelles par la méthode classique de $\sin^2 \psi$ [103] :

$$\varepsilon_{\psi} = \frac{1}{2} s_2(hkl) \cdot \sigma_1 \cdot \sin^2 \psi + s_1(hkl) \cdot \sigma_1 = \frac{1 + \nu_{hkl}}{E_{hkl}} \cdot \sigma_1 \cdot \sin^2 \psi - \frac{\nu_{hkl}}{E_{hkl}} \cdot \sigma_1 \quad (2.1.11)$$

Cette relation dite de « $\sin^2 \psi$ » relie la déformation élastique (ε_{ψ}) mesurée à l'échelle du réseau cristallin par le décalage de la position des réflexions de diffraction d'un matériau déformé par rapport à leur position théorique et la contrainte résiduelle macroscopique analysée (σ_1). $s_1(hkl)$ et $s_2(hkl)$ sont les constantes élastiques radio-cristallographiques (CER) du matériau étudié pour une famille de plans diffractants (hkl). E_{hkl} et ν_{hkl} représentent respectivement le module de Young et le coefficient de Poisson pour la famille des plans diffractants (hkl). La représentation graphique de l'Equation 2.1.11 est une ellipse de pente proportionnelle à la contrainte (σ_1) que l'on cherche à déterminer.

Dans le cadre de notre étude, 11 angles de ψ compris entre -45° et $+45^\circ$ ont été utilisés pour chaque mesure de contrainte résiduelle avec un temps d'acquisition d'environ 275 secondes

pour chaque angle. Les constantes élastiques utilisées pour le calcul des contraintes résiduelles sont [103]: $\frac{1}{2}s_2(511) = 1.977 \times 10^{-6} \text{ mm}^2/\text{N}$ et $s_1(511) = -5.22 \times 10^{-6} \text{ mm}^2/\text{N}$.

2.1.7. Simulation par logiciel DEFORM

DEFORM (Design Environnement for Forming) est un code de simulation basé sur la méthode des éléments finis (FEM), conçu pour l'analyse des divers procédés de mise en forme ainsi que les traitements thermomécaniques. Un élément clé de ce système est le maillage automatique, adapté pour les grands problèmes de déformation. Les simulations DEFORM peuvent être exécutées en tant que des modèles bidimensionnels (2D) ou tridimensionnels (3D) [104].

Avant d'entamer la simulation, nous définissons la pièce d'œuvre initiale dans DEFORM. La pièce doit être identifiée comme un objet unique avec un numéro d'objet codé et un nom d'objet. Il est fortement recommandé de mettre un nom significatif (p. Ex. Punch, die, workpiece). Pour notre travail et afin de simuler la déformation par la technique ECAP, la pièce à simuler est une billette rectangulaire avec une section transversale de $15 \times 15 \text{ mm}^2$ et une longueur de 120 mm. La fenêtre d'objets contient toutes les données spécifiques à la pièce à simuler telles que la géométrie, le maillage, le matériau..etc. (Figure 2.1.18).

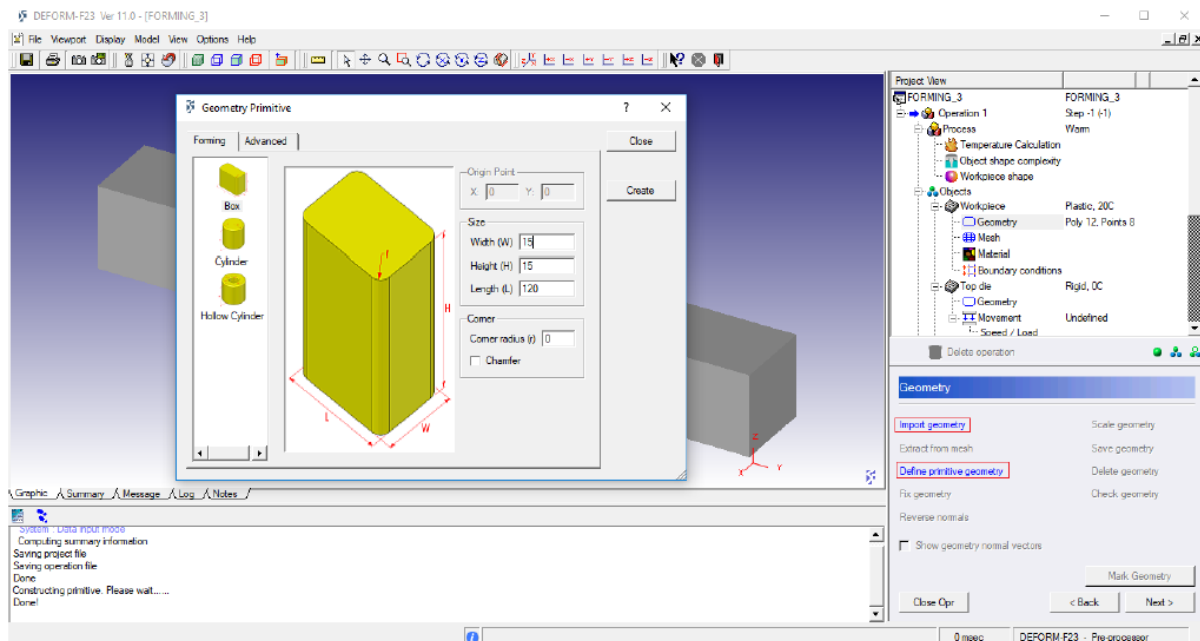


Figure 2.1.18: Fenêtre d'objet de la pièce à simuler.

Par la suite, nous devons spécifier le matériau de la billette. Afin que nous puissions comparer les résultats de simulation avec nos résultats expérimentaux sur l'alliage contenant Ag utilisé le long de cette thèse, nous avons choisi l'alliage d'aluminium 6063 disponible dans la base de données de logiciel. L'étape suivante est la génération de maillage. Nous avons choisi le maillage généré automatiquement afin de faciliter la simulation et d'obtenir de meilleurs résultats (Figure 2.1.19).

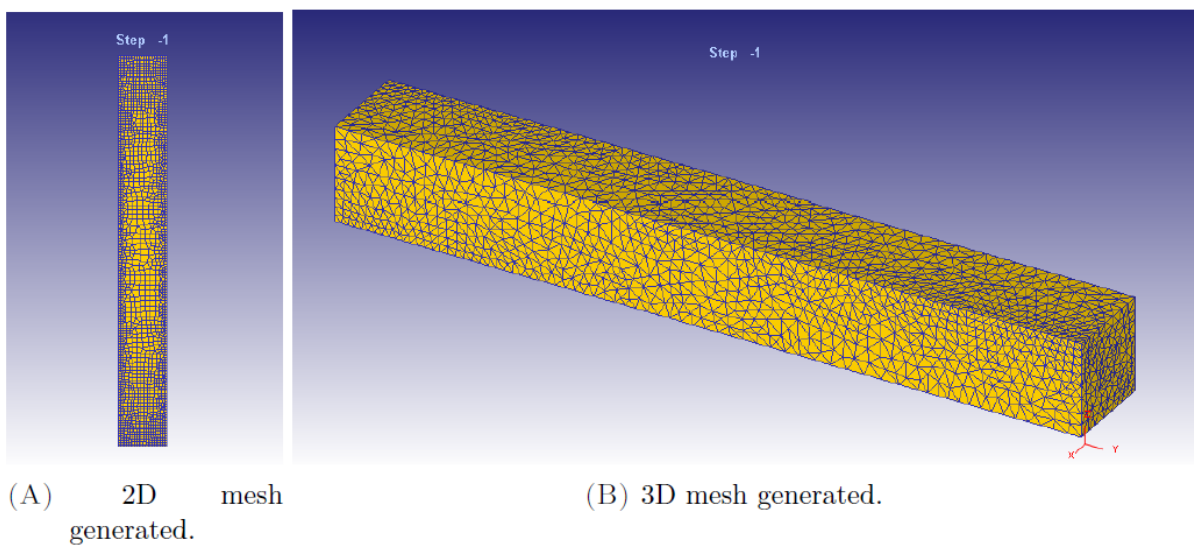


Figure 2.1.19: Maillage de la pièce en 2D et 3D.

Par la suite, nous concevons le dispositif ECAP avec la même configuration que celui utilisé pour nos expériences ($\Phi = 90^\circ$ et $\Psi = 20^\circ$, voir section 2.1.2.1). Comme le logiciel DEFORM dispose d'un environnement de conception limité aux formes complexes, nous avons donc utilisé le logiciel de conception SolidWorks qui nous permet de concevoir facilement la matrice et l'enregistrer dans un fichier appelé «Die.STL». Ce fichier sera ensuite importé dans le logiciel DEFORM pour pouvoir lancer la simulation. La simulation a été exécutée ensuite en mode interactif afin d'afficher les informations de fichier de message directement à l'écran pour qu'il puisse être vu en temps réel (Figure 2.1.20).

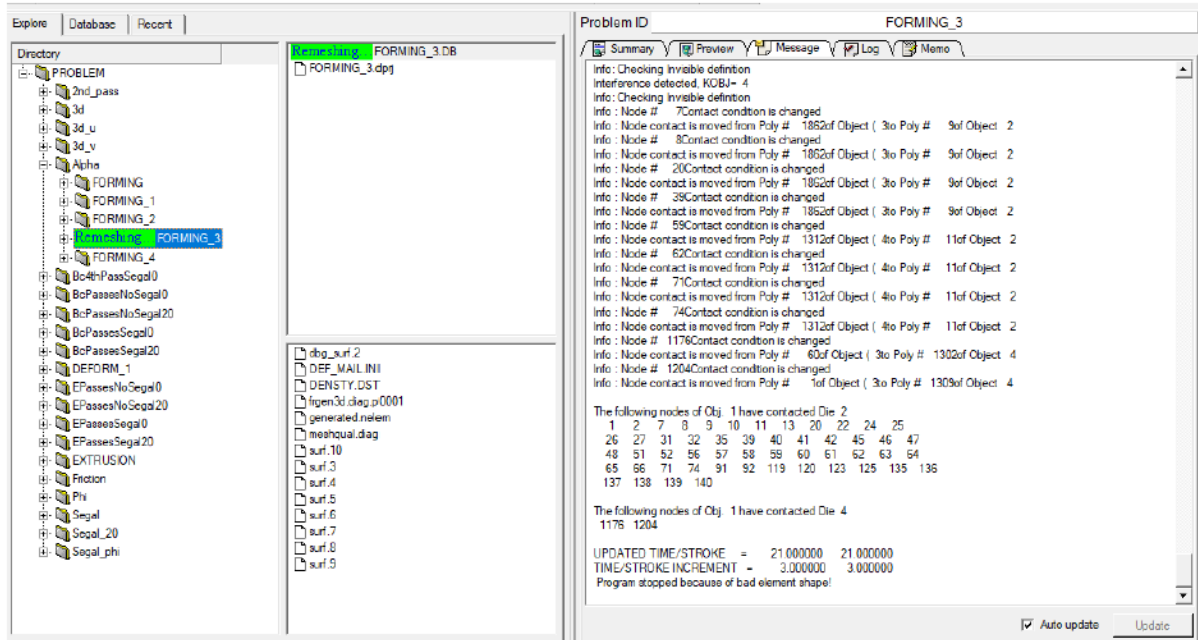


Figure 2.1.20: Exécution de la simulation.

A la fin de l'exécution de la simulation, DEFORM-Post a été utilisé pour afficher et extraire les résultats de simulation (Figure 2.1.21).

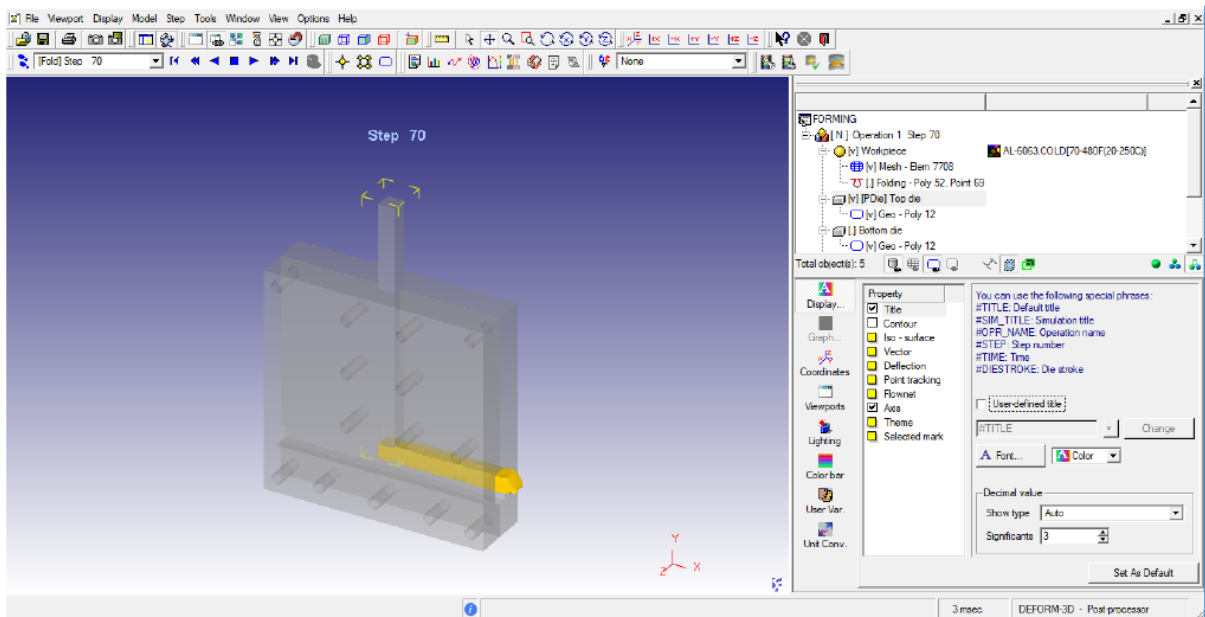


Figure 2.1.21: Fenêtre de DEFORM-Post.

2.1.8. Conclusion du chapitre

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

Partie 3

Chapitre 3.1 :
Analyse microstructurale et cinétiques de
précipitation de la phase β''

Chapitre 3.1: Analyse microstructurale et cinétiques de précipitation de la phase β''

Il est bien connu que la contribution de la phase β'' au durcissement des alliages Al-Mg-Si est essentielle. La connaissance des cinétiques de précipitation ainsi que les mécanismes de formation de cette phase constituent un domaine d'investigation qui a intéressé les chercheurs depuis plusieurs décennies. À ce propos, nous présentons dans ce chapitre une analyse complète de la cinétique de précipitation isotherme de la phase β'' en exploitant le modèle cinétique de JMA. Ce modèle a été ensuite utilisé pour l'analyse de la cinétique de précipitation non isotherme de la phase β'' en appliquant le concept d'additivité. Les paramètres de la cinétique calculés ont été alors discutés et liés aux mécanismes de précipitation de la phase β'' . Nous montrons que l'addition d'Argent (Ag) dans l'alliage ternaire Al-Mg-Si modifie la séquence de précipitation par la formation d'une phase métastable supplémentaire appelée pré- β'' , ce qui a affecté la cinétique de précipitation de la phase β'' . Nous présentons également dans ce chapitre les microstructures engendrées par les divers traitements thermiques appliqués.

3.1.1. Microstructures à l'état brut de coulé et homogénéisé

Les Figures 3.1.1a et 3.1.1b donnent les observations métallographiques réalisées en microscopie optique de l'alliage contenant Ag à l'état brut de coulée et homogénéisé, respectivement. En plus des grains de la matrice d'aluminium (α -Al), la microstructure à l'état brut de coulée est caractérisée par la présence des particules noires de la phase Mg_2Si grossier réparties le long des joints de grains et au sein de matrice d'aluminium (Figure 3.1.1a). Après le traitement d'homogénéisation, un grossissement important des grains se produit, dû aux effets cumulatifs de la température (560 °C) et la durée de traitement d'homogénéisation relativement longue (24h). Notons également que les particules de la phase Mg_2Si grossier sont toujours présentes dans le matériau après le traitement d'homogénéisation (Figure 3.1.1b).

Afin de confirmer les constatations précédentes, la Figure 3.1.2a présente une micrographie en Microscope Electronique à Balayage (MEB) de l'alliage contenant Ag à l'état brut de coulé. Les analyses EDS confirme que les particules noires de la Figure 3.1.1a, correspondent

à la phase Mg_2Si grossière (Figure 3.1.2b). L'observation au MEB fait apparaître également des particules blanches qui sont liées aux Intermétalliques au Fer ($AlFeSi$) selon les analyses EDS (Figure 3.1.2c). Rappelons que ces deux précipités se forment pendant l'étape de la coulée et ils ne participent pas au durcissement structural de l'alliage (voir section 1.1.5.1 du chapitre 1.1).

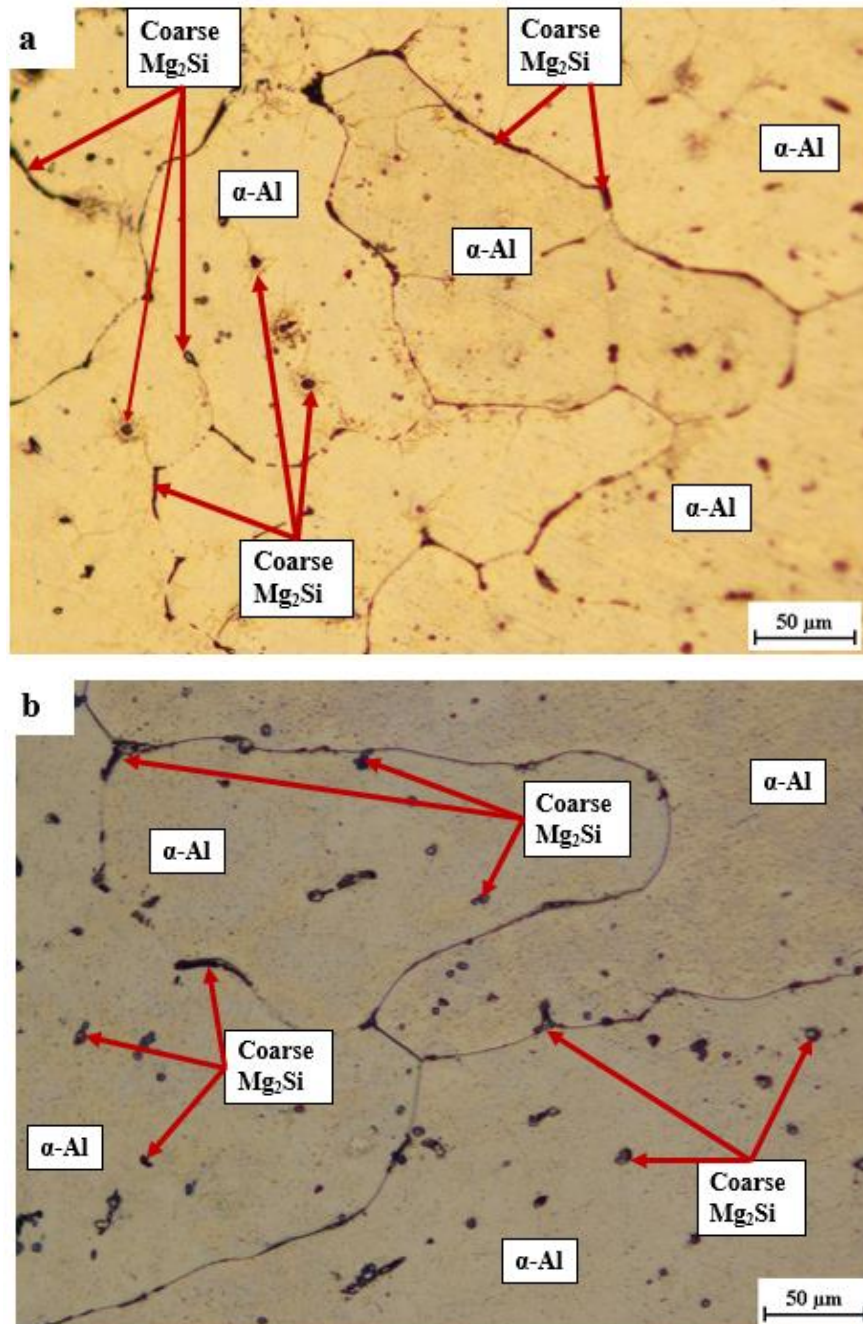


Figure 3.1.1 : Micrographies optiques de l'alliage contenant Ag : (a)-état brut de coulée, (b)-état homogénéisé.

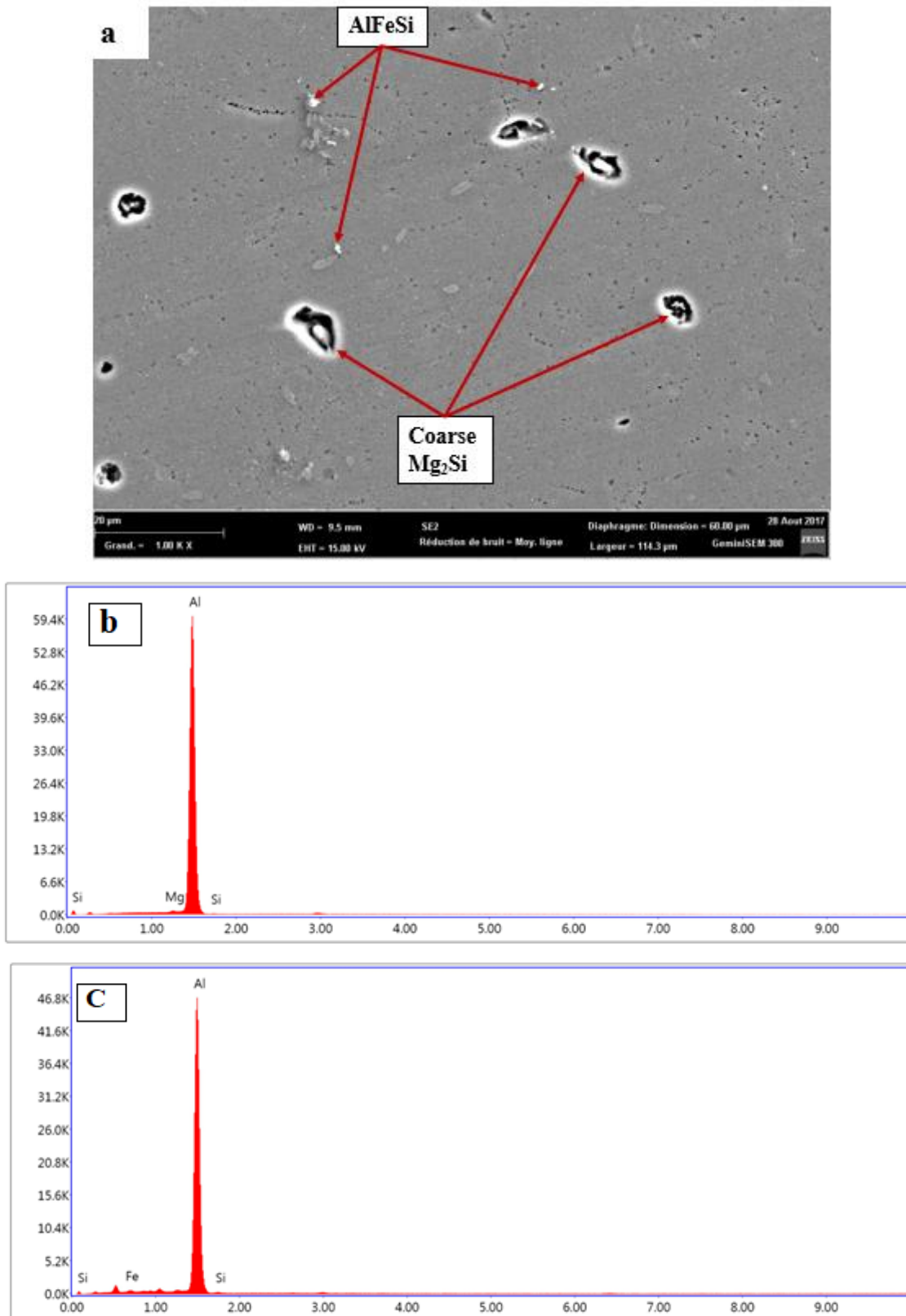


Figure 3.1.2 : (a)-Micrographie MEB de l'alliage contenant Ag à l'état brut de coulée, (b)- Spectre EDS d'une particule Mg₂Si grossier, (c)- Spectre EDS d'une particule intermétallique au Fer.

3.1.2. Cinétique de précipitation de la phase β'' en conditions isothermes

3.1.2.1. Evolution de la micro-dureté

La Figure 3.1.3 illustre l'évolution de la micro-dureté de Vickers au cours du revenu à 175 °C pour l'alliage de base et l'alliage contenant Ag. Il apparaît clairement que les deux alliages présentent un profil similaire de micro-dureté: la micro-dureté augmente continuellement avec le temps de revenu jusqu'à atteindre une valeur maximale, indiquant le stade de sous-revenu, puis elle diminue, indiquant le stade de sur-revenu.

Il a été bien montré dans la littérature que la montée de la micro-dureté est engendrée par la précipitation de la phase β'' [105,106]. L'apparition de la valeur maximale de la micro-dureté est attribuée à la dominance de la phase β'' dans la microstructure [105,106]. La chute de la micro-dureté est assurément liée à la transformation de la phase β'' en des phases semi-cohérentes et cohérentes (phases β' et β) [105].

En condition de sous-revenu, on remarque que l'alliage contenant Ag montre des valeurs de micro-dureté plus importantes que l'alliage de base. Les deux alliages présentent un maximum de micro-dureté presque identique (~94 Hv). Ce maximum de micro-dureté est atteint par l'alliage contenant Ag après une durée de maintien (20h) plus réduite que l'alliage de base (48h). Cela suggère que l'alliage contenant Ag avait une cinétique de précipitation de la phase β'' accélérée par rapport à l'alliage de base.

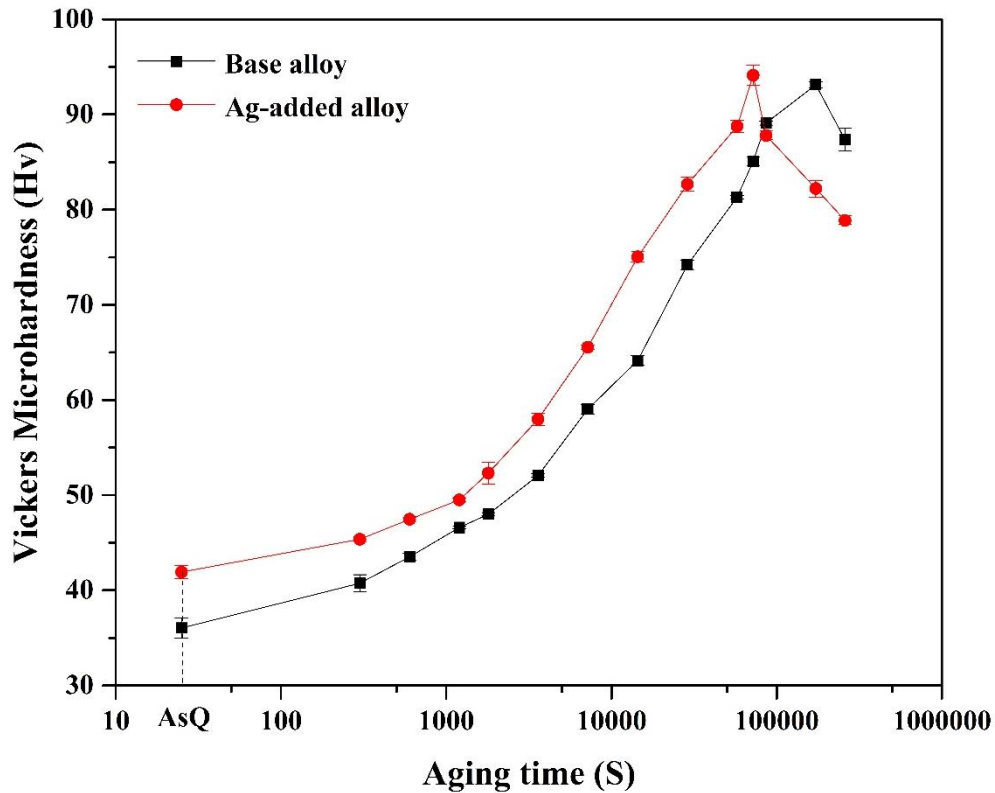


Figure 3.1.3 : Evolution en fonction du temps de la micro-dureté Vickers dans l'alliage de base et l'alliage contenant Ag après un revenu de 175 °C.

La Figure 3.1.4 présente l'évolution de la micro-dureté Vickers au cours du revenu à différentes températures pour l'alliage contenant Ag. Nous pouvons clairement constater que les courbes de micro-dureté présentent un comportement similaire en conditions de sous-revenu. Cela suggère que le mécanisme de précipitation de la phase β'' est identique pour toutes les températures examinées.

Notons également que le niveau maximum de micro-dureté est obtenu après un revenu à une température de 175 °C et une durée de maintien qui n'est relativement pas longue (20h). On peut donc affirmer que la température de 175 °C peut être considérée comme la température optimale pour le vieillissement thermique de l'alliage contenant Ag.

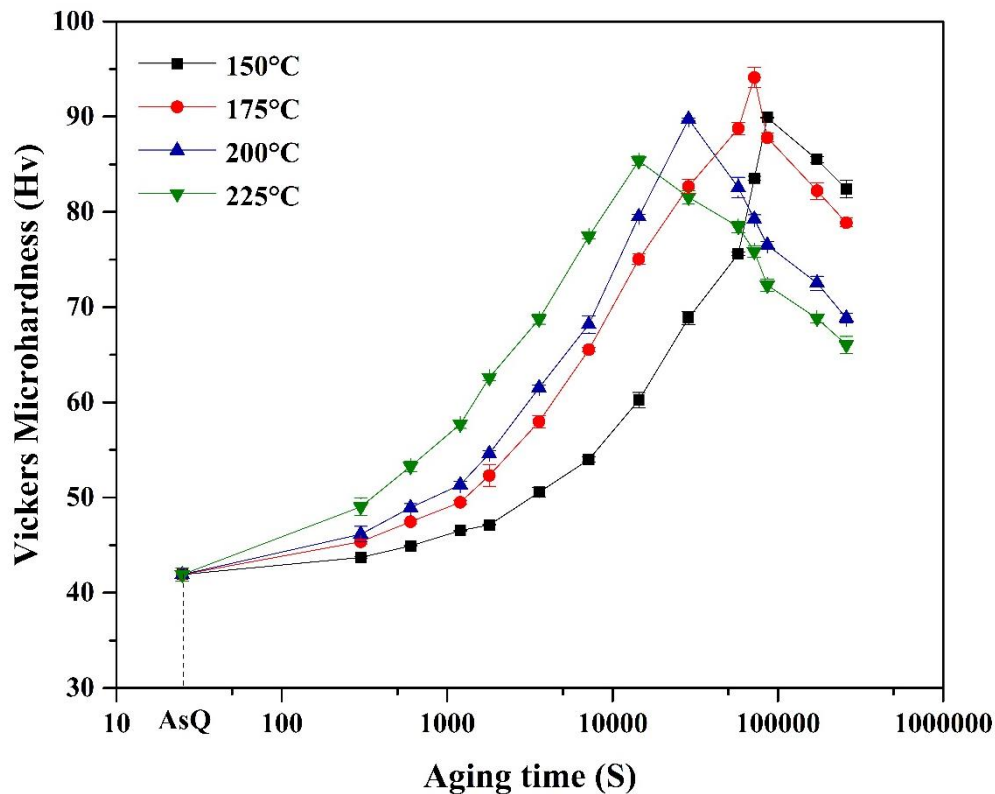


Figure 3.1.4 : Evolution en fonction du temps de la micro-dureté Vickers dans l'alliage contenant Ag après différentes températures de revenu.

3.1.2.2. Microstructures à l'état revenu

Les Figures 3.1.5a-e montrent les micrographies optiques des échantillons d'alliage contenant Ag vieillis à 175 °C pendant différents temps de maintien. Les Figure 3.1.6a-e présentent les micrographies optiques de l'alliage contenant Ag suite aux traitements de revenu à 150, 175, 200 et 225 °C pendant un maintien de 20h. On peut constater que les microstructures sont caractérisées par des grains grossiers et de forme irréguliers. Cela est dû au fait que l'alliage n'a pas subi une mise en forme après le traitement d'homogénéisation.

Il semble également que l'augmentation de temps et température de revenu n'entraîne pas une croissance remarquable des grains de la matrice d'aluminium. Ainsi, la taille des grains n'affecte pas la précipitation de la phase β'' . Par ailleurs, la métallographie optique révèle uniquement les particules de la phase Mg_2Si grossier initialement présente dans la matrice après la coulée (voir section 3.1.1) alors que les précipités de la phase β'' ne sont pas observables à cette échelle (précipités nanométriques).

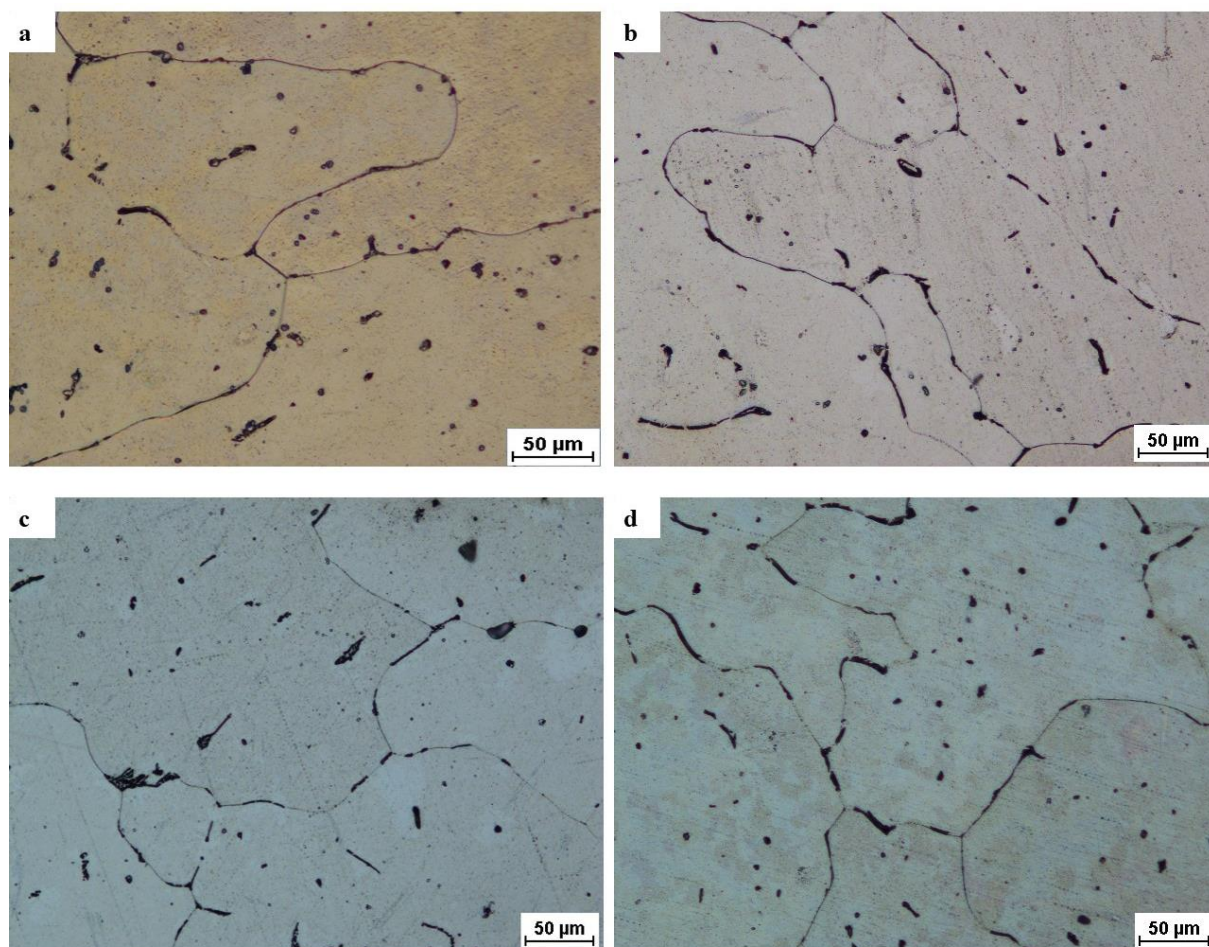


Figure 3.1.5 : Micrographies optiques de l'alliage contenant Ag au cours du revenu à 175°C : (a)- trempé (0h), (b)-sous-vieilli (4h), (c)- pic-vieilli (20h), (d)- sur-vieilli (72h).

