

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



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

Thèse présentée en vue de l'obtention
Du diplôme de
Doctorat en sciences

Spécialité : Génie Mécanique
Option: Métallurgie

Etude et caractérisation de la microstructure et la texture d'un fil d'aluminium (tréfilé/recuit)

Présentée par :

Mohamed Djamel HADID

Soutenue publiquement le 29/11/2017

Devant le jury composé de :

Mr. Abdelouahad CHALA

Mr. Mosbah ZIDANI

Mr. Nasser Eddine BELIARDOUH

Mr. Said MECHACHTI

Professeur

Professeur

Professeur

MCA

Président

Rapporteur

Examineur

Examineur

Université de Biskra

Université de Biskra

Université d'Annaba

Université d'Annaba

Dédicaces

Je dédie ce travail à :

Mes très chers parents.

Mes frères et ma sœur.

Toute ma famille.

Mes amis et mes collègues,

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

Radid Mohamed Djamel

Remerciements

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

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à mon Directeur de thèse Monsieur Mosbah ZIDANI, Professeur à l'Université de Biskra, pour avoir accepté la direction de mes travaux, la confiance qu'il m'a accordé, pour son soutien, l'autonomie qu'il m'a laissée et ses nombreux conseils, qui a réussi à me supporter pendant ces années.

Je remercie Monsieur Abdelouahad CHALA, Professeur à l'Université de Biskra et Vice-recteur chargé de la formation supérieure, pour l'honneur qu'il m'a fait de bien vouloir accepter la présidence de ce jury.

Mes remerciements s'adressent également à Monsieur Nasser Eddine BELIARDOUH Professeur à l'université d' Annaba, Saïd MECHACHTI, Maître de conférences (A), à l'université d' Annaba, d'avoir accepté de participer à la commission d'examen de cette thèse.

Je remercie aussi tout le personnel de l'Entreprise des industries des câbles de Biskra EN.I.CA.B, pour m'avoir donné la possibilité de réaliser cette thèse et de m'avoir laissé une grande liberté scientifique sur ce projet, de nous fournir les échantillons nécessaires pour la réalisation de ce travail, pour les essais de traction et de la résistivité électrique effectués au sein de laboratoire de contrôle de qualité de l'entreprise.

Je remercie tout particulièrement mes collègues Lakhdar BESSAIS et Toufik DJIMAOUI, qui m'ont aidé beaucoup avec la réalisation des essais.

J'exprime ma gratitude à Madame Saida SGHIROU responsable du laboratoire physique à l'université de Biskra, de m'avoir accueilli au sein de son laboratoire, pour la préparation des échantillons et la caractérisation de la microstructure par microscope optique. Et Monsieur Brahim GUASMI, responsable du laboratoire des RX à l'université de Biskra, pour son apport considérable durant les essais de diffraction par RX.

Mes remerciements s'adressent également à Monsieur Djamel MIROUD Professeur à l'université USTHB Alger et directeur de Laboratoire des sciences et génie des matériaux

(LSGM), de nous avoir aidé à la réalisation des essais de caractérisation de la microstructure par MEB et les essais de la microdureté.

Je tiens plus particulièrement à remercier Monsieur Thierry BAUDIN directeur de recherche CNRS au Laboratoire de synthèse, propriétés et modélisation, SP2M – ICMMO, Université de Paris-sud, Orsay, pour son apport considérable lors de la réalisation des essais de caractérisation de la texture par l'EBSD et RX.

De même, je remercie infiniment Madame Marie-Hélène MATHON Ingénieur-Chercheur au labo CEA (DSM-DRECAM)-CNRS, pour la caractérisation de la texture par la diffraction des neutrons.

Mes vifs remerciements s'adresse aussi à Monsieur Salim MESSAOUDI Maître de conférences à l'Université de Biskra pour la lecture et les corrections linguistiques du manuscrit final et pour son soutien.

Je remercie mes parents de m'avoir toujours soutenu pendant toutes ces années d'études d'avoir cru en moi et de ne jamais m'avoir bridé.

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

Mohamed Djamel HADID

ملخص: العمل المقدم في هذه الأطروحة هو مشروع مشترك مع شركة صناعات الكوابل الكهربائية في بسكرة، (ENICAB). الهدف من ذلك هو فهم تطور البنية المجهرية و ظاهرة الترسيب بعد عملية القلذ البارد وبعد المعالجة الحرارية، من أجل الحصول على مزيج مثالي من الخصائص الميكانيكية والمقاومة الكهربائية، المطلوبة من قبل المعيار (EN-50183).

سبيكة 6101 هي سبائك الألومنيوم (Al-Mg-Si)، وهو منتج صناعي قادم من الصب المستمر، ويستخدم في مجموعة واسعة من التطبيقات، وخاصة في صناعة الكابلات الكهربائية بسبب سهولة التشكيل عن طريق القلذ، ناقلته الكهربائية الجيدة، فضلا عن مقاومته الجيدة للتآكل في الجو. علاوة على ذلك، هذه السبيكة يمكن معالجتها حراريا للحصول على تصلب هيكلي بواسطة ظاهرة الترسيب.

قمنا بدراسة البنية المجهرية للسبائك بواسطة المجهر الضوئي والإلكتروني، و بواسطة الأشعة السينية، في حالتها الخام وبعد التشوه وبعد المعالجة الحرارية في 170 درجة مئوية لعدة فترات زمنية. سمحت الاختبارات الميكانيكية والكهربائية لنا أن نعرف أفضل تشكيل بين درجة الحرارة و أفضل وقت للحصول على أفضل النتائج. تم الحصول على حالات مختلفة من الترسبات باستخدام المعالجة الحرارية. وقد أتاحت ملاحظات نظام بواسطة المجهر الإلكتروني تحديد المراحل المختلفة لعملية الترسيب.

النتائج التي تم الحصول عليها عن طريق الأشعة النيوترونية وإعادة رسم الخرائط بواسطة EBSD، أظهر بوضوح نسيج ليفي سببه التشوه البارد في الحبيبات مع التوجه المفضل (ألياف) $ND// \langle 111 \rangle$ غالبية و $\langle 100 \rangle$ أقلية $ND//$. بحيث $ND//$ مع محور القلذ.

وأظهر التحليل الكمي لتطور النسيج الليفي بعد المعالجة الحرارية أن حدة النسيج $\langle 111 \rangle$ تنخفض دون ظهور مكونات جديدة، في حين حدة نسيج الألياف $\langle 100 \rangle$ ترتفع.

أظهرت النتائج أن هناك مرحلتين من تطور بنية المادة المدروسة. المرحلة الأولى تتوافق مع مرحلة تشوه المادة، تليها مرحلة التصلب بواسطة ظاهرة الترسيب.

الكلمات الرئيسية: سبائك الألومنيوم، 6101، البنية المجهرية، التشوه الباردة، قلذ الأسلاك، النسيج، المعالجة الحرارية، ظاهرة الترسيب.

ABSTRACT: The work presented in this thesis is a collaborative project with the company of the electric cable industries of Biskra, (ENICAB). The objective is to understand the evolution of the microstructure and the precipitation process after the cold drawing process and after the heat treatment, in order to obtain an optimal combination of mechanical properties and electrical resistivity, required by the standard (EN-50183).

The 6101 is an aluminum alloy (Al-Mg-Si), an industrial product developed by continuous casting, is used in a wide variety of applications, particularly in the electrical cable industry, because of its ease of deformation by drawing, its good electrical conductivity as well as its good resistance to atmospheric corrosion. Moreover, this alloy can be heat-treated to have a structural hardening by precipitation.

The microstructure of the alloy was characterized by optical and scanning electron microscopy and by X-ray diffraction, in the raw state, after deformation and after tempering at 170 ° C. for several holding times. The mechanical and electrical tests allowed us to know the best temperature / time combination for the best results. Different states of precipitation were obtained using the heat treatment. The SEM observations made it possible to specify the different phases present.

The results obtained by neutron diffraction and by reconstructed mapping by EBSD clearly showed a fibrous texture caused by the cold deformation in the grains with a preferential orientation (fibers $\langle 111 \rangle // DN$ and $\langle 100 \rangle // DN$ minority DN / drawing axis).

A quantitative analysis of the evolution of the texture as a function of time of heat treatment showed that the acuity of the texture decreases without the appearance of new components. The volume fraction of the fiber $\langle 100 \rangle // DN$ is increased while that of the $\langle 111 \rangle // DN$ fiber, the majority in the drawn state, decreases.

The results obtained show that there are two stages of evolution of the structure of the material studied. The first stage corresponds to the deformation stage of the material. This is followed by the precipitation stage by the hardening secondary phase.

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

RESUME : Le travail présenté dans ce mémoire de thèse est un projet de collaboration avec l'entreprise des industries des câbles électriques de Biskra, (ENICAB). L'objectif est de comprendre l'évolution de la microstructure et le processus de précipitation après l'opération de tréfilage à froid et après le traitement de revenu, afin d'obtenir une combinaison optimale entre les propriétés mécaniques et la résistivité électrique, exigées par la norme (EN-50183).

L'alliage 6101 est un alliage d'aluminium (Al-Mg-Si), industriel élaboré par coulée continue, est utilisé dans une grande variété d'applications, plus particulièrement dans l'industrie des câbles électriques à cause de sa facilité de mise en forme par tréfilage, sa bonne conductivité électrique ainsi qu'à sa bonne résistance à la corrosion atmosphérique. De plus, cet alliage peut être traité thermiquement pour avoir un durcissement structural par précipitation.

La microstructure de l'alliage a été caractérisée par microscopie optique et électronique à balayage et par diffraction des rayons X, dans l'état brut, après déformation et après revenu à 170°C pendant plusieurs temps de maintien. Les essais mécaniques et électriques nous ont permis de connaître la meilleure combinaison température/temps pour avoir les meilleurs résultats. Différents états de précipitation ont été obtenus à l'aide du traitement thermique. Les observations en MEB ont permis de préciser les différentes phases présentes.

Les résultats obtenus par diffraction de neutrons et par cartographie reconstruite par EBSD, ont clairement montré une texture fibreuse causé par la déformation à froid dans les grains avec une orientation préférentielle (fibres $\langle 111 \rangle // DN$ majoritaires et $\langle 100 \rangle // DN$ minoritaires. DN//axe de tréfilage).

Une analyse quantitative de l'évolution de la texture en fonction du temps de revenu a montré que l'acuité de la texture diminue sans apparition de nouvelles composantes. La fraction volumique de la fibre $\langle 100 \rangle // DN$ augmente tandis que celle de la fibre $\langle 111 \rangle // DN$, majoritaire à l'état tréfilé, diminue.

Les résultats obtenus montrent qu'il y a deux stades d'évolution de la structure du matériau étudié. Le premier stade correspond au stade de la déformation du matériau. Celui-ci est suivi par le stade de précipitation par la phase secondaire durcissante.

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

SOMMAIRE

Introduction générale	1
Chapitre I : Généralité sur les alliages d'aluminium	
Partie 1 : Généralité sur les alliages 6000	
I.1.1 Introduction.....	4
I.1.2 Généralités sur les alliages d'aluminium.....	4
I.1.2.1 Présentation générale de l'aluminium.....	4
I.1.2.2 Les alliages à durcissement par écrouissage	6
I.1.2.3 Les alliages à durcissement structural	7
I.1.3 Généralités sur les alliages de la série 6000.....	9
I.1.3.1 Introduction	9
I.1.3.2 Le durcissement structural.....	9
I.1.3.2.1 Principe de base.....	9
I.1.3.2.2 Traitements thermiques de la série 6000.....	10
I.1.3.3 Précipitation des alliages de la série 6000.....	12
I.1.3.3.1 Les zones « Guinier-Preston ».....	12
I.1.3.3.2 La phase métastable β''	13
I.1.3.3.3 La phase métastable β'	13
I.1.3.3.4 La phase stable β	13
I.1.3.3.5 Autres séquences de précipitation	14
I.1.3.4 Structure cristallographique des principales phases	16
I.1.3.4.1 Influence de la précipitation sur le comportement mécanique	17
I.1.4 Effet des éléments d'alliage	20
I.1.4.1 Magnésium	20
I.1.4.2 Silicium	21
I.1.4.3 Cuivre	21
I.1.4.4 Fer	21
I.1.4.5 Nickel	22
I.1.4.6 Zinc	22
I.1.4.7 Manganèse	22
I.1.4.8 Effet des éléments d'alliages sur la nuance 6101.....	23
I.1.5 Les Porosités dans les alliages d'aluminium	24
I.1.5.1 Pore du à l'hydrogène et retrait de solidification	25

I.1.5.2 Les Porosité dans les alliages 6000.....	26
I.1.6 Neutralisation des porosités	26
I.1.7 Corrosion des alliages de la série 6000	27

Partie 2: Alliage industriel utilisé par l'ENICAB (Almelec)

I.2.1 Introduction	28
I.2.2 Câbles électriques en aluminium	29
I.2.2.1 Câbles électriques en aluminium pur.....	29
I.2.2.2 Câbles électriques en alliage d'aluminium.....	30
I.2.3 Amélioration de la conductivité des alliages d'aluminium	31
I.2.3.1 Câble en almelec à conductivité améliorée	32
I.2.3.2 Ames conductrice à forme Aero-Z	32
I.2.3.3 Conducteurs résistants de haute température	33
I.2.4 Caractéristiques des câbles de la série 6000	34
I.2.4.1 La résistance à la rupture	34
I.2.4.2 La dureté superficielle	34
I.2.4.3 La résistance à la corrosion	34
I.2.5 Caractéristiques des câbles en alliage 6101	34
I.2.6 Conclusion	36

CHAPITRE II : Déformation et texture de tréfilage

Partie 1: Déformation plastique et écrouissage

II.1.1 Introduction	41
II.1.2 L'écrouissage	41
II.1.3 Déformation plastique	42
II.1.3.1 Relation glissement / dislocations	42
II.1.3.2 Mouvement des dislocations	44
II.1.4 Plasticité	47
II.1.4.1 Comportement plastique	47
II.1.4.1.1 Seuil de plasticité	48
II.1.4.1.2 Influence des déformations plastiques sur les propriétés mécaniques	49
II.1.4.2 La plasticité à l'échelle microscopique	49
II.1.4.2.1 Le glissement dans un monocristal	50

II.1.4.2.2 Contrainte théorique de glissement	50
II.1.4.2.3 Origine de la plasticité dans les métaux	51

Partie 2: Texture de déformation par tréfilage industriel

II.2.1 Introduction	52
II.2.2 Paramètres de tréfilage	53
II.2.2.1 Le fil	53
II.2.2.2 La filière	54
II.2.2.3 Le lubrifiant	58
II.2.3 Détermination de la texture	60
II.2.3.1 La texture cristallographique	61
II.2.3.1.1 Fonction de texture	61
II.2.3.1.2 Orientation des grains	62
II.2.3.1.3 Représentation des textures	64
II.2.3.1.4 Les figure de pôles	65
II.2.3.1.5 Définition de la FDOC	67
II.2.3.1.6 Définition de la texture de fibre	67
II.2.3.2 Textures de tréfilage	68
II.2.3.3 Application de la mesure des textures aux fils	68

CHAPITRE III : Matériaux et techniques expérimentales

III.1 Introduction	72
III.2 Matériau étudié	72
III.3 Analyse de la composition chimique	72
III.4 Caractéristiques mécaniques et électriques de l'alliage à l'état de réception	73
III.5 Caractérisation	73
III.5.1 Caractérisation microstructurale	74
III.5.1.1 Traitements thermiques	74
III.5.1.2 Préparation des échantillons	74
III.5.1.2.1 Polissage	74

III.5.1.2.2 Attaques chimiques	74
III.5.1.3 Observation microscopique	75
III.5.1.4 Microscopie électronique à balayage	75
III.5.6 EBSD (Electron Back Scattered Diffraction)	78
III.5.7 Diffraction des neutrons	79
III.5.8 Microdureté	80
III.5.9 Essai de traction	81
III.5.10 Diffraction des rayons X	82
III.5.11 La résistivité électrique	84
III.5.11.1 Paramètres influençant la résistivité électrique	84
III.5.11.2 Influence de la température	84
III.5.11.3 Influence des éléments en solution	85
III.5.11.4 Influence de l'érouissage	86

CHAPITRE IV : Résultats et discussions

Partie 1: Etude de comportement des fils tréfilés

IV.1.1 Introduction	88
IV.1.2 Microstructure	88
IV.1.2.1 Microscopie optique	88
IV.1.2.2 Observation en microscopie électronique à balayage	91
IV.1.2.3 Diffraction des rayons X	92
IV.1.3 Evolution des propriétés des fils en fonction de la déformation	94
IV.1.3.1 Mesures de microdureté	95
IV.1.3.2 Essais de traction	96
IV.1.3.3 Mesure de la résistivité électrique	98
IV.1.3 Conclusion	99

Partie 2 : Etude de comportement des fils tréfilés et revenus

IV.2.1 Introduction	100
IV.2.2 Etude de durcissement structural des fils tréfilés après revenu	100
IV.2.2.1 Caractérisation microstructurale.....	100

IV.2.2.2 Caractérisation par RX des fils tréfilés et revenus	102
IV.2.3 Evolution des propriétés mécaniques des fils tréfilés après revenu	105
IV.2.3.1 Mesures de microdureté	105
IV.2.3.2 Essais de traction	107
IV.2.4 Mesure de la résistivité électrique	110
IV.2.5 Conclusion.....	111

Partie 3: Evolution de la texture au cours de la déformation

IV.3.1 Introduction	113
IV.3.2 Analyse des microstructures par EBSD	113
IV.3.2.1 Caractérisation par EBSD de fil machine et des fils tréfilés	113
IV.3.2.2 Analyse des tailles de grains.....	114
IV.3.2.3 Corrélation microstructure - texture	115
IV.3.3 Texture cristallographique du fil machine	116
IV.3.4 Texture cristallographique des fils déformés	117
IV.3.5 Evolution de la fraction volumique en fonction de déformation	119
IV.3.6 Discussion.....	120
IV.3.7 Conclusion	120

Partie 4: Evolution de la texture des fils déformés et revenus

IV.4.1 Introduction	121
IV.4.2 Evolution de la texture des fils d'alliage 6101 après revenu.....	121
IV.4.2.1. Caractérisation par EBSD.....	121
IV.4.2.2 Caractérisation par FDP et FDOC	123
IV.4.2. Evolution de la fraction volumique après revenu.....	125
IV.4.4 Discussion	126
IV.4.5 Conclusion	128
Conclusion générale et Perspectives.....	131
Références bibliographiques.....	134
Annexe	141

NOTATIONS

A : allongement à rupture (%)

b : vecteur de Burgers

E : module d'Young (Pa)

G : module de cisaillement (Pa)

HV_{0,1} : dureté Vickers sous 100 grammes

I : intensité (A)

K : facteur d'intensité de contraintes

L : Longueur du fil (m)

n : nombre d'électrons échangés

r (t) : résistance linéique instantanée du câble ($\Omega \cdot m^{-1}$)

R : Résistance linéique du câble ($\Omega \cdot m^{-1}$)

R_m : résistance à rupture (Pa)

R_{p0,2} : Limite d'élasticité à 0,2% (Pa)

R_p : résistance de polarisation

S : surface (m²)

U : tension (V)

UA : Unité Arbitraire

ρ : résistivité électrique (Ω)

σ : Contrainte mécanique (Pa)

ACSR: Aluminium conductor steel-reinforced cable

AAAC: All Aluminium Alloy Conductors

AACSR: Aluminium Alloy Conductor Steel Reinforced

NOTATIONS

CLC: Coulée Laminage en Continu

EBS: Electron Back Scattered Diffraction

EDS : Energy Dispersive Spectroscopy

EN NF : norme européenne et française

FDP : figure de pôles directe

FDOC : fonction de distribution des orientations cristallines

IACS: International Annealed Copper Standard

MET : Microscope Electronique en Transmission

MO : Microscope Optique

MEB : Microscope Electronique à Balayage

PFZ : Precipitate Free Zone

RX : rayons X

LISTE DES FIGURES

Figure I.1	Procédé de mise en forme et recuit des fils d'aluminium.....	9
Figure I.2	diagramme d'équilibre ternaire des alliages Al-Mg-Si.....	10
Figure I.3	Évolution de la résistance mécanique en fonction de la formation des précipités durcissants au cours d'un revenu pour la série 6000.....	11
Figure I.4	Influence du revenu sur la proportion des différents précipités.....	15
Figure I.5	Dureté Vickers de l'alliage Al - 0,4% Mg- 1,3% Si - 0,25% Fe pour différentes conditions de revenu.....	18
Figure I.6	Influence de la teneur en Mg ₂ Si et de la durée du revenu sur la tenue mécanique des alliages Al-Mg-Si-Fe sans excès de Si (% Mg ₂ Si : a = 0,63 %, b = 0,95%, c = 1.26%).....	19
Figure I.7	Influence du traitement thermique et de la teneur en excès de silicium sur la tenue mécanique d'un alliage de la série 6000.....	19
Figure I.8	Micrographie Optique d'un retrait de solidification et sa projection (a) Schéma 2D, (b) Schéma 3D	26
Figure I.9	La coulée en continu de fil machine.....	29
Figure I.10	Conducteur aérien en almelec.....	30
Figure I.11	Conducteur à forme Aéro Z.....	33
Figure I.12	Influence du traitement de revenu sur les propriétés des fils en 6101.....	36
Figure II.1	Durcissement de l'Al-4%Cu par l'érouissage et la précipitation.....	42
Figure II.2	Lignes de glissement apparaissant à la surface d'un d'aluminium pur.....	43
Figure II.3	Schéma de la formation de bandes de glissement.....	43
Figure II.4	Déplacement d'une dislocation coin dans un cristal.....	43
Figure II.5	Glissement dans un cristal lors du passage d'une dislocation coin.....	44
Figure II.6	Schématisation du passage d'une dislocation dans un volume monocristallin	44
Figure II.7	Cisaillement d'un cristal, pour une cission appliquée t suivant un vecteur de Bürgers b.....	45
Figure II.8	Systèmes de glissement génériques dans un cristal cubique à face centrée	47
Figure II.9	Seuil de plasticité.....	48
Figure II.10	Durcissement, ductilité et effet Bauschinger.....	49
Figure II.11	Résistance théorique au cisaillement.....	50
Figure II.12	Glissement intragranulaire.....	51
Figure II.13	Vue en coupe d'une filière avec un fil.....	52
Figure II.14	Schéma de principe d'une tréfileuse.....	54
Figure II.15	Schéma d'une filière de tréfilage avec zones constituantes.....	56
Figure II.16	Schéma d'une passe de tréfilage et notations utilisées.....	57
Figure II.17	Observation microscopique d'un échantillon de lubrifiant	60
Figure II.18	Orientations cristallines d'un matériau.....	62

Figure II.19	Représentation d'une section 2D d'un échantillon polycristallin.....	63
Figure II.20	Définition des repères pour la mesure de la texture cristallographique; a) Tôle laminée. b) Fil.....	63
Figure II.21	Projection stéréographique.....	66
Figure II.22	Représentation de l'orientation des grains cubiques de trois types de texture dans un fil.....	67
Figure II.23	Coupe de l'espace d'Euler à $\phi = 45^\circ$, représentation des fibres $\langle 100 \rangle // ND$ et $\langle 111 \rangle // DN$	68
Figure III.1	a) fil machine de l'alliage 6101 sous forme de botte.....	72
Figure III.2	Le fil machine et les trois fils déformés choisis.....	73
Figure III.3	Principe du microscope électronique à balayage.....	76
Figure III.4	Poire d'interaction dans un MEB.....	77
Figure III.5	Cônes de diffraction des électrons. Formation de lignes de Kikuchi sur un écran de phosphore.....	79
Figure III.6	Représentation schématique de l'essai de Vickers.....	80
Figure III.7	La machine de traction Zwick/Roell (Z 100).....	81
Figure III.8	Schéma de diffraction de rayons X par une famille de plans réticulaires..	83
Figure III.9	Evolution de la résistivité électrique d'un acier perlitique écroui à $\epsilon = 3,42\%$ et vieilli 4h à $150^\circ C$ avec la température autour de $20^\circ C$	85
Figure IV.1	Microstructure optique de fil machine de l'alliage 6101, a) coupe transversale et b) coupe longitudinale.....	89
Figure IV.2	Microstructure optique de fil déformé à $\epsilon_1 = 21\%$	89
Figure IV.3	Microstructure optique de fil déformé $\epsilon_2 = 69\%$	90
Figure IV.4	Microstructure optique de fil déformé $\epsilon_3 = 87\%$	90
Figure IV.5	Observation au MEB de la microstructure du fil machine.....	91
Figure IV.6	Observation au MEB de la microstructure du fil déformé $\epsilon = 87\%$	92
Figure IV.7	Spectre de rayon X du fil machine et fil déformé à 87%	93
Figure IV.8	Comparaison entre les Spectre de rayon X du fil machine et du fil déformé à $\epsilon_3 = 87\%$; a) en 2D et b) en 3D.....	94
Figure IV.9	Courbe de variation de la microdureté Vickers en fonction du taux de réduction par tréfilage à froid d'un fil d'alliage d'aluminium 6101.....	96
Figure IV.10	Courbe de variation de la résistance à la rupture en fonction du taux de réduction par tréfilage à froid d'un fil d'alliage d'aluminium 6101.....	97
Figure IV.11	Courbe de variation de l'allongement en fonction du taux de réduction par tréfilage à froid d'un fil d'alliage d'aluminium 6101.....	97
Figure IV.12	Courbe de variation de la résistivité électrique en fonction du taux de réduction d'un fil d'alliage d'aluminium 6101.....	98
Figure IV.13	Microstructures optique de Fil machine traité $170^\circ C/4h$, coupes transversales.....	101
Figure IV.14	Microstructures optique du fil déformé à 87% et traité à $170^\circ C/4h$; a), b), c), d) coupes transversales, e) et f) coupes longitudinales.....	102
Figure IV.15	Diffraction de RX du fil machine traité à $170^\circ C$ pendant 10 min, 4h et 20h ; a) 2D et b) 3D.....	103
Figure IV.16	Diffraction de RX du fil Déformé à 87% et traité à $170^\circ C$ pendant 10 min, 4h et 20h ; en a) 2D et b) 3D.....	104
Figure IV.17	Courbe de variation de la microdureté Vickers en fonction du taux de réduction après revenu d'un fil d'alliage d'aluminium 6101.....	106

Figure IV.18	Courbe de variation de la microdureté Vickers en fonction du temps de revenu à 170°C, des différents taux de réduction des fils d'alliage d'aluminium 6101.....	106
Figure IV.19	Courbe de variation de la résistance à la rupture en fonction du taux de réduction après revenu d'un fil d'alliage d'aluminium 6101.....	108
Figure IV.20	Courbe de variation de la résistance à la rupture en fonction du temps de revenu à 170°C, des différents taux de réduction des fils d'alliage d'aluminium 6101.....	108
Figure IV.21	Courbe de variation de l'allongement à la rupture en fonction du taux de réduction après revenu d'un fil d'alliage d'aluminium 6101.....	109
Figure IV.22	Courbe de variation de l'allongement à la rupture en fonction du temps de revenu à 170°C, des différents taux de réduction des fils d'alliage d'aluminium 6101.....	110
Figure IV.23	Courbe de variation de la résistivité électrique en fonction du taux de réduction après revenu d'un fil d'alliage d'aluminium 6101.....	111
Figure IV.24	Courbe de variation de la résistivité électrique en fonction du temps de revenu à 170°C, des différents taux de réduction des fils d'alliage d'aluminium 6101.....	111
Figure IV.25	Microstructures reconstruites par EBSD du fil machine.....	114
Figure IV.26	Microstructures reconstruites par EBSD du fil déformé à $\varepsilon_3 = 87\%$	114
Figure IV.27	Tracé de la microstructure des sous-joints du fil machine, reconstruit par EBSD.....	115
Figure IV.28	Tracé de la microstructure des sous-joints du fil déformé à $\varepsilon_3 = 87\%$, reconstruit par EBSD.....	115
Figure IV.29	Figures de pôles mesurées par diffraction des neutrons, sur le fil machine : (a) $\{111\}$ et (b) $\{100\}$	116
Figure IV.30	Coupe de la FDOC à $\varphi = 45^\circ$ correspondant au fil machine.....	117
Figure IV.31	Figures de pôles directes $\{111\}$ des trois fils déformés à froid : a) $\varepsilon_1 = 21\%$, b) $\varepsilon_2 = 69\%$, c) $\varepsilon_3 = 87\%$	117
Figure IV.32	Figures de pôles directes $\{100\}$ des trois fils déformés à froid : $\varepsilon_1 = 21\%$, b) $\varepsilon_2 = 69\%$, c) $\varepsilon_3 = 87\%$	118
Figure IV.33	Coupes à $\varphi_2 = 45^\circ$ de la FDOC calculée après tréfilage à froid : $\varepsilon_1 = 21\%$, b) $\varepsilon_2 = 69\%$, c) $\varepsilon_3 = 87\%$	119
Figure IV.34	Evolution des fractions volumiques des principales composantes de texture (fibres $\langle 111 \rangle // DN$ et $\langle 100 \rangle // DN$) du fil d'alliage 6101 après déformation à froid.....	120
Figure IV.35	Microstructures caractérisées par EBSD du (a) fil machine et (b) fil tréfilé à froid $\varepsilon_3 = 87\%$ et revenus à 170°C pendant 4 heures.....	122
Figure IV.36	Tracé des sous-joints reconstruit par EBSD du (a) fil machine et (b) fil tréfilé à froid $\varepsilon_3 = 87\%$ et revenus à 170°C pendant 4 heures.....	123
Figure IV.37	Figures de pôles directes $\{111\}$ des fils déformés et revenus à 170°C pendant 4 heures : a) fil machine, b) $\varepsilon_1 = 21\%$, c) $\varepsilon_2 = 69\%$ et d) $\varepsilon_3 = 87\%$	123
Figure IV.38	Figures de pôles directes $\{100\}$ des fils déformés et revenus à 170°C pendant 4 heures : a) fil machine, b) $\varepsilon_1 = 21\%$, c) $\varepsilon_2 = 69\%$ et d) $\varepsilon_3 = 87\%$	124
Figure IV.39	Coupes à $\varphi_2 = 45^\circ$ de la FDOC par diffraction des neutrons calculée après tréfilage à froid et revenu à 170°C pendant 4 heures: a) fil machine, b) $\varepsilon_1 = 21\%$, c) $\varepsilon_3 = 87\%$	125

Figure IV.40	Evolution des fractions volumiques des principales composantes de texture du fil d'alliage 6101 déformé et revenu à 170°C pendant 4heures	126
Figure IV.41	Comparaison de l'évolution de la fraction volumique de la fibre <111> du fil d'alliage 6101 avant et après revenu à 170°C /4h, en fonction du taux de réduction.....	126
Figure IV.42	Comparaison de l'évolution de la fraction volumique de la fibre <100> du fil d'alliage 6101 avant et après revenu à 170°C /4h, en fonction du taux de réduction.....	127
Figure IV.43	Comparaison de l'évolution de la fraction volumique de la composante cube du fil d'alliage 6101 avant et après revenu à 170°C /4h, en fonction du taux de déformation.....	127

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1	Les différentes familles d'alliages d'aluminium.....	5
Tableau I.2	Traitements thermiques des alliages d'aluminium.....	8
Tableau I.3	Composition moyenne de la série 6xxx.....	12
Tableau I.4	Structure des principales phases dans les alliages Al-Mg-Si-Cu.....	16
Tableau I.5	Fractions volumiques maximales des phases contenant du Fe dans les alliages de la série 6000	24
Tableau I.6	Caractéristiques demandées aux conducteurs aluminium.....	28
Tableau I.7	Caractéristiques comparées des matériaux utilisés.....	30
Tableau I.8	Caractéristiques des câbles en alliage d'aluminium 6101	31
Tableau I.9	Caractéristiques des alliages	33
Tableau I.10	Propriétés de l'alliage 6101 dans différents états métallurgique.....	35
Tableau II.1	Système de glissement pour quelques métaux.....	46
Tableau II.2	Module de cisaillement et limite élastique	51
Tableau II.3	Les différentes zones et valeurs recommandées industriellement.....	57
Tableau III.1	Composition chimique du Matériau.....	73
Tableau III.2	Propriétés mécaniques et électrique de l'alliage.....	73
Tableau IV.1	L'évolution des caractéristiques des fils en fonction du taux de déformation ($\epsilon\%$).....	95
Tableau IV.2	Evolution de la microdureté des fils en fonction du taux de déformation ($\epsilon\%$).....	96
Tableau IV.3	L'évolution des propriétés des fils machine et tréfilés après le traitement de revenu à $T=170^{\circ}\text{C}$	105
Tableau IV.4	Influence d'un revenu à 170°C sur les propriétés mécaniques de l'alliage 6101.....	107
Tableau IV.5	Evolution de la texture dans les fils tréfilés.....	119
Tableau IV.6	Evolution de la texture dans les fils tréfilés et revenus à $170^{\circ}\text{C}/4\text{h}$	125

Introduction

Générale

INTRODUCTION GENERALE

L'aluminium est le métal le plus abondant de l'écorce terrestre. L'aluminium possède une densité bien inférieure à celle de l'acier mais sa dureté à l'état pur est très faible (voisine de 20 HV). La dureté peut être augmentée soit par l'utilisation d'alliages à durcissement par écrouissage, soit par l'utilisation d'alliages à durcissement structural [1].

Comme leur nom l'indique, les alliages à durcissement par écrouissage augmentent les propriétés mécaniques grâce à déformation plastique à froid du matériau. Ce durcissement correspond à un accroissement de la densité des dislocations au sein du matériau.

Pour les alliages à durcissement structural, les propriétés mécaniques sont obtenues par traitement thermique : mise en solution, trempe, maturation et/ou revenu.

Depuis plus d'un siècle, des conducteurs en aluminium et en alliages d'aluminium sont utilisés par les services publics d'électricité pour le transport et la distribution de l'énergie électrique. En fait, Les alliages d'aluminium sont couramment employés pour la fabrication des câbles de transport d'électricité de grande puissance lorsque des paramètres techniques tels que la section et la longueur des câbles condamnent l'utilisation du cuivre en raison de sa masse spécifique plus élevée. En effet, s'il présente une conductivité électrique inférieure au cuivre, l'aluminium possède aussi une densité inférieure qui apparaît comme une caractéristique très intéressante dans la course à la réduction de masse plus léger que le cuivre, l'aluminium est souvent utilisé à la place de celui-ci dès que la contrainte du poids devient primordiale. L'aluminium est exclusivement utilisé en tant que matériau constitutif de l'âme des câbles sur des systèmes à brins multiples [2].

Les alliages d'aluminium présentent également des propriétés mécaniques et une résistance à la corrosion satisfaisante pour ce type d'applications. Un dernier point en faveur de l'aluminium réside dans son coût devenu de plus en plus avantageux par rapport au cuivre.

Cependant, l'utilisation de l'aluminium pour la fabrication des câbles haute tension. Ces fils sont obtenus par tréfilage d'un matériau dit d'ébauche ; ce procédé de mise en forme relativement sévère a pour effet de modifier fortement la microstructure du matériau d'ébauche et ainsi de modifier ses propriétés d'usage, en particulier ses propriétés mécaniques et sa tenue à la corrosion. L'influence des différentes étapes du procédé de mise en forme sur les propriétés d'usage du matériau retenu devra donc être considérée.

Dans ce cadre, l'objectif général de ce travail de thèse, effectué en collaboration avec la société ENICAB Biskra, est de contribuer à une définition plus fine des évolutions microstructurales, à l'origine des modifications de propriétés mécaniques des fils, apparaissant à la fois au cours de la déformation plastique et au cours revenu post-tréfilage. Il a été nécessaire de mettre en place une approche originale reposant sur la multiplication de techniques de caractérisation globales telles que la micrographie optique et électronique à balayage, la spectroscopie des rayons X, les essais mécaniques tels que la microdureté et la résistance à la rupture, la résistivité électrique ou encore la diffraction des neutrons et la cartographie reconstruite par EBSD, dans l'idée d'apporter un ensemble d'éléments tendant vers un scénario commun pour expliquer les différentes évolutions microstructurales.

Le plan de ce manuscrit se décline donc comme suit.

