

Université Mohamed Khider – Biskra
Faculté des Sciences et de la technologie
Département : Génie Mécanique
Réf :.....



جامعة محمد خيضر بسكرة
كلية العلوم والتكنولوجيا
قسم: الهندسة الميكانيكية
المرجع:.....

Thèse présentée en vue de l'obtention
Du diplôme de
Doctorat en sciences
Spécialité : **Génie Mécanique**

Option : Métallurgie

**Effet des traitements de vieillissement sur l'évolution
de la structure et les propriétés mécaniques des fils en
alliages d'aluminium (AGS) tréfilés à L'ENICAB.**

Présentée par :
Bayarassou Mokhtar

Soutenue publiquement le :28 /10 / 2018

Devant le jury composé de :

Mr. Abdelouahad CHALA	Professeur	Président	Université de Biskra
Mr. Mosbah ZIDANI	Professeur	Rapporteur	Université de Biskra
Mr. Rachid BENBOUTA	Professeur	Examineur	Université de Batna2
Mr. Mourad BRIOUA	Professeur	Examineur	Université de Batna2

Dédicaces

Je dédie ce travail à :

*L'être qui m'est le cher au monde, à
celle qui a ou donné pour que je sois ce que
je suis aujourd'hui, **ma mère.***

*Celui qui à fait tout son possible pour
me voir réussir dans ma vie, **mon père.***

Mes frères :

Et

Ma sœur

A ma femme et mes enfants.

Tous mes amis sans exception.

Remerciements

Je remercie tout d'abord le grand puissant Dieu qui m'a éclairé le chemin pour réaliser ce modeste travail.

*Mes remerciements vont d'abord à mon directeur de thèse, le Pr. **Mosbah ZIDANI**, Professeur à l'université de BISKERA, qu'il trouve ici ma sincère reconnaissance pour sa patience, ses compétences, ses remarques et suggestions pertinentes. Son œil critique m'a été très précieux pour structurer et améliorer la qualité de ce travail;*

Je tiens à remercier les membres du jury pour l'intérêt porté à cette thèse :

- *Monsieur **A. CHALA** Professeur à l'université de BISKERA, qui m'a honoré par sa présence en qualité de président de jury;*
- *Monsieur **Rachid BENBOUJA**, Professeur à l'université de BATNA, qu'il trouve ici ma sincère reconnaissance de bien vouloir accepter de juger le travail;*
- *Monsieur **Mourad BRIOUA**, Professeur à l'université de BATNA, pour l'honneur qu'il m'a accordé en acceptant de participer à ce jury;*

J'adresse mes sincères remerciements et ma profonde gratitude aux membres de l'école nationale supérieure des mines et métallurgie d'ANNABA – ENSMM qui m'ont accueillie au sein de leur groupe pour compléter mes travaux,

*Je remercie infiniment Monsieur **Saïd MECHACHTI**, Professeur à l'Université d'Annaba et Chef de département de Génie des Matériaux à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines et de la Métallurgie Annaba, pour ses conseils et sa patience ainsi que son apport considérable lors des analyses expérimentales par MO et les mesures de la micro dureté*

Je suis également très reconnaissant à Monsieur le responsable du laboratoire de DRX à l'université de BISKERA.

Je n'oublie pas de remercier ma femme pour son aide durant toutes ces années.

Enfin je remercie tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Table des matières

Dédicace.....	i
Remerciement	ii
Liste des figures	iii
Liste des tableaux	viii
Nomenclature	x
Introduction générale	1

Chapitre I : Généralités sur les alliages d'aluminium

I.1 Introduction	3
I.1.1 Historique	3
I.1.2 Aluminium	4
I.2 Les caractéristiques d'aluminium	4
I.2.1 Légèreté.....	4
I.2.2 La conductivité électrique et thermique	5
I.2.3 La tenue à la corrosion	5
I.2.4 Aptitudes aux traitements de surfaces	5
I.3 Utilisation d'aluminium et de ses alliages	5
I.4 Propriétés générales des alliages d'aluminium	6
I.4.1 Résistance à chaud	7
I.4.2 Les éléments d'addition dans les alliages d'aluminium	7
I.4.2 a : Effet spécifique du cuivre (Cu)	7
I.4.2 b : Effet spécifique du magnésium (Mg)	8
I.4.3 Mise en forme de l'aluminium	9
I.4.4 Soudage de l'aluminium	9
I.4.5 Résistance à la corrosion de l'aluminium	9
I.4.6 Résistances comparées de différentes nuances	10
I.5 Les alliages à base d'aluminium	11
I.5.1 Les séries principales et la désignation numérique	11
I.5.2 Alliages Al–Mg–Si	12

I.6 Fabrication de l'aluminium et de ses alliages	13
I.6.1 Minerai	13
I.6.2 Production d'alumine	13
I.6.3 Production de l'aluminium	13
I.7 Procédé de fabrication de l'aluminium	15
I.8 Applications des alliages d'Aluminium	16
I.8.1 Alliages industriels d'aluminium	16
I.8.2 Les alliages Al-Mg-Si et l'industrie d'automobiles	17
Références bibliographie	18

Chapitre II : Processus technologique de tréfilage des fils en Alliage d'aluminium

II.1 Introduction	20
II.2 Préambule	21
II.3 Outils et équipements industriels du tréfilage	22
II.3.1 Machine simple	24
II.3.2 Le lubrifiant	24
II.4 Matériaux mis en forme	26
II.4.1 Classification des fils	26
II.4.2 La filière	26
II.4.3 Les machines multiples	27
II.5 Systèmes de parfaite glissement.....	28
II.6 Plasticité des monocristaux	29
II.6.1 Déformation par glissement	31
II.6.2 Déformation par maclage	32
II.7 Texture de déformation par tréfilage	33
Références bibliographie	35

Chapitre III : Traitement de Vieillessement des Alliages d'Aluminium

III.1 Introduction	36
III.1.1 Traitements thermiques	36
III.2 Désignation conventionnelle des états de livraison ou états métallurgiques	36
III.3 Principaux types de traitements thermiques	38
III.3.1 Les traitements de trempe (ou durcissement) structurale	41
III.3.1.1 Traitements thermiques d'homogénéisation	41
III.3.1.2 Les traitements d'adoucissement par restauration ou recuit	41
III.3.2 Traitement de vieillissement	42
III.3.2.1 Vieillessement naturel (Maturation)	42
III.3.2.2 Vieillessement artificiel (Revenu)	42
III.3.3 Les Traitements thermiques de durcissement structural	42
III.3.3.1 Mise en solution	43
III.3.3.2 Trempe	43
III.4 Généralités sur les phénomènes de précipitation	43
III.4.1 La séquence de précipitation	44
III.4.2 Les phases précipitées	44
Les zones GP	44
La phase β ' '	45
La phase b'	45
La phase stable b	45
III.5 Mécanisme de durcissement dans les alliages d'aluminium	46
III.5.1 Durcissement d'écrouissage	46
III.5.2 Durcissement par précipitation	46
III.6 Influence d'une déformation plastique juste après trempes sur la précipitation dans les alliages Al.Mg.Si	46
III.7 Transformation de phases	48
III.7.1 Phases formées	49
III.7.2 Germination d'une nouvelle phase (germination primaire)	49

Références bibliographie	51
--------------------------------	----

Chapitre IV : Matériaux et technique et Expérimentale

IV.1. Introduction	52
IV.1.2 Choix de matériau étudié	52
IV.1.3 Analyse de la composition chimique	53
IV.2 Traitements thermiques.....	54
IV.3 Préparation des échantillons.....	55
IV.3.1 Polissage.....	55
IV.3.2 Attaques chimiques.....	56
IV.4 Méthodes expérimentales.....	57
IV.4.1 L'analyse micrographique(MO).....	57
IV.4.2 Analyse micro-dureté Vickers (Hv).....	58
IV.4.2.1 Principe de mesure	58
IV.4.2.2 Méthode de détermination de la fraction recristallisée	59
IV.4.3 Analyse par microscope électronique à balayage (MEB)	60
IV.4.4 Analyse par diffraction des rayons X	61
IV.4.4.1 Calcul du paramètre de maille	62
IV.4.4.2 Méthodes du calcul de la taille de grains	63
Références bibliographie	64

Chapitre V : Résultats et Discussions

V.1 Introduction	65
V.1.1 Etat brut	65
V.1.1.1 Microscope optique(MO)	65
V.1.1.2 Microscope électronique à balayage (MEB)	66
V.1.1.3 Analyse par diffraction des rayons X (pics)	68
V.1.1.4 la micro dureté (Hv).....	70
V.1.2 Etat de vieillissement artificiel à 200 C° pendant 04h et 20h.....	71

V.1.2.1 Microscope optique(MO)	71
V.1.2.2 Microscope électronique à balayage (MEB)	72
V.1.2.3 Analyse par diffraction des rayons X (pics)	74
V.1.2.4 la micro dureté (Hv).....	77
V.1.3.Etats d'homogénéisation à 550C° pendant 6h puis trempé a l'eau froide	81
V.1.3.1 Microscope optique(MO)	81
V.1.3.2 Microscope électronique à balayage (MEB)	82
V.1.3.3 Analyse par diffraction des rayons X (pics)	83
V.1.3.4 la micro dureté (Hv).....	84
V.1.4 Etats d'homogénéisation et puis un vieillissement artificiel à 200 C° pendant 04h et 20h	85
V.1.4.1 Microscope optique(MO)	85
V.1.4.2 Microscope électronique à balayage (MEB)	87
V.1.4.3 Analyse par diffraction des rayons X (pics)	89
V.1.4.4 la micro dureté (Hv).....	93
Références bibliographie	96
Conclusion	97
Annexe	99

Liste des figures

Figure I.1 : La variation de la résistance à chaud en de différentes nuances des alliages d’AL en fonction de la température 7

Figure I.2: Diagramme d’équilibre des phases Al-Cu 8

Figure I.3: Diagramme d’équilibre aluminium –Magnésium 9

Figure 1.4 : Couche naturelle d’oxyde d’aluminium 10

Figure I.5 : Principaux stades et flux dans la fabrication de produits en aluminium. 14

Figure. I.6 Procédé de fabrication de l’aluminium 15

Figure II.1. Principe de Tréfilage 21

Figure II.2. Schéma d’une passe de tréfilage et notations utilisées 22

Figure II.3: Machine de tréfileuses d’aluminium AGS (ENICAB Biskra). 23

Figure II.4. Schéma de principe d’une machine à tréfiler simple (mono passe) 24

Figure II.5 : Schéma d’une méthode de lubrification 25

Figure II.6: boite à savon (ENICAB Biskra). 26

Figure II.7. Schéma d’une filière de tréfilage 27

Figure II.8: Schéma représentant les contraintes normale σ et de cission τ 29

Figure II.9. Glissement simple (dans un whisker) de zinc 30

Figure II.10 Glissement double observé sur une éprouvette d’aluminium 31

Figure II.11. Représentation schématique des bondes de glissement 31

Figure II.12: Système glissement $\{111\}\{110\}$ dans une maille élémentaire C.F.C 32

Figure II.13 : Représentation schématique d’une macle mécanique. 33

Figure II.14: Changement de texture au cours du tréfilage des fils d’aluminium de diamètre 9,5 mm. 15% de réduction à chaque passe à une vitesse de 20 m/min 34

Figure III.1: la cristallisation d’un métal 50

Figure IV.1 : Le fil machine de l’alliage sous forme des bottes. 53

Figure .IV.2 D�f�rentes passes au niveau de la machine d'aluminium AGS (ENICAB Biskra).	53
Figure IV.3 : Four de traitement thermique.	55
Figure IV.4 : La polisseuse PHOENIX ALPHA d'ANALIS.	55
Figure IV.5 : Echantillons coup�s et enrob�s.	56
Figure IV.6 : Microscope optique	57
Figure IV.7 : Observation des microstructures au microscope optique � r�flexion d'une surface polie et attaqu�e chimiquement.	58
Figure IV.8 : Micro-durem�tre Vickers INNOVATEST,	59
Figure IV.9 : Principe de la mesure de micro duret� Vickers.	59
Figure IV.10 : Repr�sentation sch�matique de l'interaction entre un faisceau d'�lectrons et la surface d'un �chantillon.....	60
Figure. IV.11 : Microscope Electronique � Balayage	61
Figure IV.12 : Diffractom�tre de type PAN alytical X' Pert PRO	61
Figure IV.13 : Diffraction de rayon X par des plans d'atomes (A-A'et B-B').	62
Figure V.1 : Microstructure des fils (AGS) vieillis naturellement (Etat brut) $\epsilon=0\%$ Fil Machine (A) , $\epsilon_1 = 21,26\%$ (B) , $\epsilon_2 = 68,99\%$ (C) , $\epsilon_3 = 86,81\%$ (D)	66
Figure V.2 : Micrographies obtenues par MEB des fils (AGS) vieillis naturellement (Etat brut) (A) : Machine � fil (B) : $\epsilon_3 = 86,81\%$ (C) : Analyse par EDAX.....	67
Figure V.3 : Spectre de DRX d'un fil machine (AGS) vieillis naturellement (Etat brut).....	68
Figure V.4 : Spectre de DRX d'un fil tr�fil� ($\epsilon_3 = 86,81\%$) vieillis naturellement (Etat brut)	69
Figure V.5 : Superposition des spectres de DRX de fil machine et un fil d�form� ($\epsilon_3 = 86,81\%$) vieillis naturellement (Etat brut) (A) : pics (111) et (200) / (B) : pics (220) et (311)	70

Figure V.6: Courbes d'évolution de la micro dureté (Hv) du fil d'aluminium tréfilé à froid vieilli naturellement (état brut) en fonction de la déformation (ϵ)	71
Figure V.7 : Microstructure des fils (AGS) vieilli naturellement puis suivi par un vieillissement Artificiel à : (200 C° 04h) $\epsilon = 0\%$ Fil Machine (A), $\epsilon_1 = 21,26\%$ (B) $\epsilon_2 = 68,99\%$ (C), $\epsilon_3 = 86,81\%$ (D).....	72
Figure V.8 Micrographies obtenues par MEB des fils (AGS) vieilli naturellement puis suivi par vieillissement artificiel à : (200 C° 4h) (A) : Fil Machine (B) $\epsilon_3 = 86,81\%$	73
Figure V.9 : Micrographies obtenues par MEB des fils (AGS) vieilli naturellement puis suivi par un vieillissement artificiel à (200 ° C 20h) (A): fil à Machine. (B): $\epsilon_3 = 86,81\%$	74
Figure V.10 : Spectre de DRX d'un fil machine vieilli naturellement (état brut) puis suivi par un vieillissement artificiel à (200 C° 4h).	75
Figure V.11 : Spectre de DRX d'un fil tréfilé à froid (86.81%) vieilli naturellement (état brut) puis suivi par un vieillissement artificiel à (200 C° 4h)	75
Figure V.12: Spectre de DRX d'un fil machine vieilli naturellement (état brut) puis suivi par un vieillissement artificiel à (200 C ° 20h)	76
Figure V.13 Spectre de DRX d'un fil tréfilé à froid ($\epsilon_3 = 86,81\%$) vieilli naturellement (état brut) puis suivi par un vieillissement artificiel à (200 C ° 20h)	77
Figure V.14 : Courbes d'évolution de la micro dureté du fil d'aluminium tréfilé à froid vieilli naturellement (état brut) puis suivi par un vieillissement artificiel à : (200 C° 04h) en fonction de la déformation	78
Figure V.15 : Courbes d'évolution de la micro dureté du fil d'aluminium tréfilé à froid un vieilli naturellement (état brut) puis suivi par un vieillissement artificiel à :(200 C° 20h) en fonction de la déformation	78
Figure V.16 Courbe d'évolution de la micro dureté du fil d'aluminium tréfilé à froid et vieilli naturellement puis suivi par un vieillissement artificiel à 200°C en fonction des déformations par tréfilage.....	79

Figure V.17 : Courbe d'évolution de la dureté du fil d'aluminium tréfilé à froid et vieilli naturellement puis suivi par un vieillissement artificiel à 200°C en fonction de temps.....	80
Figure V.18 : Microstructure des fils (AGS) homogénéisé à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau froide : $\varepsilon = 0\%$ Fil Machine (A), $\varepsilon_1 = 21,26\%$ (B), $\varepsilon_2 = 68,99\%$ (C), $\varepsilon_3 = 86,81\%$ (D)	81
Figure V.19 Micrographies obtenues par MEB des fils (AGS)'homogénéisé à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau froide : (A) : Fil Machine (B) $\varepsilon_3 = 86,81\%$	82
Figure V.20 : Spectre de DRX de fil machine (AGS) Homogénéisé à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau froide.....	83
Figure V.21 : Spectre de DRX de fil (AGS) tréfilé à froid (86.81%) homogénéisé à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau froide	83
Figure V.22 : Courbes d'évolution de la micro dureté du fil d'aluminium tréfilé à froid homogénéisé à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau en fonction de la déformation par tréfilage	85
Figure V.23 : Microstructure des fils (AGS) Homogénéisé à 550 ° C pendant 6 heures puis trempé dans l'eau froide et vieilli artificiellement à (200°C 04h) $\varepsilon = 0\%$ Fil Machine (A), $\varepsilon_1 = 21,26\%$ (B), $\varepsilon_2 = 68,99\%$ (C), $\varepsilon_3 = 86,81\%$ (D)	86
Figure V.24 Microstructure des fils (AGS) homogénéisé à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau puis vieilli artificiellement à (200 C° 20h) : $\varepsilon = 0\%$ Fil Machine (A), $\varepsilon = 21,26\%$ (B), $\varepsilon_2 = 68,99\%$ (C), $\varepsilon_3 = 86,81\%$ (D)	87
Figure V.25 Micrographies obtenues par MEB des fils (AGS) homogénéisé à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau froide puis un vieillissement artificiel à (200 C° 4h) (A) : Fil Machine (B) : $\varepsilon_3 = 86,81\%$	88
Figure V.26 Micrographies obtenues par MEB des fils (AGS) homogénéisé à 550C°pendant 6heurs et trempé à l'eau froide puis un vieillissement artificiel à (200 C° 20h) (A) : Fil Machine (B) $\varepsilon_3 = 86,81\%$	89

Figure V.27 : Spectre de DRX de fil Machine (AGS) homogénéisé à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau froide puis vieilli artificiellement (200 ° C 4h).....	90
Figure V.28 : Spectre de DRX de fil (AGS) tréfilé à froid (86.81%) homogénéisé à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau froide puis vieilli artificiellement (200 ° C 4h)	91
Figure V.29 : Spectre de DRX de fil Machine(AGS) homogénéisé à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau puis vieilli artificiellement à (200 C° 20h)	92
Figure V.30 : Spectre de DRX de fil (AGS) tréfilé à froid (86.81%) homogénéisé à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau puis vieilli artificiellement à (200 C° 20h)	92
Figure V.31 : Courbes d'évolution de la micro dureté du fil d'aluminium tréfilé à froid homogénéisé à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau froide et vieillissement artificiel à : (200 C° 04h) en fonction de la déformation.....	93
Figure V.32 : Courbes d'évolution de la micro dureté du fil d'aluminium tréfilé à froid homogénéisé à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau froide et Vieillissement artificiel à : (200 C° 20h)en fonction de la déformation	94
Figure V.33 : Courbe d'évolution de la micro dureté du fil en Al tréfilé homogénéisé à 550C° pendant 6h et trempé à l'eau puis vieilli à 200°C pendant (4h, 20) en fonction des déformations par tréfilage.....	95
Figure V.34 : Courbe d'évolution de la micro dureté du fil en Al tréfilé homogénéisé à 550C° pendant 6h et trempé à l'eau puis vieilli à 200°C en fonction de temps	95

Liste des tableaux

Tableau I.1 Résistances des différentes nuances des alliages d'aluminium 11

Tableau I.2 Désignation numérique et phases principales des alliages à base d'aluminium .. 11

Tableau II.1 : Classification des fils suivant leurs diamètres 26

Tableau II.2: Principaux systèmes de glissement observés 28

Tableau II.3: Systèmes de glissement pour les différents métaux 32

Tableau III.1: Séries de traitements thermiques standards 37

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

Tableau .IV.1 : Déformations de des fils 52

Tableau IV.2 : Composition chimique du Matériau 53

Tableau IV.3 : Propriétés mécaniques et électrique de l'alliage. 54

Tableau V.1 : déplacement des pics dans le sens des grands angles 70

NOMENCLATURE

α	La phase de solution solide sursaturée
β, β'	Les phases de précipitation
ϵ	Taux de déformation (%)
CFC	Cubique à face centré
S.S.S	Solution Solide Sursaturée
Zones GP	Zones de Guinier et Preston
Al	Aluminium
Mg	Magnésium
Si	silicium
Fe	Fer
a	Paramètre cristallin (Å)
Al6061	L'alliage Al-Mg-Si
Hv	Microdureté Vickers
RX	Diffraction des rayons X
MEB	Microscope électronique à balayage
EDAX	Analyse de dispersion d'énergie aux rayons X

I*ntroduction ***Générale**

Introduction

Les matériaux en général et les métaux en particulier jouent un rôle important dans tout développement industriel ou progrès technologique. Compte tenu des exigences de l'industrie moderne, de nombreux programmes de recherche sont en cours pour le développement d'autres matériaux plus efficaces et moins coûteux tels que : composites, céramiques, polymères ... etc., mais les alliages métalliques occupent toujours une place importante car les caractéristiques de ces derniers s'améliorent jour après jour grâce à la recherche. L'aluminium est l'un des matériaux non ferreux les plus utilisés dans l'industrie. Les alliages d'aluminium sont des alliages structuraux. Ils ont d'intéressantes propriétés métallurgiques et mécaniques, telles que leur bonne déformabilité.

Il est à noter qu'il existe plusieurs familles d'alliages d'aluminium qui diffèrent par leurs éléments d'addition. Nous nous concentrons dans ce travail sur les alliages Al-Mg-Si (série 6000), qui ont des propriétés mécaniques intéressantes. Ces alliages ont des propriétés thermodynamiques remarquables. Afin d'étudier l'influence du traitement thermique sur ce type d'alliage, qui permet de transformer les phases des matériaux à l'état solide.

Les propriétés mécaniques sont influencées de manière significative par les paramètres du processus tels que le vieillissement naturel anticipé, la vitesse de chauffage à la température finale de vieillissement et les conditions de vieillissement artificiel.

Le durcissement des alliages d'aluminium par précipitation est caractérisé par la connaissance qualitative de la séquence de précipitation et son influence sur leurs propriétés mécaniques.

Le but de cette thèse est d'étudier l'effet des traitements de vieillissement sur l'évolution de la structure et des propriétés mécaniques des fils en alliages d'aluminium (AGS) tréfilés à l'entreprise ENICAB sise à Biskra-Algérie et destinés au câblage électrique. Ces fils obtenus par un processus de tréfilage qui consiste à faire passer le fil machine à travers des tréfileuses de diamètre de plus en plus réduit pour aboutir au diamètre final choisi.

L'objectif étant de mieux gérer cette matière première (fil machine) réduit par le procédé de tréfilage pour parvenir à des fils de bonnes propriétés mécaniques. Le durcissement structural obtenu en fonction de la température et du temps de maintien ; est un phénomène de précipitation résultant de la décomposition de la solution solide sursaturée au cours du maintien isotherme qui est à l'origine du durcissement de l'alliage.

Pour mener à bien ce travail, plusieurs techniques expérimentales ont été utilisées, Ces techniques sont : la microscopie optique (MO), la microscopie électronique à balayage (MEB), la micro dureté (Hv) et la diffraction des rayons X (DRX).

La présente thèse est organisée comme suit :

Le premier chapitre s'intéresse à des notions générales sur les alliages d'aluminium et leurs domaines d'application. Le deuxième chapitre, présente la théorie de la mise en forme des matériaux par déformation plastique et en particulier le principe de tréfilage industriel à froid des fils d'aluminium AGS de type (AL6061).

Le troisième chapitre est consacré à une généralité sur les différents traitements thermiques de vieillissement et plus particulièrement le vieillissement naturel, artificiel et le traitement d'homogénéisation qui font l'objet de ce travail. Le quatrième chapitre présente le matériau étudié et les techniques expérimentales de préparation de mesure et de caractérisation utilisées.

Le cinquième chapitre présente les résultats expérimentaux obtenus par les différentes techniques qui concernent l'effet du traitement thermique de vieillissement (naturel, artificiel), traitement d'homogénéisation, l'évolution des propriétés mécaniques et également l'effet combiné de la déformation plastique et les traitements réalisés sur les transformations de phases qui se produisent dans l'alliage AGS et leurs interprétations.

En fin, nous terminons par une conclusion générale et des perspectives.

Chapitre -I-

Généralités sur les alliages d'aluminium

I.1 Introduction :

Ce chapitre se propose de rappeler quelques notions générales sur les alliages d'aluminium, les propriétés mécaniques, et l'utilisation de ces alliages dans le domaine de l'industrie.

L'élément aluminium a été découvert en 1825. C'est l'élément métallique le plus présent à la surface de la terre. Sa production ne représente que 2% environ de celle des aciers. Cependant, ce métal (et ses alliages) arrive en seconde position dans l'utilisation des matériaux métalliques. L'aluminium doit sa place à un ensemble de propriétés qui en font un matériau remarquable. Les conductivités électrique (62 % de celle du cuivre) et thermique de ce matériaux sont élevées. De plus, sa masse volumique de 2,7 g.cm⁻³ fait de lui un matériau léger et de ce fait très intéressant, notamment pour des applications dans le secteur de l'aéronautique. La bonne ductilité de l'aluminium et ses alliages, à l'état recuit, est liée à sa structure cristalline cubique à faces centrées. On peut aisément le mettre en forme par déformation plastique. Les alliages d'aluminium ont comme trait principal une excellente résistance à la corrosion. [1]

I.1.1 Historique :

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

L'aluminium est un élément métallique, parmi les métaux les plus abondants dans la croûte terrestre, c'est un élément du troisième groupe de la classification de Mendeleïev juste après le silicium et l'oxygène, dont le numéro atomique 13, la masse atomique 2698.7 kg/m³ (environ 27) et la structure cristalline de type cubique à faces centrées.

La seule source de ce métal c'est les bauxites qui sont des roches riches en aluminium (45 à 60%), La bauxite est le minerai le plus utilisé pour obtenir de l'alumine, matière intermédiaire nécessaire à la fabrication de l'aluminium et être la production d'aluminium par électrolyse d'alumine dans la cryolithe (Na₃AlF₆) fondue, à environ 1000°C dans une cuve comportant un garnissage intérieur en carbone. [2]

Aujourd'hui, l'aluminium et ses alliages occupent la deuxième place dans la construction industrielle de différentes pièces après le fer. Ils se trouvent dans une grande variété d'applications grâce à leurs excellentes propriétés mécaniques. En plus, la faible densité des alliages d'aluminium a une résistance notable à la déformation.

On note qu'il existe plusieurs familles d'alliages d'aluminium qui diffèrent par leurs éléments d'addition. Nous focalisons dans ce travail sur les alliages Al-Mg-Si (série 6000), qui possèdent des propriétés mécaniques intéressantes. Le problème de ces alliages est qu'ils subissent des changements mécaniques durant leur stockage à la température ambiante (vieillessement naturel). Ces alliages possèdent aussi des propriétés thermodynamiques remarquables.

Ce chapitre se propose de rappeler quelques notions générales sur les alliages d'aluminium, les propriétés mécaniques, et l'utilisation de ces alliages dans le domaine industriel.

I.1.2 Aluminium :

L'aluminium est le troisième élément le plus abondant juste après le silicium et l'oxygène. Sa production industrielle n'a commencé qu'au début du 20^{ème} siècle. Il est classé comme le métal le plus utilisé après le fer et les aciers [3].

L'aluminium est un métal blanc argenté très malléable, de masse volumique 2.7g/cm³, ses températures de fusion et d'ébullition sont 660°C, La bauxite est le minéral le plus utilisé dans l'obtention de l'alumine, matière intermédiaire nécessaire à la fabrication de l'aluminium, elle est formée par l'altération rapide des roches granitiques en climat chaud et humide. Cependant la séparation de l'aluminium du minéral est un procédé délicat. Le procédé utilisé dans l'industrie («Hall Héroult») est un procédé de purification électrolytique.

L'aluminium se prête facilement aux traitements de surface et à toutes modalités de soudage. Au chauffage il présente une aptitude au grossissement du grain, ce qui altère sa plasticité.

L'aluminium s'avère comme un bon conducteur d'électricité non magnétique, il résiste bien naturellement à la corrosion atmosphérique grâce à la formation d'une fine couche superficielle d'alumine Al₂O₃ qui le protège contre les ravages de l'air, de la température de l'humidité et des attaques chimiques. L'alumine est un composé très dur, mais à température ambiante l'alumine devient insoluble dans tous ses composés chimiques courants et mauvais conducteurs d'électricité.

I.2 Les caractéristiques d'aluminium

I.2.1 Légèreté

L'aluminium est plus léger, et présente des caractéristiques mécaniques très élevées, il est largement utilisé dans les transports terrestres rapides et la fabrication des carrosseries des véhicules. La production d'aluminium n'est seulement un peu plus 2 % de celle de l'acier ce métal et ses alliages qui en dérivent arrivent en second position en ce qui concerne la production et l'utilisation des matériaux métalliques. L'expérience montre que l'allégement obtenu avec une structure en alliage d'aluminium peut atteindre 50% par rapport à une structure équivalente en acier inoxydable [4].

I.2.2 La conductivité électrique et thermique

L'aluminium fournit une excellente prise électrique, et est utilisé de plus en plus pour les lignes à haute tension parce qu'un poids inférieur à celui du cuivre, et aussi il offre un fort pouvoir caloporteur comme l'utilisation dans des dispositifs de refroidissement [5].

I.2.3 La tenue à la corrosion

L'aluminium et ses alliages sont généralement une bonne tenue à la corrosion (atmosphérique, en milieu marin). L'aluminium est couramment utilisé par les architectes, ainsi que dans les bâtiments publics (La pyramide du Louvre « constituée de verre et de métal Toute offre de nombreuses possibilités de formes et de traitements de surface, des structures de construction, transformation de l'aluminium nécessite beaucoup d'entretien et de la résistance au fil du temps Cette bonne tenue à la corrosion alliée à sa faible densité a permis un développement des applications de l'aluminium dans le bâtiment. Les utilisateurs disposent ainsi :

- D'une durée de vie des équipements accrue. Il n'est pas rare de trouver intacts des toitures, des bardages, des équipements de portes, des bateaux..., vieux de plusieurs décennies [4,6].
- D'une esthétique pérenne. Les produits de corrosion de l'aluminium sont blancs et propices à traitements de coloration [6].

I.2.4 Aptitudes aux traitements de surfaces :

Les traitements de surfaces sur l'aluminium ont plusieurs objectifs parmi lesquels :

- La protection de certains alliages, quand leur résistance à la corrosion « naturelle »
- est jugée insuffisante.

- La pérennité de l'aspect en évitant la corrosion par piqûre ou le noircissement.
- La modification des propriétés de surface comme la dureté superficielle.
- La décoration du métal par anodisation puis colmatage pigmentaire.