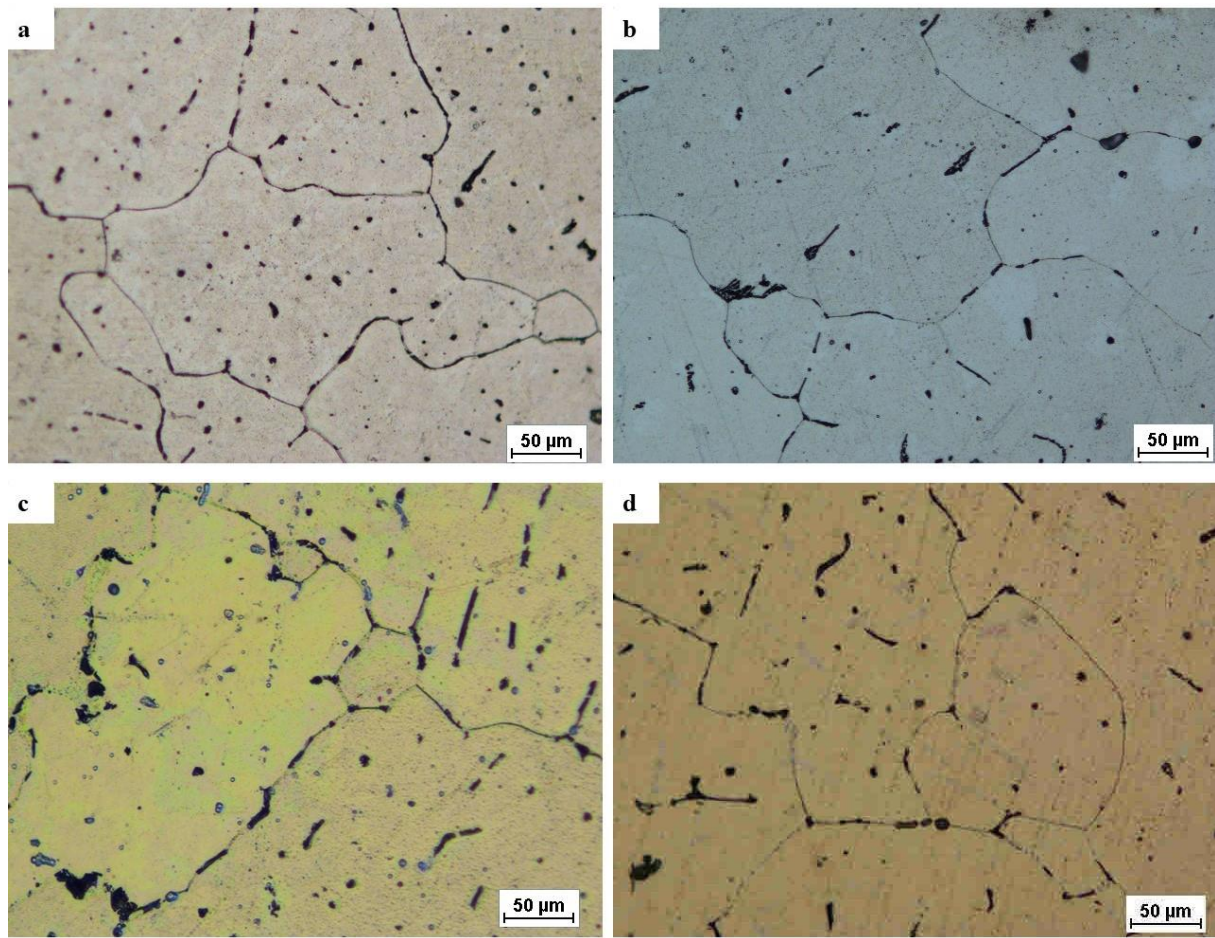


Figure 3.1.6 : Microstructures de l'alliage contenant Ag à différentes températures de revenu après un maintien pendant 20h: (a)- 150 °C, (b)-175 °C, (c)- 200 °C, (d)- 225 °C.

3.1.2.3. Application du modèle JMA à la précipitation de la phase β'' en conditions isothermes

Afin d'évaluer la fraction transformée de la phase β'' en fonction du temps de revenu, nous avons appliqué la méthode indirecte basée sur les mesures de micro-dureté (Figure 3.1.4). Cette méthode est généralement appliquée aux alliages à durcissement structural pour déterminer les conditions optimales (temps-température) du durcissement. Pour cela, la fraction transformée maximale est reliée à la micro-dureté maximale atteinte et la fraction transformée $y(t)$ qui apparaît durant le revenu à l'instant (t) peut s'écrire :

$$y(t) = \frac{Hv(t) - Hv_{AsQ}}{Hv_m - Hv_{AsQ}} \quad (3.1.1)$$

Avec:

Hv_{AsQ} : est la valeur de la micro-dureté à l'état trempé ($t = 0$).

$Hv(t)$: est la valeur de la micro-dureté à l'état revenu à un instant t .

Hv_m : est la valeur de la micro-dureté maximale.

L'équation (1.1.12) de la section 1.1.2.1 du chapitre 1.1 nous permet de tracer les variations de $\ln \left[\ln \left(\frac{1}{1-y} \right) \right]$ en fonction de $(\ln t)$ pour toutes les températures de revenu examinées et les résultats sont présentés sur la Figure 3.1.7. Les courbes montrent que les résultats expérimentaux sont en bon accord avec la droite théorique de régression du modèle. Cela conduit à conclure que le modèle JMA décrit adéquatement la cinétique de précipitation de la phase β'' .

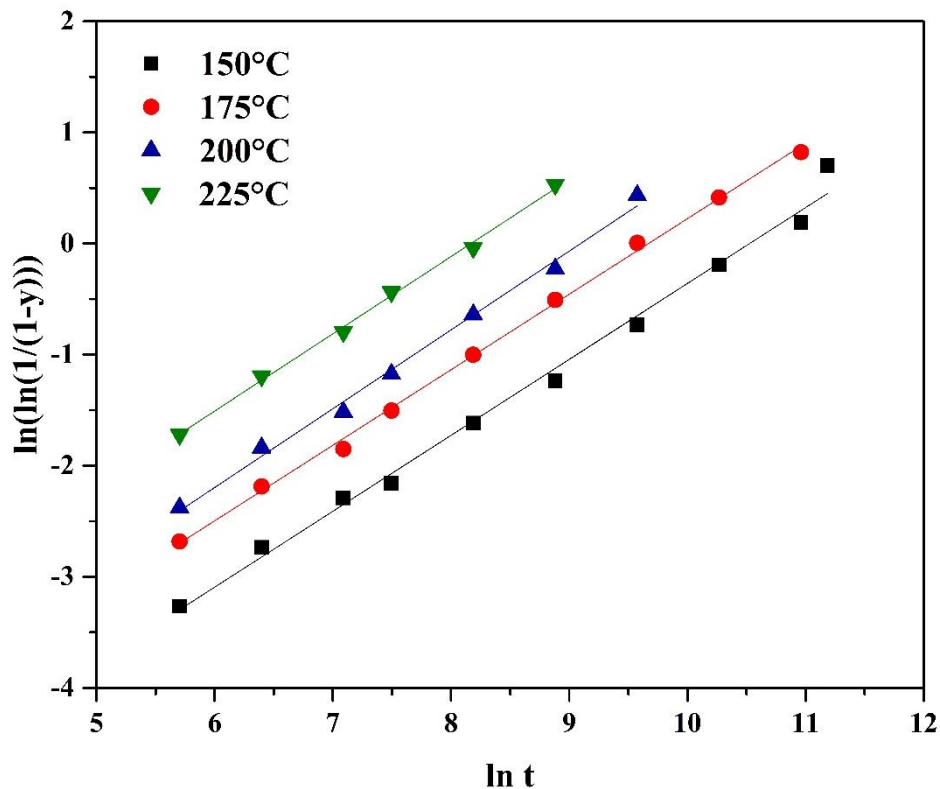


Figure 3.1.7: Application du modèle de JMA pour les différentes températures de revenu.

Analyse microstructurale et cinétiques de précipitation de la phase β''

La Figure 3.1.7 nous permet donc de déterminer l'indice d'Avrami (n) et la constante de vitesse (K) pour les différentes températures de revenu à partir de la pente de la droite de régression et son intersection avec l'axe des ordonnées, respectivement. Le Tableau 3.1.1 récapitule l'ensemble des valeurs de (n) et (K) obtenues pour les différentes températures étudiées. Il apparaît clairement que l'exposant d'Avrami (n) est indépendant de la température de revenu avec une valeur moyenne de $n = 0.69 \pm 0.01$. Le fait d'obtenir la même valeur de l'indice d'Avrami (n) pour toutes les températures de revenu semble renseigner que le mécanisme de précipitation de la phase β'' demeure inchangé dans la gamme de température étudiée. Ce résultat est en bon accord avec les observations faites sur la Figure 3.1.4 où les courbes de micro-dureté de l'alliage contenant Ag présentent un comportement similaire au cours de stade de sous-revenu pour toutes les températures de revenu étudiées. D'autre part, la constante de vitesse (K) a une tendance d'augmenter avec la température de revenu, ce qui signifie que la cinétique de précipitation de la phase β'' est accélérée par l'augmentation de la température de revenu.

Tableau 3.1.1: Paramètres de cinétique isotherme de la phase β'' pour différentes températures de revenu.

T (°C)	150	175	200	225
n	0.68	0.68	0.71	0.70
$K(\times 10^{-5} s^{-1})$	2.68	6.31	11.20	28.31

La Figure 3.1.8 compare, en fonction du temps de maintien pour l'ensemble des températures étudiées, l'évolution des fractions transformées expérimentale et calculée à partir du modèle de JMA (voir Eq 1.1.9, section 1.1.2.1 du chapitre 1.1) en utilisant les paramètres de cinétique présentés sur le Tableau 3.1.1. On constate sur la figure que les courbes des fractions transformées calculée présentent une forme sigmoïdale. On remarque aussi qu'il existe un très bon accord entre les valeurs expérimentales et calculées de la fraction transformée. Ces constatations reflètent le bon accord entre les données expérimentale et la droite théorique de régression du modèle dans la Figure 3.1.7 et confirment donc la conclusion que la précipitation de la phase β'' obéit au modèle de JMA. Il est également à noter de la Figure 3.1.8 que la température de revenu accélère la cinétique de précipitation de la phase β'' : les

courbes des fractions transformées sont décalées vers les temps de maintien plus courts à mesure que la température augmente. Cette observation est conforme avec les données présentées sur le Tableau 3.1.1 où la constante de vitesse (K) augmente avec l'augmentation de la température de revenu. Ceci peut-être dû au fait que la diffusion des atomes de Mg et de Si qui constituent la phase β'' (Mg_5Si_6) est un mécanisme thermiquement activé : la vitesse de diffusion de ces éléments augmente avec l'augmentation de la température.

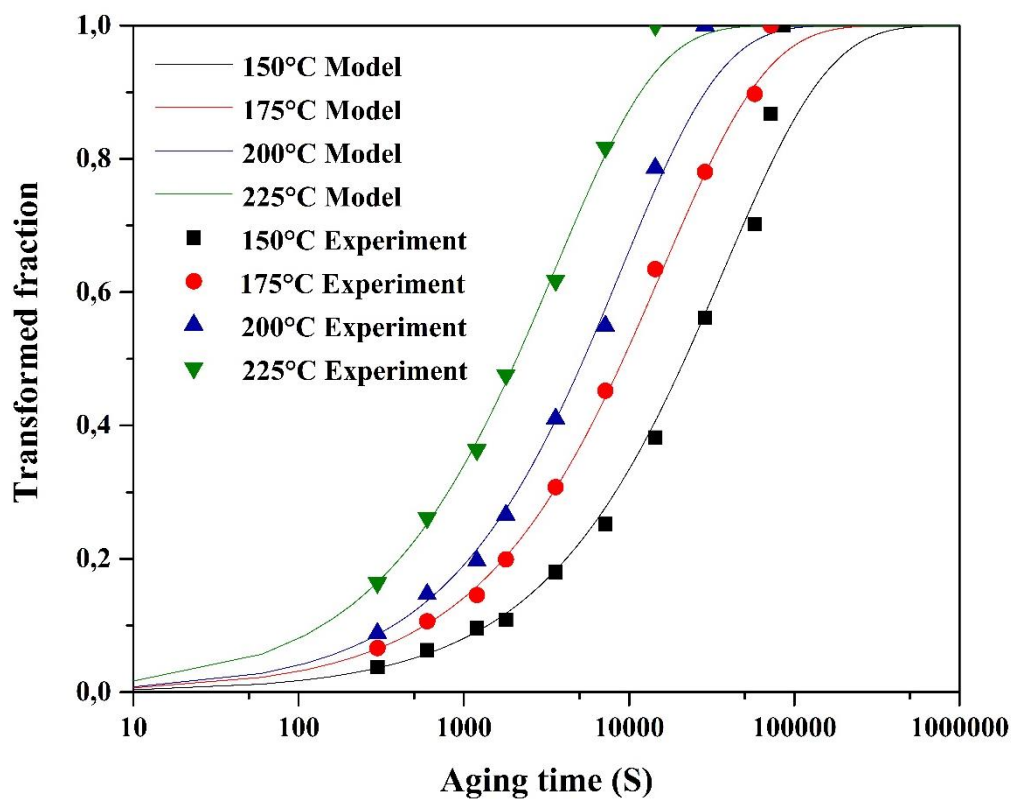


Figure 3.1.8: Evolution des fractions transformées expérimentale et calculée en fonction du temps pour les différentes températures de revenu.

L'équation (1.1.11) de la section 1.1.2.1 du chapitre 1.1 nous permet de tracer l'évolution de ($\ln K$) en fonction de ($1/T$) comme montre la Figure 3.1.9. Cette courbe permet de déterminer l'énergie d'activation (Q) pour la précipitation isotherme de la phase β'' à partir de la pente de la droite théorique de régression. L'énergie d'activation résultante est $Q = 53.40 \text{ kJ/mol}$.

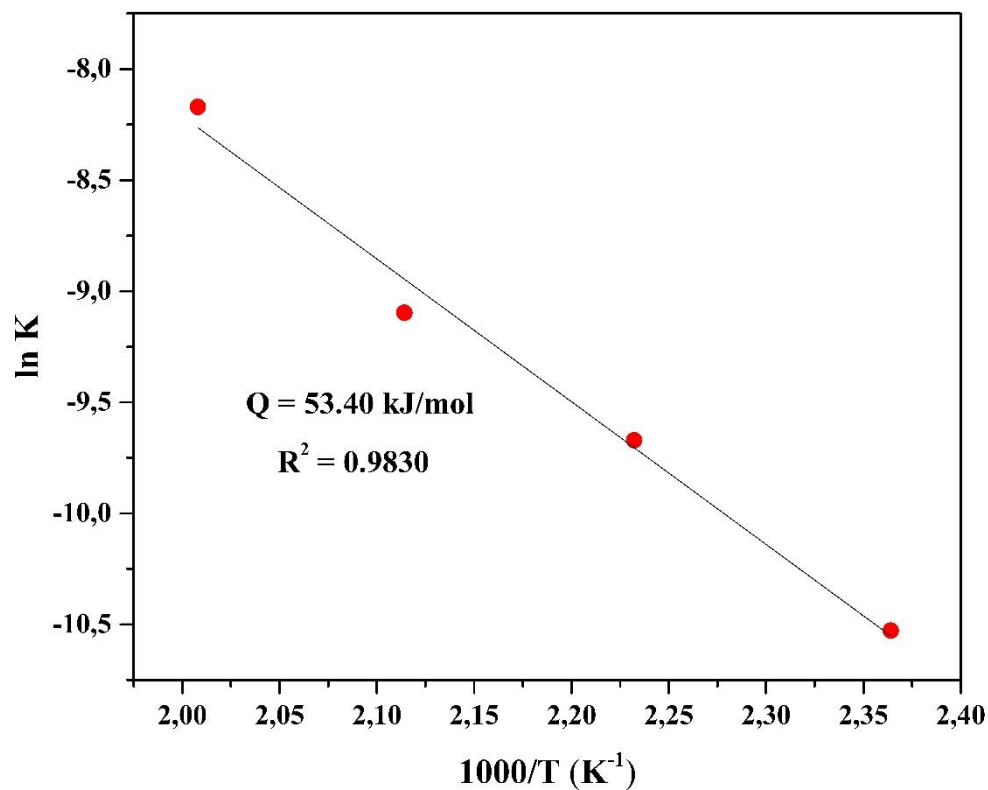


Figure 3.1.9: Détermination de l'énergie d'activation pour la cinétique précipitation isotherme de la phase β'' .

3.1.3. Cinétique de précipitation de la phase β'' en conditions non isotherme

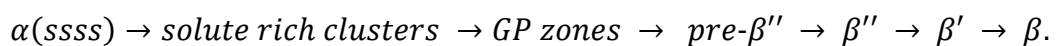
3.1.3.1. Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC)

La Figure 3.1.10 regroupe les thermogrammes DSC de l'alliage contenant Ag ayant subi après trempe, différentes vitesses de chauffage. Les thermogrammes DSC sont caractérisés par six pics exothermiques (I, II, IV, V, VI et VIII) et trois pics endothermiques (III, VII et IX). L'origine de chaque pic a été identifiée sur la base des travaux de recherches de Panigrahi et al [16,17] sur les alliages d'aluminium 6063. Le premier pic exothermique (I) correspond à la précipitation des amas riches en solutés (solute rich clusters). Le pic exothermique (II) est attribué à la précipitation des zones GP. On peut remarquer que les deux pics exothermiques antérieurs (I) et (II) sont relativement faibles par rapport aux autres pics. Cela peut s'expliquer par le fait que la précipitation des amas riches en solutés et les zones GP a une faible force motrice. De plus, on note qu'aucun pic endothermique n'est apparu entre les pics (I) et (II). Ceci suggère que les amas riches en solutés sont transformés sans dissolution en zones GP. En

d'autres termes, les amas riches en solutés agissent comme des sites de nucléation hétérogènes pour les zones GP. Le pic endothermique (III) est dû à la dissolution des zones GP. Le pic exothermique principal (V), objet de nos calculs de cinétique, représente la précipitation de la phase β'' . Le pic exothermique suivant (VI) est associé à la précipitation de la phase β' . Le pic endothermique (VII) qui apparaît ensuite est lié à la dissolution de la phase β' . Enfin, Le pic exothermique (VIII) et le pic endothermique (IX) traduisent la précipitation et la dissolution de la phase d'équilibre β -Mg₂Si, respectivement.

Il apparaît également que le thermogramme de l'alliage contenant Ag révèle l'apparition d'un épaulement (IV) sur le pic principal qui n'existe pas dans l'alliage de base (Figure 3.1.11). Cet épaulement provient de la précipitation de la phase pré- β'' tel que rapporté par Weng et al. [42] dans les alliages Al-Mg-Si-Ag (voir section 1.1.1.6 du chapitre 1.1). On peut aussi remarquer sur la Figure 3.1.11 que le pic principal (V) associé à la précipitation de la phase β'' dans l'alliage contenant Ag apparaît à une température plus élevée et que son intensité est plus faible par rapport à son homologue dans l'alliage de base. Ce comportement est incohérent avec l'observation faite sur la Figure 3.1.3 où l'alliage contenant Ag atteint son niveau maximum de micro-dureté avant l'alliage de base. Cela est dû à la formation de l'épaulement (IV) lié à la phase pré- β'' qui absorbe une partie du flux de chaleur nécessaire pour la précipitation de la phase β'' .

A partir des analyses de DSC ci-dessus, nous pouvons en déduire la séquence de précipitation dans l'alliage d'aluminium 6063 contenant Ag :



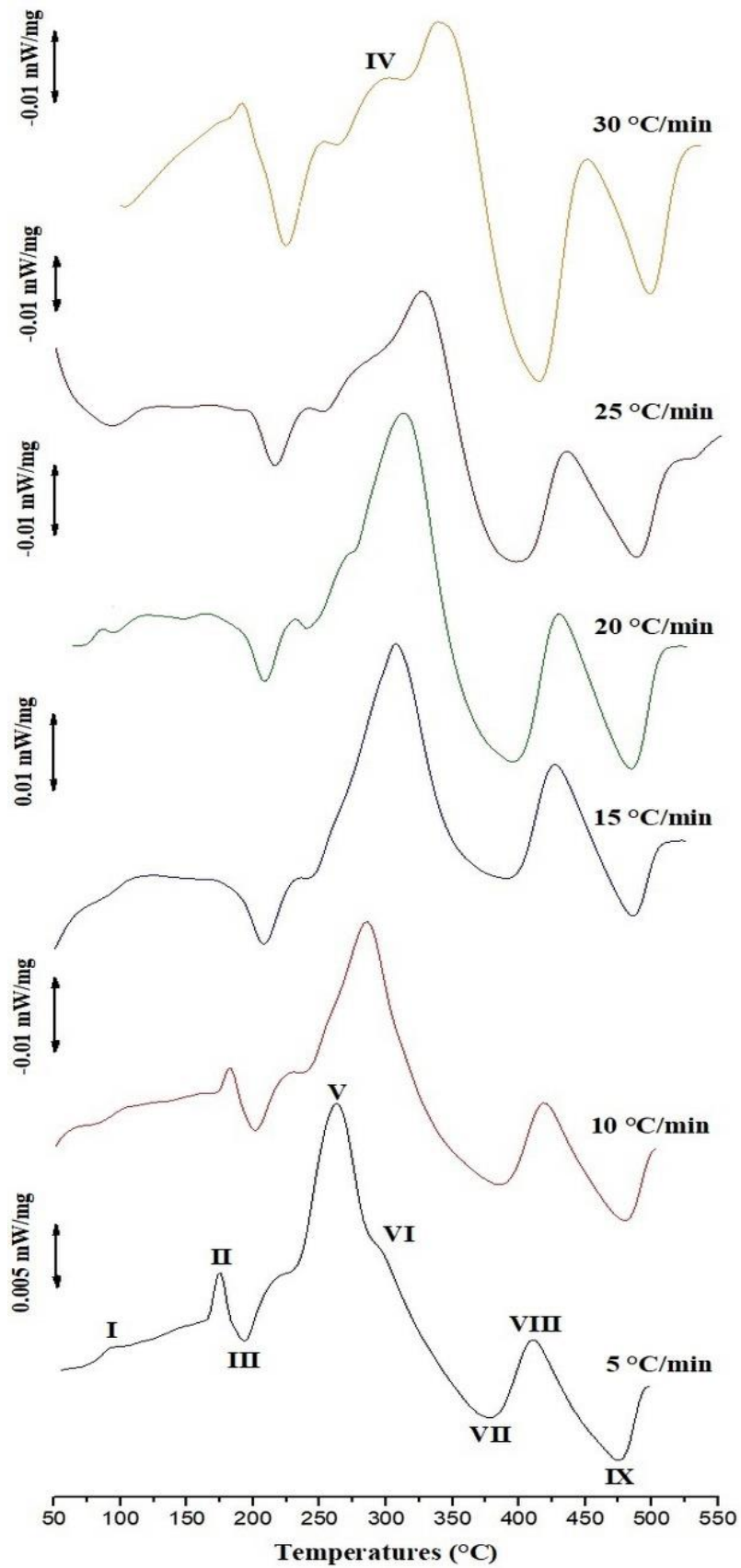


Figure 3.1.10: Thermogrammes DSC de l'alliage contenant Ag à l'état trempé ayant subi différentes vitesse de chauffage.

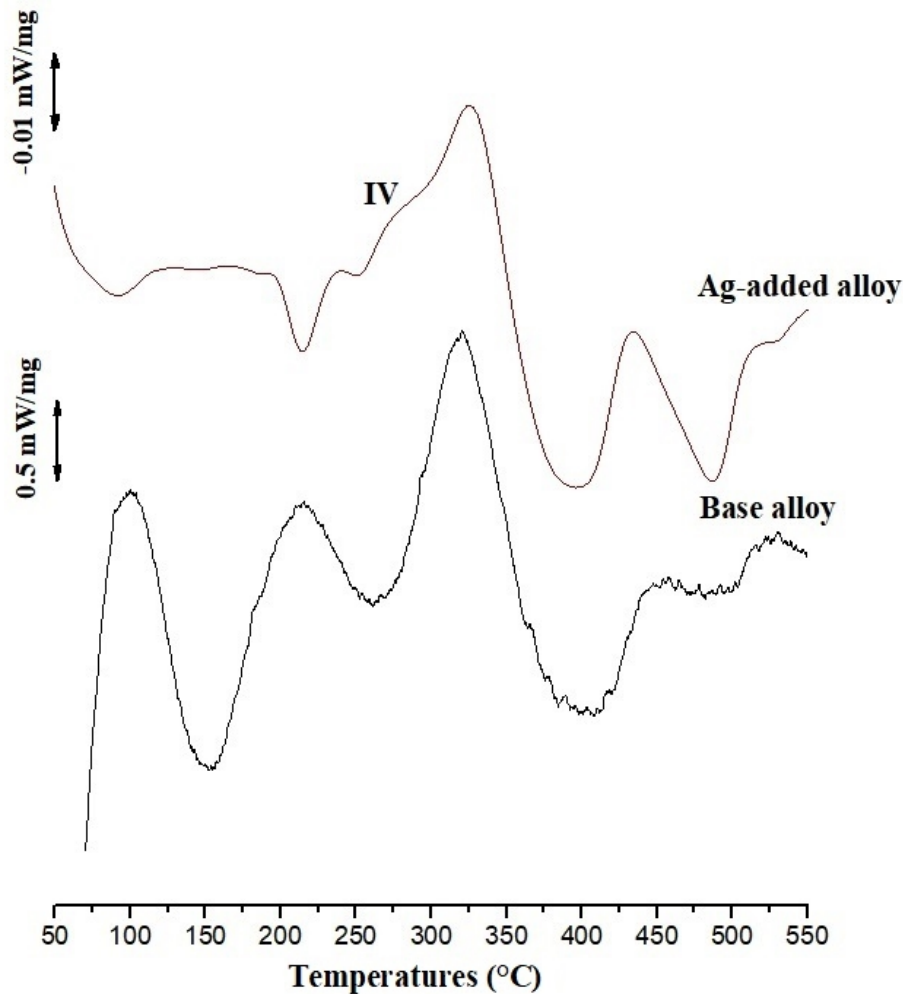


Figure 3.1.11: Thermogrammes DSC lors du chauffage à 25 °C/min de l’alliage de base et l’alliage contenant Ag à l’état trempé.

Comme nous nous intéressons uniquement dans ce travail à l'analyse de la cinétique de précipitation de la phase β'' dans l'alliage contenant Ag, la Figure 3.1.12 présente une partie des thermogrammes DSC de la Figure 3.1.10 qui illustre l'évolution de pic (V) associé à la formation de la phase β'' en fonction des vitesses de chauffage examinées. On peut voir sur la Figure 3.1.12 que les pics (V) et (VI) se déplacent vers les températures plus élevées avec la montée de la vitesse de chauffage jusqu'à leur chevauchement à la vitesse de chauffage de 10 °C/min. Au-delà de cette vitesse, le chevauchement des pics (V) et (VI) devient plus complexe à mesure que la vitesse de chauffage augmente. Entre-temps, l'épaulement (IV) commence à apparaître à partir de la vitesse de chauffage de 10 °C/min et il semble s'élargir tout en augmentant la vitesse de chauffage. L'élargissement de l'épaulement (IV) peut être attribué à la formation d'une densité élevée des particules de la phase pré- β'' . Ceci est dû à la

concentration élevée de lacunes engendrées par la trempe à l'eau qui favorise la formation d'un grand nombre des particules de la phase pré- β'' , tel que mentionné Marioara et al [25]. De plus, on peut remarquer sur la Figure 3.1.12 que l'épaulement (IV) se déplace légèrement vers les températures plus élevées avec la montée de la vitesse de chauffage. Ceci suggère que la cinétique de précipitation de la phase pré- β'' est relativement lente. En revanche, le pic (V) présente un décalage significatif vers les températures plus élevées avec l'augmentation de la vitesse de chauffage.

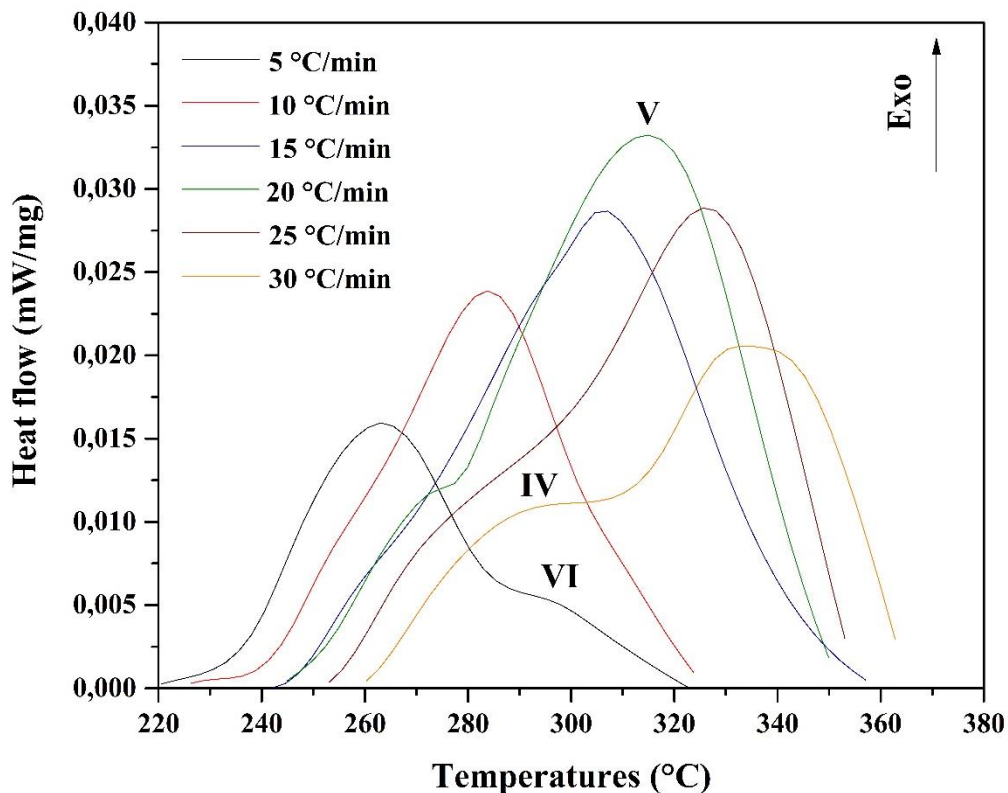


Figure 3.1.12: La partie des thermogrammes DSC illustrant les pics chevauchés.

3.1.3.2. Application du modèle JMA à la précipitation de la phase β'' en conditions non isothermes

Comme le montre la Figure 3.1.12, le pic (V) associé à la précipitation de la phase β'' est chevauché avec les pics (IV) et (VI). Pour appliquer l'approche d'additivité (voir section

1.1.2.2 du chapitre 1.1) afin d'analyser la cinétique de précipitation de la phase β'' en conditions non isothermes, le pic (V) est séparé des pics (IV) et (VI) à l'aide de la fonction CFTOOL sur le programme MATLAB (Figure 3.1.13).

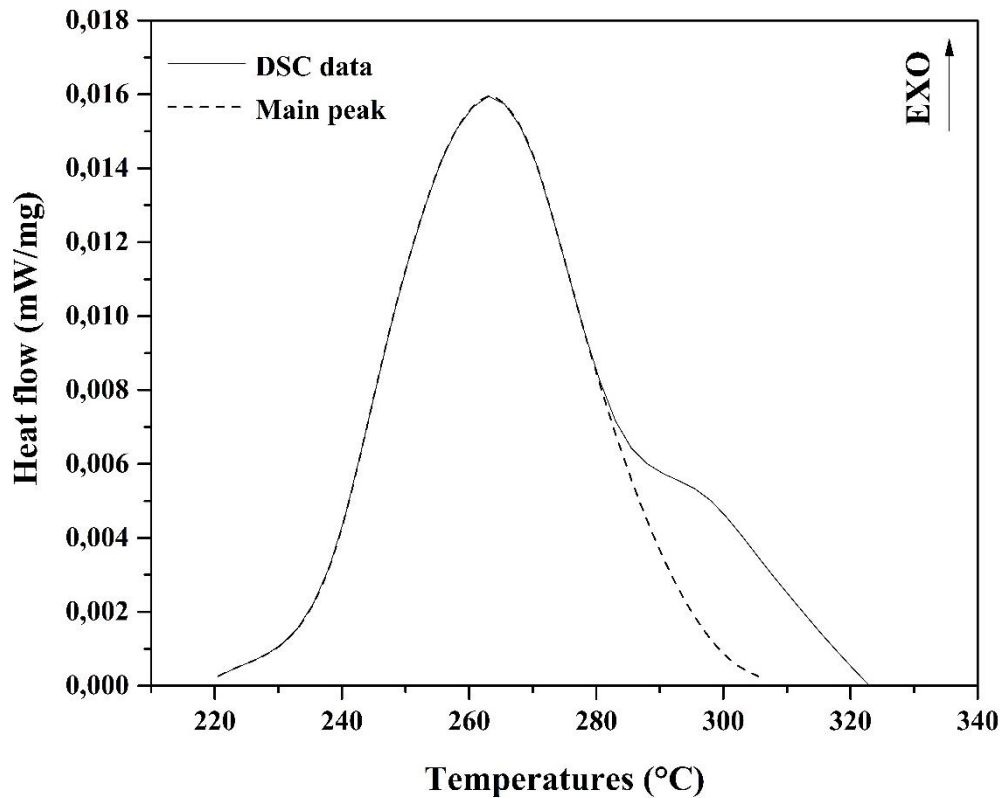


Figure 3.1.13 : Exemple de séparation des pic chevauchés pour la vitesse de chauffage de 5 °C/min.

Le tracé de l'Equation 1.1.25 (voir section 1.1.2.2 du chapitre 1.1) pour toutes les vitesses de chauffage (Figures 3.1.14a-c) nous permet de tirer les constatations suivantes:

- Pour la vitesse de chauffage 5°C/min, la courbe présente 3 lignes droites, tel que illustré sur la Figure 3.1.14a.
- Pour les vitesses de chauffage de 10 et 15 °C/ min, la ligne droite (1) disparaît de la Figure 3.1.14a et seules les lignes droites (2) et (3) restent dans la figure, tel que montré sur la Figure 3.1.14b.
- L'augmentation de la vitesse de chauffage de 20 à 30 °C/ min entraine la disparition de la ligne droite (3) de la Figure 3.1.14b et seule la ligne droite (2) reste dans la figure, tel que illustré sur la Figure 3.1.14c.