- le chapitre I présente deux parties, dans la première, une synthèse bibliographique permettant de faire un état des connaissances d'une façon assez générale sur les différentes familles d'alliages d'aluminium concernant la microstructure et les propriétés mécaniques de ces alliages en général. Ensuite la deuxième partie, on parle plus particulièrement sur la nuance retenue, à savoir, les alliages 6000 (AGS) utilisés par l'entreprise ENICAB Biskra. L'état de l'art sur les alliages d'aluminium de la famille 6000 en particulier, est également présenté dans le but d'apporter des éléments complémentaires à l'étude du traitement de revenu des alliages d'aluminium de la nuance 6101 fortement écrouis, discuté par la suite.

-Le chapitre II comprenant deux parties, La première partie présente le comportement mécanique des alliages d'aluminium en détaillant la formulation et l'identification des modèles de comportement de déformation plastique considérés. Alors que la deuxième partie traite des notions sur la texture cristallographique des matériaux en plus des différentes méthodes de sa détermination concerne la texture de ces alliages. Ainsi que les relations susceptibles d'exister entre la texture et les résultats des tests mécaniques classiques définissant l'aptitude à la déformation par tréfilage, plus particulier des modifications texturales au cours de tréfilage proprement dit.

-Le chapitre III est consacré à la présentation de l'alliage de référence étudié ainsi qu'à la description des différentes méthodes expérimentales utilisées. Ainsi, dans un premier temps, le procédé d'élaboration des fils, leur caractérisation mécanique en sortie de tréfilage. Par la suite, le principe de chaque technique expérimentale utilisée et la méthodologie de mesure correspondante sont décrits. Enfin, ce troisième chapitre expose et argumente la stratégie expérimentale particulière déployée au cours de ce travail de thèse.

Dans le quatrième chapitre, les résultats des techniques expérimentales globales sont présentés. Cette étude a pour but de définir les mécanismes métallurgiques gouvernant l'évolution de la microstructure, la texture et également les propriétés mécaniques et électriques des fils d'alliage d'aluminium AGS (6101), au cours de la déformation par tréfilage et après le traitement de revenu à 170°C.

En conclusion, un bilan des résultats et de leurs interprétations est réalisé et les perspectives ouvertes par ce travail sont dégagées. Un ensemble d'annexes vient compléter le manuscrit dans le but d'apporter des précisions sur les techniques expérimentales utilisées ainsi que quelques résultats complémentaires.

CHAPITRE I
Généralités sur les Alliages
d'Aluminium

Partie 1 : Généralité sur les alliages 6000

I.1.1 Introduction

Cette synthèse bibliographique va, dans un premier temps, s'attacher à présenter de façon assez générale les différentes familles d'alliages d'aluminium et ensuite plus particulièrement la nuance retenue, à savoir, les alliages 6000 (AGS). Dans un second temps, sur la base d'études issues de la littérature, les propriétés microstructurales, électrique et mécaniques de ce matériau seront présentées et l'influence de ces propriétés sur le comportement de l'alliage étudié sera discutée.

I.1.2 Généralités sur les alliages d'aluminium

Tout d'abord, il semble important de rappeler brièvement les propriétés générales de l'aluminium et de ses alliages qui font de ces matériaux des candidats très intéressants pour le remplacement du cuivre utilisé aujourd'hui dans les conducteurs de transport de l'énergie électriques.

I.1.2.1 Présentation générale de l'aluminium

Avec une consommation annuelle de l'ordre de 25 millions de tonnes, l'aluminium est le métal non ferreux le plus utilisé, en particulier dans les secteurs du transport, du bâtiment, de l'emballage, et de l'industrie électrique et aéronautique. Son utilisation est donc particulièrement privilégiée du fait de :

- sa légèreté : avec une masse volumique de 2700 kg.m^{-3} , l'aluminium est l'un des métaux les plus légers. A titre de comparaison, il est trois fois plus léger que le cuivre qui lui possède une masse volumique de 8940 kg.m^{-3} .
- sa conductivité thermique de $237 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ (à 20°C), contre $390 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ (à 20°C) pour le cuivre, le rend sur cet aspect, le plus performant des métaux usuels.
- sa bonne conductivité électrique, de l'ordre de 65% IACS (International Annealed Copper Standard), c'est-à-dire 65% par rapport au cuivre recuit standard considéré comme ayant une conductibilité électrique égale à 100%.

- sa tenue à la corrosion liée à l'existence à sa surface d'un film passif d'oxyde ou d'hydroxyde d'aluminium protecteur et stable.
- Sa bonne aptitude à être soumis à des traitements de surface visant à améliorer ses propriétés de surface.
- sa bonne aptitude à la mise en forme.
- son aptitude à être recyclé.

L'aluminium pur ne peut généralement pas être utilisé pour certaines applications spécifiques nécessitant des propriétés mécaniques élevées, une bonne aptitude à la mise en forme et à la soudabilité, malgré l'ensemble des propriétés intéressantes citées précédemment. Afin de palier ces faiblesses, des éléments d'addition sont donc ajoutés à l'aluminium. Les alliages d'aluminium se répartissent en huit familles dont la désignation, à quatre chiffres, dépend de l'élément d'alliage principal (Tableau I.1) :

Tableau I.1 : Les différentes familles d'alliages d'aluminium [3]

Familles	Systèmes
1xxx	Aluminium non allié, peu d'éléments d'alliage
2xxx	Al-Cu et Al-Cu-Mg
3xxx	Al-Mn
4xxx	Al-Si
5xxx	Al-Mg
6xxx	Al-Mg-Si
7xxx	Al-Zn-Mg et Al-Zn-Mg-Cu
8xxx	Autres éléments

Les familles d'alliages d'aluminium corroyés se divisent encore en deux grandes catégories distinctes :

- les alliages à durcissement par écrouissage (1000, 3000, 5000 et 8000)
- les alliages à durcissement structural (2000, 6000 et 7000)

I.1.2.2 Les alliages à durcissement par écrouissage

Les alliages à durcissement par écrouissage ou non trempant, sont durcis par la déformation plastique du matériau. Cette appellation désigne l'ensemble des alliages qui ne peuvent pas être soumis à un durcissement structural. Les effets sur les propriétés mécaniques sont une augmentation de la résistance mécanique et de la dureté avec une perte de la ductilité.

Ces alliages sont désignés par la lettre H suivie de deux chiffres. Le premier chiffre correspond aux différentes étapes thermomécaniques appliquées lors du cycle d'élaboration :

- H1x : écrouissage seul
- H2x : écrouissage et recuit partiel
- H3x : écrouissage et stabilisation par un traitement thermique.

La série 1000 correspond aux alliages d'aluminium non alliés à durcissement par écrouissage présentant une teneur en aluminium d'au moins 99% massique. Les propriétés de ces alliages dépendent de différents paramètres tels que, les niveaux d'écrouissage, l'adoucissement engendré par les traitements de recuit et les teneurs en impuretés. Les propriétés générales de ces alliages d'aluminium non alliés sont les suivantes [4]:

- la bonne aptitude à la déformation plastique
- la résistance mécanique relativement faible
- l'excellent comportement en corrosion
- la bonne aptitude au soudage

Les domaines d'application des alliages d'aluminium non alliés dépendent des nuances utilisées. L'aluminium 1370 est utilisé dans la fabrication des conducteurs électriques. L'alliage

d'aluminium 1050 est utilisé dans différents domaines tels les travaux publics (couvertures, gaines de ventilation), l'industrie alimentaire, l'industrie mécanique (accessoires pour canalisations) et les emballages. Ainsi, l'aluminium 1080, de pureté égale à 99,80%, est utilisé dans le domaine de la décoration et dans l'industrie alimentaire du fait de sa bonne tenue à la corrosion et de ses états de surface esthétiques après brillantage.

I.1.2.3 Les alliages à durcissement structural

Ces alliages s'appellent aussi les alliages trempant, sont soumis à un traitement de durcissement structural qui se compose de trois étapes successives, pour avoir des bonnes caractéristiques mécaniques:

- un traitement de mise en solution ou d'homogénéisation, c'est une montée en température supérieure à la température de solvus et un maintien suffisamment long à cette température afin de solubiliser les atomes de soluté et atteindre la mise en solution totale et l'équilibre thermodynamique.
- une trempe suffisamment rapide de l'alliage, ayant pour but d'avoir une solution solide sursaturée en atomes de soluté et en lacunes, et d'empêcher la décomposition de la solution solide et la formation des précipités d'équilibre grossiers ne conduisant pas au durcissement de l'alliage.
- un maintien à température ambiante ou un vieillissement naturel, au cours duquel a lieu la décomposition de la solution solide métastable sursaturée en éléments d'addition. Cette phase de maturation peut être suivie si besoin d'un revenu à température modérée afin d'accélérer la décomposition de la solution solide et par conséquent la formation des précipités ou les phases durcissantes [5].

Les traitements des alliages à durcissement structural sont désignés par la lettre T suivie par des chiffres. Le Tableau I.2 explicite la signification du premier chiffre qui renseigne sur le traitement thermique subi par les alliages d'aluminium lors de leur élaboration.

Tableau I.2 : Traitements thermiques des alliages d'aluminium.

Désignation	Descriptif du traitement
T1	Pas de mise en solution, maturation
T2 et T6	Mise en solution, trempe, revenu
T3	Mise en solution, trempe, écrouissage, maturation
T4	Mise en solution, trempe, maturation
T5	Pas de mise en solution, revenu
T7	Mise en solution, trempe, sur revenu
T8	Mise en solution, trempe, écrouissage, revenu
T9	Mise en solution, trempe, revenu, écrouissage

Les alliages à durcissement structurel utilisés surtout dans la production des profilés filés en alliages d'aluminium. Ainsi, La mise en forme à froid, qui correspond à l'état métallurgique de ces alliages en sortie de ligne de fabrication, est considérée comme relativement aisée à obtenir. La soudabilité de ces alliages est bonne mais nécessite l'apport de matière pour réaliser un assemblage avec des alliages d'aluminium de familles différentes. Ces alliages possèdent plusieurs propriétés générales intéressantes dont une bonne aptitude à la déformation à chaud par laminage et surtout par tréfilage, ce qui facilite leur mise en forme. Ces alliages présentent également une bonne résistance à la corrosion qui peut être améliorée par des traitements d'anodisation. Ils sont utilisés pour de nombreuses applications industrielles liées aux secteurs du transport, de l'électricité, de l'aéronautique et du bâtiment [4].

Les alliages à durcissement structurel sont performants aux basses températures mais leurs propriétés mécaniques peuvent diminuer lorsque la température atteint des valeurs de l'ordre de 200°C du fait de l'évolution de la microstructure.

Les fils unitaires, de ces alliages, sont obtenus par tréfilage ; une ou plusieurs étapes de tréfilage sont nécessaires pour obtenir des fils aux diamètres souhaités. Ainsi, ces fils peuvent être soumis à des traitements thermiques finals après leur mise en forme, ce qui influence les propriétés intrinsèques du matériau. La Figure I.1 présente ce procédé de mise en forme de façon générale.



Figure I.1: Procédé de mise en forme et recuit des fils d'aluminium.

I.1.3 Généralités sur les alliages de la série 6000

I.1.3.1 Introduction

Les alliages de la série 6000 (AlMgSi) font partie comme les alliages de la série 2000 (AlCu) et la série 7000 (AlZnMg) des alliages à durcissement structural ou trempants. Leur durcissement est obtenu par une suite de traitements thermiques : mise en solution solide, trempe puis revenu.

I.1.3.2 Le durcissement structural

I.1.3.2.1 Principe de base

Les principaux éléments d'alliage dans les alliages d'aluminium de la série 6000, sont le magnésium et le silicium qui se combinent pour former le composé Mg_2Si , durcissant dans l'état métastable. Après trempe ces alliages sont laissés mûris à température ambiante ou revenu à des températures élevées, ce qui leur confère de bonnes propriétés mécaniques [6]. Ces alliages ont de très bonnes aptitudes à la transformation à chaud (laminage, tréfilage) et au soudage. Leurs applications sont très variées : secteur automobile, électrique, naval et aéronautique [7].

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

- Une matrice en solution solide α de structure CFC contenant essentiellement de l'aluminium.
- Des précipités durcissants dont la morphologie et la distribution spatiale dépendent du traitement thermique subi par l'alliage.

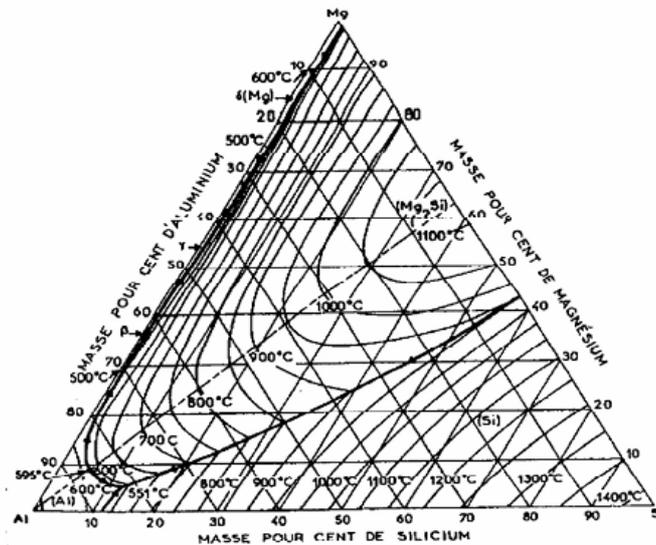


Figure I.2: diagramme d'équilibre ternaire des alliages Al-Mg-Si [7].

I.1.3. 2.2 Traitements thermiques de la série 6000

Le traitement thermique usuel subi par les alliages d'aluminium de la série 6000, est un traitement de durcissement structural. Ce traitement est réalisé après les traitements de réchauffage et de mise en forme.

- Le traitement d'homogénéisation a pour but de dissoudre les phases métalliques en excès et d'homogénéiser la composition de la solution solide.
- La mise en solution solide est réalisée à température élevée, entre 500 et 560°C, pendant un temps nécessaire, permet d'obtenir une solution solide sursaturée après la trempe.
- La trempe après la mise en solution. Cette étape consiste un refroidissement rapide et permet de maintenir la solution solide sursaturée obtenue précédemment, à température ambiante. L'alliage est alors dans un état métastable.

Plusieurs traitements peuvent suivre :

- Un vieillissement naturel ou une maturation qui consiste à laisser le métal ainsi obtenu à température ambiante. L'état métastable évolue vers une structure plus stable pendant laquelle des précipités peuvent se former.
- Un traitement thermique qui correspond à un refroidissement contrôlé après la mise en forme du matériau.
- Un revenu final permettant d'améliorer notablement les caractéristiques mécaniques de l'alliage. En effet, pendant cette étape un durcissement important est constaté. L'évolution de ce durcissement est représentée sur la figure I.3, avec un état optimal au maximum du pic. Les caractéristiques du pic sont essentiellement liées à la température de revenu et à l'état initial.

Séquences de la précipitation

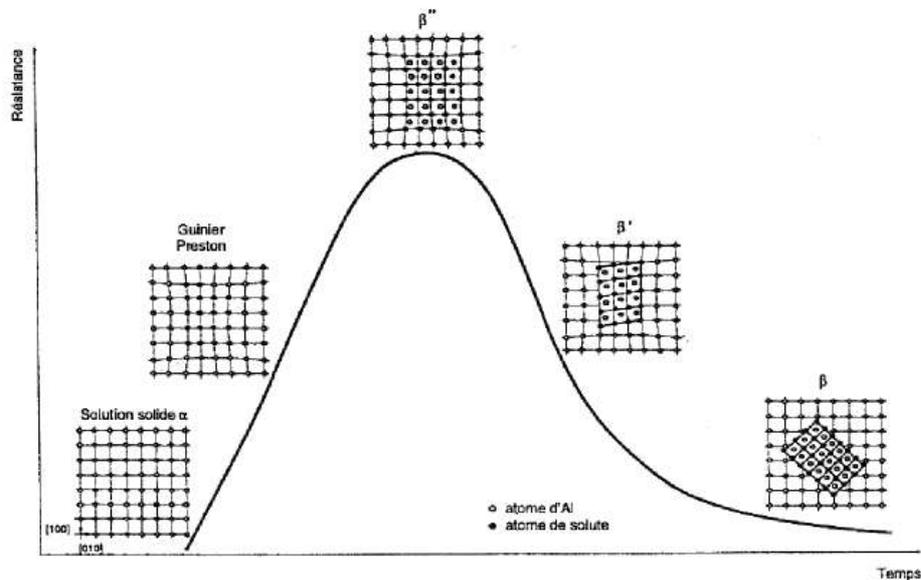


Figure I.3: Évolution de la résistance mécanique en fonction de la formation des précipités durcissants au cours d'un revenu pour la série 6000 [8].

I.1.3.3 Précipitation des alliages de la série 6000

Plusieurs éléments chimiques sont ajoutés pour améliorer les caractéristiques mécaniques comme le Si, le Mg et le Cu [9]. Les éléments comme le Zr, Mn et Zn sont ajoutés pour contrôler autres propriétés tel que la tenue à la corrosion [10].

L'addition de Mn et de Cr dans la plupart des alliages de la série 6000 permet d'augmenter leur limite élastique et de contrôler la taille de grain. L'addition de cuivre a le même effet sur ces alliages mais il peut réduire la résistance à la corrosion lorsqu'il est présent à plus de 0.5% [11].

La composition chimique moyenne d'un alliage de la série 6000 est donnée dans le tableau I.3:

Tableau I.3: Composition chimique moyenne de la série 6000.

Elément	Mg	Si	Fe	Cu	Mn	Cr	Ti
%	0.5-1.4	0.5-1.5	≤0.3	≤0.2	≤0.1	≤0.1	≤0.1

La dureté de l'alliage est donc associée à la formation de précipités durcissants, combinant les éléments chimiques présents dans l'alliage. Plusieurs séquences de précipitation sont proposées. La séquence générale de la formation des précipités de type β est donnée ci-dessous [12]:

Solution solide sursaturée α \rightarrow zones GP \rightarrow phase métastable β''

\rightarrow phase métastable β' \rightarrow phase stable β (Mg_2Si)

I.1.3.3.1 Les zones « Guinier-Preston »

Les zones de « Guinier-Preston » ou GP, correspondent à une mise en ordre d'atomes Si du fait de la sursaturation en éléments d'alliage [13]. Ces zones constituent des sites de germination des précipités β'' . Les zones GP sont cohérentes avec la matrice et de forme sphérique [14] ou aciculaire avec des aiguilles orientées selon les directions [100] de la matrice [15]. Elles sont dans un premier temps désordonnées puis s'organisent avec une alternance de couches d'atomes de Si entourées de deux couches de Mg [16].

I.1.3.3.2 La phase métastable β''

L'évolution des zones GP en forme d'aiguilles et correspondent, alors, aux phases β'' qui sont des précipités cohérents. Ces phases sont orientées selon les directions [100] de la matrice. Ces précipités métastables sont observables les rayons X [17-18] puis au microscope électronique à transmission (MET) [19]. D'après G. Thomas [20], leur longueur est comprise entre 200 et 1000 Å et leur diamètre est de l'ordre de 60 Å. Leur structure cristallographique reste assez complexe à déterminer. Ainsi, ces précipités sont décrits comme ayant une structure monoclinique avec pour paramètres de maille [21]:

- $a = c = 6,16 \text{ \AA}$; $b = 7,1 \text{ \AA}$ et $\beta = 82^\circ$
- $a = 3,0 \text{ \AA}$; $b = 3,3 \text{ \AA}$; $c = 4,0 \text{ \AA}$ et $\gamma = 71^\circ$

Plus récemment, K. Matsuda et al [22] ont montré que les précipités β'' sont monocliniques de paramètres $a = 7,7 \text{ \AA}$; $b = 6,7 \text{ \AA}$; $c = 2,03 \text{ \AA}$ et $\gamma = 75^\circ$.

La composition des précipités β'' diffère de celles des précipités $\beta\text{-Mg}_2\text{Si}$. Ces particules présentent un excès de Si conduisant à la formule stœchiométrique Mg_5Si_6 . Des travaux plus récents ont proposé une formule stœchiométrique différente, à savoir $\text{Al}_2\text{Mg}_5\text{Si}_4$ [23].

I.1.3.3.3 La phase métastable β'

La phase β' conserve la forme des zones GP et précipite sous forme d'aiguilles puis de bâtonnets selon les directions [100] de la matrice. Il s'agit de précipités semi cohérents [24]. Ce sont des composés de structure cristallographique hexagonale de paramètres $a = 7,05 \text{ \AA}$ et $c = 4,05 \text{ \AA}$. Ces observations ont été confirmées par micro-diffraction électronique [25].

I.1.3.3.4 La phase stable $\beta\text{-Mg}_2\text{Si}$

La phase $\beta\text{-Mg}_2\text{Si}$ précipite sous forme de bâtonnets dans le cas d'un refroidissement lent ou bien sous forme de plaquettes dans le cas d'un sur revenu. Ces précipités appartiennent au système cubique de paramètre de maille a de l'ordre de 0,635-0,640 nm [11]. Ces particules sont de composition massique suivante : 63,2% Mg et 36,8% Si.

I.1.3.3.5 Autres séquences de précipitation

Plusieurs recherches ont été effectuées sur les caractéristiques du durcissement par précipitation des alliages de la série 6000. Des auteurs considèrent que les zones GP sont des zones GP1 et les précipités β'' des zones GP2.

Des chercheurs ont montré, en utilisant une analyse calorimétrique différentielle (DSC), la formation d'autres précipités au cours du durcissement structural d'un alliage d'aluminium 6061, de composition massique 0,80 Mg - 0,79 Si - 0,22 Fe - 0,18 Cu - 0,01 Ti. Ces auteurs ont effectivement montré la présence de précipités de type B au sein de la matrice. Ils proposent ainsi une séquence de précipitation plus complète [26]:

Solution solide initiale \rightarrow clusters de Si et de Mg \rightarrow dissolution des clusters de Mg \rightarrow formations de clusters Mg/Si \rightarrow précipités β'' \rightarrow précipités β' \rightarrow précipités β -Mg₂Si

La structure cristallographique des précipités β' est hexagonale de paramètre $a = 10,5 \text{ \AA}$ avec un paramètre c non déterminé [27]. Ces observations sont à mettre en relation avec des travaux antérieurs qui décrivent les précipités β' comme hexagonaux de paramètres $a = 10,4 \text{ \AA}$ et $c = 4,05 \text{ \AA}$. Autres chercheurs ont confirmé la présence des précipités de type B dans un alliage de composition massique Al-1,0 Mg₂Si-0,4 Si, obtenu par addition de Si en excès, après un traitement de revenu de cet alliage [28]. Dans ces travaux, des précipités de type A et C ont été également observés, en plus des précipités de type B. La composition du précipité de type C n'a pas été précisée par les auteurs. Les précipités de type A et B contiennent les trois éléments Al-Mg-Si dans les proportions suivantes :

- type A \rightarrow Al : Mg : Si = 4 : 1 : 5
- type B \rightarrow Al : Mg : Si = 4 : 2 : 5

La Figure I.4 montre l'influence du temps de revenu sur la proportion des différents précipités. Les précipités de type C apparaissent de façon hétérogène en cas de survenu. Les précipités β' et ceux de type B précipitent au même stade de revenu mais les précipités β' se dissolvent plus rapidement. L'augmentation de la fréquence des précipités de type A est accompagnée de la dissolution des précipités métastables de type B. Ces séquences de précipitation supplémentaires semblent se produire en cas d'excès de silicium au sein du matériau.

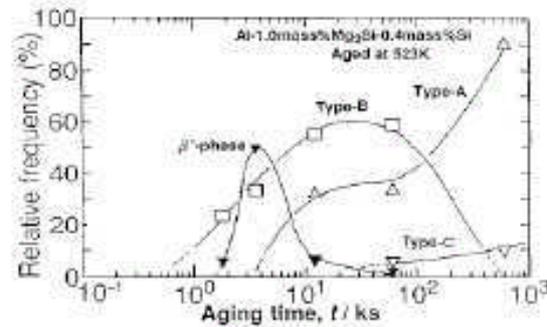
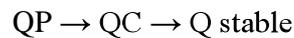


Figure I.4: Influence du revenu sur la proportion des différents précipités [26].

Cette séquence de précipitation est une fonction décroissante de la cohérence des précipités. En effet, les zones GP (ou amas de Mg et Si) sont cohérentes alors que les précipités β'' (monocliniques $a=1.52$ nm, $b=0.405$ nm, $c=0.67$ nm et $\beta=105^\circ$) sont semi-cohérents et les précipités β -Mg₂Si sont incohérents avec la matrice [29].

Certains auteurs [30-31] identifient une phase quaternaire (Al-Mg-Si-Cu) appelée Q (ou λ -Al₅Cu₂Mg₈Si₇) dont la composition varie selon la composition de l'alliage. Une séquence de précipitation de cette phase est, proposée par certains de ces auteurs, la suivante :



Les phases QC et β' ont des structures très proches (hexagonales : $a=0.67$ nm, $c=0.405$ nm et $a=0.705$ nm, $c=0.405$ nm) basées sur des structures mères QP constituées d'amas d'atomes de forme triangulaire sur lesquelles peuvent germer la phase QC. La différence entre ces deux structures, est par la présence en plus des atomes de Silicium, de Magnésium et de Cuivre dans leur composition chimique. Pendant le refroidissement, il faut noter que la transition de QP vers Q est lente, aussi, tous les précipités grossiers en forme de bâtonnets ne sont pas uniquement des phases de structure Q, mais un mélange avec la phase QC. Après le traitement thermique de mise en solution et pendant le revenu, la phase stable Q n'apparaît pas tout de suite, mais respecte le schéma de QP-QC-Q : il est supposé que la croissance des précipités les fait structurellement changer, la température critique de la transition étant une fonction croissante de la taille de précipités. Il y a donc plusieurs séquences de précipitation possibles dans les alliages de la série 6000 et pas seulement celle associée au Mg₂Si [32-33].

Les précipités de type β'/β'' font environ 5/20 nm de section en moyenne circulaire et entre 15 nm/200 nm de longueur ce qui leur donne l'apparence d'aiguilles ou de bâtonnets selon le temps

du traitement thermique subi. Les précipités de type β ressemblent le plus souvent à des plaquettes de 10 nm sur 100 nm. Les précipités de type Q/QC de forme ovoïde font environ 75 nm. Les précipités de type QP, ressemblent le plus souvent à des lattes et ont selon les temps de revenu des tailles différentes. Tous ces précipités sont observables au MET conventionnel [30].

I.1.3.4 Structure cristallographique des principales phases

Le tableau I.4 regroupe les structures des principales phases stables et métastables rencontrées dans les alliages Al-Mg-Si-Cu [34]:

Tableau I.4: Structure des principales phases dans les alliages Al-Mg-Si-Cu.

Phase	β''	β'	β	Q'	Q	θ
Structure	Monoclinique	Hexagonale	CFC	Hexagonale	Hexagonale	Tetragonale
Paramètres (nm)	a=1.52 b=0.405 c=0.67 $\alpha=105^\circ$	a=0.705 c=0.405	a=0.639	a=1.03 c=0.404	a=1.04 c=0.402	a=0.607 b=0.487

Les précipités β'' se présentent sous la forme d'aiguilles cohérentes, allongées selon les directions $\langle 100 \rangle$ de la matrice α .

Les phases β' sont des tiges allongées dans les directions $\langle 100 \rangle$ de la matrice α et le plan (0001) de β' est parallèle au plan (001) de α .

La phase β -Mg₂Si est sous forme de plaquettes selon les directions $\langle 100 \rangle$ de α . Ici, le plan (001) de β est parallèle au plan (100) de α [35].

La phase Q' se présente sous la forme de lattes selon les directions $\langle 100 \rangle$ de la matrice. Le plan (001) de la matrice est parallèle au plan (0001) de Q'.

Le plan (001) de θ est parallèle au plan (001) de la matrice d'aluminium.

I.1.3.4.1 Influence de la précipitation sur le comportement mécanique

La faible précipitation dans les alliages d'aluminium de la série 6000 a une influence limitée sur le comportement linéaire élastique du matériau. Cependant, la valeur de la limite d'élasticité dépend de la présence de ces précipités durcissants puisqu'ils constituent des obstacles au mouvement des dislocations.

Dans les alliages 6000, la microstructure et la précipitation influencent directement le déplacement des dislocations (contrainte d'écoulement) et ensuite la capacité d'écrouissage. Selon la nature des obstacles à franchir : la nature de la solution solide qu'est la matrice, les dislocations générées par l'écrouissage, les contraintes résiduelles, les joints de grains et les précipités, les mécanismes seront différents. Par exemple, deux mécanismes de durcissement structural peuvent intervenir dans le cas des précipités [36]:

- le franchissement de l'obstacle par cisaillement, qui concerne en général les précipités cohérents ou semi-cohérents avec la matrice et de petite taille
- le contournement de l'obstacle par le mécanisme d'Orowan, qui concerne les précipités incohérents ou de taille élevée.

Le durcissement structural permet d'obtenir une limite d'élasticité élevée ; le sur-revenu augmente la capacité de déformation de l'alliage pour obtenir un bon niveau de ténacité. Toutefois, la présence de ces précipités, en plus des dispersoïdes au Manganèse, introduit des sites potentiels de germinations de cavités en rupture ductile, qui seront retrouvés lors des examens fractographiques des éprouvettes.

Plusieurs auteurs ont montré que les précipités les plus favorables au durcissement structural sont les composés cohérents β'' [37-38]. En effet, le pic de dureté est obtenu lors de la précipitation de ces précipités. Les précipités formés après les phases β'' sont des agents durcissants moins efficaces.

Des travaux ont porté sur l'influence de la durée des revenus sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages de la série 6000. Suite à une mise en solution à 530°C pendant 1,5 heure et une trempe à l'eau, des traitements de revenu ont été effectués à 175°C et à 200°C pendant différentes durées sur l'alliage 6061 [26]. Des mesures de dureté montrent que les propriétés mécaniques de cet alliage d'aluminium augmentent rapidement. Par contre, un

phénomène de sur revenu est visible après 1 heure de revenu à 200°C, entraînant une perte de la tenue mécanique. Ce pic de dureté est atteint pour 8 heures de revenu à 175°C. Afin d'expliquer ce phénomène, différentes analyses ont été réalisées. Les observations réalisées au microscope électronique à transmission ont montré que le pic de dureté correspondait à la précipitation des phases β'' et que le sur-revenu était dû à la précipitation des composés B'.

A.K. Gupta et al. ont mis en évidence des résultats identiques pour un alliage Al-Mg-Si-Fe (système similaire à l'alliage 6101) auquel ils ont fait subir différents traitements thermiques [27]. Les courbes de la Figure I.5 correspondent ainsi aux traitements suivants :

- a = mise en solution et revenu à 180°C
- b = mise en solution et revenu à 200°C
- c = état thermique T4 puis revenu à 180°C

Pour cet alliage, le phénomène de sur-revenu intervient pour des durées de traitement plus courtes à 200°C (durée comprise entre 0,5 heure et 1 heure) qu'à 180°C (9 heures).

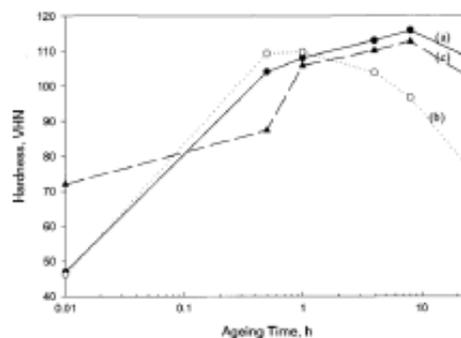


Figure I.5 : Dureté Vickers de l'alliage Al - 0,4% Mg- 1,3% Si - 0,25% Fe pour différentes conditions de revenu [27].

Ces auteurs, ont également étudié l'influence de la variation du ratio Mg : Si, pour un taux fixe en Fe, sur la composition des alliages Al-Mg-Si et sur l'influence de la durée des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques de ces matériaux [38]. Ils ont considéré dans un premier temps des échantillons sans excès de Si mais avec un taux de β -Mg₂Si variant de 0,63 à 1,26 %. Suite à une mise en solution solide à 560°C et à un laminage à chaud puis à froid, l'ensemble des échantillons considérés a subi le traitement thermique T4. Des essais de traction ont été réalisés suite à un revenu supplémentaire à 180°C de différentes durées (Figure I.6). Une augmentation de

la tenue mécanique est observée après 1 h de traitement et le maximum de la limite d'élasticité est obtenu après 24 h de revenu, ce qui correspond à l'état thermique T6. L'augmentation de la teneur en agents durcissants augmente les propriétés mécaniques du matériau.

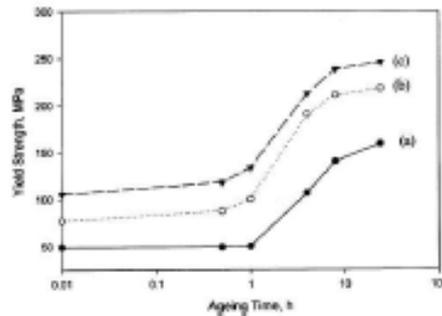


Figure I.6: Influence de la teneur en Mg_2Si et de la durée du revenu sur la tenue mécanique des alliages Al-Mg-Si-Fe sans excès de Si (% Mg_2Si : a = 0,63 %, b = 0,95 %, c = 1,26%) [38].

La Figure I.7 montre que l'excès en silicium dans cette famille d'alliages améliore leurs propriétés mécaniques. Ce phénomène est dû par l'accélération des cinétiques de précipitation et aussi par une homogénéisation de la distribution des précipités durcissants β'' . Cependant, l'excès de silicium réduit la stabilité du pic de résistance mécanique entraînant plus rapidement un effet de sur-revenu, qui peut être retardé par l'ajout de magnésium dans l'alliage [38]. Ces résultats montrent ainsi l'influence du traitement de revenu sur les propriétés mécaniques.

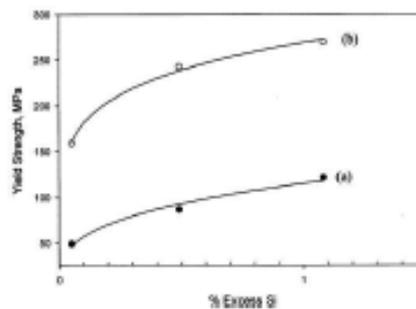


Figure I.7: Influence du traitement thermique et de la teneur en excès de silicium sur la tenue mécanique d'un alliage de la série 6000 [38].

L'introduction d'éléments d'alliage dans l'aluminium, pour des compositions correspondant à celles des nuances de la famille 6000, conduit à la précipitation de diverses phases pouvant modifier les propriétés mécaniques du matériau.

I.1.4 Effet des éléments d'alliage

Les dernières recherches sur les alliages industriels de l'aluminium, portent essentiellement sur l'effet des éléments d'addition, sur les caractéristiques microstructurales, mécaniques et électriques. Cependant, les éléments d'addition prennent l'effet en générale par les traitements thermiques appropriés. La mise en solution par exemple, permet de dissoudre des composés qui peuvent être néfastes pour les propriétés mécaniques, tels que $Al_5Cu_2Mg_8Si_6$, tandis que le traitement de revenu permet la formation d'autres composés tels que Mg_2Si qui sont considérés comme phase renforçantes pour les alliages de la série 6000, sachant qu'ils contribuent de manière significative à l'amélioration de leurs propriétés mécaniques [39].

I.1.4.1 Magnésium

Le magnésium est un élément très important pour le développement de la résistance et de la dureté lors des traitements thermiques des alliages Al-Si. Il est utilisé généralement dans des alliages plus complexes qui contiennent en outre du cuivre, du nickel et d'autres éléments dont le but est également de durcir l'alliage. La formation de la phase durcissante Mg_2Si montre une solubilité limite de 0.70 % de magnésium, au-delà de cette limite il n'y a pas davantage de durcissement et il peut même survenir un adoucissement de l'alliage.

En effet, il permet le durcissement structural, lorsqu'il est ajouté en faible quantité (0.2 à 0.6) aux alliages Al-Si, où une petite partie seulement va dans la matrice d'aluminium ou dans d'autres composés [40].