I.3 Utilisation d'aluminium et de ses alliages :

L'aluminium et ses alliages sont utilisés dans tous les domaines que ce soit industriel ou dans l'usage quotidien : construction aéronautique, automobile, ferroviaire et navale (Superstructures et équipements), dans les bâtiments (toitures, façade, aménagements intérieur), dans l'industrie électrique (câble et appareillage) pour la fabrication des appareils ménagers, emballage, la décoration.

L'aluminium est peu utilisé à l'état brut sauf miroiterie du fait de sa faible résistance mécanique (au maximum 20Kg/mm²), d'où son utilisation sous forme d'alliages. En effet l'addition contrôlé des éléments d'alliages tels que, le cuivre, le silicium, le magnésium, le manganèse, le titane, le chrome, le zinc et le cobalt améliore les propriétés mécaniques.

I.4 Propriétés générales des alliages d'aluminium

L'utilisation des matériaux dépend de leurs disponibilités, leurs coûts, leurs facilités de mise en forme et leurs compatibilités avec l'environnement (propriétés mécaniques, et chimiques). Tout progrès technologique important est presque toujours lié au développement des matériaux soit par l'amélioration des propriétés mécanique ou par l'usinage de nouveaux matériaux L'aluminium commercialement pur possèdent à l'état recuit, des faibles propriétés mécaniques. Ces propriétés peuvent être améliorées considérablement par écrouissage, addition d'éléments d'alliage ou par traitements thermiques [5].

Les propriétés mécaniques des alliages étudiés, sont affectées par l'addition du cuivre et l'excès du silicium, ce dernier affecte aussi la stabilité structurale. Les propriétés mécaniques sont améliorées par réduction de la taille moyenne des grains, ainsi que par la dureté et la limite d'élasticité du matériau [6].

Ce type d'alliage a un intérêt technologique important surtout dans les applications nécessitant des matériaux légers possédant de bonnes caractéristiques mécaniques (industries automobile et aéronautique) [7].

Les alliages Al-Mg-Si-(Cu) présentant une bonne formabilité et une résistance remarquable à la corrosion [8], leur préparation industrielle veille généralement à ce qu'il y ait un rapport

stœchiométrique ($Mg/Si = 2/1$, soit 1,73/1 en masse) entre la concentration de Mg et celle de Si de façon à former la phase Mg_2Si [9].

Les éléments de transition, tels que Mn ou Cr et Fe, forment des dispersoïdes, parfois assez grossiers [10]. Leurs interfaces avec la matrice, constituent un site de germination préférentielle pour la phase durcissante [11].

Ils sont utilisés afin de contrôler la taille de grains et aussi pour détenir une bonne résistance de ces alliages. L'addition de ces éléments se fait généralement à des taux très faibles. Parmi les propriétés des alliages d'aluminium, citons ce qui suit :

I.4.1 Résistance à chaud

La résistance à chaud est faible au-delà de 100°C, sauf pour la série 2000 (Al-Cu) où l'on peut atteindre 300°C [5].

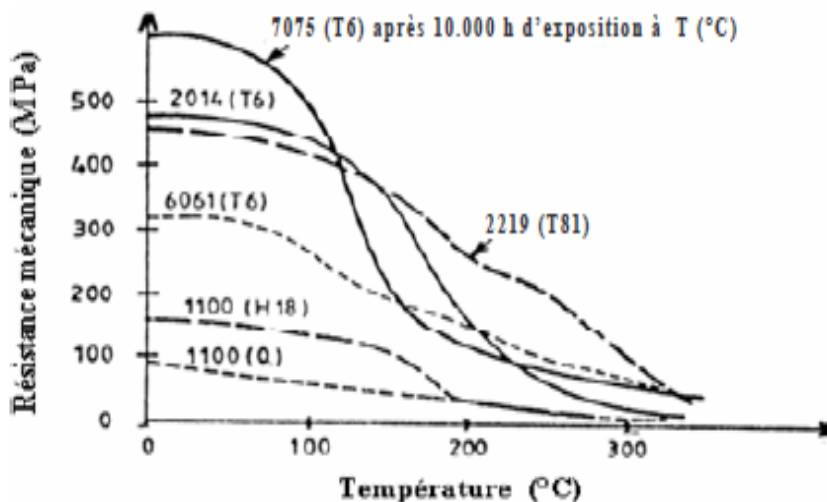


Figure I. 1 : La variation de la résistance à chaud en de différentes nuances des alliages d'AL en fonction de la température [5].

I.4.2 Les éléments d'addition dans les alliages d'aluminium :

a -Effet spécifique du cuivre (Cu)

Le cuivre (Cu) est l'un des principaux éléments alliés de l'aluminium de fonderie, et il contribue de façon marquée à améliorer la résistance mécanique et la dureté des alliages soumis à des traitements thermiques [12-13]. Tel qu'il est illustré sur le diagramme d'équilibre de phase Al-Cu (fig. I.2), la plus grande proportion de cuivre est présente en solution solide à l'intérieur de la matrice d'aluminium, avec une limite de solubilité à

l'équilibre du cuivre dans l'aluminium qui diminue de 5,5 % sur la courbe liquidus à 0,2% à la température de la pièce.

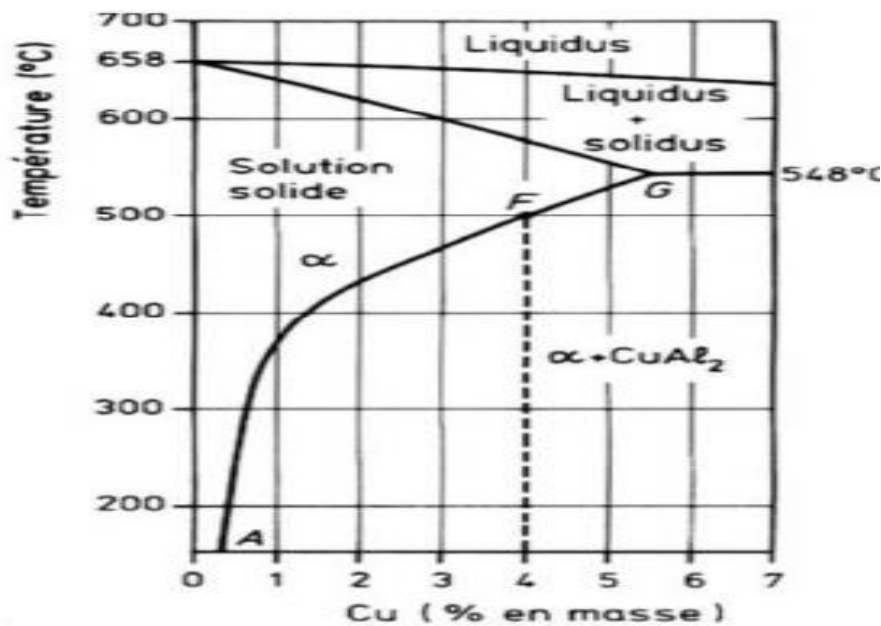


Figure I.2: Diagramme d'équilibre des phases Al-Cu [17].

b- Effet spécifique du magnésium (Mg) :

Le magnésium (Mg) est un élément de renforcement structural plus puissant que le cuivre, surtout dans la plage 0 à 0,4 en % d'éléments alliés d'addition. Le magnésium (Mg) est présent surtout sous la forme complexe Mg_2Si , dont une petite partie seulement va dans la matrice d'aluminium ou dans d'autres composés [13-15]. Tel que démontre sur le diagramme d'équilibre des phases Al-Mg (fig. I.3). La limite de solubilité du magnésium est relativement élevée, se situant à 17,4% à une température de 450 °C. Au-dessus de la limite de solubilité, le magnésium apparaît typiquement, comme un constituant primaire grossier,

Sous la forme de caractère d'écriture, doit subir des traitements thermiques pour que son effet soit pleinement observable [14].

Cela est prévisible puisque le magnésium agit principalement lors de la précipitation en solution solide. Les alliages contenant du magnésium subissent une augmentation importante de leur dureté avec le vieillissement structural. L'augmentation de la concentration en magnésium mène à une augmentation de la résistance mécanique et à une réduction de la ductilité, tandis que l'augmentation de la concentration en silicium a pour effet principal de réduire la ductilité [14,15].

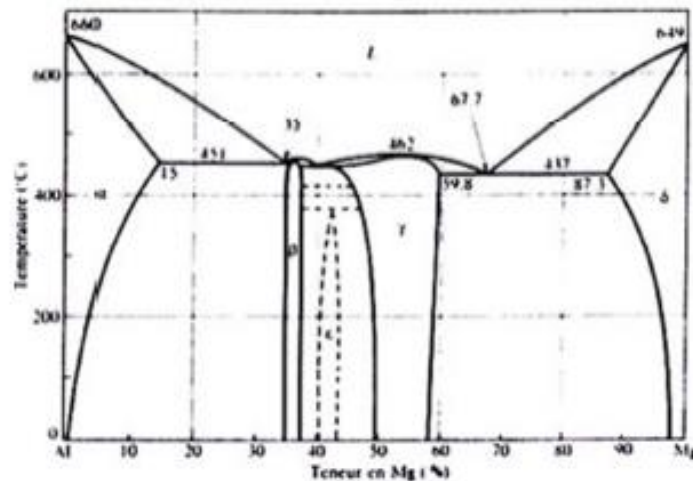


Figure I.3: Diagramme d'équilibre aluminium –Magnésium [16]

I.4.3 Mise en forme de l'aluminium

L'aluminium et ses alliages ont une température de fusion relativement basse. Les alliages d'aluminium sont faciles à laminier (coefficient d'écrouissage $n = 0.2$ à 0.3) [17], facile à emboutir. Par conséquent, le chaudronnage et le repoussage sont des opérations aisées.

Cependant, ces alliages sont très appropriés pour le filage à chaud, par exemple les alliages de la série 5000 (Al-Mg) où plusieurs dizaines de mètre par seconde peuvent être atteints en sortie de filière.

I.4.4 Soudage de l'aluminium

Le soudage est facile si l'on tient compte de la présence de la couche protectrice d'alumine. Les procédés sont donc des procédés sous gaz protecteur (TIG, MIG) ou sous vide (faisceaux d'électrons). Mais s'il n'y a pas de difficulté pour les alliages non trempant, par contre des problèmes peuvent exister pour les alliages trempant, ayant une vitesse de trempe élevée (série 2000). Il peut également exister des dangers de corrosion feuilletant après soudage d'alliages de la série 7000 (Al-Zn).

I.4.5 Résistance à la corrosion de l'aluminium

Le film d'oxyde naturel, formé à la surface de l'aluminium et dont l'épaisseur est comprise entre 4 et 10 nm, est composé de deux couches (Figure I.4). La première couche au contact du métal est compacte et amorphe. Du fait de ses propriétés diélectriques, elle est appelée couche barrière. Elle se forme instantanément suite au contact entre l'aluminium et l'air ou un autre milieu oxydant. Les réactions avec l'environnement extérieur peuvent conduire à la formation de la couche supérieure, poreuse et moins compacte. Son épaisseur

finale sera atteinte après plusieurs semaines. Les différentes étapes de mise en forme d'un matériau couplées à l'utilisation de celui-ci en service peuvent amener à une contamination superficielle de cette couche. De plus, les différents composés intermétalliques présents dans la microstructure des alliages d'aluminium peuvent modifier les propriétés de la couche protectrice d'alumine [18].

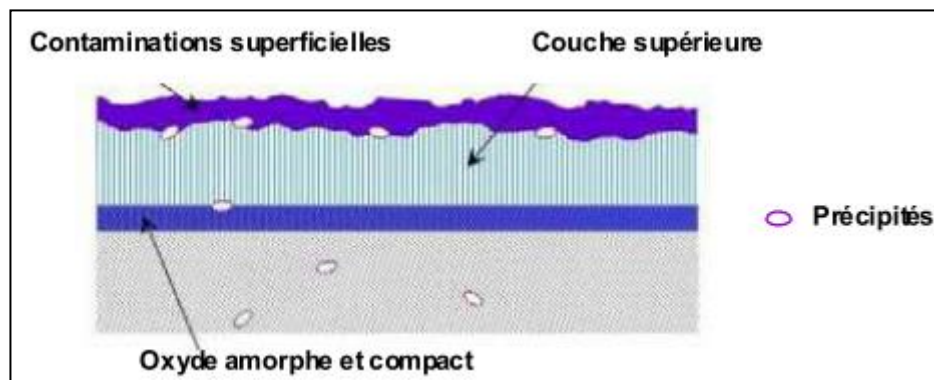


Figure 1.4 : Couche naturelle d'oxyde d'aluminium [18].

I.4.6 Résistances comparées de différentes nuances

Le tableau (I.1) compare la résistance des principaux alliages d'aluminium corroyés à l'exception de ceux de la série 4000 (Al-Si) qui sont plus spécialement des alliages de fonderie (A-S 13).

Ces alliages peuvent être classés en deux catégories [19]:

- Alliages non trempant : les différents niveaux de résistance sont atteints en agissant sur les phénomènes d'écrouissage et d'adoucissement par recuit ou restauration série 1000, 3000, 5000.
- Alliages à durcissement structural: le durcissement structural peut être contrôlé par les différents paramètres de la trempe structurale qui aboutit à des différents niveaux de résistance structural (rupture, durcissement) par exemple propriétés mécaniques s'améliorent pour les série 2000, 6000, 7000.

Tableau I.1 Résistances des différentes nuances des alliages d'aluminium [5].

Système	Désignation	Phases principales	Domaine de résistance mécanique des alliages correspondants (MPa)							
			0	100	200	300	400	500	600	
Al	1000	Al-Fe-Si								Sans durcissement structural
Al-Mn	3000	Al ₆ Mn								
Al-Mg	5000	Al ₃ Mg ₂								
Al-Mg-Si	6000	Mg ₂ Si								Avec durcissement structural
Al-Cu	2000	Al ₂ Cu Al ₂ CuMg								
Al-Zn-Mg	7000	MgZn ₂								

I.5 Les alliages à base d'aluminium

I.5.1 Les séries principales et la désignation numérique

Conformément aux directives de l'Aluminium Association (Washington DC, USA), les alliages d'aluminium sont désignés à l'aide d'un système numérique de quatre chiffres [7]. Le premier chiffre indique l'élément d'alliage principal. Le second chiffre indique une variante de l'alliage initial. Souvent, il s'agit d'une fourchette plus petite dans un ou plusieurs éléments de l'alliage. Les troisième et quatrième chiffres sont des numéros d'ordre et servent à identifier l'alliage. La seule exception est la série 1000, dont ces deux chiffres indiquent le pourcentage d'aluminium, (Tableau I. 2). Ce groupe de quatre chiffres est parfois suivi d'une lettre indiquant une variante nationale.

Tableau I.2 Désignation numérique et phases principales des alliages à base d'aluminium [21]

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

Egalement, les alliages d'aluminium destinés à être corroyés peuvent être classés en deux familles en fonction du type de transformation ou de traitement qui permettra d'obtenir les caractéristiques mécaniques et de résistance à la corrosion [6] :

- Les alliages à durcissement structural, (Séries : 2000, 4000, 6000 et 7000).
- Les alliages écrouis qui obtiendront leurs caractéristiques mécaniques par écrouissage, donc par déformation à froid. (Séries : 1000, 3000 et 5000).

Il est à noter que la norme européenne indique que cet ensemble de 4 chiffres doit être précédé pour les alliages destinés à être corroyés par le préfixe EN (EN 573-1), suivi par les lettres A (pour aluminium) et W (pour les produits corroyés) et en plus un tiret « - ». Voici un exemple : EN AW-4007. Il est important de noter que la notation complète est rarement utilisée.

I.5.2 Alliages Al–Mg–Si

Les alliages d'aluminium les plus distingués sont ceux qui forment à l'état d'équilibre une solution solide faiblement alliée ou des phases intermétalliques, d'où leur dénomination alliages à solution solide.

Série 6000 qui fait partie de la catégorie des alliages corroyés à durcissement structural. Ces alliages sont généralement livrés après homogénéisation, trempe et vieillissement naturel.

Les alliages Al-Mg-Si-(Cu) sont largement utilisés comme des alliages structuraux de moyenne résistance qui allient les avantages suivants : une bonne formabilité, une bonne soudabilité et une résistance remarquable à la corrosion (passivation à la corrosion sous tension) [7]. Les éléments d'alliage de cette série sont le magnésium et le silicium. Cette famille d'alliage a une grande importance industrielle. Elle est très utilisée pour les profilés. Ils ont une très bonne aptitude à la déformation (filage, matriçage principalement) et à la mise en forme à froid à l'état recuit.

Leurs caractéristiques mécaniques sont moyennes et sont inférieures à celles des alliages 2000 et 7000. Ces caractéristiques peuvent être améliorées par addition de silicium qui formera avec le Mg, le précipité durcissant Mg_2Si . Ils présentent une bonne résistance à la corrosion notamment atmosphérique. Ils se soudent très bien. Ils sont classés en deux groupes [20] :

- Un groupe dont les compositions est plus riche en magnésium et silicium tel que les alliages 6061 et 6082, qui sont utilisés pour des applications de structure (charpente, pylône...).
- Une deuxième catégorie renferme une faible teneur en silicium qui par conséquent aura des caractéristiques mécaniques plus faibles tel que le cas du 6060 qui permettra de grandes vitesses de filage mais qui aura des caractéristiques mécaniques plus faibles [8]. Il faut également noter l'existence du 6101 anciennement appelé Amelec. Cet alliage a été énormément utilisé pour ces aptitudes de conducteur électrique. Il a notamment été utilisé pour la fabrication de lignes moyenne et haute tension en France.

I.6 Fabrication de l'aluminium et de ses alliages

L'importance prise aujourd'hui par l'aluminium n'est pas seulement celle de l'aluminium brut mais celle de toute une filière avec, en amont, le minerai et, en aval, l'industrie de transformation en produits semi-finis et finis (figure I.5).

I.6.1 Minerai

L'aluminium est, après l'oxygène et le silicium, le troisième élément de l'écorce terrestre : il constitue 8 % de la lithosphère sous forme de silicates plus ou moins complexes à faible teneur en aluminium. Mais dans certaines régions, sous l'action prolongée de l'eau, l'élimination d'une partie importante de la silice a donné des roches riches en alumine (45 à 60 %), ce sont les bauxites qui constituent actuellement la source quasi exclusive d'aluminium [19].

I.6.2 Production de l'aluminium

L'aluminium est produit actuellement dans le monde entier par le procédé mis au point par Héroult et Hall en 1886, qui consiste en l'électrolyse de l'alumine dissoute dans la cryolithe fondue à environ 1 000 °C, dans une cuve comportant un garnissage intérieur en carbone-cathode. L'aluminium formé par électrolyse se dépose au fond de la cuve, et l'oxygène de l'alumine réagit avec le carbone de l'anode pour former de l'oxyde de carbone et du gaz carbonique.

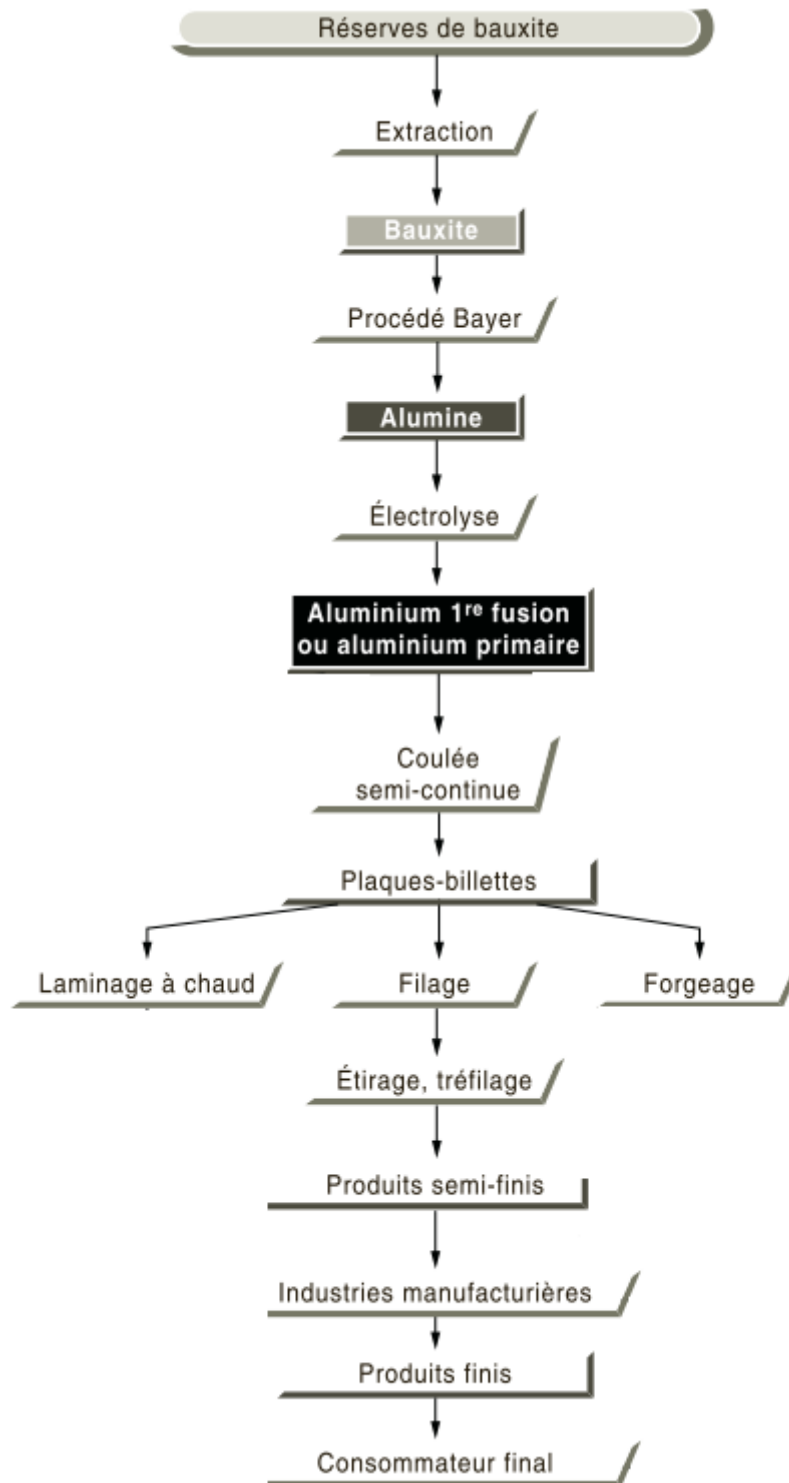


Figure I.5 : Principaux stades et flux dans la fabrication de produits en aluminium.

I.7 Procédé de fabrication de l'aluminium :

Le procédé utilisé pour obtenir l'alumine à partir de la bauxite est le procédé Bayer. Après broyage, la bauxite est attaquée à chaud, sous pression, par de la soude, ce qui permet d'obtenir une liqueur d'aluminate de soude avec insolubles en suspension. Cette liqueur est

ensuite décantée : les oxydes de fer et de silicium forment une boue rouge, chimiquement inerte, qui est évacuée vers un site de déversement approprié, la liqueur restante est envoyée dans des décomposeurs pour précipitation de l'alumine, qui est ensuite récupérée par filtration et calcinée.

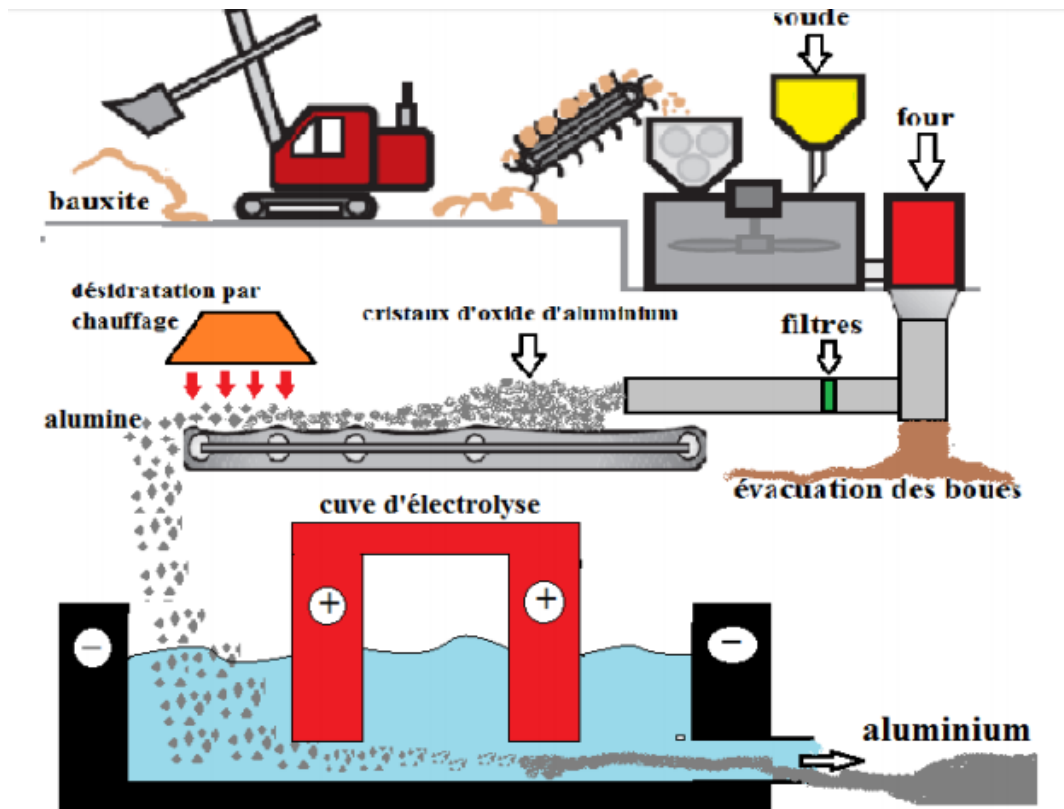


Figure. I.6 Procédé de fabrication de l'aluminium

I.8 Applications des alliages d'Aluminium

Même si les aciers sont les matériaux les plus utilisés dans l'industrie automobile, les besoins récents de véhicules dont le degré de sécurité et de confort est très élevé pour une consommation en carburant réduite font des alliages d'aluminium des candidats naturels. En effet, ils peuvent posséder des caractéristiques mécaniques excellentes pour une masse plus faible. Le marché de l'automobile représente donc pour les fabricants d'aluminium un marché important, dont les potentialités est plus grandes encore [10].

Il a été resurgi des recherches intéressantes sur les alliages d'aluminium dans les récentes années, peut être dû aux grandes demandes de l'utilisation des matériaux légers dans

l'industrie d'automobile. Les alliages d'aluminium ont une importance spéciale pour les panneaux externes d'automobile, où la haute résistance et la résistance de bosselure sont exigées et pour les amortisseurs, où la bonne résistance et le choc d'absorption sont nécessaires. Dans les deux cas, la bonne formabilité est une exigence importante. Les alliages Al-Mg-Si sont largement utilisés.

Pour la résistance moyenne des applications structurales et dans les sections architecturales. Et ils sont la plupart du temps employés dans les produits expulsés d'aluminium en Europe de l'ouest, aussi bien que pour la construction des moteurs des véhicules [22].

Les alliages Al-Mg-Si, de durcissement par précipitation, ont été choisis pour la fabrication des panneaux de revêtements.

Les alliages AA6111, développée par Alcan in 1983, ont été choisis pour des applications à des panneaux de revêtements dans les usines de l'Amérique du nord parce qu'ils ont une combinaison de bonne formabilité et du potentiel élevé de renforcement. Récemment, les alliages de la série 6XXX sont aussi considérés pour des applications aérospatiales.

I.8.1 Alliages industriels d'aluminium

Les alliages industriels sont obtenus par introduction d'éléments d'addition rentrant en solution solide et formant des précipités qui entraînent des compositions d'alliages de plus en plus complexes. Cependant on peut considérer que ces alliages comportent une addition principale déterminante pour les propriétés de résistance mécanique (résistance à la traction, ...etc.) et des additions secondaires en teneurs plus faibles qui ont une action spécifique.

Les alliages industriels peuvent être mis en forme selon deux techniques, le corroyage et la fonderie, d'où deux grandes catégories doivent être distinguées [23]: alliages corroyés et alliages de fonderie.

I.8.2 Les alliages Al-Mg-Si et l'industrie d'automobiles

Récemment, un regain d'intérêt pour les alliages Al-Mg-Si-(Cu) de la série 6000 a été motivé par leur utilisation dans l'industrie d'automobiles, du fait de leur bon compromis densité-propriétés mécaniques [5].

Il a été rapporté, que tous Les alliages de la série 6000 sont principalement durcis par la phase β'' pendant le vieillissement artificiel à la température 180°C [10]. Egalement, dans l'utilisation pour tôles d'automobiles, le durcissement par vieillissement est exécuté pendant le cycle de cuisson de la peinture [5] (environ 30 min à 175°C). Ainsi les alliages sont employés dans l'état sous vieilli. Un constat peut être fait pour les alliages contenant une

quantité excédentaire de Si par rapport à la composition quasi binaire Al-Mg₂Si. Ceux-ci ont atteint des niveaux satisfaisants de dureté pendant cette période limitée de vieillissement.

En revanche, ces alliages présentent un durcissement en maturation plus élevé. Ceci est indésirable dans le contexte de la fabrication des tôles automobiles, on souhaite un alliage qui ne durcit pas en cours de mise en forme. Seul, l'opération de cuisson de la peinture peut constituer le revenu de vieillissement [17].

Références bibliographie :

- [1] **Fareh Hichem.** Thèse de doctorat Université d'OUM EL BOUAGHI (2012)
- [2] **A. Hadouche.** Mémoire de mastère. Université de Beskra (2014)
- [3] **L.F.Mondolfo,** Aluminum Alloys, structures and properties, Butterworth, 1st edition, London 1976
- [4] **Elena Luminița DIN – ȘTIRBU,** thèse de doctorat Université de Pitesti Roumanie. (2005)
- [5] **J. Barralis, G. Maeder,** *Précis de métallurgie*, Communications actives 5eme édition (Paris, 1975), pp. 11-14
- [6] **J.P. Bailon et J. M. Dorlot,** Des Matériaux, par presses internationales Polytechniques, pp. 227-242 et 512-520, réimpression, automne, 2004, Canada
- [7] **T. Abid.** Mémoire de magister. Université de Constantine (2007).
- [8] **Marc- Jan de Haas.** Université de Groningen (2002).
- [9] **Y. Aouabdia.** Mémoire de magister. Université de Constantine (2005).
- [10] **M. Dupeux,** Aide mémoire science des matériaux, Dunod, (Paris 2004), pp.105-148.
- [11] **M. Dupeux,** Aide mémoire science des matériaux, Dunod, (Paris 2004), pp.105-148
- [12] **M. Murayama, K. Hono, W.F. Miao et D.E. Laughlin,** Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 32A, 2001, 239–246.
- [13] **M.A. Moustafa, F.H. Samuel, H.W. Doty et S. Valtierra,** International Journal of Cast Metals Research, 2002, vol. 14, 235–253.
- [14] **J.E. Gruzleski et B.M. Closset,** *The Treatment of Liquid Aluminum-Silicon Alloys*, American Foundrymen's Society Inc, Des Plaines, IL, 1990, 142–164.
- [15] **John E. Hatch,** Aluminum - Properties and Physical Metallurgy, American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 1984, 84–115.
- [16] **Carle Lepage** thèse, Université du Québec à Chicoutimi 2003.
- [17] **M. Nicolas,** Thèse de doctorat, Laboratoire de Thermodynamique et de Physico-Chimie Métallurgiques GRENOBLE, 2002.
- [18] **A. Laurino,** Intégration des alliages d'aluminium dans le câblage électrique automobile : procédés de mise en forme, microstructure et durabilité, Thèse de doctorat, Université Toulouse, (2012).
- [19] **W. Kurz, J.P. Mercier, G. Zambelli,** Introduction à la Science Des Matériaux, 2eme édition, Presse Polytechnique et universitaires Romandes. Suisse (Lausanne, 1995), pp. 191-203.
- [20] **Michel Colombié et Coll,** Matériaux industriels, Matériaux Métallique, DUNOD, Paris (2000).