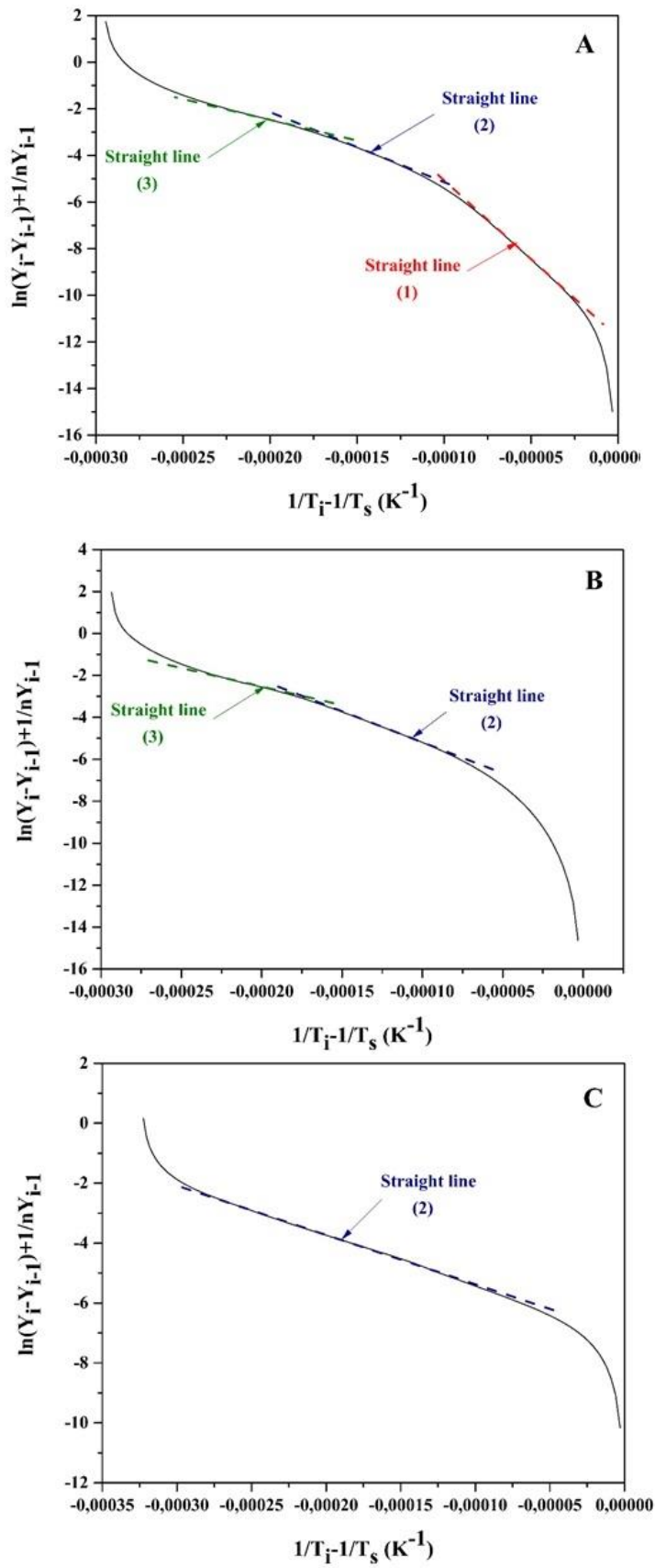


Figure 3.1.14: Le tracé de $\ln(Y_i - Y_{i-1}) + \frac{1}{n} \cdot Y_{i-1}$ vs $\left(\frac{1}{T_i} - \frac{1}{T_s}\right)$: (a)- $5^\circ\text{C}/\text{min}$, (b)- $10^\circ\text{C}/\text{min}$, (c)- $20^\circ\text{C}/\text{min}$.

Pour la vitesse de chauffage de 5 °C/min, la valeur de l'exposant d'Avrami (n_1) qui donne le meilleur fit entre la fraction transformée expérimentale et celle calculée à partir du modèle d'additivité (Eq. 1.1.23, section 1.1.2.2 du chapitre 1.1) obtenue à partir de la droite (1) (Figure 3.1.14a) est égal à $n_1 = 0.99$ pour une énergie d'activation de $Q_1 = 36.40 \text{ kJ/mol}$. Dans ce cas, les fractions transformées expérimentales et calculée ne s'accordent qu'au début de la transformation (Figure 3.1.15a). Selon les thermogrammes DSC de la Figure 3.1.12, les paramètres (n_1) et (Q_1) correspondent à la précipitation de la phase pré- β'' . La disparition de la droite (1) de la Figure 3.1.14b pour les vitesses de chauffage de 10 et 15 °C/min correspond à l'évolution de l'épaulement (IV) due à la précipitation de la phase pré- β'' qui commence à se séparer progressivement de pic (V) de la phase β'' à mesure que la vitesse de chauffage augmente, tel que illustré sur la Figure 3.1.12.

La valeur de l'exposant d'Avrami (n_2) qui donne le meilleur fit entre les fractions transformées expérimentale et calculée obtenue à partir de la droite (2) est $n_2 = 0.99 \pm 0.02$ pour une énergie d'activation de $Q_2 = 146.39 \pm 11.84 \text{ kJ/mol}$. La valeur de l'exposant d'Avrami (n_3) qui donne le meilleur fit entre les fractions transformées expérimentales et calculée obtenue à partir de la droite (3) est $n_3 = 0.7 \pm 0.01$ pour une énergie d'activation de $Q_3 = 148.48 \pm 12.02 \text{ kJ/mol}$. Il est à noter que les valeurs d'indice d'Avrami (n_2) et (n_3) montrent presque le même fit entre les fractions transformées expérimentale et calculée et presque les mêmes valeurs d'énergies d'activation pour toutes les vitesses de chauffage examinées. Les Figures 3.1.15b-c rassemblent les fractions transformées expérimentales et celles calculée à partir du modèle d'additivité (Eq. 1.1.23, section 1.1.2.2 du chapitre 1.1) selon les valeurs de (n_2) et (n_3) pour toutes les vitesses de chauffage examinées. On peut clairement voir l'existence d'un bon accord entre les fractions transformées expérimentales et celles calculées seulement dans les parties médianes des courbes avec des divergences au début et à la fin de la transformation. Selon les thermogrammes DSC présentés dans la Figure 3.1.12, les valeurs (n_2) et (n_3) correspondent à la précipitation de la phase β'' . Le Tableau 3.1.2 regroupe les paramètres de la cinétique de précipitation non isotherme de la phase β'' pour l'ensemble des vitesses de chauffage utilisées.

Nous constatons également sur la Figure 3.1.15b que les fractions transformées expérimentales et calculées s'accordent au stade final de la transformation pour la vitesse de chauffage de 20 °C /min. Ceci suggère que l'exposant d'Avrami $n_2 = 0.99 \pm 0.02$ correspond aussi à la précipitation de la phase β' . Cette valeur est en concordance avec celle rapportée par Daoudi et al. [107].

La disparition de la droite (3) de la Figure 3.1.14c, pour les vitesses de chauffage allant de 20 à 30 °C / min, est due à l'épaulement (IV) correspondant à la phase pré- β'' qui absorbe une grande quantité de flux de chaleur nécessaire à la précipitation de la phase β'' (Figure 3.1.12). Cela peut également être la raison pour laquelle l'accord entre les fractions transformées modélisées et expérimentales au stade final de la transformation apparaît pour la vitesse de chauffage de 20 °C /min selon la valeur de l'exposant d'Avrami (n_2).

Il est important de mentionner que les valeurs de l'exposant d'Avrami (n) obtenues lors de l'analyse de la cinétique en conditions non isothermes se situent dans la plage des valeurs qui correspond dans le cas de transformation des phases contrôlée par diffusion, tel qu'indiqué Christian [54]. Le fait d'obtenir deux valeurs de l'exposant d'Avrami (n_2) et (n_3) pour la précipitation de la phase β'' nous laisse supposer que la précipitation de cette phase se déroule selon deux processus lors d'un chauffage continu. Ce résultat est conforme avec les travaux de Marioara et al. [25] qui ont rapporté que la transition de la phase pré- β'' à la phase β'' se fait par deux processus continus:

- (i) la diffusion d'atomes de Mg et de Si de la solution solide vers la phase pré- β'' ,
- (ii) le remplacement des atomes Al dans la phase pré- β'' par les atomes de Mg et de Si.

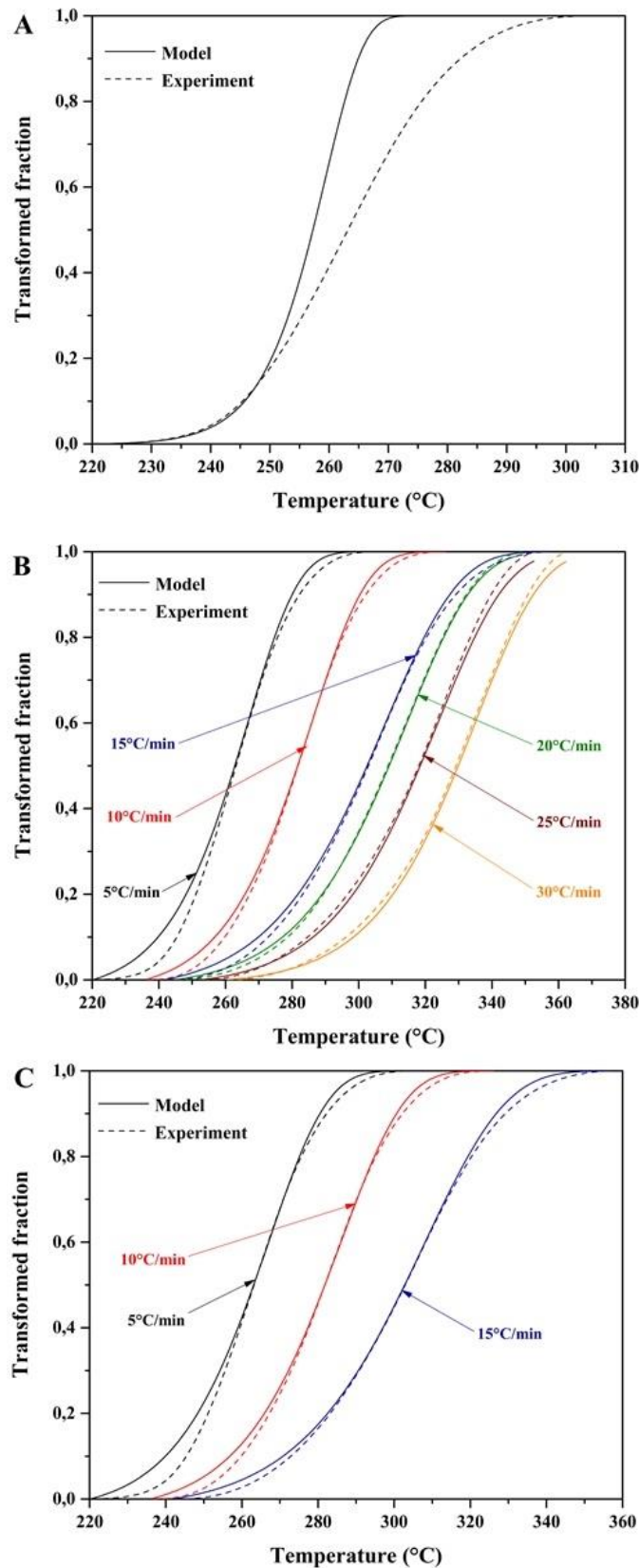


Figure 3.1.15: Evolution des fractions transformées expérimentale et calculée en fonction de la température: (a)-5 °C/min selon (n_1), (b)-différentes vitesses de chauffage selon (n_2), (c)-les trois premières vitesses de chauffage selon (n_3).

Tableau 3.1.2: Paramètres de cinétique non isotherme de la phase β'' pour différentes vitesses de chauffage (α).

α (°C/min)	5	10	15	20	25	30
n_2	0.95	0.99	1.00	0.98	1.00	1.01
Q_2 (kJ/mol)	159.20	156.78	126.66	137.61	142.36	155.70
n_3	0.68	0.71	0.71	-	-	-
Q_3 (kJ/mol)	157.84	156.09	131.51	-	-	-

3.1.4. Corrélation des résultats

Rappelons d'abord que le modèle de JMA a été largement utilisé dans de nombreux travaux scientifiques pour décrire la cinétique de précipitation de la phase β'' dans les alliages Al-Mg-Si au cours des traitements isothermes. D'après les travaux collectés, il est important de préciser qu'il existe un désagrément concernant la valeur de l'indice d'Avrami (n). A l'aide des essais de résistométrie électrique, Stipcich et al [108] ont obtenu une valeur de $n = 1 \pm 0.1$. Cette valeur est en bon accord avec celle déterminée par Esmaeili et al [109] dans un alliage AA6111 en utilisant les expériences de calorimétrie isotherme. Dans un autre travail de recherche, Pogatscher et al [23] ont trouvé une valeur de $n = 1.4$ dans un alliage AA6061 sur la base des mesures de dureté de Brinell. Plus tard, Werinos et al [110] ont rapporté une valeur $n = 2$ pour le même alliage sans et avec Sn en utilisant la même technique de mesure. Certains travaux ont montré que l'indice d'Avrami (n) varie avec la température de revenu. Eivani et Taheri [111] ont trouvé que (n) diminue de 1.24 à 0.83 dans la plage de température allant de 125 °C à 225 °C en utilisant les tests de dureté de Brinell. Plus tard, Saboori et al [112] ont trouvé que (n) diminue de 1.46 à 0.79 dans l'intervalle de température compris entre 150 °C à 225 °C en utilisant les tests de dureté de Vickers.

Le modèle de JMA a été également utilisé par de nombreux chercheurs à travers les tests DSC pour l'analyse de la cinétique de précipitation de la phase β'' en des conditions non isothermes dans les alliages Al-Mg-Si. Il y avait aussi un désaccord concernant la valeur de l'indice d'Avrami (n) rapportée. Chen et al. [113] ont étudié la cinétique de précipitation de la phase β'' dans l'alliage Al6061 et le composite Al6061/20%Al₂O₃ et ils ont obtenu une valeur de (n) pour les deux alliages proche de 1. Aouabdia et al. [114] et Kongthep et Juijerm. [106] ont trouvé une valeur de (n) d'environ 2 pour les alliages Al6061 et AA 6110, respectivement.

Récemment, Daoudi et al. [107] ont montré que l'indice d'Avrami varie le long de la transformation, il décroît de la valeur de $n = 4$ au début de la transformation à la valeur de $n = 2.3$ à la fin de la transformation. Selon ces auteurs, la valeur $n = 4$ semblait être surestimée car elle est supérieure à 2.5 et elle peut être due à une augmentation du taux de germination de la phase β'' .

En effet, dans notre étude nous avons remarqué que la valeur moyenne de l'exposant d'Avrami pour la précipitation de la phase β'' obtenue au stade final de la transformation lors de l'analyse non isotherme ($n_3 = 0.7 \pm 0.01$) est identique à celle obtenue lors de l'analyse de la cinétique isotherme ($n = 0.69 \pm 0.01$). Le fait d'obtenir la même valeur de l'indice d'Avrami dans les conditions de traitements isothermes et non isothermes montre que le mécanisme de précipitation de la phase β'' est identique dans les deux conditions de traitements. En effet, cette valeur obtenue de (n), qui est difficile à interpréter, est similaire à celle trouvée pour un alliage 6111 pré-vieilli par Sha [58] qui a attribué cette valeur à la préexistante de précipités due au traitement de pré-vieillessement. Dans notre cas, les précipités préexistants correspondent à la phase pré- β'' . Il bien connu que la phase β'' dans les alliages Al-Mg-Si se forment sur la matrice d'aluminium après une dissolution totale des zones GP. On peut donc affirmer que la formation de la phase pré- β'' a affecté la valeur de l'indice d'Avrami (n).

D'autre part, les valeurs des énergies d'activation pour la précipitation de la phase β'' calculées durant le traitement non isotherme en utilisant l'approche basée sur le concept d'additivité (Tableau 3.1.2) sont largement supérieures à la valeur obtenue lors de l'analyse isotherme ($Q = 53.40 \text{ kJ/mol}$). Pour confirmer la valeur de l'énergie d'activation, un certain nombre de méthodes ont été proposées par les chercheurs pour calculer l'énergie d'activation (Q) à partir de la dépendance de la température du pic de DSC (T_p) à la vitesse de chauffage (α) tel que: la méthode de Kissinger [115], Ozawa [116], Boswell [117] et Starink [118]. Dans notre cas, nous avons appliqué la méthode de Kissinger [115] qui est la plus utilisée pour calculer l'énergie d'activation dans les alliages d'aluminium:

$$\ln\left(\frac{\alpha}{T_p^2}\right) = -\frac{Q}{RT_p} + \text{constant} \quad (3.1.2)$$

Connaissant les températures des pics (V) pour les différentes vitesses de chauffage examinées, la Figure. 3.1.16 présente le tracé de l'équation de Kissinger [115]. Sur la base de la pente de la droite de régression, l'énergie d'activation résultante pour la précipitation de la

phase β'' est $Q = 57.56 \text{ kJ/mol}$. En effet, cette valeur est très proche de celle obtenue lors de l'analyse de la cinétique isotherme ($Q = 53.40 \text{ KJ/mol}$), alors qu'elle est nettement inférieure aux valeurs calculées durant l'analyse de la cinétique non isotherme en utilisant le concept d'additivité (Tableau 3.1.2). Le désaccord majeur entre la valeur de l'énergie d'activation calculée selon l'approche d'additivité et celle déterminée par la méthode de Kissinger [115] peut être attribué au chevauchement des phases pré- β'' , β'' et β' qui apparaissent sous le pic principal (V) (Figure 3.1.12), puisque l'approche d'additivité dépend de flux de chaleur. En revanche, la température du pic (V) correspondant à la précipitation de la phase β'' est facilement détectée pour le calcul par la méthode de Kissinger [115].

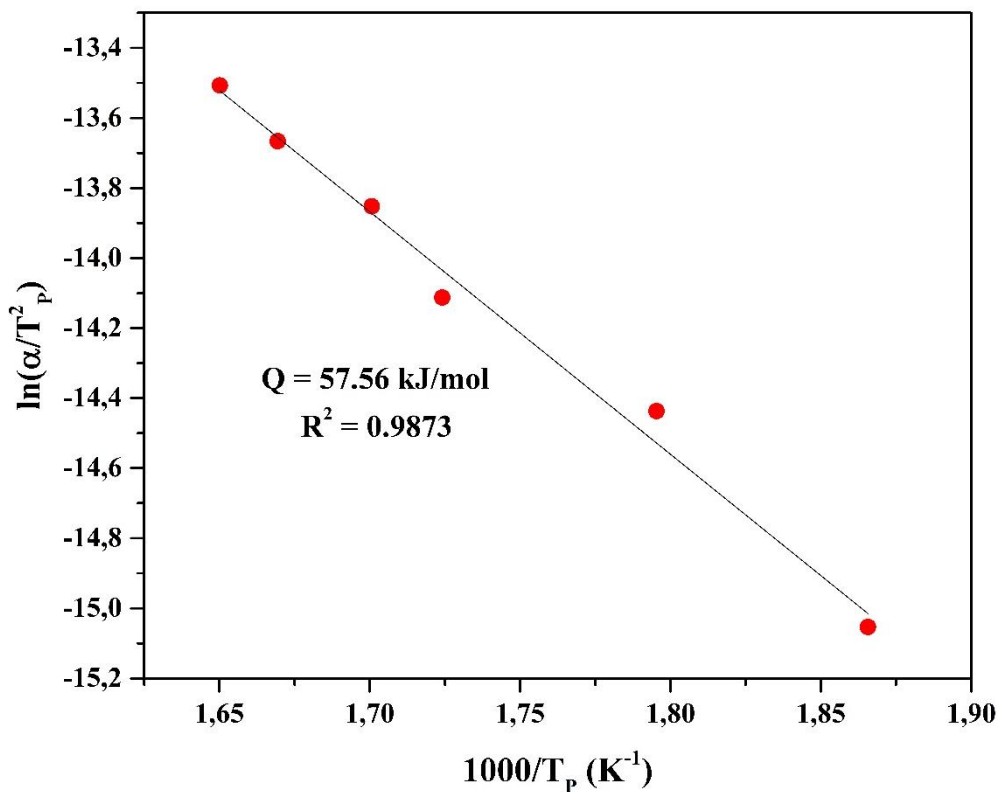


Figure 3.1.16: Détermination de l'énergie d'activation pour la cinétique de précipitation de la phase β'' par la méthode de Kissinger.

En effet, la valeur de l'énergie d'activation pour la précipitation de la phase β'' obtenue dans ce travail est très proche de celles de migration des atomes de Mg ($54 \cdot 0 \text{ kJ/mol}$) et Si (52.7 kJ/mol) dans la matrice d'Aluminium [119]. Il est ainsi possible d'admettre que la cinétique de précipitation de la phase β'' est contrôlée par la migration des atomes de Mg et Si. Rappelons que l'énergie de migration de Si est calculée à partir de l'énergie d'activation de la diffusion de Si dans Al (124 kJ/mol) et de l'énergie de formation des lacunes dans Al (71.3 kJ/mol). De la même manière, l'énergie de migration de Mg dans Al peut être déterminée sachant que l'énergie d'activation de la diffusion de Mg dans Al est 125.2 kJ/mol [119].

De plus, la valeur de l'énergie d'activation obtenue lors de notre étude est largement inférieure à celle rapportée pour les alliages d'aluminium 6063 qui est de l'ordre de 120 kJ/mol [16,120] et à celle rapportée pour les alliages Al-Mg-Si-Ag qui d'environ de 150 kJ/mol [40] et 108 kJ/mol [34]. L'énergie d'activation de la phase β'' trouvée dans notre étude ne peut être pas directement comparée aux valeurs rapportées dans la littérature en raison de la différence de composition chimique de l'alliage ainsi que la procédure de traitements thermiques appliquée. Les travaux de Kim et al. [34] ont montré que Ag réduit l'énergie d'activation pour la précipitation de la phase β'' d'environ 20 kJ/mol (voir section 1.1.1.6 du chapitre 1.1). Dans notre cas, la faible valeur de l'énergie d'activation de la précipitation en phase β'' peut être due à la formation d'une densité élevée de la phase pré- β'' ; ce qui facilite la précipitation de la phase β'' et réduit donc d'une manière significative son énergie d'activation. Cela est dû au fait que la phase pré- β'' est considérée comme précurseur de la phase β'' [121]. Cette conclusion est compatible avec l'observation faite sur les Figure 3.1.3, où l'alliage contenant Ag atteint son niveau maximum de micro-dureté dans un temps largement réduit (20h) par rapport à l'alliage de base (48h), ainsi que l'observation faite sur les Figure 3.1.12, où le pic (V) associé à la précipitation de la phase β'' montre un décalage significatif vers les températures plus élevées, en augmentant la vitesse de chauffage, dû à la formation de l'épaulement (IV) qui correspond à la précipitation de la phase pré- β'' .

3.1.5. Influence de vieillissement naturel

Afin d'étudier l'effet de vieillissement naturel sur le comportement de précipitation de l'alliage contenant Ag, la Figure 3.1.17 regroupe les thermogrammes DSC de l'alliage contenant Ag vieilli naturellement pendant 8 mois pour les différentes vitesses de chauffage. En comparant avec les thermogrammes DSC pour l'alliage trempé à l'eau (Figure 3.1.18), on note dans l'alliage vieilli naturellement l'absence des pics (I) et (II) correspondant à la

précipitation des amas riches en solutés et les zones GP. Cette observation suggère que la formation des amas riches en solutés et les zones GP a déjà eu lieu au cours de vieillissement naturel. On constate également la disparition de l'épaulement (IV) associé à la phase pré- β'' dans l'alliage vieilli naturellement. Ce résultat confirme ainsi ce qui a été rapporté précédemment dans la section 3.1.3.1 du chapitre que la formation de la phase pré- β'' est favorisée par la concentration élevée des lacunes engendrées par la trempe à l'eau (Figure 3.1.12). En effet, le vieillissement naturel engendre une diminution de la densité des lacunes engendrées par la trempe à l'eau et par conséquent une diminution des sites possibles pour la germination de la phase pré- β'' . Il apparaît également dans la Figure 3.1.18 que le pic principal (V) associé à la précipitation de la phase β'' apparaît dans l'alliage vieilli naturellement à une température plus faible par rapport à son homologue dans l'alliage trempé à l'eau. Cette observation confirme ce qui a été souligné précédemment dans la section 3.1.3.1 du chapitre que l'apparition du pic principal (V) dans l'alliage contenant Ag à une température supérieure par rapport à celui de l'alliage de base est dû à la formation de l'épaulement (IV) lié à la phase pré- β'' (Figure 3.1.12).

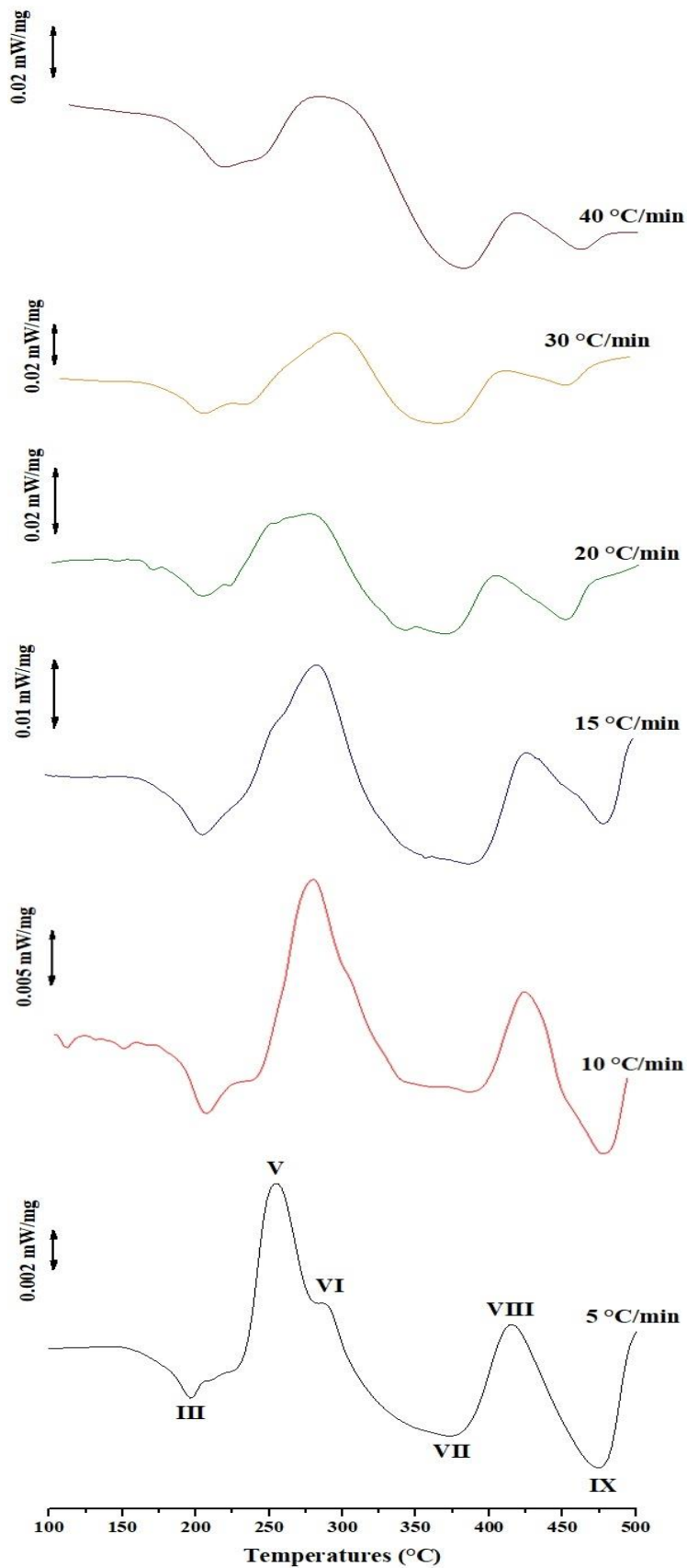


Figure 3.1.17: Thermogrammes DSC de l'alliage de contenant Ag vieilli naturellement pour les différentes vitesses de chauffage.

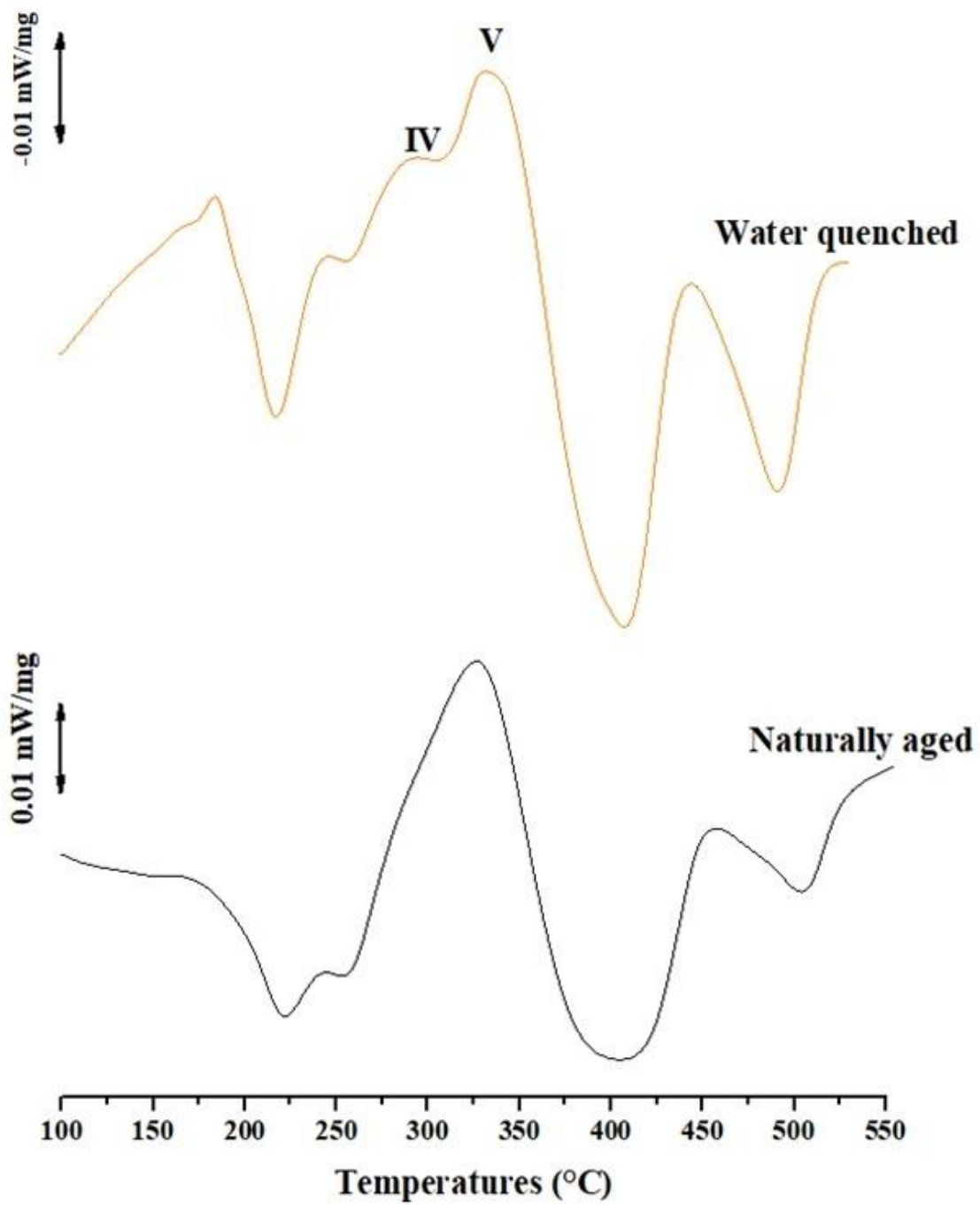


Figure 3.1.18: Thermogrammes DSC de l'alliage de contenant Ag à l'état trempé et vieilli naturellement pour une vitesse de chauffage de 30 °C/min.

La Figure 3.1.19 présente le tracé de l'équation de Kissinger [115] pour calculer l'énergie d'activation pour la précipitation de la phase β'' dans l'alliage contenant Ag vieilli naturellement. Sur la base de la pente de la droite de régression, l'énergie d'activation résultante est $Q = 70.80 \text{ kJ/mol}$. En effet, cette valeur d'énergie d'activation est supérieure à celle calculée pour l'alliage trempé dans la section III.4 ($Q = 57.56 \text{ kJ/mol}$). Ce résultat indique que la cinétique de précipitation de la phase β'' est décélérée par le vieillissement naturel où la phase pré- β'' a été disparue. Ceci confirme ainsi ce qui a été discuté précédemment dans la section 3.1. 4 du chapitre que cinétique de précipitation de la phase β'' est accélérée par la formation de la phase précurseur pré- β'' . On constate également que la valeur de l'énergie d'activation pour la précipitation de la phase β'' n'a pas augmenté largement après le vieillissement naturel malgré sa durée relativement importante (8 mois). Cela peut être dû au fait que Ag réduit l'effet néfaste de vieillissement naturel, tel que rapporté par Weng et al [42] (voir section 1.1.6 du chapitre 1.1).

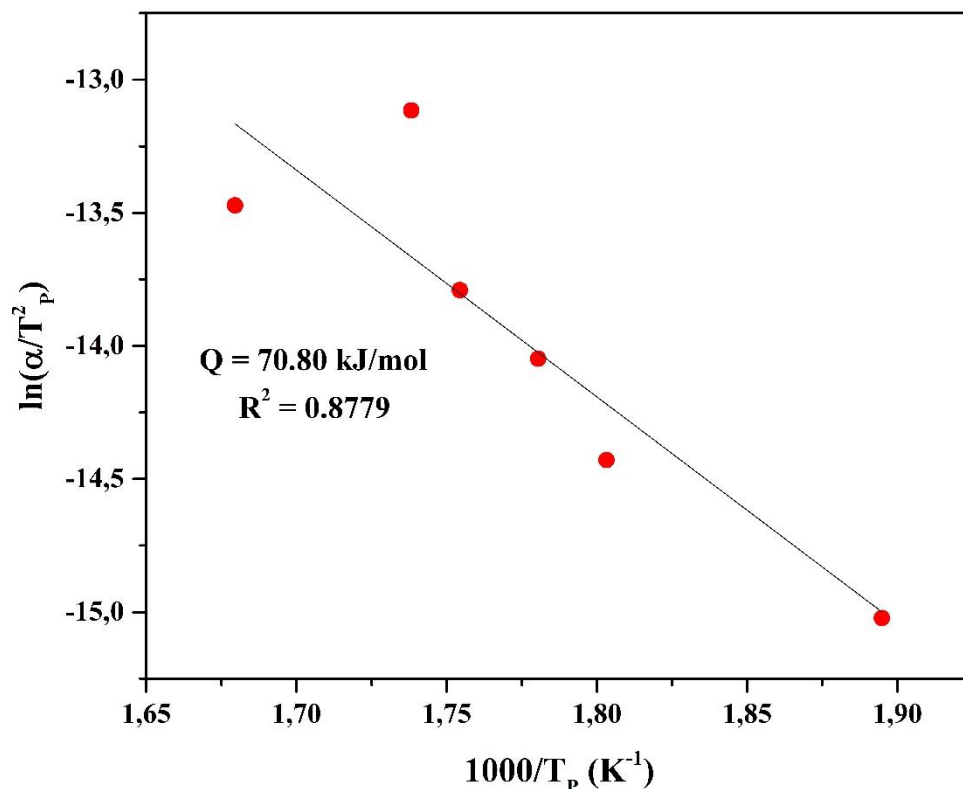


Figure 3.1.19: Détermination de l'énergie d'activation pour la cinétique de précipitation de la phase β'' dans l'alliage contenant Ag vieilli naturellement par la méthode de Kissinger.