Les alliages Al-Si contenant du Mg ont besoin des traitements thermiques pour observer l'effet de ce dernier. Ce la est prévisible puisque le magnésium agit principalement lors de la précipitation en solution solide [41]. Les alliages contenant du magnésium subissent une augmentation importante de leur dureté avec le traitement de revenu.

Les alliages binaires Al-Mg sont essentiellement utilisés dans des applications qui exigent une bonne finition de surface, une bonne résistance à la corrosion et une combinaison intéressante de résistance et de ductilité. La composition de magnésium de ces derniers varie généralement de 4 à 10 %, et les compositions contenant plus de 7 % de magnésium peuvent subir un traitement thermique. L'instabilité ainsi que les caractéristiques de vieillissement à la température de la pièce de ces alliages font en sorte qu'on doit leur faire subir un traitement thermique.

I.1.4.2 Silicium

L'ajout du silicium dans les alliages d'aluminium est pour l'effet essentiel de l'amélioration des caractéristiques de mise en forme. L'addition du silicium à l'aluminium pur augmente de beaucoup la fluidité, la résistance au craquage à chaud et les caractéristiques de l'écoulement du métal liquide.

Les effets des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques des alliages Al-Si-Mg sont intimement liés aux teneurs en silicium et en magnésium. L'augmentation de la concentration en silicium a pour effet de réduire la ductilité [40].

I.1.4.3 Cuivre

Les alliages d'aluminium largement utilisés sont ceux contenant de 4 à 10 % de cuivre. Le cuivre améliore sensiblement la résistance et la dureté des alliages après l'opération de mise en forme et le traitement thermique. De plus il permet le durcissement structural, grâce à la formation de composés tels que Al_2MgCu .

L'effet du cuivre sur l'aluminium est substantiel, cela étant attribuable à la différence plutôt importante entre les paramètres du réseau cristallin des atomes constituant du cuivre et ceux de l'aluminium. Les interactions élastiques qui existent entre les atomes de soluté et les dislocations rendent plus difficile le glissement de ces dernières, au de-là des atomes de soluté. De plus, l'énergie des défauts d'empilement de la matrice est réduite par la présence du cuivre, rendant ainsi le glissement latéral plus difficile [42].

Les alliages contenant de 4 à 6 % de cuivre, sont ceux qui répondent le plus fortement aux traitements thermiques. Le cuivre réduit généralement la résistance à la corrosion [39].

I.1.4.4 Fer

La présence du fer dans les alliages d'aluminium, est généralement considéré comme élément nuisible, car il entraîne la formation de combinaison intermétalliques, qui affectent les caractéristiques mécaniques, en effet l'addition du fer à l'aluminium forme des composées intermétallique tels que Al_3Fe ainsi que d'autre composées, se formant avec d'autres éléments comme le Si, le Cu et le Mn, dont l'effet est de diminuer les allongements à la rupture, ainsi, pour les alliages industriels à hautes résistance mécanique, la teneur en fer est limité à 0.15 %. Par

ailleurs, la présence de fer dans les alliages industriels Al-Si, mène à une plus grande précipitation des plaquettes β -Al₅FeSi et α -Al₅(MnFe)₃Si₂ dans la matrice ; ces composés intermétalliques agissent en tant qu'emplacements de déclenchement de fissures et réduisent les propriétés d'impact considérablement [43].

I.1.4.5 Nickel

L'addition de Ni jusqu'à 1.41%, mène à améliorer la dureté des alliages d'aluminium. Cependant avec autre types de traitements thermiques, la présence de Ni peut conduire à une diminution de la dureté des ces derniers, sachant que le Ni peut se combiner avec le cuivre pour former des composés intermétalliques complexes, apparaissant sous forme de script chinois, responsables de cette réduction de la dureté. Ainsi, ce processus réduit la quantité de Cu disponible pour former les composés CuAl₂, connus pour leur contribution dans l'augmentation de la dureté [38].

I.1.4.6 Zinc

Le zinc peut être ajouté soit seul, soit en combinaison avec le Ni, Une amélioration de la dureté est observée dans les deux cas [38]. De plus, l'amélioration de la dureté est plus prononcée, avec l'addition du zinc, dans les alliages Al-Si contenant des quantités suffisamment importantes (>0.4%) de Mg, suite à la formation des précipités Mg₃Zn₃Al₂ ou encore Cu₃ZnAl₃ pour les alliages contenant des quantités de cuivre [40]. Par ailleurs, bien que le rôle de Zn ne soit pas très clair dans les alliages de fonderie Al-Si, il est bien établi qu'il contribue à l'amélioration de l'usinabilité de ces alliages [44].

I.1.4.7 Manganèse

Il est à noter que l'ajout du manganèse aux alliages industriels Al-Si en concentration variables (0.2 à 1%), permet de former des constituants intermétalliques tel que Al₅(FeMn)₃Si₂, sous forme d'écriture chinoise, moins nocifs aux allongement à la rupture. Ces composés peuvent se précipiter en trois morphologies différentes :

- en écriture chinoise, moins nuisible aux propriétés mécaniques
- en phase β , soit en forme d'aiguilles ou en plaquettes
- en phase polygonale ou en forme d'étoile [40].

I.1.4.8 Effet des éléments d'alliages sur la nuance 6101

L'alliage d'aluminium 6101 appartient au système Al-Mg-Si-Fe dont la composition chimique est référencée par la norme EN 573 (% massique ; Al : base ; Mg : 0,35-0,8 ; Si : 0,3-0,7 ; Fe : 0,5 ; Cu : 0,1) [45]. C'est la nuance représentative des applications électriques de la série 6000. Cet alliage est utilisé dans plusieurs pays du monde en tant que conducteur pour les lignes moyenne et haute tension en tant que substituant du cuivre et de ses alliages. Cette nuance d'aluminium est normée sous le nom d'Almelec.

L'addition des éléments d'alliage que sont Mg, Si engendre la présence de précipités au sein de la matrice d'aluminium. L'addition de fer dans l'alliage se traduit par une diminution de la teneur en précipités grossiers Mg_2Si et conduit à la formation de précipités riches en Mg, Si et Fe. En effet, différents intermétalliques appartenant au système quaternaire Al-Mg-Si-Fe ou ternaire Al-Fe-Si peuvent se former au cours des traitements thermomécaniques subis par le matériau au cours du procédé de mise en forme. Ceci s'explique par la faible solubilité du fer dans l'aluminium qui favorise la précipitation de phases ternaires ou quaternaires. Ces phases contenant du fer sont en équilibre avec les agents durcissants et les précipités grossiers Mg_2Si . L'ensemble de ces composés riches en fer appartenant aux systèmes Al-Fe, Al-Fe-Si et Al-Mg-Si-Fe [24]:

- Al_3Fe
- $\alpha-Al_8Fe_2Si$ (hexagonal de paramètres $a = 12,3 \text{ \AA}$ et $c = 26,3 \text{ \AA}$)
- $\beta-Al_5FeSi$ (monoclinique de paramètres $a = b = 6,12 \text{ \AA}$ et $c = 41,5 \text{ \AA}$, $\beta = 91^\circ$)
- $\pi-Al_8FeMgSi_6$ (hexagonal de paramètres $a = 6,63 \text{ \AA}$ et $c = 7,94 \text{ \AA}$)

Les fractions volumiques de l'ensemble des précipités présents dans la matrice dépendent de la teneur en éléments d'alliage dans le matériau. Le Tableau I.5, présente les valeurs maximales théoriques des fractions volumiques des composés contenant du fer dans un alliage appartenant au système Al-Mg-Si-Fe. Il s'agit de valeurs théoriques obtenues pour des teneurs fixes en magnésium et silicium, mais non précisées. Ces proportions en magnésium et en silicium sont à considérer pour évaluer les proportions réelles des phases riches en fer dans la microstructure de l'alliage d'aluminium 6101. Par exemple, à fort ratio Fe : Si, le précipité Al_3Fe est majoritaire.

A l'inverse, pour un fort ratio Si : Fe, la phase quaternaire π est prépondérante. Dans la majorité des cas, les phases α et β sont présentes [24].

Tableau I.5: Fractions volumiques maximales des phases contenant du Fe dans les alliages de la série 6000 [24].

Pourcentage massique de Fe	Fractions volumiques des phases			
	Al_3Fe	$\alpha\text{-AlFeSi}$	$\beta\text{-AlFeSi}$	$\pi\text{-AlFeMgSi}$
0.1	0.19	0.23	0.31	0.88
0.2	0.38	0.46	0.63	1.76
0.3	0.56	0.69	0.94	2.64
0.4	0.75	0.91	1.25	3.51
0.5	0.94	1.14	1.57	4.39
1.0	1.88	2.29	3.13	8.78

Ainsi, une étude de la microstructure d'un alliage, de composition massique 0,86% Mg, 1,61% Si et 0,072% Fe équivalent à une composition de 1,35% Mg_2Si , 1,17% Si et 0,072% Fe, a confirmé la possibilité d'observer les différentes phases listées précédemment [37].

I.1.5 La porosité dans les alliages d'aluminium

L'origine des porosités dans les alliages d'aluminium est la perte de tenue mécanique et d'amorçage de fissures, c'est donc un problème important. Les moyens de la réduire sont:

- la coulée sous vide, très efficace mais trop chère;
- le traitement au chlore, efficace mais polluant;
- le bullage d'azote, efficace, peu polluant et peu coûteux [46].

I.1.5.1 Pore du à l'hydrogène et retrait de solidification

Les pores peuvent se former selon deux procédés qui sont souvent combinés [47] :

- l'hydrogène : l'aluminium liquide réagit avec l'humidité de l'air :



L'hydrogène gazeux obtenu est en partie dissous dans l'aluminium liquide sous forme atomique. Lors de la solidification, l'hydrogène devient beaucoup moins soluble, il se recombine et est rejeté de la phase solide vers la phase liquide qui s'enrichit en gaz et forme des bulles qui seront emprisonnées dans le solide. Sur une coupe, on obtient des trous plus petits mais très nombreux, quasi-sphériques, répartis de façon homogène et appelés piqures.

- le retrait de solidification : lors de la solidification, l'aluminium se rétracte mais le silicium se dilate, se qui conduit à un retrait théorique de 0 à 2% (au lieu de 5.6 en l'absence de silicium) provoquant un réseau de cavités qui, lors d'une coupe, forment des groupes de trous non sphériques et de tailles variées (figures I.8 (a) et (b)). Ce ci est en partie évité en fonderie par le système de cheminée de coulée appelées masselottes qui se solidifient en dernier et permettent d'alimenter la pièce en métal liquide jusqu'à solidification totale.

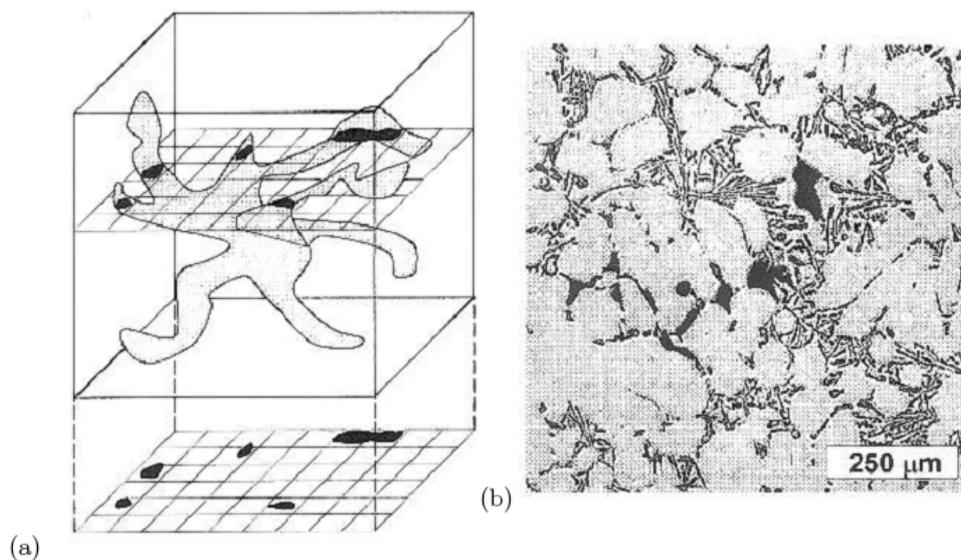


Figure I.8: (a) Schéma 3D d'un retrait de solidification et sa projection 2D, (b) Micrographie Optique d'un retrait de solidification [47].

I.1.5.2 Les Porosité dans les alliages 6000

Plusieurs chercheurs [24] ont observé que la quantité de porosité et la distribution de la taille des pores dans la microstructure augmentent avec l'augmentation de la teneur en Fe. Ce comportement est principalement associé à la quantité accrue de phase β qui sert de sites efficaces de nucléation des pores. De plus, la phase β bloque physiquement l'alimentation en métal pendant la solidification, favorisant la porosité de retrait. Par conséquent, la longueur moyenne de la phase β joue un rôle important dans la formation de ce type de porosité, en particulier dans les alliages solidifiés à des vitesses de refroidissement plus lentes et / ou à forte teneur en Fe.

Il existe un contenu critique en Fe dans les alliages d'aluminium qui donne la porosité minimale au lieu de la teneur en Fe la plus basse, comme prévu. Cela s'explique par la séquence de solidification des phases eutectiques dans le coin Al riche de diagramme de phase ternaire Al-Si-Fe, où à la teneur critique en Fe, les formes eutectiques ternaires directement après les dendrites en aluminium comme suit;

- $< \text{Fe critical} : \text{Al} \rightarrow \text{Al} - \text{Si} \rightarrow \text{Al} - \text{Si} - \text{Al}_3\text{FeSi}$
- $= \text{Fe critical} : \text{Al} \rightarrow \text{Al} - \text{Si} - \text{Al}_3\text{FeSi}$
- $> \text{Fe critical} : \text{Al} \rightarrow \text{Al} - \text{Al}_3\text{FeSi} \rightarrow \text{Al} - \text{Si} - \text{Al}_3\text{FeSi}$

La théorie proposée semble dépendre de la chimie de l'alliage et du taux de refroidissement, car une relation similaire ne tient pas pour d'autres alliages tels que Al-9Si-3Cu et Al-7Si-0.3Mg. Pour ces alliages, la porosité globale augmente continuellement avec le contenu en Fe [45].

I.1.6 Neutralisation des porosités

Tout traitement qui inhibe la morphologie des plaquettes ou encourage les morphologies de script compactes des intermétalliques riches en Fe pour améliorer les propriétés mécaniques est considéré comme la neutralisation des porosités. La modification chimique est largement utilisée dans l'industrie car les ajouts sont faciles à réaliser et peu coûteux [35].

I.1.7 Corrosion des alliages de la série 6000

Bien que présentant globalement une bonne tenue à la corrosion, Il peut attribuer aux alliages Al-Mg-Si le comportement électrochimique de la corrosion intergranulaire. Cette forme de corrosion correspond à une attaque préférentielle des joints de grains qui se définissent par leur propre structure et composition chimique. Elle peut se produire en présence ou non de précipités intergranulaires, et son mécanisme se base sur la différence de potentiel entre le joint de grains et la matrice (création d'une micro-pile électrochimique).

Du point de vue des propriétés électrochimiques bénéfiques il peut être retenu d'une manière générale que les éléments : Cr, Mg, Mn apportent un effet bénéfique, tandis que les éléments: Cu, Fe, Ni, Sn, Pb sont néfastes. Si, Ti, Zn, Zr sont sans effet.

Ce type de corrosion est critique pour les structures car elle peut mener à une décohésion locale du matériau.

Partie 2 : Alliage industriel utilisé par l'ENICAB (Almelec)

I.2.1 Introduction

L'aluminium et ses alliages sont largement employés comme conducteurs dans les lignes de transport et de distribution. Deux types de nuances sont très importants :

- l'aluminium pur qui contient au minimum 99,7 % d'aluminium.
- les alliages de la série 6000 (Al-Mg-Si) spécialement la nuance 6101, qui possèdent des bonnes caractéristiques mécaniques avec une bonne conductivité électrique.

L'aluminium pur est en général utilisé dans les câbles isolés et les lignes aériennes aluminium-acier. Lorsque la ligne aérienne soumise à de fortes contraintes mécaniques on utilise un conducteur homogène des alliages 6101[48].

Par contre, si un conducteur est soumis à de fortes contraintes mécaniques, il est préférable d'utiliser un alliage de la famille 6000. Les principales caractéristiques demandées aux conducteurs aluminium selon la norme CEI 60104 type A, sont rappelées tableau I.6 [49].

Tableau I.6: Caractéristiques demandées aux conducteurs aluminium [47].

Types de conducteurs	Caractéristiques demandées	Type d'alliage	Charge de rupture (MPa)	Résistivité ($\mu\Omega.cm$)
ACSR	Conductivité	1370	90 - 180	2.8264
AAAC	Compromis charge de rupture et conductivité	6101	325	3.284
Aluminium pur	Conductivité	1370	90 - 180	2.8264

I.2.2 Câbles électriques en aluminium

La fabrication industrielle des fils en aluminium ou en alliage d'aluminium commence par la coulée en continu de fil machine de 9,5 mm de diamètre représentée figure I.9 puis une opération de tréfilage jusqu'au diamètre souhaité et terminée par un traitement de revenu.

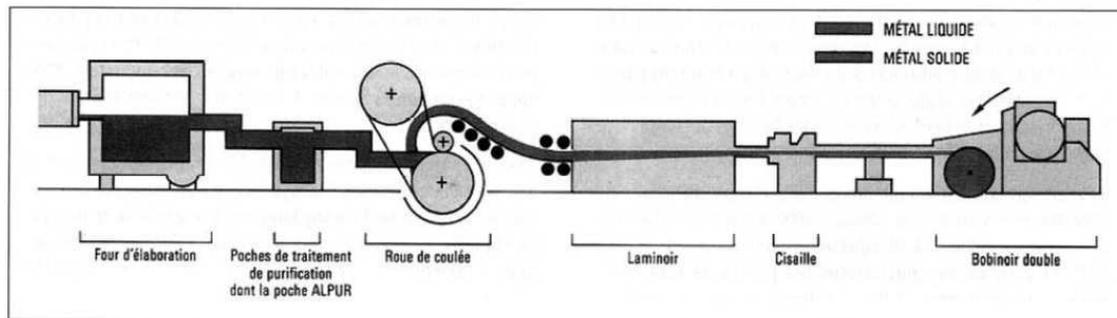


Figure I.9: La coulée en continu de fil machine.

I.2.2.1 Câble électrique en aluminium pur

L'aluminium utilisé dans la fabrication des conducteurs électriques est de la nuance 1370, les deux derniers chiffres indiquent la teneur maximale en impuretés. Ce type contient au moins 99,70 % d'aluminium. La conductivité électrique de l'aluminium dépend principalement des teneurs en impuretés, qui ont un effet fort sur la conductivité électrique, sont limités à des teneurs très basses. Cette nuance a un besoin d'un contrôle spécial de ces impuretés pour les applications électriques.

Les impuretés telles que le fer, le silicium et d'autres éléments ont un effet sur les propriétés mécaniques du fil machine, comme la charge à la rupture. On peut obtenir un durcissement supplémentaire en abaissant la température de laminage de façon à accroître la prise d'érouissage à cette étape de la gamme de fabrication. De la sorte, la charge à la rupture du fil peut être augmentée de 70 MPa à 120 MPa. L'érouissage au cours de tréfilage contribue de façon importante à la résistance mécanique des fils. La ductilité et la conductivité électrique baissent pendant le tréfilage. Il est possible d'appliquer des traitements thermiques pour améliorer l'allongement et la conductivité électrique du matériau [50].

I.2.2.2 Câble électrique en alliage d'aluminium

L'appellation commerciale de ces alliages d'aluminium, utilisés pour les conducteurs de lignes aériennes est « almelec ». Ils contiennent des faibles additions de magnésium et de silicium afin d'améliorer certaines propriétés mécaniques.

L'addition de ces éléments d'alliages permet d'avoir un bon compromis entre les caractéristiques électriques et mécaniques aux utilisations envisagées. Le but final c'est d'augmenter la résistance mécanique et diminuer la résistivité électrique [51].

Les lignes aériennes de haute tension sont construites avec l'alliage de type 6101 (selon la norme EN 50183) qui a une charge à la rupture en traction de 320 MPa et une résistivité électrique de $3,26 \cdot 10^{-8} \Omega \cdot m$, bien que notablement supérieure à celle de l'aluminium. La contrainte à la rupture permet de réaliser des câbles homogènes constitués uniquement de fils en almelec, pouvant supporter, en plaine, des surcharges légères de givre [49].



Figure I.10: Conducteur aérien en almelec.

Tableau I.7: Caractéristiques comparées des matériaux utilisés [52].

Caractéristiques	Cuivre	Almelec	Aluminium	Acier
Résistivité à 20°C ($10^{-8} \Omega \cdot m$)	1.72	3.26	2.82	~ 15
Masse volumique ($Kg \cdot m^{-3}$)	8890	2700	2700	7800
Charge à la rupture (MPa)	380 à 450	320 à 380	150 à 190	1410 à 1450
Module d'élasticité (MPa)	105000	60000	60000	185000
Coefficient de dilation ($10^{-6} K^{-1}$)	17	23	23	11.5

Tableau I.8 : Caractéristiques des câbles en alliage d'aluminium 6101 [49].

désignation	Section (mm ²)	composition		Diamètre extérieur (mm)	Charge de rupture assignée (daN)	Résistance électrique linéique à 20 °C	Masse linéique sans graisse (kg/km)
		Nombre de fil	Diamètre de fil				
Aster 34.4	34.36	7	2.5	7.5	1175	0.958	94
Aster 54.6	54.55	7	3.15	9.45	1175	0.603	149
Aster 75.5	75.54	19	2.25	11.25	2455	0.438	208
Aster 148	148.01	19	3.15	15.75	4810	0.224	407
Aster 228	227.83	37	2.8	19.6	7405	0.146	627
Aster 288	288.34	37	3.15	22.05	9370	0.115	794
Aster 366	366.22	37	3.55	24.85	11535	0.0905	1009
Aster 570	570.22	61	3.45	31.05	18530	0.0583	1574
Aster 1144	1143.51	91	4.0	44	36020	0.0292	3164
Aster 1600	1595.93	127	4.0	52	50270	0.0206	4425

I.2.3 Amélioration de la conductivité des alliages d'aluminium

Les nouvelles recherches aux cours des dernières années tendent vers l'optimisation et la réduction des coûts des fabrications le maximum possible. Dans cette nouvelle configuration caractérisée par plusieurs facteurs, parfois divergents (concurrence croissante entre les entreprises ouverture des marchés et contraintes environnementales grandissantes qui rendent difficiles l'obtention de nouveaux couloirs de passage, décroissance des investissements) les producteurs d'électricité s'orientent vers l'optimisation des réseaux et l'accroissement de la capacité de transport des lignes existantes.

Les solutions qui ont été développées et proposées pour accroître la conductivité électrique dans les conducteurs avec un minimum d'impact sur l'environnement en particulier. Ces développements ont suivi trois directions : l'amélioration de la conductivité des alliages

d'aluminium, une nouvelle forme des brins pour obtenir un conducteur plus compact et l'augmentation de la température d'utilisation des conducteurs.

I.2.3.1 Câble en almélec à conductivité améliorée

La spécification de la norme EN 5083 relative aux brins conducteurs en almélec de diamètre 3,5 mm est la suivante : R_m moy min : 342 MPa et Résistivité moy max : 3,26 $\rho \cdot \text{cm}^2$. Les nouvelles recherches ont souhaité augmenter la capacité de transport de ses conducteurs en alliage d'aluminium en conservant le même diamètre des conducteurs. L'objectif était le suivant : R_m moy min : 265 MPa et Résistivité moy max : 2,98 $\rho \cdot \text{cm}^2$.

Un traitement thermique sur fil machine avant le tréfilage permet de fiabiliser le niveau des propriétés, le pourcentage des impuretés telles que Fe, Ti, Cr, V, Mn doivent être limitées afin baisser la résistivité électrique.

Les résultats suivants ont été obtenus : R_m moy min : 280 MPa et Résistivité moy max : 2,928 $\rho \cdot \text{cm}^2$.

I.2.3.2 Ames conductrice à forme Aero-Z

Des conducteurs à une nouvelle forme des brins " Aero-Z " (figure I.11) de Nexans /Câbleries de Dour, ont été largement utilisés sur le réseau du transport de l'électricité belge. Compte tenu de l'expérience acquise où ils sont retenus dans ce projet.

L'objectif était d'obtenir un gain minimum de 10 % en capacité de transit en régime permanent par rapport à un Aster 570. Cet objectif a été atteint et le gain est même supérieur à 10 % dans le cas du remplacement d'un conducteur aluminium-acier.



Figure I.11: Conducteur à forme Aéro Z.

I.2.3.3 Conducteurs résistants de haute température

Les conducteurs à hautes températures de type TACSR ont été à l'origine développés au Japon dans le but d'accroître la capacité de transit des lignes existantes. Les conducteurs TACSR utilisent un alliage aluminium- zirconium qui peut supporter des températures plus élevées que l'aluminium pur sans perte de caractéristiques mécaniques. TAI est le nom employé pour l'alliage standard et les variantes sont désignées à l'aide d'un préfixe, par exemple ZT AI. Les caractéristiques de quelques alliages TAI sont indiquées tableau I.9 [54].

Tableau I.9 : Caractéristiques des alliages [54].

Alliage	Charge de rupture (MPa)	Conductivité (%IACS)	Température maximum d'utilisation (°C)
1370	160	61	90
TAI	160	60	150
XTAI	160	58	230

La teneur des éléments d'addition tels que le zirconium et l'yttrium font la différence de ces alliages. Le zirconium est un élément d'addition à basse solubilité et bas taux de diffusion qui réduit l'effet d'adoucissement aux températures élevées, et forme de petits précipités qui résistent des températures élevées jusqu'à 300°C. La stabilité des caractéristiques mécaniques est améliorée par ces précipités.

I.2.4 Caractéristiques des câbles de la série 6000

1. La résistance à la rupture plus élevée que celle de l'aluminium écroui, et plus léger que les câbles aluminium-acier. Cet avantage est particulièrement important pour les lignes très sinueuses car les efforts appliqués aux pylônes d'angle sont plus faibles [55].
2. La forte dureté superficielle des fils d'aluméc, environ le double par rapport à celle des fils d'aluminium. Il résiste aux chocs et blessures pendant le déroulage.
3. La bonne résistance à la corrosion atmosphérique pour les câbles en alliage 6000, ce qui conduit à un bon comportement des conducteurs [56].

I.2.5 Caractéristiques des câbles en alliage 6101

La caractéristique la plus importante de l'alliage 6101 est la résistance mécanique supérieure à celle de l'aluminium de la série 1000, avec une conductivité électrique inférieure seulement de 10 à 15% [57].

La combinaison des traitements thermiques après les procédés de mise en forme appliqués à cet alliage, influe fortement sur les propriétés mécaniques et électriques de ce matériau [58]. Dans le cadre de ce travail, le produit élémentaire étudié sont des fils tréfilés qui sont obtenus par tréfilage à partir d'une ébauche de 9,5 mm de diamètre. Le Tableau I.10 présente les propriétés de l'alliage 6101 dans différents état métallurgique après l'obtention du fil machine de la coulée en continue [59].

Tableau I.10 : Propriétés de l'alliage 6101 dans différents états métallurgiques [59].

Etat métallurgique	Résistance à la rupture (MPa)	Allongement à la rupture (%)	Conductivité (%IACS)
T1	190	17	52.6
T4	210	20	52.6

Le fil fini en alliage d'aluminium 6101, est obtenu suite au tréfilage de l'ébauche qui introduit un fort écrouissage sur le matériau, l'opération du tréfilage peut être réalisée en une ou plusieurs étapes. Après l'étape de tréfilage, un revenu réalisé à une température entre 155 et 190°C est appliqué au fil [60]. On peut dire que, l'état métallurgique initial du fil machine influe sur les propriétés mécaniques et électriques finales des fils tréfilés.

La Figure I.12 montre l'influence de traitement et de la durée du revenu sur les propriétés mécanique et la résistivité électrique d'un fil en alliage 6101 tréfilé à partir d'une ébauche de diamètre 9,5 mm. Les résultats obtenus montrent une forte variation des propriétés du fil tréfilé et revenu selon la température et la durée du revenu [61].

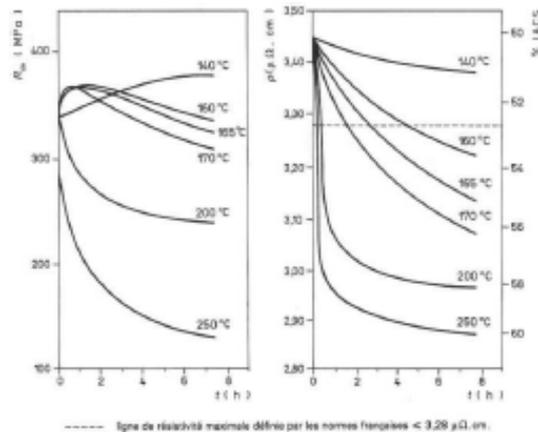


Figure I.12 : Influence du traitement de revenu sur les propriétés des fils en 6101 [61].

Enfin, il faut signaler que la déformation plastique appliquée sur le matériau au cours du procédé du tréfilage, influence fortement la microstructure finale de la matière à cause de l'effet très important de l'écrouissage. On note que les précipités se retrouvent allongés dans le sens de tréfilage.

I.2.6 Conclusion

Avant de clôturer ce chapitre, on peut dire que les microstructures des alliages à durcissement structural tel que le système Al-Mg-Si, sont complexes et différents. Elles dépendent fortement de la composition chimique des alliages, du procédé de mise en forme et des traitements thermique imposés. Au contraire des microstructures relativement plus simples des alliages à durcissement par écrouissage [62]. Ainsi, des observations au microscope optique et électronique à balayage et autres méthodes de caractérisation de la microstructure, peuvent être nécessaires pour mieux comprendre l'évolution de cette dernière.

CHAPITRE II
Déformation et Texture
de Tréfilage

Partie 1 : Déformation plastique et écrouissage

II.1.1 Introduction

La déformation plastique est ce que permet la mise en forme des matériaux, laminage, tréfilage, ..., elle permet aussi de résister la rupture en cas d'accident. Pour qu'il y ait déformation plastique, il faut des dislocations. Au début de la déformation plastique les dislocations sont assez mobiles et glissent sur de longues distances. L'immobilisation progressive des dislocations qui va jusqu'à leur blocage complet s'appelle l'écrouissage ou le durcissement du métal. En effet, il correspond aux modifications permanentes sur le matériau après l'application d'une forte contrainte.

II.1.2 L'écrouissage

L'écrouissage dépend du matériau, de la quantité de déformation appliqué et des conditions de déformation, il est en relation directe avec l'évolution de la microstructure à l'intérieur des grains. Lors de la première phase de l'écrouissage, la contrainte augmente très vite avec le taux de déformation plastique. Vers la fin de cette étape, la contrainte atteint un niveau qui permet d'activer des systèmes de glissement secondaires [63]. Les dislocations qui se trouvent sur des plans cristallographiques sur lesquels la contrainte critique est plus élevée que sur les plans primaires, commencent alors à se déplacer. Par rapport aux dislocations déjà immobilisées, les dislocations secondaires ont encore moins de chance de s'échapper. Elles ne s'empilent pas seulement devant les mêmes obstacles mais aussi devant les empilements des dislocations primaires. En effet les dislocations entre deux systèmes de glissement réagissent pour former des barrières insurmontables. Les dislocations qui suivent y restent accrochées.

A ce stade, les dislocations commencent à s'arranger en une structure cellulaire. Les dislocations se concentrent au bord de ces cellules et vont former les parois. L'intérieur des cellules, par contre, s'appauvrit en dislocations mais reste le seul endroit où les dislocations disposent encore d'une certaine mobilité. La contrainte d'écoulement plastique est moins vite en deuxième étape de l'écrouissage, par rapport à la première phase [64]. Enfin, dans la phase finale, la contrainte atteint un niveau qui permet de déplacer les dislocations vis ou une partie de celles-ci dans un plan de glissement autre que le plan sur lequel la dislocation vient de s'immobiliser. Les dislocations peuvent contourner les obstacles et donc de continuer la déformation plastique à cause du niveau élevé de la contrainte. La déviation d'une partie de la dislocation, c.-à-d. le mouvement sur un plan de glissement incliné par rapport au plan de glissement principal,

provoque des croisements entre les dislocations de différents plans de glissement. Alors, la microstructure cellulaire sera renforcée par la réticulation des dislocations à travers les plans de glissement résultant [65].

Pour augmenter d'avantage la limite élastique et la résistance à la rupture des alliages durcissables, on peut les déformer à froid. L'effet combiné de l'écroutissage et de la précipitation est représenté dans la figure II.1. Pour que ce traitement soit efficace, on doit l'effectuer après la trempe et avant le vieillissement ou le revenu. Autrement, la mise en solution avant la trempe effacera autrement tout effet d'écroutissage [64].

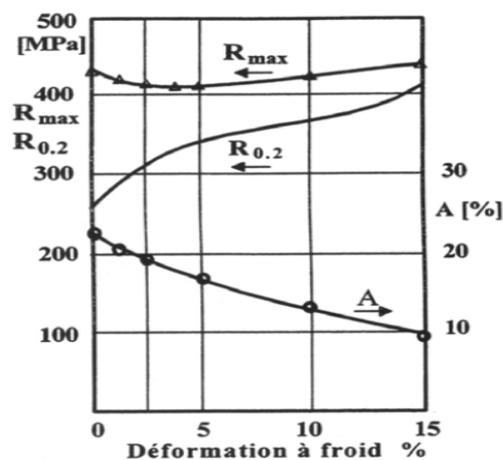


Figure II.1: Durcissement de l'Al-4%Cu par l'écroutissage et la précipitation.

II.1.3 Déformation plastique

II.1.3.1 Relation glissement / dislocations

Lorsqu'on déforme un échantillon préparé de façon à avoir une surface polie, par exemple, on voit apparaître sur la surface, à partir d'un certain effort, des lignes parallèles qui sont espacées de quelques dizaines de nanomètres (Figure II.2). Une observation en coupe de la surface montre que ces lignes témoignent en fait de la déformation irréversible du matériau, par glissement le long de plans dans la maille cristalline, à la manière de cartes glissant les unes sur les autres (Figure II.3). Si l'on poursuit la déformation, d'autres lignes se forment, ce qui traduit le déclenchement de glissements le long d'autres plans cristallographiques (Figure II.2).

Chaque marche observée à la surface est en fait la résultante du mouvement d'un grand nombre de dislocations dans le même plan cristallin. En effet, ce sont les défauts linéaires dans la structure cristalline, les dislocations, qui se déplacent sous l'effet des contraintes appliquées. La déformation plastique peut donc se produire grâce à ces mouvements. Deux types de mouvements de dislocations peuvent être rencontrés, le glissement et la montée [66].

Le glissement sous l'effet d'une contrainte de cisaillement t est schématisé pour le cas d'une dislocation coin à la Figure II.4. Notons que le mouvement d'une dislocation s'effectue dans une direction perpendiculaire à la ligne de dislocation, parallèlement à la force appliquée dans le cas d'une dislocation coin, et perpendiculairement à la force dans le cas d'une dislocation vis.

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

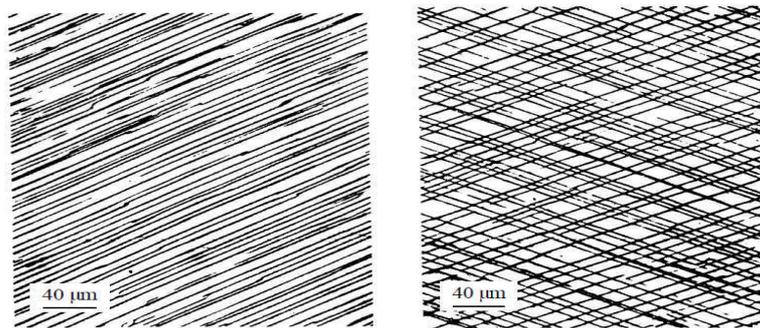


Figure II.2 : Lignes de glissement apparaissant à la surface d'un aluminium pur [66].