- [21] **W.F. Miao, D.E. Laughlin**, *J. Mater. Sci. Lett.*, 19, 2000, pp. 201-203.
- [22] **L. Sagalowicz, G. Lapasset, G. Hug**, *Phil. Mag. Lett.*, 74(2), 1996, pp. 57- 66.
- [23] **A.Perovic, D.D. Perovic, Weatherly and D.J.Loyed**: *Scrip.Met*, 79, 1999, p.1293.

Chapitre -II-

P*rocessus technologique de tréfilage des fils en Alliage d'aluminium*

Processus technologique du tréfilage de l'aluminium

II.1 Introduction

Le tréfilage est une technique de mise en forme à froid des métaux qui permet de réduire la section d'un fil, par déformation plastique, en le tirant à travers l'orifice calibré d'une filière sous l'effet combiné d'application d'un effort de traction et d'un effort radial de compression et en présence d'un lubrifiant [1]. Cette déformation s'obtient par glissement suivant certains plans et directions de glissement grâce au déplacement des dislocations.

Après déformation, une partie de ces dislocations reste piégée à l'intérieur des grains. Dans ce cas, la structure est dite écrouie et les propriétés du métal sont modifiées. Le tréfilage a pour effet de (durcir) le métal et de diminuer ses possibilités de déformation ultérieure. Voilà pourquoi on est amené à recuire le métal soit pour poursuivre le tréfilage à froid, soit pour redonner aux produits finis des propriétés de plasticité suffisante.

Le technique du tréfilage, en tant que procédé de mise en forme d'un matériau donné, est caractérisé par différents paramètres, à savoir la vitesse et la température de tréfilage, la géométrie des filières et les conditions de frottement, mais également par la structure et les propriétés du matériau qui déterminent sa capacité à subir une déformation élevée en tréfilage.

Les matériaux le plus utilisés dans le cadre d'applications industrielles sont l'acier, le cuivre, l'aluminium et le tungstène. Les applications des produits mise en oeuvre par cette technique, qui peuvent être utilisés en soudage, câbles, agrafes, vis et boulons, ressorts, aiguilles, anneaux, boucles et crochets, armatures de pneumatiques [2].

En général, le cuivre et l'aluminium peuvent être transformés en fil par tréfilage. La modification du fil au moment de son passage dans la filière a pour conséquence une modification générale de la plupart de ses propriétés ; ce qui constitue un fait capital pour l'industrie du tréfilage. Au fur et à mesure que le fil s'écrouit cela veut dire :

- La limite d'élasticité croît plus rapidement que la résistance et finit par tendre vers la même valeur
- Sa résistance à la traction augmente et sensible tendre vers une valeur limite
- L'allongement baisse rapidement et ne décroît par la suite que lentement

Ces caractéristiques sont exploitées en tréfilage pour obtenir des fils avec résistance à la traction, de limite d'élasticité et l'allongement définis en fonction de l'utilisation

.l'augmentation du taux de déformation au cours de la déformation à froid par tréfilage de fil du cuivre ou d'aluminium provoque le durcissement du fil.

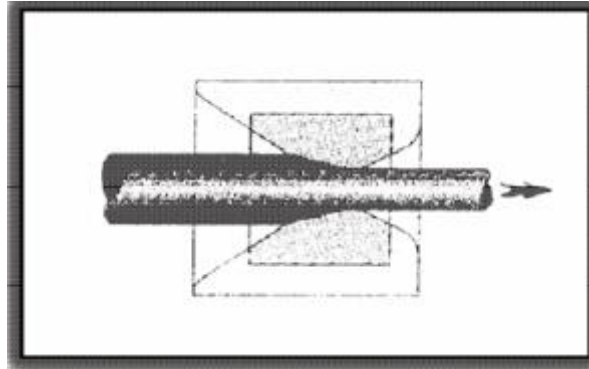


Figure II.1. Principe de Tréfilage [3].

Une opération industrielle de tréfilage se compose de quatre étapes élémentaires :



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

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

II.2 Préambule

Nous rappelons les définitions des grandeurs mécaniques utilisées pour décrire le tréfilage (figure II. 1).

- l'allongement du fil λ

La conservation du volume, entre l'entrée et la sortie de filière, au cours de la déformation

Plastique permet d'écrire que $Se.L_e = S_s.L_s$. Nous avons alors :

$$\lambda = \frac{L_s}{L_e} = \left[\frac{R_e}{R_s} \right]^2 \quad \text{II.1}$$

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

➤ la réduction du fil :

$$r = 1 - \left[\frac{R_s}{R_e} \right]^2 \quad \text{II.2}$$

➤ la déformation :

$$\varepsilon = \ln \lambda = 2 \ln \left[\frac{R_e}{R_s} \right] \quad \text{II.3}$$

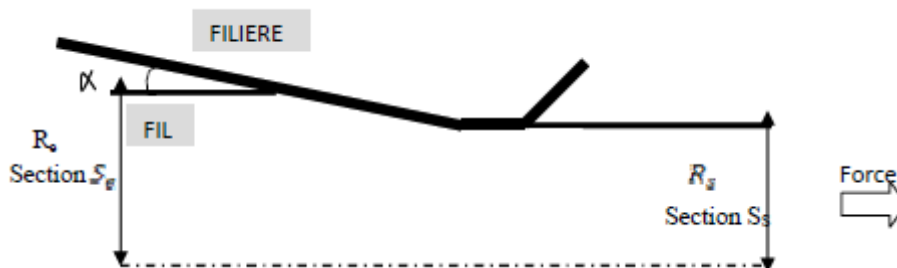


Figure II.2. Schéma d'une passe de tréfilage et notations utilisées [3]

II.3 Outils et équipements industriels du tréfilage

Comme nous l'avons évoqué, le principe de tréfilage est basé sur la plasticité du métal pour réduire le diamètre du fil, la machine de tréfilage est appelée tréfileuse, l'ensemble du matériel principal de tréfilage comporte trois éléments [2].

- Un dispositif de dévidage du fil.
- Une machine à tréfiler.
- Un dispositif de récupération du fil écroui.



Figure II.3: Machine de tréfileuses d'aluminium AGS (ENICAB Biskra).

II.3.1. Machine simple

Elle ne comporte qu'une bobine est ajusté pour des réductions de section de l'ordre de 35% c'est la configuration de base qui ne peut effectuer qu'une seule réduction. Elle se compose d'un système de dévidage du fil, d'un bloc à tréfiler et d'un dispositif de traction /réception (figure II.4.).

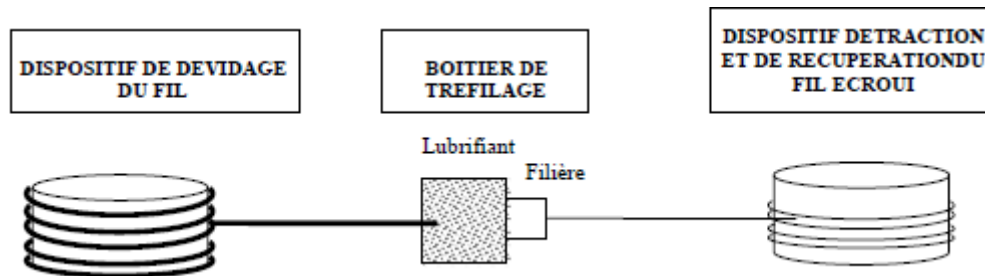


Figure II.4. Schéma de principe d'une machine à tréfiler simple (mono passe) [3]

Le boîtier de tréfilage comprend le réservoir de lubrifiant et le support de filière dans lequel est logé l'outil calibrant

II.3.2. Le lubrifiant

La déformation brutale est continue du métal dans une filière de tréfilage nécessite l'emploi d'un lubrifiant on peut dire que L'utilisation d'un lubrifiant est capitale au cours du procédé pour limiter le frottement et l'usure et assurer un régime de lubrification stable .son rôle est diminuer les forces d'étirage, d'éviter les échauffements excessifs aux grandes vitesse, et d'améliorer ainsi la durée de vie des outils et du fil le rôle de lubrifiant (graisse, huile minéral) des différents type est de former un film mince suffisamment épais sur le fil de manière à éviter toute interaction entre le métal et la filière qui pourrait conduire à une dégradation de l'état de surface.il permet aussi de réduction successive, mais donne un aspect terne au fil. Suivant les applications ultérieures du fil. D'ordre général on peut dire que le lubrifiant à donc pour rôle de:

- limiter l'effort à exercer pour obtenir la déformation du métal ;
- Assurer un régime de lubrification stable ;
- Eviter l'apparition de défauts en surface du fil.

Un bon lubrifiant de tréfilage doit donc posséder comme propriétés :

- Une viscosité suffisante ;
- Une bonne résistance à la mise en pression ;
- Une bonne résistance à la température ;
- Une bonne résistance au cisaillement ;
- Une bonne stabilité chimique dans le temps.

En pratique, selon les tréfileuses, le lubrifiant est soit une huile minérale, soit une graisse soluble

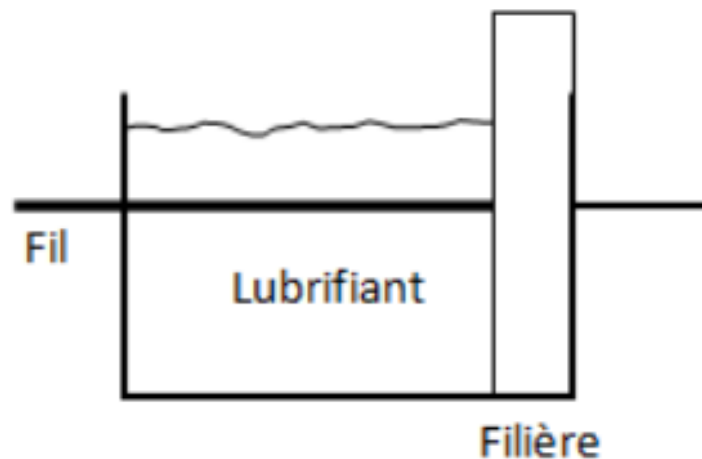


Figure II.5 : Schéma d'une méthode de lubrification

Dans le cas du tréfilage à sec, ce sont des « savons secs métalliques » qui sont utilisés. Issus d'une réaction de saponification, les lubrifiants industriels sont en fait des mélanges complexes de matières grasses, de charges minérales, d'additifs variés et de produits réactionnels. Un bon lubrifiant est un savon qui favorise la formation d'un film superficiel suffisamment épais et homogène pour éviter toute interaction directe entre la filière et le fil. (Figure II.6)



Figure II.6: boite à savon (ENICAB Biskra).

II.4. Matériaux mis en forme

II.4.1 Classification des fils

Les fils métalliques peuvent, en général, être classés en quatre catégories suivant leur diamètre (tableau II.1) [04].

. Tableau II.1 : Classification des fils suivant leurs diamètres

Dénomination	Diamètre en (mm)
Fil machine	Cuivre 8- Aluminium 9.5
Gros fil	1.63 à 5
Fil intermédiaire	0.40 à 1.63
Fil fin	0.10 à 0.40
Fil ultrafin	Inférieur à 0.10

II.4.2 La filière

La filière constitue l'élément fondamental de l'opération de tréfilage elle se compose de deux parties : un noyau, très dur, généralement en carbure de tungstène ou en diamant qui va assurer la réduction du diamètre du fil et une frette en acier qui maintient le noyau et lui permet de résister aux fortes pressions développées au cours du tréfilage, elle se compose de plusieurs parties (figure II.7).

- Un cône d'entrée jouant le rôle d'un entonnoir d'engagement, de répartiteur et d'entraîneur de lubrifiant ;
- Un cône de travail, de demi-angle dans lequel s'effectue la réduction de section par déformation progressive du fil ;

- Une portée cylindrique qui calibre le diamètre du fil ;
- Un cône de sortie qui décharge progressivement la filière des efforts et permet l'évacuation du lubrifiant.

Le plus souvent le tréfilage des gros fils se fait avec des filières en carbure de tungstène allié ou cobalt .Pour les fils plus fins, ce sont des filières diamant (de géométrie différente) qui sont plutôt utilisées sauf dans le cas du cuivre qui se tréfile avec ce type de filière même pour les diamètres importants. La durée de vie de ces filières est plus importante que celle des filières en carbure, mais leur cout est nettement plus élevé. Le matériau de filière se dégrade au cours l'opération du tréfilage et l'endommagement peut provenir d'une usure par fatigue ou d'une usure abrasive liée à une mauvaise lubrification .la durée de vie d'une filière est conditionnée par de nombreux facteurs : la nuance du métal, la préparation de surface du fil, état de surface du fil machine (rugosité), nature et forme de la filière, le refroidissement, le lubrifiant et la vitesse de tréfilage.

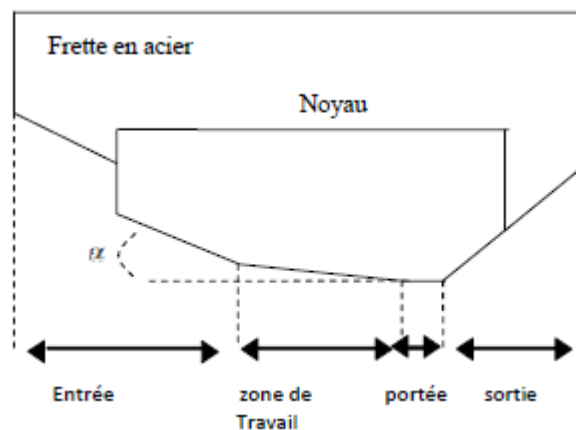


Figure II.7. Schéma d'une filière de tréfilage [3]

II.4.3 Les machines multiples

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

Il existe trois types de machines multiples [2] :

- Les machines continues ou à passage direct : Ce sont les équipements les plus modernes et les plus répandus. Ces bancs travaillent en général à des vitesses élevées et sans glissement du fil sur les bobines grâce à un équilibrage rigoureux des vitesses. En effet, chaque bobine voit sa vitesse contrôlée par un moteur séparé dans le but d'assurer un débit

massique de fil identique dans toutes les filières. Les bobines n'accumulent que 5 ou 6 spires de fil.

- Les machines à accumulation : Il n'y a pas d'équilibrage automatique des vitesses. Les passes sont calculées pour que chaque filière débite plus de fil que ce qui est nécessaire à la suivante d'où une accumulation du fil sur la bobine. Cette dernière favorise le refroidissement du fil, problématique du point de vue métallurgique pour les aciers au carbone, et permet de ne pas interrompre la production de bobines aval en cas de problème sur les bobines amont.

- Les machines à glissement : Dans ces machines dédiées au tréfilage humide, il n'y a ni équilibrage des vitesses, ni accumulation de fil. Le glissement du fil sur les bobines compense les différences de vitesses.

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

II.5. Systèmes de parfaite glissement

Toutes les dislocations dans un matériau ne sont pas mobiles. Des analyses microscopiques d'échantillons déformés montrent d'ailleurs que les glissements de dislocations se produisent généralement dans des plans bien déterminés de la maille cristalline. En fait, les plans de glissement se révèlent presque toujours être les plans de plus forte densité atomique, et les directions de glissement les directions cristallographiques les plus denses. Le tableau (I.4) présente quelques-uns des principaux systèmes de glissement observés.

Tableau II.2: Principaux systèmes de glissement observés [5,6].

Structure cristalline	Plans de glissement	Directions de glissement
cubique faces centrées (c.f.c.)	{111}	<110>
cubique centré (c.c.)	{110}, {112}, {123}	<111>
hexagonal compact (h.c.)	{0001}	<11-20>

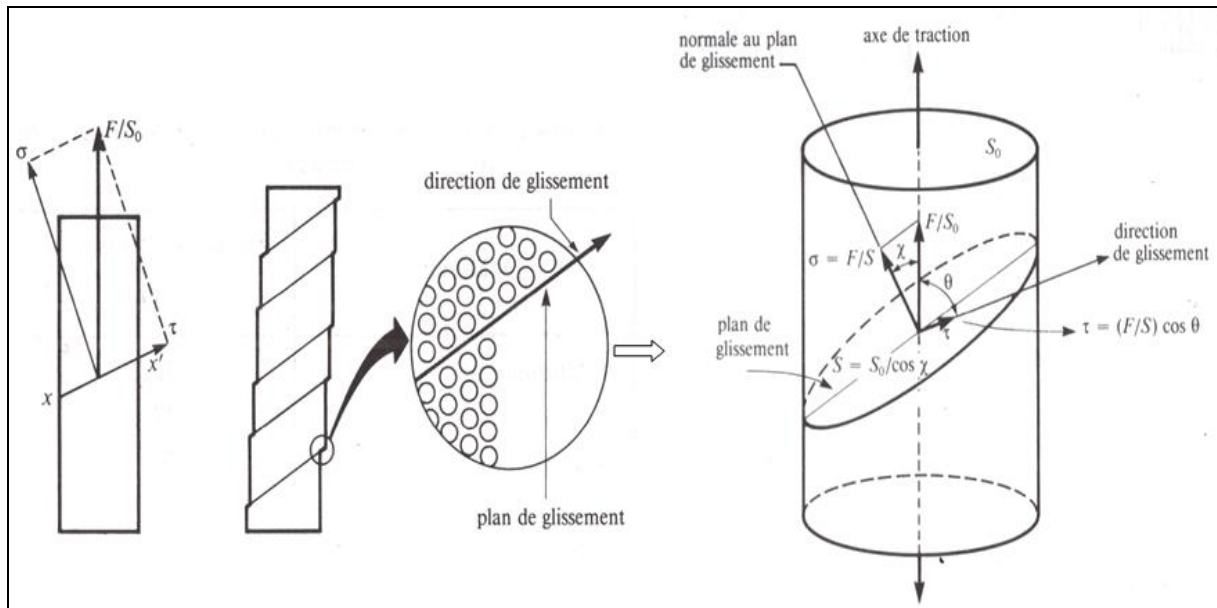


Figure II.8: Schéma illustrant la loi de Schmid [6,7].

La figure (II.8) schématise un échantillon monocristallin soumis à une force F en traction simple: seule la composante projetée sur un système de glissement activable peut induire une déformation plastique. D'après les notations de la figure (II.8), la cession résolue sur un plan de glissement donné et dans la direction de glissement a pour expression:

$$\tau = \left(\frac{F}{S_0} \right) \cos \theta \cdot \cos \chi \quad \text{-----(II.4)}$$

Cette équation est connue sous le nom de loi de Schmid, et l'expression $(\cos \theta \cdot \cos \chi)$ est appelée facteur de schmid.

Ou S_0 est la section droite de l'éprouvette, χ l'angle formé par la normale au plan de glissement et l'axe de traction, et θ l'angle formé par la direction de glissement et l'axe de traction.

II.6. Plasticité des monocristaux

L'hétérogénéité de la déformation se manifeste par la présence de marques rectilignes et régulièrement espacées sur la surface. Ces lignes sont les traces de plans d'orientation cristallographique de faibles indices. Dans le cas le plus simple, un seul type de plans observé: c'est le glissement simple, les lignes de glissement sont observées sur la face de l'éprouvette perpendiculaire à la direction de glissement : ce sont en fait des marches, dont la

hauteur mesure l'amplitude du glissement. Rappelons que le glissement est caractérisé par un plan $\{hkl\}$ et une direction dense (uvw) appartenant à ce plan. Dans des cas moins simples, plusieurs systèmes de glissement peuvent être observés (figure II.9). Ces observations sont expliquées à partir : du glissement des dislocations sur des plans cristallographiques simples et des directions également simples. Sur les éprouvettes de traction, les marches observées ont une hauteur égal à (b) fois le nombre de dislocations qui ont glissé et émergé (b vecteur de burgers). Ce nombre est tellement élevé qu'il exige plusieurs centaines de dislocations que le cristal ne peut contenir au départ. Deux grandes questions se posent :

Quelle est l'origine de ces dislocations leur glissement va-t-il s'effectuer sur un petit nombre de plans ou sur un très grand nombre? Le premier cas conduirait à quelques rares lignes de glissement très fortes, tandis que le second se traduirait par une très grande densité de lignes de glissement, des cas intermédiaires sont observés des bandes de glissement constituées de paquets de fins lignes de glissement (figure II.10) [8].

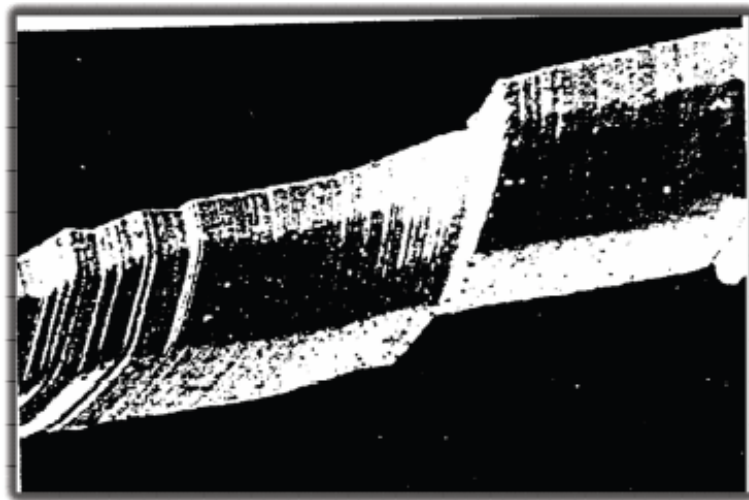


Figure II.9 Glissement double observé sur une éprouvette d'aluminium.

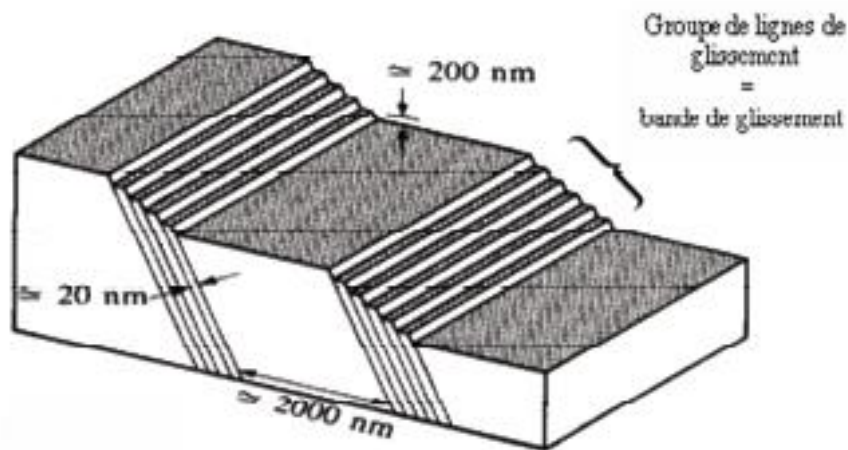


Figure II.10. Représentation schématique des bandes de glissement.

II.6.1 Déformation par glissement

Les dislocations ne se déplacent pas avec la même facilité dans tous les plans cristallographiques d'atomes ni dans toutes les directions cristallographiques. Il existe généralement un plan plus propice que les autres. Ce plan est le plan de glissement.

Prenons comme exemple la structure cristalline cubique à face centrées (c.f.c), comme l'aluminium, dont une maille élémentaire est représentée à la (figure II.11) En fait, les plans de glissement se révèlent presque toujours être les plans de plus forte densité atomique, et les directions de glissement sont les directions cristallographiques les plus denses, comme l'indique les flèches à la (figure II.11). Ainsi, $\{111\}\langle 110 \rangle$ représente l'ensemble du plan de glissement et de la direction de glissement, soit le système de glissement pour la structure c.f.c. Le tableau (II.3) donne les systèmes de glissement possibles des différentes structures [9].

Les métaux à structure cristalline c.f.c ou c.c possèdent un assez grand nombre de système de glissement. Ces métaux sont très ductiles, car une déformation plastique prononcée est généralement possible dans les divers systèmes.

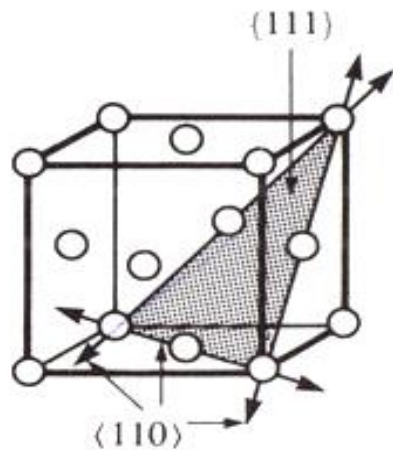


Figure II.11: Système glissement $\{111\}\langle 110\rangle$ dans une maille élémentaire c.f.c.

Tableau II.3: Systèmes de glissement pour les différents métaux

Structure	Métaux	Plan de glissement	Direction de glissement	Nombre de systèmes de glissement
c.f.c.	Cu,Al,Ni,Ag,Au	$\{111\}$	$\langle 110\rangle$	12
c.c	Fe _α ,W,Mo	$\{110\}$	$\langle 111\rangle$	12

II.6.2 Déformation par maillage

Le maillage, peut également jouer un rôle important dans la déformation plastique de certains matériaux (Figure II.12) : une partie du cristal est ainsi cisailée entre deux plans qui vont former les interfaces avec la partie non déformée. Le taux de cisaillement induit est donné par la géométrie du système de maillage (plan et direction cristallographiques de maillage)

Le glissement et le maillage sont les deux principaux mécanismes permettant d'accommoder la déformation plastique, alors que le glissement produit des déplacements qui sont des entiers multiples de la distance interatomique, lors du maillage les atomes se déplacent de moins d'une distance interatomique.

L'importance du maillage sur la déformation totale est particulièrement marquée dans les matériaux où le nombre de systèmes de glissement est réduit, comme ceux de structure hexagonale compacte.

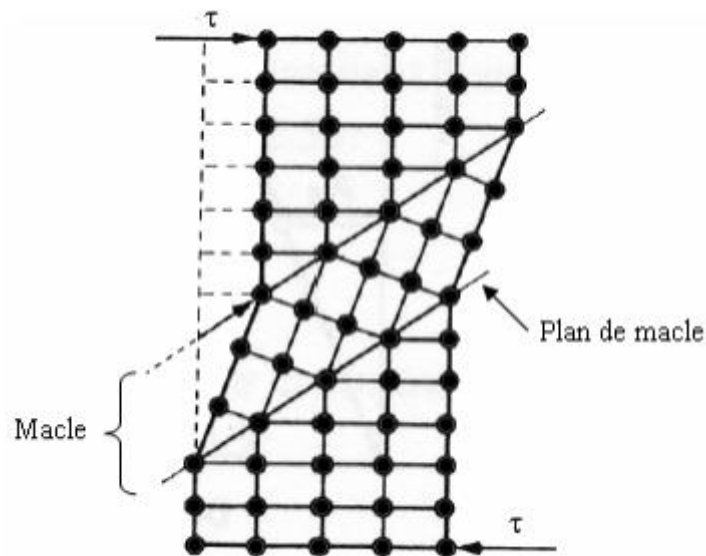


Figure II.12 : Représentation schématique d'une macle mécanique.

II.7. Texture de déformation par tréfilage

Au cours de la déformation plastique d'un matériau polycristallin, les grains subissent des rotations qui modifient leur orientation cristallographique. Ces rotations dépendent du mode de déformation imposé au matériau d'une part, et des systèmes de glissement activés dans chaque grain d'autre part. Ces changements d'orientation des grains génèrent dans le matériau la formation d'une texture de déformation. Pour une déformation uniaxiale (comme le tréfilage des fils).

Les métaux c.f.c ont une texture de fibre double; les grains ont préférentiellement soit une direction $\langle 111 \rangle$, soit une direction $\langle 100 \rangle$ parallèle à l'axe du produit [10].

Par ailleurs, un autre paramètre a été cité dans la littérature qui peut influencer les textures des fils tréfilés. Il s'agit de l'hétérogénéité de déformation dans la section du fil.

En effet, les textures des fils tréfilés dépendent de la distance considérée par rapport au centre du fil. Le métal s'échauffe au cours du tréfilage et se restaure au moins partiellement.

En revanche, en zone périphérique, pour des réductions d'aire de 50,5% et de 71,8%, la texture varie entre les deux composantes $\langle 111 \rangle$ et $\langle 001 \rangle$ et pour les forts taux de réduction (>93 %) il y a développement complet de la fibre $\langle 111 \rangle$ (Figure II.13).

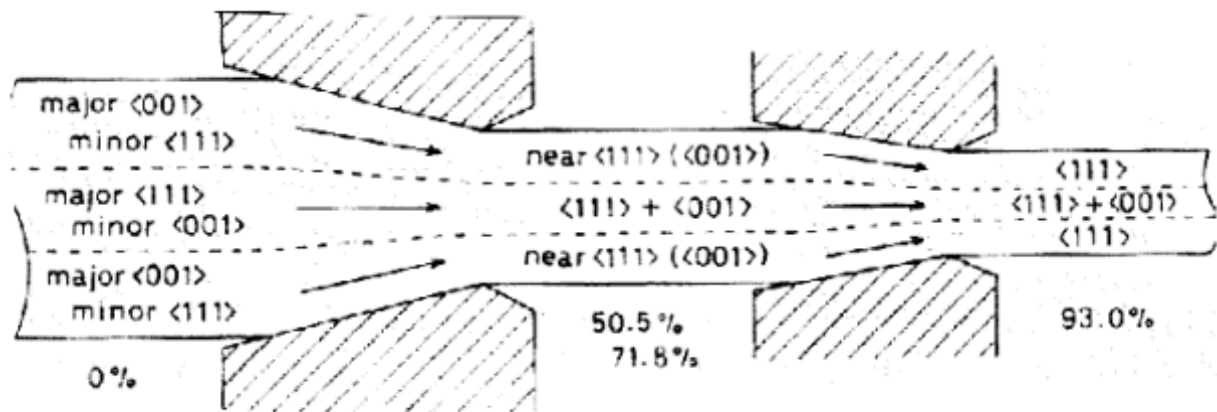


Figure II.13: Changement de texture au cours du tréfilage des fils d'aluminium de diamètre 9,5 mm. 15% de réduction à chaque passe à une vitesse de 20 m/min [11].