3.1.6. Conclusion du chapitre

Nous avons présenté dans ce chapitre l'ensemble des résultats obtenus qui nous ont permis d'évaluer la cinétique de précipitation de la phase β'' au cours des traitements isothermes et non isothermes dans un alliage d'aluminium 6063 contenant une faible proportion Ag. Les caractérisations microstructurales ont mis en évidence les précipités micrométriques (Mg_2Si grossiers et intermétalliques au Fer) qui se forment pendant l'étape de la coulée et qui n'ont aucun apport en termes de durcissement structural de l'alliage. L'évaluation de la cinétique de micro-dureté a montré que la température de 175 °C est la température optimale pour le vieillissement thermique de l'alliage contenant Ag. L'analyse de la cinétique isotherme a montré que la précipitation de la phase β'' obéissait au modèle de JMA. Les analyses de DSC ont révélé que l'addition Ag a modifié la séquence de précipitation dans l'alliage d'aluminium 6063 par la formation d'une phase métastable supplémentaire appelée pré- β'' . Les valeurs de l'exposant d'Avrami ($n = 1$ et 0.7) obtenues pour la phase β'' durant l'analyse de la cinétique non isotherme laissent supposer que la précipitation de cette phase se déroule selon deux processus au cours de chauffage continu. La valeur de l'indice d'Avrami pour la phase β'' ($n = 0.7$) obtenue au stade finale de la transformation lors de l'analyse non isotherme est identique à celle obtenue lors de l'analyse de la cinétique isotherme, ce qui montre que le mécanisme de précipitation de la phase β'' est identique dans les deux conditions de traitements. En effet, la valeur de l'indice d'Avrami obtenue lors de cette étude ($n = 0.7$) suggère que la formation de la phase pré- β'' a affecté la valeur de (n) pour la phase β'' . Les énergies d'activation déterminées ont montré que la cinétique de précipitation de la phase β'' est accélérée par la formation de la phase précurseur pré- β'' . Nous avons aussi montré que le vieillissement naturel a une influence distincte sur les processus de précipitation de l'alliage par la disparition de la phase pré- β'' ce qui entraîne une décélération de la cinétique de précipitation de la phase β'' .

Chapitre 3.2 :

Déformation Plastique Sévère ECAP

Chapitre 3.2 : Déformation Plastique Sévère ECAP

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats de caractérisation de notre matériau d'étude (Al 6063 contenant Ag) après déformation plastique sévère par la technique ECAP. A l'issue de cette étude, nous montrons l'effet bénéfique des déformations sévères par ECAP sur l'affinement des microstructures ainsi que sur les propriétés mécaniques. De plus, l'analyse calorimétrique au cours du chauffage continu des structures déformées nous donne une information précise sur le comportement thermique ainsi que les évolutions des séquences de précipitation. Par ailleurs, les distributions des contraintes résiduelles et les états de durcissement des billettes déformées ont été évaluées afin d'analyser l'homogénéité de la déformation plastique. L'homogénéité de la déformation plastique a été également analysée par simulation avec la méthode des éléments finis à l'aide du code DEFORM.

3.2.1. Analyse microstructurale

La Figure 3.2.1 présente la microstructure optique de l'alliage à l'état initialement non déformé (N=0). La microstructure consiste en des grains grossiers et non uniformes avec une taille moyenne d'environ 130 μm . Rappelons que ces constatations sont dû aux effets cumulatifs de la température (560 °C) et la durée de traitement d'homogénéisation relativement longue (24h). L'agrandissement utilisé dans la Figure 3.2.1 nous a permis d'observer avec plus de détails les grains de la matrice d'aluminium, ce qui facilite le calcul de leur taille moyenne en utilisant logiciel ImageJ.

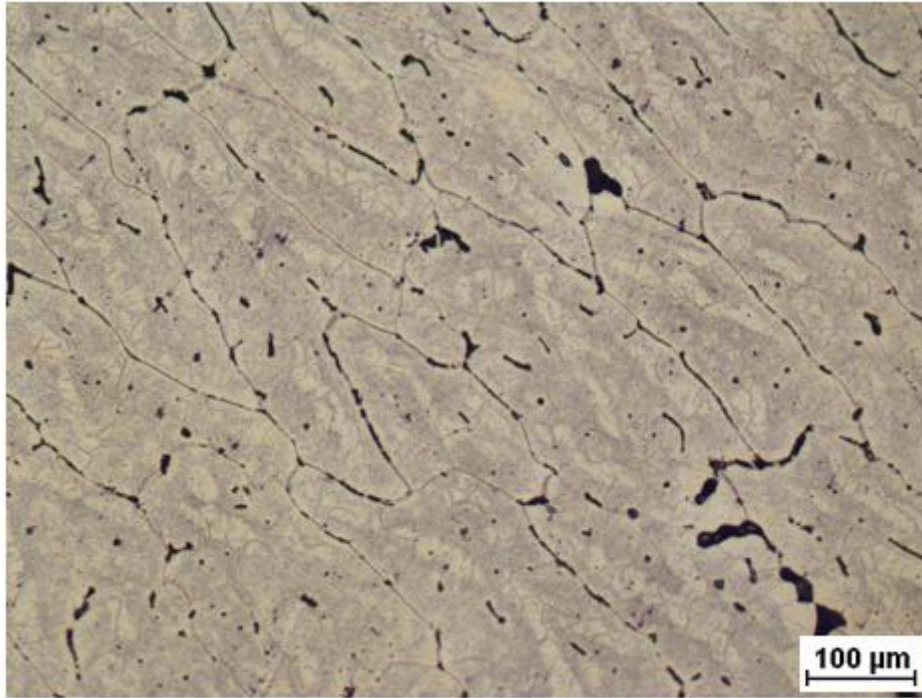


Figure 3.2.1 : Micrographie optique de l'alliage contenant Ag à l'état non déformé (N=0).

La Figure 3.2.2 montre l'évolution de la microstructure en fonction de nombre de passes ECAP. Après la première passe ECAP (N=1), les grains deviennent considérablement allongés le long de la direction d'extrusion et leur largeur diminue fortement. L'observation de la microstructure après deux passes ECAP (N=2) révèle que certains grains deviennent plus allongés. Dans la troisième et la quatrième passe ECAP (N=3 et N=4), on remarque que la microstructure devient plus complexe, où les joints de grains ne peuvent pas être distingués sur la surface des échantillons. Dans la quatrième passe (N=4), on note la disparition des particules noires de la phase micrométrique Mg₂Si grossier. Ceci peut s'expliquer par la dissolution de la phase Mg₂Si grossier due à l'accumulation des déformations.

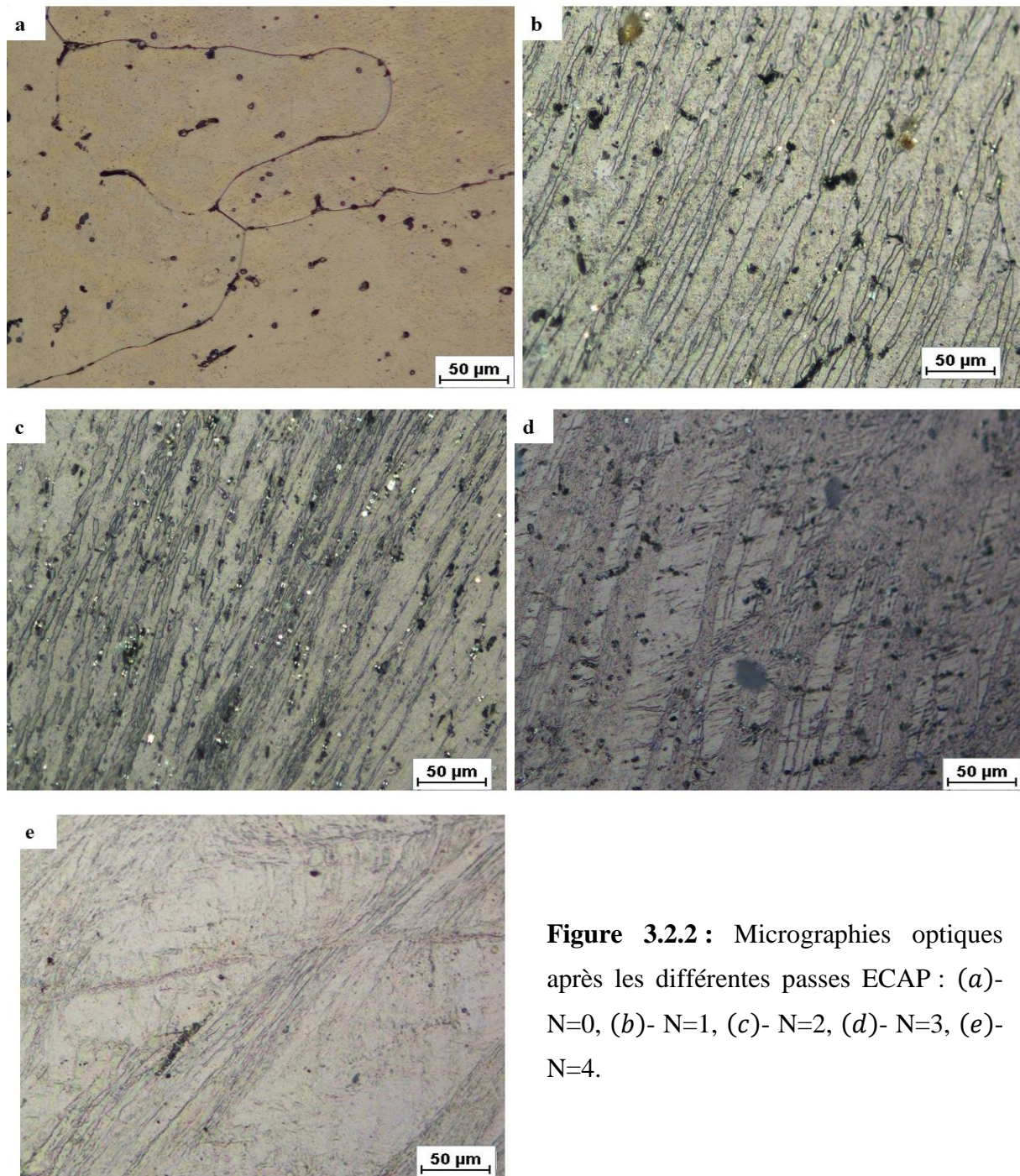


Figure 3.2.2 : Micrographies optiques après les différentes passes ECAP : (a)- N=0, (b)- N=1, (c)- N=2, (d)- N=3, (e)- N=4.

3.2.3. Evolution des propriétés mécaniques

3.2.3.1. Micro-dureté

La Figure 3.2.3 montre l'évolution de la micro-dureté Vickers (H_v) en fonction de nombre de passes ECAP. Il est clairement observé de cette figure que la première passe (N=1) mène à

une augmentation importante de la micro-dureté. En effet, la micro-dureté s'améliore d'environ 60% après la première passe (N=1) par rapport à l'état non déformé (N=0). Par la suite, on enregistre une légère augmentation de la micro-dureté à mesure que le nombre de passe augmente où la micro-dureté s'améliore d'environ 9% seulement entre la première (N=1) et la quatrième passe (N=4). Une tendance similaire de l'évolution de la micro-dureté a été rapportée par Reyes-Ruiz et al [85] pour un alliage 6061-T6 après 5 passes ECAP.

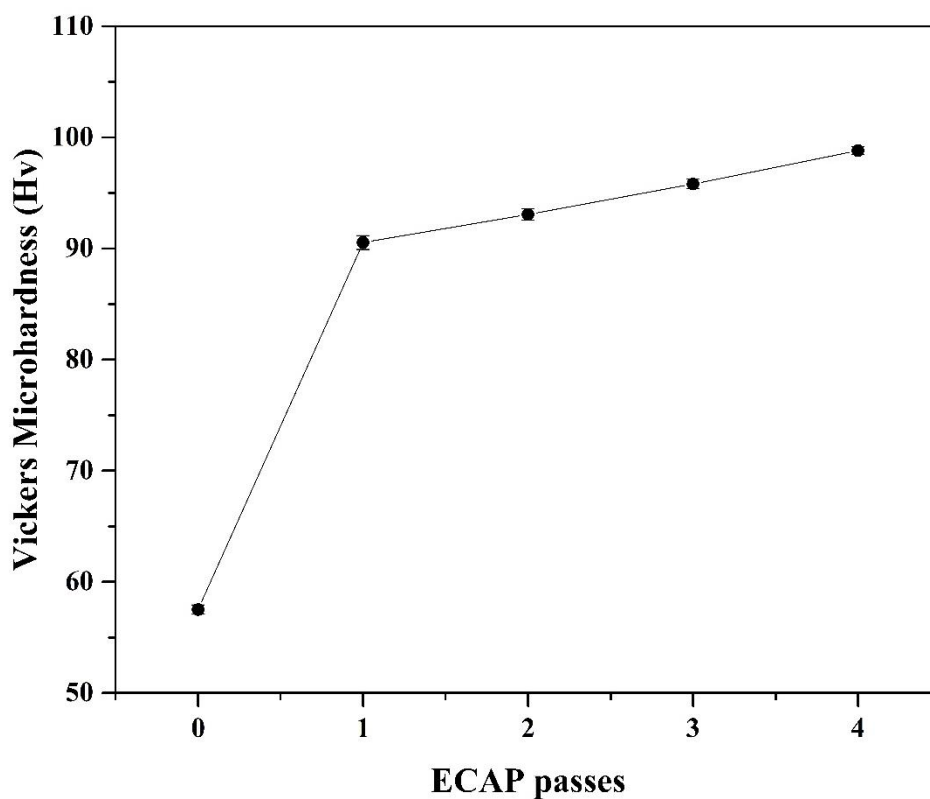


Figure 3.2.3 : Evolution de la micro-dureté en fonction de nombre de passes ECAP.

3.2.2.2. Nanoindentation

La Figure 3.2.4 regroupe les courbes de nanoindentation obtenues à une vitesse de chargement $\dot{P} = 0.2 \text{ mN/s}$ pour les différentes passes ECAP. On s'aperçoit que la profondeur d'indentation maximale (h_m) a considérablement diminué après la première passe (N=1). Ceci reflète une amélioration significative de la résistance du matériau. Ensuite, la

profondeur d'indentation maximale diminue légèrement avec les passes ultérieures. On peut donc, à partir de ces constatations, affirmer qu'il existe une similitude des informations dérivées des tests de nanoindentation et micro-dureté. Les courbes issues de la nanoindentation (Figure 3.2.4) offrent la possibilité d'accéder à la dureté (H) conformément à la méthode d'Oliver et Pharr [95] (voir section 2.1.4.2 du chapitre 2.1). Les résultats obtenus sont présentés en fonction de la vitesse de déformation ($\dot{\epsilon}$) sur la Figure 3.2.5. Selon Lucas et Oliver [122], la vitesse de déformation ($\dot{\epsilon}$) est définie par le rapport de la vitesse de chargement (\dot{P}) à la charge maximale appliquée (P_m) :

$$\dot{\epsilon} = \frac{\dot{P}}{P_m} \quad (3.2.1)$$

On peut voir que la dureté (H) croît de façon monotone à mesure que la vitesse de déformation ($\dot{\epsilon}$) augmente pour tous les échantillons. Ceci reflète le comportement viscoplastique de matériau. En effet, l'échantillon non déformé ($N=0$) montre les valeurs de dureté les plus basses. Le passage à la première passe ($N=1$) s'accompagne d'une amélioration importante de la dureté. Ensuite, on remarque une faible amélioration de la dureté avec les passes suivantes. Cette tendance de l'évolution de la dureté (H) est en accord avec celle de micro-dureté Vickers (H_v) (Figure 3.2.3). Cependant, les valeurs de dureté (H) dérivée des tests de nanoindentation sont supérieures aux valeurs de micro-dureté Vickers (H_v) mesurées par le micro-duromètre. Selon Kawasaki et al [123,124], cette différence peut être attribuée à deux raisons :

(i) L'aire de contact (A_c) de Eq 2.1.4 (voir section 2.1.4.2 du chapitre 2.1) qui est la surface de l'empreinte résiduelle dans le cas de l'essai conventionnelle de la micro-dureté Vickers alors que c'est la surface projetée pour la dureté de nanoindentation.

(ii) L'effet de la taille de l'indentation qui se manifeste par une augmentation de la dureté (H) à mesure que la charge d'indentation appliquée (P) diminue.

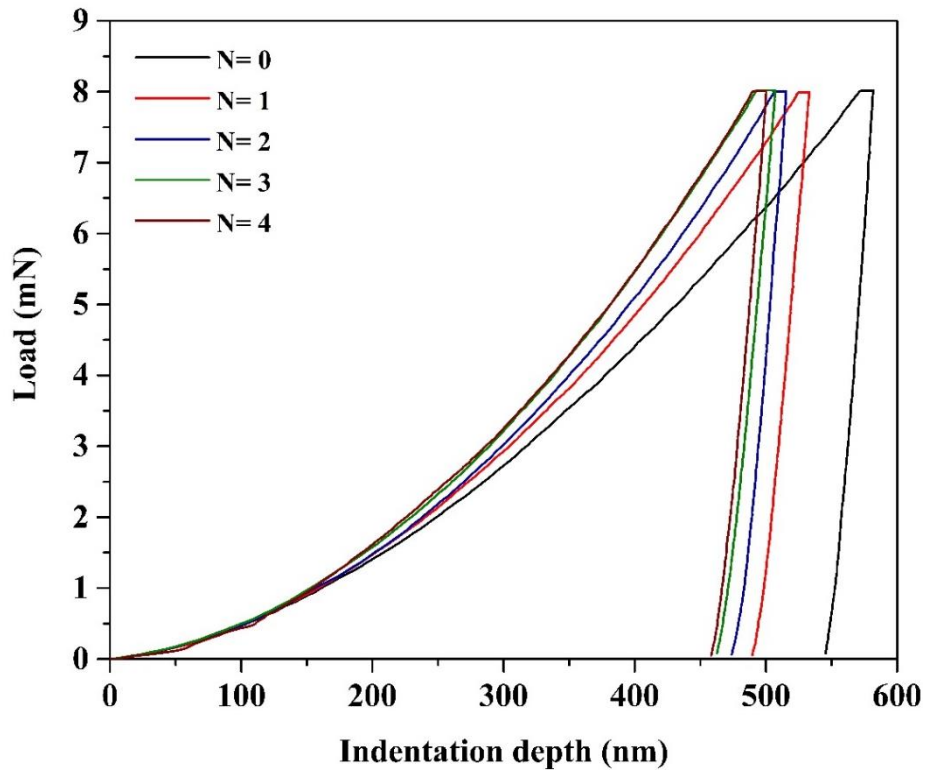


Figure 3.2.4: Courbes de nanoindentation obtenues après une vitesse de chargement $\dot{P} = 0.2 \text{ mN/s}$ pour les différentes passes ECAP.

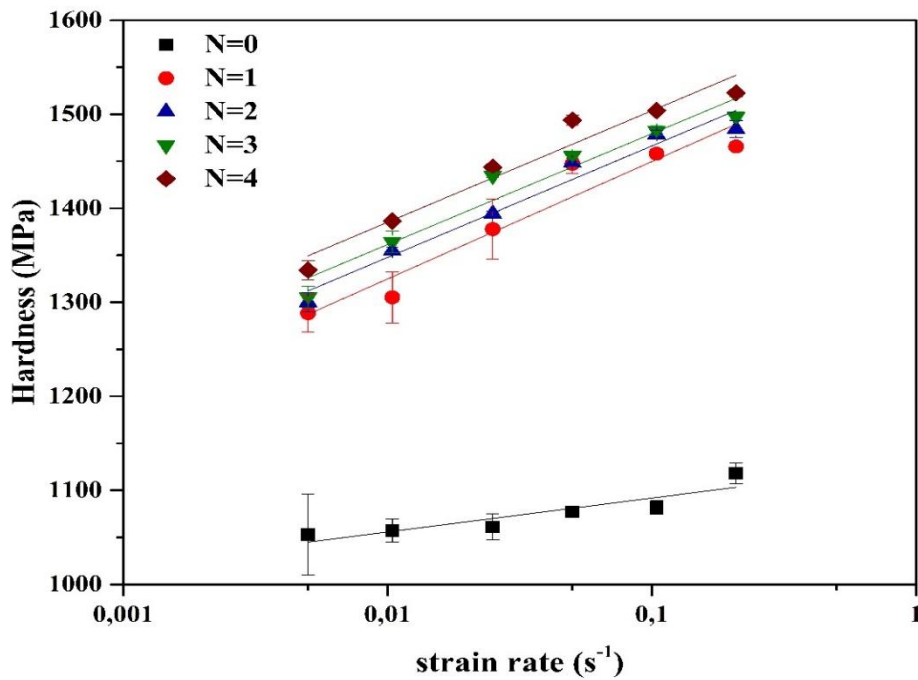


Figure 3.2.5: Evolution de la dureté (H) en fonction de la vitesse de déformation ($\dot{\epsilon}$) pour les différentes passes ECAP.

Il est bien connu que le comportement viscoplastique d'un matériau est souvent décrit avec une loi puissance de type Hollomon [125]:

$$\sigma = B \cdot \dot{\epsilon}^m \quad (IV.2)$$

Où :

σ : est la contrainte d'écoulement.

B : est une constante qui dépend du matériau.

m : est la sensibilité à la vitesse de déformation.

Compte tenu de la prédiction empirique de Tabor [126] qui stipule que la contrainte d'écoulement (σ) est équivalente à $(H/3)$ pour une déformation entièrement plastique à une vitesse de déformation constante ($\dot{\epsilon}$), la valeur de la sensibilité à la vitesse de déformation (m) peut-être déterminée par l'expression [123]:

$$m = \left(\frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right)_{\epsilon, T} = \left(\frac{\partial \ln(H/3)}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right)_{\epsilon, T} = \left(\frac{\partial \ln H}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right)_{\epsilon, T} \quad (3.2.3)$$

De plus, grâce au test de nanoindentation, le mécanisme de la déformation plastique dominant peut être estimé à partir de la valeur du volume d'activation (V^*) qui est donnée par la relation suivante [127]:

$$V^* = 3 \cdot \sqrt{3} \cdot K_B \cdot T \cdot \left(\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial H} \right) \quad (3.2.4)$$

Avec :

K_B : est la constante de Boltzmann.

T : est la température absolue.

Le Tableau 3.2.1 regroupe l'ensemble des valeurs de (m) et (V^*) obtenues pour les différentes passes ECAP (V^* est normalisé par b^3 , $b = 0.286 \text{ nm}$ est le vecteur de Burgers de l'Aluminium). On note que la sensibilité à la vitesse de déformation (m) s'est nettement améliorée à travers la première passe (N=1). Il a été affirmé dans la littérature que l'augmentation de la sensibilité à la vitesse de déformation (m) est liée au glissement des joints de grains (GBs) [128]. Par la suite, la sensibilité à la vitesse de déformation (m) reste quasiment constante malgré l'augmentation de nombre de passe. Ce résultat est incompatible

avec de nombreux travaux de recherches sur les alliages d'aluminium déformés par ECAP [129-131] qui trouvent que la sensibilité à la vitesse de déformation (m) augmente avec l'augmentation de nombre de passes. Il est à noter que la valeur de (m) obtenue pour les échantillons déformés par ECAP correspond bien à celle déterminée par Meyer et al. [132] pour un alliage AA 6063 après 8 passes ECAP et les valeurs tabulées dans la littérature pour l'Aluminium pur traités par les différents procédés SPD (ECAP, HPT, ARB) [133-135].

On remarque par ailleurs sur le Tableau 3.2.1 que les valeurs de volume d'activation (V^*) calculées pour les échantillons déformés par ECAP sont très comparables et proches de celles publiées par Böhner et al [136] pour l'aluminium pur sévèrement déformés par ECAP et ARB. À propos, nos valeurs de (V^*) pour les échantillons traités par ECAP sont dans l'ordre de grandeur de ($\sim 10 \cdot b^3$), ce qui correspond à une déformation plastique gouvernée par le glissement des joints de grains (GBs) [124]. Cependant, Böhner et al. [136] ont éliminé cette hypothèse dans le cas où les valeurs (m) sont similaires et ils [136] ont souligné que l'annihilation des dislocations dans les joints de grains, c'est-à-dire la restauration dynamique, pourrait être le mécanisme de déformation plastique dominant.

Tableau 3.2.1: Paramètres de déformation (m et V^*) pour les différentes passes ECAP.

Echantillon	N=0	N=1	N=2	N=3	N=4
m	0.015	0.039	0.037	0.036	0.036
$V^*(b^3)$	48.32	15.62	17.08	16.81	16.81

3.2.3. Calorimétrie Différentielle à Balayage (DSC)

La Figure 3.26 rassemble les thermogrammes DSC pour les différentes passes obtenus à une vitesse de chauffage de 20°C/min. L'origine de chaque pic de DSC de l'échantillon non déformé (N=0) a été bien discutée dans la section 3.1.3.1 du chapitre 3.1. Le pic endothermique (I) est associé à la dissolution des zones GP. Le large pic exothermique (II) est une conséquence du chevauchement des sous-pics correspondant respectivement à la précipitation de phases métastables pré- β'' , β'' et β' . Le pic endothermique (III) représente la dissolution de la phase β' . Le pic exothermique (IV) et le pic endothermique (V) traduisent la précipitation et la dissolution de la phase d'équilibre β -Mg₂Si, respectivement.

Par rapport aux thermogrammes DSC de l'alliage trempé à l'eau présentés sur la Figure 3.1.10 (voir section 3.1.3.1 du chapitre 3.1), on note sur la Figure 3.2.6 l'absence des pics correspondant à la précipitation des amas riches en solutés (solute rich clusters) et les zones GP. Cette observation suggère que la formation des amas riches en solutés et les zones GP a déjà eu lieu pendant le refroidissement à l'air en raison de sa vitesse de refroidissement beaucoup plus lente par rapport à la trempe à l'eau. Nous constatons par ailleurs de la Figure 3.2.6 que le pic endothermique associé à la dissolution des zones GP est beaucoup plus large par rapport à son homologue dans l'alliage trempé à l'eau (Figure 3.1.10 du chapitre 3.1). Ceci peut être dû à la grande quantité des amas riches en solutés et les zones GP qui se forment lors du refroidissement relativement lent à l'air. Le chevauchement des pics liés à la précipitation des phases pré- β'' et β'' observé sur la Figure 3.2.6 pourrait s'expliquer d'une part par le nombre plus faible de lacunes (site de germination de la phase pré- β'') générées par le refroidissement à l'air par rapport à la trempe à l'eau, ce qui retarde la formation de la phase pré- β'' . Ainsi, l'épaulement lié à la phase pré- β'' se déplace vers les températures plus élevées jusqu'à se chevaucher avec le pic de la phase β'' . D'autre part, la faible densité de lacunes engendrée par le refroidissement à l'air diminue la densité des particules de la phase pré- β'' et donc de la phase β'' , ce qui a conduit à l'apparition de pic liée à la précipitation de la phase β'' à une température plus faible avec une intensité réduite par rapport à son homologue dans l'alliage trempé à l'eau (Figure 3.1.10 du chapitre 3.1).

Il apparaît clairement de la Figure 3.2.6 que la première passe ECAP (N=1) apporte quelques modifications aux thermogrammes DSC par rapport à sa contrepartie de l'échantillon non déformé (N=0):

(i) Les pics exothermiques (II) et (IV) associés à la formation de différentes phases se déplacent vers des températures plus basses.

(ii) Le large pic exothermique (II) correspondant à la précipitation des phases métastables pré- β'' , β'' et β' devient étroit.

(iii) L'intensité de pic (IV) lié à la précipitation de la phase d'équilibre β -Mg₂Si est largement réduite.

(iv) Les pics endothermiques (I) et (III) dû à la dissolution des zones GP et la phase β' ont disparu.

Ces résultats sont conformités avec de nombreux travaux de recherches [137-139].

Pour le reste des passes, aucune modification n'est enregistré sur les thermogrammes DSC à l'exception de l'apparition des pics exothermiques (I') et (II') au-delà de la deuxième passe ($N = 2$). Selon Kumar et al. [140], le pic (I') qui apparaît aux basses températures est attribué au processus de restauration, tandis que le pic (II') qui apparaît aux températures plus élevées est associé au processus de recristallisation. On constate que le flux de chaleur libéré par le pic (I') est faible par rapport au pic (II'). Ceci signifie que l'adoucissement engendré par le phénomène de restauration est beaucoup moins important que celui engendré par le phénomène de recristallisation, tel que souligné par Gang et al [141].

Il est à noter que le résultat le plus intéressant obtenu à partir des analyses des thermogrammes DSC est le pic (I') associé au processus de restauration. Afin d'illustrer le processus de restauration, le pic (I') a été extrait des thermogrammes DSC de la Figure 3.2.6 et représenté séparément sur la Figure 3.2.7. On remarque que le pic (I') se déplace vers les températures plus élevées et que sa surface diminue à mesure que le nombre de passe augmente. Une telle évolution peut être expliquée par le phénomène de restauration dynamique.

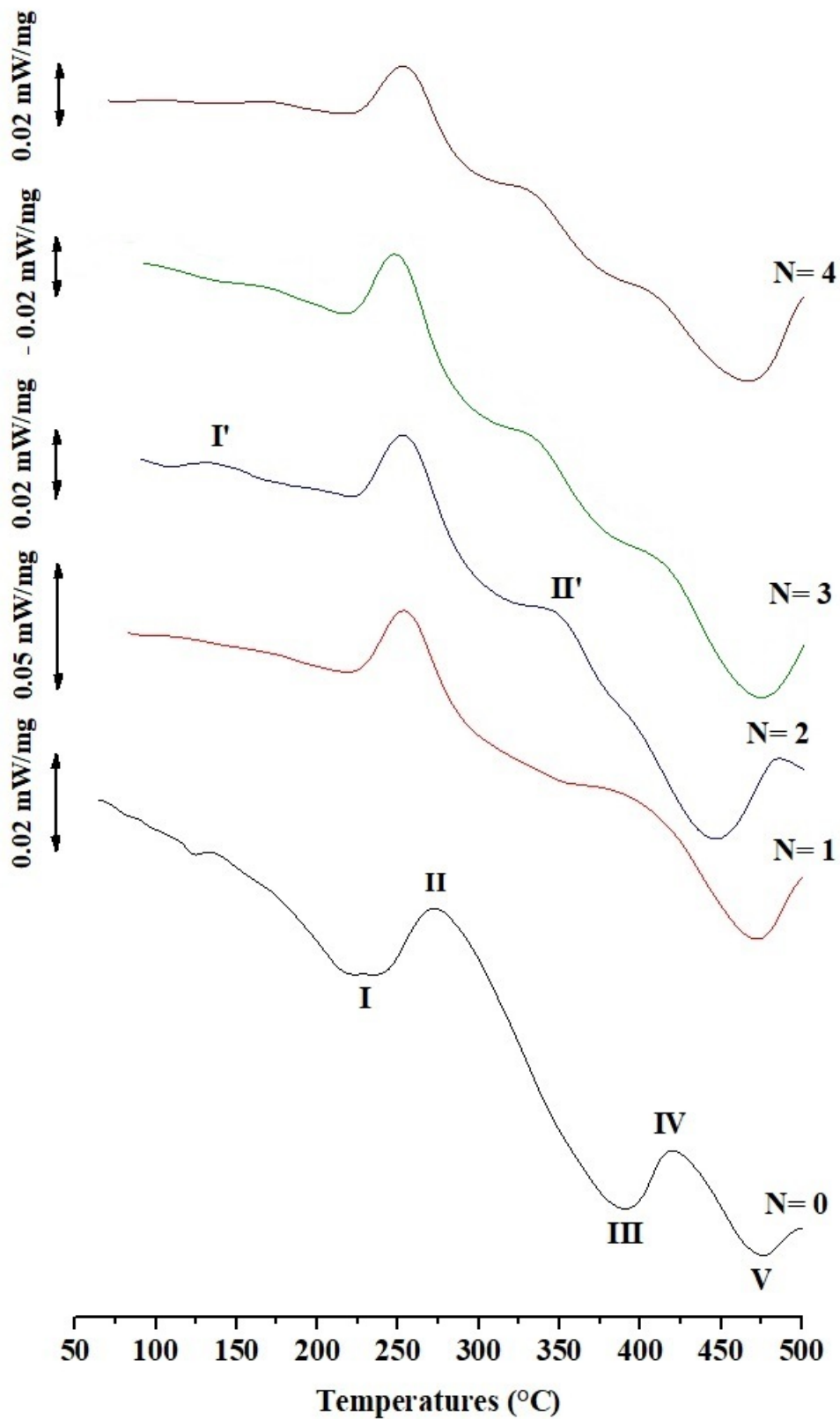


Figure 3.2.6: Thermogrammes DSC durant le chauffage continu à une vitesse de 20 °C/min pour les différentes passes ECAP.

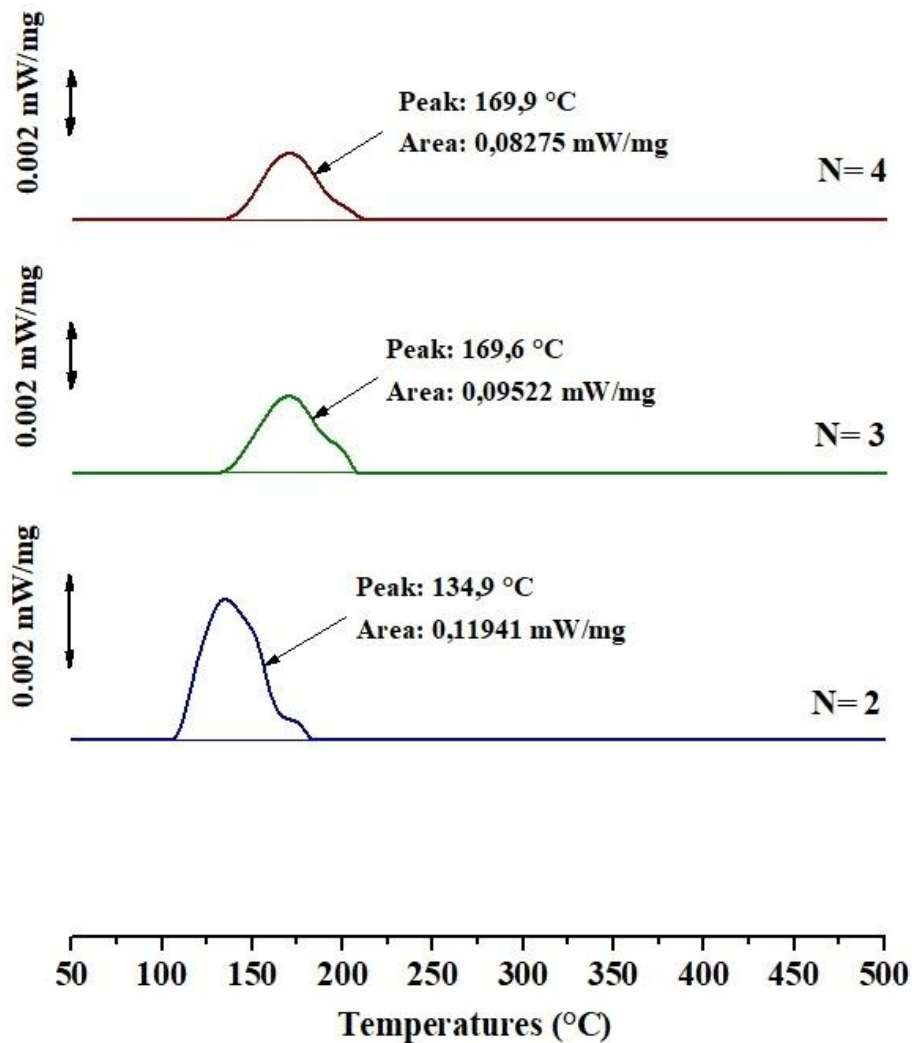


Figure 3.2.7: Evolution de pic de restauration en fonction de nombre de passes ECAP.