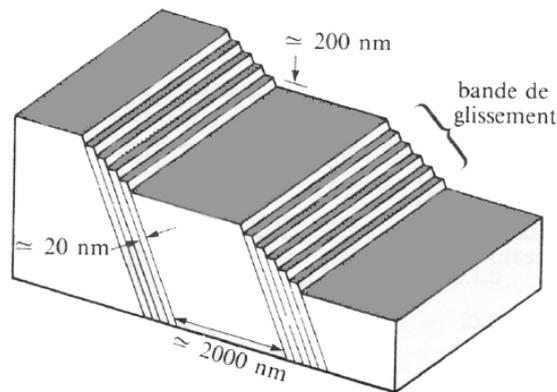


Figure II.3: Schéma de la formation de bandes de glissement.

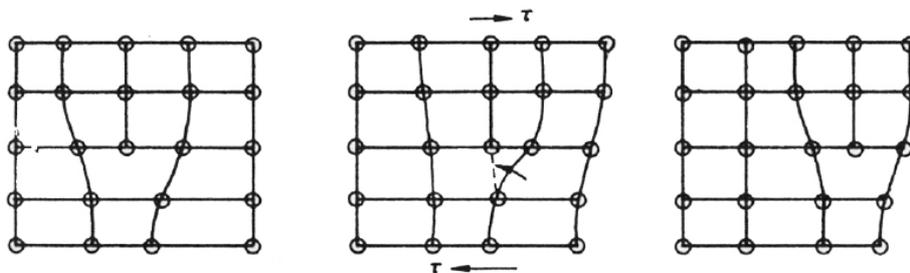


Figure II.4: Déplacement d'une dislocation coin dans un cristal.

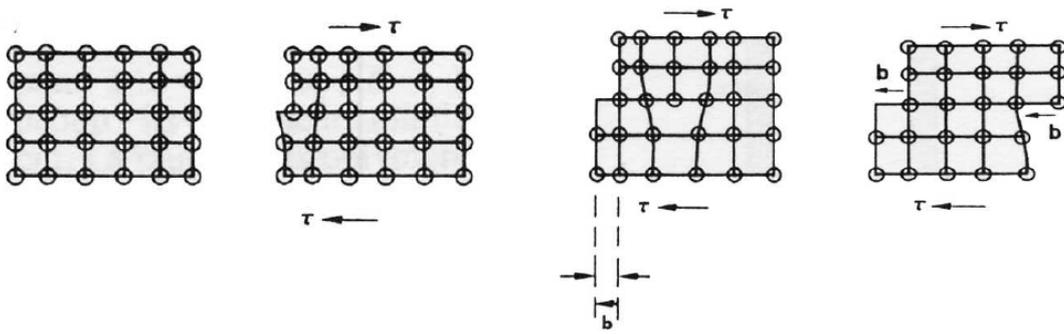


Figure II.5: Glissement dans un cristal lors du passage d'une dislocation coin.

Le glissement dans un cristal se produit progressivement. On utilise souvent l'image du mouvement d'une vague ou d'un tapis (Figure II.6). Un tel déplacement n'implique à chaque étape que peu de liaisons interatomiques et nécessite moins d'effort qu'un glissement instantané d'un bloc sur un autre. Notons que la déformation due à un glissement cristallographique n'induit pas de changement de volume : à l'inverse de la déformation élastique, on pourra donc considérer que, à toute échelle, la déformation plastique est isochore [66].

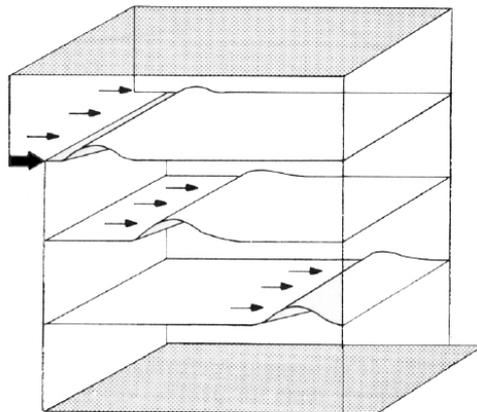


Figure II.6 : Schématisation du passage d'une dislocation dans un volume monocristallin.

II.1.3.2 Mouvement des dislocations

Le mouvement des dislocations conduit à une déformation plastique que l'on peut constater à une échelle plus macroscopique. La formule d'Orowan permet d'exprimer la cinématique induite, c'est-à-dire la vitesse de déformation résultant du mouvement des dislocations [67]:

$$\dot{\epsilon} = \rho_m v b \dots\dots\dots(II.1)$$

Où ρ_m : la densité d'une famille de dislocations mobiles

b : vecteur de Burgers

v : vitesse moyenne de déplacement des dislocations

Le déplacement d'une dislocation nécessite l'application d'un certain niveau effort appliqué, plus précisément une force f par unité u de longueur de dislocation.

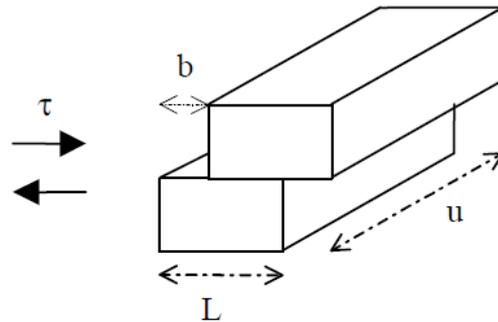


Figure II.7: Cisaillement d'un cristal, pour une cission appliquée t suivant un vecteur de Burgers b .

Le travail de cette force s'écrit : $W = f L u$, et correspond à celui qui est nécessaire pour déplacer, via l'application d'une contrainte de cisaillement t , un bloc du cristal sur une longueur b le long du plan de surface $L.u$, d'où :

$$F L u = \tau b L u \dots\dots\dots (II.2)$$

soit :

$$f = \tau b$$

La valeur de la contrainte de cisaillement nécessaire pour déplacer une dislocation et vaincre tous les frottements du réseau est appelée la contrainte de Peierls-Nabarro. Et on imagine bien que l'effort à fournir sera d'autant plus important que les dislocations rencontreront des obstacles lors de leur parcours. Cet effort peut d'ailleurs croître au fur et à mesure du mouvement des dislocations, par exemple à cause de blocages mutuels avec d'autres dislocations et de l'augmentation de la densité de dislocations.

On comprend donc l'importance du mode de distribution spatiale des dislocations dans le matériau. On distingue deux classes de matériaux :

- ceux dans lesquels les dislocations sont peu mobiles et réparties de manière relativement homogène,

- et ceux dans lesquels les dislocations se regroupent et s'enchevêtrent pour former des écheveaux délimitant des cellules d'écrouissage, c'est à dire des zones ne gardant que peu de défauts que l'on peut qualifier de sous-grains [68].

Mais toutes les dislocations dans un matériau ne sont pas mobiles. Les analyses cristallographiques d'échantillons déformés montrent d'ailleurs que les glissements se produisent généralement dans des plans bien déterminés de la maille cristalline élémentaire. 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 II.1 présente ces plans et directions de glissement pour plusieurs classes de métaux.

Tableau II.1: Système de glissement pour quelques métaux.

Structure cristalline	Plans de glissement	Directions de glissement	Exemples de métaux
cfc	{111}	<110>	Al, Fe γ , Cu, Ni, Au, Ag
cc	{110}, {112}, {123}	<111>	Fe α , Nb, Mo
hc	{0001}, {10 $\bar{1}$ 0}	<11 $\bar{2}$ 0>	Mg, Ti, Zn, Zr α , Be

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

Mais il faut noter que les systèmes de glissement actifs peuvent varier, dans un solide donné, selon les conditions extérieures et notamment la température.

Une dislocation de vecteur de Burgers $[uvw]$ glisse sur un plan (hkl) , on parle de système de glissement $[uvw](hkl)$. Pour que le glissement soit facile, $[uvw]$ doit être forcément une direction dense, car cela donne une déformation minimale, et (hkl) un plan dense, car cela donne une force de frottement minimale. Donc dans une structure cristallographique donnée, il y a un nombre réduit de système de glissements faciles. Plus une structure a des systèmes de glissements faciles, plus le cristal pourra être ductile. A l'inverse, une structure qui a peu de systèmes de glissements faciles, sera intrinsèquement fragile.

La structure possédant le plus de systèmes de glissement faciles est la structure cubique à face centrée (cfc). On a en effet (Figure II.8) :

- plans {111} : directions <110> soit 9 systèmes ;
- plans {100} : directions <100> et <110> soit 12 systèmes ;

Les métaux les plus ductiles comme l'aluminium, le cuivre et l'or sont des cubiques à faces centrées. Les aciers austénitiques γ , cubiques à faces centrées, sont plus ductiles que les aciers ferritiques α , cubiques centrés.

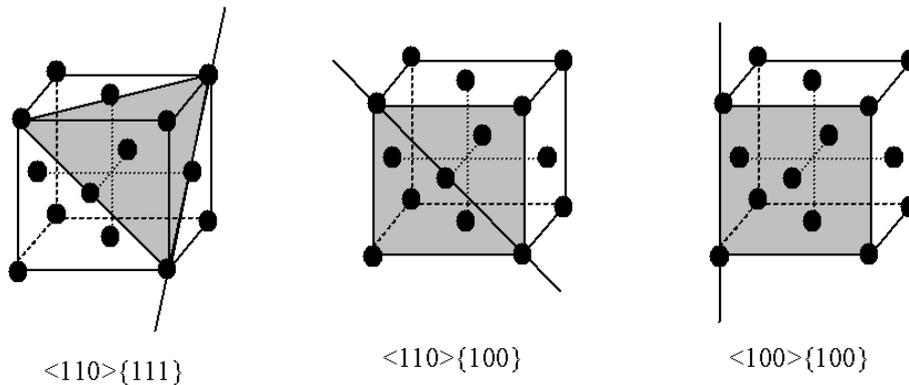


Figure II.8: Systèmes de glissement génériques dans un cristal cubique à face centrée [69].

II.1.4 Plasticité

Lorsqu'un matériau est sollicité jusqu'à rupture, les essais montrent que la contrainte de rupture σ_R est une grandeur présentant de fortes variations pouvant même dépasser la décade pour certains matériaux et que le mode de ruine dépend de la nature du matériau. Ainsi la rupture peut intervenir brutalement quasi sans déformation préalable pour les matériaux qualifiés aujourd'hui de fragiles, tandis qu'elle n'intervient qu'après une étape de grande déformation permanente pour les matériaux qualifiés aujourd'hui de ductiles. Nous savons maintenant que les matériaux fragiles rompent brutalement au delà d'une certaine tension, tandis que les matériaux ductiles s'écoulent plastiquement avant de rompre sous cisaillement. Si la rupture est toujours l'étape ultime de la ruine des structures, elle est précédée d'une étape de plastification pour les matériaux ductiles [70].

II.1.4.1 Comportement plastique

Le comportement plastique est la capacité de déformer un corps solide d'une manière permanente et irréversible sans se fissurer. A l'échelle microscopique, la déformation plastique s'apprécie au travers de la déformation des grains métallurgiques. On admet généralement que ces déformations permanentes se produisent au delà d'un seuil de contrainte appelé seuil de plasticité ou limite d'élasticité.

II.4.1.1 Seuil de plasticité

En dessous du seuil de plasticité, la plupart des matériaux présentent un domaine élastique caractérisé par une relation de proportionnalité entre la contrainte et la déformation. Si la contrainte est supprimée le matériau revient à son état naturel non déformé. Le seuil de plasticité doit être vu comme une schématisation commode : au delà du seuil les déformations permanentes deviennent beaucoup plus importantes que les déformations élastiques. La définition du seuil est conventionnelle (Fig. II.9) et dépend de la précision des moyens de mesure utilisés. La limite d'élasticité vraie (point A) définie par la valeur de la contrainte σ_v qui produit une déformation permanente dans le premier grain de la microstructure du matériau est inaccessible à la mesure expérimentale [66]. Lorsque le nombre de grains plastifiés augmente la déformation permanente devient accessible à la mesure. Elle est définie comme la déformation ε_p mesurée après une décharge élastique (trajet BC) qui récupère la partie de déformation élastique "e". A cette déformation définie conventionnellement par $\varepsilon_p = 2 \cdot 10^{-2}$ (ou 10^{-5} selon la précision des moyens de mesure utilisés) correspond le seuil d'élasticité conventionnelle $\sigma_c(\varepsilon_p)$ appelé seuil de plasticité. En pratique, le seuil de plasticité est appelé limite d'élasticité σ_e du matériau, puisqu'il s'agit en réalité d'une limite d'élasticité conventionnelle [71].

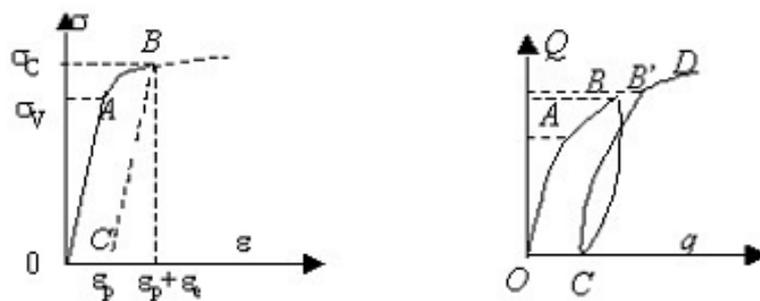


Figure II.9 : Seuil de plasticité.

En général la résistance à la déformation plastique dépend plus ou moins, selon les matériaux et la température, de la vitesse de déformation (viscoplasticité) et de l'histoire des déformations permanentes déjà subies par le matériau soit au cours du processus d'élaboration, soit au cours de sollicitations antérieures (écrouissage). On constate expérimentalement que lorsqu'un solide a été soumis à une contrainte non isotrope, il possède vis-à-vis d'un nouveau chargement un seuil égal à la plus grande valeur de la charge antérieure. Ainsi, sur la figure II.9 représentant la courbe de charge (force Q , déplacement q), le seuil de plasticité à la première charge OB correspond au point A. A la seconde charge CB' , le seuil de plasticité correspond au point B'. L'absence de

coïncidence rigoureuse entre B et B' et la boucle décharge-recharge BCB' sont la conséquence d'un effet de frottement interne. Pour des chargements infiniment lents, les frottements internes n'interviennent pas, les points B et B' et les trajets BC et CB' sont confondus, la plasticité est alors indépendante du temps, absence d'effet visqueux. Dans ce cas, le nouveau seuil de plasticité au point B0 confondu avec B est bien égal à la valeur de la plus grande charge atteinte lors de la charge précédente, point B. C'est cette évidence expérimentale qui justifie la notion de seuil d'écoulement.

Grace à leur ductilité, les matières plastifiables peuvent être moulées sous l'action de contraintes suffisantes et gardent ensuite leur forme sous des contraintes plus faibles. Tous les métaux non alliés et certains alliages présentent une phase de comportement plastique [72]. La déformation plastique est utilisée dans les opérations de corroyage : laminage, tréfilage, forgeage, emboutissage, pliage, ...

II.1.4.1.2 Influence des déformations plastiques sur les propriétés mécaniques

Des déformations plastiques modérées n'entraînent pas de changement des modules d'élasticité dans les corps compacts. Leurs trois effets essentiels sont :

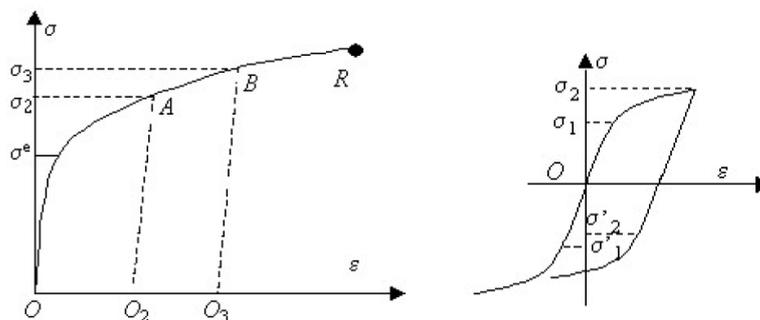


Figure II.10 : Dureissement, ductilité et effet Bauschinger.

- Le durcissement :

Elévation du seuil de plasticité pour des contraintes de même nature et de même signe que celles qui ont produit l'écoulement plastique [73]. La courbe de charge $\sigma = f(\epsilon)$ Est une fonction non décroissante de ϵ traduisant le durcissement du matériau écrouissage:

$$\frac{d\sigma}{d\epsilon} > 0$$

- La réduction de la ductilité

C'est la diminution de l'allongement possible avant rupture. La position du point de rupture R n'est quasiment pas modifiée par les décharges AO_2 , BO_3 , ... Ces décharges ont pour effet de déplacer l'origine des déformations de O en O_2 puis O_3 , ... réduisant progressivement l'allongement restant à parcourir jusqu'à la rupture. On observe généralement une diminution progressive du durcissement au fur et à mesure que l'on se rapproche du point de rupture R. La courbe de charge $\sigma = f(\epsilon)$ est une fonction croissante de ϵ : $\frac{d\sigma}{d\epsilon} > 0$, mais cette dérivée décroît $\frac{d^2\sigma}{d\epsilon^2} < 0$.

- L'effet Bauschinger

On observe généralement une diminution (en valeur absolue) du seuil de plasticité pour des Contraintes de même nature mais de signes opposés à celles qui ont produit la déformation plastique, soit $|\sigma'_2| < |\sigma'_1|$.

II.1.4.2 La plasticité à l'échelle microscopique

II.1.4.2.1 Le glissement dans un monocristal

La déformation plastique des solides monocristallins à basse température est par glissements le long de directions particulières dans les plans cristallographiques les plus denses.

II.1.4.2.2 Contrainte théorique de glissement

Un décalage d'une distance atomique d'un plan dense par rapport à son voisin dans la direction du glissement ramène l'ensemble des atomes dans des positions énergétiquement équivalentes grâce à l'énergie du cristal qui est une fonction périodique de la distance de glissement [74].

Au-delà d'un certain seuil de cisaillement τ_{th} on franchit la barrière énergétique et le plan glisse d'une distance interatomique pour se retrouver en position d'énergie minimale. Après suppression de la contrainte il reste un glissement résiduel, le comportement est devenu plastique.

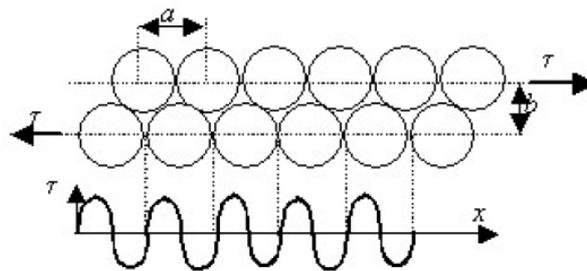


Figure II.11 : Résistance théorique au cisaillement.

II.1.4.2.3 Origine de la plasticité dans les métaux

Les déformations permanentes ont toujours pour origine des mécanismes de glissement. A haute température ce sont les changements de structure voire de phase qui provoquent les glissements relatifs des grains les uns par rapport aux autres.

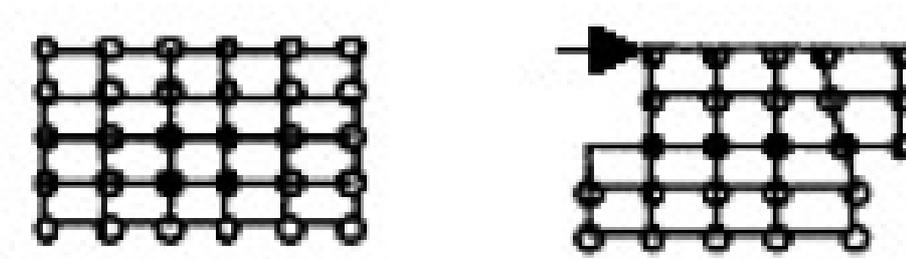


Figure II.12: Glissement intragranulaire.

A température moins élevée la déformation se fait uniquement par glissement intra-grain. Le mécanisme le plus fréquent est un mécanisme de translation : glissement d'une maille ou d'un nombre entier de mailles de part et d'autre d'un plan interatomique. Après glissement le réseau atomique retrouve sa disposition initiale mais le cristal s'est déformé de manière permanente [75].

Tableau II.2: Module de cisaillement et limite élastique [75].

	Module de cisaillement μ (Gpa)	Limite d'élasticité σ_e (Mpa)
Al monocristal	25	0.4
Al polycristal	25	30
Al polycristal écroui	25	100
Dural (AU4G)	25	360
Acier	80	650

Partie 2 : Texture de déformation par tréfilage industriel

II.2.1 Introduction

Le tréfilage est un processus industriel de transformation à froid consiste à faire passer un fil métallique (cuivre, aluminium, alliage,...), à travers un orifice calibré, la filière, sous l'action d'une traction continue, afin de réduire progressivement son diamètre (Figure II.13). La filière est immergé (ou arrosé) dans un bain de lubrifiant aqueux (huile ou émulsion) afin d'assurer le maintien d'un bon état de surface du fil métallique et de limiter l'échauffement provoqué par l'écrouissage du métal. Ces différents éléments montrent l'importance des paramètres qui peuvent avoir une influence sur les performances du procédé tels que : la nature et les caractéristiques du matériau tréfilé, les filières, la vitesse de tréfilage, le type de lubrifiant, et même les problèmes liés au phénomène de frottement.

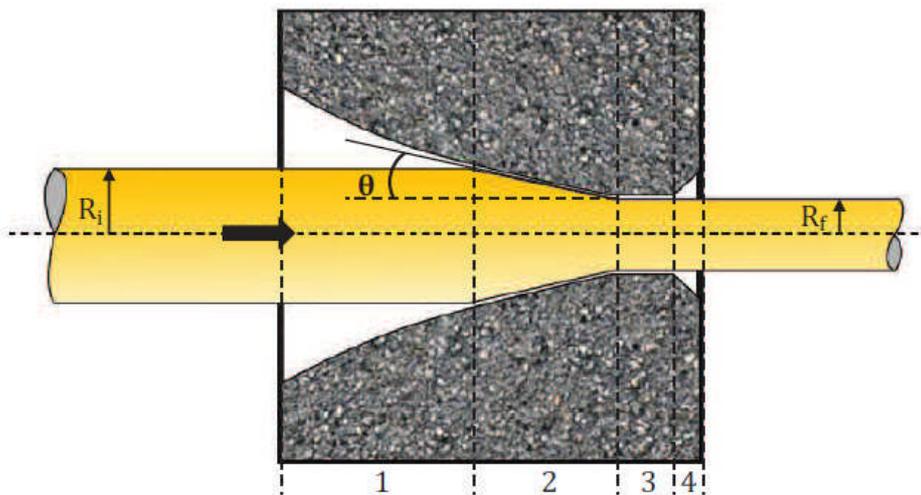


Figure II.13: Vue en coupe d'une filière avec un fil.

Durant cette opération, le tréfilage d'un fil provoque une déformation plastique du matériau conduisant à une modification générale de ses propriétés mécaniques. Cette variation des propriétés mécaniques en fonction de l'écrouissage du matériau est exploitée pour obtenir des fils possédant : une bonne résistance à la traction, une limite d'élasticité élevée, un bon allongement, ... etc.

Ce procédé de déformation à froid est certainement l'un des plus anciens procédés de transformation des métaux. Par ailleurs, la tendance actuelle est de développer des fils qui ont des caractéristiques nouvelles, tels que des fils revêtus ou des alliages nouveaux. Le profil de référence évolue selon ces différents produits. Ces éléments restent encore méconnus actuellement [77].

Les recherches récentes dans l'industrie, visent l'optimisation des procédés de tréfilage en vue d'améliorer leurs performances et de réduire les coûts. Les machines vont de plus en plus vite (les nouvelles vitesses sont de 45m/s, alors qu'avant on tréfilait à 25 m/s), les multifilaires deviennent de plus en plus grosses (on tréfile 32 fils en parallèle là où 16 fils constituait presque une nouveauté il y a quelques années).

II.2.2 Paramètres de tréfilage

Les trois éléments-clés du tréfilage sont le fil, la filière et le lubrifiant. Il y a d'autres paramètres qui lui sont associés, tels que la nuance et le diamètre du fil ou encore l'angle et le diamètre de la filière.

II.2.2.1 Le fil

Le matériau de départ utilisé pour le tréfilage est appelé fil machine, de diamètre de l'ordre de 8mm pour le cuivre et 9.5mm pour l'aluminium et ses alliages. Le fil machine provient du laminage à chaud (la coulée en continue) et peut subir une préparation de surface : décapage et revêtement pour accentuer sa rugosité de surface et améliorer sa tréfilabilité. Il se présente sous forme des bottes.

Le fil provision passe par un outil (filière), à la sortie de la filière le fil est enroulé autour du cabestan afin de le tracter.

Dans une machine multi passes, la vitesse linéaire du fil augmentant au fur et à mesure que le fil s'allonge, chaque cabestan doit avoir une vitesse linéaire plus importante que le précédent. Il est possible d'avoir une large gamme de vitesses de quelques mètres par secondes à l'entrée jusqu'à la vitesse de 45 m/s selon le diamètre de fil.

Suivant la réduction de diamètre souhaitée, le nombre de passes (c'est-à-dire de passages en filière) est ajusté. Pour des réductions de section de l'ordre de 35%, ce sont des dispositifs simples (ou mono passes) qui sont utilisés. Pour des réductions de section plus importantes, il faut

envisager des réductions successives et donc utiliser des machines multiples (appelées également multi passes). Les dispositifs mono passes sont généralement utilisés pour des phases de calibrage, de finition ou pour l'obtention d'un état de surface particulier.

En dernière étape, les traitements thermiques sont mis en œuvre pour obtenir des fils présentant une structure adaptée au retréfilage ou aux déformations ultérieures, pour supprimer l'effet de l'érouissage et adoucir le fil (recuit) ou encore pour communiquer au fil des caractéristiques particulières (trempe). Les fours de recuit peuvent être de types statiques (couronnes, bobines) ou un traitement thermique en continu à la sortie de la tréfileuse [78].

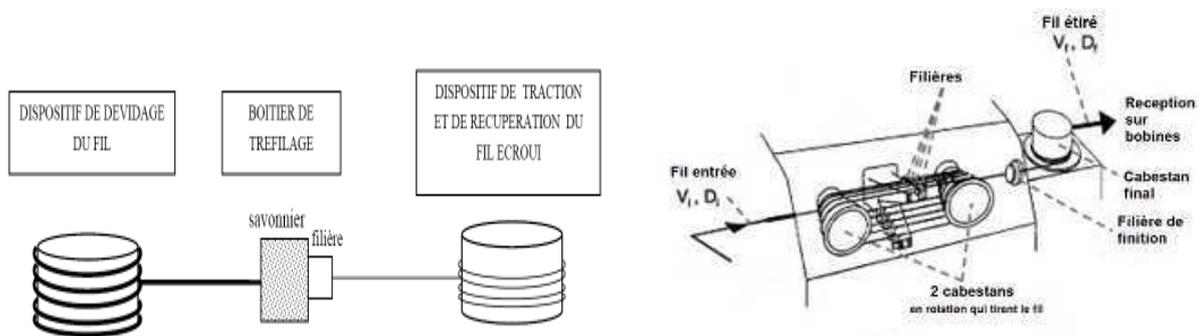


Figure II.14: Schéma de principe d'une tréfileuse.

Après tréfilage, les fils obtenus sont ensuite câblés ou stressés sous forme de torons, selon l'utilisation et la fonction du câble souhaités.

II.2.2.2 La filière

La filière assure la réduction, se compose de deux parties: d'un noyau très dur en carbure de tungstène lié cobalt ou diamant, qui va assurer la réduction du diamètre de fil et d'une frette en acier qui maintient le noyau et lui permet de résister aux fortes pressions développées au cours du tréfilage.

Suivant la nature du noyau les filières se différencient au :

- Filières en carbure de tungstène lié au cobalt, ayant une composition chimique approximative : Cobalt 8%, Tungstène 87%, Carbone 5%. Généralement utilisés en tréfilage de l'aluminium. Industriellement, le carbure de tungstène présente comme inconvénient une usure rapide mais une maintenance des filières rapide et peu coûteuse.

- Filières en diamant monocristallin (MD), cristallisé sous pressions et températures très élevées utilisés pour le cuivre en général pour des petits diamètres inférieurs à 0.50mm.
- Filières en masse synthétisée très dure de cristaux de diamant, noyaux poly cristallin (PCD), utilisées pour des diamètres supérieurs à 0.50mm. généralement, utilisés pour le tréfilage du cuivre et des alliages d'aluminium. Industriellement, le PCD présente comme avantage une grande résistance à la fracture, une durée de vie importante, mais une maintenance des filières difficile et coûteuse.

La géométrie d'une filière est définie par quatre zones principales, La Figure II.15 présente les différentes parties d'une filière :

- La zone 1 représente Un cône d'entrée jouant un rôle d'un entonnoir d'engagement, de réparateur et d'entraîneur de lubrification. Celui-ci y est entraîné lorsque le fil avance dans la filière et une pression hydrodynamique y est générée par un effet de convergent. Elle provoque une déformation élastique des solides et augmente jusqu'à atteindre la contrainte d'écoulement du matériau constituant le fil, au moment de son contact avec l'outil.
- La zone du cône de travail, elle débute à cet endroit, de demi-angle α , dans lequel s'effectue la réduction de section par déformation progressive du fil. Les pressions sont si fortes (de l'ordre du gigapascal) que le fil se déforme plastiquement et son diamètre est réduit progressivement.
- La troisième partie de la filière, Une portée cylindrique qui calibre et maintenir le diamètre du fil et à préserver la filière d'une usure prématurée.
- La quatrième zone 4, un angle d'ouverture du cône de sortie est assez grand pour éviter l'endommagement du fil au moment de sa sortie de la filière, décharger progressivement la filière des efforts et permet l'évacuation du lubrifiant.

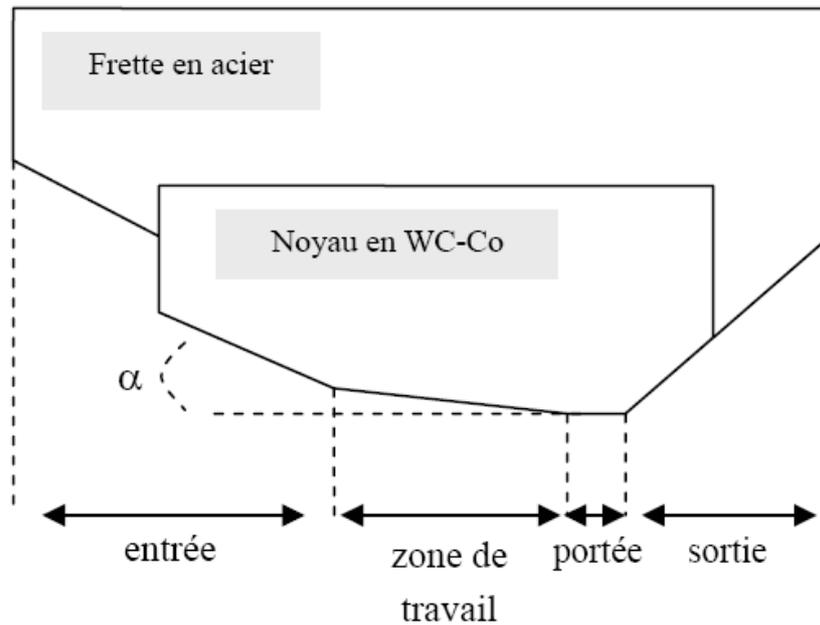


Figure II.15: Schéma d'une filière de tréfilage avec zones constituantes.

- l'allongement du fil λ

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

$$\lambda = \frac{L_s}{L_e} = \left(\frac{R_e}{R_s} \right)^2 \dots\dots\dots (II.3)$$

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

- la réduction du fil :

$$r = 1 - \left(\frac{R_s}{R_e} \right)^2 \dots\dots\dots (II.4)$$

- la déformation :

$$\varepsilon = \ln \lambda = 2 \ln \left(\frac{R_e}{R_s} \right) \dots\dots\dots (II.5)$$

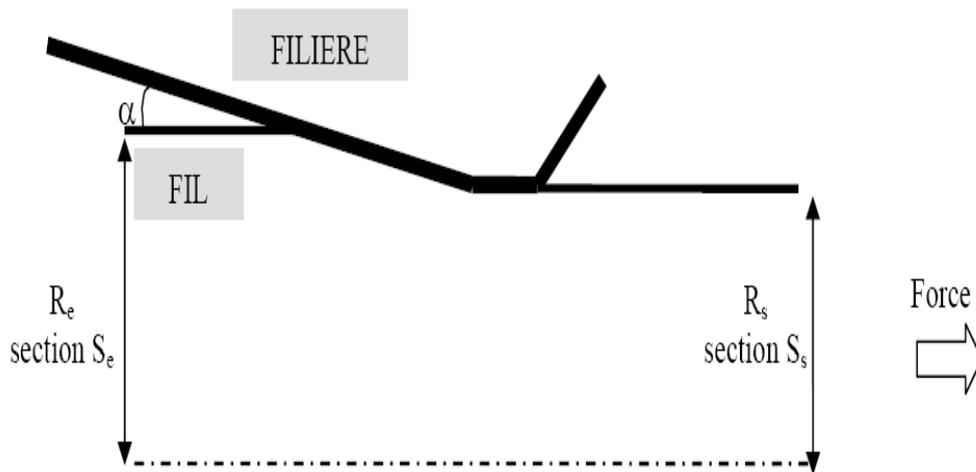


Figure II.16: Schéma d'une passe de tréfilage et notations utilisées.

Le tableau II.3 présente la fonction des différentes zones ainsi que les différentes valeurs recommandées [79].

Tableau II.3: Les différentes zones et valeurs recommandées industriellement.

Zone de fonction	Valeurs recommandées
Angle du cône de travail 2α	De 16° à 22° pour le cuivre De 12° à 14° pour les alliages d'aluminium
Longueur de contact fil filière	72 à 100% du diamètre de la portée cylindrique
Longueur du cône de travail	2 fois la longueur du contact fil filière
cône d'entrée	$65^\circ \pm 20^\circ$
Longueur de la portée cylindrique	Filière PCD : de 15 à 20 % du diamètre Filière MD : de 30 à 50% du diamètre
Angle de sortie	40° à 90°

- **Les efforts appliqués sur le fil pendant la mise en forme**

Le fil est tiré au travers de la filière par une force de traction. L'écoulement plastique du métal est rendu possible par l'action combinée de la traction axiale et de la compression radiale imposée par la filière. A l'interface fil-filière, s'exerce en plus de la pression latérale imposée par la filière, un cisaillement fonction des conditions de frottement. La force nécessaire pour tréfiler le fil est donc la somme de la force nécessaire pour déformer plastiquement le fil et de la force nécessaire pour vaincre le frottement. En terme de contrainte de tréfilage, nous pouvons écrire que (relation II.6) :

$$\sigma_z = \frac{F_z}{\pi R_s^2} = \sigma_{\text{déformation plastique}} + \sigma_{\text{frottement}} \dots\dots\dots (II.6)$$

La contrainte de tréfilage est donc fortement dépendante :

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

II.2.2.3 Le lubrifiant

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, il joue un rôle très important pendant la mise en forme et possède également des propriétés qui facilitent les opérations ultérieures (assemblage, câblage, torronage,...). 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 favorise la formation d'un film superficiel suffisamment épais et homogène pour éviter toute interaction directe entre la filière et le fil. Il doit également résister aux fortes pressions et hautes températures développées pendant le tréfilage. Il doit contribuer à refroidir l'outillage ainsi que le fil afin d'éviter certaines transformations métallurgiques rencontrées à hautes températures et doit également limiter l'usure de l'outillage afin d'augmenter sa durée de vie et assurer un bon état de surface du fil fini. La couverture en

laiton doit parfaitement recouvrir l'acier du fil afin de favoriser l'adhésion de la gomme sur le fil pendant les étapes qui suivent le tréfilage.

Comme la capacité du lubrifiant à dissiper la chaleur est primordiale, les lubrifiants à base d'eau, dont les plus connus sont les émulsions huile-dans-eau, sont largement utilisés. Ils combinent en effet une excellente efficacité de transport de chaleur et de bonnes propriétés lubrifiantes.