Références bibliographie :

- [1] **Laverroux, M.** Mise en forme des aciers inoxydables par tréfilage. La revue de métallurgie, (1993)
- [2] **Simonnet, G.** tréfilage de l'acier M645. Instruite des matériaux métalliques, techniques de l'ingénieur, 1996
- [3] **Carole Levrau,** Thèse de doctorat, Ecole des mines de paris (2006).
- [4] **Ning Yu, Jean-Paul Le Roy,** Tréfilage des fils cuivreux ultra-fins, Techniques de l'ingénieur, M646 v1, (1995) [21] K. E. Mackay and G. A Smith, Trans. Inst. Min. Vol. 75, P 269 (1966).
- [5] **A. Beribeche,** "Comportement des fils métalliques lors d'un essai de fluage", Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider – Biskra (2014).
- [6] **T. Richeton,** "Dynamique et complexité de la déformation plastique étude par émission acoustique", p. 28-32, Submitted (2006).
- [7] **G. Daveau,** "Interaction dislocations – Joints de grains en déformation plastique monotone: Etude expérimentale et modélisations numériques", Thèse de doctorat, Paris, (septembre 2012).
- [8] **Philibert.J.** Cours de plasticité, Université Paris-Sud (1991)
- [9] **William D, Callister Jr,** Science et génie des matériaux 2002.
- [10] **Zidani. M,** Thèse de doctorat, Texture et recristallisation lors de recuits du fil d'acier doux (0,06% C) tréfilé à froid; Université Biskra (2006).
- [11] **S.Jakani,** Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé, thèse de Doctorat, Université Paris Sud – Orsay, p.31, (2004).

Chapitre -III-

T*raitement de Vieillissement des Alliages d'Aluminium*

III.1 Introduction

Traitements thermiques ont pour but de modifier la nature et la répartition des constituants d'un matériau. Selon le domaine d'application du matériau les traitements peuvent améliorer ou détériorer les propriétés mécaniques de ce dernier. En général, les traitements thermiques en métallurgie sont : l'homogénéisation, le revenu, le recuit et le vieillissement [1].

III.1.1 Traitements thermiques

Les modifications microstructurales induites par la déformation à froid qu'est le tréfilage, Modifient les propriétés physiques et mécaniques des métaux. Mais, on peut généralement restaurer les propriétés et la microstructure que possédait le métal avant la déformation, au moyen d'un recuit : l'agitation thermique des atomes due à l'énergie absorbée au cours de ce recuit, d'activer les phénomènes de retour à l'état initial « restauration », et augmenter la vitesse de ceux-ci, cela permet en effet un retour vers l'état 'équilibre. Ce retour, plus ou moins complet, s'effectue essentiellement selon trois processus : la restauration, la recristallisation, et le grossissement (coalescence) des grains ou encore recristallisation secondaire.

C'est un traitement thermique qui a pour but de ramener l'alliage à une structure d'équilibre. Il comprend trois étapes :

- Un chauffage à une certaine température dite de recuit.
- Un maintien de durée variable à cette température.
- Un refroidissement lent qui peut se faire à l'air.

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

Il existe une série de traitements de base standards développés par l'industrie dans le but de contrôler la microstructure et la méthode de fabrication et de fournir des alliages ayant des propriétés spécifiques [2]. La désignation de ces séries est présentée en Tableau (III.1).

Tableau III.1: Séries de traitements thermiques standards [2].

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

F : Brut de fabrication

Cet état s'applique aux produits issus de procédés de transformation au cours desquels aucun contrôle de durcissement structural ou d'écrouissage n'a été utilisé. Pour les produits de corroyage dans cet état, on ne donne aucune limite de propriété.

O : Recuit

Cet état s'applique aux produits corroyés, recuits pour obtenir l'état avec la plus faible résistance mécanique. Il s'applique aussi aux produits moulés, recuits pour augmenter leur ductilité et leur stabilité dimensionnelle. Le O est suivi par un chiffre autre que 0.

H : Écroui (alliages de corroyage seulement)

Cet état s'applique aux produits dont la résistance augmente par écrouissage, avec ou sans traitements thermiques supplémentaires, pour produire des diminutions de résistance. Le H est toujours suivi par au moins un chiffre. (Sera traité dans le prochain Feuillard technique).

W : Traitement de mise en solution

Cet état instable s'applique uniquement aux alliages qui vieillissent spontanément à température ambiante après un traitement thermique de mise en solution. Cette désignation est spécifi que seulement lorsqu'on indique la période de vieillissement à température ambiante; exemple « W ½ hr ».

T : Traitements thermiques pour obtenir un état stable autre que F, O ou H

S'applique aux produits traités thermiquement pour obtenir des états stables, avec ou sans écrouissage supplémentaire. Au moins un chiffre suit toujours le T.

III.3 Principaux types de traitements thermiques

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

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

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

- les alliages susceptibles de durcissement structural qui, après trempe, voient leur dureté et leur résistance mécanique augmenter par maturation ou /et revenu : ce sont essentiellement les alliages des familles 6000 [Al-Si-Mg], 2000 [Al-Cu] et 7000 [Al-Zn] ;
- les alliages non susceptibles de durcissement structural pour lesquels les modifications précédemment énoncées ne sont pas notables : ce sont l'aluminium non allié, les alliages des familles 3000 (Al-Mn) et 5000 (Al-Mg) [2].

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

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

La numérotation de 1 à 10 suivant le T indique la séquence spécifique que des traitements de base.

T1 : Refroidi d'un procédé de transformation à chaud et vieilli à température ambiante pour obtenir un état stable

S'applique aux produits non travaillés à froid après le refroidissement, suite à la transformation à chaud ou chez lesquels les effets du travail à froid pour l'aplanissement ou le redressement de la pièce ne modifient pas les propriétés mécaniques de celle-ci

T2 : Refroidi d'un procédé de transformation à chaud, travaillé à froid et vieilli à température ambiante pour obtenir un état stable

S'applique aux produits travaillés à froid afin d'améliorer leur résistance après qu'ils soient refroidis, suite à la transformation à chaud ou chez lesquels les effets du travail à froid pour l'aplanissement ou le redressement de la pièce modifient les propriétés mécaniques de celle-ci.

T3 : Trempe travaillée à froid et vieilli à température ambiante pour obtenir un état stable

S'applique aux produits travaillés à froid pour augmenter leur résistance, suite à une trempe ou chez lesquels les effets du travail à froid pour l'aplanissement ou le redressement de la pièce modifient les propriétés mécaniques de celle-ci.

T4 : Trempe vieillie à température ambiante pour obtenir un état stable

S'applique aux produits travaillés à froid suite à une trempe et où les effets du travail à froid pour l'aplanissement ou le redressement de la pièce ne modifient pas les propriétés mécaniques de celle-ci. (Selon les alliages, vieillissement de deux semaines pour un état stable.)

T5 : Refroidi d'un procédé de transformation à chaud suivi d'un vieillissement artificiel

S'applique aux produits non travaillés à froid suite à une trempe ou chez lesquels les effets du travail à froid pour l'aplanissement ou le redressement de la pièce ne modifient pas les propriétés mécaniques de celle-ci.

T6 : Trempe suivie d'un vieillissement artificiel

S'applique aux produits non travaillés à froid, suite à une trempe ou chez lesquels les effets du travail à froid pour l'aplanissement ou le redressement de la pièce ne modifient pas les propriétés mécaniques de celle-ci.

T7 : Trempe suivie d'un survieillessement/stabilisation

S'applique aux produits corroyés ayant reçu un vieillissement artificiel suite à une trempe afin de les amener à un point au-delà de la résistance maximale et ainsi contrôler certaines caractéristiques importantes. Cette définition touche également les produits moulés qui ont subi un vieillissement artificiel après une trempe afin de stabiliser leur intégrité dimensionnelle et leur résistance.

T8 : Trempe travaillée à froid, suivie d'un vieillissement artificiel

S'applique aux produits travaillés à froid pour augmenter leur résistance ou pour lesquels les effets du travail à froid pour l'aplanissement ou le redressement de la pièce modifient leurs propriétés mécaniques.

T9 : Trempe : vieillissement artificiel, suivi d'un travail à froid

S'applique aux produits travaillés à froid pour augmenter la résistance.

T10 : Refroidi d'un procédé de transformation à chaud, travaillé à froid, suivi d'un vieillissement artificiel

S'applique aux produits travaillés à froid pour augmenter la résistance ou pour lesquels les effets du travail à froid pour l'aplanissement ou le redressement de la pièce modifient leurs propriétés mécaniques.

III.3.1 Les traitements de trempe (ou durcissement) structurale

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

Le traitement thermique dit de durcissement structural:

III.3.1.1 Traitements thermiques d'homogénéisation

Les traitements dits d'homogénéisation consistent à maintenir à une température assez élevée (le plus souvent entre 450 et 610 °c) et pendant des temps prolongés (en général durant 6 à 48 h) les plaques ou billettes coulées, afin de faciliter leur transformation ou d'améliorer les propriétés des produits obtenus. Ces traitements ont pris depuis ces dernières années une ampleur considérable, si bien qu'à l'heure actuelle ils sont extrêmement répandus et tendent à se généraliser non seulement dans le cas des alliages d'aluminium mais également dans le cas de l'aluminium non allié.

Les effets de l'homogénéisation peuvent être plus ou moins complexes suivant l'alliage auquel ils s'appliquent et également suivant les conditions de coulée de cet alliage. D'une façon générale, plusieurs types d'évolution aisément observables dans les alliages d'aluminium peuvent être retenus à savoir [2]:

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

III.3.1.2 Les traitements d'adoucissement par restauration ou recuit

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

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

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

-le traitement de recristallisation est effectué entre 300 à 400 °C pendant 0,5 à 3 heures et refroidissement lent (10°C/heure) permettant d'éliminer la microstructure écrouie obtenue suite au travail à froid (laminage, étirage etc.) par la formation de nouveaux grains (phénomène de recristallisation). Ce traitement contribue à abaisser la limite d'élasticité et la limite ultime et à augmenter la ductilité de l'alliage [2].

III.3.2 Traitement de vieillissement

Le terme vieillissement désigne l'évolution (généralement défavorable) des propriétés d'un matériau au cours du temps par interaction en volume avec un facteur physique environnant. Bien que la distinction soit parfois difficile, le terme de corrosion désigne plus spécifiquement une dégradation et/ ou une perte de matière par réaction chimique du matériau avec son environnement, réaction qui se produit en surface de la pièce considérée. L'usure est une perte de matière d'origine mécanique, consécutive au mouvement relatif de deux surfaces solides en contact.

L'évolution des propriétés mécaniques d'un métal écroui soumis à une température supérieure ou égale à environ 0.5 T_{fusion} par restauration ou recristallisation constitue un exemple typique de vieillissement thermique [3].

III.3.2.1 Vieillessement naturel (Maturation)

Les alliages traités thermiquement voient leurs propriétés changées une fois revenus à la température ambiante après leur traitement thermique. Ceci est appelé vieillissement naturel. Le taux de vieillissement change selon le type d'alliage et également dans un type d'alliage, de sorte que le vieillissement naturel est stable pouvant durer de quelques jours jusqu'à plusieurs années. Certains alliages de la série 6000 qui sont durcissant et peuvent atteindre une dureté maximale après un mois à la température ambiante.

III.3.2.2 Vieillessement artificiel (Revenu)

Il consiste en un chauffage à une température au-dessus de la température ambiante, et en maintient selon les objectifs désirés et la nature du matériau traité, la précipitation s'accélère et la dureté augmente encore par comparaison au vieillissement naturel. Ceci est appelé vieillissement artificiel et il est effectué à des températures allant jusqu'à 240°C (100 à 240°C dans le cas de la série 6000) Pendant le vieillissement artificiel à une température donnée, la dureté augmente jusqu'à atteindre une valeur maximale après un temps de maintien donné.

III.3.3 Les Traitements thermiques de durcissement structural :

Le durcissement structural a une importance primordiale dans la métallurgie des alliages d'aluminium car c'est le processus par excellence qui permet d'améliorer les propriétés mécaniques. Ce type de traitement, spécifique aux alliages à durcissement structural

III.3.3.1 Mise en solution

L'obtention d'une solution solide à l'aide de la réaction du durcissement par précipitation est très importante dans l'opération du traitement thermique. L'objectif de ce traitement est d'amener dans la solution solide la quantité maximale de l'élément de durcissement soluble ou élément d'alliage (ex. Cu, Mg, Si) dans la matrice. La procédure consiste à maintenir l'alliage à une température suffisamment élevée et pour une période de temps assez long afin d'obtenir une solution solide homogène. Les domaines des températures de mise en solution s'étendent le plus souvent de 450°C à 500°C pour l'aluminium et de 450°C à 590 °C pour ses alliages [4].

III.3.3.2 Trempe

La trempe est une opération nécessaire pour effectuer un traitement thermique. Cette opération consiste en un refroidissement suffisamment rapide de la solution solide obtenue dans la première étape, pour que les précipités intermétalliques stables n'aient pas le temps d'être formés. Elle ne prend pas de temps, puisqu'elle a une très courte durée. Elle peut être faite à l'eau, à l'air, à l'huile ou dans des métaux en fusion à différents intervalles. Son but est de supprimer la formation de la phase à l'équilibre Mg_2Si pendant le refroidissement et de préserver la solution soluble solide formée lors de la mise en solution, par un refroidissement rapide (~ 260 °C/s) à basse température, habituellement près de la température de la pièce. Le résultat de cette opération est une solution solide sursaturée en éléments d'alliages, et également en lacunes [4].

III.4 Généralités sur les phénomènes de précipitation

Pour améliorer les propriétés mécaniques d'un métal pur [5], le métallurgiste dispose de plusieurs méthodes qui, toutes consistent à créer des obstacles à l'intérieur du métal qui s'opposent à la création de nouvelles dislocations ou au déplacement des dislocations existantes.

Dans la plupart des solutions solides métalliques, la solubilité limite diminue avec la température. Il en résulte qu'un alliage, dont l'état d'équilibre correspond à un système monophasé à une température déterminée, peut devenir biphasé à des températures plus basses [6]. Ce processus qui correspond à une transformation à l'état solide avec augmentation du nombre de phases, est habituellement désigné par le terme de précipitation. Les phénomènes de précipitation revêtent dans les solutions solides métalliques une

importance pratique considérable, car ils modifient profondément les propriétés parfois dans un sens favorable.

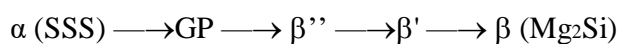
Les processus de précipitation à partir de solutions solides sursaturées qui font intervenir les phénomènes de diffusion, sont généralement classés en deux catégories principales, la précipitation hétérogène et la précipitation homogène.

Donc en général le phénomène de précipitation consiste en la décomposition d'une solution solide sursaturée (phase homogène possédant au moins deux constituants) en un mélange de deux phases de composition différente [7], dont l'une a une structure proche de la phase initiale (la matrice, ou phase mère) et l'autre est généralement dispersée à l'intérieur de la matrice est appelée précipité. Elle est caractérisée par une germination et une croissance.

III.4.1 La séquence de précipitation :

Dans la majorité des cas des alliages binaires et ternaires d'aluminium, le premier stade de décomposition qui prend place immédiatement après trempe à la température ambiante est la formation des zones Guinier-Preston (GP). Il est cru que l'excès de lacunes piégées au cours de la trempe d'un alliage donné à partir d'une région monophasée à une autre biphasée dans le diagramme de phase d'équilibre joue un rôle important dans la formation de petites zones sphériques dans les alliages Al-Mg (zones GP) et la séquence de précipitation [9].

Dans l'alliage équilibré, la séquence de précipitation dans les alliages Al-Mg-Si est généralement la suivante :



α : solution solide sursaturée

GP : amas de solutés

β'' : Phase métastable sous forme d'aiguilles

β' : phase métastable sous forme de bâtonnets

β : Phase stable, Mg_2Si sous forme de plaquettes

III.4.2 Les phases précipitées

❖ Les zones GP

Bien que démontrée indirectement par l'augmentation de la dureté de l'alliage, la formation des zones GP à température ambiante est extrêmement difficile à observer expérimentalement. On suppose que ces amas ont une taille comprise entre 1 et 5 nm de diamètre. L'observation à microscopie électronique à transmission conventionnelle (MET) aux objets de cette taille est rendue presque impossible par les valeurs très proches des facteurs de diffusion électroniques de

l'aluminium, du magnésium et du silicium [8]. A ce stade, ces amas d'atomes sont plus ou moins sphériques [8]. Ces amas contiennent en majorité des atomes d'aluminium. Ils représentent une zone limitée spatialement dans laquelle la concentration en solutés est supérieure à la concentration moyenne de l'alliage.

❖ La phase β''

La phase β'' a longtemps été considérée dans la littérature comme une zone GP-II [8], car elle donne lieu dans un cliché de diffraction électronique à des traînées diffuses perpendiculaires aux directions $[001]^*$ du réseau réciproque de la matrice [8]. Elle est responsable de la microstructure présente au pic de dureté dans les modèles industriels des alliages Al-Mg-Si-(Cu) à faible teneur en cuivre. La forte contribution de la phase β'' au durcissement structural s'explique par sa cohérence avec la matrice qui provoque un champ de contrainte important. Celui-ci rend difficile le mouvement des dislocations. Cette phase précipite sous la forme d'aiguilles, le long de la direction $\langle 100 \rangle$, mesurant entre 1 et 5 nm de diamètre et 10 et 50 nm de longueur, et elle a une structure monoclinique. Le rapport stœchiométrique Mg : Si des précipités, qui est le rapport correspondant à la phase stable Mg_2Si , est inférieur à 2. Ces rapports sont mesurés entre 1 et 1,7 et semblent dépendre fortement de la composition nominale de l'alliage (autour de 1,7 pour des alliages Al-Mg₂Si et autour de 1 dans des alliages à excès de Si).

❖ La phase β'

La phase β' précipite sous forme de bâtonnets, le long de la direction $\langle 100 \rangle$, mesurant entre 5 et 15 nm de diamètre]. Leur structure a été bien déterminée en diffraction électronique. Il s'agit d'une maille hexagonale de paramètres : $a = 0,705\text{nm}$ $c = 0,405\text{nm}$. Comme les aiguilles β'' , les bâtonnets β' sont cohérents avec la matrice d'aluminium le long de leur grand axe. Le rapport Mg : Si soit également inférieur à 2. Les rapports Mg : Si trouvés dans la littérature sont essentiellement identiques à ceux mesurés pour la phase β'' (entre 1 et 1,7 selon les alliages) [8].

❖ La phase stable β

La phase stable Mg_2Si précipite sous forme de plaquettes carrées d'épaisseur proche de la dizaine de nm et de quelques centaines de nm de côté. Sa structure est cubique à faces centrées ordonnée comme CaF_2 . Elle ne contient pas d'aluminium. Son paramètre de maille est $a = 0,639\text{nm}$. La phase stable est incohérente avec la matrice, mais conserve toutefois des relations d'orientation [8]:

III.5 Mécanisme de durcissement dans les alliages d'aluminium :

Le durcissement par la solution solide que provoque la solution figée, immédiatement après la trempe, augmente avec la concentration de l'élément en solution. Néanmoins, avec les 4% de Cu dans l'Al, cet effet reste faible, et dans la suite ne sert pratiquement à rien car il disparaît avec la précipitation du Cu. Mais les petites particules qui se forment provoquent un autre mécanisme de durcissement

III.5.1 Durcissement d'érouissage :

L'érouissage est un durcissement du matériau suite à une déformation à froid, lors de celui-ci de nombreux défauts sont introduits en particulier une forte densité de dislocations, l'énergie interne du matériau éroui est supérieure à celle du matériau non éroui et l'érouissage induit une nouvelle orientation préférentielle du matériau et une nouvelle texture [10]. Ce durcissement est celui qui provient de l'accumulation de dislocations pendant la déformation ou la transformation de phases [11].

III.5.2 Durcissement par précipitation :

On obtient le durcissement par précipitation (structural) grâce à une série de chauffages et de refroidissements contrôlés, c'est-à-dire grâce à des traitements thermiques dont le but final est l'obtention d'une répartition optimale des précipités dans la matrice. Les propriétés mécaniques des alliages ainsi traités dépendent de la répartition des précipités et de leur taille. Les dislocations qui doivent franchir les précipités permettent la déformation macroscopique du matériau. Le type de franchissement est fonction de l'interface entre le précipité et la matrice :

Dans le cas de précipités cohérents ou semi cohérents, ce qui est souvent le cas pour des précipités de petite taille, ils peuvent être cisailés. Le durcissement est obtenu à la fois par des effets élastiques et des effets chimiques [12].

III.6 Influence d'une déformation plastique juste après trempes sur la précipitation dans les alliages Al. Mg

La déformation plastique d'une solution solide sursaturée (contenant déjà un excès de défauts de la trempe) augmente davantage la quantité de défauts au sein de celle –ci nous devrions

nous doit s'attendre par conséquent à ce que le processus de précipitation soit accéléré : les défauts en excès facilitant la diffusion des atomes de soluté étant en abondance.

Cependant le vieillissement de la solution solide sursaturée déformée peut déclencher en plus du processus de la précipitation une réaction de restauration ou de recristallisation durant la restauration il y a diminution du taux de lacunes et d'interstitiels issus de la trempe par annihilation mutuelle et par réarrangement des dislocations introduites en forte densité par la déformation en réseaux plus stables si les conditions thermiques sont suffisantes les dislocations peuvent aussi être éliminées par les joints de grains au cours de leur migration dans la matrice.

Le vieillissement à des températures favorisant la restauration de l'alliage peut entraîner un ralentissement des processus de précipitation gouvernés par la diffusion (par exemple, la formation des zones G.P), les processus de germination et de croissance des particules de la seconde phase peuvent aussi être ralentis si l'agitation thermique permet l'élimination des dislocations par migration des joints de grain. Quand la recristallisation se produit elle élimine considérablement les défauts par une remise à neuf de l'alliage déformé, en effet une formation de nouveaux grains non déformés aux dépens des grains écrouis se produit par germination et croissance dont le résultat appelé recristallisation primaire qui est une nouvelle matrice contenant beaucoup moins de dislocations et à grains plus fins que ceux de l'alliage écroui, l'augmentation du nombre de grains peut donc agir en faveur des processus de germination et de croissance.

D'un autre côté la formation de germes d'une nouvelle phase au sein d'une solution solide sursaturée déformée après trempe peut s'opposer au mouvement des joints de grains et par conséquent retarder la recristallisation. Nous pouvons, donc, conclure que la connaissance des limites de stabilité des différentes phases de la séquence de précipitation donnée pour les alliages Al-Mg est une condition nécessaire mais pas suffisante pour la création de la structure hétérogène souhaitée, en effet l'alliage peut subir une déformation accidentelle après sa trempe qui peut modifier les domaines de stabilité des différentes phases qui peuvent se former durant le vieillissement ultérieur. La détermination des intervalles de températures dans lesquels la solution solide sursaturée et déformée est restaurée ou recristallisée est donc nécessaire.

Les mécanismes de restauration et de recristallisation étant aussi gouvernés par le processus de diffusion, ils dépendent donc de la densité de défauts ponctuels plans ou linéaires et nous pouvons penser que les deux processus se produisent dans les mêmes conditions thermiques que le phénomène de précipitation, il est connu qu'un matériau déformé commence sa

restauration tout suite après déformation (il tente de retrouver son équilibre thermodynamique). la restauration peut se faire donc à l'ambiante (spontanément). la recristallisation par contre nécessite une agitation thermique pour se produire [12].

III.7 Transformation de phases

Pour qu'une transformation de phase puisse s'effectuer, il est nécessaire que l'enthalpie libre du système diminue lors de la transformation ($DG < 0$) [20]. La transformation d'une phase à une autre exige généralement, lors de l'amorçage de la transformation, l'apparition de germes de la nouvelle phase, c'est-à-dire de petits éléments de volume qui ont la même structure que la phase en formation et qui sont séparés de la phase non-transformée par une interface à énergie élevée. Ces germes, qui sont caractérisés par un rapport surface sur volume élevé, possèdent une enthalpie libre de formation plus élevée que celle de la phase en transformation.

La transformation de phases qui s'effectue de préférence est celle qui est caractérisée par la cinétique la plus rapide, et la microstructure qui se forme est celle qui possède l'enthalpie libre la plus basse. C'est le cas pour la cristallisation qui constitue la transformation physique la plus importante pour l'étude des matériaux. Celle-ci donne naissance à une grande variété de microstructures, en particulier lorsqu'il se fait à des alliages et qu'il peut y avoir formation de plusieurs phases solides de structures différentes.

Les transformations de phases à l'état solide sont également très importantes pour les matériaux. On distingue:

- * Les transformations allotropiques qui sont particulièrement importantes dans le cas des matériaux ferreux.
- * Les transformations eutectiques, lors d'un refroidissement, où une phase liquide se scinde simultanément en deux phases nouvelles. Lorsque la transformation eutectique se fait aux dépens d'une phase solide, on la désigne sous le nom de transformation eutectoïde. C'est par exemple, le cas de la solution solide de fer -cfc contenant 0,8% de carbone. Dans certains cas, on observe la formation de précipitation de composés de structure intermédiaire comme les composés intermétalliques qui jouent un rôle très important dans les phénomènes de durcissement des métaux comme l'aluminium par exemple.

La diffusion joue un rôle important dans les transformations de phases où interviennent des changements importants de structure. Cette catégorie, qui représente de loin la classe de

transformations de phases la plus importante, procède, presque toujours, par un mécanisme de germination – croissance

III.7.1 Phases formées

Le traitement de durcissement structural a pour but l'augmentation des propriétés mécaniques de l'alliage par formation de précipités durcissant au cours de la trempe ou du revenu. Pour les nuances d'alliages d'aluminium de la série 6xxx, le durcissement est dû à l'apparition des phases β'' et β' , composés métastables du précipité β -Mg₂Si [13].

La cinétique de précipitation a été étudiée par certains chercheurs dans un alliage commercial au chauffage depuis l'état brut de coulée, jusqu'à la température d'homogénéisation par différentes techniques de caractérisation [14].

Les analyses effectuées en mode isotherme [15,16] et anisotherme [17,18] ont permis de caractériser les séquences de transformations mises en jeu lors du chauffage avant homogénéisation, ainsi que l'incidence de la vitesse de chauffage sur la cinétique de transformation. Plusieurs études ont été faites sur les phénomènes de précipitation dans les

III.7.2 Germination d'une nouvelle phase (germination primaire)

L'apparition d'une nouvelle phase dans une phase existante (une phase cristalline dans un liquide par exemple) se produit en général d'une manière discontinue. Dans le domaine de température où la transformation se produit spontanément, on observe par fluctuations aléatoires la formation d'îlots microscopiques ayant la structure de la phase qui se forme. (Figure III.1) la cristallisation d'un métal [19].

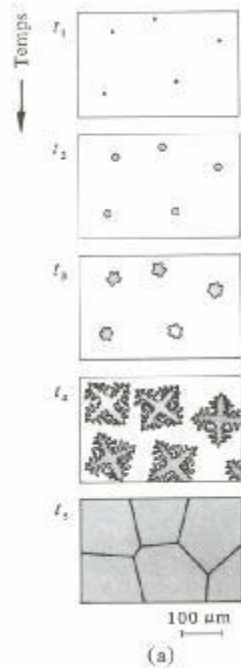


Figure III.1: la cristallisation d'un métal [19].

On observe généralement la formation de dendrites, dans les métaux purs, ne sont plus visible en fin de solidification. Ce sont les germes qui croissent progressivement pour former les grains, jusqu'à occuper tout l'espace disponible pour la transformation.

Références bibliographie :

- [1] : **Y. Aouabdia**, Etude de la décomposition et de la précipitation dans des tôles des alliages Al-Mg-Si, these de doctorat, Université de Constantine 126p.
- [2],: **Hadid, M-D**, Évolution de la microstructure et des propriétés mécaniques au tréfilage des alliages d'aluminium, Mémoire de magistère, École national de polytechnique, (2012
- [3] : **M. Dupeux**, Aide mémoire science des matériaux, Dunod, (Paris 2004), pp.105-148.
- [4]:**S. Vyazovkin, D. Dollimore**, J. Chem. Inf. Comput. Sci., 36 p42-55(1996)
- [5]: **A.Hässner**, Leipzig, p 41, (1970).
- [6]: **M.Hillert**, Series N° 33, Institutue of Metals, London, p.231,(1969).
- [7] : **M.Hillert**, Met. Trans. 3, p. 2729, (1972).
- [8] :**F.D.GEUSER**. Thèse de doctorat, Université de ROUEN (2005).
- [9] :**A. Gaber, N. Afify,A. Gadallah,A. Mossad**, H. Temp.H Per.,31, 1999. pp. 613-625.
- [10] :**G. Mrówka-NowotnikJ. Sieniawski, M. Wierzbińska** Archives of Materials Science and Engineering, (2007), 69-76.
- [11] :**C. Chaussin, G. Hilly**, Dunod Paris (1978).
- [12] :**S. Nebti**, Thèse de Doctorat d'Etat, Université de Constantine, Algérie (1995).
- [13] :**R. Develay**, Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques, (1992), vol. M440, pp. 2-26.
- [14]: **C. Cayron, P. A. Buffat**, Acta. Mater, 48 (2000) 2639-2653.
- [15]:**D. J. Chakrabarti, Y. Peng, D. E. Laughlin**, Mater. Sci. Forum, 396-402 (2002) 857-862.
- [16]: **S. M. Hirth, G. J. Marshall, S. A. Court, D. J. Lloyd**, Mater. Sci. Eng. A, 329-321 (2001)452-456.
- [17] :**Y. Ohmori, L. C. Doan, Y. Matsuda, S. Kobayashi, K. Naki**, Mater. Trans., 42(12) (2001)2476-2583.
- [18]: **A. Fattah, N. Afify, A. Gadalla, A. Mossad**, High Temp - High Press, 31 (1999) 613.
- [19] :**W. Kurz, J.P. Mercier, G. Zambelli**, Introduction à la Science Des Matériaux, 2eme édition, Presse Polytechnique et universitaires Romandes. Suisse (Lausanne, 1995), pp. 191-203

Chapitre –IV–

M*atériaux et technique Expérimentale*

IV.1. Introduction

L'objectif de ce chapitre est de présenter l'ensemble de techniques expérimentales utilisées au cours de travail. Ainsi les techniques d'élaboration et traitement thermique.

Les méthodes de caractérisation utilisées dans le cadre de ce travail afin d'identifier l'évolution de la microstructure et de la texture de déformation et pour mesurer les propriétés mécaniques : la microscopie optique et électronique, la diffraction des rayons X (pics) la micro dureté Vickers.

IV.1.2 Choix de matériau étudié

Le matériau étudié est fourni par la société MIDAL CABLES (BAHRAIN), il est en alliage Al-Mg-Si (série 6101) et présenté sous forme de bottes de fil de 9.5 mm de diamètre. Pour réaliser cette étude plusieurs taux de déformation sont mesurés (Tableau IV.1). Les différents taux de réduction (ε) sont calculés à partir de l'équation suivante :

$$\varepsilon = \left(\frac{S_0 - S}{S_0} \right) \cdot 100\% \quad \text{-----(IV.1)}$$

Où S_0 est la section initiale du fil (fil machine) et S est la section final du fil (fil tréfilé).