3.2.4. Diffraction des Rayons X (DRX)

3.2.4.1. Analyse préliminaire

La Figure 3.2.8 regroupe les spectres de DRX des échantillons pour les différentes passes ECAP. Comme c'était prévu, les réflexions fondamentales relatives à la matrice d'aluminium (α -Al) dominant les spectres de DRX. Néanmoins, aucune trace de réflexions associées à la phase Mg_2Si grossier et les intermétalliques au Fer (AlFeSi) ne peut être détectée. Ceci peut être expliqué par leurs fractions volumiques qui sont très faibles par rapport à la matrice d'aluminium, ce qui produit des réflexions de très faible intensité complètement masquées dans le bruit de fond.

L'inspection de spectre de DRX de l'échantillon à l'état non déformé (N=0) montre que la réflexion (200) enregistre l'intensité la plus élevée par rapport aux autres réflexions. Cette orientation pourrait être attribuée à la texture cristallographique résultante de la solidification et le traitement d'homogénéisation appliquée. Après la déformation par ECAP, la texture initiale a été partiellement supprimée du fait que la réflexion (111) devient la plus intense. Ceci peut être expliqué par l'accumulation de déformation le long la direction d'extrusion.

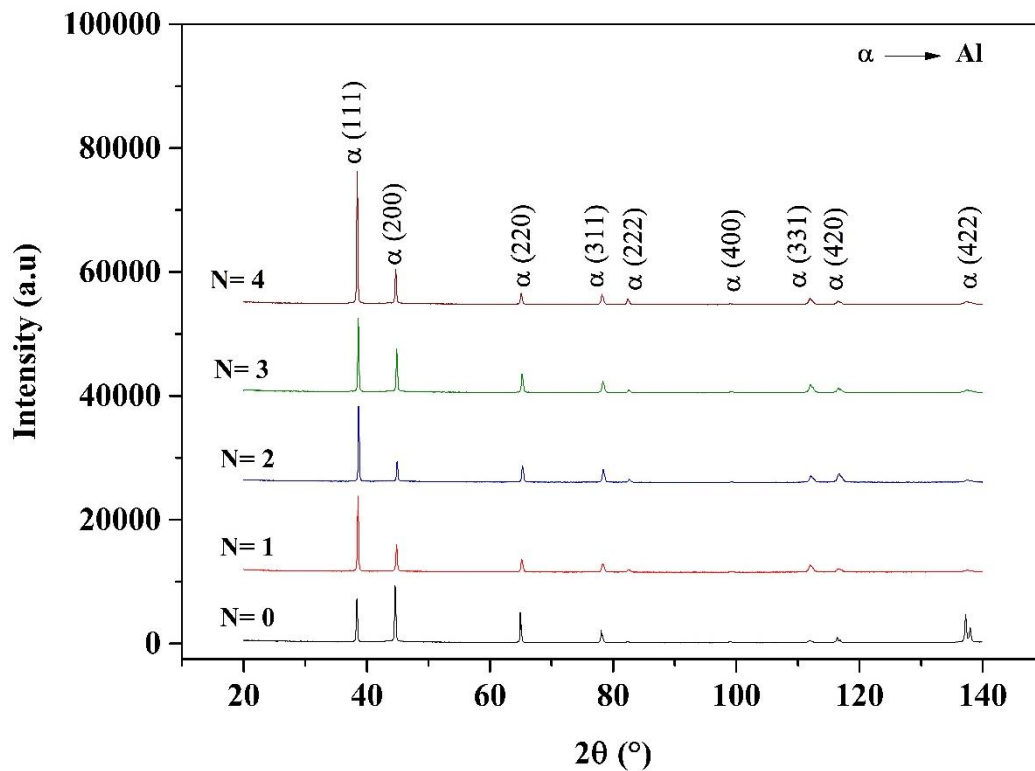


Figure 3.2.8: Spectres de DRX pour les différentes passes ECAP.

Afin de montrer clairement l'évolution des spectres de DRX en fonction de nombre de passes, les réflexions (111) et (200) ont été extraites des spectres de DRX de la Figure 3.2.8 et représentées séparément sur les Figures 3.2.9a et 3.2.9b, respectivement. On constate après déformation par ECAP, que les réflexions présentent globalement un décalage vers les angles de Bragg (2θ) plus élevés accompagné d'une augmentation de leur largeur. En fait, le décalage de réflexion de DRX peut être attribué à la présence des défauts d'empilement dont les conséquences sont la modification de paramètre de maille [142], tandis que l'élargissement des mêmes réflexions de diffraction peut être dû d'une part aux effets instrumentaux (diffractomètre), et d'autre part aux effets microstructuraux telles que la réduction de la taille des cristallites et la microdéformation introduite par la déformation du réseau [142,143].

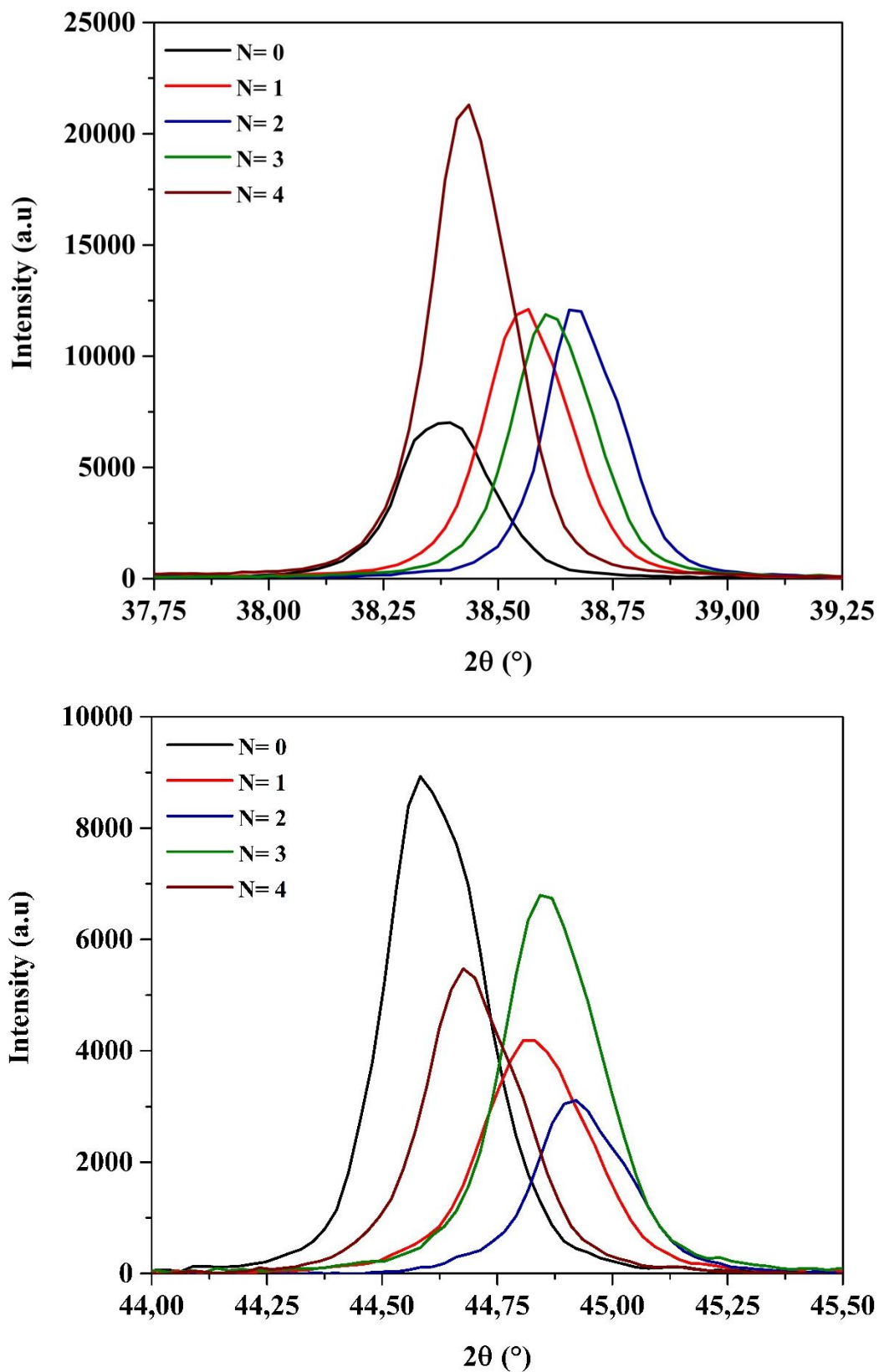


Figure 3.2.9: (a)- Evolution de la réflexion (111) en fonction de nombre de passes ECAP.

(b)- Evolution de la réflexion (200) en fonction de nombre de passes ECAP.

3.2.2. Affinement Rietveld

A l'aide de l'affinement Rietveld, il est possible d'accéder aux propriétés des structures cristallines telles que la taille des cristallites, les microdéformations et le paramètre de maille, puis remonter à la densité de dislocations.

L'affinement par Rietveld des spectres de DRX expérimentales de la Figure 3.2.8 obtenu avec la phase d'aluminium (α -Al) selon la procédure détaillée dans la section 2.1.6.2 du chapitre 2.1 est représenté sur la Figure 3.2.10. Notons que nous avons réalisé l'affinement dans le domaine angulaire (2θ) allant de 35° à 85° afin de faciliter la procédure. Les symboles marqués au-dessous des réflexions indiquent les positions de la phase d'aluminium identifiée. Le nuage de points noirs représente l'intensité expérimentale. La ligne rouge représente l'intensité calculée. La ligne noire au-dessous des spectres de DRX représente le résidu de l'affinement.

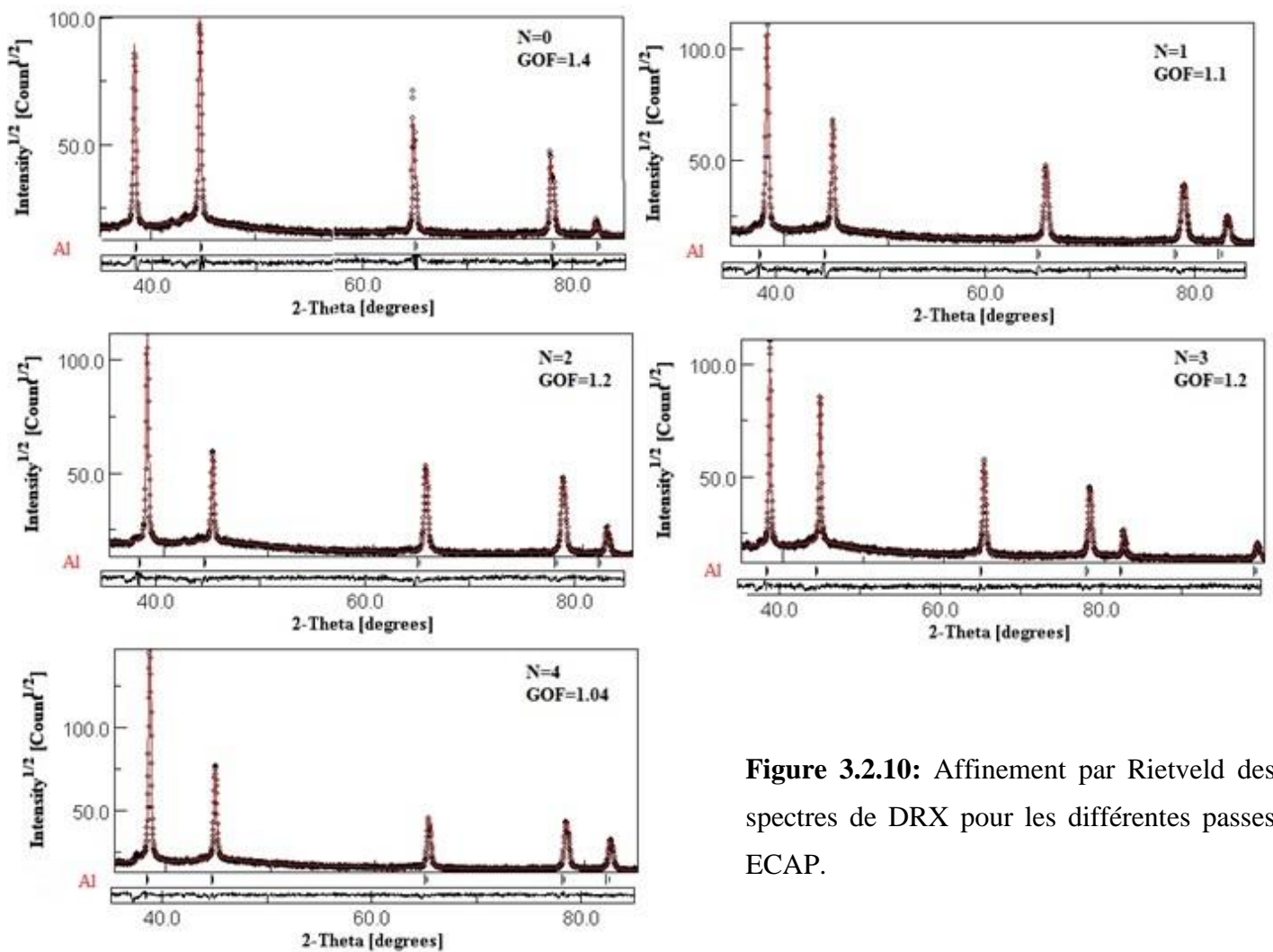


Figure 3.2.10: Affinement par Rietveld des spectres de DRX pour les différentes passes ECAP.

3.2.4.2.1. Taille des cristallites et taux de microdéformations

La Figure 3.2.11 présente l'évolution de la taille des cristallites $\langle D \rangle$ et le taux de microdéformations $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ en fonction de nombre de passes ECAP. On constate que la première passe correspond à une réduction importante de la taille des cristallites accompagnée par une augmentation prononcée du taux de microdéformations. Par la suite, la taille des cristallites et le taux de microdéformations deviennent presque indépendants du nombre de passes. En effet, cette tendance est en conformité avec la loi de Hall et Petch [1,2] qui stipule que la contrainte de déformation varie inversement avec la taille des grains. On peut remarquer sur la Figure 3.2.11 que les deux courbes de la taille des cristallites et le taux de microdéformations exhibent une évolution cyclique (haut -bas) avec le nombre de passes. Ce comportement peut être dû aux caractéristiques mécaniques de traitement par la voie Bc, tel que souligné Rebhi et al [144].

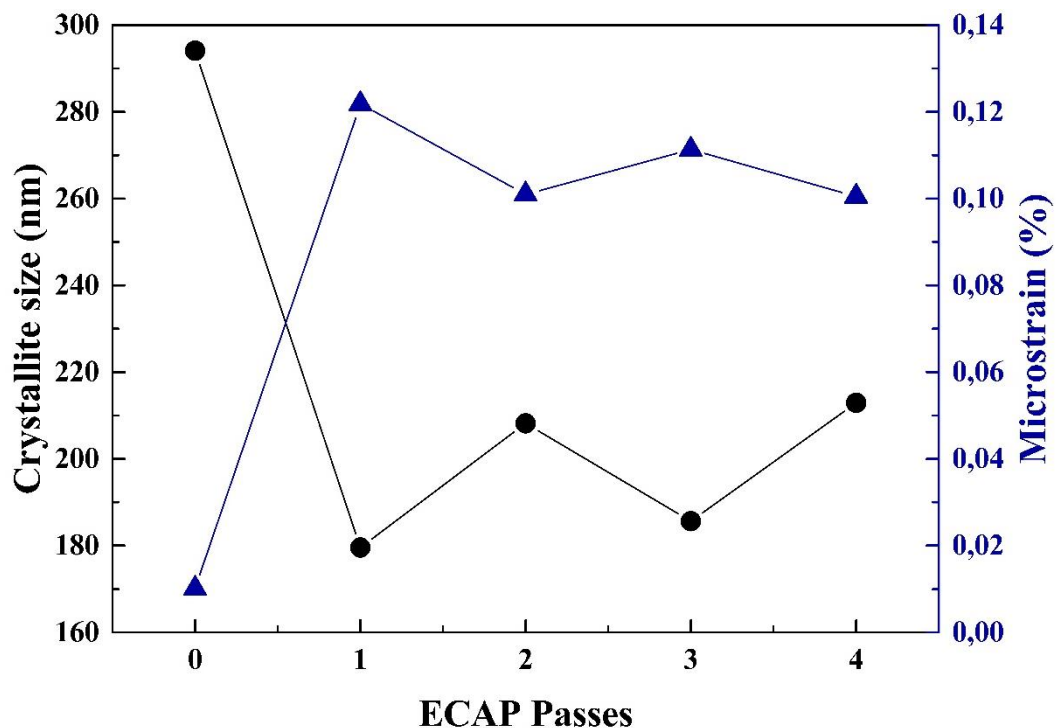


Figure 3.2.11: Evolution de la taille des cristallites et le taux de microdéformations en fonction de nombre de passes ECAP.

3.2.4.2.2. Paramètre de maille

La Figure 3.2.12 montre l'évolution du paramètre de maille (a) avec le nombre de passes ECAP. Notons que la valeur du paramètre de maille ($a = 4.051 \text{ \AA}$) obtenue pour l'échantillon à l'état initial non déformé ($N=0$) est supérieure comparées à celle pour l'aluminium pur ($a = 4.049 \text{ \AA}$) donnée dans la fiche la fiche PDF 98-024-0129. Cela peut être expliquée par la rétention d'une teneur des éléments d'alliage (Mg, Si, Ag, Fe,...etc.) dans la matrice d'aluminium (α -Al) après le traitement d'homogénéisation. On constate également que la valeur du paramètre de maille trouvée pour l'échantillon à l'état initial non déformé ($N=0$) est légèrement supérieure à celle rapportée pour un alliage Al-Mg-Si non déformés par Reyes-Ruiz et al [85] qui trouvent une valeur du paramètre de maille de l'ordre de 4.050 \AA . Cela peut être dû à la présence d'élément Ag ayant un rayon atomique ($1,65 \text{ \AA}$) plus élevé que celui d'Al ($1,43 \text{ \AA}$). Après la première passe ECAP, on remarque une nette diminution du paramètre de maille, puis il est resté presque inchangé pour le reste des passes. Les valeurs des paramètres de maille des échantillons traités par ECAP sont inférieures à la valeur du paramètre de maille de l'échantillon à l'état initial non déformée. Ceci dénote la présence des contraintes internes dans les échantillons traités par ECAP.

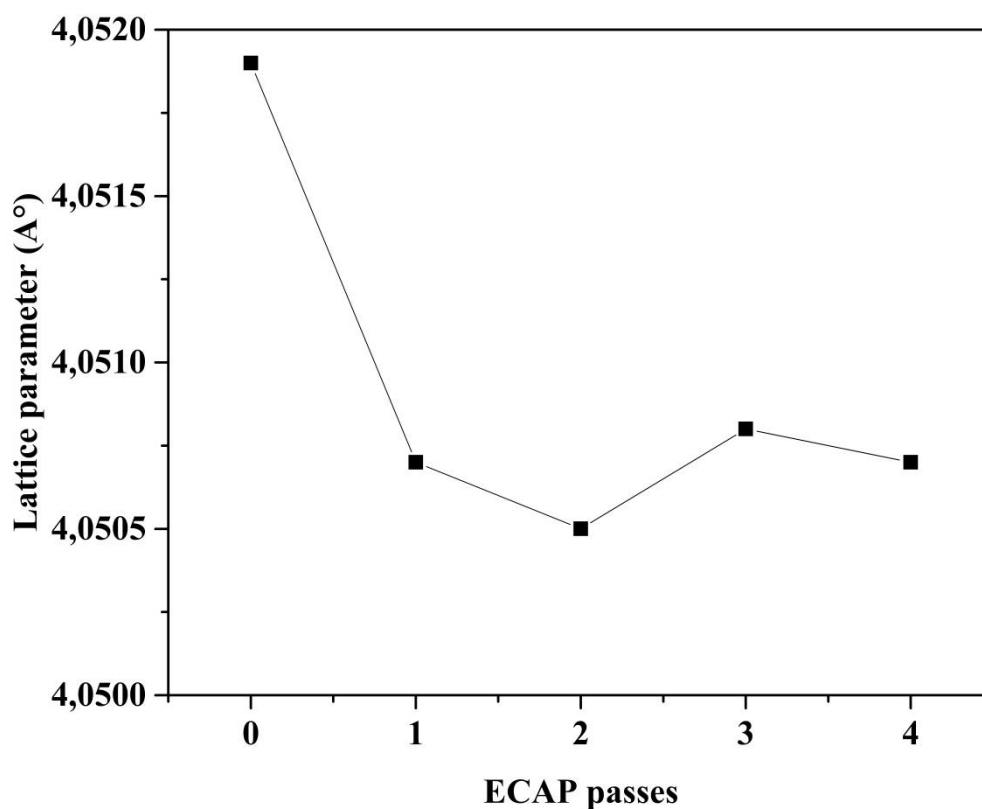


Figure 3.2.12: Evolution de paramètre de maille en fonction de nombre de passes ECAP.

3.2.4.2.3. Densité de dislocations

Les dislocations sont les principaux défauts microstructuraux introduits dans les matériaux traités par les techniques SPD, dont leur densité (ρ) est exprimée en fonction de la taille des cristallites ($\langle D \rangle$) et le taux de microdéformations $\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$ [145]:

$$\rho = 2\sqrt{3} \cdot \frac{\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}}{\langle D \rangle \cdot b} \quad (3.2.5)$$

Avec b est la magnitude du vecteur de Burgers. Pour les matériaux de structures c.f.c, le vecteur de Burgers (b) s'exprime en fonction du paramètre de maille (a) par la relation :

$$b = a \cdot \frac{\sqrt{2}}{2} \quad (3.2.6)$$

La Figure 3.2.13 présente l'évolution de la densité de dislocations (ρ) en fonction nombre de passes ECAP. Nous constatons que l'évolution de la densité de dislocations en fonction de nombre de passe est en excellente corrélation avec celle de la taille des cristallites et le taux de microdéformation (Figure 3.2.11). En effet, la densité de dislocations exhibe une augmentation monotone après la première passe, puis aucun changement apparent ne peut être enregistré pour le reste des passes. Ce résultat suggère que l'alliage a atteint un état de saturation de densité de dislocations au-delà de la première passe ($N = 1$). Un tel état de saturation de densité de dislocations a été observé par Khelfa et al [138] pour un alliage Al-Mg-Si après 5 passes ECAP.

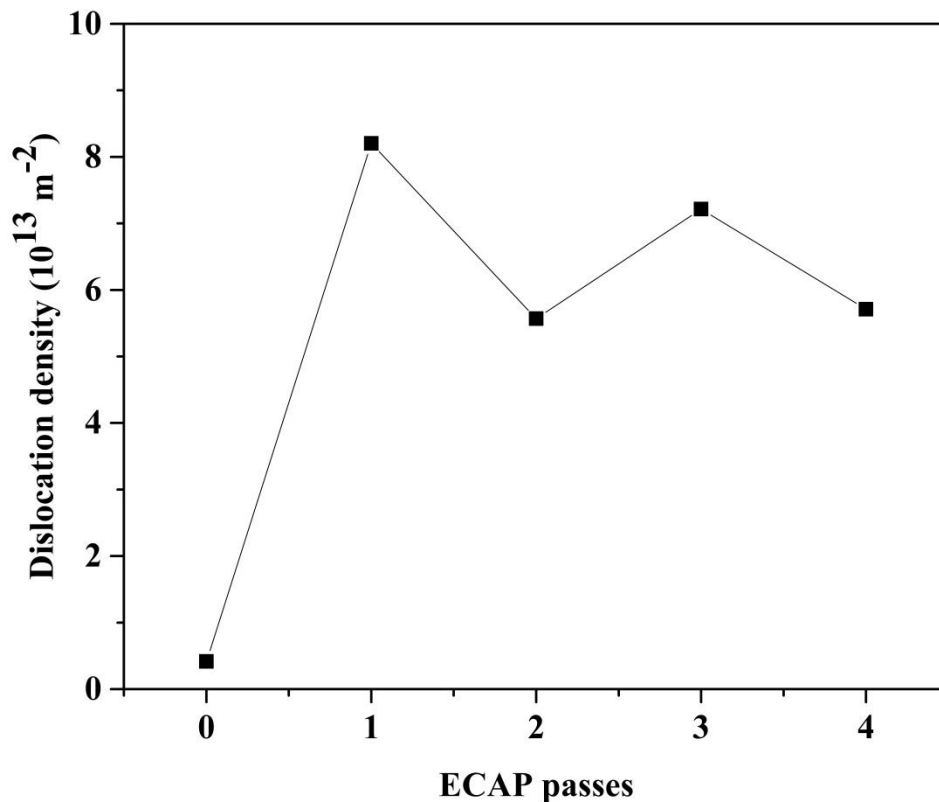


Figure 3.2.13: Evolution de la densité de dislocations en fonction de nombre de passes ECAP.

3.2.5. Corrélation des résultats

3.2.5.1. Mécanismes de déformation plastique

L'analyse de l'évolution de la sensibilité à la vitesse de déformation (m) en fonction de nombre de passes ECAP (Tableau 3.2.1) suggère que le mécanisme de glissement des joints de grains (GBs) est supprimé au-delà de la deuxième passe ($N=2$) et que l'annihilation des dislocations dans les joints de grains, c'est-à-dire la restauration dynamique, devient le mécanisme de déformation plastique dominant induisant un adoucissement. Cela pourrait être probablement dû à la ségrégation de l'Argent (Ag) le long des joints de grains engendrée par la première passe ECAP, ce qui réduit fortement leur mobilité et agit donc comme une résistance à la déformation plastique. Un effet similaire a été rapporté par Chen et al. [146] en ce qui concerne la ségrégation de P (Phosphore) le long des joints de grains dans un l'alliage Cu-Ni-P nanocristallin préparé par électrodéposition. Une telle ségrégation de l'Argent (Ag) le long des joints de grains pendant les traitements SPD dans un alliage Al-Mg-Si a été observée

antérieurement par Sauvage et al. [44] (voir section 1.1.1.6 du chapitre 1.1). En effet, cette prédiction peut être confirmée par les données présentées sur la Figure 3.2.12 où le paramètre de maille diminue considérablement après la première passe ECAP, puis il reste pratiquement constant pour le reste des passes. L'apparition de la restauration dynamique lors de processus ECAP au-delà de la deuxième passe (N=2) est validée par les analyses DSC (Figure 3.2.7).

L'augmentation significative de la densité de dislocations engendrée par la première passe ECAP (Figure 3.2.13) peut être attribuée à l'occurrence de mécanisme de glissement de joints des grains (GBs), tel que mentionné Chinh et al [133]. Par la suite, l'état de saturation de densité de dislocations enregistré à partir de la deuxième passe (N=2) est dû à l'apparition de la restauration dynamique qui s'explique en termes de la compétition entre la génération et l'annihilation des dislocations. On peut donc, à partir de ces constatations, affirmer que les résultats dérivés des analyses de DRX et les tests de nanoindentation s'accordent bien entre eux.

3.2.5.2. Microdéformations

Sur la Figure 3.2.11, nous avons noté que le taux de microdéformations a augmenté via la première passe ECAP, puis il entre dans un état de saturation où aucun changement notable n'est apparu. L'augmentation prononcée de taux de microdéformations pourrait être due à la densité élevée des défauts microstructuraux (lacunes, joints de grains, dislocations, ... etc.) introduits dans le matériau via ECAP, tel que expliqué par Zhao et al [147]. Un tel état de saturation de taux de microdéformations a été enregistré par Reyes Ruiz et al [85] pour un alliage 6061-T6 après 5 passe ECAP. En effet, ces auteurs [85] ont interprété ce comportement en termes de nombre de passes optimal pour atteindre une configuration stable de dislocations. Ces prédictions sont conformes avec les données présentées sur le Tableau 3.2.1 et la Figure 3.2.13.

3.2.5.3. Mécanismes de durcissement

Il est bien connu que le durcissement des alliages d'aluminium peut parvenir de divers mécanismes: (i) solution solide (σ_{ss}), (ii) précipitation (σ_{pr}), (iii) affinement des grains (σ_{gs}) et (iv) accumulation de dislocations (σ_{dis}). Les contribution des mécanismes de durcissement sont toujours additives en supposant qu'ils agissent indépendamment et que le durcissement global de l'alliage (σ) peut être donné comme [148]:

$$\sigma = \sigma_0 + \sigma_{ss} + \sigma_{pr} + \sigma_{gs} + \sigma_{dis} \quad (3.2.7)$$

Où σ_0 est la contrainte de Peierls ($\sigma_0 = 35 \text{ MPA}$ pour Aluminium pur).

Pour les alliages d'aluminium traités par SPD, le durcissement par solution solide n'a pas attiré beaucoup d'attention en raison de sa faible contribution dans le durcissement globale de matériaux [148-150]. Le second mécanisme peut être éliminé en raison que la précipitation dynamique ne peut pas se produire durant le traitement SPD des alliages Al-Mg-Si-Ag, telle que montré Sauvage et al [44]. Ceci peut être confirmé par les thermogrammes DSC présentés sur la Figure 3.2.6, où le pic exothermique (III) correspondant à la précipitation des phases métastables pré- β'' , β'' et β' existe toujours dans tous les échantillons déformés par ECAP et son intensité reste pratiquement inchangée. On peut donc, à partir de ces constatations, affirmer que l'amélioration évidente des propriétés mécaniques obtenue à travers la première passe ECAP (Figures 3.2.3 et 3.2.4) peut être principalement attribuée aux mécanismes combinés de l'affinement des grains et l'accumulation de dislocations. Ceci est en cohérence avec les résultats présentés sur les Figures 3.2.1, 3.2.11 et 3.2.13, respectivement. Par la suite, la légère amélioration des propriétés mécaniques avec le reste des passes est très probablement due à l'apparition de la restauration dynamique.

3.2.5.4. Séquence de précipitation

Sur la Figure 3.2.6, nous avons constaté que les pics exothermiques (II) et (IV) associés à la précipitation de différentes phases sont décalés vers les températures plus basses après la première passe ECAP (N=1) par rapport à leurs homologues pour l'échantillon à l'état initial non déformé (N=0). Ceci est dû à la densité de dislocations élevée engendrée par ECAP qui sont des sites favorisant la précipitation des phases, ce qui accélère donc leurs cinétiques. Par la suite, la stabilisation des pics (II) et (IV) malgré l'augmentation du nombre de passes ECAP est attribuée à l'apparition d'un état de saturation de la densité de dislocations obtenue au-delà de la première passe (N=1) (Figure 3.2.13). Nous avons noté après ECAP la disparition des pics endothermiques (I) et (III). En effet, la disparition de pic endothermique (I) est expliquée par la dissolution des zones GP lors de processus ECAP en raison de la contrainte élevée imposée. D'autre part, la disparition du pic endothermique (III) lié à la dissolution de la phase β' pourrait être due à la forte densité de dislocations générée par ECAP, qui agit comme un court-circuit pour la transition de la phase β' à la phase β . De plus, nous avons remarqué que l'intensité de pic exothermique (V) associé à la précipitation de la phase β a été réduite après

la déformation par ECAP. Cela est attribué à l'appauvrissement de la teneur de Si dans la matrice d'Aluminium, ce qui réduit la formation de la phase d'équilibre β -Mg₂Si [138-139].

3.2.5.5. Le rôle de l'addition de Ag

Les résultats présentés ci-dessus ont clairement montré qu'une passe ECAP (N=1) était suffisante pour atteindre les conditions de saturation pour notre alliage, où on n'observe plus une évolution apparente en augmentant le nombre de passes. Ceci peut être attribué à l'apparition précoce de la restauration dynamique au-delà de la deuxième passe (N=2), dû à la ségrégation de l'Argent (Ag) le long des joints des grains engendrée par la première passe ECAP, ce qui établit un équilibre entre la génération et l'annihilation des dislocations. On peut donc, à partir de ces constatations, affirmer que l'addition d'Argent (Ag) a stabilisé la microstructure ECAP.

3.2.6. Analyses des contraintes résiduelles

La Figure 3.2.14 présente la distribution en profondeur des contraintes résiduelles le long de la section circulaire de la billette après une passe ECAP. On constate clairement que les contraintes résiduelles exhibent des distributions non uniformes sur la surface ainsi que en profondeurs. Cela est attribué, d'une part, au frottement de contact entre la surface de la billette et les parois de dispositif ECAP et, d'autre part, à la déformation plastique non uniforme imposée au matériau par le procédé ECAP [92]. La surface de la billette (profondeur = 0 μ m) est caractérisée par la présence de contraintes de compression avec une magnitude qui varie de -15 MPa à -142 MPa. Ceci est dû aux forces de frottement qui agissent dans le sens opposé à celui de l'écoulement de la billette, tel que souligné Sanati et al. [151]. En effet, cette constatation est en adéquation avec plusieurs travaux de recherches qui montrent que les procédés SPD engendrent des contraintes de compression sur la surface de l'échantillon [92,151,152]. Dans notre cas, les contraintes résiduelles avec une magnitude inférieure à -100 MPa peuvent être considérées comme des contraintes hautement compressives. Notons par ailleurs que les contraintes résiduelles les moins compressives sur la surface de la billette se trouvent sur la partie inférieure qui passe dans l'arc de courbure externe (Ψ) de dispositif ECAP (135° à 225°). Ce résultat est en cohérence avec l'observation faite par Reyes-Ruiz et al [92]. D'autre part, nous pouvons clairement constater sur la Figure 3.2.14 que les contraintes de compression superficielles se relaxent sensiblement avec la pénétration en profondeur depuis la surface. Ceci peut-être dû à la diminution des forces de frottement entre la billette et les parois de dispositif.

Déformation Plastique Sévère ECAP

Lorsque la profondeur sous la surface est d'environ 300 μm , le profil des contraintes résiduelles change d'un profil totalement compressif à un profil de compression-traction. Ceci dénote qu'au-delà de cette profondeur, le processus ECAP commence à contrôler le profil de contrainte résiduelle. Au-delà d'une profondeur d'environ 800 μm , on note que les contraintes hautement compressives ont disparue, ce qui a conduit à une uniformité légèrement meilleure dans la distribution des contraintes résiduelles par rapport aux profondeurs antérieures.

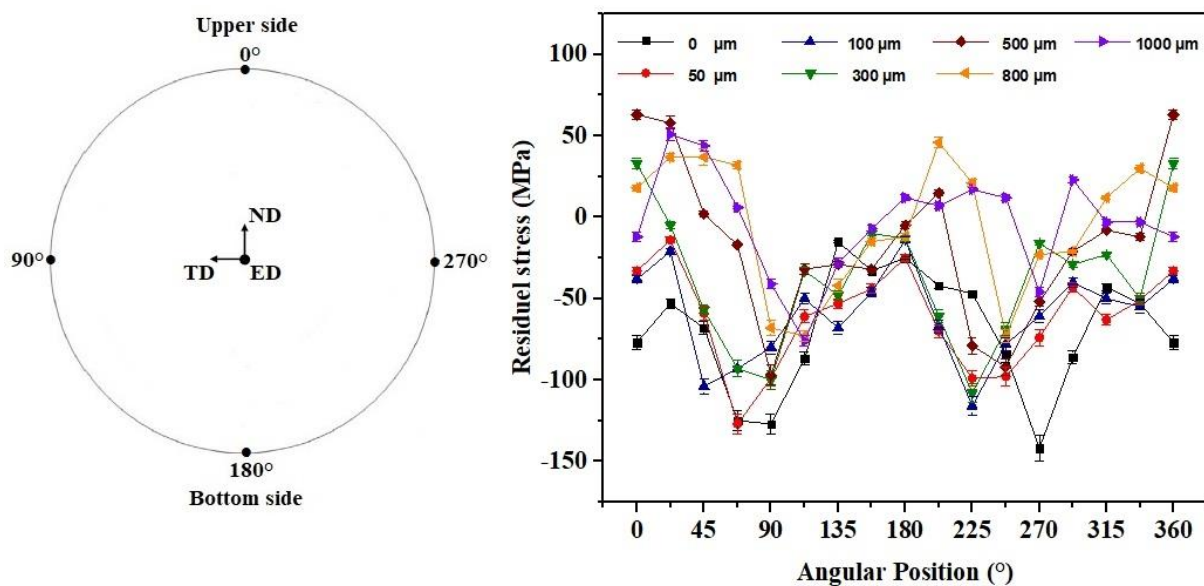


Figure 3.2.14: Distribution en profondeur des contraintes résiduelles en fonction de la position angulaire pour la billette N = 1.