Un lubrifiant de tréfilage diffère néanmoins souvent d'une simple émulsion huile avec l'eau. Il est constitué d'un mélange complexe contenant des acides gras, des additifs dits « extrême pression » (dont le rôle est d'augmenter la résistance du lubrifiant à la pression), des additifs limites (qui s'adsorbent sur les surfaces afin de les protéger), des additifs permettant de contrôler le pH, des anti-mousses, des anti-oxydants et des huiles. La plupart des composants sont des tensioactifs qui possèdent tous un pouvoir émulsifiant. Le lubrifiant contient différents objets comme le montre la Figure II.17. On distingue des gouttes d'huile de plusieurs micromètres de diamètre. Ces objets sont en équilibre avec des vésicules mono et multi-couches et des micelles de tensioactifs trop petites pour être visibles sur la figure. Outre les gouttes d'huile, les lubrifiants contiennent également des domaines au sein desquels les acides gras et autres tensioactifs s'organisent en bicouches [80].

La lubrification consiste à intercaler entre deux corps en contact un troisième corps qui se cisaille facilement, tout en étant capable de supporter la pression. L'objectif principal de la lubrification est de minimiser les pertes d'énergie par frottement ainsi que l'endommagement des surfaces. Pour quantifier la réponse du système au frottement, on définit le coefficient de frottement μ comme le rapport entre la force tangentielle F_t à fournir pour faire glisser une surface par rapport à l'autre et la force normale w appliquée sur les surfaces :

$$\mu = \frac{F_t}{w} \dots\dots\dots (II.7)$$

Le coefficient de frottement μ est un nombre sans dimension.

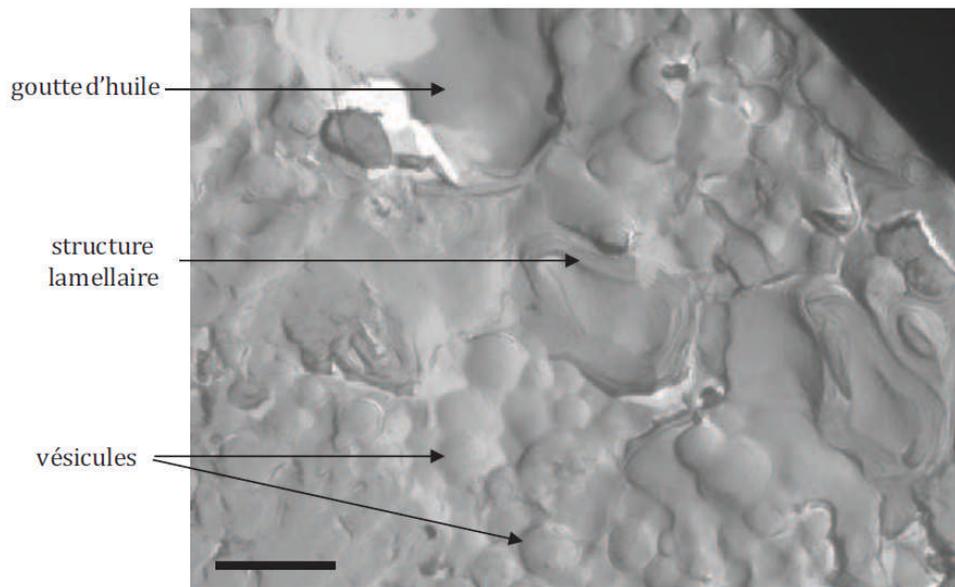


Figure II.17 : Observation microscopique d'un échantillon de lubrifiant.

II.2.3 Détermination de la texture

La texture est une caractéristique relative à la dimension, la forme, la disposition des grains dans le métal. Un grain peut être assimilé à un monocristal qui en raison de la structure des arrangements atomiques peut se comporter de manière très anisotrope pour certaines propriétés physiques. Elle désigne une orientation préférentielle des cristallites d'un matériau polycristallin. Au cours d'une solidification ou au cours d'une déformation plastique (laminage, tréfilage, traction, compression, ...), les grains ne sont plus orientés de manière aléatoire; on dit alors que le matériau présente une texture de solidification ou de déformation. Les propriétés de ces matériaux peuvent être anisotropes et dépendent des caractéristiques liés soit aux cristallites, soit du milieu polycristallin (grosseur des grains, orientations, nature des joints,...). En ce qui concerne ces derniers, la texture est un paramètre important pour la compréhension, prolongée par la prévision des propriétés anisotropes [81].

La texture est un paramètre essentiel dans l'étude des matériaux, en ce qui concerne les propriétés physiques, chimiques et mécaniques. En effet la densité des atomes se diffère d'une direction à une autre dans un cristal, cela explique l'anisotropie du polycristal causé par une forte concentration de telle ou telle direction sur une orientation particulière.

La texture est également être très utile à la compréhension des mécanismes de déformation. Pour déterminer la texture d'un métal déformé, il faut connaître les orientations prédominantes que prennent les grains après cette opération de mise en forme.

Notons K le repère lié à l'échantillon, K^g les repères liés à chacun des grains composant le polycristal. Nous pouvons alors déterminer pour chaque grain une matrice de passage T^g permettant de passer de K à K^g :

$$K^g = T^g \cdot K \dots \dots \dots (II.8)$$

II.2.3.1 La texture cristallographique

La texture cristallographique d'un matériau est la connaissance des différentes distributions d'orientations cristallines existantes dans le matériau.

La texture cristallographique se définit comme étant l'orientation $oxyz$ des cristallites par rapport à l'orientation $OXYZ$ de l'échantillon, cette description est seulement statistique, car elle est impossible à définir [82].

Les matériaux présentent une anisotropie cristallographique, ou texture, lorsque les grains ou cristallites possèdent une ou plusieurs orientations préférentielles.

L'anisotropie cristallographique trouve son origine dans le processus de fabrication. En effet, elle est souvent engendrée par une déformation mécanique (laminage, tréfilage, ...), un traitement thermique ou les deux simultanément lors de transformations thermomécaniques.

II.2.3.1.1 Fonction de texture

La fonction de texture, ou fonction de densité des orientations (FDO), notée $f(g)$, est une fonction statistique qui décrit la fraction volumique de cristallites ayant l'orientation g à dg près, sans tenir compte de la localisation spatiale dans le matériau. Elle est définie de la façon suivante [81] :

$$\frac{dV(g)}{V} = f(g) dg \dots \dots \dots (II.9)$$

avec

$$\int f(\mathbf{g}) \, d\mathbf{g} = 1$$

$$f(\mathbf{g}) \geq 0$$

Il n'y a pas de relation à priori entre les axes majeurs des cristallites et KB, repère de la cristallite. Afin de clarifier les trois notions cristallite/grains/plans diffractant, il est représenté dans la Figure II.18 une section de deux dimensions d'un échantillon quelconque. L'échantillon est constitué de grains, qui peuvent varier en formes et en tailles, suivant le procédé d'élaboration.

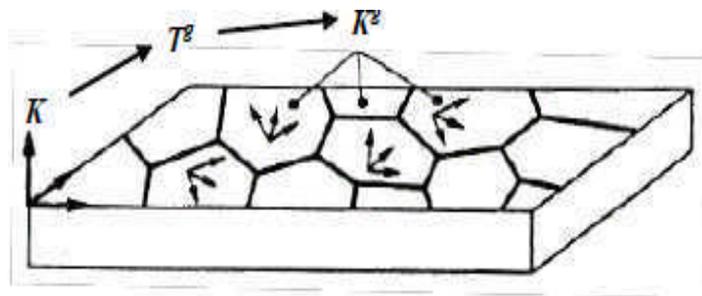


Figure II.18: Orientations cristallines d'un matériau [83].

A l'intérieur de chaque grain, plusieurs cristallites peuvent être présentes, avec différentes orientations, tailles et formes. Les cristallites à l'intérieur d'un grain, peuvent posséder des orientations (données par les plans $\{hkl\}$) et des tailles différentes. Dans une même cristallite les plans $\{hkl\}$ sont strictement parallèles entre eux [83].

II.2.3.1.2 Orientation des grains

L'orientation des grains par rapport à un repère macroscopique lié à l'échantillon est souvent exprimée par un couple $(hkl) [uvw]$, où (hkl) est le plan du cristal parallèle au plan de l'échantillon de déformation. Or du point de vue de l'échantillon, pour décrire complètement l'orientation des grains, il est nécessaire de prendre un repère lié à l'échantillon polycristallin (KA: repère macroscopique) et un repère lié au réseau cristallin des grains (KB : repère microscopique) (Fig II.19) [84].

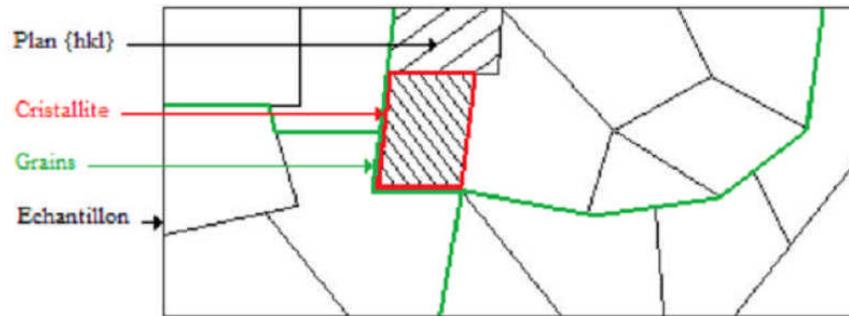


Figure II.19: Représentation d'une section 2D d'un échantillon polycristallin [84].

La représentation de la texture est généralement donnée par l'orientation des cristallites par rapport à un référentiel lié à l'échantillon. Appelons (DL, DT, DN) les trois directions orthogonales définissant ce référentiel. Dans le cas d'une tôle laminée, DL est la direction de laminage de la tôle, DT la direction transverse et DN la direction normale au plan de laminage (DL, DT) (Figure II.20.a). En revanche, dans le cas de fils présentant une symétrie de révolution, DN est parallèle à l'axe du fil, DL et DT sont deux directions macroscopiques a priori quelconques contenues dans la "section transverse" du fil (Figure II.20.b).

Le référentiel lié à la cristallite (Oxyz) est construit selon la symétrie cristallographique. Dans le cas d'un métal de structure cubique, les axes du référentiel lié au cristallite sont définis usuellement comme suit : $Ox//[100]$, $Oy//[010]$ et $Oz//[001]$.

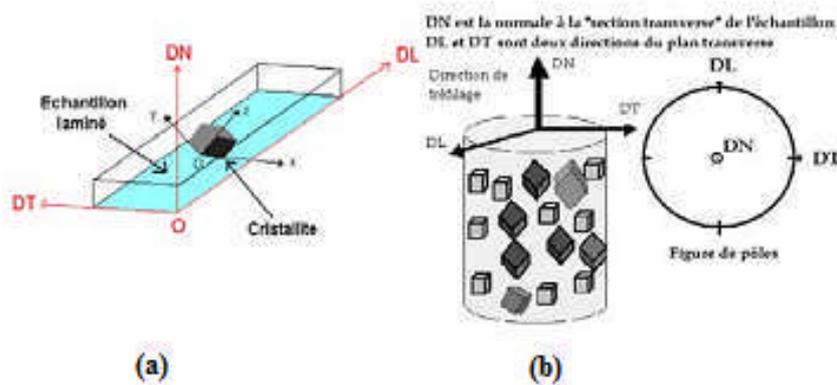


Figure II.20: Définition des repères pour la mesure de la texture cristallographique; a) Tôle laminée, b) Fil.

II.2.3.1.3 Représentation des textures

On note souvent le type de texture présent dans le métal par une (ou plusieurs) orientation idéale c'est-à-dire par l'indication de plans et de direction cristallographiques parallèles à des plans ou à des directions caractéristiques de l'éprouvette ; un fil présente une texture $\langle hkl \rangle$, si une direction cristallographique $\langle hkl \rangle$ a dans chaque grain de l'éprouvette tendance à s'aligner avec l'axe du fil dans une tôle de texture $\{ hkl \} \langle uvw \rangle$; un plan $\{ hkl \}$ de chaque grain coïncide presque avec le plan de la tôle, tandis qu'une direction $\langle uvw \rangle$ s'aligne avec la direction de laminage.

Nous allons rappeler à cette occasion les notations cristallographiques en usage pour un cristal de structure cubique de paramètre a ses indices de Miller (hkl) représentent l'ensemble des plans réticulaires parallèles et équidistants qui coupent les axes de coordonnées (parallèles aux arêtes du cube élémentaire), à distances na/h , na/k , na/l de l'origine (n est comme h , k et l , un entier positif ou négatif). L'équation de ces plans est donnée par la relation

$$hx + ky + lz = na \dots\dots\dots (II.10)$$

Si : h , k ou l est négatif, le signe $-$ correspondant est placé au moins au-dessus du nombre

(21-3) représente les plans coupant les axes en $na/2$, na , $-na/3$. Si l'un des indices sont nul, les plans correspondants sont parallèles à l'un des axes de coordonnées (qu'ils coupent à l'infini). Les plans $\{100\}$ représentent l'ensemble des plans réticulaires parallèles à l'une des faces du cube élémentaire. Le changement simultané des signes de h , k et l ne modifie pas l'ensemble de plans considérés, il suffit pour le voir de changer le signe de n . $\{hkl\}$ indique tous les plans cristallographiquement équivalents aux plans (hkl) dans le système cubique, soit 24 ensembles dans le cas générale : (hkl) , $(-hkl)$, $(h-kl)$, $(hk-l)$, (hkl) , $(-hkl)$, $(h-lk)$, $(hl-k)$, (khl) , (khl) , (khl) , (khl) , (klh) , $(-khl)$, $(k-lh)$, $(kl-h)$, (lkh) , $(-lkh)$, $(lk-h)$, $(-lhk)$, $(lh-k)$.

Le nombre est plus réduit (12, 6, 4 ou 3) si l'on a des relations entre les nombres h , k et l ; le nombre minimal d'ensembles de plans est de trois : $\{100\}$ signifie ainsi (100) (010) (001) , c'est-à-dire tous les plans réticulaires parallèles aux faces du cube élémentaire.

La distance réticulaire d des plans $\{hkl\}$, distance entre deux plans consécutifs du même ensemble, est donnée par la relation suivante :

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad \dots\dots\dots (II.11)$$

Tandis que l'angle θ entre deux plans (hkl) et $(h'k'l')$ est donné par :

$$\cos \theta = \frac{hh' + kk' + ll'}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \sqrt{h'^2 + k'^2 + l'^2}} \quad \dots\dots\dots (II.12)$$

Si La direction $[uvw]$ est située dans le plan (hkl) ; elle est en effet perpendiculaire à la direction $[hkl]$ normale au plan. $\langle hkl \rangle$ est l'ensemble des directions cristallographiques équivalentes à $[hkl]$ dans le système cubique, c'est à dire 24 directions dans le cas général (elles sont respectivement perpendiculaires aux 24 ensembles de plan $\{hkl\}$ énumérés ci-dessus) [85].

II.2.3.1.4 Les figure de pôles

Pour mettre en évidence l'anisotropie de répartition des orientations cristallographiques dans un matériau, on mesure le plus souvent des figures de pôles directes. Une figure de pôles directe (FDP) est la projection stéréographique sur le plan de l'échantillon, de la distribution des densités de pôles d'une famille de plans $\{hkl\}$ dans toutes les directions de l'échantillon : celles-ci sont données par l'ensemble des couples (χ, φ) (χ et φ sont les angles repérant le plan cristallographique $\{hkl\}$ par rapport aux axes du référentiel échantillon : $\chi \in [0,90^\circ]$, $\varphi \in [0,360^\circ]$) (Figure II.21). En fait, pour un élément cristallin de volume unité donné, on suppose qu'il existe un plan cristallographique $\{hkl\}$ passant par le centre d'une sphère imaginaire (Σ) ; la normale au plan diffractant $\langle hkl \rangle$ perce la demi-sphère de référence en P1. Le point P2 intersection de SP1 avec le plan est le pôle du plan réticulaire étudié. Si l'on recommence avec tous les éléments de volume du matériau, on obtient la figure de pôles $\{hkl\}$ qui est rapportée à des axes liés à l'échantillon : en particulier le plan est pour un fil un plan perpendiculaire à son axe et pour une tôle le plan de la tôle de laminage.

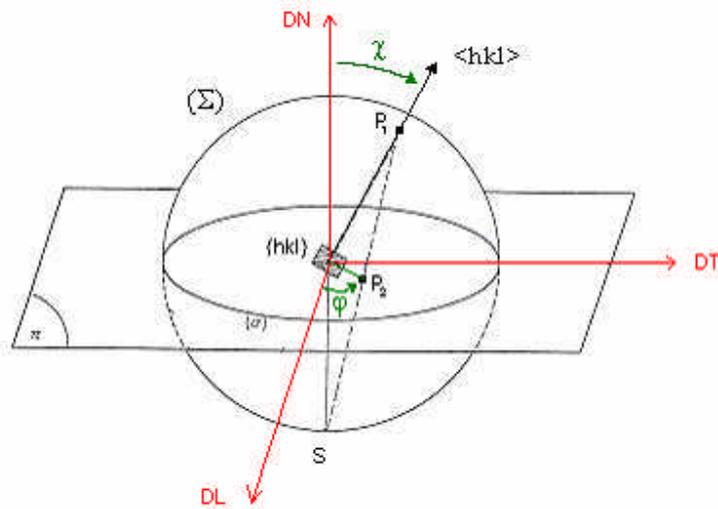


Figure II.21: Projection stéréographique.

II.2.3.1.5 Définition de la FDOC

La façon la plus satisfaisante et la plus complète de décrire une texture quelconque est de donner sa fonction de distribution des orientations cristallines (FDOC) qui est une fonction statistique qui caractérise la texture cristalline de la phase étudiée. Pour un échantillon de volume total V_0 proportionnelle à la fraction volumique $V(g)$ des grains dont l'orientation est comprise entre g et $g + \Delta g$ [86].

La FDOC est alors définie par :

$$\frac{dV(g)}{V_0} = K \cdot f(g) \cdot dg \dots\dots\dots (II.13)$$

D'où en intégrant (1) :

$$K \int f(g)dg = \frac{1}{V_0} \int_{V_0} dV = 1 = K \int_0^{2\pi} \int_0^\pi \int_0^{2\pi} f(\phi_1, \phi, \phi_2) \cdot \sin \phi \cdot d\phi_1 \cdot d\phi \cdot d\phi_2 \dots\dots (II.14)$$

$$\phi_1 = 0 \text{ à } 2\pi, \quad \phi = 0 \text{ à } \pi, \quad \phi_2 = 0 \text{ à } 2\pi$$

Pour un échantillon non texturé (isotrope), c'est-à-dire présentant une distribution uniforme d'orientations, $f(g)$ a une valeur constante quelle que soit g . Si l'on prend $f(g) = 1$, il vient $K = 1/8\pi^2$.

Le calcul de la FDOC peut être réalisé en utilisant différentes approches comme la méthode harmonique ou les méthodes discrètes.

II.2.3.1.6 Définition de la texture de fibre

Il existe plusieurs types de texture, selon que les cristaux s'orientent suivant une ou plusieurs directions cristallographiques parallèlement à des axes macroscopiques. La Figure II.22 décrit les trois types de texture que l'on peut rencontrer dans les fils :

- a) Texture de fibre : les cristaux alignent une direction cristallographique avec l'axe longitudinale du fil (l'orientation des grains autour de cet axe est quelconque) ;
- b) Texture cyclique : les cristaux alignent une direction cristallographique avec l'axe du fil et une autre avec le rayon du fil ;
- c) Texture de type monocristalline : les grains ont tous une orientation voisine (la texture ne représente pas de symétrie de révolution autour de l'axe du fil) [87].

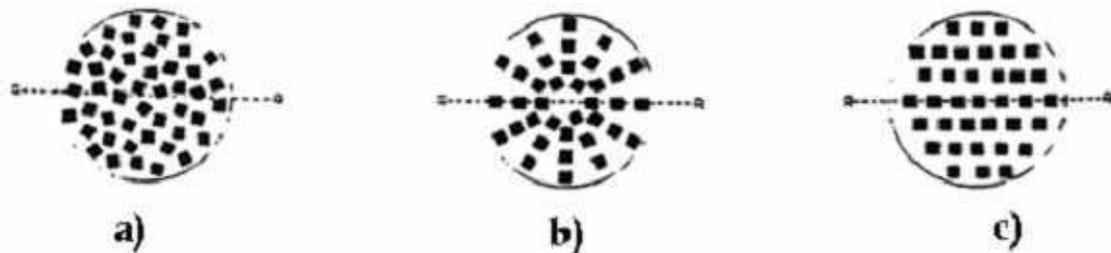


Figure II.22: Représentation de l'orientation des grains cubiques de trois types de texture dans un fil. a) Texture de fibre ; b) Texture cyclique ; c) Texture de type monocristalline [87].

Dans les fils de structure cubique à faces centrées, les textures observées sont composées principalement d'un mélange en proportion variable de deux composantes fibres $\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ [87] (les directions cristallographiques $\langle 100 \rangle$ et constant de l'espace d'Euler, la fibre $\langle 111 \rangle$ sont parallèles à l'axe du fil). Sur les coupes à $\varphi = 0^\circ$ se situe à $\varphi = 0^\circ$ et variant entre 0 et 360° et la fibre $\langle 111 \rangle$ se situe à $\varphi = 55^\circ$, variant de 0 à 360° . Elles sont représentées sur une coupe de l'espace d'Euler à $\varphi = 45^\circ$ par des 2 densités d'orientations continues comme les présente la Figure II.23 dans le cas de fils de cuivre tréfilés.

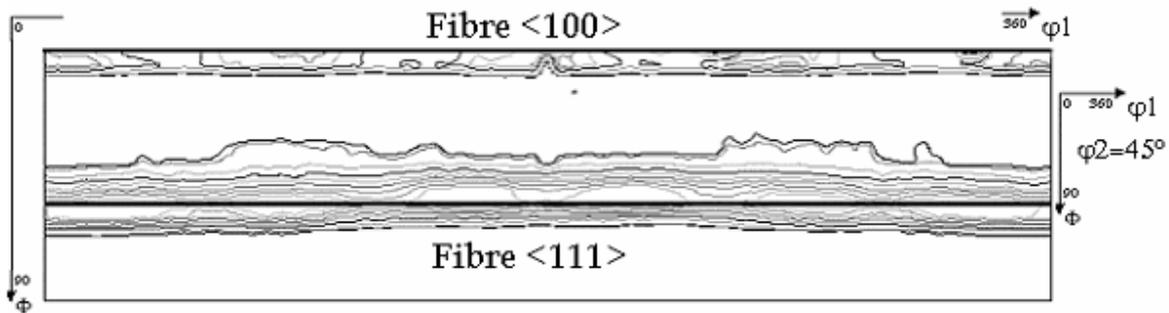


Figure II.23: Coupe de l'espace d'Euler à $\varphi_2 = 45^\circ$, représentation des fibres $\langle 100 \rangle // ND$ et $\langle 111 \rangle // DN$.

II.2.3.2 Textures de tréfilage

Lorsque l'on déforme suffisamment un métal dont la texture initiale n'est pas trop prononcée, la texture finale présentera les symétries du mode d'élaboration, dans le cas du tréfilage l'axe du fil est axe de révolution de l'ensemble de la texture [88].

Les textures que l'on rencontre dans les fils correspondent à des textures de fibre, qui se caractérisent par la présence dans de nombreux grains d'une direction $\langle hkl \rangle$ parallèle à l'axe du fil ou faisant un angle avec lui. Pour un matériau de structure cubique centrée la direction est du type $\langle 110 \rangle$. Les éléments de symétrie de la texture sont ainsi mis en évidence au travers des figures de pôles qui présentent une symétrie de révolution.

L'étude que nous avons menée porte sur le suivi de l'évolution de la texture cristallographique au cours de l'opération de tréfilage d'un alliage d'aluminium de nuance 6101. Le tréfilage s'est déroulé sans recuit intermédiaire du diamètre 9.5 mm (fil machine) et ce jusqu'au diamètre 3.45 mm (soit 86.44 % de réduction)

II.2.3.3 Application de la mesure des textures aux fils

La mesure des textures dans les fils pose des problèmes qui sont directement liés à leur géométrie (volume diffractant non constant pour une déclinaison donnée). De ce fait différents moyens pour rendre plan un échantillon cylindrique ont été proposés, mais la plupart de ces méthodes ne peuvent s'appliquer qu'à des fils de gros diamètres.

- il est possible d'utiliser la technique développée pour des tubes, dans ce cas il est nécessaire de percer le fil en son centre et ensuite de l'amincir chimiquement afin de pouvoir le dérouler élastiquement.
- une autre méthode consiste à mettre les fils en nappe et à recouvrir les espaces libres par une poudre absorbante (type Pb). Cette technique est possible pour des gros fils, mais la réalisation est rendue difficile pour des fils plus fins.
- une méthode consiste à couper des tranches dans le fil et à les juxtaposer. Il est possible de couper des tranches parallèlement à l'axe du fil ou des tranches prises sur la circonférence. Là encore cela ne s'applique qu'à des gros fils [89].
- il est possible de mettre les fils en nappe, les enrober et ensuite effectuer un polissage mécanique (épaisseur à enlever = rayon du fil).

CHAPITRE III
Matériaux et Techniques
Expérimentales

III.1 Introduction

Dans cette section on va présenter le matériau étudié et les différentes méthodes techniques expérimentales d'investigation utilisées pour la réalisation de ce travail. La microstructure du matériau et les moyens de caractérisation de la microstructure, la texture et des propriétés mécaniques et électriques seront aussi décrits dans ce chapitre.

III.2 Matériau étudié

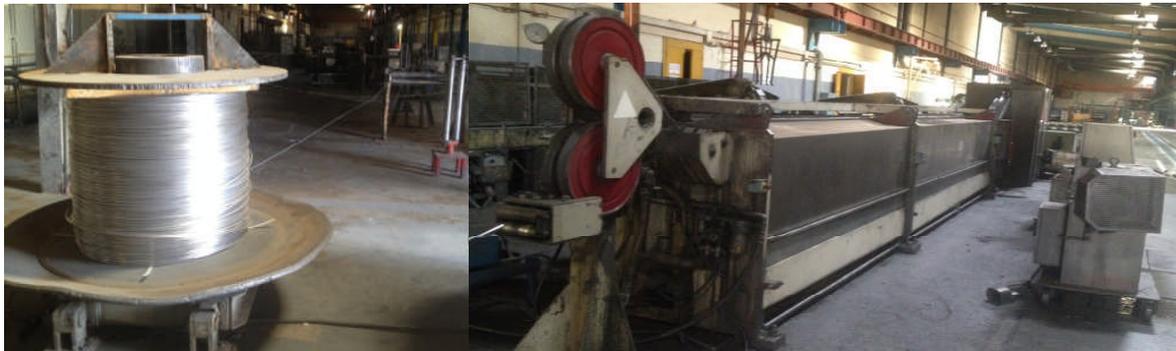
Le matériau étudié dans cette thèse est fourni par la société MIDAL CABLES (BAHRAIN), il est en alliage Al–Mg–Si de nuance 6101, et présenté sous forme de bottes de fil de 9.5 mm de diamètre (Fig. III.1a). Cet alliage est tréfilé sur une tréfileuse de la marque SAMP (modèle MTSC500) (Fig. III.1d).



(a)



(b)



(c)

(d)

Figure III.1 : a) fil machine de l'alliage 6101 sous forme de botte, b) fil déformé à 87% sur bobines, c) botte sur le dérouleur et d) la tréfileuse SAMP (ENICABISKRA).

III.3 Analyse de la composition chimique

Des analyses chimiques ont été effectuées dans le but de vérifier la composition de l'alliage. Les résultats sont donnés dans le tableau III.1. La composition donnée par le fournisseur est rappelée sur fond gris clair à titre indicatif. Dans l'ensemble, les valeurs obtenues sont similaires à celles annoncées.

Tableau III.1: Composition chimique du Matériau.

% Al	%Mg	% Si	% Cu	% Fe	%Pb	% V	% Zn
98.51	0.67	0.56	0.02	0.20	0.09	0.01	0.01
97.34	1.34	0.51	0.27	0.21	0.20	0.05	0.08

III.4 Caractéristiques mécaniques et électriques de l'alliage à l'état de réception

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

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

Charge à la rupture R_m (Mpa)	Allongement A (%)	Microdureté (HV)	Résistivité électrique ρ ($\Omega \cdot \text{mm}^2/\text{m}$)
215	11	66,84	0,03447

III.5 Caractérisation

Elle est scindée en deux parties, l'une microstructurale et texturale où l'on met en évidence les différentes phases qui apparaissent, l'autre mécanique et électrique, et nous a permis de déterminer l'effet de la précipitation et l'évolution de la phase Mg_2Si , sur quelques propriétés de l'alliage 6101.

Pour cette étude on a choisi quatre échantillons, le fil machine à l'état brut et trois fils déformés (21%, 69% et 87%) (Fig. III.2).

**Figure III.2: Le fil machine et les trois fils déformés choisis.**

III.5.1 Caractérisation microstructurale

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

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

III.5.1.1 Traitements thermiques

Les traitements thermiques que nous avons effectués ont pour but principal de lancer le processus de vieillissement est de provoquer la précipitation de la phase β .

Le traitement thermique est effectué dans un four à résistance électrique. Il consiste en un maintien des fils tréfilés à 170°C suivi d'un refroidissement à l'air libre.

III.5.1.2 Préparation des échantillons

III.5.1.2.1 Polissage

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

Le polissage a pour buts principaux l'obtention d'une surface plane, de rugosité minimale et également l'élimination de la couche d'oxyde superficielle (Al_2O_3) dont la microstructure n'est pas représentative du matériau étudié. 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.

III.5.1.2.2 Attaques chimiques

Après polissage de l'échantillon, nous avons essayé plusieurs attaques chimiques telles que le réactif de Keller et l'HF dilué.

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

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

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

La composition de l'attaque KELLER est la suivante :

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

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

III.5.1.3 Microscopie optique

Le microscope optique est l'appareil d'investigation à l'échelle microscopique le plus ancien. Son principe, qui repose sur les bases de l'optique géométrique, est donc connu depuis très longtemps. Il a été utilisé en tant que moyen de caractérisation de la macrostructure. Le microscope optique de type Olympus PMG3 équipé de 5 objectifs allant de 5 à 100 fois, permet de réaliser des micrographies de la surface des échantillons; associé à une caméra numérique permettant l'acquisition directe d'image. L'ensemble est connecté à un micro-ordinateur équipé d'un logiciel d'acquisition des données (Archimed version 5.5.0) avec lequel nous pouvons transformer ces données numériques en images sur écran du micro-ordinateur.

III.5.1.4 Microscopie électronique à balayage

Les principes de fonctionnement et de formation de l'image en microscopie électronique à balayage (MEB), sont entièrement différents de ceux du microscope optique. Le MEB utilisé dans cette étude est de type JEOL JSM-6360, du Laboratoire des sciences et génie des matériaux (LSGM) de l'université USTHB Alger.

Le fonctionnement du microscope électronique à balayage (MEB) est basé sur l'analyse de radiations émises par un matériau soumis à un bombardement électronique.

Un faisceau d'électrons très fin (5 à 20 nm de diamètre) possédant une énergie de quelques keV à 50 keV est généré par un canon à électrons et balaie la surface de l'échantillon grâce à un système de déflection. Les électrons du faisceau vont perdre leur énergie par collisions multiples avec les atomes du matériau générant ainsi de nombreuses radiations. Celles-ci sont captées par un détecteur spécifique. Une image de l'échantillon est reconstituée à partir du signal du détecteur (Fig.III.3) [90].

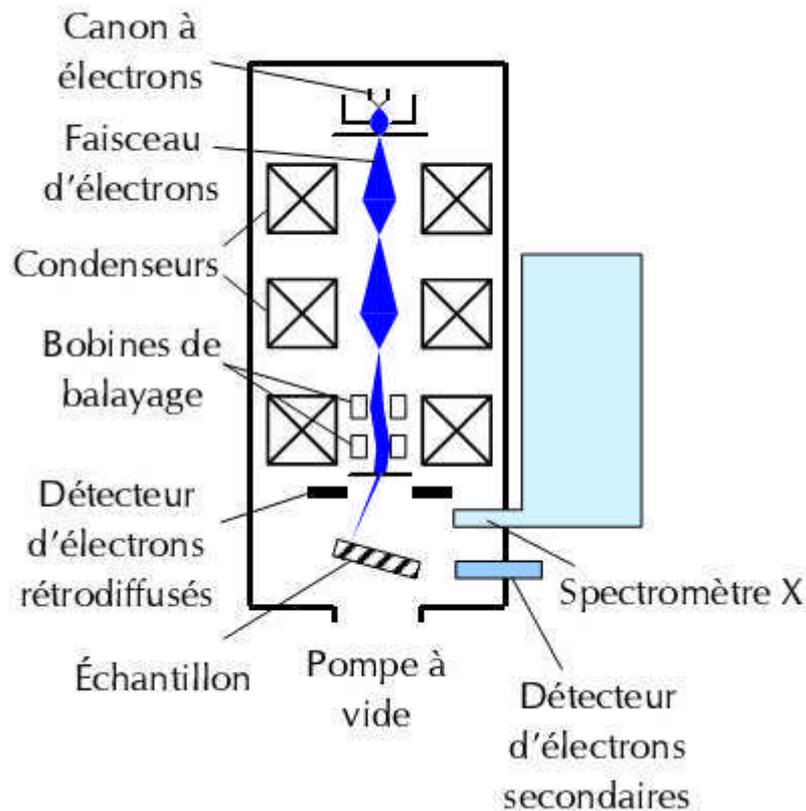


Figure III.3: Principe du microscope électronique à balayage [90].

- L'imagerie en électrons rétrodiffusés, e_r , qui proviennent d'interactions élastiques entre les électrons incidents et les atomes sous la surface ; leur énergie est voisine de celle des électrons incidents, e_0 , et ils sont engendrés jusqu'à une profondeur de l'ordre de $1 \mu\text{m}$ sous la surface. L'intensité de l'émission des électrons rétrodiffusés est fonction de l'orientation de la surface par rapport au faisceau incident et du numéro atomique des éléments qui la composent.
- L'imagerie en électrons secondaires, e_s , produits par des chocs inélastiques entre les électrons incidents et les atomes de l'échantillon; leur énergie est inférieure à 50eV , et ils proviennent d'une zone située à moins de $0,1\mu\text{m}$ de la surface ; l'intensité des électrons secondaires est principalement fonction de l'orientation de la surface ;
- Des électrons Auger créés par l'interaction des électrons incidents et des électrons des sous-couches électroniques des atomes ; leur distribution spectrale est fonction des éléments qui composent la surface ; ils proviennent des toutes premières couches atomiques de la surface (à moins de 1nm) et sont utilisés pour faire des analyses chimiques superficielles (spectroscopie Auger).

- Analyse chimique élémentaire par spectrométrie de rayons X : Lorsqu'un atome est ionisé, il se désexcite; un électron d'une couche supérieure descend occuper la place laissée vacante par un électron secondaire émis, ce qui provoque l'émission d'un photon X. L'énergie des rayons X émis lors de la désexcitation des atomes dépend de leur nature chimique (ce sont les raies caractéristiques). En analysant le spectre des rayons X, on peut avoir une analyse élémentaire, c'est-à-dire savoir quel type d'atomes est présent au sein de la surface (jusqu'à une dizaine de micromètres de profondeur). Le faisceau balayant l'écran, on peut même dresser une cartographie chimique, avec toute fois une résolution très inférieure à l'image en électrons secondaires (de l'ordre de $3\mu\text{m}$).

L'échantillon est placé dans la chambre du MEB sous vide afin d'éviter l'oxydation éventuelle du substrat et surtout la déviation des électrons par les molécules d'air. Un faisceau d'électrons est généré par un canon à électrons (filament de Tungstène chauffé) puis focalisé et dévié par différentes bobines électromagnétiques (appelées « lentilles électromagnétiques » par analogie avec la microscopie optique) de manière à balayer toute une surface de l'échantillon à étudier. Ces électrons projetés vont interagir avec les atomes de l'échantillon sur une profondeur pouvant atteindre plusieurs micromètres à l'intérieur d'une zone qu'il est coutume de nommer la « poire d'interaction » en raison de sa forme (Fig. III.4). Ces interactions, de différents types, définissent les différents modes d'imagerie [91].