Les différentes passes au niveau de la machine d'aluminium qui sont présentés dans les figures (IV.1), (IV.2)

Tableau .IV.1 : Déformations de des fils

La désignation	Etats	Taux de réduction
MIDAL CABLES	Fil machine $D_0=9.5$ mm	$\varepsilon_0 = 0\%$
	$D_1= 8.43$ mm	$\varepsilon_1 = 21.26\%$
	$D_2=5.29$ mm	$\varepsilon_2 =68.99\%$
	$D_3 = 3.45$ mm	$\varepsilon_3 = 86.81\%$



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

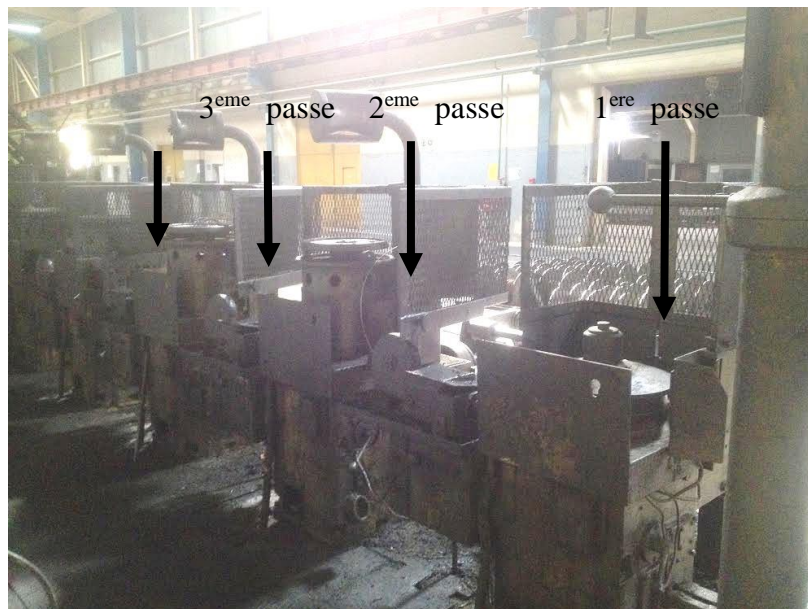


Figure .IV.2 Différentes passes au niveau de la machine d'aluminium AGS (ENICAB Biskra).

IV.1.3 Analyse de la composition chimique

La composition chimique de l'alliage d'aluminium 6101, est donnée dans le Tableau IV.2.

Tableau IV.2 : Composition chimique du Matériau [1].

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

Les caractéristiques mécaniques de l'alliage à l'état brut (fil machine), sont indiquées ci-dessous (Tableau IV.3) :

Tableau IV.3 : Propriétés mécaniques et électrique de l'alliage [1].

La charge à la rupture R_m (Mpa)	l'allongement A(%)	la micro-dureté (HV)	Résistivité électrique ρ ($\Omega \cdot \text{mm}^2/\text{m}$)
215	11	66.84	0.03447

IV.2 Traitements thermiques

Les traitements thermiques que nous avons réalisés dans ce travail ont pour but principal de voir l'évolution de la microstructure en fonction du temps.

Le traitement thermique des échantillons s'est effectué dans un four à résistance électrique (Figure IV.3). Pour :

- le fil machine et les différents taux déformations ($\varepsilon_1 = 21,66\%$, $\varepsilon_2 = 68,99\%$, $\varepsilon_3 = 86,81\%$) sont homogénéisés à température 550C° pendant 6 heures et trempés à l'eau, puis portés à un vieillissement pendant (4h, 20h) à une température de 200C°
- le fil machine et les différents taux déformations ($\varepsilon_1 = 21,66\%$, $\varepsilon_2 = 68,99\%$, $\varepsilon_3 = 86,81\%$) à l'état brut sont vieillis pendant (4h, 20h) à une température de 200C°

- Homogénéisation à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau froide
- Vieillissement artificiel : 200C° (4h, 20h)
- Vieillissement naturel : 2 ans
- Vieillissement Mixte (Vieillissement naturel +vieillissement artificiel)
2 ans + [T= 200C° à (4h, 20h)]



Figure IV.3 : Four de traitement thermique.

IV.3 Préparation des échantillons

IV.3.1 Polissage

La manipulation des échantillons prélevés a nécessité leur enrobage à froid dans des résines époxydes, durissantes à froid (durcissement à l'air dans des moules plastiques). Cet enrobage permet de faciliter le polissage manuel de petits échantillons (Figure IV.4).



Figure IV.4 : La polisseuse PHOENIX ALPHA d'ANALIS.



Figure IV.5 : Echantillons coupés et enrobés.

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

IV.3.2 Attaques chimiques

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

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

- 100 mL d'eau
- 0.5 mL d'acide fluorhydrique

L'attaque est menée durant une minute et 40 secondes.

IV.4 Méthodes expérimentales :

La partie expérimentale est réalisée : au sein du laboratoire de physique et le laboratoire du RX de l'université Med Kheider Biskra, le laboratoire de Métallurgie d'Annaba tandis que le MEB utilisé est celui du Centre de Recherche Scientifique et Technique en Analyses Physico-Chimiques (CRAPC)

IV.4.1 L'analyse micrographique(MO) :

Nous avons utilisé le microscope optique pour suivre l'évolution de la microstructure des échantillons. Les observations métallographiques sont effectuées sur un microscope optique équipé d'un appareil photo numérique. Cette technique nous permet d'observer les phases et de commenter leurs morphologies respectives, (Figure IV.6).



Figure IV.6 : Microscope optique

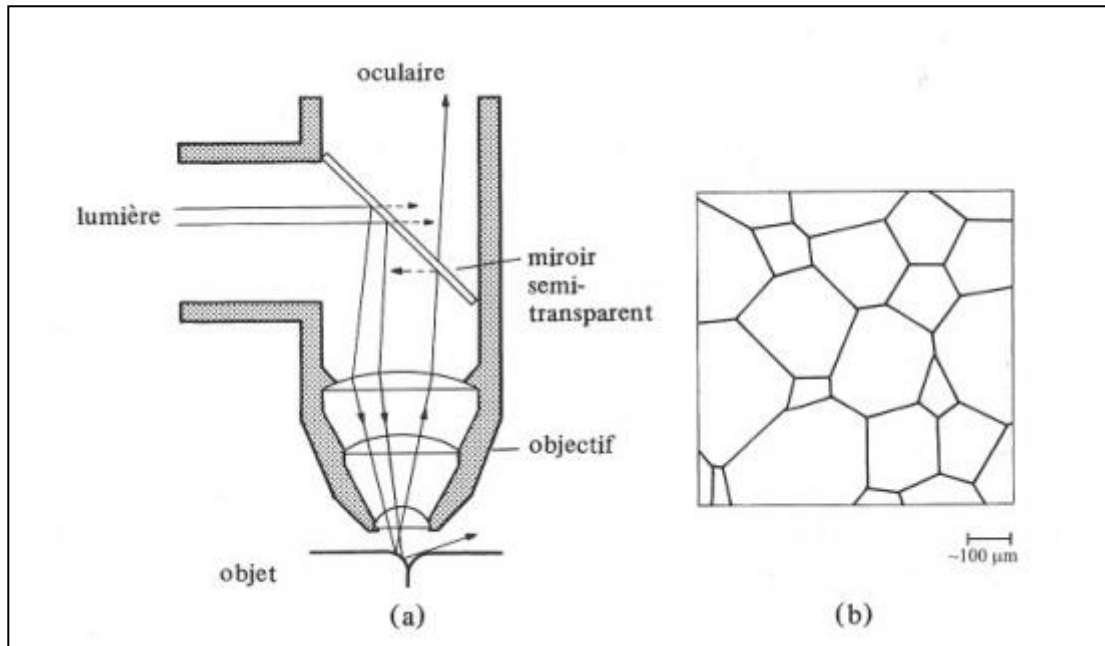


Figure IV.7: Observation des microstructures au microscope optique à réflexion d'une surface polie et attaquée chimiquement.

IV.4.2 Analyse micro-dureté Vickers (Hv) :

IV.4.2.1 Principe de mesure

La dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la déformation. Sa mesure est basée sur la détermination des dimensions d'empreintes produites dans le matériau par enfoncement d'un pénétrateur, sous l'action d'une charge appliquée. La dureté est le rapport de la force appliquée F à la surface en cours S de l'empreinte.

$$H = F/S$$

Équipé d'un oculaire pour permettre de positionner l'empreinte, qui est nécessaire pour déterminer HV à partir d'un double clic sur le bouton de HV de l'appareil (Figure. IV.8), où bien à l'aide de la formule suivante :

$$HV = 1854.4 \frac{p}{d^2}$$

p : charge appliquée.

d : longueur moyenne des diagonales de l'empreinte (μm).

Les mesures de dureté ont été effectuées par la méthode de Vickers et sous une charge de 100 g. Chaque mesure correspond à une moyenne de 2 points.



Figure IV.8 : Micro-duremètre Vickers INNOVATEST,

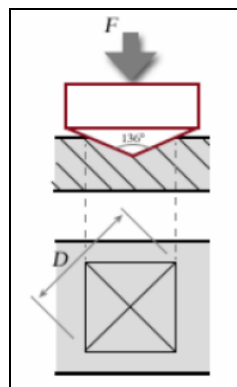


Figure IV.9 : Principe de la mesure de micro dureté Vickers.

IV.4.2.2 Méthode de détermination de la fraction recristallisée

Pour évaluer la cinétique de recristallisation, un facteur d'avancement a été calculé à partir de l'expression suivante :

$$X_V = \left(\frac{H_{V \text{ initiele}} - H_{V(t)}}{H_{V \text{ initiele}} - H_{V \text{ finale}}} \right) \text{----- (IV.2)}$$

Où H_V finale est la valeur moyenne de la micro dureté du matériau complètement recristallisé, H_V initiale est la valeur moyenne de la micro dureté du matériau déformé, et $H_V(t)$ correspond à la micro dureté d'un état partiellement recristallisé à un temps de recuit (t) [2].

IV.4.3 Analyse par microscope électronique à balayage (MEB) :

Les principes de fonctionnement et de formation de l'image de microscope électronique à balayage (MEB) sont entièrement différents de ceux du MO.

Le principe du microscope électronique à balayage consiste à explorer la surface de l'échantillon par lignes successives et à transmettre le signal du détecteur à un écran cathodique dont le balayage est exactement synchronisé avec celui du faisceau incident [3]. Le fonctionnement d'un MEB repose sur l'interaction électron/matière (Figure IV.11).

L'observation de la surface s'effectue par bombardement de la surface avec un faisceau d'électrons formé dans un canon, un point sur une surface réémet plusieurs signaux caractéristiques.

Il permet d'accéder à des échelles très différentes. Les observations réalisées par le MEB sont les plus précises qu'en microscope optique surtout pour les grossissements assez élevés.

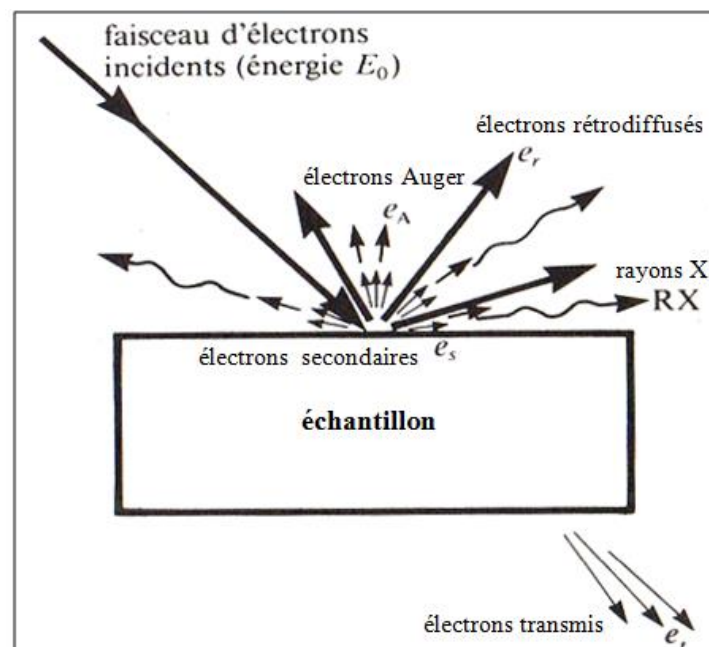


Figure IV.10 : Représentation schématique de l'interaction entre un faisceau d'électrons et la surface d'un échantillon [4].



Figure. IV.11 : Microscope Electronique à Balayage

IV.4.4 Analyse par diffraction des rayons X :

Les rayons X font partie des rayonnements électromagnétiques ayant une grande énergie et une faible longueur d'onde, qui est de l'ordre des espacements atomiques dans un solide. Une grande partie des connaissances en matière d'arrangements atomiques et moléculaires des solides provient d'études effectuées par diffraction des rayons X (DRX), (Figure IV.12). Nous avons réalisé cette analyse au sein du laboratoire de département de métallurgie à l'université de Biskra.



Figure IV.12: Diffractomètre de type PAN alytical X' Pert PRO

La figure IV.13 contient deux plans atomiques parallèles A-A' et B-B' qui ont les mêmes indices de Miller, h, k et l et qui sont séparés par l'espacement d_{hkl} . La distance d_{hkl} est mesurable par diffraction de rayons X (DRX) grâce à la loi de Bragg.

$$n\lambda = d_{hkl} \sin \theta + d_{hkl} \sin \theta = 2d_{hkl} \sin \theta \quad \text{-----} \quad (\text{IV.3})$$

n est l'ordre de réflexion, qui peut être n'importe quel nombre entier (1, 2, 3...) à condition que $\sin \theta$ ne dépasse pas l'unité et λ longueur d'onde du rayon X.

Dans notre étude, nous avons utilisé un diffractomètre de type BRUKER D8 ADVANCE.

L'intervalle angulaire qui permet de mesurer s'étend de 20° à 90° sur l'échelle 2θ

Le rayonnement X monochromatique est produit par une anticathode en cuivre (Cu). Le filtre est constitué de nickel (Ni) et ne laisse passer que la raie K_α ($\lambda_{\text{Cu}(\alpha)} = 1,54060 \text{ \AA}$).

La partie irradiée de l'échantillon est rectangulaire, les rayons X tombent sur la section longitudinale du fil d'aluminium.

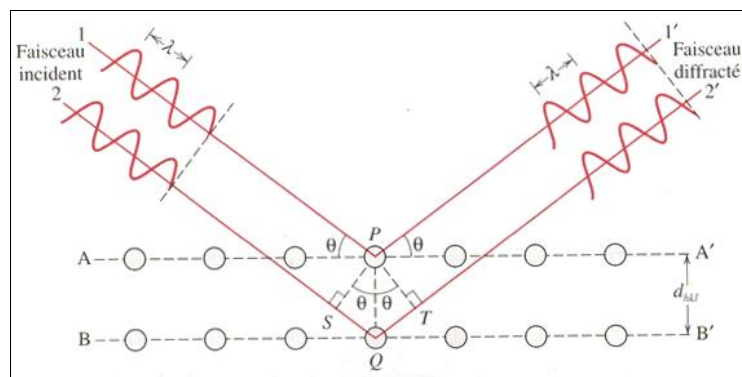


Figure IV.13: Diffraction de rayon X par des plans d'atomes (A-A' et B-B') [3].

IV.4.4.1 Calcul du paramètre de maille

À chaque pic correspond un angle de diffraction, donc une distance inter-plans d dans l'espace réciproque. Ces plans parallèles sont indexés par trois coordonnées (h, k, l) dans l'espace défini par les axes cristallographiques. Pour les symétries cubiques, on peut ainsi calculer le paramètre de maille par :

$$a = d \sqrt{(h^2 K^2 L^2)} \quad \text{-----} \quad (\text{IV.4})$$

IV.4.4.2 Méthodes du calcul de la taille de grains

Pour évaluer la taille des cristallites, nous avons appliqué la formule de Scherrer.

$$\langle L \rangle = \left(\frac{n \lambda_{cu(\alpha)}}{FWHM \cdot \cos \theta_{Bragg}} \right) \text{----- (IV.5)}$$

FWHM est la largeur à mi-hauteur du pic, positionné par l'angle θ [3].

La diffraction des rayons X a été utilisée dans le but d'accéder à des informations sur les structures cristallines de l'échantillon, taille des grains et la distance réticulaire entre plans atomiques en comparant avec des bases de données des fiches ASTM (American society for Testing and Materials).

Références bibliographie :

- [1] **Hadid, M-D**, Évolution de la microstructure et des propriétés mécaniques au tréfilage des alliages d'aluminium, Mémoire de magistère, École national de polytechnique, (2012).
- [2] **S. Jakani**, Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé, Thèse de doctorat, Université Paris XI (2004).
- [3] **William D Callister Jr.**, Science et génie des matériaux2002.
- [4] **J-P.Baïlon, J.-M. Dorlot, J. Masounave**, Des Matériaux. 2ème édition école polytechnique de montréal,1986.

Chapitre –V–

Résultats et Discussions

V.1 Introduction :

L'objectif de ce travail est l'étude des changements microstructuraux et des propriétés mécaniques lors du traitement du vieillissement naturel et artificiel du fil d'alliage AGS tréfilé à froid avec différentes taux de déformations. L'objectif est d'analyser la formation de phase lors de déformations des fils d'alliages, ainsi que l'influence combinée au niveau de la déformation plastique et de la température de vieillissement. Les résultats expérimentaux sont obtenus à l'aide de différentes techniques expérimentales telles que le microscope optique, le microscope électronique à balayage, la DRX et la micro dureté.

V.1.1 Etat brut :

Les échantillons d'alliage d'aluminium (AGS) ont subi un vieillissement naturel à une température ambiante pendant une durée de deux ans. Ce fil machine subira une série d'opérations de réduction de la section (tréfilage). On note que cet alliage n'est pas stable du point de vue mécanique lors de son vieillissement naturel.

V.1.1.1 Observation par microscope optique(MO) :

La figure (V.1) illustre la microstructure typique à l'état brut d'un alliage d'aluminium observée au microscope optique. La microstructure de fil machine présentée à la figure (V.1A) possède une anisotropie des grains au niveau de leur forme et de leur taille tel que l'alliage qui est obtenu par coulée continue [1]. Un autre changement de la microstructure pour les fils tréfilés à des taux de déformation (ϵ_2) et (ϵ_3) est le développement d'une texture, liée à des orientations préférentielles des grains qui résultent de la déformation plastique par tréfilage à froid.

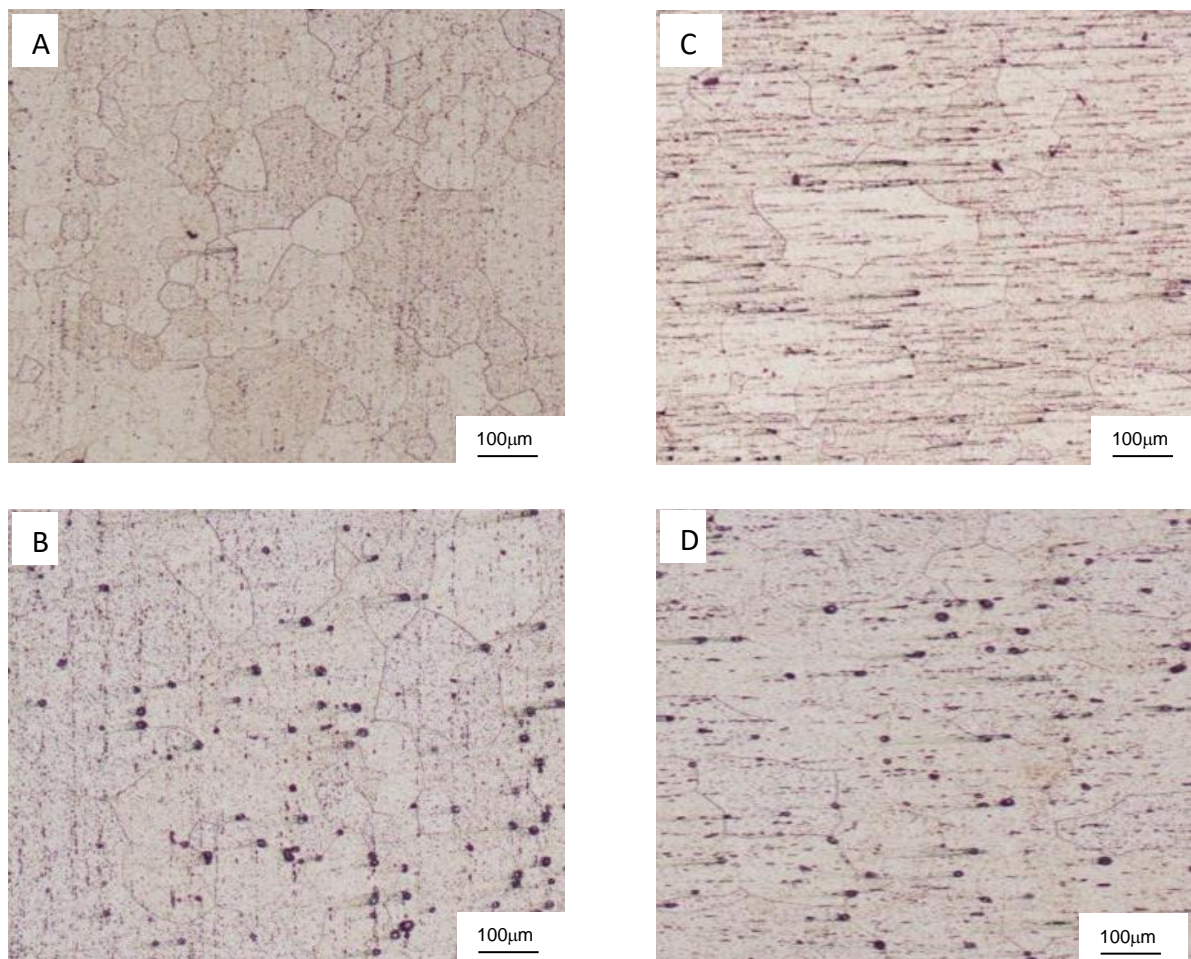


Figure V.1 : Microstructure des fils (AGS) vieilli naturellement (Etat brut)

$\varepsilon_0 = 0\%$ Fil Machine (A), $\varepsilon_1 = 21,26\%$ (B), $\varepsilon_2 = 68,99\%$ (C), $\varepsilon_3 = 86,81\%$ (D)

V.1.1.2 Observation par microscope électronique à balayage (MEB) :

Les figures suivantes, montrent les micrographies des échantillons respectivement du fil machine et le fil fortement déformé ($\varepsilon_3 = 86,81\%$) obtenues par microscopie électronique à balayage (MEB). Dans la figure (V.2B) révèlent la présence des particules de petites tailles sombres, grises et blanches de forme aléatoire et repartis aléatoirement dans la matrice. Ces précipités sous forme de bâtonnet ou sous forme globulaire [1]. L'analyse par EDAX (Energy Dispersive X-Ray Analysis) a été utilisée pour déterminer la composition chimique de ces particules selon leur forme et la composition chimique des particules réalisées sur ces échantillons, les particules peuvent être identifiées comme la phase (Mg_2Si). La présence du fer dans la figure (V.2C) comme élément responsable de la formation des précipités typiques ($\alpha\text{-AlSiFe}$), dont l'existence ne favorise pas

l'amélioration des propriétés mécaniques de l'alliage à cause de l'asymétrie en morphologie de ces précipités, ceci est en bon accord avec les résultats trouvés par d'autres chercheurs [2- 4].

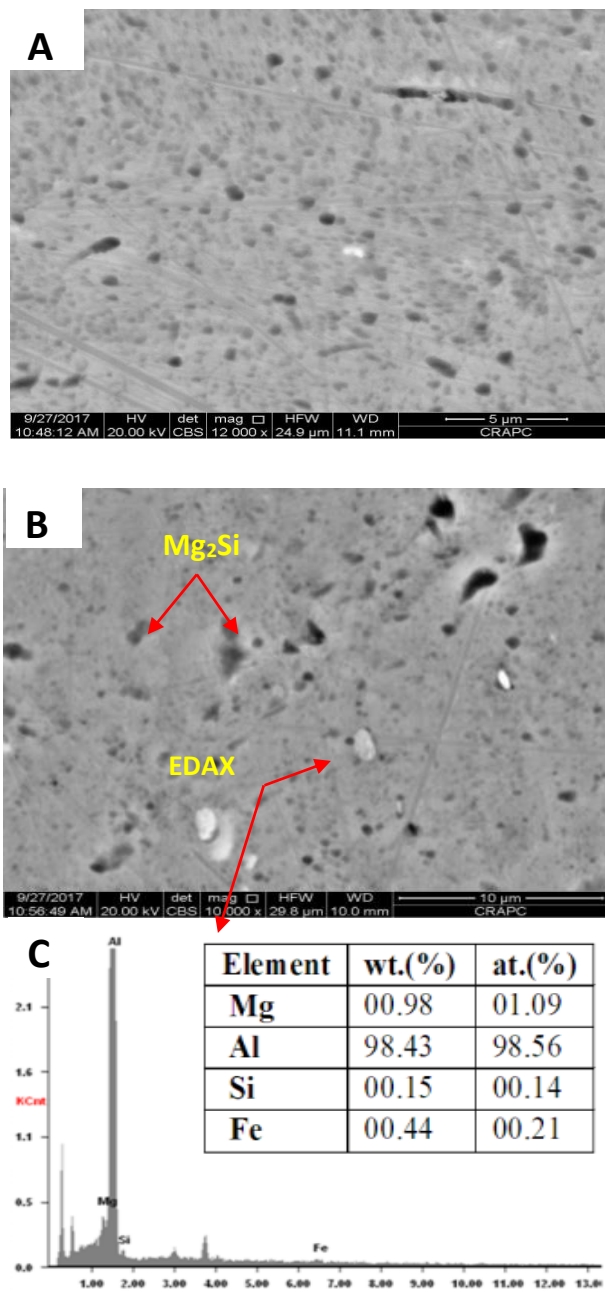


Figure V.2 : Micrographies obtenues par MEB des fils (AGS) vieilli naturellement (Etat brut)
 (A): fil Machine (B): $\epsilon_3 = 86,81\%$ (C): Analyse par EDAX

V.1.1.3 Analyse par diffraction des rayons X (pics) :

Le diagramme de diffraction des rayons X du fil machine en alliage Al-Mg-Si est montré sur la figure (V.3) et la fiche technique ASTM [voir annexe], les pics présentés correspondent à la structure en CFC de matrice d'aluminium, les résultats montre que le pic le plus intense est que (111) de la matrice d'aluminium, Cela montre l'existence d'une orientation privilégiée (texture), étant donné que cet alliage est un fil obtenue par le coulée en contenue [1] et d'autres pics d'aluminium (200), (311), (220) et (222) avec des intensités différentes.

Par contre, le spectre de fil tréfilé à (86,81%), figure (V.4) montre une légère diminution de l'ensemble des intensités des pics(111), (200), (311), (222), déjà observés sur fil machine et la diminution importante de pic (220). On note l'apparition d'un nouveau pic négligeable à ($2\theta = 15,53^\circ$), qui représente la présence d'une nouvelle phase de β à faible intensité, comme nous l'avons vu dans la figure (V.2b), obtenue par microscope électronique à balayage MEB, ce qui montre qu'il y avait une nouvelle texture.

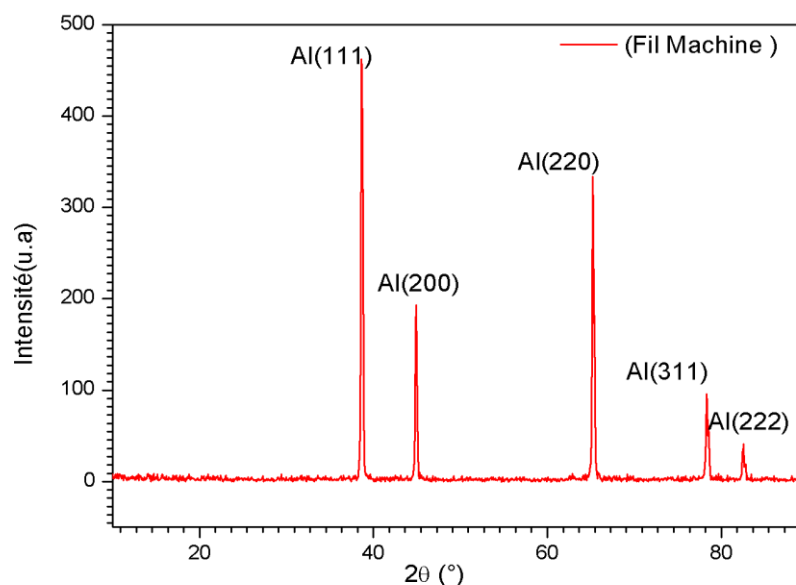


Figure V.3 : Spectre de DRX d'un fil machine(AGS) vieilli naturellement (Etat brut)

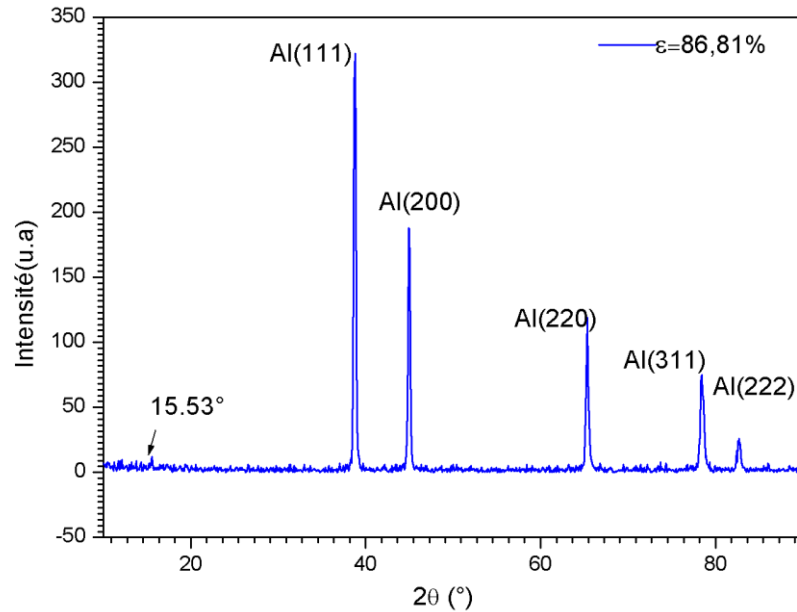


Figure V.4: Spectre de DRX d'un fil tréfilé ($\varepsilon_3 = 86,81\%$) vieilli naturellement (Etat brut).