La Figure 3.2.15 présente les distributions en profondeur de la largeur à la mi-hauteur (FWHM, Full Width at Half Maximum) de la réflexion (511) utilisée pour la détermination des contraintes résiduelles. Tel que souligné par Juijerm et al [152], les valeurs de FWHM caractérisent l'état de durcissement de l'alliage. Semblable aux contraintes résiduelles, l'état de durcissement exhibe également une distribution non uniforme. Le profil de la surface montre une large région avec un état de durcissement très faible dans la partie inférieure de la billette. Ceci pourrait être attribué à la formation d'une zone de cisaillement dans l'arc de courbure externe (Ψ) à l'intersection des deux canaux de dispositif ECAP [153] (voir section 1.1.3.3.1 du chapitre 1.1). Cette constatation est en adéquation avec la cartographie de

distribution de micro-dureté publiées par Xu et al [153], qui ont trouvé une grande région avec des valeurs de micro-dureté faibles près de la surface inférieure de la billette. En effet, le faible état de durcissement observé sur la partie inférieure de la surface de la billette dénote que la partie inférieure de la billette a subi moins de déformation par rapport à la partie supérieure, ce qui illustre la déformation plastique non uniforme engendrée par le processus ECAP. Ceci peut être la raison pour laquelle les contraintes résiduelles les moins compressives se localisent sur la partie inférieure de la surface de billette (Figure 3.2.14). Notons par ailleurs sur la Figure 3.2.15 que la grande région dans la partie inférieure de la surface de billette avec faible état durcissement est considérablement réduite avec la pénétration en profondeur, ce qui entraîne une amélioration dans l'homogénéité de la distribution des états de durcissement.

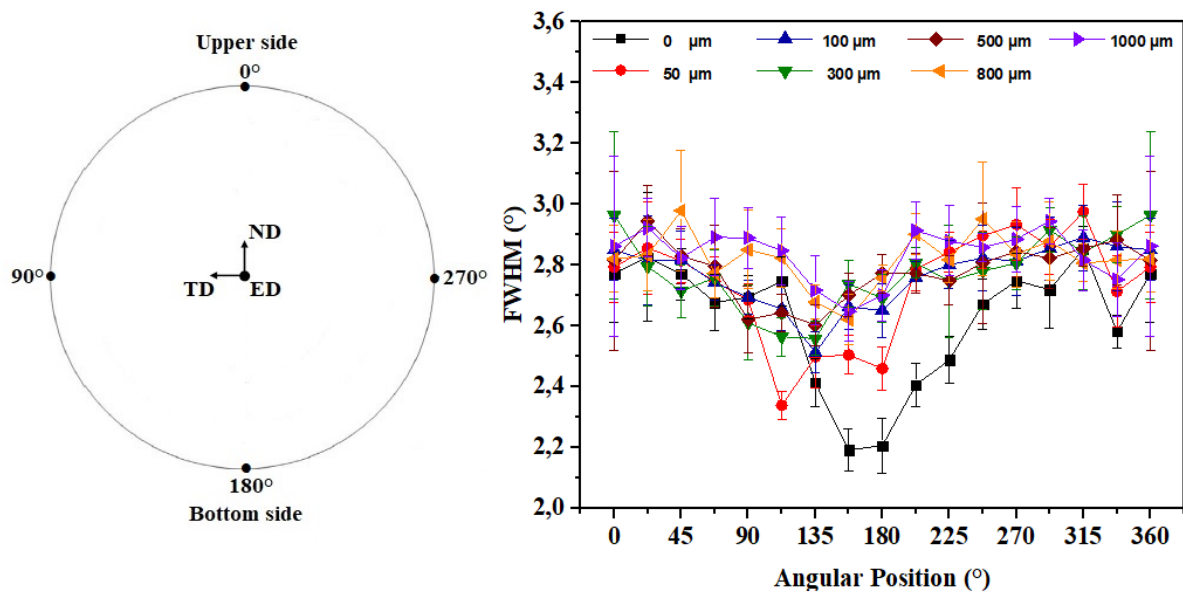


Figure 3.2.15: Distribution en profondeur de la largeur de réflexion (511) en fonction de la position angulaire pour la billette N = 1.

La Figure 3.2.16 présente la distribution des contraintes résiduelles le long de la section circulaire de la surface des billettes pour les différentes passes ECAP. Les surfaces des billettes sont caractérisées par la présence contraintes de compression. Ceci est dû, comme mentionné ci-dessus, au frottement de contact entre la surface des billettes et les parois

internes de dispositif. Notons qu'à mesure que le nombre de passe augmente, la magnitude des contraintes résiduelles diminue. Au-delà de la troisième passe (N=3), on note la disparition des contraintes hautement compressives. On peut donc, à partir de ces constatations, affirmer que l'homogénéité de la distribution des contraintes résiduelles s'améliore à mesure que le nombre de passes ECAP augmente. En effet, la relaxation des contraintes résiduelles avec l'augmentation de nombre de passes peut être attribuée à deux raisons : (i) le protocole de déformation par la voie Bc où la billette a été tournée de 90° après chaque passe dans la même direction, ce qui entraîne une neutralisation des contraintes résiduelles. (ii) l'apparition de la restauration dynamique au-delà de la deuxième passe ECAP (N=2), tel que montré ci-dessus (Figure 3.2.7).

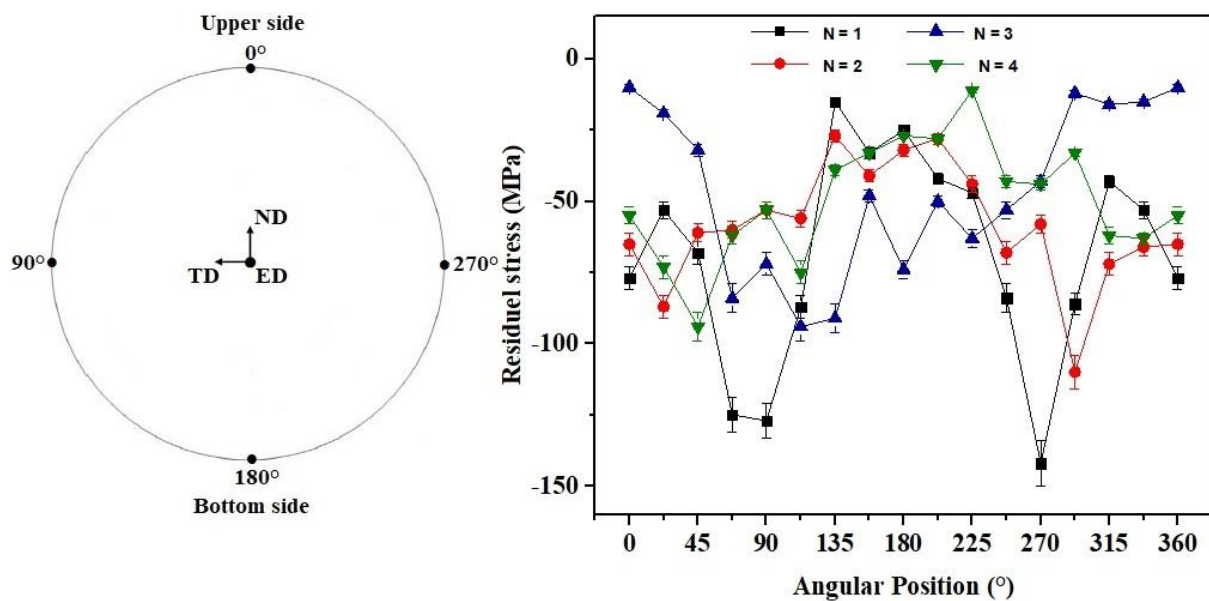


Figure 3.2.16: Distribution des contraintes résiduelles en fonction de la position angulaire sur la surface des billettes pour les différentes passes ECAP.

La Figure 3.2.17 présente les distributions de la largeur à la mi-hauteur (FWHM) de la réflexion (511) utilisée pour la détermination des contraintes résiduelles le long de la section circulaire de la surface des billettes pour les différentes passes ECAP. On constate d'abord qu'il n'y a pas une différence évidente entre les valeurs de largeur des réflexions pour les différentes passes. Ceci est attribué, comme mentionné ci-dessus, à l'apparition de condition

de saturation de l'alliage au-delà de la première passe (N=1) dû à la ségrégation de l'Argent (Ag) le long des joints des grains. En effet, cette constatation est en adéquation avec les résultats présentés sur les Figures 3.2.3 et 3.2.4 où on n'a pas observé une amélioration importante des propriétés mécaniques après la première passe ainsi que l'observation faite sur la Figure 3.2.9 où on n'a pas enregistré un élargissement évident des réflexions (111) et (200). De plus, on remarque que les valeurs de largeur des réflexions exhibent une évolution cyclique (haut-bas). Ceci est en conformité avec les données présentées sur la Figure 3.2.11 où on a enregistré une évolution cyclique de la taille des cristallites et le taux de microdéformations. Rappelons que cette constatation est attribuée, comme mentionné ci-dessus, aux caractéristiques mécaniques de traitement par la route Bc. Notons par ailleurs que la distribution de l'état de durcissement devient essentiellement homogène avec l'augmentation de nombre de passes puisque la grande région avec faible état durcissement située à la partie inférieure de la surface de la billette après la première passe (N=1) diminue à mesure que le nombre de passe augmente. Ceci peut s'expliquer par la rotation de la billette de 90° dans le même sens après chaque passe, selon le protocole de déformation par la route Bc, ce qui entraîne une réduction de la zone de cisaillement, tel que rapporté El Mahallawy et al [154]. Ce résultat confirme ainsi la constatation tirée de la Figure 3.2.16, que l'homogénéité de déformation par ECAP s'améliore avec l'augmentation de nombre de passe.

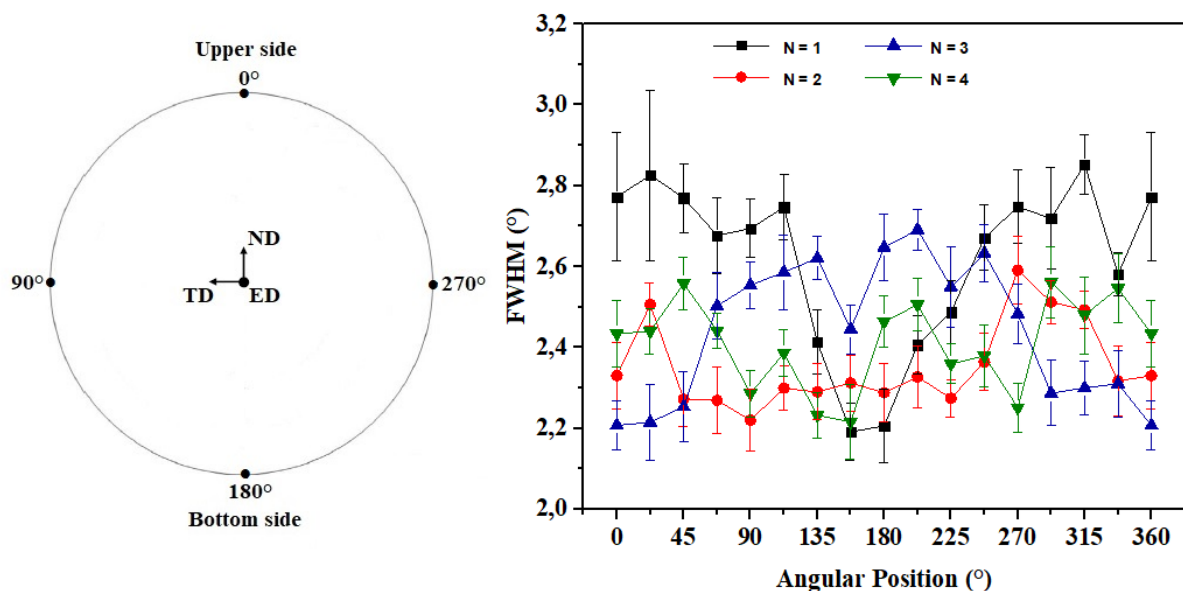


Figure 3.2.17: Distribution de la largeur de réflexion (511) en fonction de la position angulaire sur la surface des billettes pour les différentes passes ECAP.

3.2.7. Simulation par logiciel DEFORM

L'analyse de distribution des contraintes résiduelles nous a montré clairement que le frottement de contact entre la surface des billettes et les parois internes de dispositif ECAP est l'un des facteurs critiques qui affecte l'homogénéité de la déformation ainsi que la qualité de surface des billettes malgré l'utilisation d'un lubrifiant approprié MoS₂ (voir section 2.1.2.3 du chapitre 2.1). Pour cette raison, nous proposons d'apporter quelques modifications sur notre dispositif ECAP par l'incorporation d'un curseur mobile dans la partie inférieure (Figure 3.2.18). Ce curseur mobile qui se déplace avec la billette à la même vitesse que le piston permet non seulement d'éliminer le frottement dans la partie inférieure mais aussi de faciliter l'éjection de la bielle du dispositif. En effet, cette idée a été inspirée des travaux de Segal [155,156]. On propose d'appeler cette nouvelle conception de dispositif ECAP comme « dispositif amélioré ».

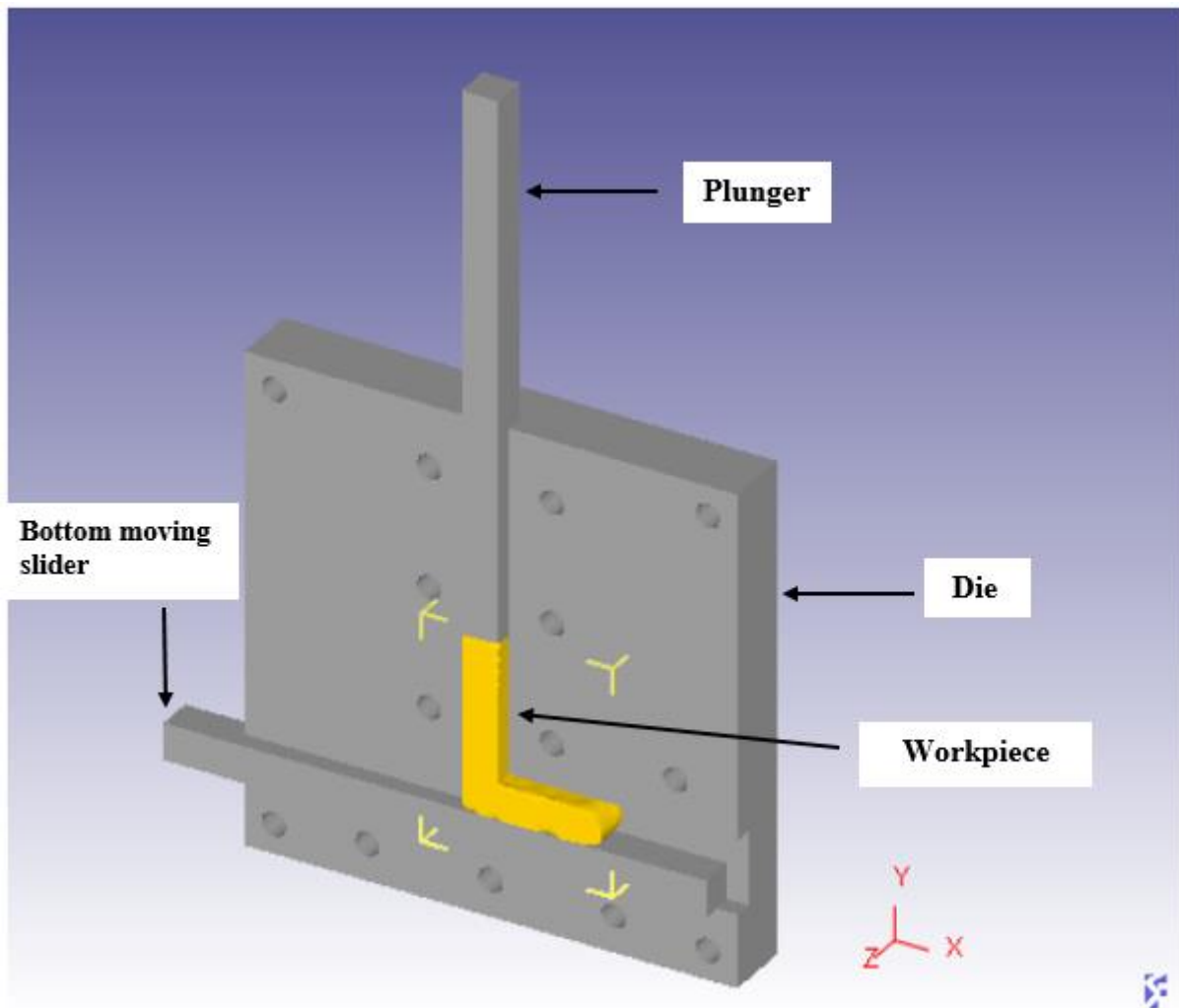


Figure 3.2.18: Dispositif ECAP amélioré avec le curseur mobile dans sa partie inférieure.

3.2.7.1. Influence de curseur mobile

Nous simulons dans cette section la distribution des déformations effectives le long de la direction d'extrusion dans une billette pressée une fois à travers un dispositif ECAP amélioré (Figure 3.2.19) ayant la même configuration que le dispositif conventionnel utilisé lors de nos expériences ($\Phi = 90^\circ$ et $\Psi = 20^\circ$) (voir section 2.1.2.1 du chapitre 2.1). On constate sur la figure que la distribution de déformation est raisonnablement uniforme avec une moyenne d'environ ~ 1.2 . En effet, cette valeur est proche de celle calculée théoriquement par la formule d'Iwahashi [80] (~ 1.05) (voir section 1.1.3.3.2 du chapitre 1.1) pour un dispositif ayant un angle de canal du $\Phi = 90^\circ$ et un angle de courbure est $\Psi = 20^\circ$. On peut donc, à partir de cette constatation, affirmer que l'incorporation de curseur mobile dans le dispositif ECAP a réduit considérablement le problème d'hétérogénéité.

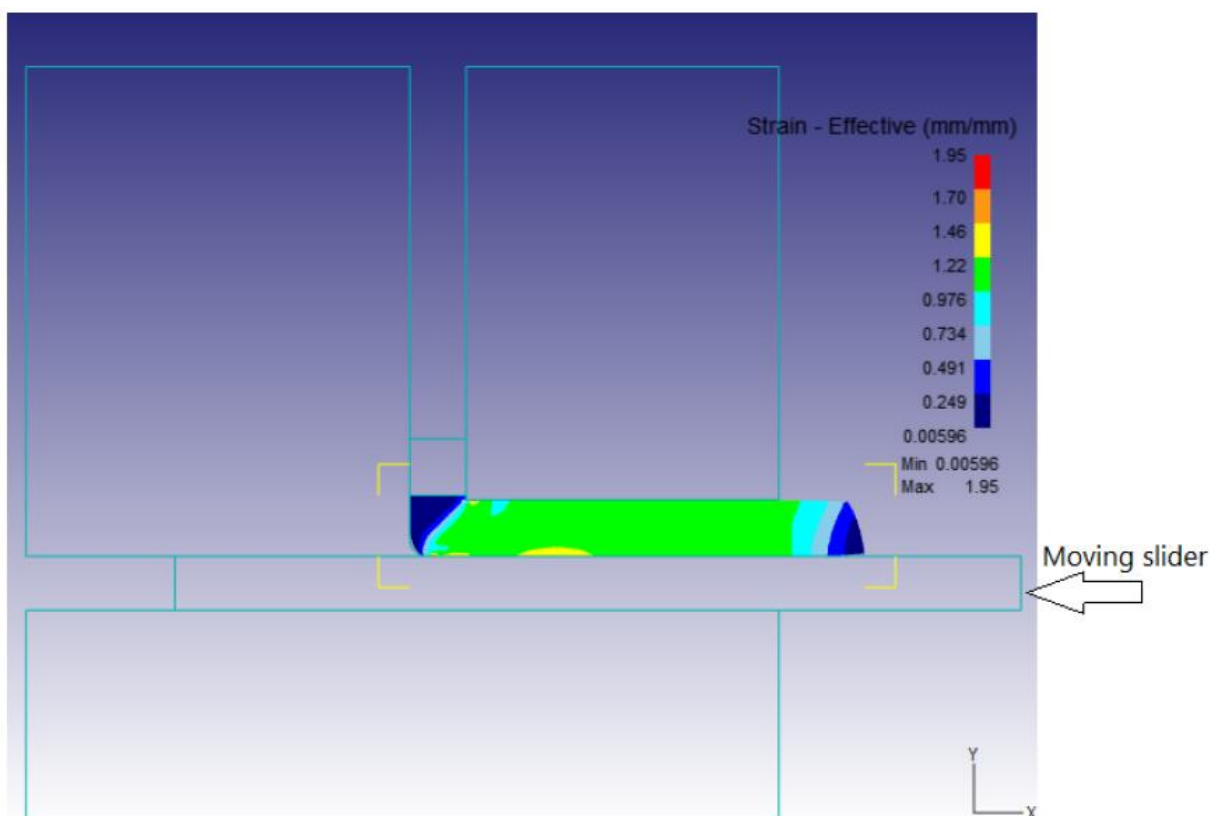


Figure 3.2.19: Distribution de la déformation effective le long d'une billette pressée une fois à travers un dispositif ECAP amélioré.

Déformation Plastique Sévère ECAP

Afin de confirmer la contestation précédente, la Figure 3.2.20 présente la distribution de la déformation effective le long d'une billette pressée une fois à travers un dispositif ECAP amélioré et une autre pressée une fois à travers un dispositif ECAP conventionnel pour différents coefficients de frottement (μ). Une inspection profonde de la Figure 3.2.20 nous permet de tirer les contestations suivantes :

- Pour $\mu = 0.06$, on constate une inhomogénéité de la déformation sur la billette pressée à travers le dispositif conventionnel où la partie inférieure de la billette a subi moins de déformation. Ceci est en adéquation avec l'observation faite sur la Figure 3.2.15 où la partie inférieure de la surface de billette présente l'état de durcissement le plus faible. En revanche, la distribution de la déformation est raisonnablement uniforme le long de la billette pressée à travers le dispositif amélioré, comme le montre la répartition de la couleur verte.
- Pour $\mu = 0.3$, on remarque l'apparition de zones non déformées sur la partie inférieure de la billette pressée à travers le dispositif conventionnel ainsi que des inhomogénéités aléatoires sur la partie médiane. Sur la billette pressée à travers le dispositif amélioré, on remarque peu d'inhomogénéités mais sans un fort contraste.
- Pour $\mu = 0.6$, on note que la partie inférieure de la billette pressée à travers le dispositif conventionnel est fortement endommagée en raison de son éraflure avec les paroi de dispositif, ce qui a provoqué un taux de déformation élevé dans cette zone. Cependant, la billette pressée à travers le dispositif amélioré est plus homogène et moins endommagée.

On peut donc, à partir de ces constatations, affirmer que l'augmentation du frottement augmente l'hétérogénéité de déformation et cette augmentation est plus apparente dans la billette pressée à travers le dispositif conventionnel. Ceci peut être confirmé par l'évolution de l'indice d'inhomogénéité (SII) en fonction de coefficient de frottement présentée sur la Figure 3.2.21, où l'indice d'inhomogénéité augmente à mesure que le coefficient de frottement augmente et les valeurs de l'indice d'inhomogénéité pour les billettes pressées à travers le dispositif amélioré sont nettement inférieures à celles pressées à travers un dispositif conventionnel. Rappelons que l'indice d'inhomogénéité (SII) peut être calculé par [154]:

$$SII = \frac{\varepsilon_{max} - \varepsilon_{min}}{\varepsilon_m} \quad (3.2.8)$$

Où : ε_{max} , ε_{min} et ε_m désignent la déformation plastique effective maximale, minimale et moyenne, respectivement.

Déformation Plastique Sévère ECAP

La déformation plastique effective moyenne (ε_m) peut être obtenue par :

$$\varepsilon_m = \frac{\sum_{i=1}^n \varepsilon_i}{n} \quad (3.2.9)$$

Où n est le nombre d'éléments dans la billette et ε_i est la déformation plastique effective équivalente à l'élément i .

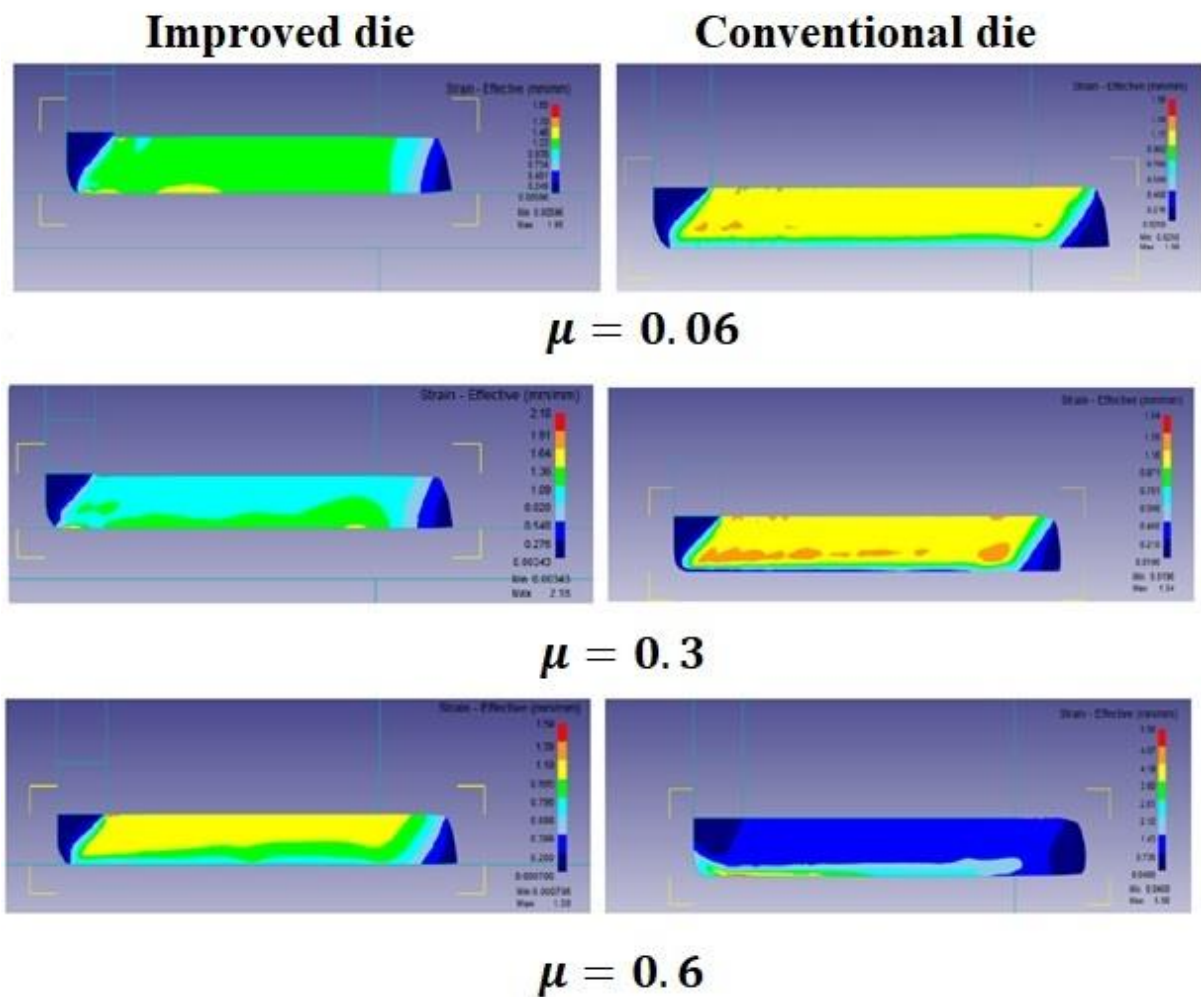


Figure 3.2.20: Distribution de la déformation effective le long des billettes pressées à travers un dispositif ECAP amélioré et conventionnel pour différents coefficients de frottement.

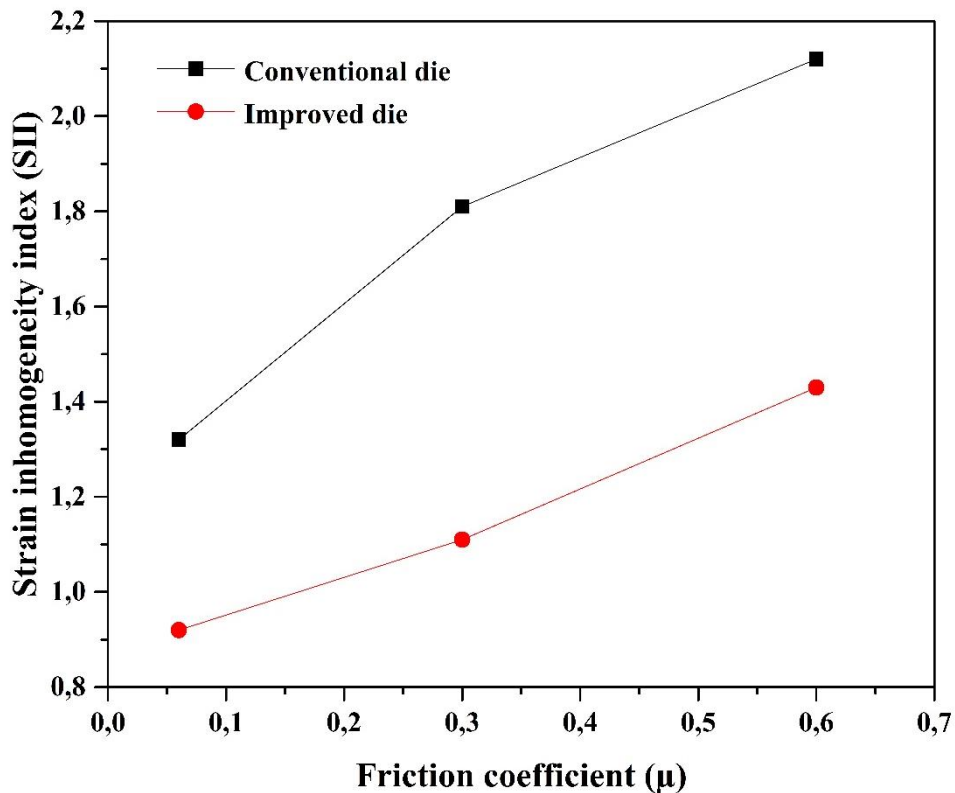


Figure 3.2.21: Evolution de l'indice d'inhomogénéité en fonction de coefficient de frottement pour une billette pressé à travers un dispositif ECAP conventionnel et amélioré.

3.2.7.2. Influence des routes de traitement

Nous simulons dans cette section l'influence de différentes routes de traitements ECAP ainsi que le nombre de passes sur l'homogénéité de déformation des billettes pressées à travers un dispositif conventionnel ayant la même configuration que le dispositif utilisé lors de nos expériences ($\Phi = 90^\circ$ et $\Psi = 20^\circ$). Etant donné que pour simuler les différentes routes de traitement, il est nécessaire de faire tourner la billette avec des angles spécifiques entre chaque deux passes consécutives (voir section 1.1.3.3.3 du chapitre 1.1). Nous avons donc trouvé besoin de passer à la simulation en 3D afin d'évaluer la distribution de la déformation plastique effective sur tout le volume des billettes. La Figure 3.2.22 présente la distribution de la déformation plastique effective le long de la direction d'extrusion d'une billette après une passe ECAP. On constate que la déformation est plus concentrée dans la partie supérieure de la billette comparée à la partie inférieure, illustrant donc la non uniformité de la distribution de la déformation plastique. Ceci est dû, comme mentionné ci-dessus, à la formation de la zone de cisaillement dans la partie inférieure de la billette qui passe dans l'arc de courbure

externe (Ψ). En effet, cette constatation est en conformité avec les résultats présentés sur les Figures 3.2.15 et 3.2.20. Notons que la première passe ECAP est commune pour toutes les routes de traitement, et ce n'est qu'à partir de la deuxième passe que les modifications commencent à apparaître.

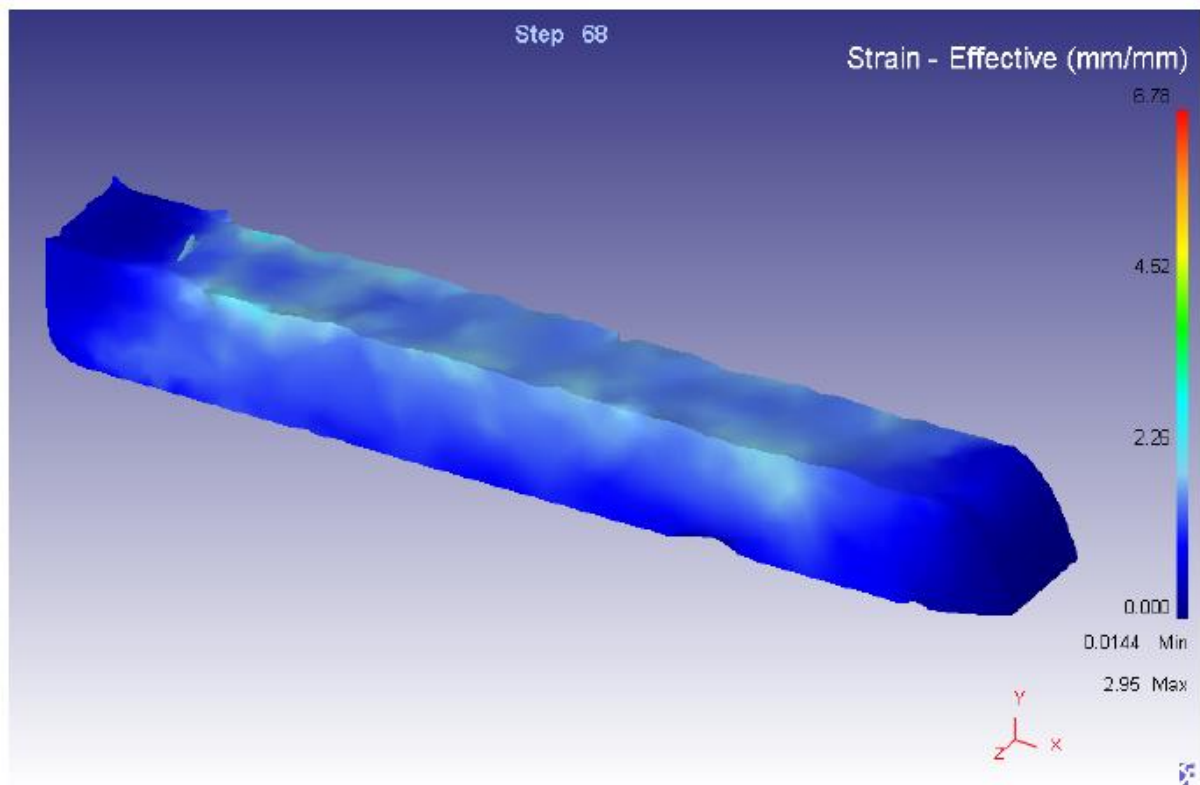


Figure 3.2.22: Distribution de la déformation effective le long d'une billette après une passe ECAP (N=1).

La Figure 3.2.23 montre la distribution de la déformation plastique effective le long de la direction d'extrusion des billettes pour différentes passes ECAP selon la route A (N=2, 4, 6 et 8). On note que la concentration de la déformation devient plus importante dans la partie supérieure de la billette à mesure que le nombre de passe augmente, ce qui entraîne une augmentation de l'indice d'inhomogénéité avec le nombre de passes ECAP (Figure 3.2.28). Ceci est dû au protocole de déformation par la route A, où la billette est introduite dans le dispositif sans aucune rotation après chaque passe.