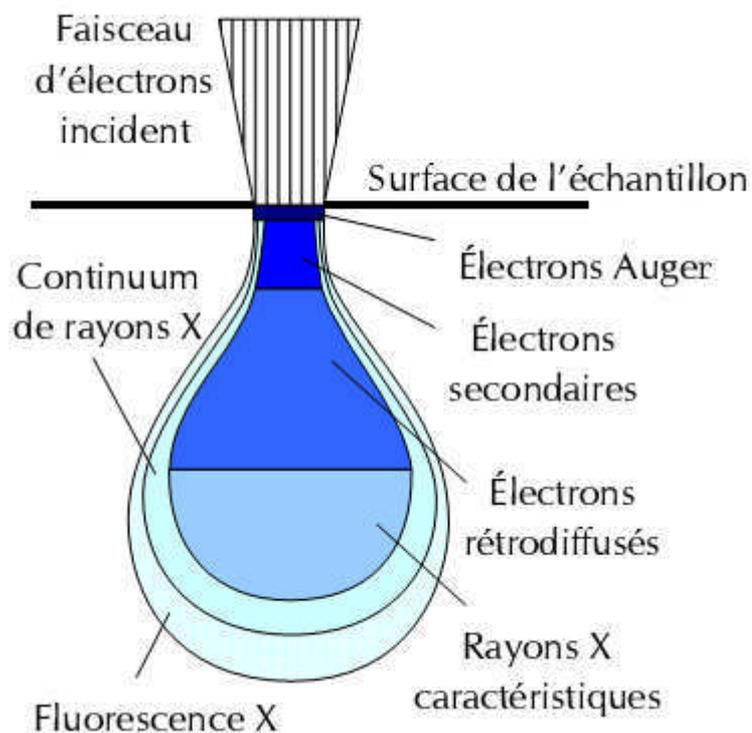


Figure III.4: Poire d'interaction dans un MEB [91].

III.5.6 EBSD (Electron Back Scattered Diffraction)

La technique EBSD est installée sur un microscope électronique à balayage pour caractériser l'orientation des grains. Les cartographies d'EBSD, sont faites au laboratoire de synthèse, propriétés et modélisation, SP2M - ICMMO à l'université de Paris-sud. Elle présente l'avantage de donner une corrélation entre la microstructure et la texture. Cette technique nous a permis de caractériser les microstructures de déformation, les premiers germes de recristallisation (à l'échelle de la technique) ainsi que les états complètement recristallisés. La reconstruction de la microstructure est fondée sur l'indexation de diagrammes de Kikuchi.

Principe de formation des bandes de Kikuchi Lorsqu'un faisceau d'électrons traverse un solide cristallin, il se produit un phénomène de rétrodiffusion dans toutes les directions. Certains électrons rétrodiffusés peuvent obéir à la loi de Bragg pour des familles de plans $\{hkl\}$ et ainsi, diffracter à un angle. Ils sortent de l'échantillon selon des directions contenues sur la surface d'un cône dont l'axe est normal aux plans diffractants et le demi-angle au sommet est égal à $90^\circ - \theta$. Chaque famille de plans atomiques donne lieu à deux cônes de diffraction, un de chaque côté de la source diffractant (Figure III.5). Cependant, comme l'angle de Bragg en diffraction électronique est de l'ordre de $0,5^\circ$ pour les plans de bas indice, les lignes de réflexion apparaissent rectilignes et proches l'une de l'autre, formant ainsi un diagramme de bandes de Kikuchi dont la largeur représente un angle de 2θ et dont le plan médian correspond à la trace du plan diffractant. Sur un écran de phosphore, on obtient un diagramme de diffraction constitué de pseudo-bandes de Kikuchi. L'intersection de ces plans correspond à un axe de zone. La mesure permet ainsi d'indexer les lignes dans le cas où la structure du matériau est connue et de déterminer l'orientation des plans cristallographiques [92]. Les lignes de Kikuchi formées par les électrons rétrodiffusés sont détectées par une caméra CCD. L'échantillon est incliné de 70° par rapport au plan horizontal afin d'améliorer le taux d'émission des électrons rétrodiffusés [93].

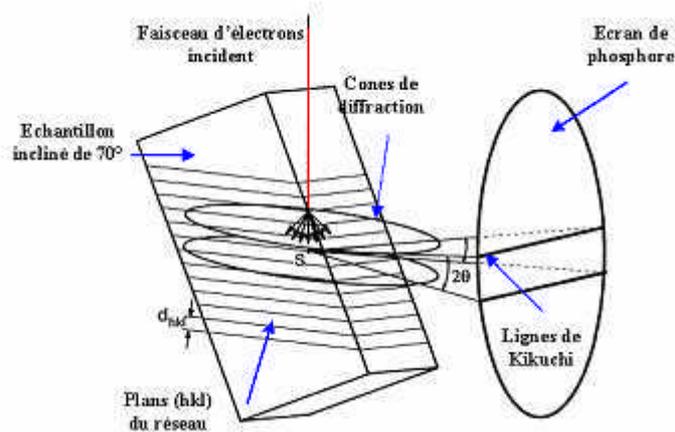


Figure III.5: Cônes de diffraction des électrons. Formation de lignes de Kikuchi sur un écran de phosphore [94].

Le traitement des données est effectué à l'aide du programme OIM (Orientation Imaging Microscopy) de la compagnie TSL, qui indexe automatiquement les diagrammes de diffraction. Le logiciel permet aussi d'associer à chaque diagramme de diffraction plusieurs paramètres tels que l'indice de confiance et l'indice de qualité. L'indice de qualité (q) est relié à la netteté des diagrammes de Kikuchi. Ainsi, une valeur faible de l'indice de qualité correspondra à une zone écroûie et une valeur élevée correspondra à des zones restaurées ou recristallisées. Il est alors possible de séparer à partir des cartographies EBSD les grains recristallisés de la matrice déformée ; cela permet de déterminer facilement la fraction des grains recristallisés ainsi que leurs orientations.

L'indice de confiance (CI), représentant le degré de confiance avec lequel l'orientation a été calculée, prend des valeurs comprises entre 0 et 1. En général, une valeur de CI supérieure à 0,2 correspond à un diagramme de diffraction bien indexé. Les mesures ont été réalisées sur une grille hexagonale permettant une meilleure reconstruction de la microstructure. L'acquisition des données est faite avec un pas de $0,5 \mu\text{m}$ (mesure d'environ 185000 points) pour les états déformés et revenus, sur une zone de $200 \times 200 \mu\text{m}^2$. Plusieurs cartographies ont été mesurées par EBSD pour chacun des états déformés et revenus dans le plan (DL, DT) perpendiculaire à l'axe de tréfilage.

III.5.7 Diffraction des neutrons

La technique de diffraction de neutrons a été utilisée pour mesurer les figures de pôles directes. Le principal avantage de la diffraction de neutrons par rapport à la diffraction des rayons X pour l'analyse des textures résulte dans le fait que les coefficients d'absorption des neutrons thermiques pour les matériaux étudiés sont en général beaucoup plus faibles que ceux relatifs aux rayonnements X (dans un rapport 10^3 à 10^4), ce qui permet une forte

pénétration dans la matière. La technique de diffraction de neutrons consiste à mesurer la variation d'intensité diffractée par la famille des plans $\{hkl\}$ donné en fonction de l'orientation de l'échantillon polycristallin lorsque la loi de Bragg est satisfaite [95].

III.5.8 Microdureté

Elle permet la mesure de la dureté des matériaux sans les endommager. La dureté d'un métal est définie comme la résistance qu'il oppose à la pénétration d'un autre corps plus dur que lui. Pour des conditions expérimentales données, la dureté du métal est d'autant plus grande que la pénétration du corps est plus faible. Les mesures de la microdureté ont été faites au niveau du laboratoire des sciences et génie des matériaux (LSGM) de l'université USTHB Alger, sur les échantillons après observation au microscope, selon la méthode de Vickers.

La microdureté Vickers consiste à enfoncer un pénétrateur en diamant de forme pyramidale droite à base carrée et d'angle au sommet de 136° comme montré par la figure III.6.

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

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

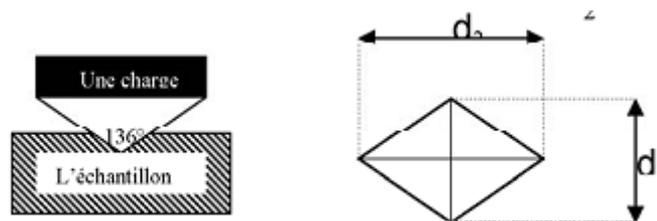


Figure III.6: Représentation schématique de l'essai de Vickers.

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

$$\text{HV} = 1,854 (F/d^2) \dots\dots\dots\text{(III.1)}$$

Avec :

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

III.5.9 Essai de traction

L'essai de traction est le procédé expérimental le largement plus utilisé dans l'étude du comportement mécanique des métaux et alliages. Il consiste à appliquer à une éprouvette, un effort de traction et à mesurer l'allongement correspondant, ou bien à imposer un allongement et à mesurer l'effort de traction.

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

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

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



Figure III.7: La machine de traction Zwick/Roell (Z 100).

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

Les différents domaines de la courbe de traction sont :

- La phase élastique.
- La phase plastique.
- La phase de striction.
- La rupture.

Les déformations de l'éprouvette sont permanentes et irréversibles.

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

1. Limite élastique R_e

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

$$R_e = \frac{F_e}{S_0} \dots\dots\dots (III.2)$$

2. Résistance à la rupture R_r

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

$$R_r = \frac{F_r}{S_0} \dots\dots\dots (III.3)$$

3. Allongement à la rupture $A\%$

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

$$L_r = L_u - L_0 \dots\dots\dots (III.4)$$

D'où

$$A\% = \frac{L_u - L_0}{L_0} \times 100 \dots\dots\dots (III.5)$$

III.5.10 Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X a permis d'identifier les phases présentes dans le matériau étudié à l'état de réception, après déformation et après le traitement thermique. L'analyse de phases par diffraction des rayons X s'effectue à l'aide d'un diffractomètre un diffractomètre automatique de type, **D8 ADVANCE (BRUKER)**, du laboratoire d'analyse par RX de l'Université de Biskra, équipé d'un détecteur à localisation linéaire et connecté à un système informatique doté d'un logiciel d'analyse de phases interfacé au fichier PDF.

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

$$2d_{hkl} \sin \Theta = n \lambda \quad (\text{loi de Bragg}) \dots\dots\dots (III.6)$$

- Facteur de structure $F_{hkl} \neq 0$
- n : Ordre de diffraction.
- λ : Longueur d'onde du faisceau de rayons X.
- d : Distance de deux plans réticulaires.
- Θ : Angle d'incidence des rayons X.
- P1, P2, P3, etc. ... : sont les plans de cette famille ; θ est l'angle de Bragg.

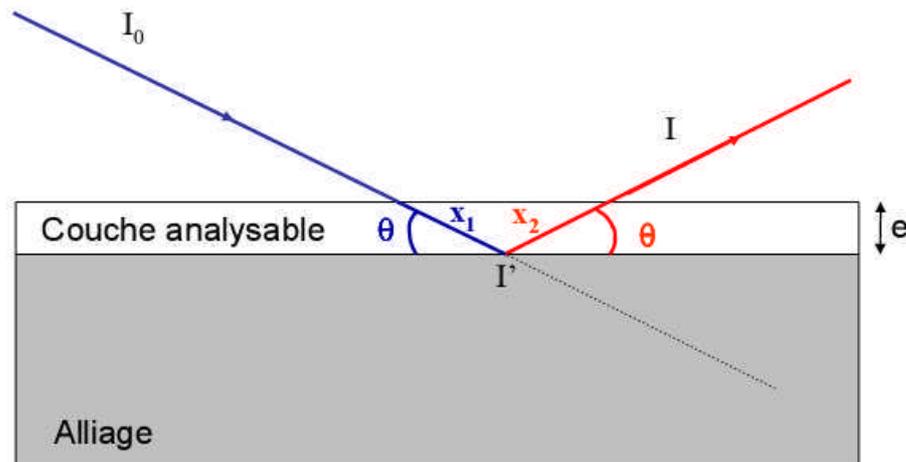


Figure III.8: Schéma de diffraction de rayons X par une famille de plans réticulaires.

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

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

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

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

Les limites de détection de cette méthode qui a un seuil de détection de l'ordre de 3 à 5% en volume, ne permettent pas d'identifier la nature des différents précipités présents dans la couche de diffusion, ainsi seule la couche de combinaison peut être correctement analysée [96].

Les échantillons polis à des profondeurs allant de 0 à 300 μm , par pas de 5 à 20 μm ont été exposés aux rayons X. Pour l'identification des phases, les paramètres opératoires utilisés sont :

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

III.5.10 Résistivité électrique

La résistivité électrique est une caractéristique intrinsèque des matériaux. Cette grandeur est étroitement liée au pouvoir thermoélectrique des matériaux métalliques et dépend, elle aussi, fortement de l'état microstructural du métal considéré. Les essais de la résistivité électrique ont été faits au niveau du laboratoire de l'entreprise EN.I.CA.B de Biskra. L'objectif de cette mesure est de présenter les divers paramètres influençant la résistivité électrique ainsi que le dispositif de mesure utilisé dans cette étude.

III.5.10.1 Paramètres influençant la résistivité électrique

La résistivité électrique est fonction à la fois de la température de mesure et de la microstructure du matériau considéré. Ces différentes influences peuvent être résumées par la loi dite de Mathiessen selon laquelle la résistivité totale d'un métal est égale à la somme des contributions provenant des vibrations thermiques (ρ_T), des atomes de soluté (ρ_i) et dans une moindre mesure de la densité de dislocations (ρ_d), ces deux dernières composantes étant indépendantes de la température (équation III.7).

$$\rho = \rho_T + \rho_i + \rho_d \dots\dots\dots (III.7)$$

III.5.10.2 Influence de la température

La résistivité est une fonction croissante de la température car l'augmentation de cette dernière induit une vibration de plus grande amplitude des atomes du réseau, gênant ainsi le mouvement des électrons de conduction. Dans un intervalle de température relativement réduit (par exemple entre 0°C et 100°C), il est possible de considérer la composante thermique de la résistivité comme linéaire :

$$\rho_T = \rho_0 + \alpha(T - T_0) \dots\dots\dots (III.8)$$

Où ρ_T est la résistivité du métal considéré à la température T , ρ_0 est la résistivité à la température de référence, α est le coefficient de température dans l'intervalle $T - T_0$.

L'effet de la température autour de 20°C sur la résistivité électrique d'un échantillon d'acier perlitique écroui et vieilli 4 heures à 150°C est illustré sur la figure III.9. L'évolution linéaire avec la température est bien confirmée et montre la nécessité de maîtriser la température de mesure pour éviter les fluctuations et limiter les incertitudes de mesures. Ainsi, une fluctuation de température de 1°C entrainera une variation de résistivité de $0,055 \mu\Omega\cdot\text{cm}$. Il apparaît alors nécessaire de réguler la température très précisément (au moins à $\pm 0,1^\circ\text{C}$) du fait des très faibles variations de résistivité mises en jeu par les évolutions microstructurales [97].

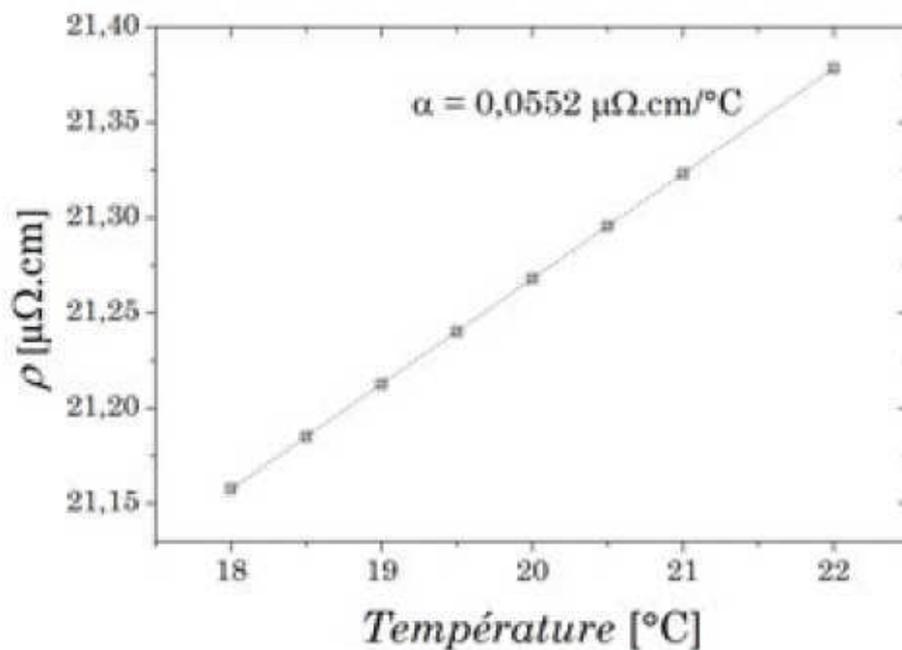


Figure III.9: Evolution de la résistivité électrique d'un acier perlitique écroui à $\varepsilon = 3,42\%$ et vieilli 4h à 150°C avec la température autour de 20°C .

III.5.11.3 Influence des éléments en solution

La résistivité intrinsèque la plus basse d'un métal est celle mesurée dans un réseau cristallin parfait sans impureté. L'ajout d'atomes étrangers entraîne une augmentation de la résistivité par déformation du réseau. Cet effet des atomes de soluté est directement proportionnel à leur concentration dans le métal de base et dépend de la nature du soluté considéré. La contribution de différents éléments d'alliage a ainsi été mise en évidence expérimentalement [98], et leur a permis de proposer une relation empirique (relation III.9) reliant la résistivité à 300 K d'un acier ultra-bas carbone avec sa teneur en divers solutés.

$$\rho(\mu.\text{cm}) = 9,9 + 30 \times [\text{C} + \text{N}] + 6 \times [\text{Mn}] + 12 \times [\text{Si}] + 14 \times [\text{P}] - 10 \times [\text{S}] + 1 \times [\text{Co}] + 2,9 \times [\text{Ni}] + 5,5 \times [\text{Cr}] + 2,8 \times [\text{Mo}] + 1,3 \times [\text{W}] + 3,3 \times [\text{V}] + 6,4 \times [\text{Ti}] + 3,9 \times [\text{Cu}] + 13 \times [\text{Al}] \dots\dots\dots (\text{III.9})$$

L'emploi de cette formule empirique se justifie seulement dans le cas d'éléments résiduels en solution solide, dans une gamme de concentration inférieure à leur limite de solubilité 2. Toutefois, elle permet d'évaluer le sens et l'ordre de grandeur de l'influence des solutés sur la résistivité.

III.5.10.4 Influence de l'écroutissage

L'augmentation de la densité de dislocations induite par l'écroutissage perturbe aussi le réseau cristallin. Cet état perturbé est également moins favorable à la circulation des électrons de conduction augmentant ainsi la résistivité électrique. Toutefois, cette contribution est mineure devant celle des solutés. En effet, la résistivité spécifique des dislocations ρ_d a été estimée à $10^{-12} \mu.\text{cm}^3$. Or, dans le cas de la ferrite, il est courant de considérer que la densité de dislocations, α_d , maximale admise est de 10^{12} cm^{-2} [99]. Celle-ci induirait alors une augmentation maximale de 1 $\mu.\text{cm}$ seulement d'après la relation suivante :

$$\rho_d = \alpha_d \cdot \Lambda \dots\dots\dots (\text{III.10})$$

CHAPITRE IV

Résultats et Discussions

Partie 1 : Etude de comportement des fils tréfilés

IV.1.1 Introduction

Lorsque les déformations sont importantes, la microstructure et les propriétés mécaniques et électriques de matériau sont affectées. Le but de cette partie est de caractériser par plusieurs techniques le système durcissant mis en jeu, afin de mieux comprendre l'influence de la déformation plastique sur la microstructure sur la structure globale.

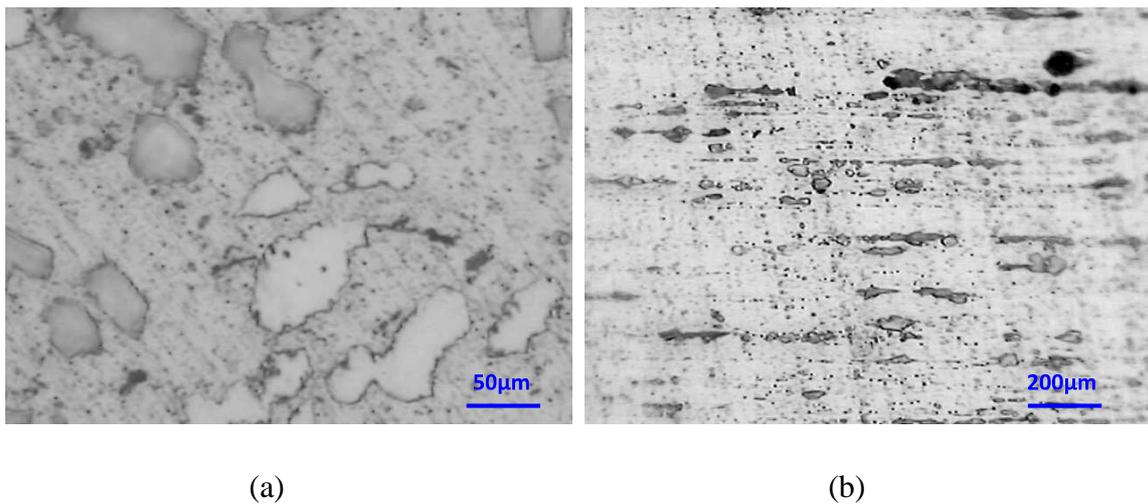
IV.1.2 Microstructure

IV.1.2.1 Microscopie optique

L'alliage 6101 étudié est obtenu du procédé de coulée en continue, ce qui peut induire une anisotropie des grains tant au niveau de leur forme que de leur taille. Les observations au MO en lumière polarisée des échantillons de cet alliage, révèlent des grains d'une taille moyenne de 80 – 100 μm dans le plan transverse (fig. IV.1 a). Dans le plan longitudinal, la taille des grains est de l'ordre de 200 μm (fig. IV.1.b). Les figures IV.1-4 représentent la microstructure de l'alliage de provenance industrielle, elles révèlent la présence de deux type de particules intermétalliques, une grise et l'autre sombre, ces particules ont une dimension environ 10 μm selon C. Blanc [100] ces particules se forment lors de la décomposition de l'eutectique pendant la solidification, celles-ci contiennent souvent du fer ($\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$) et $(\text{Fe}, \text{Mn})\text{Al}_6$, nous pensons que c'est le cas, car le fer forme des particules intermétallique avec l'aluminium et les autres éléments d'addition présent dans les alliages d'aluminium.

La majeure partie du magnésium se retrouve en solution solide et le reste sous forme de composé Mg_2Al_3 . Cependant, surtout pour les alliages écrouis, un séjour prolongé à la température ambiante ou à une température un peu plus élevée provoque une précipitation de Mg_2Al_3 aux joints de grains [101].

La figure IV.1 présenté la microstructure de fil machine de nuance 6101, observée au microscope optique avec différents grossissement. Sur les faces 1 et 2 présentés sur la figure IV.2, les zones noires sont des précipités de Mg_2Al_3 qui se forment au niveau des joints de grains. Les zones blanches correspondent aux grains que l'on peut deviner, leurs tailles varient entre 20 et 50 μm .



**Figure IV.1: Microstructure optique de fil machine de l'alliage 6101,
a) coupe transversale et b) coupe longitudinale.**

On observe dans la figure IV.2 des particules très fines pouvant être attribuées à des dispersoïdes.

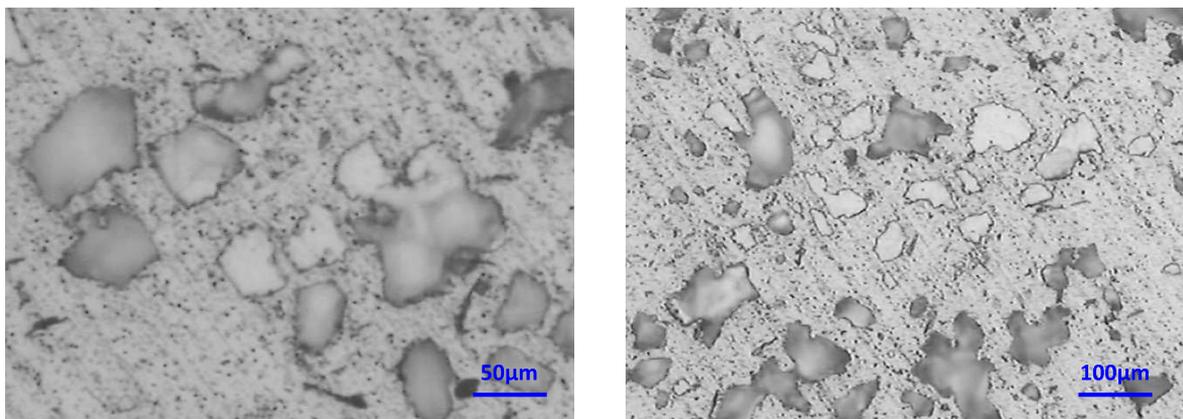


Figure IV.2: Microstructure optique de fil déformé à $\epsilon_1= 21\%$.

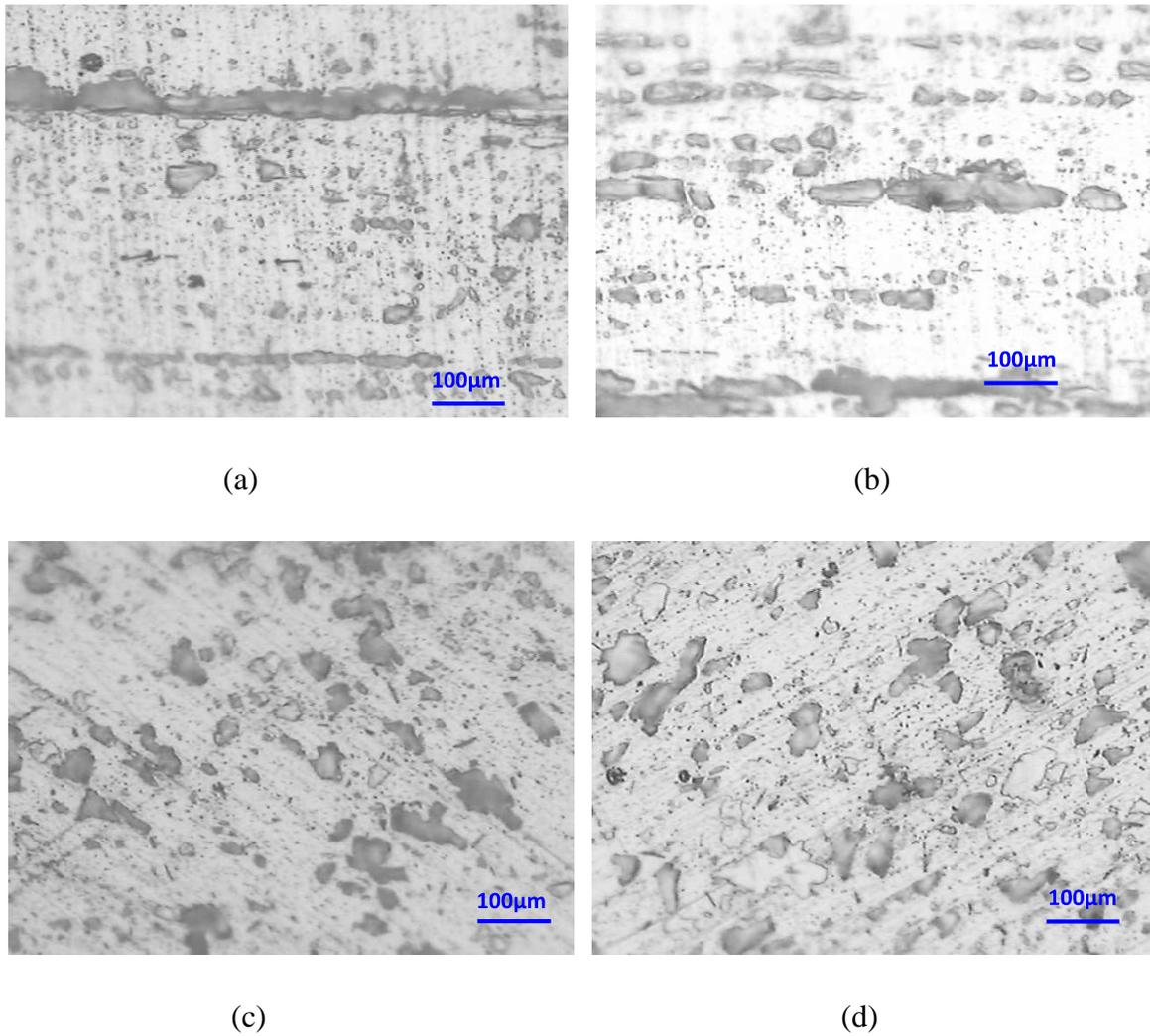


Figure IV.3: Microstructure optique de fil déformé $\epsilon_2 = 69\%$; a) et b) coupes longitudinales, c) et d) coupes transversales.

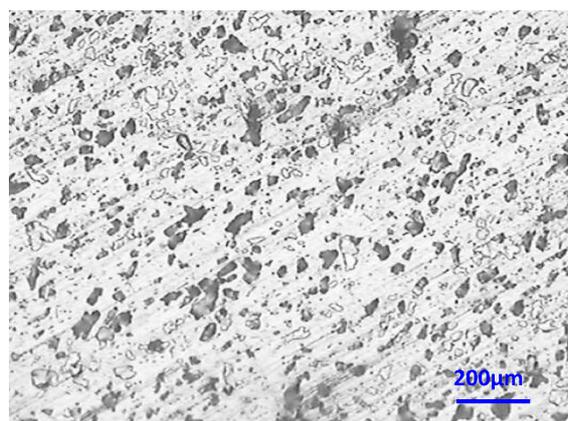


Figure IV.4: Microstructure optique de fil déformé $\epsilon_3 = 87\%$.

Pour conclure, l'observation de plusieurs échantillons nous permet d'avancer que des précipités sont présents sur les grains. La précipitation observée sur le matériau de l'étude est comparable à celle décrite dans la littérature [102].

IV.1.2.2 Observation en microscopie électronique à balayage

Des observations complémentaires au MEB ont permis de définir la présence de nombreux intermétalliques déjà observables au MO en lumière polarisée. Les figures suivantes, montrent les micrographies des échantillons respectivement, de fil machine et fil déformé à $\epsilon_3 = 87\%$, obtenues par microscopie électronique à balayage (MEB). Ces micrographies, révèlent la présence de particules de petites tailles sombres, grises et blanches, de forme aléatoire, et réparties aléatoirement dans la matrice. Ces précipités se présentent sous forme de bâtonnet de $4 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$ ou sous forme globulaire de diamètre moyen $3\text{-}4 \mu\text{m}$ (figure IV.5). Dans le plan longitudinal, les précipités sont alignés selon la direction de tréfilage (figure IV.6.a). Pour déterminer la composition chimique de ces précipités, il est nécessaire d'effectuer l'analyse par EDAX (Energy Dispersive X-ray analysis). D'après la micro-analyse chimique des précipités effectués sur ces échantillons, le précipité est le Mg_2Si .

L'analyse par MEB a permis de mettre en évidence, par contraste de couleurs, les porosités. F. Bron [4] a montré, grâce à la tomographie X, qu'il existe des cavités et que celles-ci ne sont pas le résultat du polissage.

Les observations faites montrent aussi que le matériau contient autres hétérogénéités, telle que de grosses phases uniformément réparties de façon homogène et d'une taille moyenne 200nm qui doit être des dispersoïdes, qui apparaissent en noir sur la figure IV.5.

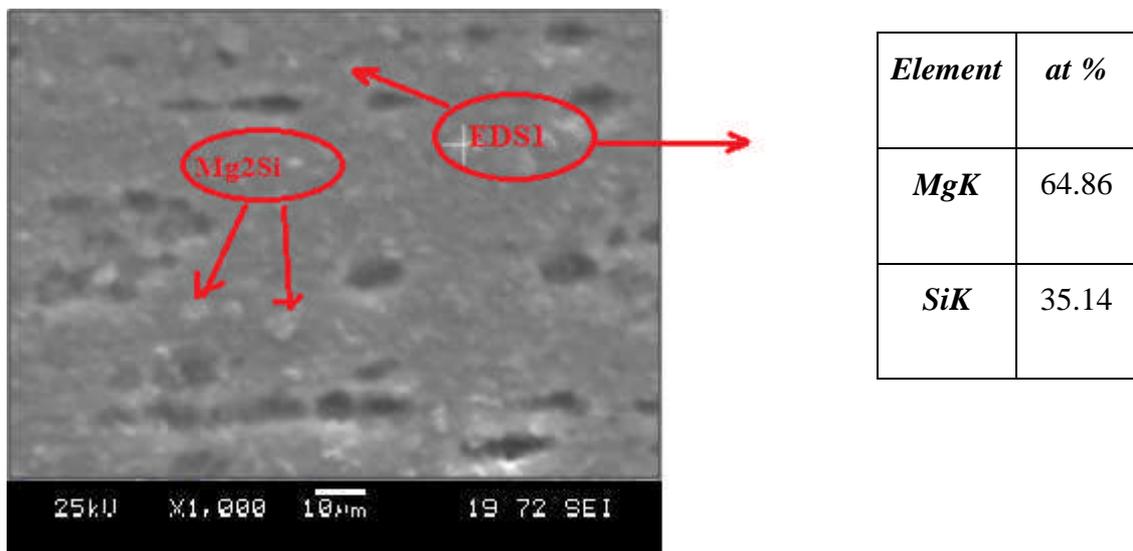
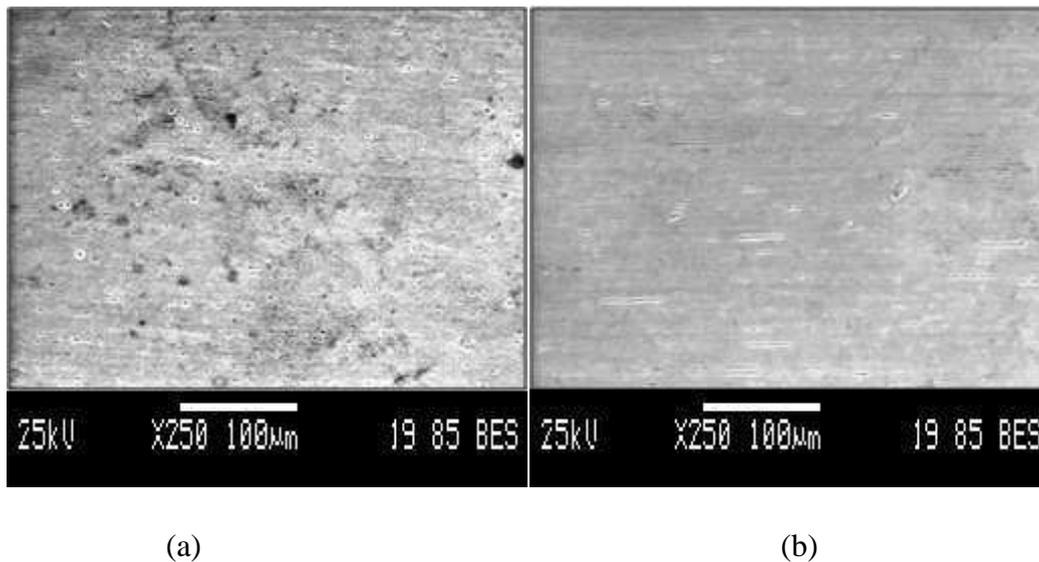


Figure IV.5: Observation au MEB de la microstructure du fil machine.



<i>Element</i>	<i>FeL</i>	<i>CuL</i>	<i>MgK</i>	<i>AlK</i>	<i>SiK</i>
<i>at %</i>	00.22	00.36	01.36	97.18	00.55

Figure IV.6 : Observation au MEB de la microstructure du fil déformé $\epsilon = 87\%$, (a) coupe transversale et (b) coupe longitudinale, avec micro-analyse chimique EDS de l'échantillon.