La figure (V.5a,b) montre le déplacement des pics (111), (200), (220) et (311) dans le sens des grands angles provoquée par la réorganisation des grains, le réarrangement des dislocations, et leur disparition au cœur de la recristallisation de la matrice α -aluminium. Ces résultats sont en accord avec les résultats obtenus par d'autres recherches [5-7] et les travaux [8], ceci est dû à une variation du paramètre de réseau de la matrice α -aluminium, provoqué par la présence des éléments d'additions.

Dans notre analyse au cours de tréfilage, les phénomènes suivants sont remarqués :

- Variation de l'intensité des pics.
- Décalage des pics à grands angles lors du tréfilage.
- La mesure des positions angulaires 2θ , la largeur demi-hauteur $\Delta\theta$ et les intensités I des pics de diffraction de la matrice donnent des informations importantes sur la structure cristallographique et la teneur en soluté de la matrice. L'avantage essentiel de cette technique est l'observation de tous les changements qui peuvent se produire au cours des différents revenus en suivant les caractéristiques des pics de diffraction des nouvelles phases.

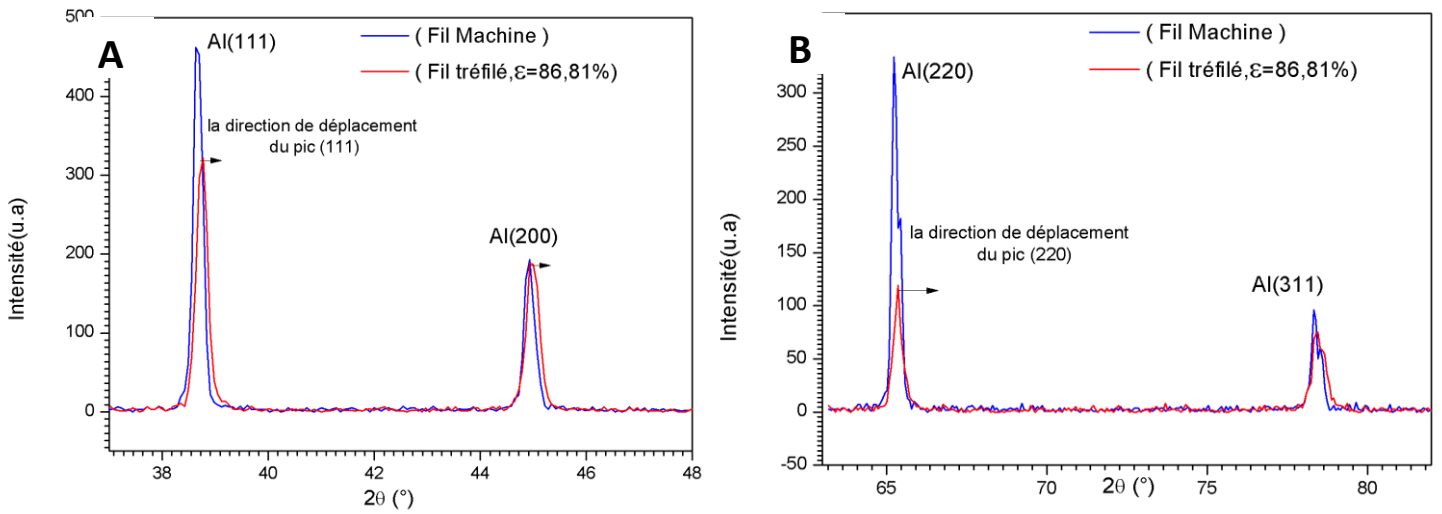


Figure V.5 : Superposition des spectres de DRX de fil machine et un fil déformé ($\epsilon_3 = 86,81\%$) vieillis naturellement (Etat brut)
 (A): pics (111) et (200)/(B):pics (220) et (311)

Tableau V.1 : déplacement des pics dans le sens des grands angles

Pics	(111)	(200)	(220)	(311)	(222)
déplacement des pics $\Delta 2\theta$ (°)	0,0362	0,0087	0,0373	0,0906	0,1505

V.1.1.4 Mesure de la micro dureté :

La figure(V.6) représente la variation de la micro dureté (Hv) en fonction de la déformation (ϵ) par le processus de tréfilage pour un alliage AAl6061 qui a subi une série de réduction de la section en état brut, ceux-ci a montré que la micro dureté augmente avec l'augmentation de niveau de déformation. Nous remarquons pour les fortes réductions par tréfilage la micro dureté est plus importante et due à une forte introduction des dislocations. Ce phénomène est appelé durcissement par écrouissage durant lequel des dislocations sont introduites lors de la déformation plastique par tréfilage.

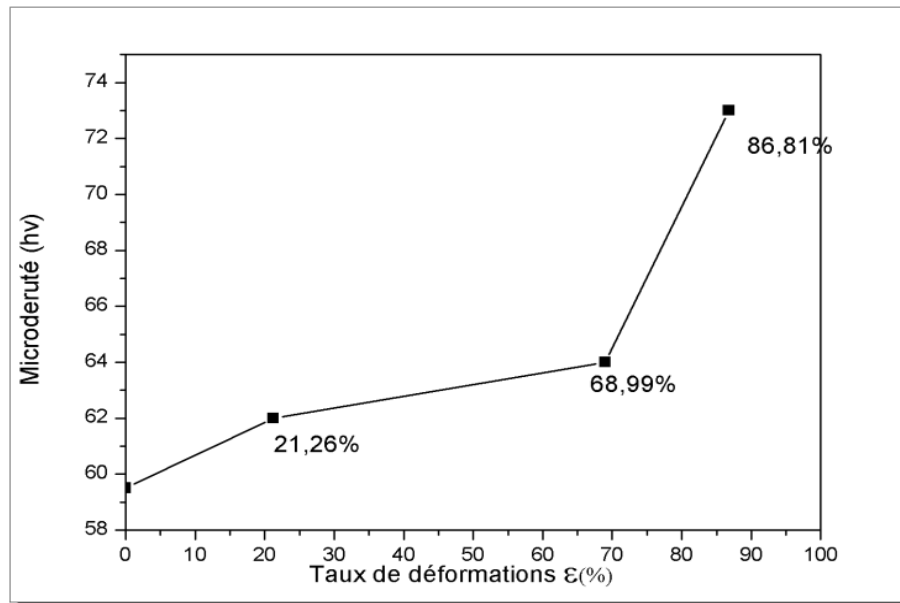


Figure V.6: Courbes d'évolution de la micro dureté (Hv) du fil d'aluminium tréfilé à froid vieilli naturellement (état brut) en fonction de la déformation (ϵ).

V.1.2 Etat de vieillissement artificiel à 200 C° pendant (04, 20) h :

Les échantillons d'un alliage d'Al (AGS) vieilli naturellement à une température ambiante pendant deux ans puis portés à un vieillissement artificielle pendant différents horaires (4h, 20h) à température de 200C°, ce fil machine subira une série de réduction de la section (tréfilage). au point de vue mécanique, on notant que lors ce traitement l'alliage n'est pas stable.

V.1.2.1 Observation par microscope optique(MO) :

L'observation au microscope optique du fil machine et des fils tréfilés et vieillis pendant 4h à 200C°, fait apparaitre une microstructure blanche et grisâtre. Cette microstructure était identique à celle des fils qui n'ont pas subi de vieillissement. Mais après l'application d'un traitement thermique, nous avons remarqué l'apparition de points de différentes tailles sur les microstructures. Comme on peut le constater sur la figure (V.7 C, D), ce phénomène est très remarquable sur les microstructures des fils tréfilés au-delà de 50% augment avec la déformation. Ce constat indique la précipitation d'une nouvelle phase ou d'un nouveau composé après le traitement thermique.

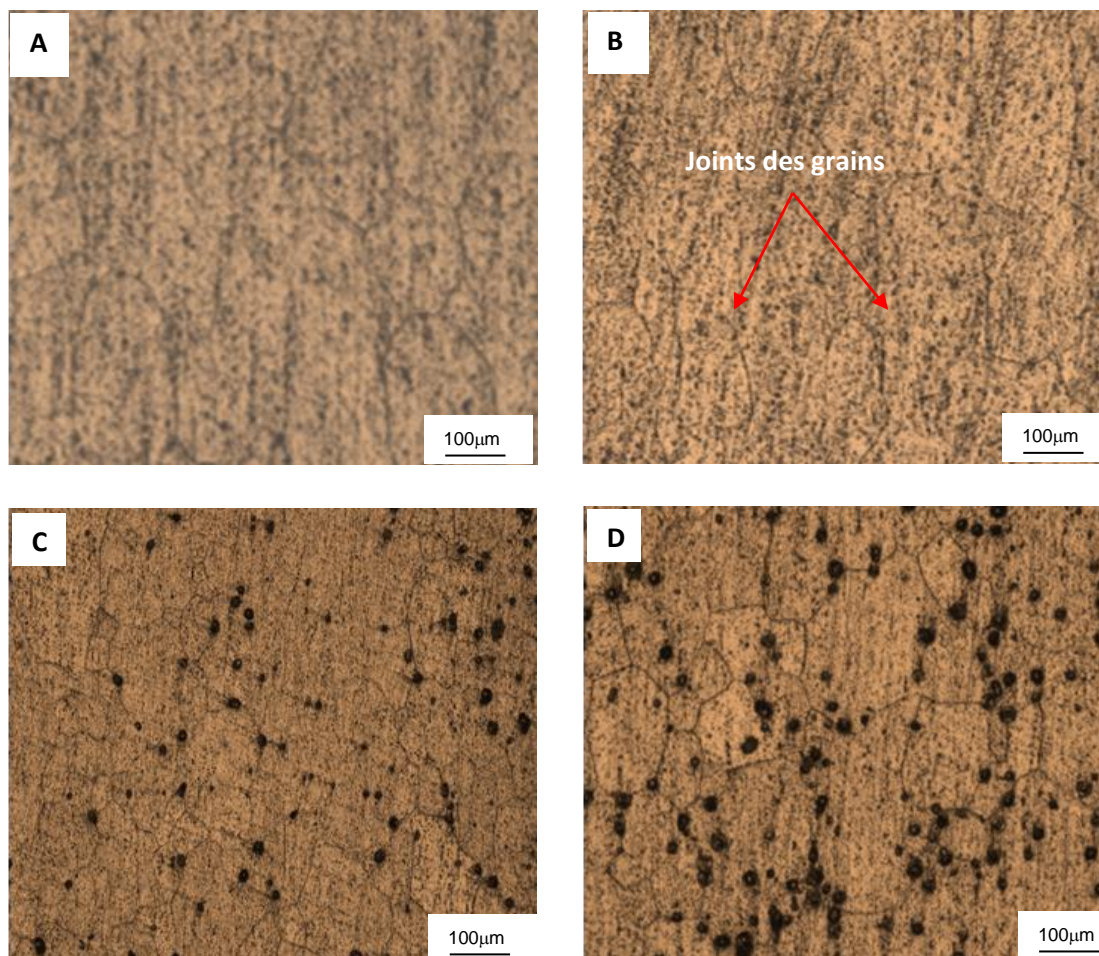


Figure V.7 : Microstructure des fils (AGS) vieillie naturellement puis suivie par un vieillissement Artificiel à : (200 C° 04h)

$\varepsilon = 0\%$ Fil Machine (A), $\varepsilon_1 = 21,26\%$ (B), $\varepsilon_2 = 68,99\%$ (C), $\varepsilon_3 = 86,81\%$ (D)

V.1.2.2 Observation par microscope électronique à balayage (MEB) :

La figure (V.8) représente les microstructures obtenues par microscopie électronique à balayage (MEB). Les particules recherchées sont localisées sur le fil déformé à ($\varepsilon_3 = 86,81\%$) après un vieillissement artificiel à 200 C° pendant 4 heures. Nous constatons l'existence de précipités de différentes tailles, dispersés aléatoirement dans la matrice qui illustre le composé intermétallique Mg₂Si, ce sont des plaques cubiques à l'équilibre non-cohérent (β) se forment des particules β' [9]. Nous avons observé un phénomène de précipitation.

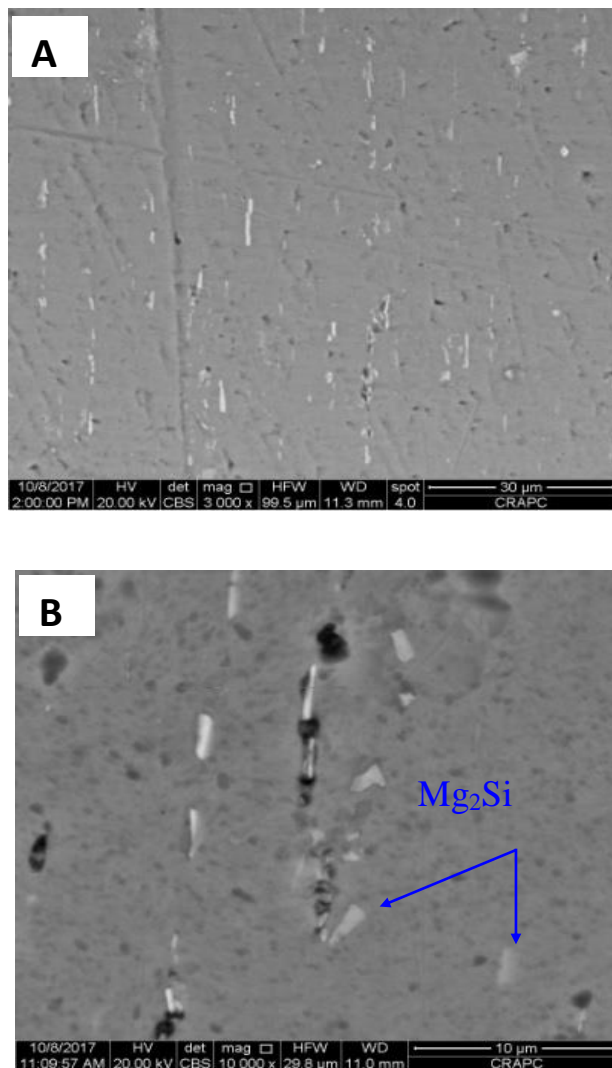


Figure V.8 Micrographies obtenues par MEB des fils (AGS) vieilli naturellement puis suivi par vieillissement artificiel à : (200 C° 4h)
(A) : Fil Machine (B) $\epsilon = 86,81\%$

La microstructure du fil en alliage d'aluminium Al-Mg-Si pour différents taux de réduction de l'épaisseur par tréfilage à froid et la composition chimique des particules observées sont réalisées à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) équipé de EDAX (microanalyse à rayons X). Les micrographies électroniques à balayage du fil machine et le fil fortement déformé ($\epsilon_3 = 86,81\%$) vieilli à température ambiante pendant 2 ans et vieilli artificiellement à 200°C pendant 20h ont montré dans la figure (V.9), des particules grossières et fines sont observées dans les deux cas. La densité la plus élevée des particules fines a été observée dans le fil fortement

déformé ($\varepsilon_3 = 86,81\%$). En revanche, la faible densité des particules fines est observée dans le fil machine. Les particules présentées sont réparties au hasard dans la matrice du fil d'alliage AGS.

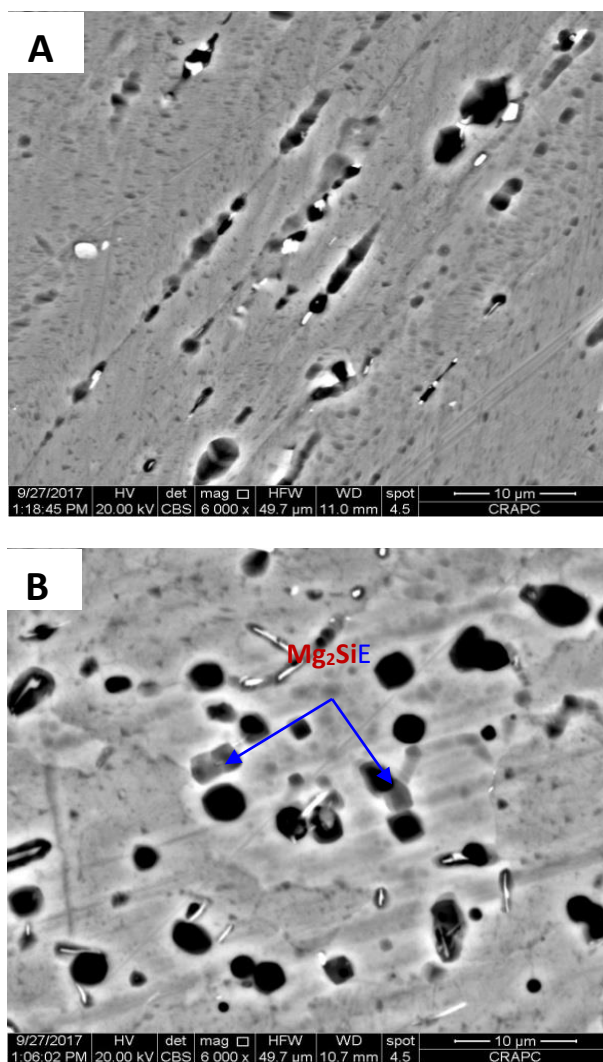


Figure V.9 : Micrographies obtenues par MEB des fils (AGS) vieillies naturellement puis suivies par un vieillissement artificiel à (200 °C 20h)
(A): fil à Machine. (B): $\varepsilon_3 = 86,81\%$

V.1.2.3 Analyse par diffraction des rayons X (pics) :

Nous remarquons à l'état de vieillissement naturel puis un vieillissement artificiel à une température de 200°C pendant 4h les figures (V.10), (V.11) pour le fil fortement déformé $\varepsilon_3 = 86,81\%$.

L'apparition d'un pic d'aluminium avec l'indice de Miller (311) qui est illustré dans la position ($2\theta = 78.18^\circ$) est dû probablement au domaine de la recristallisation.

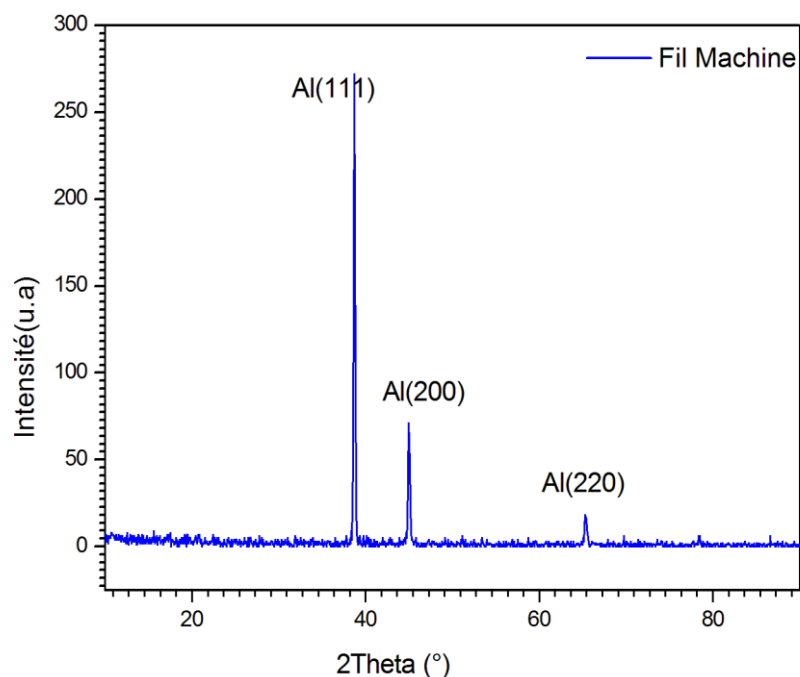


Figure V.10 : Spectre de DRX d'un fil machine vieilli naturellement (état brut) puis suivi par un vieillissement artificiel à (200 C° 4h).

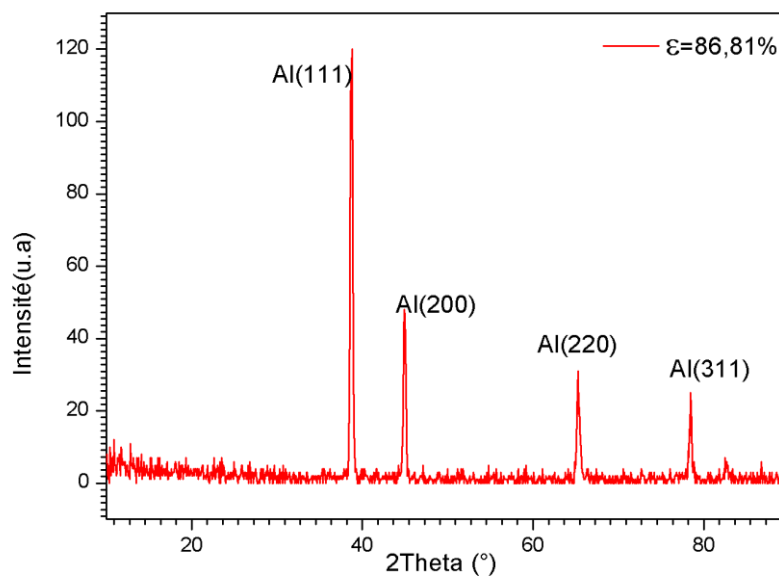


Figure V.11 : Spectre de DRX d'un fil tréfilé à froid (86.81%) vieilli naturellement (état brut) puis suivi par un vieillissement artificiel à (200 C° 4h)

Selon le diagramme de diffraction des rayons X de Al6101 vieilli à la température 200 °C pendant 20h et après l'opération de tréfilage à froid ($\epsilon_3 = 86,81\%$), montrée sur la (figure V.13), on peut

remarquer l'apparition de nouveaux pics à ($2\theta = 18,96^\circ$, $2\theta = 20,15^\circ$) avec une grande intensité et à ($2\theta = 12,17^\circ$) avec une faible intensité ; ces pics montrent la précipitation des phases.

On peut remarquer aussi à l'état vieilli (200 °C, 20 h) pour le fil machine figure (V.12), trois pics de la matrice d'aluminium (111), (200) et (220) et la disparition du pic (222), concernant le pic (311) son intensité est devenue très faible, et on peut l'expliquer par précipitation et recristallisation.

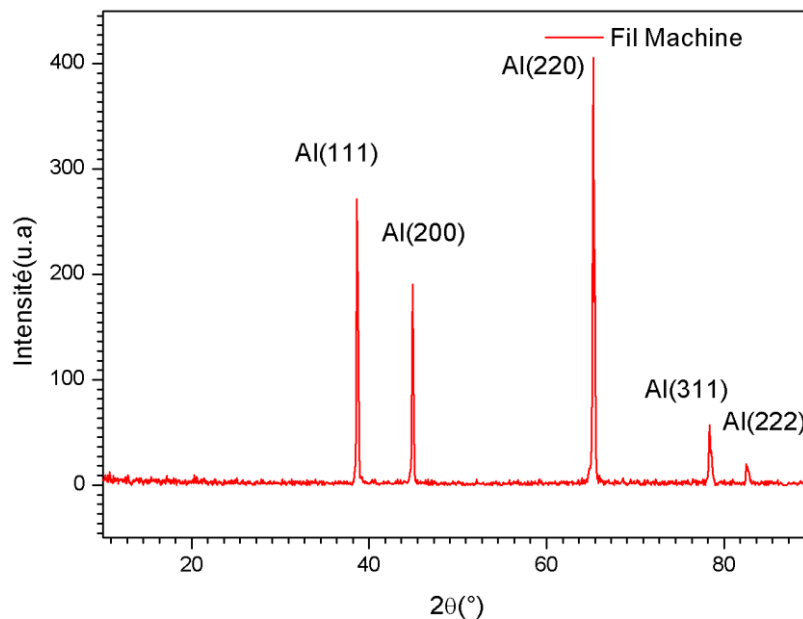


Figure V.12: Spectre de DRX d'un fil machine vieilli naturellement (état brut) puis suivi par un vieillissement artificiel à (200 C ° 20h).

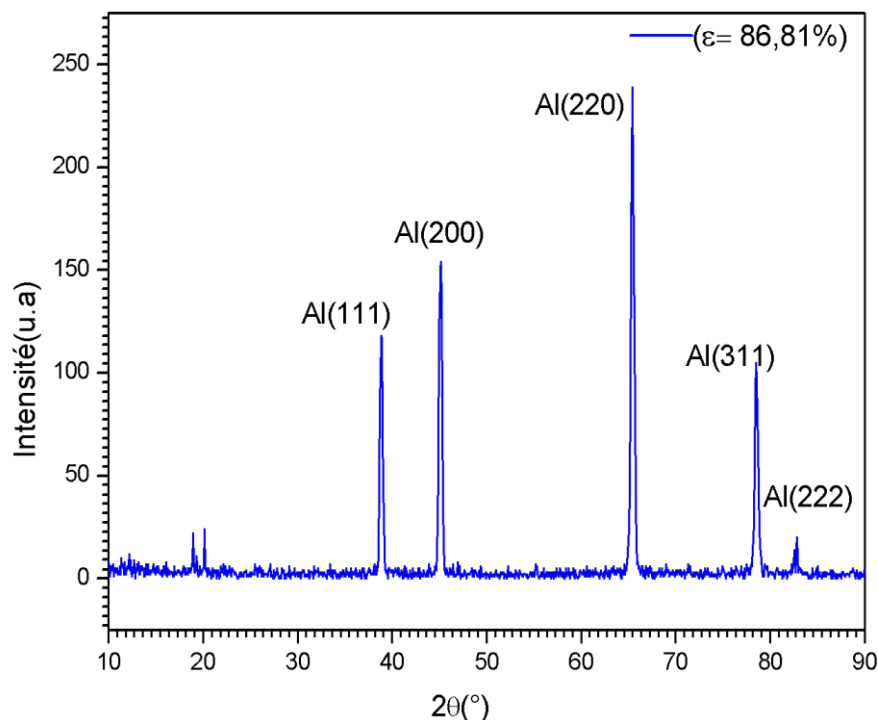


Figure V.13 : Spectre de DRX d'un fil tréfilé à froid ($\varepsilon_3 = 86,81\%$) vieilli naturellement (état brut) puis suivi par un vieillissement artificiel à (200 C° 20h).

V.1.2.4 Mesure de la micro dureté :

Les figures (V.14) et (V.15) représentent la variation de la micro dureté (Hv) en fonction de la déformation (ε) par tréfilage de l'alliage Al6061. Après une série de réduction de la section de l'état brut puis un vieillissement artificiel à 200C° pendant deux temps de maintien (4h et 20h). Nous remarquons qu'il ya une augmentation de la micro dureté des fils tréfilés en fonction du taux de déformation dû à l'écroutissage causé par le tréfilage. Cette déformation à froid produit une microstructure à forte densité de dislocation [10].

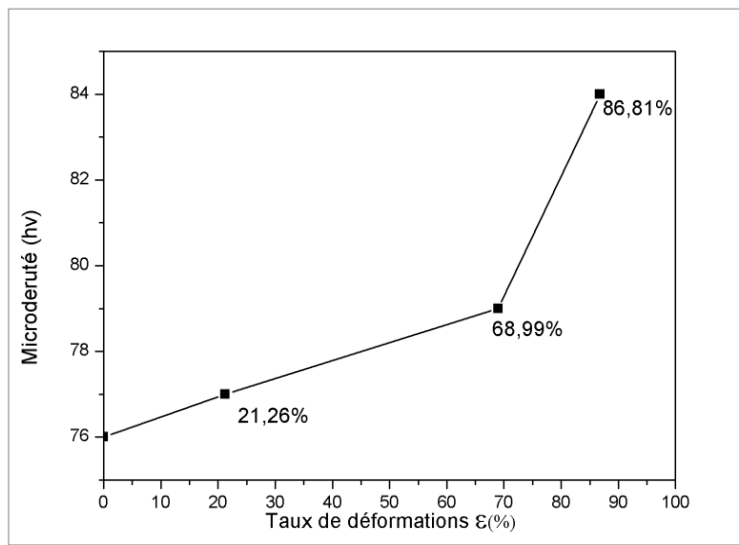


Figure V.14 : Courbes d'évolution de la micro dureté du fil d'aluminium tréfilé à froid vieilli naturellement (état brut) puis suivi par un vieillissement artificiel à : (200 C° 04h) en fonction de la déformation

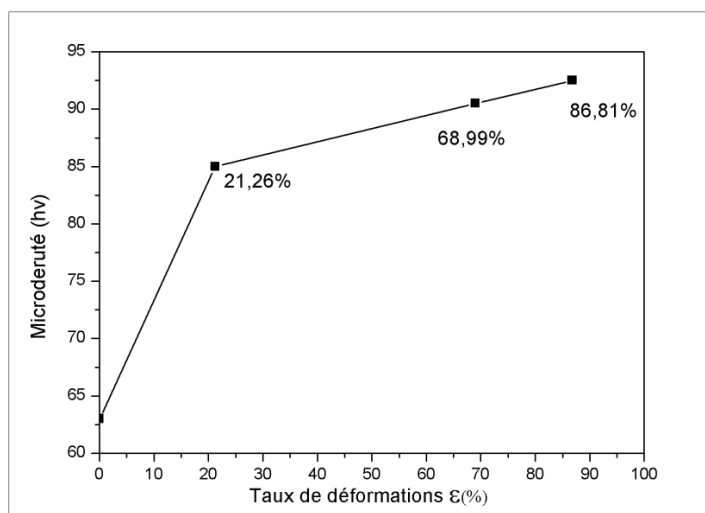


Figure V.15 : Courbes d'évolution de la micro dureté du fil d'aluminium tréfilé à froid un vieilli naturellement (état brut) puis suivi par un vieillissement artificiel à : (200 C° 20h) en fonction de la déformation

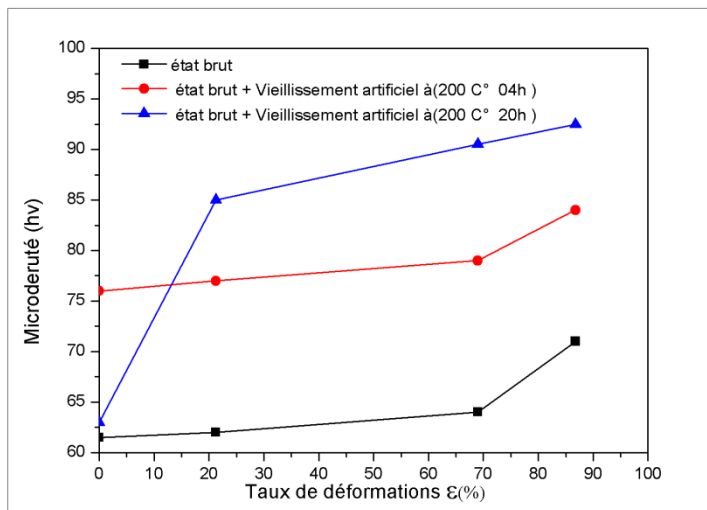


Figure V.16 : Courbe d'évolution de la micro dureté du fil d'aluminium tréfilé à froid et vieilli naturellement puis suivi par un vieillissement artificiel à 200°C en fonction des déformations par tréfilage

Les résultats de la micro dureté des fils d'alliage d'aluminium tréfilé et vieilli naturellement puis suivi par un vieillissement artificiel à 200°C sont représentés sur la figure (V.16). Les courbes pour les deux états (tréfilé et vieillis) ont montré que la micro dureté augmente avec une augmentation au niveau de la déformation [11]. Les déformations accélèrent la précipitation de la phase de durcissement β . Les courbes de vieillissement de l'alliage, soumises à toutes les conditions d'essai, ont la même forme, c'est-à-dire que la dureté augmente progressivement, le traitement thermique produit un fort durcissement du matériau.