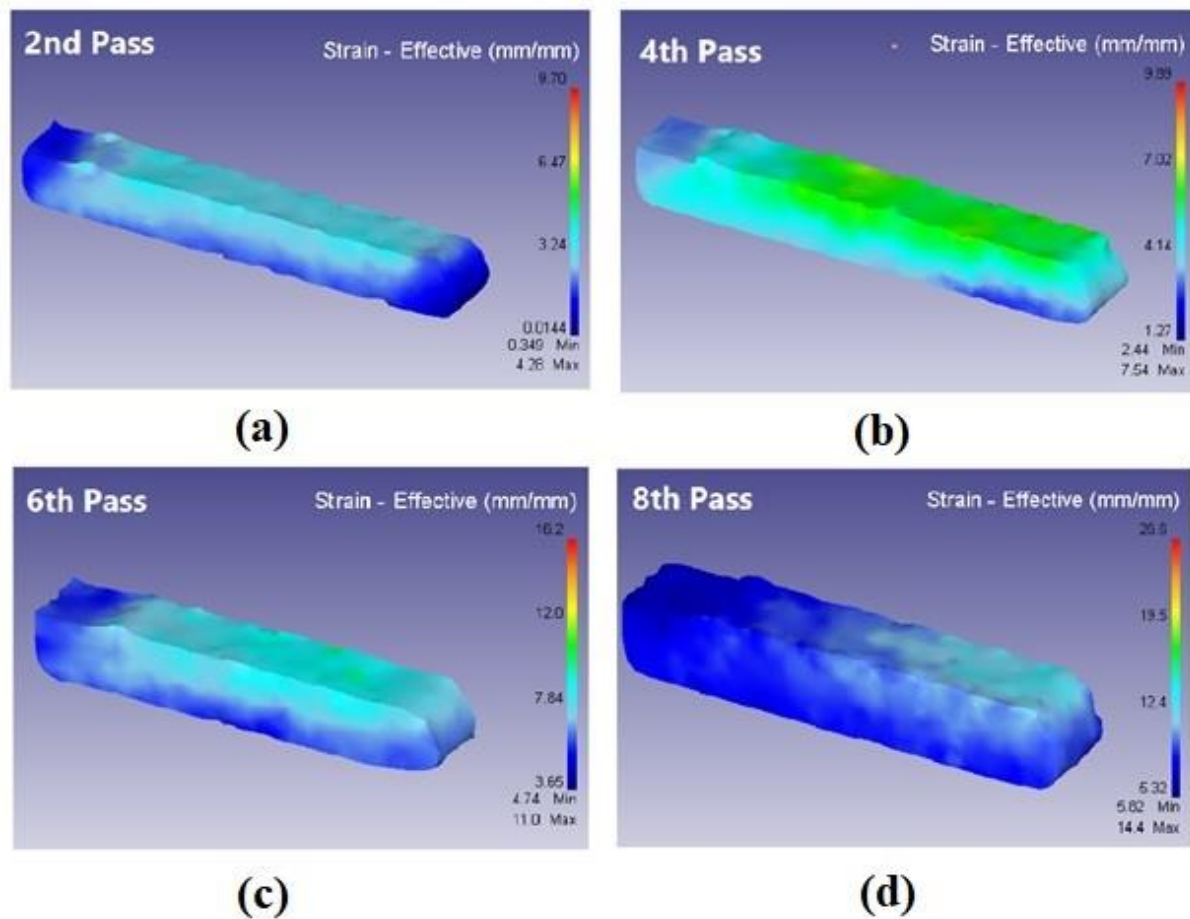


Figure 3.2.23: Distribution de la déformation effective le long des billettes pour différentes passes ECAP selon la route A.

La Figure 3.2.24 montre la distribution de la déformation plastique effective le long de la direction d'extrusion des billettes pour différentes passes ECAP selon la route B_A. On constate après la deuxième passe une amélioration de l'homogénéité de déformation plastique par rapport à la première passe (Figure 3.2.22). Cela peut s'expliquer par la rotation de la billette de 90° après la première passe. Cependant, à partir de la quatrième passe, on note une augmentation de l'hétérogénéité de déformation où la déformation devient plus concentrée sur la face supérieure et la face latérale droite de la billette et plus particulier dans le bord qui les relie. Ceci est due au fait que ces deux faces étaient en contact direct avec l'angle de canal (Φ) du dispositif après chaque passage alterné de chacune d'elles puisque le protocole de la route B_A consiste de faire tourner la billette de 90° dans des directions différentes.

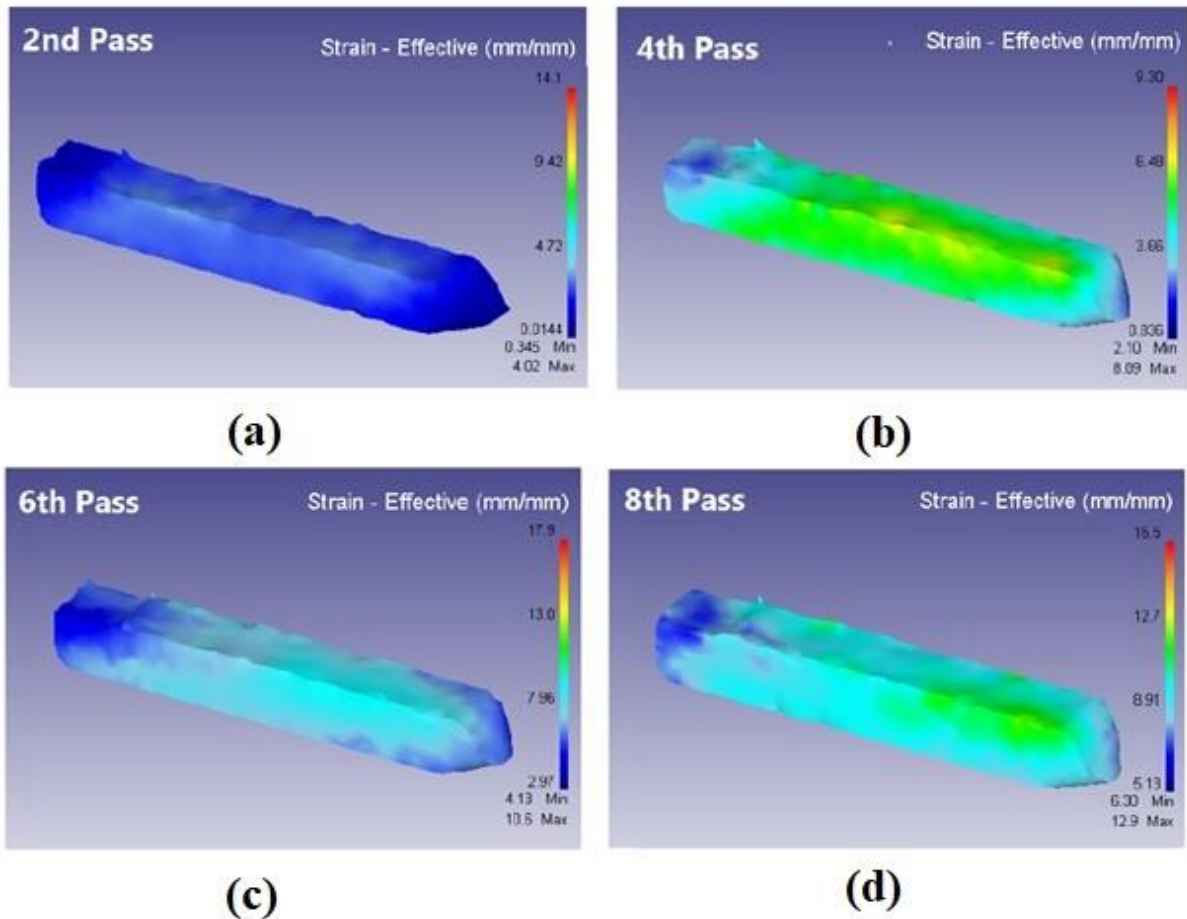


Figure 3.2.24: Distribution de la déformation effective le long des billettes pour différentes passes ECAP selon la route B_A.

La Figure 3.2.25 montre la distribution de la déformation plastique effective le long de la direction d'extrusion des billettes pour différentes passes ECAP selon la route B_C. On remarque clairement que la deuxième passe ECAP a donné un résultat similaire à celui de la route B_A puisque la billette est tournée à 90°. Après 4 passes, on obtient une billette presque parfaitement homogène où la couleur bleue est répartie de manière uniforme. Ceci peut s'expliquer par la rotation de la billette à 90° dans la même direction selon le protocole de la route B_C, donc les quatre faces de la billette ont subi le même taux de déformation. En effet, cette constatation est en accord avec les observations faites sur les Figures 3.2.16 et 3.2.17 où les distributions des contraintes résiduelles et les états de durcissement deviennent raisonnablement homogènes après 4 passes ECAP. Après 6 passes ECAP, on note l'apparition de certaines inhomogénéités dans la région médiale des faces supérieure et latérale, comme

illustré en vert. La huitième passe ECAP nous a donné une billette parfaitement homogène avec des inhomogénéités concentrées dans ses extrémités.

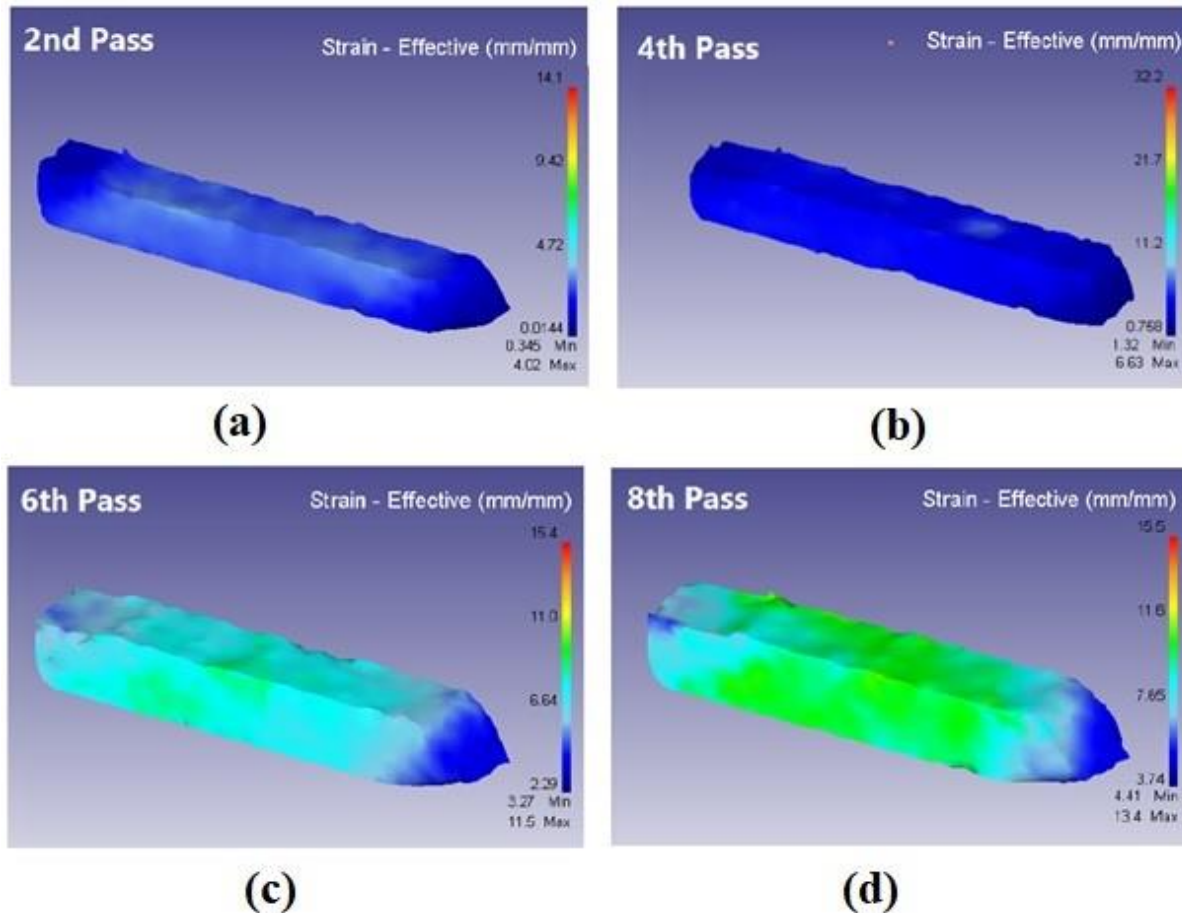


Figure 3.2.25: Distribution de la déformation effective le long des billettes pour différentes passes ECAP selon la route B_C.

La Figure 3.2.26 montre la distribution de la déformation plastique effective le long de la direction d'extrusion des billettes pour différentes passes ECAP selon la route C. On constate que la deuxième passe ECAP, où la billette est soumise à une rotation de 180°, a donné une meilleure homogénéité par rapport aux routes B_A et B_C où la billette est tournée à 90°. Ceci peut être confirmé par la valeur d'indice d'inhomogénéité obtenue après deux passes pour la route C qui est inférieure par rapport aux routes B_A et B_C (Figure 3.2.28). A partir de la quatrième passe, on constate une hétérogénéité de répartition de déformation plastique où les

Déformation Plastique Sévère ECAP

faces latérales de la billette ont subi moins de déformation par rapport à les faces supérieure et inférieure. Ceci peut s'expliquer par le protocole de déformation par la route C où la billette est pivotée de 180° après chaque passe.

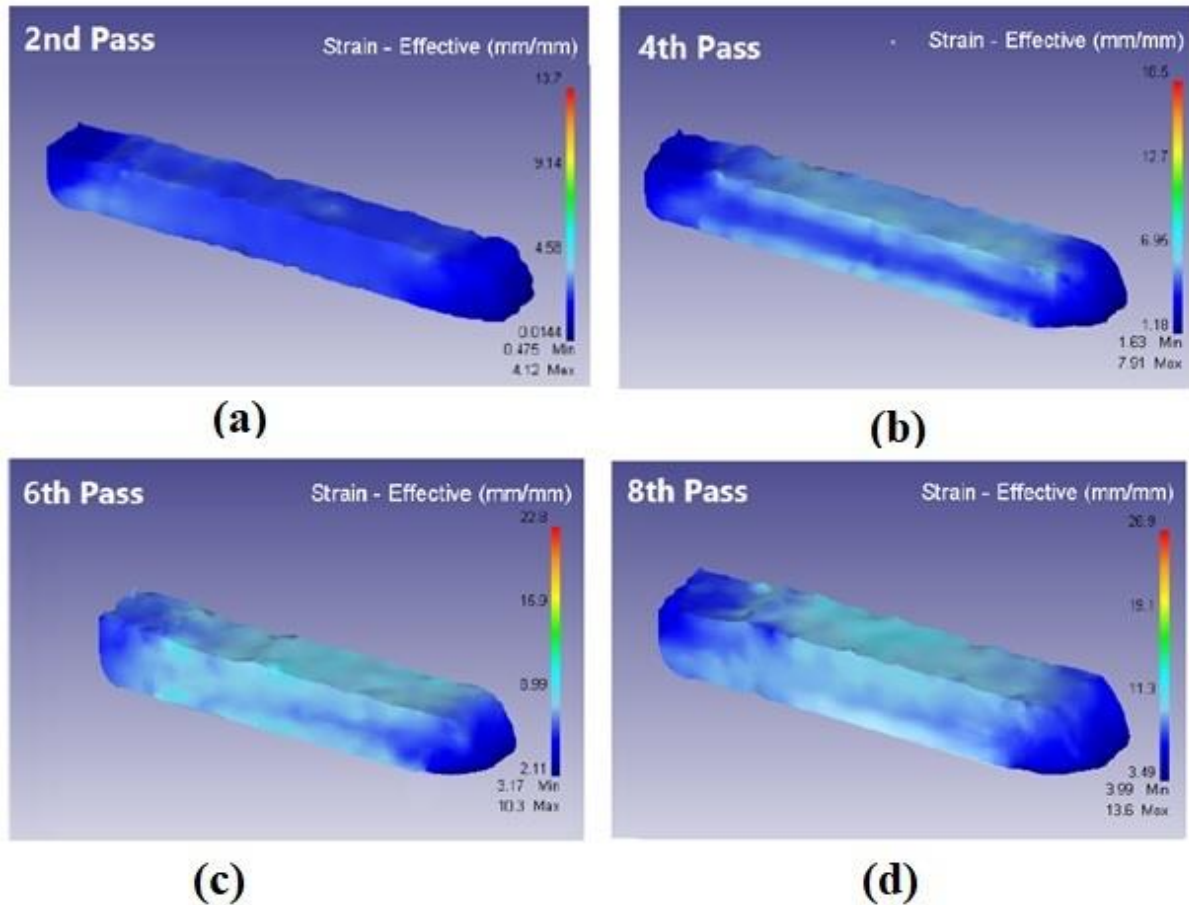


Figure 3.2.26: Distribution de la déformation effective le long des billettes pour différentes passes ECAP selon la route C.

La Figure 3.2.27 montre la distribution de la déformation plastique effective le long de la direction d'extrusion des billettes pour différentes passes ECAP selon la route E. On remarque clairement que la deuxième passe ECAP a donné un résultat similaire à celui des routes B_A et B_C puisque la billette est tournée à 90° . Après quatre passes ECAP, on constate une homogénéité meilleure avec une déformation effective légèrement supérieure rapport aux

autres passes. Au-delà de la sixième passe, on a une billette parfaitement homogène, comme indique la répartition de la couleur.

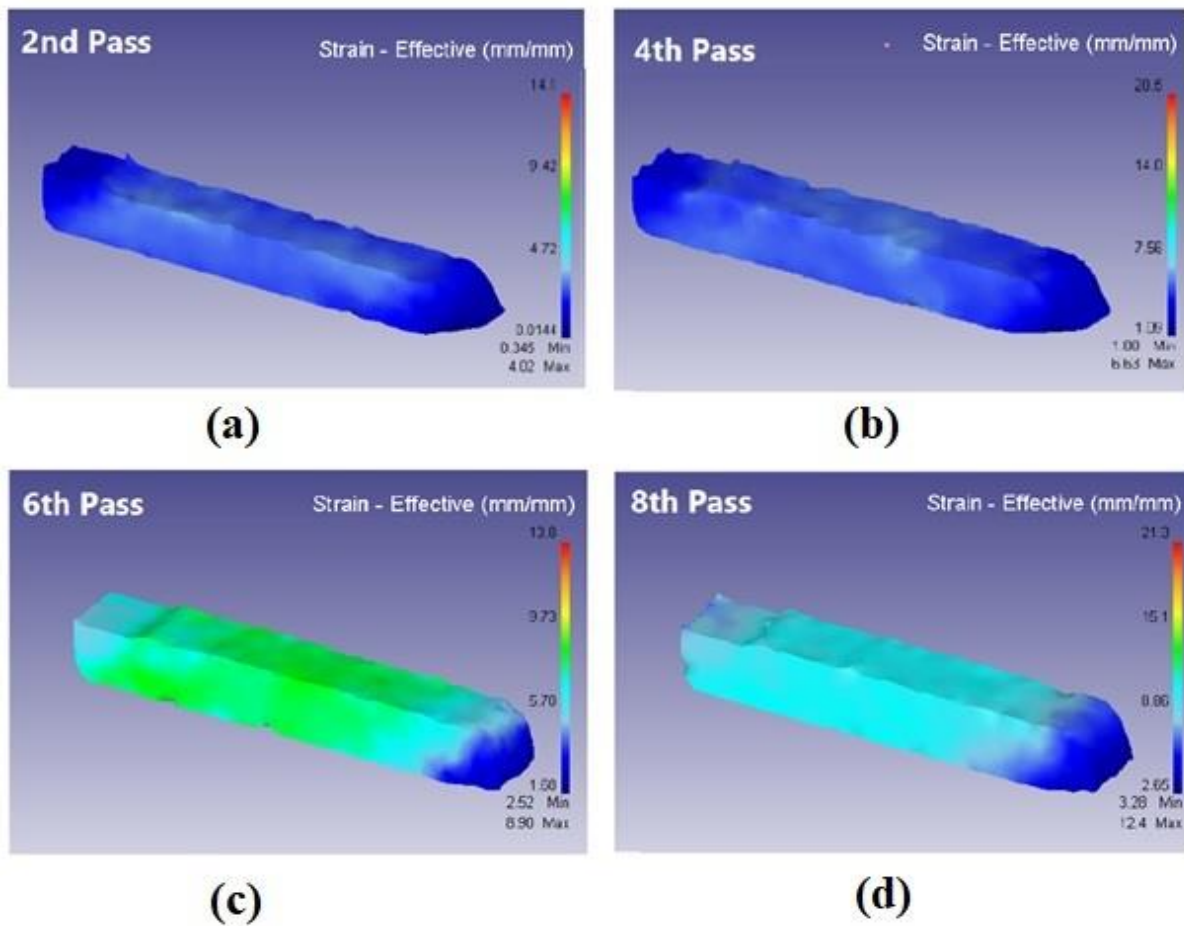


Figure 3.2.27: Distribution de la déformation effective le long des billettes pour différentes passes ECAP selon la route E.

La Figure 3.2.28 rassemble, en fonction de nombre de passes, les valeurs de l'indice d'inhomogénéité (SII) pour les différentes routes de traitement ECAP. On remarque que la courbe de l'indice d'inhomogénéité pour la route C exhibe une évolution cyclique avec le nombre de passe tel que l'indice d'inhomogénéité diminue avec les passes paires (2, 4, 6 et 8) et augmente avec les passes impaires (3, 5 et 7). Ce comportement peut être expliqué par la compensation de l'amplitude de déformation du côté opposé après chaque deux passes consécutives. On constate également que la route A est distinguée par des valeurs d'indice d'inhomogénéité nettement élevées par rapport les autres routes. De plus, on remarque que

l'indice d'inhomogénéité (*SII*) pour la route A augmente à mesure que le nombre de passes augmente, contrairement aux autres routes où l'indice d'inhomogénéité diminue avec le nombre de passes. On peut donc affirmer que la route A n'est pas adéquate pour le traitement de notre alliage. Une inspection profonde de la Figure 3.2.28 montre que la route E présente des valeurs de l'indice d'inhomogénéité les plus basses par rapport aux autres routes. Ceci dénote que la route E est la plus adéquate pour le traitement de notre alliage, bien que de nombreux auteurs [85,139,153] ont utilisé la route B_C pour le traitement des alliages d'aluminium de la famille 6xxx (Al-Mg-Si). En effet, cette constatation ouvre une bonne perspective pour nous de penser de travailler avec la route E dans un travail prochain. On peut aussi remarquer sur la Figure 3.2.28 qu'une tendance à un état de saturation, où l'indice d'inhomogénéité ne s'améliore pas considérablement, commence à apparaître à partir de la quatrième passe pour la route B_C et à la cinquième passe pour la route E. ce résultat montre que 4 passes ECAP sont suffisantes pour atteindre une homogénéité raisonnable selon la route B_C et 5 passes selon la route E.

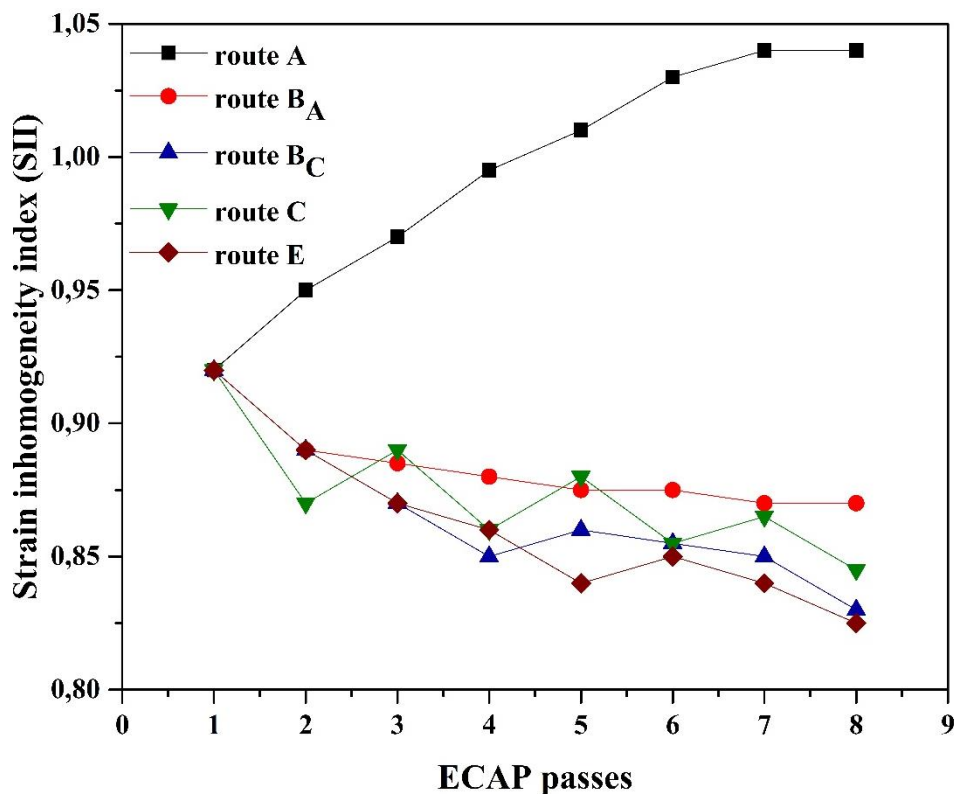


Figure 3.2.28: Evolution de l'indice d'inhomogénéité (*SII*) en fonction de nombre de passes pour les différentes routes de traitement ECAP.

3.2.8. Conclusion du chapitre

Nous avons présenté dans ce chapitre les résultats qui nous permet d'évaluer l'effet de la déformation plastique sévère ECAP sur un alliage d'aluminium 6063 contenant une proportion Ag. Les observations microstructurales ont montré un affinement important des grains obtenu après le processus ECAP où les grains deviennent fortement allongés le long de la direction d'extrusion et leur largeur a été diminuée. L'évaluation des propriétés mécaniques par la nanoindentation instrumentée a suggéré que l'addition Ag supprime le glissement des joints des grains (GBs) et conduit à l'apparition de la restauration dynamique au-delà de la deuxième passe. Les analyses DSC ont confirmé l'apparition de la restauration dynamique lors de processus ECAP. La caractérisation par DRX a révélé une tendance à un état de saturation au-delà de la première passe ECAP dû à l'apparition précoce de la restauration dynamique, ce qui laisse supposer que l'addition de Ag a stabilisé la microstructure ECAP. L'évaluation des contraintes résiduelles et les états de durcissement après la première passe ECAP a mis en évidence la distribution non uniforme de la déformation plastique près de la surface de la billette où la surface de la billette est totalement dominée par des contraintes de compression avec différentes magnitudes et la partie inférieure de la surface de la billette montre l'état de durcissement le plus faible. L'uniformité de la répartition de la déformation plastique s'améliore avec la pénétration en profondeur dans la première passe et l'augmentation de nombre de passes ECAP en raison de la relaxation des contraintes de compression et la diminution de la grande région avec un faible état de durcissement située à la partie inférieure de la surface de la billette. La simulation par la méthode des éléments finis a révélé que l'utilisation de dispositif ECAP amélioré où un curseur mobile est incorporé dans la partie inférieure a conduit à une amélioration importante de l'homogénéité de déformation par rapport au dispositif conventionnel et que la route de traitement a un impact significatif sur la répartition de la déformation où la route E s'est révélée la plus homogène.

Conclusion générale

La présente thèse traite le comportement mécanique et structural dans un alliage d'aluminium 6063 contenant une faible proportion d'Argent (Ag). Nous nous sommes dans un premier temps intéressés à analyser la cinétique de précipitation de la phase β'' en des conditions de traitements thermiques isothermes et non isothermes de l'alliage dans un état initialement non déformé. L'analyse détaillée des résultats expérimentaux permet de faire certains commentaires dont les principaux sont énoncés ci-après :

1. Le modèle de Johnson-Mehl-Avrami (JMA) peut être utilisé avec succès pour décrire la cinétique de précipitation de la phase β'' en des conditions de traitements isothermes. Ce modèle peut être également adopté à travers le concept d'additivité pour évaluer la cinétique de précipitation de la phase β'' en des conditions de traitements non isothermes.
2. L'évaluation de la cinétique de micro-dureté en fonction du temps de revenu a montré que le niveau maximum de micro-dureté est obtenu après un revenu à température de 175°C, ce qui affirme que cette température est la température optimale pour le vieillissement thermique de l'alliage contenant Ag.
3. Les analyses des thermogrammes de DSC ont montré que l'addition de Ag entraîne la formation d'une phase métastable supplémentaire pré- β'' , ce qui a modifié la séquence de précipitation habituellement rencontrée dans les alliages Al-Mg-Si.
4. L'analyse de la cinétique non isotherme a révélé deux valeurs différentes de l'indice d'Avrami ($n = 1$ et 0.7) pour la phase β'' , ce qui laisse suggérer que la précipitation de cette phase se déroule en deux processus différents lors du chauffage continu.
5. L'analyse de la cinétique de précipitation isotherme présente une valeur d'indice d'Avrami similaire à celle obtenue au stade final de transformation lors de l'analyse non isotherme ($n = 0.7$), ce qui montre que le mécanisme de précipitation de la phase β'' est essentiellement le même pour les deux conditions de traitements thermiques.
6. Les valeurs des énergies d'activation évaluées à partir du modèle de cinétique montre que la précipitation de la phase β'' est principalement contrôlée par la migration des atomes de Mg et Si et que la cinétique de précipitation de cette phase est accélérée par la formation de la phase précurseur pré- β'' .

Conclusion générale

7. Les analyses des thermogrammes DSC après le vieillissement naturel ont montré la disparition de la phase pré- β'' que la cinétique de précipitation de la phase β'' est décélérée à cause de la dissolution de la phase précurseur pré- β'' .

Dans la deuxième partie de ce travail de thèse, nous avons montré le comportement de notre alliage après application d'une déformation plastique sévère ECAP. Nous avons ensuite étendu cette étude en mettant en évidence l'hétérogénéité de la déformation plastique engendrée par ECAP. En se basant sur l'ensemble des résultats obtenus. Les principales conclusions peuvent être résumées comme suit :

1. L'analyse microstructurale réalisée a montré que le procédé ECAP engendre un raffinement important des grains; les grains deviennent considérablement allongés le long de la direction d'extrusion et leur largeur a diminué largement.
2. L'évaluation des propriétés mécaniques par la nanoindentation instrumentée suggère que l'addition de Ag a affecté le mécanisme de déformation plastique en supprimant le glissement des joints des grains (GBs) et entraînant l'apparition la restauration dynamique au-delà de deuxième passe. L'apparition de la restauration dynamique lors de procédé ECAP a été confirmée par les analyses DSC.
3. La caractérisation microstructurale par la diffraction des rayons X a révélé une tendance à la saturation en densité de dislocations au-delà de la première passe en raison de l'apparition précoce de la restauration dynamique due à la ségrégation de Ag sur les joints des grains engendrée par la première passe ECAP, ce qui indique que l'addition de Ag a stabilisé la microstructure de ECAP.
4. L'évaluation des contraintes résiduelles et les états de durcissement après la première passe ECAP a montré une hétérogénéité de déformation plastique près de la surface de la billette. Cette hétérogénéité de déformation plastique diminue avec la pénétration en profondeur dans la première passe et l'augmentation du nombre de passes ECAP.
5. Les tentatives de simulation par éléments finis avec le code DEFORM ont montré que l'incorporation d'un curseur mobile dans la partie inférieure de dispositif ECAP peut être une solution pour améliorer l'homogénéité de déformation. Par ailleurs, l'homogénéité de déformation dépend fortement de la route de traitement où la route E s'est révélé la plus homogène.

Conclusion générale

Les résultats présentés ci-dessus nous permettent d'inspirer des perspectives de développement, permettant d'approfondir nos travaux de recherche sur les cinétiques de précipitation et la déformation plastique sévère. Pour cela nous proposons :

1. Une caractérisation microstructurale par le Microscope Electronique à Transmission (MET) des phases nanométriques durcissantes ayant lieu durant les traitements thermiques et tout particulièrement la phase pré- β'' issue de l'addition de Ag.
2. Faisant varier la température de mise en solution, ces travaux permettront d'approfondir la compréhension de la cinétique de précipitation de la phase β'' .
3. Prise en compte de logiciel MatCalc afin de tracer le diagramme d'équilibre de système quaternaire Al-Mg-Si-Ag et de simuler la cinétique de précipitation de la phase β'' en des conditions isothermes et non isothermes.
4. Une investigation par la sonde atomique tomographique pour la mise en évidence de la ségrégation de l'Argent (Ag) sur les joints de grains engendrée par le procédé ECAP.
5. Analyse de la texture cristallographique en fonction de nombre de passes ECAP par la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron Back Scattered Diffraction, EBSD) et par la diffraction des rayons X (DRX).
6. Une investigation par le microscope à force atomique (AFM) pour la mise en évidence de glissement des joints de grains lors de la déformation. Cette expérimentation peut être complétée une analyse EBSD pour de déterminer les systèmes de glissement.
7. Les résultats de la simulation à l'aide de code DEFORM ont montré que l'homogénéité de déformation peut être améliorée par l'incorporation d'un curseur mobile dans dispositif ECAP et que la route E est la plus homogène. On pourrait ainsi envisager de réaliser le dispositif ECAP amélioré et de travailler avec la route E.
8. Il serait intéressant de soumettre l'alliage étudié à d'autres techniques SPD comme ARB et HPT et comparer les résultats avec ceux du présent travail.

Bibliographie

- [1] E. O. Hall, The deformation and ageing of mild steel III Discussion of results, Proc. Phys. Soc. Sect. B. 64, 1951, pp.747. doi:10.1088/0370-1301/64/9/303.
- [2] N. J. Petch, The cleavage strength of polycrystals, Journal of the Iron and Steel Institute, Vol.174, 1953, pp 25-28.
- [3] R.Z. Valiev, T.G. Langdon, Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement, Prog. Mater. Sci. 51, 2006, pp 881–981. doi:10.1016/j.pmatsci.2006.02.003.
- [4] V.M. Segal, V.I. Reznikov, A.E. Drobyshevski, V.I.Kopylov, Plastic Working of Metals by Simple Shear. Russian Metallurgy, 1, 1981, pp 99-105.
- [5] D. Granholt, Precipitate Structure Changes during Overaging in an Al-Mg-Si Alloy, p145, Thèse de doctorat : Métallurgie : Norvège, Université des Sciences et de la Technologie de Norvège : 2012.
- [6] J.E. Hatch, Aluminium: properties and physical metallurgy, American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 1984.
- [7] J.E.Hatch. Aluminum properties and physical metallurgy, American Society for Metals (1993).
- [8] Materials Properties Handbook: Properties and selection: Nonferrous alloys and special-purpose material, Volume 2, ASM International, 1992.
- [9] Y. Shen, Comportement et endommagement des alliages d'aluminium 6061-T6 : Approche micromécanique, p 234, Thèse de doctorat : Mécanique des matériaux : Paris, École nationale supérieure des mines de Paris : 2012.
- [10] Q. Puydt, Comportement mécanique de soudures en alliage d'aluminium de la série 7xxx : de la microstructure à la modélisation de la rupture, p 175, Thèse de doctorat : Mécanique des matériaux : Grenoble, université de Grenoble : 2012.