IV.1.2.3 Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X a permis d'identifier les phases présentes dans le matériau étudié à l'état de réception et après la déformation.

La figure IV.7 présente le diagramme de diffraction des rayons X expérimental du fil machine. Les spectres de diffraction des rayons X des échantillons étudiés montrent des intensités qui ont été normalisées de façon à ce que le pic le plus intense ait une intensité (100) en unités arbitraires (u.a). Selon les fiches ASTM, les pics enregistrés correspondent à la structure de la matrice α -aluminium (C.F.C.). La figure IV.7 montre le spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon à l'état initial. Diverses orientations ont été observées telles que α (111), α (200), α (220), α (311), α (222) avec une orientation dominante α (111), Ceci signifie l'existence d'une orientation privilégiée (texture), étant donné que cet alliage est un fil obtenu par le coulé en continue.

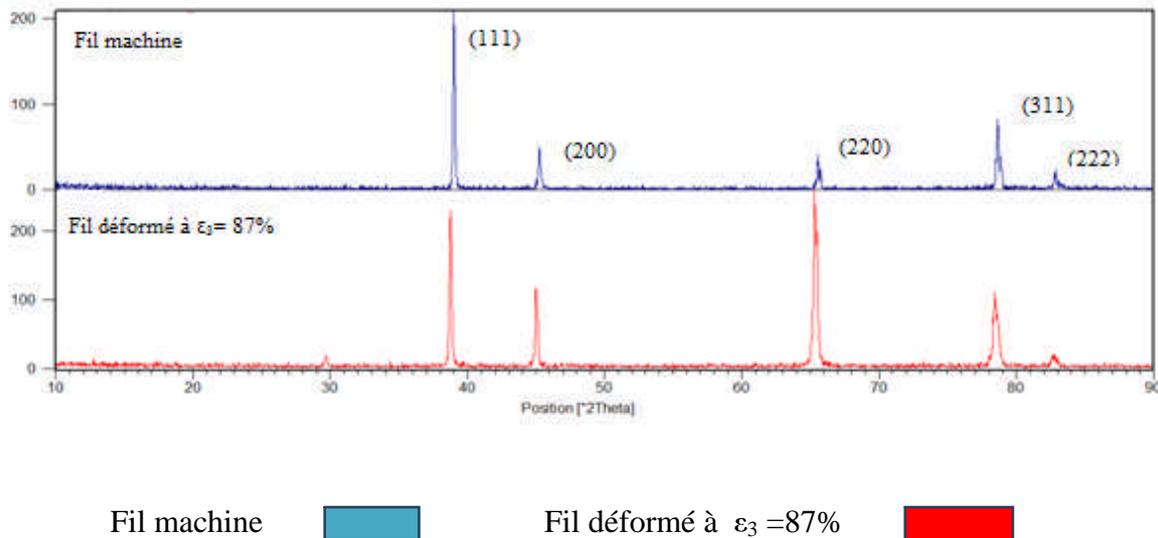
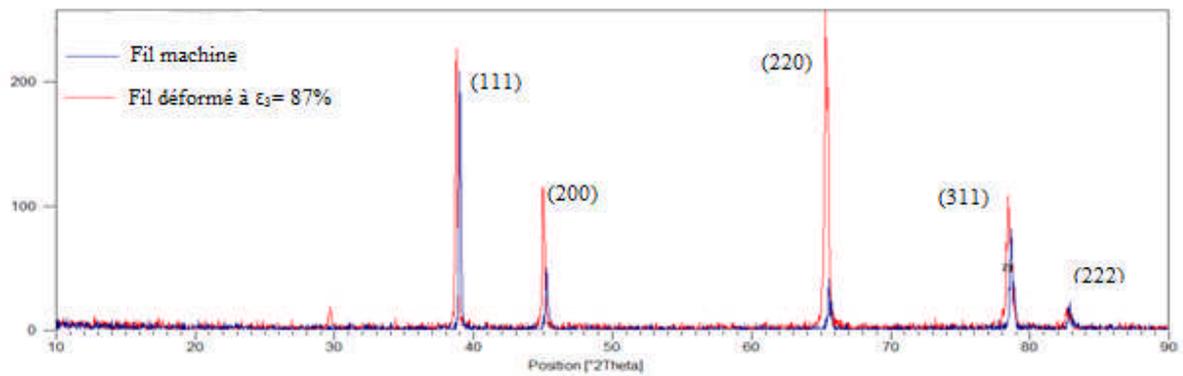


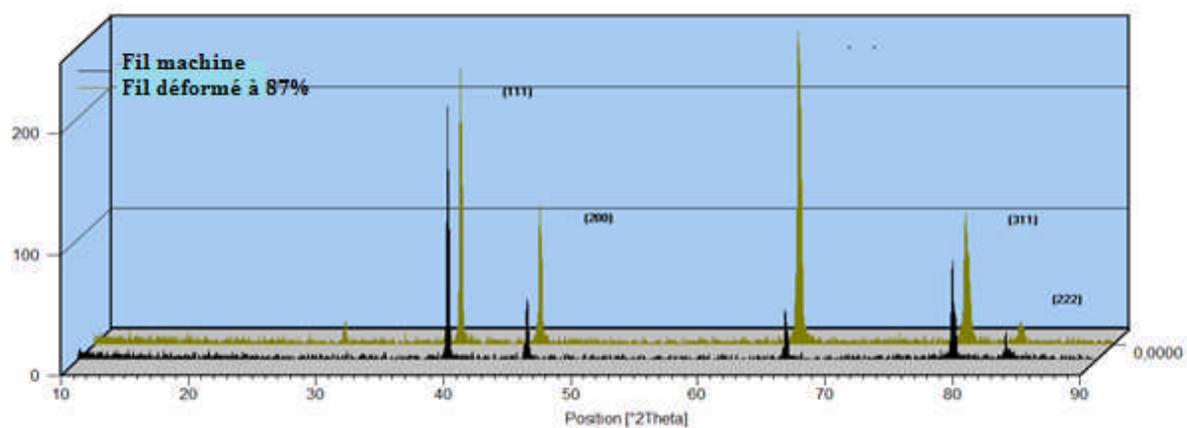
Figure IV.7: Spectre de rayon X du fil machine et fil déformé à 87%.

La figure IV.8, regroupe les spectres du fil machine avant déformation et le fil tréfilé à froid déformé à 87%, en deux et trois dimensions, pour une meilleure comparaison. On doit noter que parmi les conséquences immédiates de la déformation, la variation notable dans l'intensité des pics des spectres de diffraction ; Ainsi on remarque que presque tout les pics tendent de manière générale à augmenter d'intensité tels que (111), (200), (220) et (311), par contre l'intensité d'autres pics (222) tend à diminuer (fig. IV.8); cela peut être expliquer par la tendance des domaines diffractant (les grains ou les cristallites) à s'orienter dans une direction privilégiée, et à former une certaine texture de tréfilage. D. Cliffe [103] a montré que ces changements observés dans le spectre sont dus principalement au changement d'orientation des plans cristallographiques des grains causée par les dislocations, les défauts d'empilements et la courbure des plans. Dans notre cas, nous avons observé deux phénomènes : Premièrement, l'augmentation des pics avec la déformation, sauf le pic (222) qui diminue, par rapport aux autres pics du spectre (Fig.IV.8), c'est-à-dire, il y a une désorientation des grains sous l'effet du procédé de tréfilage, où les grains tendent à s'orienter dans le sens de l'axe de tréfilage.

D'autre part, un phénomène d'élargissement des pics au cours de la déformation a été observé. Cet élargissement des pics est dû à l'affinement des grains après le procédé de tréfilage et à l'augmentation des contraintes internes au niveau de la structure comme montré par K. Hono et al. [104].



(a)



(b)

Figure IV.8: comparaison entre les Spectre de rayon X du fil machine et du fil déformé à $\varepsilon_3 = 87\%$; a) en 2D et b) en 3D.

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

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

IV.1.3 Evolution des propriétés des fils en fonction de la déformation

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

Tableau IV.1: L'évolution des caractéristiques des fils en fonction du taux de déformation ($\varepsilon\%$).

Diamètres des fils \varnothing (mm)		Taux de déformation ε (%)	Charge à la rupture R_m (MPa)	Microdureté (HV)	Allongement A(%)	Résistivité électrique ($\Omega \cdot \text{mm}^2/\text{m}$)
Fil- machine	9,5	0	235	71	15	0,03271
1 ^{ère} passe	8,43	21	304	89	9	0,03362
5 ^{ème} passe	5,29	69	320	97	6	0,03494
9 ^{ème} passe	3,45	87	362	111	4	0,03508

IV.1.3.1 Mesures de la microdureté

Dans le premier temps, le durcissement structural a été caractérisé à l'aide d'un microduromètre. Cette technique permet de comparer facilement et rapidement les propriétés mécaniques de différents états métallurgiques. Elle est donc particulièrement adaptée à notre étude et a permis de déterminer la cinétique de précipitation durcissante de notre alliage.

Les mesures sont réalisées sur une coupe transverse des fils. Les échantillons sont polis mécaniquement sur papier abrasif puis avec pate diamantés 1 μm . On mesure une dureté Vickers HV 0.5, c'est-à-dire avec une masse de 500 grammes a été choisie, pour maximiser les écarts de tailles d'empreinte, entre différents états.

La variation de la microdureté en fonction du taux de déformation est représentée dans le tableau IV.4 puis tracée sur la figure IV.9. Cette dernière montre l'augmentation importante de la microdureté en fonction du taux de déformation. Au cours de tréfilage, nous avons une déformation plastique qui est à l'origine d'un mouvement des dislocations. Sous l'effet combiné de la force de traction appliquée au fil et de la compression latérale qui apparaît le long des parois de la filière comme une force de réaction, nous aurons une création d'autres dislocations qui interceptent le plan de glissement des dislocations mobiles. Ce phénomène est appelé durcissement structural par écrouissage.

Tableau IV.2: Evolution de la microdureté des fils en fonction du taux de déformation ($\epsilon\%$).

Taux de déformation	$\epsilon_0 = 0\%$	$\epsilon_1 = 21\%$	$\epsilon_2 = 69\%$	$\epsilon_3 = 87\%$
Hv (Kg/mm ²)	71	89	97	111

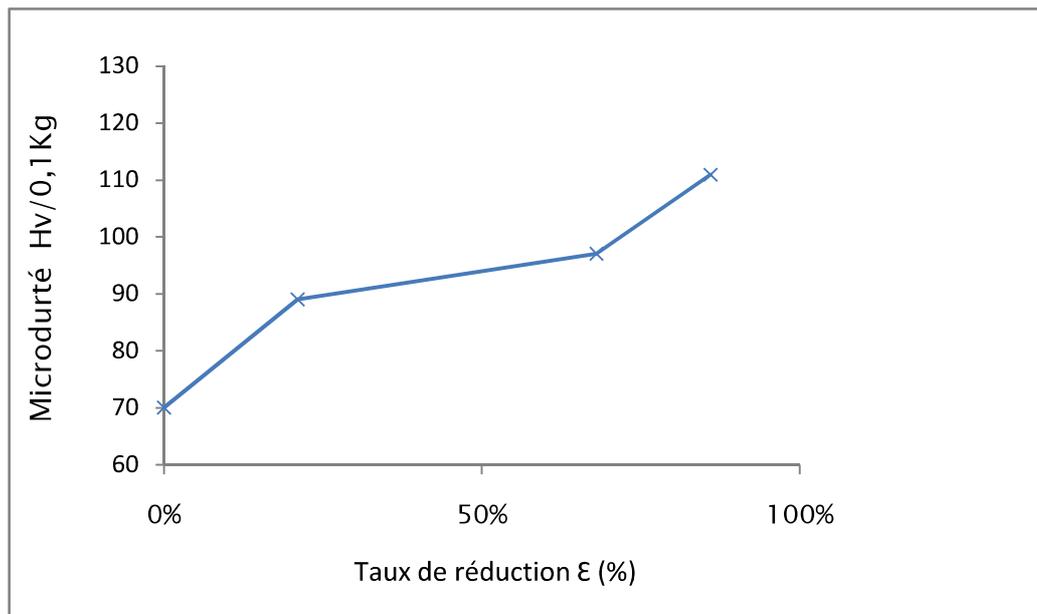


Figure IV.9: Courbe de variation de la microdureté Vickers en fonction du taux de réduction par tréfilage à froid d'un fil d'alliage d'aluminium 6101.

IV.1.3.2 Essais de traction

Les essais ont été réalisés sur une machine *ZWICK/ROELL Z100 (ENICAB)*, munie d'un capteur de force 1000kg, la vitesse de déplacement de la rampe est maintenue constante, assurant une vitesse de déformation à peu près stable. Le déplacement est systématiquement mesuré à l'aide d'un extensiomètre. Les éprouvettes sont des fils tréfilés. Les essais ont été réalisés à température ambiante.

La figure IV.10 donne la variation de la résistance à la rupture. La courbe montre que la résistance à la rupture augmente en fonction du taux de déformation. Sa valeur atteint 363 MPa à $\epsilon_3 = 87\%$ après qu'elle était de 235 MPa à $\epsilon_0 = 0\%$.

L'écrouissage d'un métal ou alliage a pour effet d'augmenter sa dureté et sa résistance mécanique (résistance à la rupture et limite d'élasticité) mais, en contrepartie, de diminuer sa plasticité, c'est-à-dire son allongement à la rupture et son aptitude à la déformation (voir figure IV.11). En effet, la déformation à froid entraîne une importante augmentation de la densité de dislocations (i.e. énergie élastique stockée) dans le matériau. Il s'ensuit une hétérogénéité de la microstructure et de la texture cristallographique à l'intérieur des grains.

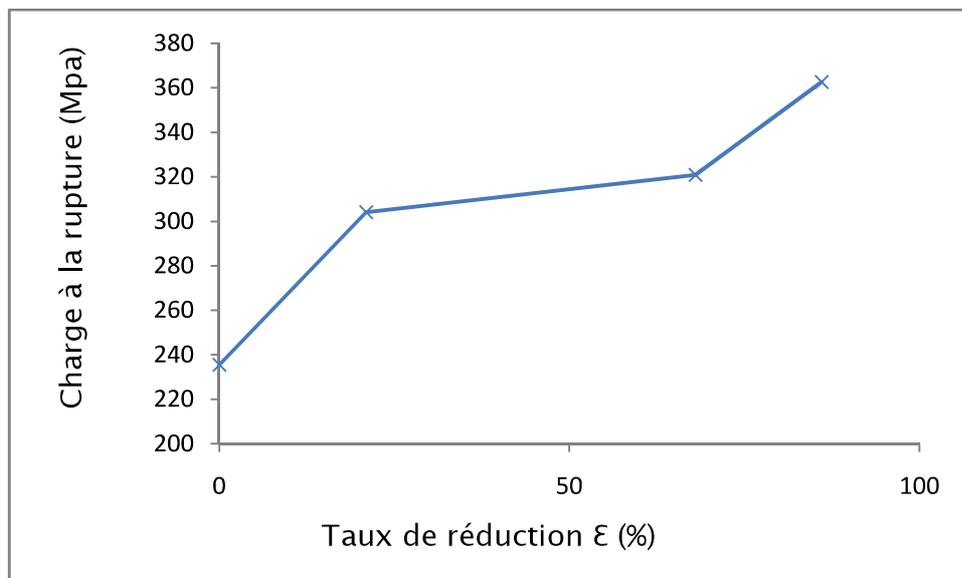


Figure IV.10: Courbe de variation de la résistance à la rupture en fonction du taux de réduction par tréfilage à froid d'un fil d'alliage d'aluminium 6101.

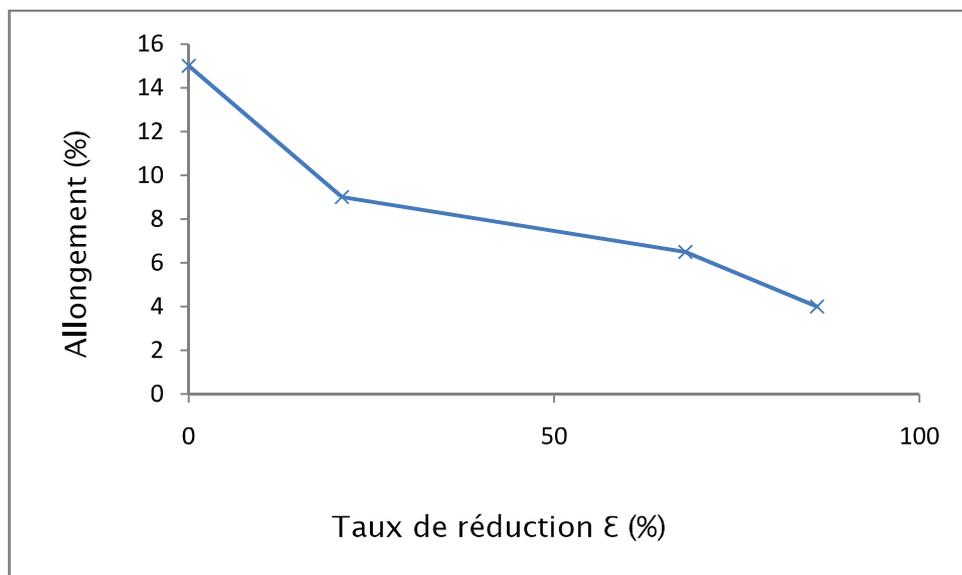


Figure IV.11: Courbe de variation de l'allongement en fonction du taux de réduction par tréfilage à froid d'un fil d'alliage d'aluminium 6101.

IV.1.3.3 Mesure de la résistivité électrique

La figure IV.12 illustre la variation de la résistivité électrique de l'alliage 6101 en fonction du taux de réduction. On remarque que plus on déforme le fil, plus la résistivité augmente. D'une manière simplifiée en admettant que la conductibilité électrique est due à la circulation des électrons dans le métal, elle se trouve donc en relation directe avec le nombre des « électrons libres » et avec leur liberté de circulation dans la masse du métal. Les électrons sont ralentis par leurs chocs avec les atomes et l'on conçoit que la résistivité électrique soit affectée par tout ce qui détruit la « continuité » de la matière, ceci à toutes les échelles : atomique, microscopique ou macroscopique. L'augmentation de la densité de dislocations induite par l'écroutissage perturbe aussi le réseau cristallin. Cet état perturbé est également moins favorable à la circulation des électrons de conduction augmentant ainsi la résistivité électrique. Dans notre cas, l'alliage a subi une forte déformation à froid, alors il est affecté par l'effet de l'écroutissage, qui perturbe profondément l'ordre du réseau cristallin et influe sur la résistivité électrique ce qui explique son augmentation progressive après chaque passe.

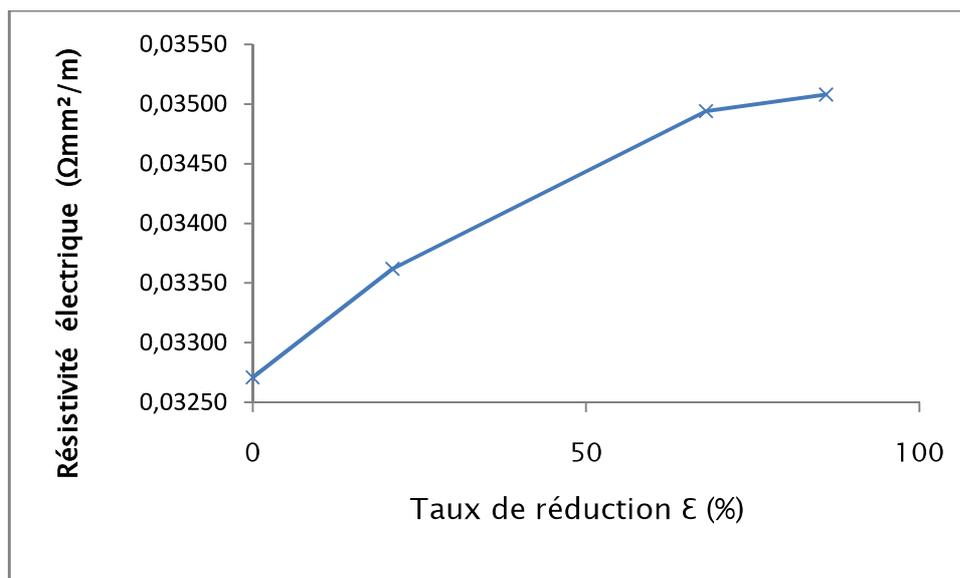


Figure IV.12: Courbe de variation de la résistivité électrique en fonction du taux de réduction d'un fil d'alliage d'aluminium 6101.

IV.1.4 Conclusions

Cette partie d'étude a été consacrée à l'effet de la déformation par tréfilage appliqué au fil machine d'Almelec de nuance 6101. Cette étude des fils tréfilés nous a permis de déduire les conclusions suivantes :

- la microstructure de l'alliage de provenance industrielle, la présence de deux types de particules intermétalliques grises et l'autre sombre ainsi que des précipitations observées sur le matériau de l'étude est comparable à celle décrite dans la littérature
- Ces précipités ont la forme globulaire ou bâtonnet, sont alignés selon la direction de tréfilage.
- D'après la micro-analyse chimique par EDAX, effectués sur ces échantillons des précipités, le précipité est le Mg_2Si .
- Les observations faites montrent aussi que le matériau contient autres hétérogénéités, telle que de grosses phases uniformément répartis de façon homogène qui doit être des dispersoïdes.
- L'analyse par MEB a montré la présence des porosités dans cet alliage.
- Les pics enregistrés après la diffraction des rayons X, du matériau étudié à l'état de réception et après la déformation, correspondent à la structure de la matrice α -aluminium.
- sous l'effet de déformation, il y a une désorientation des grains où les grains tendent à s'orienter dans une direction privilégiée et à former une certaine texture selon le sens de l'axe de tréfilage, il provoque un développement d'une texture fibreuse.
- Le tréfilage, provoque une augmentation importante de la microdureté, la résistance à la rupture et la résistivité électrique, par contre il y a une diminution de la plasticité, c'est-à-dire l'allongement à la rupture.

Partie 2 : Etude de comportement des fils tréfilés et revenus

IV.2.1 Introduction

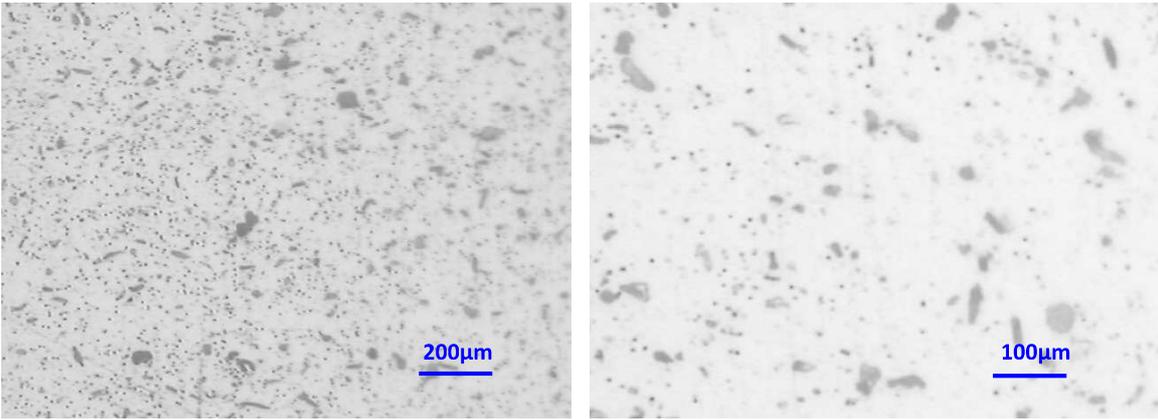
L'étude de l'influence des traitements thermiques sur l'alliage 6101 ayant subi une forte déformation est présentée dans cette partie. En effet, de nombreux matériaux utilisés dans l'industrie subissent, après une mise en forme à froid, des traitements thermiques dont le but est d'accélérer le processus de durcissement structural. On peut citer par exemple les revenus à basses températures, dont le but est d'améliorer les propriétés mécaniques et électriques des alliages. Cette partie présente les résultats obtenus après traitements thermiques de revenu. On a étudié l'influence combinée du taux de déformation et de la température sur la cinétique de durcissement structural. On terminera cette étude par le suivi de l'évolution de la microstructure des fils tréfilés et revenus.

IV.2.2 Etude de durcissement structural des fils tréfilés et revenus

IV.2.2.1 Caractérisation microstructurale

Différents auteurs ont montré que les durées et les températures des traitements thermiques avaient une influence sur les propriétés mécaniques des matériaux [101]. Or, les procédés de mise en forme des brins utilisés dans le câblage électrique peuvent varier d'un fournisseur à l'autre avec des durées et des températures de revenu qui peuvent être différentes. Il apparaît donc important de prendre en compte ces variations. Ainsi, en réponse à ces problématiques industrielles, et pour mieux comprendre l'effet du traitement thermique (revenu), on a traité le fil machine et les différents fils tréfilés à température $T=170^{\circ}\text{C}$ à différents temps de maintien, on mesure à chaque heure l'évolution des caractéristiques du matériau.

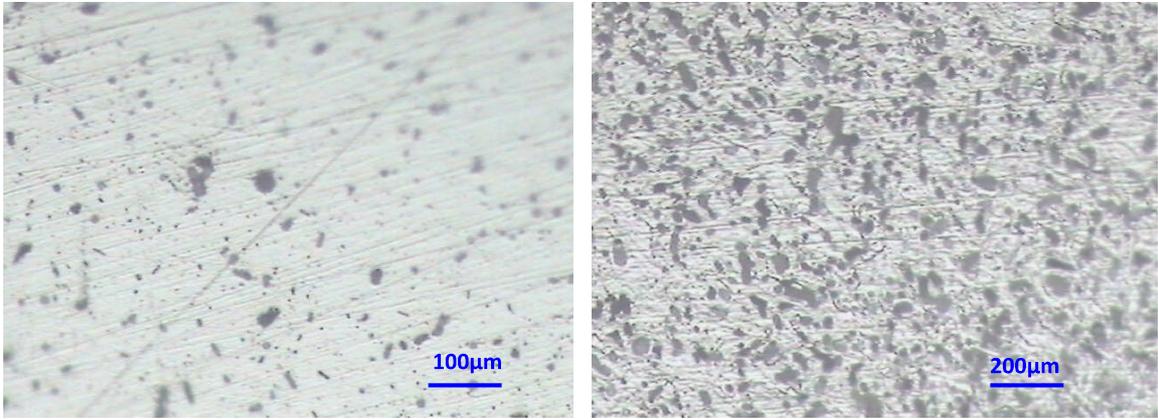
Des observations au MO, après attaque au réactif de Keller (Fig. IV.13 et IV.14), ont été réalisées sur des échantillons d'alliage 6101 revenus à 170°C pendant quatre heures. Les résultats obtenus révèlent que ce traitement ne modifie pas la taille de grains par rapport à celle mesurée sur des échantillons du même alliage avant le traitement thermique. D'après la littérature [105] la présence de précipités Mg_2Si est aux joints de grains de l'alliage 6101 à l'état revenu. L'effet de la température est étudié à 170°C , pour des temps de maintien variant de 10minutes jusqu'à 20heure. Ces tests de revenu isothermes ont permis de déterminer le temps critique pour le durcissement structural, dépendant du taux de déformation des fils tréfilés. La plus importante remarque à signaler dans cette partie d'étude des traitements à basse température des fils tréfilés, c'est qu'aucun changement structural n'est observé même avec le prolongement du temps de maintiens, appart la présence et la formation des précipités.



(a)

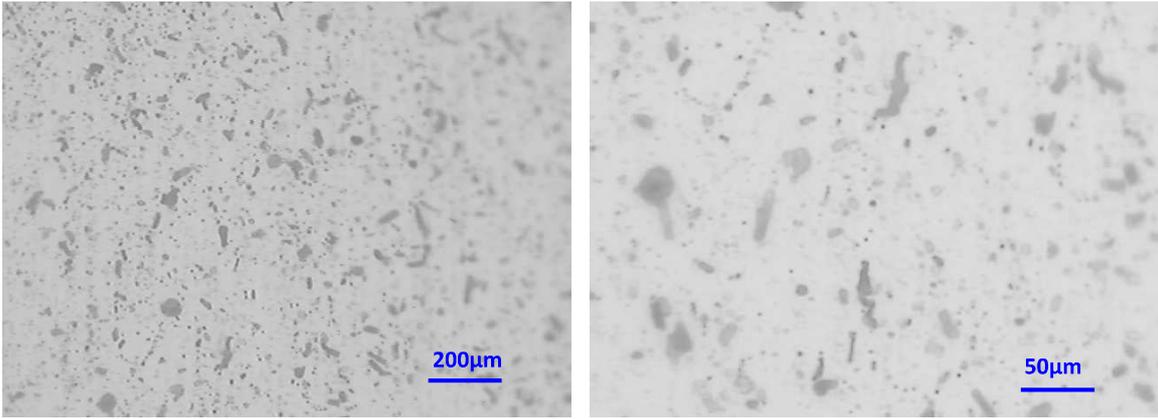
(b)

Figure IV.13: Microstructures optique de Fil machine traité 170°C/4h, coupes transversales.



(a)

(b)



(c)

(d)

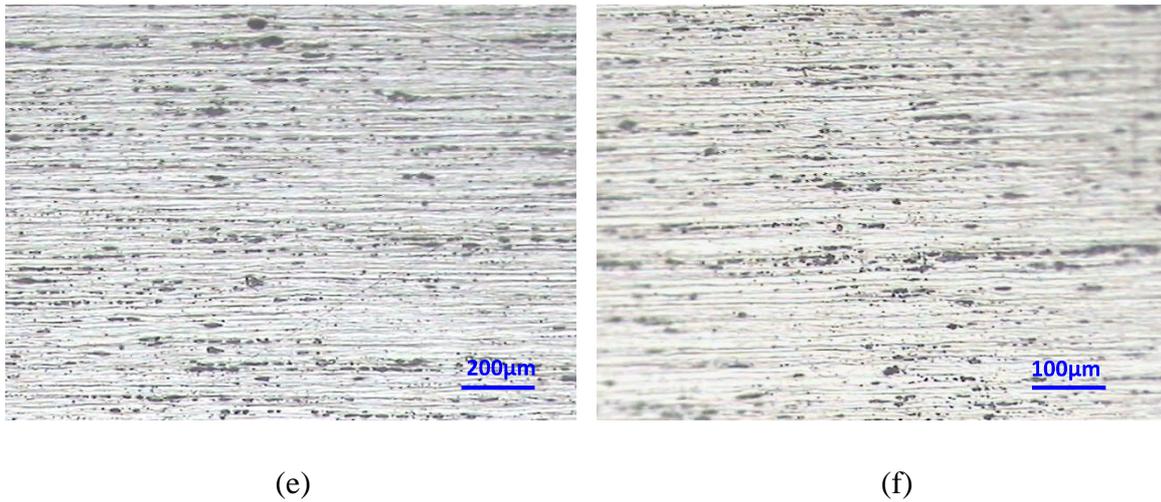
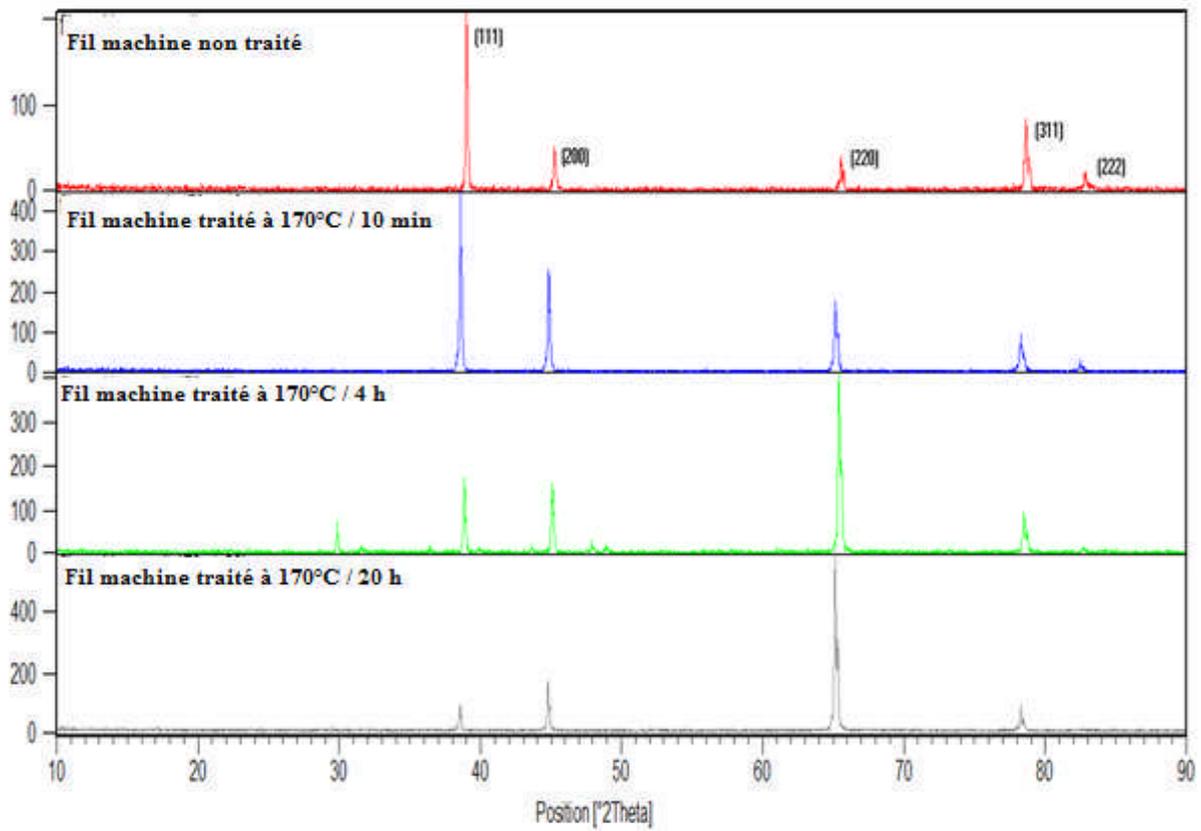


Figure IV.14: Microstructures optique du fil déformé à 87% et traité à 170°C/4h ; a), b), c), d) coupes transversales, e) et f) coupes longitudinales.

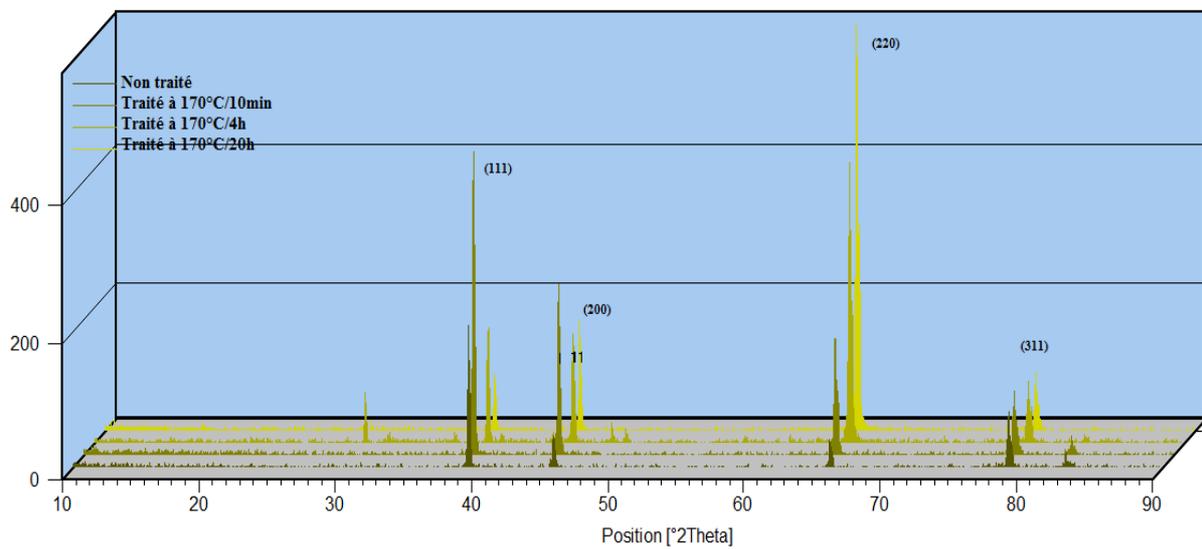
IV.2.2.2 Caractérisation par RX des fils tréfilés et revenus

La figure IV.15, regroupe les spectres du fil machine avant et après revenu pendant plusieurs temps de maintien, en deux dimensions (Fig. IV.15.a) et trois dimensions (Fig. IV.15.b), pour une meilleure comparaison. On doit noter que parmi les conséquences immédiates du prolongement du temps de revenu, la variation notable dans l'intensité des pics. Ainsi on remarque que tous les pics tendent de manière générale à augmenter d'intensité puis ils diminuent. Les deux pics (111) et (200) atteignent le maximum après 10 minutes de revenu, puis ils diminuent avec le prolongement du traitement. Par contre l'intensité du pic (220) atteint le maximum après 20 heures de traitement, cela peut être expliqué par la tendance des domaines diffractant (les cristallites) à s'orienter dans une direction privilégiée, et à former une certaine texture en fonction du temps de traitement.