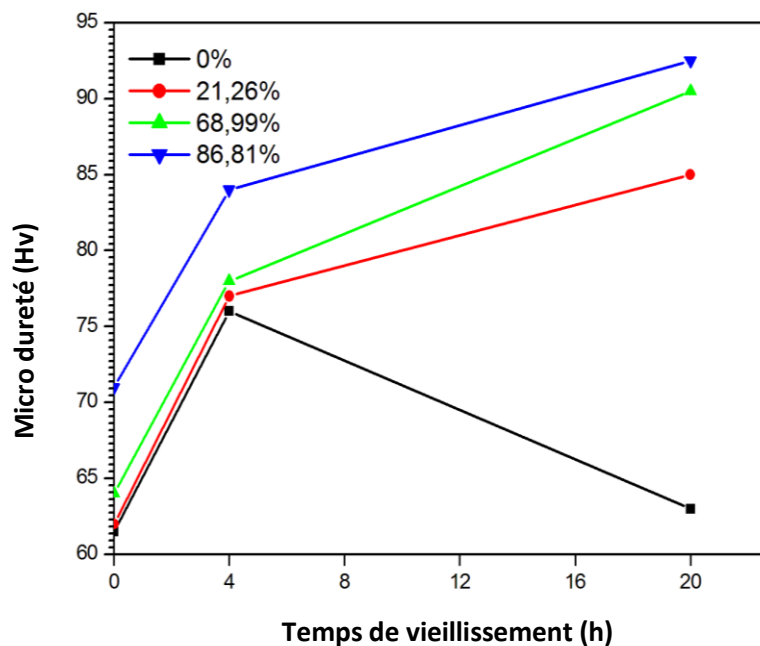


Figure V.17 : Courbe d'évolution de la micro dureté du fil d'aluminium tréfilé à froid et vieilli naturellement puis suivi par un vieillissement artificiel à 200°C en fonction de temps

Selon [12] dans le tréfilage à travers la filière, c'est la déformation plastique qui est à l'origine d'un mouvement de dislocation. Cette déformation entraîne une modification générale de ces propriétés mécaniques, car l'effet combiné de la force de traction appliquée au fil et la compression latérale qui se produit le long des parois de la filière en tant que force de réaction. Ce phénomène est appelé durcissement structurel, ce qui conduit à une augmentation des propriétés mécanique

V.1.3. Etats d'homogénéisation à 550C° pendant 6h puis trempé à l'eau :

Les échantillons d'un alliage d'Al (AGS) vieilli naturellement à une température ambiante pendant deux ans suivi d'un traitement d'homogénéisation à 550C° pendant 6h et trempé à l'eau froide. On notant que cet alliage n'est pas stable au point du vue mécanique lors de ce traitement.

V.1.3.1 Observation par microscope optique(MO) :

L'observation au microscope optique du fil machine et des fils tréfilés après l'homogénéisation à 550 °C pendant 6 h, trempé à l'eau froide, voir figure(V.18), montrent la disparition partielle de ces particules. On remarquant qu'il y a une distribution uniforme de ces particules qui peuvent être des précipités intermétalliques au fer (IMF) qui sont stables même à haute température, ces mêmes particules ont été indiquées par et G. Mrówka-Nowotnikal [13].

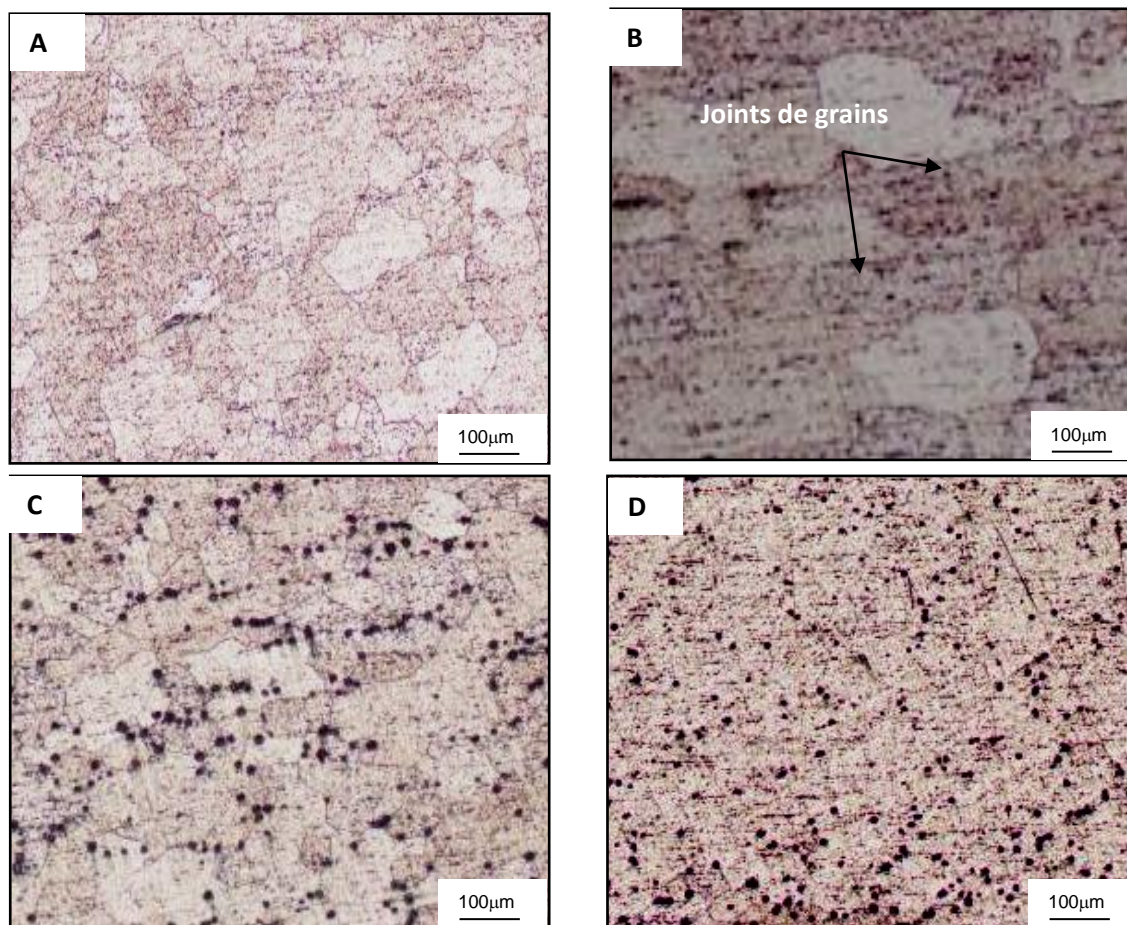


Figure V.18 : Microstructure des fils (AGS) homogénéisé à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau froide :

$\varepsilon = 0\%$ Fil Machine (A), $\varepsilon_1 = 21,26\%$ (B), $\varepsilon_2 = 68,99\%$ (C), $\varepsilon_3 = 86,81\%$ (D)

V.1.3.2 Observation par microscope électronique à balayage (MEB) :

La figure (V.19A,B) montre les micrographies électroniques à balayage du fil machine et du fil fortement déformé ($\varepsilon_3 = 86,81\%$) (V.19B) après traitement d'homogénéisation pendant 6h à 550°C et trempé à l'eau froide. Une coexistence de particules grossières et fines est observée dans les deux cas. La densité la plus élevée des particules fines a été observée dans le fil fortement déformé ($\varepsilon = 86,81\%$). D'autre part, la faible densité des particules fines est observée dans le fil machine. Les particules présentées sont réparties aléatoirement dans la matrice du fil (AGS). Les particules peuvent être identifiées comme la phase $\beta(\text{Mg}_2\text{Si})$.

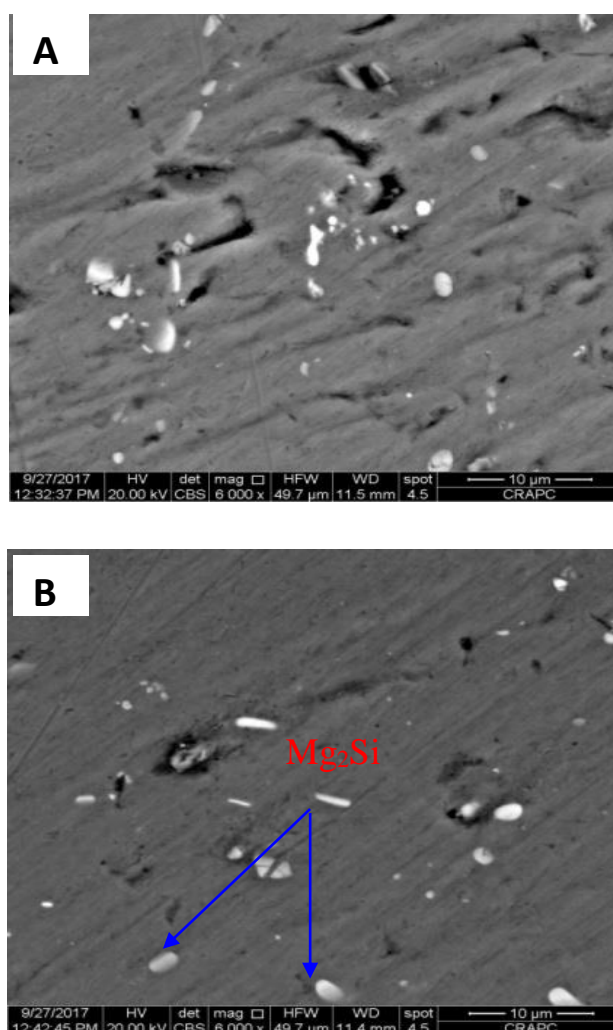


Figure V.19 Micrographies obtenues par MEB des fils (AGS) homogénéisés à 550°C pendant 6 heures et trempés à l'eau froide : (A) : Fil Machine (B) $\varepsilon_3 = 86,81\%$

V.1.3.3 Analyse par diffraction des rayons X (pics) :

Les diagrammes XRD du fil reçu et du fil fortement déformé ($\epsilon_3 = 86, 81$) après traitement d'homogénéisation pendant 6h à 550 ° C sont représentés sur la figure (V.20, 21). Le pic le plus intense n'est pas le pic (111) d'aluminium pur selon l'ASTM fichiers, mais c'est le pic (200). Ceci suggère l'existence d'une orientation privilégiée, car les alliages sont des fils qui ont été tréfilé au cours du processus de fabrication. La comparaison entre le spectre du fil reçu et le fil fortement déformé ($\epsilon_3 = 86,81\%$) montre que l'intensité du pic {(111), (200) et (311)} augmente, contre l'intensité du pic (220) diminue pendant le processus de tréfilage.

Selon le diagramme de diffraction des rayons X pour les fils tréfilé à (86,81%) montré à la figure (V, 21), on peut observer l'apparition des nouveaux pics à $2\theta = (11,17^\circ, 18,43^\circ)$ avec une faible intensité, ces pics montre la précipitation des phases, selon l'étude de Minoda et al [14].

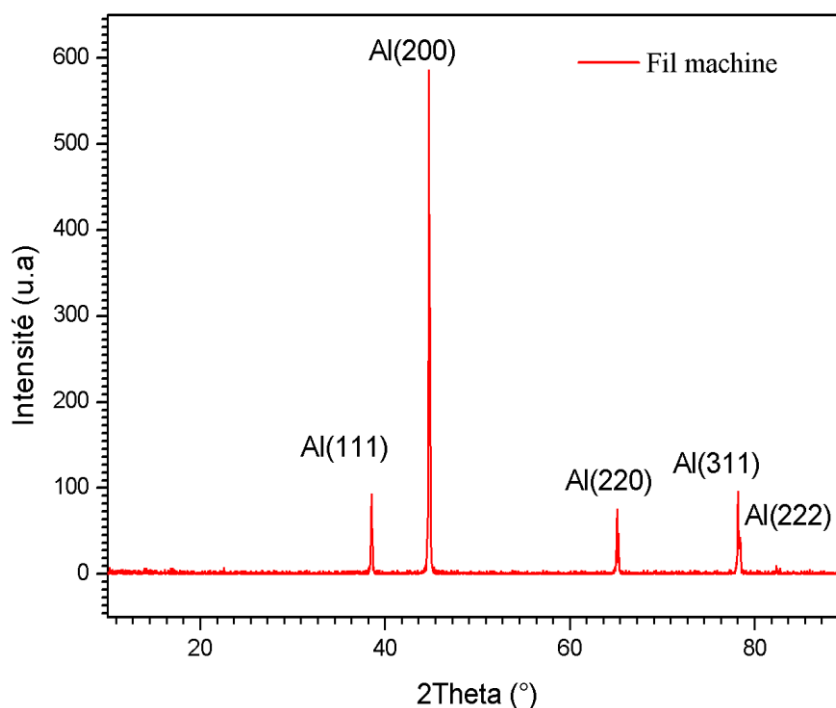


Figure V.20 : Spectre de DRX de fil machine (AGS) Homogénéisé à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau froide.

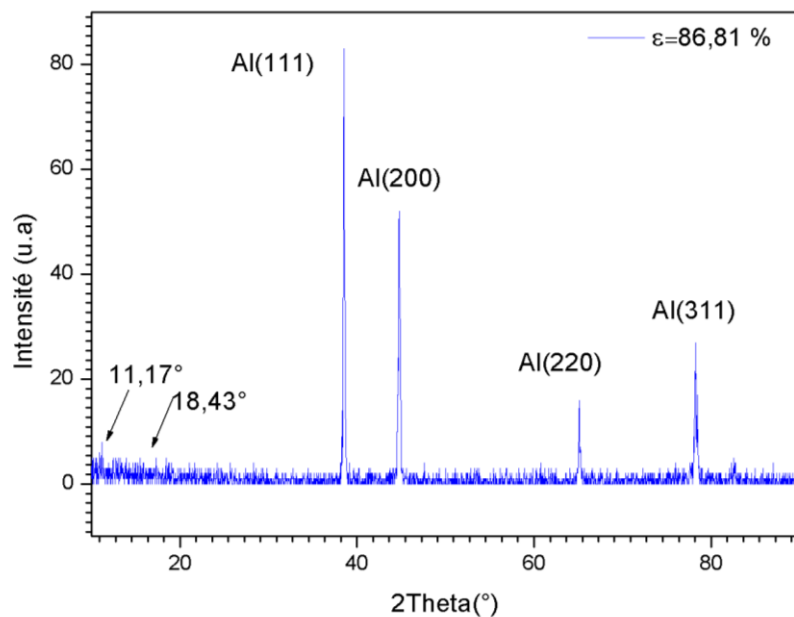


Figure V.21 : Spectre de DRX de fil (AGS) tréfilé à froid (86.81%) homogénéisé à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau froide.

V.1.3.4 Mesure de la micro dureté :

Nous remarquons qu'il y a une augmentation de la micro dureté des fils tréfilés en fonction du taux de déformation. La courbe de la micro dureté augmente rapidement après la deuxième (ϵ_2) déformation jusqu'à atteindre une valeur maximale pour la troisième déformation (ϵ_3). Ceci est probablement lié à la formation de la phase durcissante (β'')

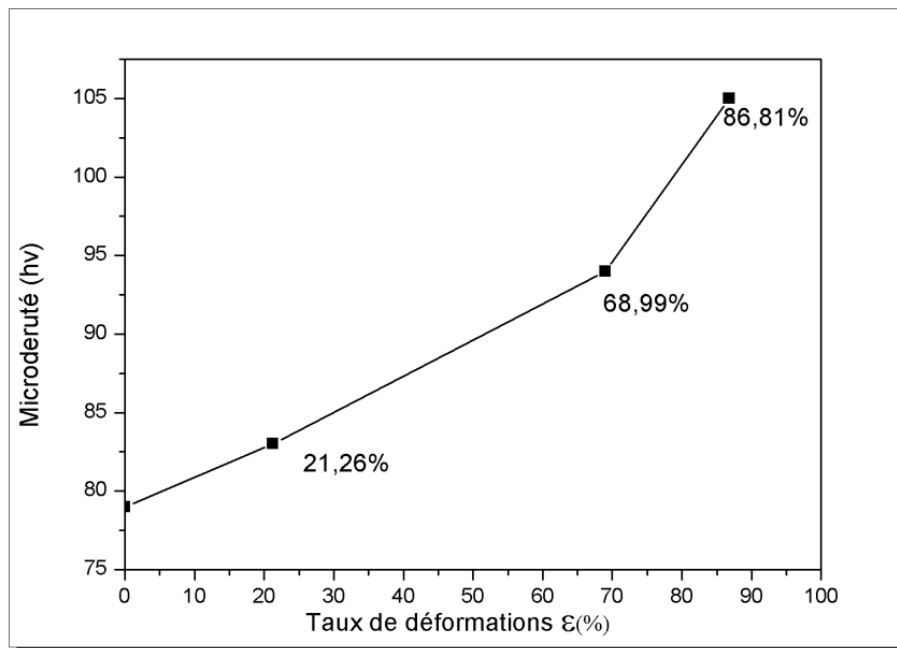


Figure V.22: Courbes d'évolution de la micro dureté du fil d'aluminium tréfilé à froid homogénéisé à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau en fonction de la déformation par tréfilage

V.1.4 Etats d'homogénéisation et puis un vieillissement artificiel à 200 C° pendant (04, 20) h :

Les échantillons d'un alliage d'al (AGS) vieilli naturellement à une température ambiante pendant deux ans puis subirent un traitement d'homogénéisation à 200C° pendant 6h et trempé à l'eau froide et vieilli artificiellement à déférente horaire (4h,20h) à température de 200C°, il subira une série de réduction du sections(tréfilage). On notant que cet alliage n'est pas stable au point du vue mécanique lors de ce traitement.

V.1.4.1 Observation par microscope optique(MO) :

La figure (V.23) représente la microstructure d'un fil d'Al de type AGS 6101tréfilé en différente déformation et homogénéisé à 550C° puis vieilli à 200 °C pendant 4h. Dans cette figure nous pouvons observer l'augmentation du nombre de particules à l'intérieure des grains et aussi aux joints des grains. Ces particules ne peuvent être que les phases intermétalliques au fer (IMF) avec la formation de précipités β (Mg_2Si).

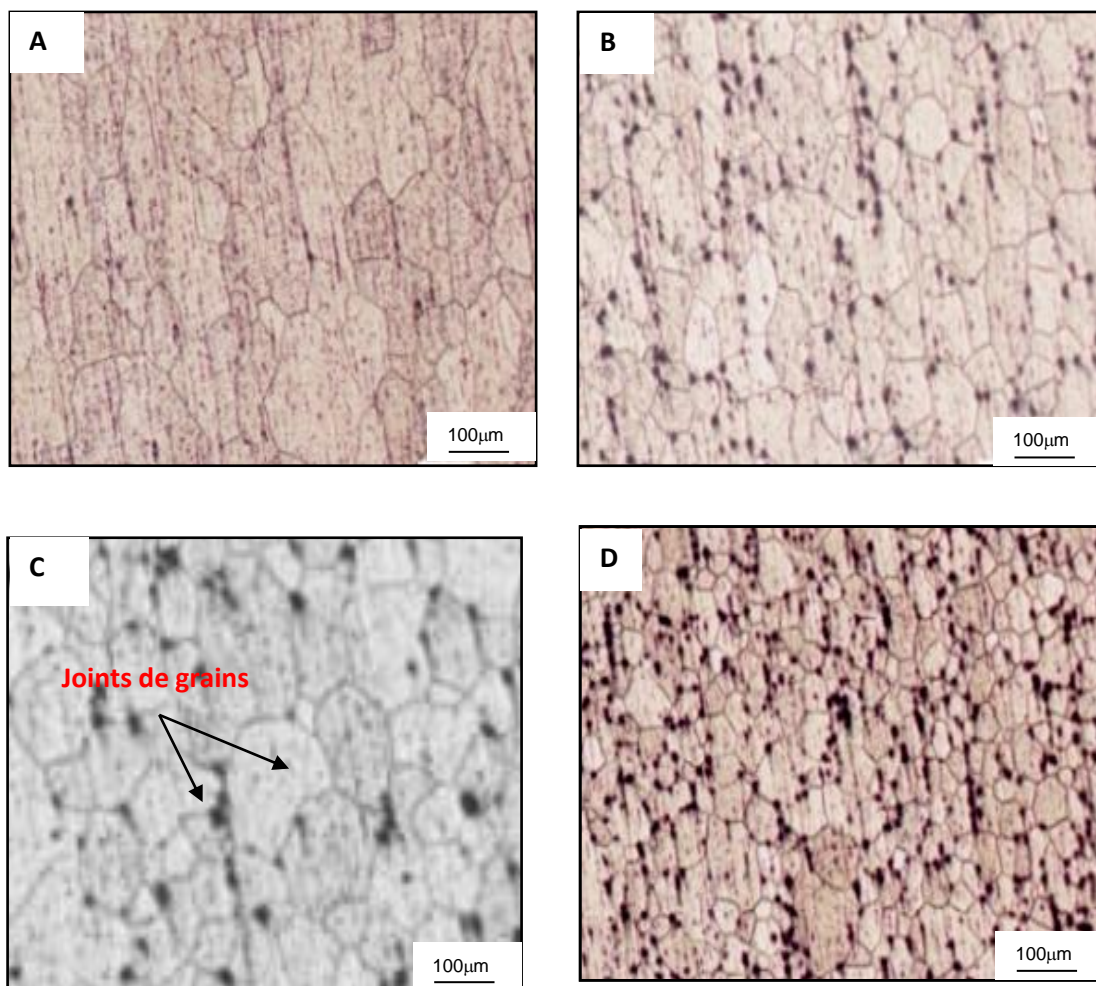


Figure V.23 : Microstructure des fils (AGS) Homogénéisée à 550 ° C pendant 6 heures puis trempé dans l'eau froid et vieilli artificiellement à (200°C 04h):

$\varepsilon = 0\%$ Fil Machine (A), $\varepsilon_1 = 21,26\%$ (B), $\varepsilon_2 = 68,99\%$ (C), $\varepsilon_3 = 86,81\%$ (D)

Après homogénéisation à 550 °C et vieilli à 200 °C pendant 20h, la redistribution des points de différents tailles à changer sur les microstructures des fils. On constate leur apparition même sur le fil machine et le fil déformé à $\varepsilon=21,26\%$ et la diminution de leur nombre sur les deux autres déformations, figure (V.24). D'après la littérature, ces points inchangés qui restent stables même à hautes température ne peuvent être que des précipités intermétalliques du fer (IMF). G. Mrówka Nowotnikal et ces collaborateurs [15].

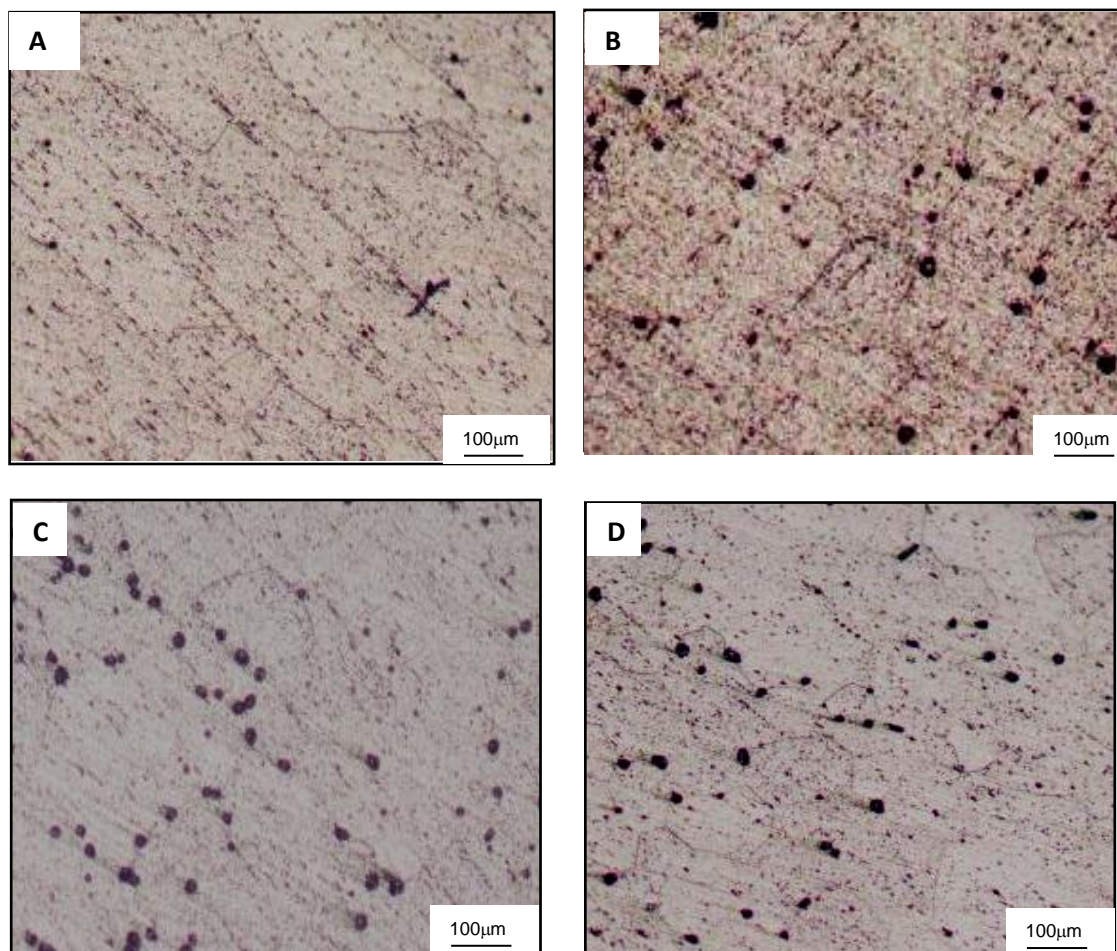


Figure V.24 : Microstructure des fils (AGS) homogénéisés à 550°C pendant 6heurs et trempé à l'eau puis vieillies artificiellement à (200 C° 20h) :

$\varepsilon = 0\%$ Fil Machine (A), $\varepsilon = 21,26\%$ (B), $\varepsilon_2 = 68,99\%$ (C), $\varepsilon_3 = 86,81\%$ (D)

V.1.4.2 Observation par microscope électronique à balayage (MEB) :

La Figure (V.25) montre les micrographies électroniques à balayage de fil d'aluminium reçu et de fil fortement déformé ($\varepsilon_3 = 86,81\%$ %) après un traitement d'homogénéisation à 550 ° C pendant 6 heures et trempé à l'eau froide puis vieilli artificiellement à (200 ° C 04h). Les limites des grains et des grains apparents sont observées. Ce traitement thermique a provoqué une réaction de recristallisation de la microstructure initiale, en raison de la formation de nouveaux petits grains.

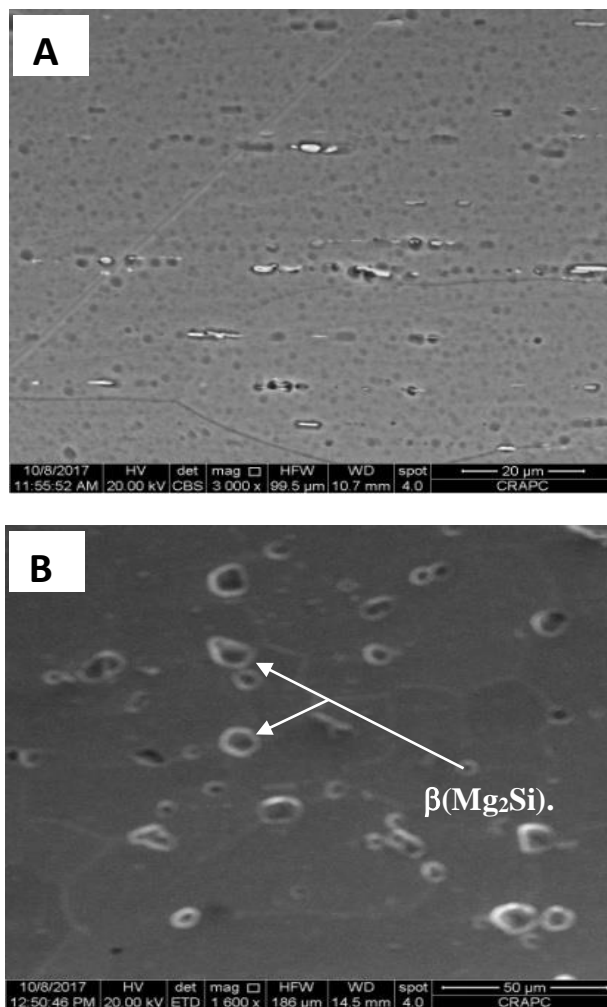


Figure V.25 Micrographies obtenues par MEB des fils (AGS) homogénéisé à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau froide puis un vieillissement artificiel à (200 C° 4h).

(A) : Fil Machine (B) : $\epsilon_3 = 86,81\%$

la figure (V.26) qui représente deux images obtenues par MEB de l'alliage d'aluminium (AGS) homogénéisé à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau froide puis vieilli artificiellement à 200 C° pendant 20h. On observe pour la figure (V.26 B) La micrographie de l'échantillon déformé par tréfilage froid ($\epsilon_3 = 86,81\%$) des petites plaquettes qui illustrent la phase Mg₂Si, avec de faibles quantités. La taille et la densité de ces précipités varient en fonction de la durée de maintien et la température de traitement thermique.

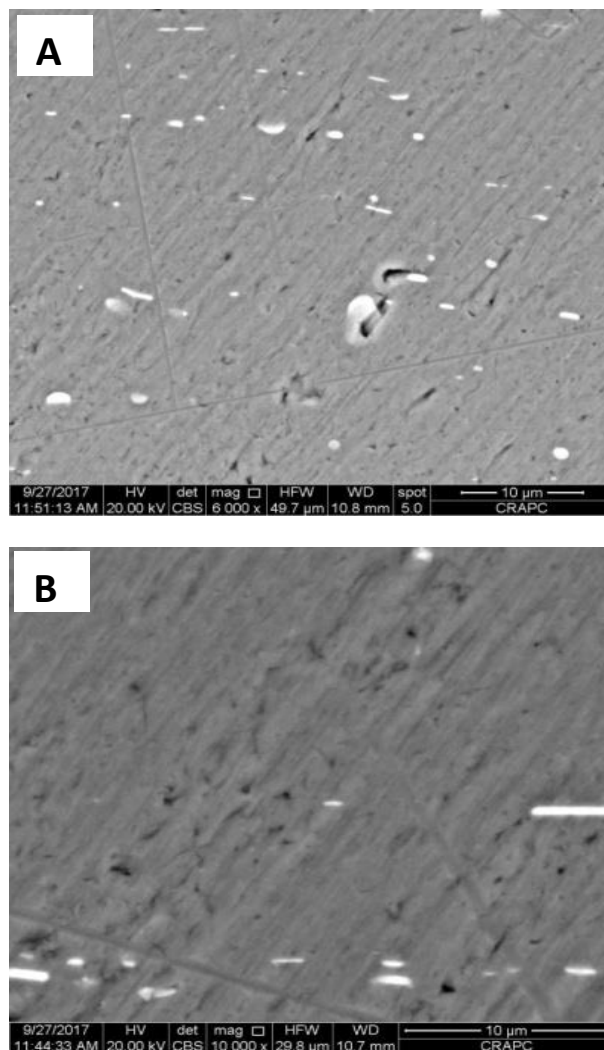


Figure V.26 Micrographies obtenues par MEB des fils (AGS) homogénéisé à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau froide puis un vieillissement artificiel à (200 C° 20h).