Bibliographie

- [11] J. Asensio-Lozano, B. Suárez-Peña, G.F.V. Voort, Effect of processing steps on the mechanical properties and surface appearance of 6063 aluminium extruded products, *Materials (Basel)*. 7, 2014, pp 4224–4242. doi:10.3390/ma7064224.
- [12] N.C.W. Kuijpers, Kinetics of the β -AlFeSi to α -Al(FeMn)Si transformation in Al-Mg-Si alloys, Thèse de doctorat, Université de technologie de Delft (2004).
- [13] C. Flament, Etude des évolutions microstructurales sous irradiation de l'alliage d'aluminium 6061-T6, p 230. Thèse de doctorat : Mécanique : Grenoble, Université Grenoble Alpes, 2016.
- [14] W. Rekik, Etude de la ténacité d'une soudure en undermatch : Application à la tenue mécanique de la jonction soudée FE en Al 6061-T6, p 250. Thèse de doctorat : Mécanique : Poitiers, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique-Poitiers : 2016.
- [15] L. Lodgaard, N. Ryum, Precipitation of dispersoids containing Mn and / or Cr in Al – Mg – Si alloys, 283, 2000, pp 144–152. Doi: [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(00\)00734-6](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)00734-6).
- [16] S.K. Panigrahi, R. Jayaganthan, V. Pancholi, M. Gupta, A DSC study on the precipitation kinetics of cryorolled Al 6063 alloy, *Mater. Chem. Phys.* 122, 2010, pp 188–193. doi:10.1016/j.matchemphys.2010.02.032.
- [17] S.K. Panigrahi, R. Jayaganthan, Influence of solutes and second phase particles on work hardening behavior of Al 6063 alloy processed by cryorolling, *Mater. Sci. Eng. A.* 528, 2011, pp 3147–3160. doi:10.1016/j.msea.2011.01.010.
- [18] A. Serizawa, S. Hirosawa, T. Sato, Three-Dimensional Atom Probe Characterization of Nanoclusters Responsible for Multistep Aging Behavior of an Al-Mg-Si Alloy, 39, 2008. doi:10.1007/s11661-007-9438-5.
- [19] F. De Geuser, W. Lefebvre, D. Blavette, 3D atom probe study of solute atoms clustering during natural ageing and pre-ageing of an Al-Mg-Si alloy, *Philos. Mag. Lett.*, 2006. doi:10.1080/09500830600643270.
- [20] G.A. Edwards, K. Stiller, G.L. Dunlop, M.J. Couper, The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys, *Acta Mater.* 46, 1998, pp 3893–3904. doi:10.1016/S1359-6454(98)00059-7.

- [21] M. Murayama, K. Hono, M. Saga, M. Kikuchi, Atom probe studies on the early stages of precipitation in Al-Mg-Si alloys, *Mater. Sci. Eng. a-Structural Mater. Prop. Microstruct. Process.* 250, 1998, pp 127–132. doi:Doi 10.1016/S0921-5093(98)00548-6.
- [22] M. Murayama, K. Hono, Pre-precipitate clusters and precipitation processes in Al-Mg-Si alloys, *Acta Mater.* 47, 1999, pp 1537–1548. doi:10.1016/S1359-6454(99)00033-6.
- [23] S. Pogatscher, H. Antrekowitsch, H. Leitner, T. Ebner, P.J. Uggowitzer, Mechanisms controlling the artificial aging of Al-Mg-Si Alloys, *Acta Mater.* 59, 2011, pp 3352–3363. doi:10.1016/j.actamat.2011.02.010.
- [24] K. Matsuda, T. Kawabata, Y. Uetani, T. Sato, A. Kamio, S. Ikeno, HRTEM observation of G.P zones and metastable phase in Al-Mg-Si alloys, *Materials Science Forum*, 2000, pp 331-337. doi: <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.331-337.989>.
- [25] C.D. Marioara, S.J. Andersen, J. Jansen, H.W. Zandbergen, The influence of temperature and storage time at RT on nucleation of the β'' phase in a 6082 Al-Mg-Si alloy, *Acta Mater.* 51, 2003, pp 789–796. doi:10.1016/S1359-6454(02)00470-6.
- [26] A.M. Ali, A.F. Gaber, K. Matsuda, S. Ikeno, Investigation and characterization of the nanoscale precipitation sequence and their kinetics in Al-1.0% Mg₂Si-0.4 wt% Si-0.5Cu (wt%) alloy, *Mater. Chem. Phys.* 147, 2014, pp 461–468. doi:10.1016/j.matchemphys.2014.05.015.
- [27] H.W. Zandbergen, S.J. Andersen, J. Jansen, Structure Determination of Mg₅Si₆, Particles in Al by Dynamic Electron Diffraction Studies, 277 (1997). Doi: 10.1126/science.277.5330.1221.
- [28] P.M. Derlet, S.J. Andersen, C.D. Marioara, A. Frøseth, A first-principles study of the β'' -phase in Al – Mg – Si alloys, *Journal of Physics: Condensed Matters* 14, 2002, pp 4011–4024. Doi: 10.1063/1.3269714.
- [29] S.Hasting, G.Froseth, J.Andersen, Composition of β'' precipitates in Al-Mg-Si alloys by atom probe tomography and first principles calculations. *J Appl Phys* 106, 2009. doi: <http://dx.doi.org/10.1063/1.3269714>.

- [30] R. Vissers, M.Huis, J.Jansen, H.Zandbergen, C.Marioara, J.Andersen, The crystal structure of the β' phase in Al – Mg – Si alloys, *Acta Mater* 55, 2007, pp 3815–3823. doi:10.1016/j.actamat.2007.02.032.
- [31] I. Dutta, S.M. Allen, A calorimetric study of precipitation in commercial aluminium alloy 6061, *Journal of Materials Science Letters* 10, 1991, pp 323-326. Doi: <https://doi.org/10.1007/BF00719697>.
- [32] C.Qian, X.Quan, Z.Feng-Juan, C.Dong-Meng, L.Xu-Zhen, First principles calculation of electronic structure of Mg_2Si with doping. *International Forum on Information Technology and applications*, 2009.
- [33] A. Gaber, M.A. Gaffar, M.S. Mostafa, E.F.A. Zeid, Precipitation kinetics of Al-1.12 Mg_2Si -0.35 Si and Al-1.07 Mg_2Si -0.33 Cu alloys, *J. Alloys Compd.* 429, 2007, pp 167–175. doi:10.1016/j.jallcom.2006.04.021.
- [34] J.H. Kim, C. Daniel Marioara, R. Holmestad, E. Kobayashi, T. Sato, Effects of Cu and Ag additions on age-hardening behavior during multi-step aging in Al-Mg-Si alloys, *Mater. Sci. Eng. A.* 560, 2013, pp 154–162. doi:10.1016/j.msea.2012.09.051.
- [35] H. Zhang, Z. Zheng, Y. Lin, Effects of Ag addition on the microstructure and thermal stability of 6156 alloy, *J Mater Sci*, 2012, pp 4101–4109. doi:10.1007/s10853-012-6264-y.
- [36] Y. Zou, K. Matsuda, T. Kawabata, Y. Himuro, S. Ikeno, Effects of Ag on Age-hardening behaviour of Al-Mg-Si alloys, in: *Proceedings of the 9th International Conference on Aluminium Alloys*, 2004, pp. 539–544.
- [37] J. Nakamura, K. Matsuda, T. Kawabata, T. Sato, Y. Nakamura, S. Ikeno, Effect of silver addition on the β' -phase in Al-Mg-Si-Ag alloy, *Mater. Trans.* 51, 2010, pp 310–316. Doi :<https://doi.org/10.2320/matertrans.MC200911>.
- [38] J. Nakamura, K. Matsuda, T. Sato, C.D. Marioara, S.J. Andersen, R. Holmestad, S. Ikeno, The crystal structure of the β' -phase including Ag in Al-Mg-Si-Ag alloy, *Adv. Mater. Res.* 409, 2012, pp 67–70. Doi :<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.409.67>.
- [39] K. Matsuda, S. Ikeno, T. Sato, Y. Uetani, New quaternary grain boundary precipitate in Al-Mg-Si alloy containing silver, *Scr. Mater.* 55, 2006, pp 127–129. doi : <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2006.03.064>.

- [40] A. Gaber, K. Matsuda, A.M. Ali, Y. Zou, S. Ikeno, DSC and HRTEM investigation of the precipitates in Al–1.0%Mg 2 Si–0.5%Ag alloy, *Mater. Sci. Technol.* 20, 2004, pp 1627–1631. doi:10.1179/026708304X6086.
- [41] A.M. Ali, A.F. Gaber, K. Matsuda, S. Ikeno, The structure and kinetics of the nanoscale precipitation processes in Al-1.0 wt pct Mg2Si-0.4 wt pct Mg-0.5 wt pct Ag alloy, *Metall. Mater. Trans. A* 44, 2013, 5234–5240. doi :https://doi.org/10.1007/s11661-013-1862-0.
- [42] Y. Weng, Z. Jia, L. Ding, Y. Pan, Y. Liu, Q. Liu, Effect of Ag and Cu additions on natural aging and precipitation hardening behavior in Al-Mg-Si alloys, *J. Alloys Compd.* 695, 2017, pp 2444–2452. doi:10.1016/j.jallcom.2016.11.140.
- [43] C.D. Marioara, S.J. Andersen, J. Jansen, H.W. Zandbergen, The influence of temperature and storage time at RT on nucleation of the β'' phase in a 6082 Al-Mg-Si alloy, *Acta Mater.* 51, 2003, pp 789-795. Doi: 10.1016/S13559-6454(02)00470-6.
- [44] X. Sauvage, S. Lee, K. Matsuda, Z. Horita, Origin of the influence of Cu or Ag micro-additions on the age hardening behavior of ultra fine-grained Al-Mg-Si alloys, 710, 2017, pp 199–204. doi:10.1016/j.jallcom.2017.03.250.
- [45] W.A. Johnson, R.F. Mehl, Reaction Kinetics in Processes of Nucleation and Growth, *Trans. Am. Inst. Mining Metall. Eng.* 135, 1939, pp 416–458.
- [46] M. Avrami, Kinetics of phase change. I: General theory, *J. Chem. Phys.* 7, 1939, pp 1103–1112. doi:10.1063/1.1750380.
- [47] M. Avrami, Kinetics of phase change. II Transformation-time relations for random distribution of nuclei, *J. Chem. Phys.* 8, 1940, pp 212–224. doi:10.1063/1.1750631.
- [48] M. Avrami, Granulation, phase change, and microstructure kinetics of phase change. III, *J. Chem. Phys.* 9, 1941, pp 177–184. doi:10.1063/1.1750872.
- [49] A.N. Kolmogorov, On the statistical theory of metal crystallization, *Izv. Akad. Nauk SSSR Ser. Mat.* 3, 1937, pp 355 360.
- [50] K. Barmak, A commentary on: “Reaction kinetics in processes of nucleation and growth,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 41, 2010, pp 2711–2712. doi:10.1007/s11661-010-0421-1.

- [51] M. Hillert, Discussion of a commentary on reaction kinetics in processes of nucleation and growth,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 42, 2011, pp 3241. doi:10.1007/s11661-011-0780-2.
- [52] I.L. Mirkin: *Sbornik Trudov, Moskovskogo Instituta Stali*, No. 10, 1938.
- [53] A.P. Miodownik, N. Saunders, Modelling of materials properties in duplex stainless steels, *Mater. Sci. Technol.* 18, 2002, pp 861–868. doi:10.1179/026708302225004694.
- [54] J.W. Christian, *The Theory of Transformations in Metals and Alloys*, 3rd ed., Pergamon, Oxford, 2002.
- [55] M.L. Sumpter, Johnson-Mehl-Avrami kinetics of intracellular ice formation in confluent tissue constructs, p 144. Thèse de Doctorat: Mécanique: Georgia: Georgia Institute of Technology: 2004.
- [56] J. Yan, Strength Modelling of Al-Cu-Mg Type Alloys, P 230. Thèse de doctorat: Science des matériaux: Southampton: Université de Southampton, 2006.
- [57] J.M. Criado, A. Ortega, metal glasses: simultaneous exponent n of the JMA kinetic law, 35, 1987, pp 1715–1721.
- [58] W. Sha, Application of simple practical models for early stage ageing precipitation kinetics and hardening in aluminium alloys, *Mater. Des.* 28, 2007, pp 528–533. doi:10.1016/j.matdes.2005.08.012.
- [59] J. B. Austin, R. L. Rickett. Kinetics of the decomposition of austenite at elevated temperatures. *Trans. Am. Inst. Min. Engrs.* 135, 1939, pp 396.
- [60] E. S. Lee, Y. G. Kim. A transformation kinetic model and its application to Cu-Zn-Al shape memory alloys. I- Isothermal conditions. *Acta metall mater.* 38 (9), 1990, pp 1669-1676.
- [61] R. Badji, M. Bouabdallah, B. Bacroix, C. Kahloun, K. Bettahar, N. Kherrouba, Effect of solution treatment temperature on the precipitation kinetic of σ -phase in 2205 duplex stainless steel welds, *Mater. Sci. Eng. A.* 496, 2008, pp 447–454. doi:10.1016/j.msea.2008.06.024.

Bibliographie

- [62] R. Badji, N. Kherrouba, B. Mehdi, B. Cheniti, M. Bouabdallah, C. Kahloun, B. Bacroix, Precipitation kinetics and mechanical behavior in a solution treated and aged dual phase stainless steel, *Mater. Chem. Phys.* 148, 2014, pp 664–672. doi:10.1016/j.matchemphys.2014.08.032.
- [63] J.W. Cahn, Transformation kinetics during continuous cooling, *Acta Metall.* 4, 1956, pp 572–575. doi:10.1016/0001-6160(56)90158-4.
- [64] V. E. Scheil, Start-up time of the austenite transformation, *Archive for the iron and steel industry.* 8, 1935, pp 565-567.
- [65] E.B. Hawbolt, B. Chau, J.K. Brimacombe, Kinetics of Austenite-Pearlite Transformation in Eutectoid Carbon Steel., *Metall. Trans. A, Phys. Metall. Mater. Sci.* 14 A, 1983, pp 1803–1815. doi:10.1007/BF02645550.
- [66] J.W. Elmer, T.A. Palmer, W. Zhang, B. Wood, T. DebRoy, Kinetic modeling of phase transformations occurring in the HAZ of C-Mn steel welds based on direct observations, *Acta Mater.* 51, 2003, pp 3333–3349. doi:10.1016/S1359-6454(03)00049-1.
- [67] S. Malinov, Z. Guo, W. Sha, A. Wilson, Differential Scanning Calorimetry Study and Computer Modeling of $\beta \Rightarrow \alpha$ Phase Transformation in a Ti-6Al-4V Alloy, 32, 2001.
- [68] N. Kherrouba, M. Bouabdallah, R. Badji, D. Carron, M. Amir, Beta to alpha transformation kinetics and microstructure of Ti-6Al-4V alloy during continuous cooling, *Mater. Chem. Phys.* 181, 2016, pp 462–469. doi:10.1016/j.matchemphys.2016.06.082.
- [69] N. Kherrouba, Étude expérimentale et modélisation des cinétiques de transformation de phase dans un alliage de titane, p 153. Thèse de doctorat : Métallurgie : Alger : Ecole Nationale Polytechnique, 2017. <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-01710754>.
- [70] R.Z. Valiev, A. V Korznikov, R.R. Mulyukov, Structure and properteis of UFG materials produced by SPD, *Mater. Sci. Eng. A.* 168, 1993, pp 141–148. doi:10.1016/0921-5093(93)90717-S.
- [71] P.W. Bridgman, On torsion combined with compression, *J. Appl. Phys.* 14, 1943, pp 273–283. doi:10.1063/1.1714987.
- [72] G. Langford, M. Cohen Strain hardening of iron by severe plastic deformation. *ASM Transactions quarterly*, Vol. 62 (3) pp. 623, 1969.

- [73] H.J Rack, M. Cohen, Strain hardening of iron-titanium alloys at very large strains. *Materials Science and Engineering A*, Vol. 6 (5) pp. 320–326, 1970.
- [74] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov, Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation, *Progress in Materials Science*. 45, 2000, 103-189. doi: [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(99\)00007-9](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00007-9).
- [75] J. Gil Sevillano, P. van Houtte, E. Aernoudt, Large strain work hardening and textures, *Prog. Mater. Sci.* 25, 1980, pp 69–134. doi:10.1016/0079-6425(80)90001-8.
- [76] L. Sun, K. Muszka, B.P. Wynne, E.J. Palmiere, The effect of strain path reversal on high-angle boundary formation by grain subdivision in a model austenitic steel, *Scr. Mater.* 64, 2011, pp 280–283. doi:10.1016/j.scriptamat.2010.10.004.
- [77] J. Zrnik, S. V Dobatkin, I. Mamuzic, Pressing of metals by severe plastic deformation (SPD)-structure and mechanical properties respond, *Journal of Metallurgy*. 47, 2008, pp 211–216. doi:10.4135/9781446200872.
- [78] S. Frint, M. Hockauf, P. Frint, M.F.X. Wagner, Scaling up Segal’s principle of Equal-Channel Angular Pressing, *Mater. Des.* 97, 2016, pp 502–511. doi:10.1016/j.matdes.2016.02.067.
- [79] V.M. Segal, Materials processing by simple shear, *Mater. Sci. Eng. A*. 197, 1995, pp 157–164. doi:10.1016/0921-5093(95)09705-8.
- [80] Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, principle of ECAP.pdf, 35, 1996, pp 143–146.
- [81] I.F. Lee, T.Q. Phan, L.E. Levine, J.Z. Tischler, P.T. Geantil, Y. Huang, T.G. Langdon, M.E. Kassner, Using X-ray microbeam diffraction to study the long-range internal stresses in aluminum processed by ECAP, *Acta Mater.* 61, 2013, pp 7741–7748. doi:10.1016/j.actamat.2013.09.013.
- [82] Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon, An investigation of microstructural evolution during equal-channel angular pressing, *Acta Mater.* 45, 1997, pp 4733–4741. doi:10.1016/S1359-6454(97)00100-6.

- [83] K. Furuno, H. Akamatsu, K. Oh-Ishi, M. Furukawa, Z. Horita, T.G. Langdon, Microstructural development in equal-channel angular pressing using a 60° die, *Acta Mater.* 52, 2004, pp 2497–2507. doi:10.1016/j.actamat.2004.01.040.
- [84] Z. Horita, T. Fujinami, M. Nemoto, T. G. Langdon, Improvement of mechanical properties for Al alloys using equal-channel angular pressing, *J. Mater. Process. Technol.* 169, 2005, pp 242–248. doi:10.1016/j.jmatprotec.2005.03.012.
- [85] C. Reyes-Ruiz, I.A. Figueroa, C. Braham, J.M. Cabrera, I. Alfonso, G. Gonzalez, Texture and Lattice Distortion Study of an Al-6061-T6 Alloy Produced by ECAP, *Mater. Trans.* 56, 2015, pp 1781–1786. doi:10.2320/matertrans.M2015200.
- [86] M. Nemoto, Z. Horita, M. Furukawa, T.G. Langdon, Equal-channel angular pressing: A novel tool for microstructural control, *Met. Mater.* 4, 1998, pp 1181–1190. doi:10.1007/BF03025992.
- [87] Y. Huang, T.G. Langdon, Advances in ultrafine-grained materials, *Mater. Today.* 16, 2013, pp 85–93. doi:10.1016/j.mattod.2013.03.004.
- [88] T.G. Langdon, Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement, *Acta Mater.* 61, 2013, pp 7035–7059. doi:10.1016/j.actamat.2013.08.018.
- [89] M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, R.Z. Valiev, T.G. Langdon, Microstructural characteristics of an ultrafine grain metal processed with equal-channel angular pressing, *Mater. Charact.* 37, 1996, pp 277–283. doi:10.1016/S1044-5803(96)00131-3.
- [90] C.X. Huang, K. Wang, S.D. Wu, Z.F. Zhang, G.Y. Li, S.X. Li, Deformation twinning in polycrystalline copper at room temperature and low strain rate, *Acta Mater.* 54, 2006, pp 655–665. doi:10.1016/j.actamat.2005.10.002.
- [91] A.P. Zhilyaev, B.K. Kim, G. V. Nurislamova, M.D. Baró, J.A. Szpunar, T.G. Langdon, Orientation imaging microscopy of ultrafine-grained nickel, *Scr. Mater.* 46, 2002, pp 575–580. doi:10.1016/S1359-6462(02)00018-0.
- [92] C. Reyes-Ruiz, I.A. Figueroa, C. Braham, J.M. Cabrera, O. Zanellato, S. Baiz, G. Gonzalez, Residual stress distribution of a 6061-T6 aluminum alloy under shear deformation, *Mater. Sci. Eng. A.* 670, 2016, pp 227–232. doi:10.1016/j.msea.2016.06.016.

Bibliographie

- [93] C. Reyes-Ruiz, I.A. Figueroa, C. Braham, J.M. Cabrera, O. Zanellato, S. Baiz, G. Gonzalez, Deformation Heterogeneity Study of a 6061-T6 Aluminum Alloy Processed by Equal Channel Angular Pressing, *Mater. Sci. Forum.* 905, 2017, pp 40–45. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.905.40.
- [94] S. M. Chentouf, Elaboration et caractérisation structurale d'alliage à mémoire de forme haute température de type: Cu-Al-Ni, p 90, Thèse de magistère : Métallurgie : Alger, Ecole Nationale Polytechnique : 1998.
- [95] W.C. Oliver, G.M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, *J. Mater. Res.* 7, 1992, pp 1564–1583. doi: <https://doi.org/10.1557/JMR.1992.1564>.
- [96] H.M. Rietveld, A profile refinement method for nuclear and magnetic structures, *J. Appl. Cryst.* 2, 1969, pp 65-71. doi: <https://doi.org/10.1107/S0021889869006558>.
- [97] A. Sari, Influence du fer sur la stabilité structurale d'une zircone yttrée synthétisée par broyage à haute énergie, p 110, Thèse de Doctorat : Science des matériaux : Alger, Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumédiène : 2015.
- [98] L. Lutterotti, P. Scardi, Simultaneous structure and size-strain refinement by the rietveld method, *J. Appl. Crystallogr.* 23, 1990, pp 246–252. doi:10.1107/S0021889890002382.
- [99] <http://maud.radiographema.eu/>
- [100] G. Caglioti, A. Paoletti and F.P. Ricci, Choice of collimators for crystal spectrometers for neutron diffraction, *Nuclear Instruments and Methods*, 3, 1958, pp 223-228. doi:10.1016/0369-643X(58)90029-X.
- [101] National Institute of Standards & Technology, Certificate of Standard Reference Material 640c, Silicon Powder, September 2000, pp1-4.
- [102] L. Lutterotti, MAUD tutorial - Instrumental Broadening Determination (2006).
- [103] V. Hauk (Ed.), *Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods*, Elsevier, Amsterdam, 1997.
- [104] <http://www.deform.com/>

- [105] A. Kodwichian, P. Juijerm, Characterization and Optimized Ageing Parameters of Aluminium Alloy AA6110, *Adv. Mater. Res.* 931–932, 2014, 312–316. doi:10.4028/www.scientific.net/AMR.931-932.312.
- [106] J. Kongthep, P. Juijerm, Kinetics of precipitation hardening phase in aluminium alloy AA 6110, *Mater. Sci. Technol.* 30, 2014, pp 1815–1819. doi:10.1179/1743284713Y.0000000488.
- [107] M.I. Daoudi, A. Triki, A. Redjaimia, DSC study of the kinetic parameters of the metastable phases formation during non-isothermal annealing of an Al-Si-Mg alloy, *J. Therm. Anal. Calorim.* 104, 2011, pp 627–633. doi:10.1007/s10973-010-1099-8.
- [108] M. Stipcich, A. Cuniberti, V. Nosedo Grau, Electrical resistometry study of an AlMgSi alloy under artificial aging, *J. Alloys Compd.* 542, 2012, pp 248–252. doi:10.1016/j.jallcom.2012.07.031.
- [109] S. Esmacili, D.J. Lloyd, W.J. Poole, A yield strength model for the Al-Mg-Si-Cu alloy AA6111, *Acta Mater.* 51, 2003, pp 2243–2257. doi:10.1016/S1359-6454(03)00028-4.
- [110] M. Werinos, H. Antrekowitsch, E. Kozeschnik, T. Ebner, F. Moszner, J.F. Löffler, P.J. Uggowitzer, S. Pogatscher, Ultrafast artificial aging of Al-Mg-Si alloys, *Scr. Mater.* 112, 2016, pp 148–151. doi:10.1016/j.scriptamat.2015.09.037.
- [111] A.R. Eivani, A.K. Taheri, Modeling age hardening kinetics of an Al-Mg-Si-Cu aluminum alloy, *J. Mater. Process. Technol.* 205, 2008, 388–393. doi:10.1016/j.jmatprotec.2007.11.195.
- [112] A. Saboori, M. Pavese, C. Badini, A.R. Eivani, Studying the age hardening kinetics of A357 aluminum alloys through the Johnson–Mehl–Avrami theory, *Met. Powder Rep.* 72, 2017, pp 420–424. doi:10.1016/j.mprp.2016.08.006.
- [113] S.P. Chen, K.M. Mussert, S. van der Zwaag, Precipitation kinetics in A16061 and in an A16061-alumina particle composite, *J. Mater. Sci.* 33, 1998, pp 4477–4483. doi:10.1023/A:1004414413800.
- [114] Y. Aouabdia, A. Boubertakh, S. Hamamda, Precipitation kinetics of the hardening phase in two 6061 aluminium alloys, *Mater. Lett.* 64, 2010, pp 353–356. doi:10.1016/j.matlet.2009.11.014.

Bibliographie

- [115] H.E. Kissinger, Reaction Kinetics in Differential Thermal Analysis, *Anal. Chem.* 29, 1957, pp 1702–1706. doi:10.1021/ac60131a045.
- [116] T. Ozawa, Kinetic analysis of derivative curves in thermal analysis, *J. Therm. Anal.* 2, 1970, pp 301–324. doi:10.1007/BF01911411.
- [117] P.G. Boswell, On the calculation of activation energies using a modified Kissinger method, *J. Therm. Anal.* 18, 1980, pp 353–358. doi:10.1007/BF02055820.
- [118] M.J. Starink, The determination of activation energy from linear heating rate experiments: A comparison of the accuracy of isoconversion methods, *Thermochim. Acta.* 404, 2003, pp 163–176. doi:10.1016/S0040-6031(03)00144-8.
- [119] N. Afify, A. Gaber, M.S. Mostafa, G. Abbady, Influence of Si concentration on the precipitation in Al-1 at.% Mg alloy, *J. Alloys Compd.* 462, 2008, pp 80–87. doi:10.1016/j.jallcom.2007.08.043.
- [120] S. Nandy, K. Kumar Ray, D. Das, Process model to predict yield strength of AA6063 alloy, *Mater. Sci. Eng. A.* 644, 2015, pp 413–424. doi:10.1016/j.msea.2015.07.070.
- [121] O. Djema, M. Bouabdallah, R. Badji, A. Saadi, N. Kherrouba, A. Sahli, Isothermal and non-isothermal precipitation kinetics in Al–Mg–Si–(Ag) alloy, *Mater. Chem. Phys.* 240, 2020, pp 122073. doi:10.1016/j.matchemphys.2019.122073.
- [122] B.N. Lucas, W.C. Oliver, Indentation power-law creep of high-purity indium, *Metall. Mater. Trans. A.* 30, 1999, pp 601–610. doi:10.1007/s11661-999-0051-7.
- [123] Megumi Kawasaki, Han-Joo Lee, In-Chul Choi, Jae-il Jang, Byungmin Ahn and Terence G Langdon, Evolution of hardness , microstructure , and strain rate sensitivity in a Zn-22 % Al eutectoid alloy processed by high-pressure torsion Evolution of hardness , microstructure , and strain rate sensitivity in a Zn-22 % Al eutectoid alloy processed by high-pressure torsion, 2014. doi:10.1088/1757-899X/63/1/012101.
- [124] Megumi Kawasaki, Han-Joo Lee, Jae-il Jang, Byungmin Ahn and Terence G Langdon, Nano- and Micro-mechanical Properties of Ultrafine-Grained Materials Processed by Severe Plastic Deformation Techniques, 2016.

- [125] R.A. Vasin, F.U. Enikeev, M.I. Mazurski, Determination of the strain rate sensitivity of a superplastic material at constant load test, *Mater. Sci. Eng. A.* 224, 1996, pp 131–135. doi: [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(96\)10555-4](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(96)10555-4).
- [126] D. Tabor, *The hardness of metals* Oxford University Press, London, 1951.
- [127] V. Maier, B. Merle, M. Göken, K. Durst, An improved long-term nanoindentation creep testing approach for studying the local deformation processes in nanocrystalline metals at room and elevated temperatures, 2013. doi:10.1557/jmr.2013.39.
- [128] E. V Bobruk, X. Sauvage, N.A. Enikeev, B.B. Straumal, R.Z. Valiev, Mechanical behavior of ultrafine-grained, 2015, pp 45–51.
- [129] A.S. Khan, C.S. Meredith, Thermo-mechanical response of Al 6061 with and without equal channel angular pressing (ECAP), *Int. J. Plast.* 26, 2010, pp 189–203. doi:10.1016/j.ijplas.2009.07.002.
- [130] T. Suo, Y. Chen, Y. Li, C. Wang, X. Fan, Materials Science & Engineering A Strain rate sensitivity and deformation kinetics of ECAPed aluminium over a wide range of strain rates, *Mater. Sci. Eng. A.* 560, 2013, pp 545–551. doi:10.1016/j.msea.2012.09.100.
- [131] C. Wang, C. Zhang, L. Wang, Z. Tang, T. Suo, Investigation on mechanical behaviour of ECAPed 2A12 aluminium alloy, 02009, 2015, pp 1–5. doi:10.1051/epjconf/20159402009.
- [132] L.W. Meyer, M. Hockauf, I. Schneider, Compressive behaviour of ultrafine-grained AA6063T6 over a wide range of strains and strain rates, 2007, pp191–199.
- [133] N.Q. Chinh, T.G. Langdon, Flow processes at low temperatures in ultrafine-grained aluminum, 434, 2006, pp 326–334. doi:10.1016/j.msea.2006.07.014.
- [134] Nguyen Q. Chinh, Tamás Csanádi, Tivadar Gyori, Ruslan Z. Valiev, Boris B. Straumal, Megumi Kawasaki, Terence G. Langdon, Strain rate sensitivity studies in an ultrafine-grained Al – 30 wt .% Zn alloy using micro- and nanoindentation, 543, 2012, pp 117–120. doi:10.1016/j.msea.2012.02.056.
- [135] P. Feldner, B. Merle, M. Göken, Determination of the strain-rate sensitivity of ultrafine-grained materials by spherical nanoindentation,, 2017. doi:10.1557/jmr.2017.69.

- [136] A. Böhner, V. Maier, K. Durst, H.W. Ho, M. Go, Macro- and Nanomechanical Properties and Strain Rate Sensitivity of Accumulative Roll Bonded and Equal Channel Angular Pressed Ultrafine-Grained Materials, 2011, pp 251–255. doi:10.1002/adem.201000270.
- [137] S. Far, N. Lecis, M. Vedani, Aging behaviour of Al-Mg-Si alloys subjected to Severe Plastic Deformation by ECAP and Cold Asymmetric Rolling, 2011 doi:10.1155/2011/959643.
- [138] T. Khelfa, M. A. Rekik, J. M. Cabrera-Marrero, M. Khitouni, Structure and microstructure evolution of Al – Mg – Si alloy processed by equal-channel angular pressing, 2017. doi:10.1007/s00170-017-0282-5.
- [139] M. Vedani, G. Angella, P. Bassani, D. Ripamonti, A. Tuissi, DSC analysis of strengthening precipitates in ultrafine Al – Mg – Si alloys, 87, 2007, pp 277–284.
- [140] N. Kumar, P.N. Rao, R. Jayaganthan, H. Brokmeier, Effect of cryorolling and annealing on recovery , recrystallisation , grain growth and their influence on mechanical and corrosion behaviour of 6082 Al alloy, Mater. Chem. Phys. 165, 2015, 177–187. doi:10.1016/j.matchemphys.2015.09.014.
- [141] U.G. Gang, Y.S. Lee, K.T. Park, W.J. Nam, Microstructural Evolution during Annealing of 5052 Al Alloy Deformed At Cryogenic Temperature, 126, 2007, 1393–1396. doi:10.4028/www.scientific.net/SSP.124-126.1393.
- [142] T. Ungár, Microstructural parameters from X-ray diffraction peak broadening, 51, 2004, pp 777–781. doi:10.1016/j.scriptamat.2004.05.007.
- [143] M.S.S. Saravanan, S.P.K. Babu, Synthesis, Characterization, and ECAP Consolidation of Carbon Nanotube Reinforced AA 4032 Nanocrystalline Composites Produced by High Energy Ball Milling, 137, 2015, pp 1–9. doi:10.1115/1.4029196.
- [144] A. Rebhi, T. Makhlof, N. Njah, Y. Champion, J. Couzinié, Characterization of aluminum processed by equal channel angular extrusion : Effect of processing route, Mater. Charact. 60, 2009, pp 1489–1495. doi:10.1016/j.matchar.2009.08.004.
- [145] P. Taylor, R.E. Smallman, K.H. Westmacott, Stacking faults in face-centred cubic metals and alloys, 2010, pp 37–41.

Bibliographie

- [146] J. Chen, Y.N. Shi, K. Lu, Strain rate sensitivity of a nanocrystalline Cu–Ni–P alloy, 2005, pp 2955–2959. doi:10.1557/JMR.2005.0387.
- [147] Y.H. Zhao, H.W. Sheng, K. Lu, Microstructure evolution and thermal properties in nanocrystalline Fe during mechanical attrition, 49, 2001, pp 365–375.
- [148] T. Khelfa, M. A. Rekik, J. A. Muñoz-Bolaños, J. M. Cabrera-Marrero, M. Khitouni, Microstructure and strengthening mechanisms in an Al-Mg-Si alloy processed by equal channel angular pressing, 2017.
- [149] Ying Chena, Nong Gaob, Gang Shac, Simon P. Ringer, Marco J. Starink, Microstructural evolution, strengthening and thermal stability of an ultrafine- grained Al-Cu-Mg alloy Ying Chen, 2016, pp 1–32.
- [150] N.N. Krishna, R. Tejas, K. Sivaprasad, K. Venkateswarlu, Study on cryorolled Al – Cu alloy using X-ray diffraction line profile analysis and evaluation of strengthening mechanisms, Mater. Des. 52, 2013, pp 785–790. doi:10.1016/j.matdes.2013.05.095.
- [151] H. Sanati, F. Reshadi, G. Faraji, N. Soltani, E. Zalnezhad, Evaluation of residual stress in ultrafine-grained aluminum tubes using shearography, Proc. Inst. Mech. Eng. Part B J. Eng. Manuf. 229, 2015, pp 953–962. doi:10.1177/0954405414534432.
- [152] P. Juijerm, I. Altenberger, B. Scholtes, Fatigue and residual stress relaxation of deep rolled differently aged aluminium alloy AA6110, 426, 2006, pp 4–10. doi:10.1016/j.msea.2005.11.064.
- [153] C. Xu, M. Furukawa, Z. Horita, T.G. Langdon, The evolution of homogeneity and grain refinement during equal-channel angular pressing : A model for grain refinement in ECAP, 398, 2005, pp 66–76. doi:10.1016/j.msea.2005.03.083.
- [154] N. El Mahallawy, F.A. Shehata, M. Abd El. Hameed, M. I, Abd El Aal, H.M. Kim, 3D FEM simulations for the homogeneity of plastic deformation in Al – Cu alloys during ECAP, 527, 2010, pp 1404–1410. doi:10.1016/j.msea.2009.10.032.
- [155] V.M. Segal, Method and apparatus for intensive plastic deformation of flat billets; US-Patent (5,850,755). 1998: US-Patent (5,850,755).
- [156] V.M. Segal, Engineering and commercialization of equal channel angular extrusion (ECAE), Mater. Sci. Eng. A. 386, 2004, PP 269–276. doi:10.1016/j.msea.2004.07.023.