(A) : Fil Machine (B) $\varepsilon_3 = 86,81\%$

1.4.3 Analyse par diffraction des rayons X (pics) :

On peut remarquer à l'état homogénéisé à 550 C° pendant 6 heures, trempé à l'eau froide puis vieilli artificiellement à (200 C° 4h) pour un fil machine, voir figure (V.27). Les trois pics de la matrice aluminium (111), (200) et (311) sont donnés avec une intensité élevée et la faible intensité du pic (220), (222).

On peut constater dans l'état Homogénéisé à 550C ° pendant 6 heures, trempé à l'eau froide puis

vieilli artificiellement à (200C° 04h) pour un fil tréfilé à 86,81%, voir figure (V.28), montre que l'intensité des pics { 111), (200), (311) et (220),} augmente, d'autre part la disparition du pic (222) lors du tréfilage, et l'apparition de nouveaux pics à ($2\theta = 22,60^{\circ}$, $2\theta = 36,18^{\circ}$) avec une très faible intensité, dans ce cas on peut l'expliquer par une précipitation et une recristallisation.

Les spectres de diffraction des rayons X obtenus à partir des alliages AGS montrent la présence des pics correspondant à la structure α -aluminium et la présence de certaines raies de faible intensité correspondant à la précipitation de phase dans les alliages.

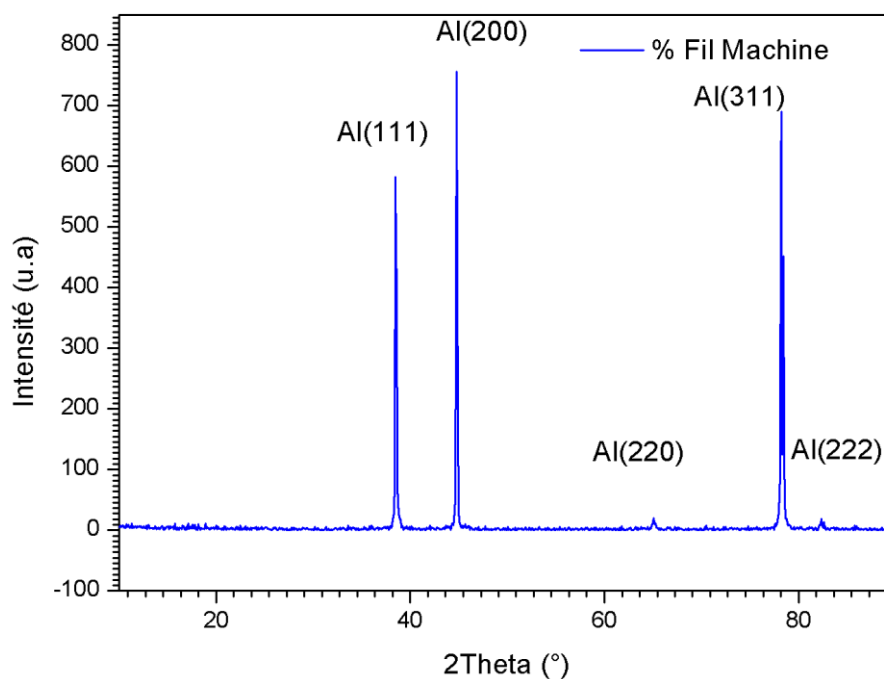


Figure V.27 : Spectre de DRX de fil Machine (AGS) homogénéisé à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau froide puis vieilli artificiellement (200°C 4h).

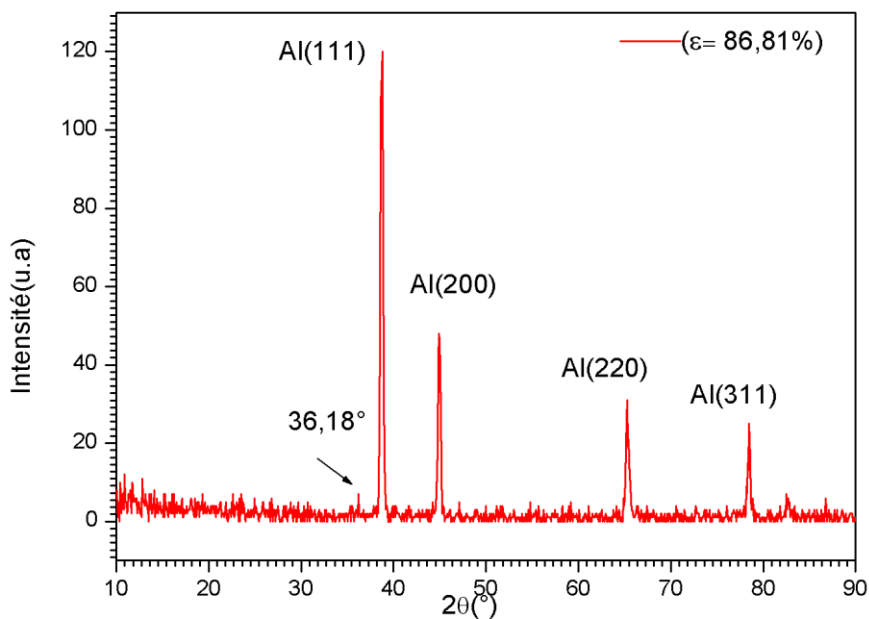


Figure V.28 : Spectre de DRX de fil (AGS) tréfilé à froid (86.81%) homogénéisé à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau froide puis vieilli artificiellement (200 ° C 4h)

Dans la figure (V.29), nous présentant les diffractions des rayons X de fil d'Aluminium tréfilé à froid, homogénéisé à 550C° pendant 6heures, trempé à l'eau froide puis Vieilli artificiellement à (200 C° 20h) pour le fil machine. Ils apparaissent presque identiques à ceux obtenus dans le cas des échantillons à l'état brut. La figure (V.30) représente la diffraction des rayons X de l'alliage d'Aluminium déformé à ($\varepsilon_3 = 86,81\%$) nous remarquons les mêmes pics à l'état brut avec un élargissement dans le pic (111) et une diminution des intensités des (200), (220), (311) et (222). Cette variation s'explique par une modification des formes des grains dus à leurs compressions et les contraintes de déformations.

Les réactions de précipitation et de dissolution dans les alliages à durcissement structurale induisent des changements dans le paramètre de la maille de la matrice α - aluminium. Cette variation du paramètre de réseau de la maille de la matrice α - aluminium dû à la présence des éléments d'additions [15].

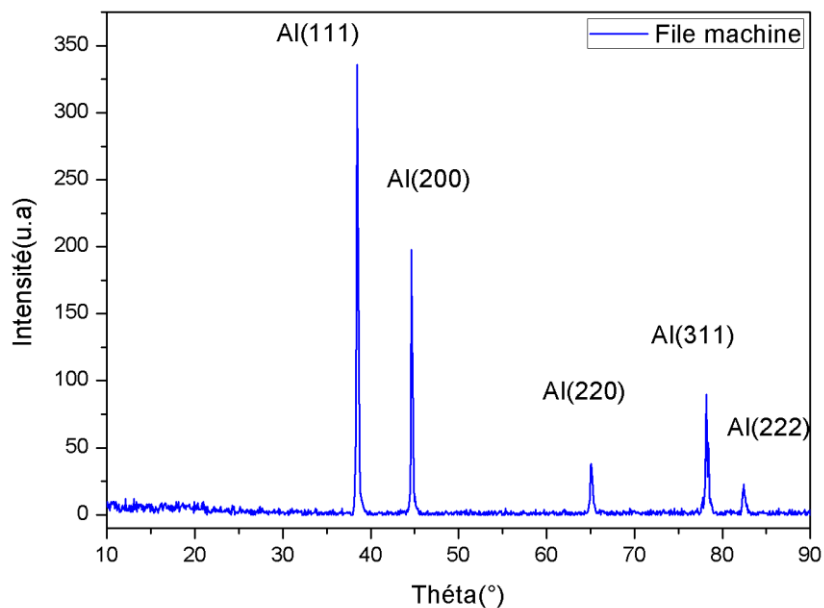


Figure V.29 : Spectre de DRX de fil Machine(AGS) homogénéisé à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau puis vieillies artificiellement à (200 C° 20h)

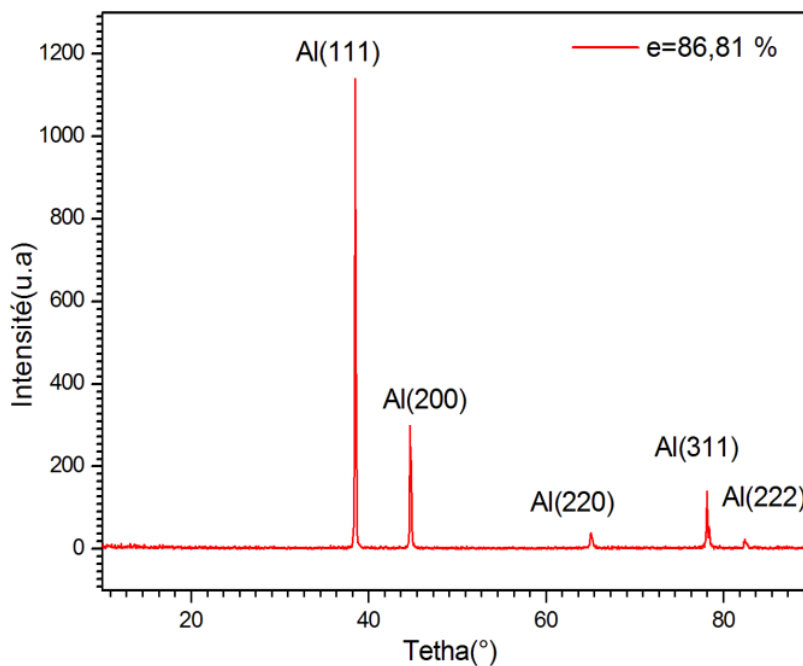


Figure V.30 : Spectre de DRX de fil (AGS) tréfilé à froid (86.81%) homogénéisé 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau puis vieillies artificiellement à (200 C° 20h)

V.1.4.4 Mesure de la micro dureté :

Les figures (V.31), (V.32) présentent l'évolution de la micro dureté(HV) en fonction de la déformation à froide pour les différents fils homogénéisés à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau froide puis subirent à un vieillissement artificiel à 200 C° pendant 4het 20h. On observe la diminution de la micro dureté après la première déformation ($\varepsilon_1 = 21,26\%$), puis ce dernier augmente progressivement avec une augmentation de tréfilage à froid après la deuxième déformation (ε_2), Le tréfilage à froid effectué avant le traitement thermique produit un écrouissage élevé du matériau. Le taux de déformation lors de tréfilage Cette déformation à froid produit une microstructure avec une forte densité de dislocations.

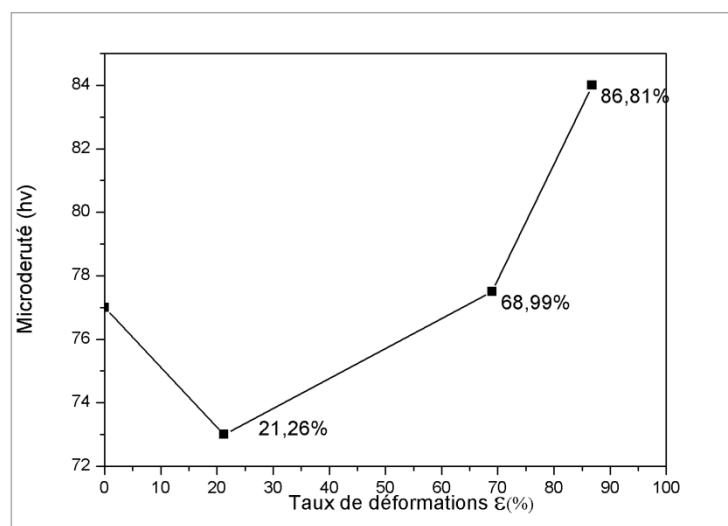


Figure V.31 : Courbes d'évolution de la micro dureté du fil d'aluminium tréfilé à froid homogénéisé à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau froide et vieillissement artificiel à : (200 C° 04h) en fonction de la déformation.

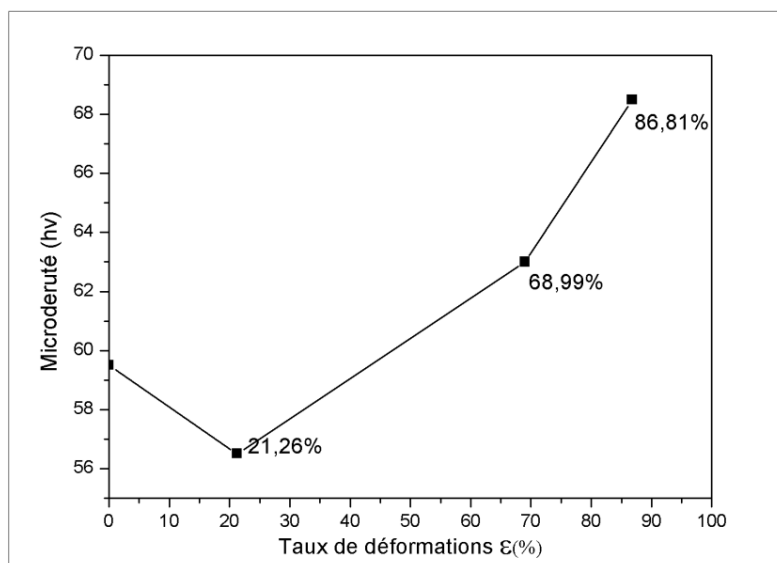


Figure V.32 : Courbes d'évolution de la micro dureté du fil d'aluminium tréfilé à froid homogénéisé à 550C° pendant 6heurs et trempé à l'eau froide et Vieillessement artificiel à : (200 C° 20h) en fonction de la déformation

D'après les travaux [16], au cours du tréfilage du fil à travers la filière, c'est la déformation plastique qui est à l'origine d'un mouvement de dislocations. Cette déformation provoque une modification générale de ses propriétés mécaniques, car sous l'effet combiné de la force de traction appliquée au fil et de la compression latérale qui apparaît le long des parois de la filière comme une force de réaction [17]. Ce phénomène est appelé durcissement structural par écrouissage, qui induit une augmentation des propriétés mécaniques du fil tréfilé.

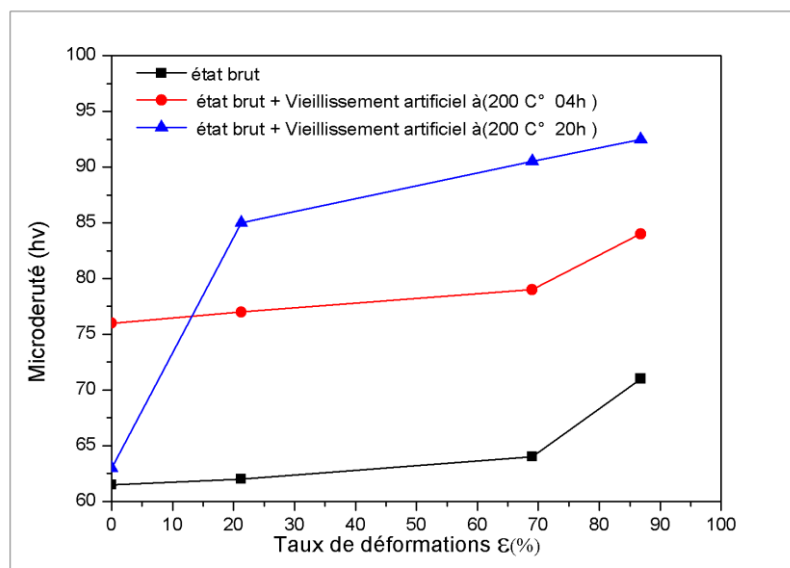


Figure V.33 : Courbe d'évolution de la micro dureté du fil en Al tréfilé homogénéisé à550C° pendant 6h et trempé à l'eau puis vieillie à 200°C pendant (4h, 20) en fonction des déformations par tréfilage.

La figure (V.34) montre la dureté du fil d'aluminium tréfilé, homogénéisé à550C° pendant 6h, trempé à l'eau froide puis Vieillie à 200°C en fonction de temps de vieillissement. On remarquant que la dureté diminue avec le temps de vieillissement, en plus de la diminution rapide entre (0-4) h par contre elle est faible entre (4-20) h la chute de la dureté est probablement due à la diminution de la densité des dislocations.

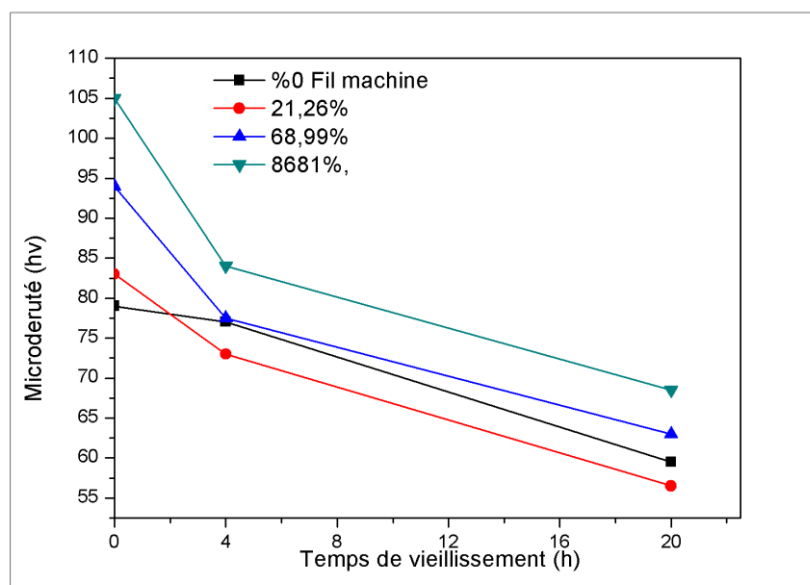


Figure V.34 : Courbe d'évolution de la micro dureté du fil en Al tréfilé homogénéisé à550C° pendant 6h et trempé à l'eau puis vieillie à 200°C en fonction de temps

Références bibliographie :

- [1] **Hadid, M-D**, Etude et caractérisation de la microstructure et la texture d'un fil d'aluminium (tréfilé/recuit) Thèse de doctorat, Université Biskra (2017).
- [2] **S. Mechri**, Mémoire de Magistère, Université de Constantine (2007).
- [3] **L.V. Meeisel, P. J. Cote**, Acta. Metall., 31(7) (1983) 1053-1059.
- [4] **F. Dimier**, Thèse de doctorat, L'école nationale supérieure des Mines. Paris (2003).
- [5] **W. Kurz, J. P. Mercier, G. Zambelli**, Introduction à la Science Des Matériaux, 2eme édition, Presse Polytechnique et universitaires Romandes. Suisse (Lausanne, 1995), pp. 191-203
- [6] **J. Benard, A. Michel, J. Philibert, J. Tlbot**, Métallurgie générale, Masson et Cie (Paris, 1969), pp. 325-332.
- [7] **M. Murayama, K. Hono**, Acta Mater, 47(5) (1999) 1537-1548.
- [8] **A.Boushaba**, Mémoire de magistère, université de Constantine, Algérie (2005) .
- [9] **Farh. H, Guemini. R, Serradj. F, Djemmal. K.**, Turkish Journal of Physics., 34 (2010) 117-122.
- [10] **Zidani, M., Dendouga, F., Messaoudi, S., Bessais, L., Hadid. M.D., Derfouf, C., Helbert A.L.and Baudin,T.** (2014) Characteristics of Texture Evolution of Copper Wire Drawn Distendedfor Electrical Cabling by Electron Back Scattering Diffraction,publishing in Thomson Reuters
- [11] **Zidani, M., Dendouga, F., Messaoudi, S., Bessais, L., Hadid. M.D., Derfouf, C., Helbert A.L.and Baudin,T.** (2014) Characteristics of Texture Evolution of Copper Wire Drawn Distendedfor Electrical Cabling by Electron Back Scattering Diffraction,publishing in Thomson Reuters
- [12] **]:Karabay,S** Mate. Des, 29(2008) 1364–1375.
- [13] **G. Mrówka-Nowotnik, J. Sieniawski, M. Wierzbińska** Archives of Materials Science and Engineering, (2007), 69-76.
- [14] **T.Minoda, M.Asano ,H.Yoshida**,Mat.sci(2006) 859– 864
- [15] **S.Esmaeil**, Thèse PhD.UBC, (2002).
- [16] **Hadid, M.D.**, Evolution de la microstructure et des propriétés mécaniques au tréfilage des alliages d'aluminium, mémoire de magistère , école national polytechnique,2012
- [17] **Jakani,S.**(2004). Thèse de doctorat, Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfiléUniversité Paris XI, France.

Conclusion Générale

Conclusion :

La présente thèse avait pour objectif d'étudier l'effet des traitements de vieillissement sur l'évolution de la structure et les propriétés mécaniques des fils en alliages d'aluminium (AGS) tréfilés industriellement à l'entreprise ENICAB de Biskra-Algérie.

Dans ce travail pour aboutir à nos objectifs, nous avons utilisés plusieurs techniques de caractérisations, la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage, la diffraction des rayons X, et les mesures de la micro dureté.

Ce travail a permis de mettre en évidence le phénomène de précipitation dans l'alliage AGS 6101. Les précipités observés représentaient le composé intermétallique Mg_2Si . Au fait, cette réaction de précipitation se produisait avec la réaction de recristallisation dans le cas des fils tréfilés.

La microstructure du MEB illustre certains précipités de la phase β (Mg_2Si). L'analyse des échantillons par diffraction des rayons X a révélé la présence des pics correspondant à la structure alpha d'aluminium et la présence de certains pics de faibles intensités correspondant à la précipitation des phases dans l'alliage. Pour la variation de l'intensité des pics, on note le déplacement de ces pics dans le sens des grands angles.

La combinaison entre durcissement et précipitation de la phase secondaire a donné de bonnes propriétés mécaniques au matériau. Le tréfilage engendre un durcissement d'aluminium. Cet état se traduit par l'allongement des grains parallèlement à l'axe du fil, par l'augmentation de la résistance mécanique et par la chute de l'allongement. Ceci est attribué à l'augmentation de la densité des dislocations dans le matériau lors de la déformation plastique.

Les microstructures de MEB pour les échantillons vieillis artificiellement à $200C^\circ$ pendant 20h montrent que le temps de maintien suffisant pour l'obtention de la phase durcissante (Mg_2Si).

L'observation au microscope optique pour les échantillons homogénéisés à $550 C^\circ$ pendant 6h et trempé montre la distribution uniforme des particules qui peuvent être des précipités intermétalliques au fer (IMF)

La combinaison entre la déformation plastique (tréfilage industriel à froid) et le traitement de vieillissement, donne au matériau avec une micro dureté plus élevées.

Perspectives

Comme perspectives, plus d'investigations seront réalisées afin de connaître le comportement de ce type d'alliage à d'autres températures de vieillissement et à différents temps de maintien. D'autres techniques de caractérisations peuvent être envisagées et utilisées, telles que:

- Le Microscopie électronique en transmission (MET), afin de donner plus d'éclaircissement sur les mécanismes de formation des phases ;
- La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) pour l'estimation globale de l'énergie.



A*nnexe*

Annexes

Fiche A.S.T.M de l'aluminium

Name and formula

Reference code: 00-004-0787
 Mineral name: Aluminum, syn
 PDF index name: Aluminum
 Empirical formula: Al
 Chemical formula: Al

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic
 Space group: Fm-3m
 Space group number: 225

a (Å): 4,0494
 b (Å): 4,0494
 c (Å): 4,0494
 Alpha (°): 90,0000
 Beta (°): 90,0000
 Gamma (°): 90,0000

Calculated density (g/cm³): 2,70
 Volume of cell (10⁶ pm³): 66,40
 Z: 4,00
 RIR: 3,62

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
 Mineral
 Alloy, metal or intermetallic
 Common Phase
 Educational pattern
 Explosive
 Forensic
 NBS pattern
 Pigment/Dye
 Quality: Star (S)

Comments

Color: Light gray metallic
 General comments: Mineral species of doubtful validity, *Am. Mineral.*, **65** 205 (1980).
 Sample preparation: The material used for the NBS sample was a melting point standard sample of aluminum prepared at NBS, Gaithersburg, Maryland, USA.
 Analysis: The chemical analysis (%): Si 0.011, Cu 0.006, Fe 0.007, Ti 0.0001, Zr 0.003, Ga 0.004, Mo 0.00002, S 0.0001, Al 99.9+ (by difference).
 Additional pattern: See ICSD 64700 (PDF 01-085-1327).
 Temperature: Pattern taken at 25 C.

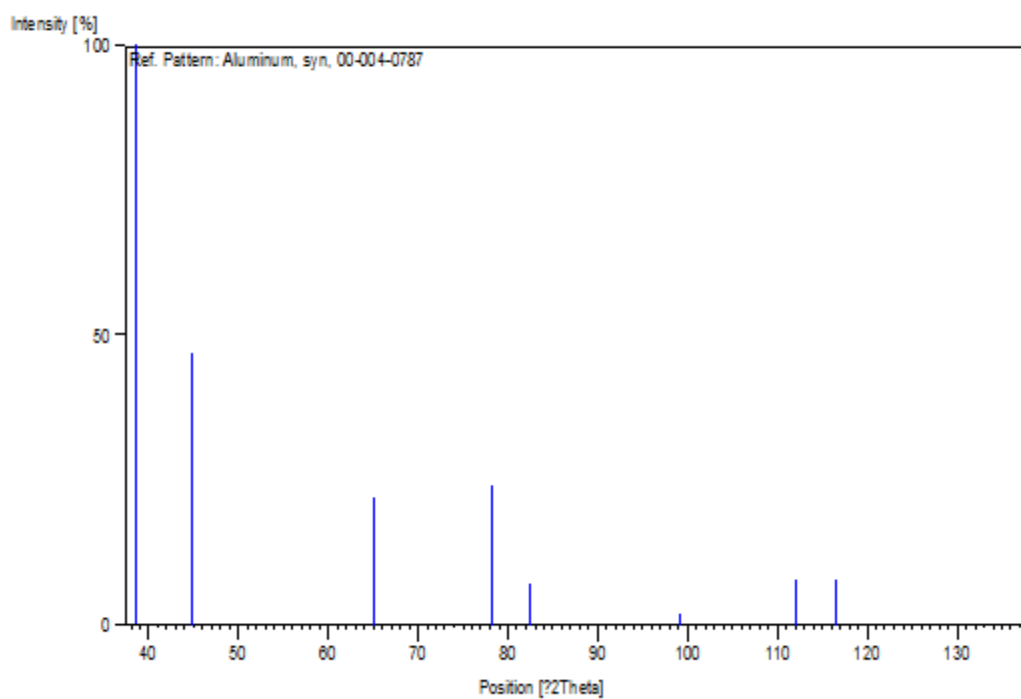
References

Primary reference: Swanson, Tatge., *Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, I, 11, (1953)*

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta [deg]	I [%]
1	1	1	1	2,33800	38,473	100,0
2	2	0	0	2,02400	44,740	47,0
3	2	2	0	1,43100	65,135	22,0
4	3	1	1	1,22100	78,230	24,0
5	2	2	2	1,16900	82,438	7,0
6	4	0	0	1,01240	99,081	2,0
7	3	3	1	0,92890	112,046	8,0
8	4	2	0	0,90550	116,574	8,0
9	4	2	2	0,82660	137,463	8,0

Stick Pattern



Résumé :

Dans ce travail, nous avons étudié l'alliage Al-Mg-Si de la série 6000, qui a un grand intérêt vu leur utilisation privilégiée dans l'industrie. Cette thèse a pour objectifs essentiels d'étudier les changements microstructuraux et les propriétés mécaniques lors du traitement du vieillissement naturel et artificiel du fil d'alliage AGS tréfilé à froid avec différentes déformations à ENICAB à Biskra. Et aussi de connaître la formation de phase lors de différentes déformations des fils d'alliages d'aluminium. Ainsi que l'influence combinée du niveau de déformation plastique et de la température de vieillissement. La réduction de section de fil montre un changement dans la microstructure et la texture. La combinaison entre durcissement et précipitation de la phase secondaire a donné de bonnes propriétés mécaniques au matériau. Les méthodes de caractérisation utilisées dans ce travail sont : la microscopie optique et la microscopie électronique à balayage, la diffraction des rayons X et la mesure de la micro dureté.

Mots clés : Alliages Al-Mg-Si, Précipitation, Traitement thermique, vieillissement artificiel, vieillissement naturel, tréfilage à froid

Abstract:

In this work, we studied the Al-Mg-Si alloy of the 6000 series, which is of great interest because of their privileged use in the industry. The main objectives of this thesis were to study microstructure changes and mechanical properties during the treatment of natural and artificial aging of cold-drawn AGS alloy wire with different deformations at ENICAB in Biskra. In addition, to know the phase formations during different deformations of aluminum alloy wires. As well as the combined influence of plastic deformation level and aging temperature. Wire section reduction shows a change in microstructure and texture. The combination of hardening and precipitation of the secondary phase gave the material good mechanical properties. The characterization methods used in this work are optical microscopy and scanning electron microscopy, X-ray diffraction and micro hardness measurement.

Keywords: alloys Al-Mg-Si, Precipitation, Heat Treatment, artificial ageing, natural aging, cold drawing

ملخص

في هذا العمل، قمنا بدراسة سبيكة الألمنيوم المغنزيوم السليسيوم من سلسلة 6000، والتي تحظى باهتمام كبير بسبب استخدامها المميز في الصناعة.

كانت الاهداف الرئيسية لهذه الرسالة هي دراسة التغيرات التركيبية الدقيقة والخصائص الميكانيكية أثناء معالجة الشخوخة الطبيعية والاصطناعية لسبيكة الألمنيوم المقذدة على البارد في التطبيقات الصناعية مع تشوهات مختلفة،

لهذه الدراسة هناك عدة تقنيات قياس وتوصيف التجريبية للقيام بهذا العمل مثل: المجهر الضوئي (MO)، المجهر الإلكتروني (MEB)، وانعراج الأشعة السينية (RDX)، جهاز قياس الصلادة (Vickers).

كلمات البحث: الترسيب، المعالجة الحرارية، الشخوخة الصناعية، الشخوخة الطبيعية، التشوه بالقلد، سبائك (AGS).