De même, on observe qu'après 4 heures de revenu à 170°C, l'apparition de plusieurs nouveaux pics dans plusieurs positions, tel que la position environ $2\theta = 40.72^\circ$ qui correspond le pic (220) du précipité Mg_2Si , selon les fichiers ASTM. Cela signifie la formation des précipités au cours du traitement de revenu.



(a)

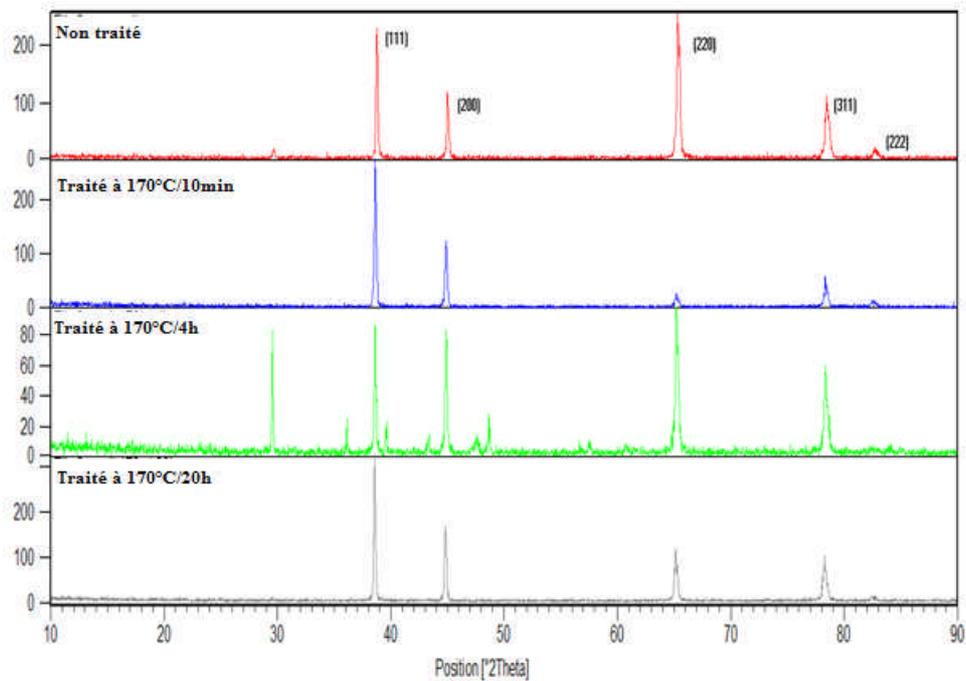


(b)

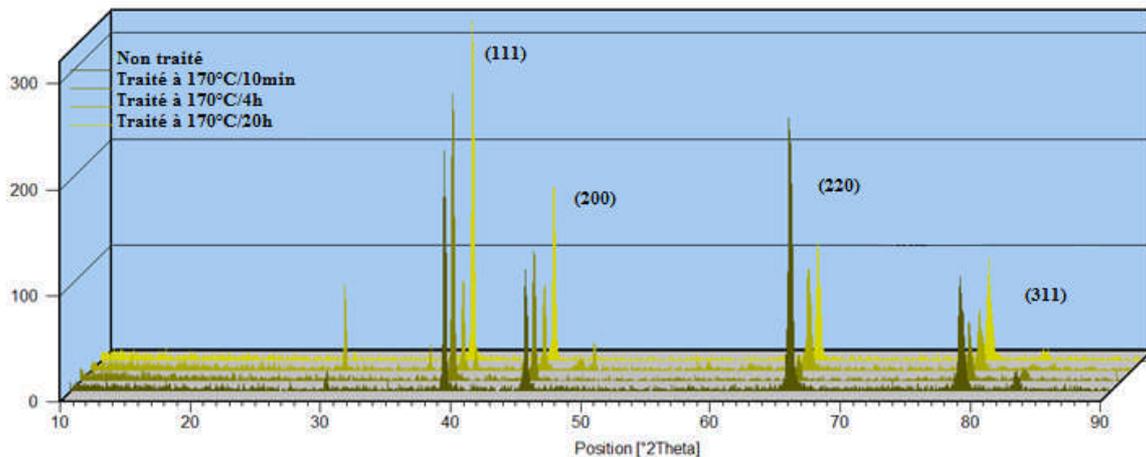
Figure IV.15: Diffraction de RX du fil machine traité à 170°C pendant 10 min, 4h et 20h ; a) 2D et b) 3D.

Sur la figure IV. 16, on trouve les spectres du fil déformé à 87%, avant et après revenu pendant plusieurs temps de maintien, en deux dimensions (Fig. IV16.a) et trois dimensions

(Fig. IV16.b). On remarque que les deux pics (111) et (200) atteignent le maximum après 20 heures de revenu. Par contre les intensités des autres pics diminuent en fonction du temps de maintien. On doit noter aussi, l'apparition de plusieurs nouveaux pics dans plusieurs positions, qui correspondent les précipités formés au cours du traitement de revenu.



(a)



(b)

Figure IV.16: Diffraction de RX du fil Déformé à 87% et traité à 170°C pendant 10 min, 4h et 20h ; en a) 2D et b) 3D.

IV.2.3 Evolution des propriétés mécaniques des fils tréfilés après revenu

L'étude de l'influence des traitements de revenu sur les propriétés mécaniques est basée sur des essais de microdureté Vickers, des essais de traction et l'allongement. Le Tableau IV.3 présente l'ensemble des résultats obtenus d'évolution des propriétés mécaniques de l'alliage 6101 en fonction des traitements de revenu.

Tableau IV.3: L'évolution des propriétés des fils machine et tréfilés après le traitement de revenu à T=170°C.

Temps de maintien	Taux de déformation ε (%)	Charge à la rupture R_m (Mpa)	Allongement (%)	Microdureté (HV)	Résistivité électrique ρ ($\Omega \cdot \text{mm}^2/\text{m}$)
10 minutes	0	239	10	69	0,03267
	21	279	10	78	0,03380
	69	305	7	82	0,03496
	87	320	4	109	0,03508
4 heures	0	256	14	77	0,03270
	21	305	12	101	0,03358
	69	337	9	114	0,03479
	87	364	6	122	0,03497

IV.2.3.1 Mesures de la microdureté

Les courbes sur la figure IV.17, montrent que la dureté de l'alliage 6101 diminue suite au traitement de revenu à 170°C durant 10 min puis elle augmente pour une durée de 4 heures. Cette augmentation des propriétés est liée à la précipitation des phases durcissantes β'' et β' , comme cela a pu être mis en évidence par Hadid et al. [106]. Le phénomène de survieillissement qui se traduit par une diminution des propriétés mécaniques du matériau

peut être associé à la poursuite de la séquence de précipitation β'' , β' puis β jusqu'à la coalescence des phases β .

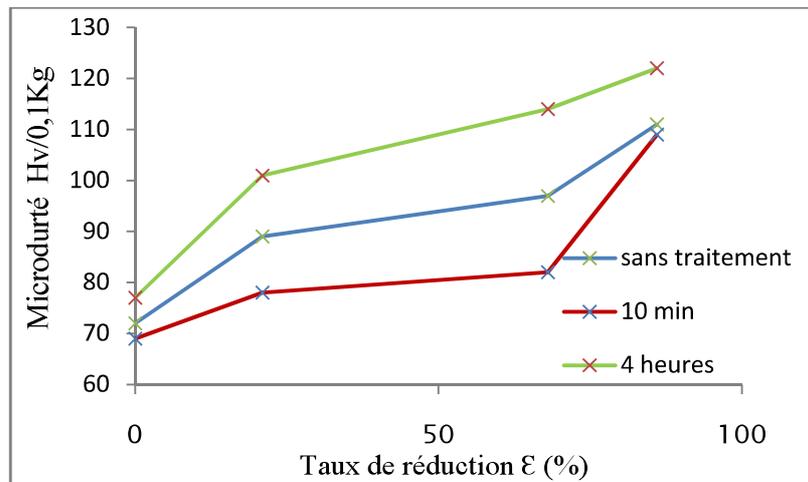


Figure IV.17: Courbe de variation de la microdureté Vickers en fonction du taux de réduction après revenu d'un fil d'alliage d'aluminium 6101.

Sur la figure IV.18, on remarque que les échantillons déformés ont toujours une dureté plus élevée par rapport au fil machine non déformé. La combinaison entre la déformation plastique et le traitement de revenu donne au matériau une dureté plus élevée en fonction du taux de déformation [107]. Ce phénomène est causé par l'interaction des atomes en solution solide qui forment le précipité par les obstacles des dislocations. Dans ce cas, les dislocations demeurent droites, et la cission critique reste faible. Mais entre les zones GP, la distance est très faible. Les dislocations ne peuvent pas se courber, Elles ne peuvent donc se déplacer qu'en coupant les précipités et en les cisillant. La dureté de l'alliage est par conséquent améliorée par ce phénomène [108].

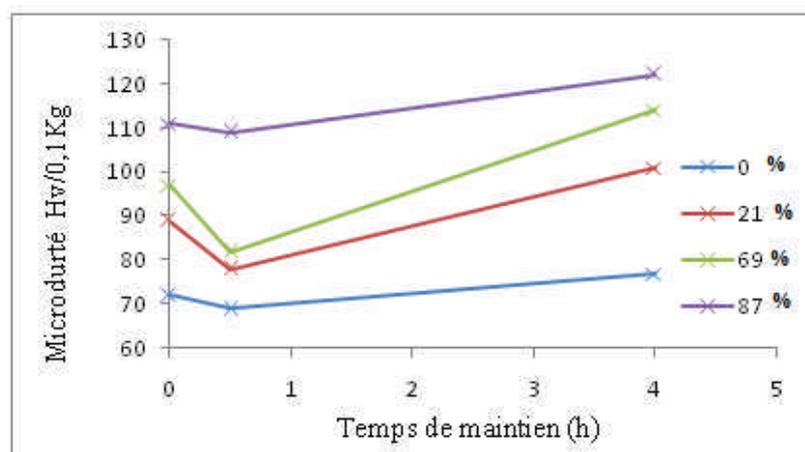


Figure IV.18: Courbe de variation de la microdureté Vickers en fonction du temps de revenu à 170°C, des différents taux de réduction des fils d'alliage d'aluminium 6101.

IV.2.3.2 Essais de traction

Des essais de traction ont aussi été réalisés sur des éprouvettes ayant subi des traitements thermiques. Le tableau IV.4 résume les résultats obtenus pour le traitement à 170°C. Le traitement de revenu conduit à une augmentation des propriétés mécaniques de l'alliage 6101 pour ce qui concerne la résistance à la rupture et l'allongement à rupture.

Tableau IV.4: Influence d'un revenu à 170°C sur les propriétés mécaniques de l'alliage 6101.

Traitement	Taux de déformation (%)	R _m (MPa)	A (%)
170°C/10minutes	0	239	10
	21	279	10
	69	305	7
	87	320	4
170°C/4heures	0	256	14
	21	305	12
	69	337	9
	87	364	6

La figure IV.19, illustre les courbes de l'évolution de la charge à la rupture de l'alliage 6101 en fonction du taux de déformation après le revenu à 170°C, on constate que ce traitement thermique conduit à l'augmentation de la charge à la rupture de tout les fils déformés. Les dislocations vont interagir avec les précipités de la matrice, entraînant une action durcissante, car les inclusions ancrent les dislocations et gênent leur mobilité. De ce fait, la déformation plastique ne peut prendre naissance et se poursuivre que si les inclusions sont franchies par les dislocations. Ce franchissement sera fonction de la cohérence ou non des inclusions avec la matrice. Dans le cas de précipités cohérents (obstacles faibles), les dislocations vont suivre le réseau et la possibilité offerte sera de les cisailer (durcissement). Dans le cas de l'incohérence (obstacles forts), le cisaillement sera remplacé par un mécanisme de contournement (adoucissement). La frontière entre les deux se situe par définition au pic de dureté.

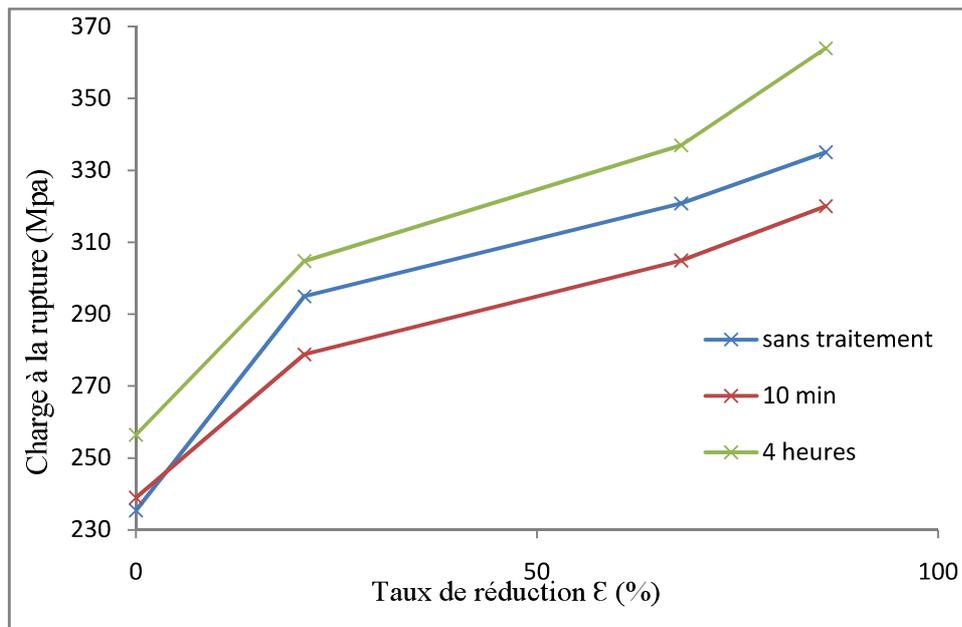


Figure IV.19: Courbe de variation de la résistance à la rupture en fonction du taux de réduction après revenu d'un fil d'alliage d'aluminium 6101.

Généralement, la résistance de l'alliage augmente au début du chauffage, atteint un maximum et diminue par la suite. Ce comportement dépend de la taille des précipités qui est fonction du temps d'exposition et de la température à laquelle se produit la diffusion des atomes de soluté. Les zones GP sont trop fines et peuvent facilement être coupées lors du passage des dislocations sur les plans de glissement et l'écroutissage résultant est faible. L'alliage est alors en condition sous-vieillesse. Les précipités d'équilibre β sont grossiers et les dislocations peuvent facilement contourner ces derniers par le mécanisme d'Orowan [109].

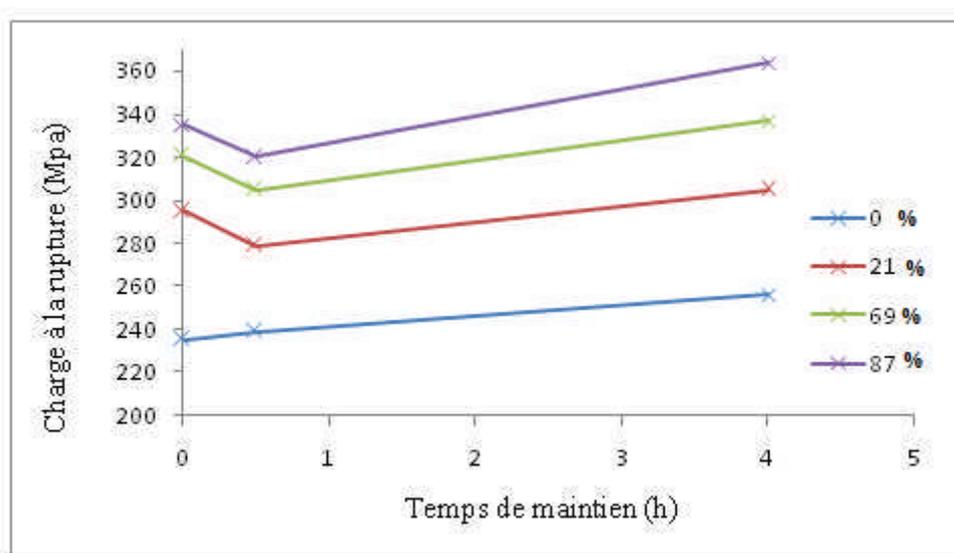


Figure IV.20 : Courbe de variation de la résistance à la rupture en fonction du temps de revenu à 170°C, des différents taux de réduction des fils d'alliage d'aluminium 6101.

Les résultats des essais de l'allongement à la rupture sur les fils déformés et revenus sont reportés sur la figure IV.21 et IV.22. En effet, plus on prolonge le temps de maintien du traitement de revenu et plus l'allongement augmente. Les conditions de chauffage favorisant la présence de la phase β'' favorisent aussi l'apparition de zones sans précipité le long des joints de grains (precipitate-free zones) (PFZ). Ces zones sans précipité existent parce que les lacunes et les atomes de soluté ont tendance à diffuser plus facilement dans les joints de grains que dans le grain [110]. La taille de cette zone dépend de la nature de la microstructure, de la composition de l'alliage et surtout de l'historique thermique subi par l'aluminium. Cette répartition hétérogène des précipités dans le grain favorise un glissement accru autour des joints de grains lors de la déformation puisque les dislocations peuvent se déplacer plus facilement dans la PFZ. Ce glissement préférentiel peut mener à des concentrations de contraintes le long des joints de grains et provoquer une rupture intergranulaire prématurée lors de la déformation.

Habituellement, les zones sans précipité sont observées grâce au microscope électronique à transmission (MET)

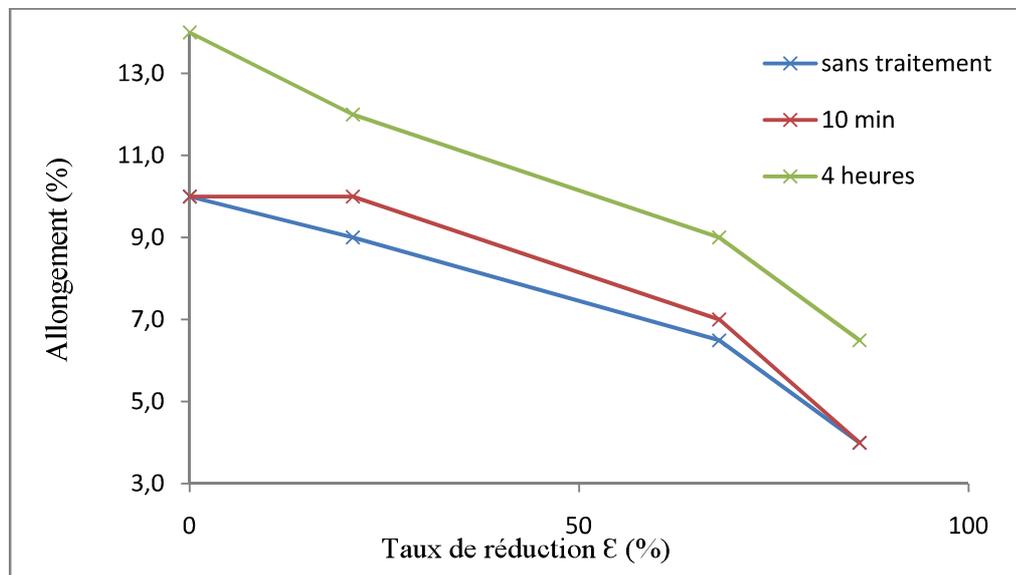


Figure IV.21: Courbe de variation de l'allongement à la rupture en fonction du taux de réduction après revenu d'un fil d'alliage d'aluminium 6101.

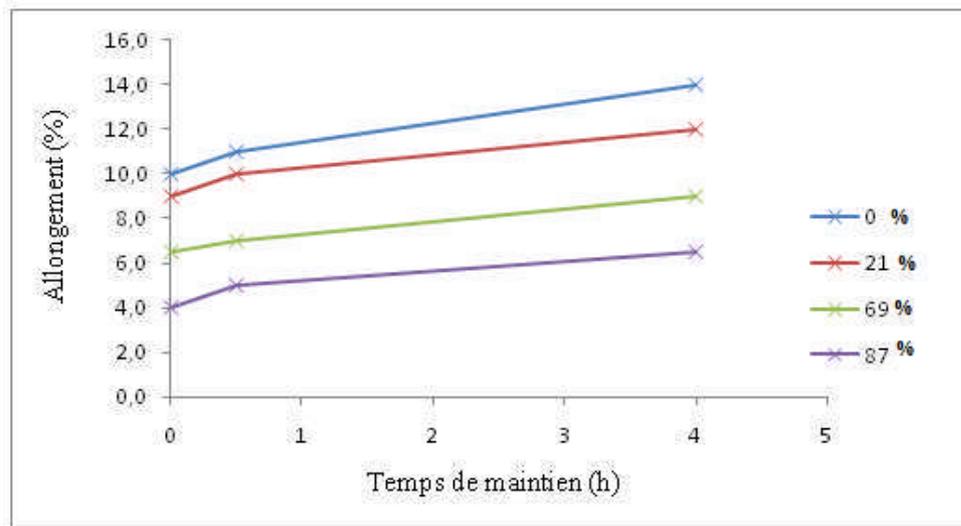


Figure IV.22: Courbe de variation de l'allongement à la rupture en fonction du temps de revenu à 170°C, des différents taux de réduction des fils d'alliage d'aluminium 6101.

IV.2.4 Mesure de la résistivité électrique

La figure IV.23 illustre la variation de la résistivité électrique de l'alliage 6101 revenu à 170°C, en fonction du taux de réduction. Et la figure IV.24 présente la variation de la résistivité électrique de l'alliage 6101 revenu à 170°C, en fonction du temps de maintien. Ces deux figures montrent que plus on prolonge le temps de maintien, plus la résistivité diminue pour tous les taux de réduction. La formation des précipités métastables semi-cohérents β' (Mg_2Si) augmente l'incohérence des joints de grains et crée une mince zone pauvre en éléments d'alliages autour de ceux-ci (*precipitate-free zones*) (PFZ). Ces zones pauvres en solutés servent de court-circuit pour le passage d'électrons, ce qui a pour effet d'augmenter la conductivité et diminuer la résistivité du matériau de façon significative, comme on peut le constater pour les températures de traitement isothermes de 170°C et plus.

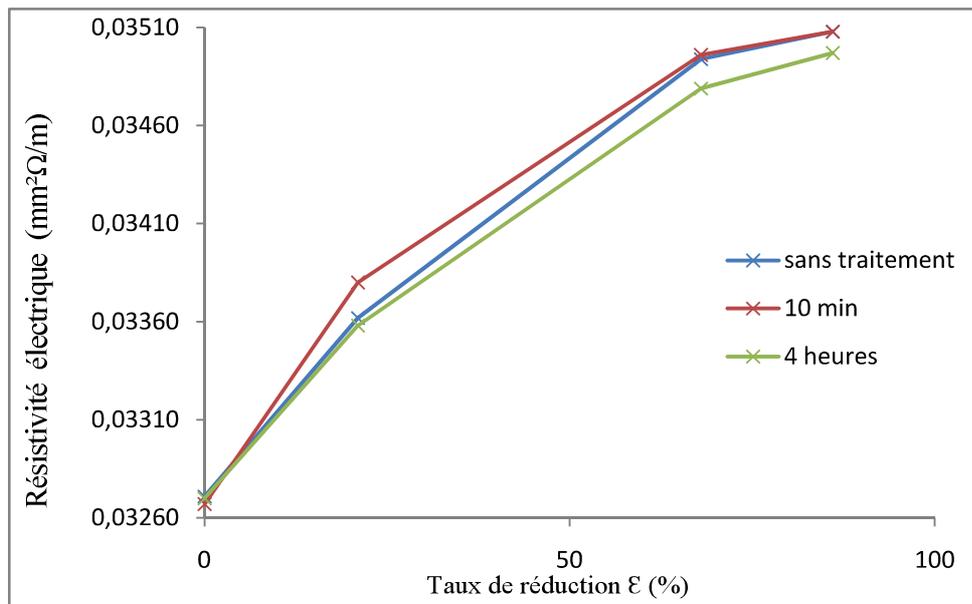


Figure IV.23: Courbe de variation de la résistivité électrique en fonction du taux de réduction après revenu d'un fil d'alliage d'aluminium 6101.

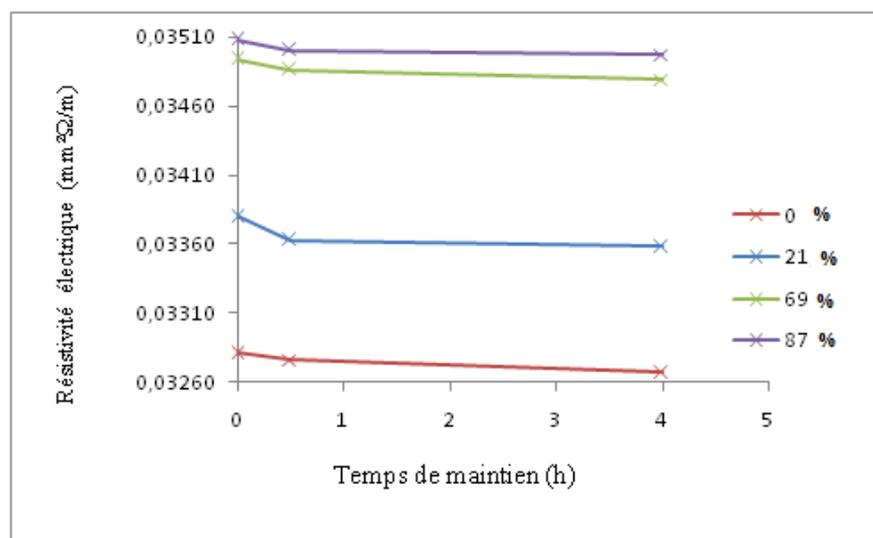


Figure IV.24: Courbe de variation de la résistivité électrique en fonction du temps de revenu à 170°C, des différents taux de réduction des fils d'alliage d'aluminium 6101.

IV.2.5 Conclusions

L'influence des traitements thermomécaniques, caractéristiques du procédé de mise en forme des fils des câbles électriques, de l'alliage 6101 a été étudiée. Les résultats montrent que ces traitements n'ont pas d'influence sur la taille et la morphologie des grains, mais modifient fortement les précipités Al-Mg-Si présents au sein de l'alliage 6101. Cette précipitation fine

joue un rôle majeur sur les propriétés du matériau. Dans ce cadre-là, les résultats ont mis en évidence un effet bénéfique entre les traitements de revenu et l'écrouissage. On peut déduire les conclusions suivantes :

- En effet, un fort taux d'écrouissage précédent un traitement de revenu semble accélère significativement la formation de précipités durcissants et favorise très fortement la formation des précipités aux joints de grains par rapport à ce qui est observé sur un échantillon simplement soumis à un revenu.
- Le prolongement du temps de revenu, provoque une variation notable dans l'intensité des pics, les pics tendent de manière générale à augmenter d'intensité puis ils diminuent.
- Au cours du traitement de revenu à 170°C, il y a une formation de plusieurs précipités, mais le précipité le plus remarquable c'est le Mg₂Si.
- La combinaison entre la déformation plastique et le traitement de revenu, donne au matériau des propriétés mécaniques plus élevées, tel que la microdureté, la charge à la rupture et l'allongement.
- Plus en prolongeant le temps de maintien de revenu à 170°C, la résistivité électrique de l'alliage 6101 diminue.

Partie 3 : Evolution de la texture au cours de la déformation

IV.3.1 Introduction

Dans cette partie, nous allons examiner la microstructure et à la texture des grains lors de la déformation à froid. En premier lieu, nous présenterons la texture développée au cours du tréfilage, ainsi qu'une analyse locale par EBSD de la microstructure de l'état tréfilé en termes de taille de grains, de désorientations inter et intra-granulaires, de distributions des joints de grains et d'hétérogénéités de déformation. Nous terminerons par une caractérisation de la sous-structure de déformation réalisée par la diffraction des neutrons.

IV.3.2 Analyse des microstructures par EBSD

La microstructure de l'état tréfilé à froid a été caractérisée par EBSD en distinguant, le fil machine 9.5 mm à l'état brut et le fil tréfilé 3.45mm. Les cartographies ont été mesurées dans le plan (DL, DT) perpendiculaire à l'axe de tréfilage. Les scans explorent une zone de $500 \times 500 \mu\text{m}^2$, avec un pas de $0,5 \mu\text{m}$ permettant une bonne reconstruction de la microstructure de déformation.

IV.3.2.1 Caractérisation par EBSD de fil machine et des fils tréfilés

La figure IV.25 montre l'observation du fil machine selon la coupe transversale, caractérisés par EBSD, la cartographie montre une microstructure plus claire avec une forme relativement equiaxiale des grains.

Le code de couleur utilisé dans les cartographies de la microstructure, reconstruites par EBSD, permet de distinguer les deux familles d'orientations, en bleu les grains appartenant à la famille d'orientations $\langle 111 \rangle // \text{DN}$ et en rouge, ceux de la famille $\langle 100 \rangle // \text{DN}$ d'après les travaux de M. Zidani et M. D. Hadid [111].

L'analyse quantitative des fractions surfaciques des composantes principales de la texture a été réalisée à partir des mesures locales en EBSD. Pour le fil machine, des valeurs de fractions surfaciques de l'ordre de 50 % pour les grains $\langle 111 \rangle // \text{DN}$ et de 46% pour les grains $\langle 100 \rangle // \text{DN}$ ont été obtenues, avec une dispersion angulaire de 15° . Après déformation à 87%, les valeurs de fractions surfaciques seront de l'ordre de 52 % pour les grains $\langle 111 \rangle // \text{DN}$ et de 35% pour les grains $\langle 100 \rangle // \text{DN}$, avec la même dispersion angulaire (fig. IV.26).

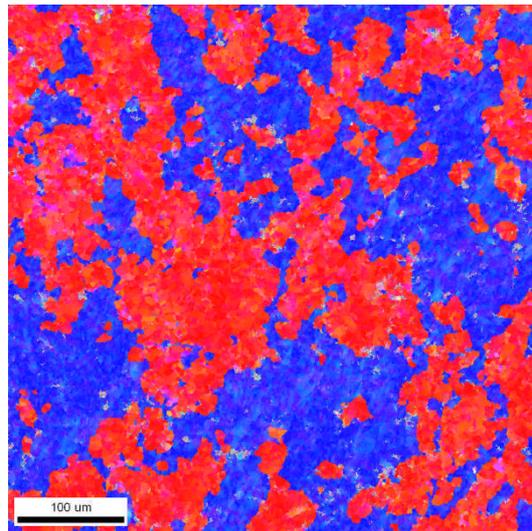


Figure IV.25: Microstructures reconstruites par EBSD du fil machine.

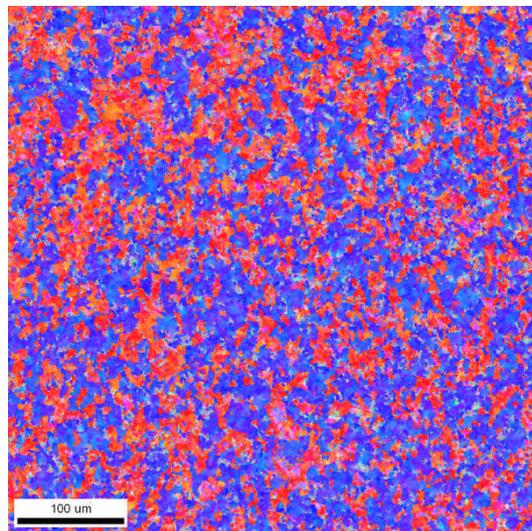


Figure IV.26: Microstructures reconstruites par EBSD du fil déformé à $\varepsilon_3 = 87\%$.

IV.3.2.2 Analyse des tailles de grains

D'après les deux cartographies reconstruites par EBSD des tracés des sous-joints entre 4 et 15° de dispersion du fil machine (fig. IV.27) et du fil déformé à 87% (fig. IV.28), on observe une diminution de la taille des grains et des sous grains en fonction du taux de déformation.

En revanche l'évolution de la taille des grains en fonction du taux de réduction par tréfilage montre que : plus le taux de déformation augmente et plus la taille des grains diminue. D'après Zidani et al. [112] lorsque le taux de déformation augmente, le fil tréfilé acquies une microstructure texturée (texture fibreuse). Il provoque une déformation des grains qui se traduit par leur allongement parallèle à l'axe du fil [113].

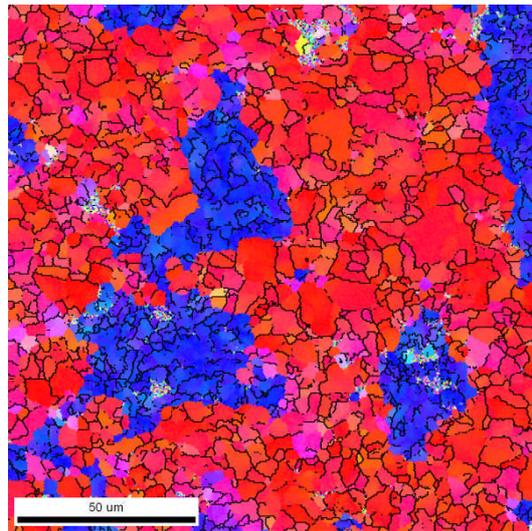


Figure IV.27: Tracé de la microstructure des sous-joints du fil machine, reconstruit par EBSD.

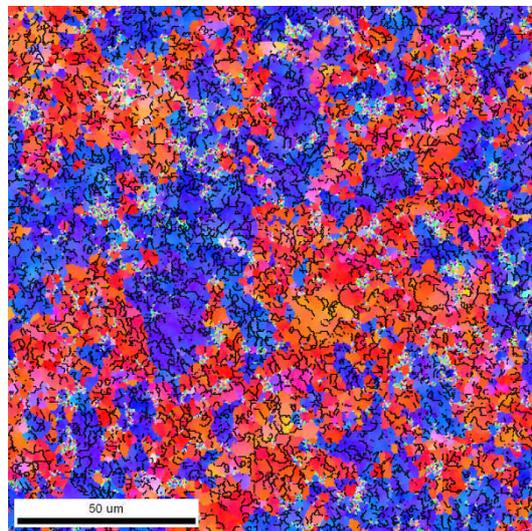


Figure IV.28: Tracé de la microstructure des sous-joints du fil déformé à $\epsilon_3 = 87\%$, reconstruit par EBSD.

IV.3.2.3 Corrélation microstructure - texture

Afin de corréler la microstructure, observée par EBSD, la texture des échantillons déformés à différents taux de réduction a été caractérisée par diffraction de neutrons.

Les analyses par diffraction de neutrons permettent d'envisager une analyse statistique quantitative des textures.

IV.3.3 Texture cristallographique du fil machine

La texture de l'échantillon de fil machine a été déterminée par diffraction de neutrons. Dans cette étude, trois figures de pôles ($\{111\}$, $\{100\}$ et $\{110\}$) ont été mesurées sur l'échantillon, mais seules les figures $\{111\}$ et $\{100\}$ illustrant clairement les renforcements liés aux composantes principales de la texture seront présentées. De même, la présentation de la FDOC sera limitée à la coupe à $\varphi = 45^\circ$.

Les figures de pôles expérimentales mesurées par diffraction des neutrons, du fil machine (Figure IV.29) ne présentent pas une symétrie de révolution parfaite, mais une certaine asymétrie autour de l'axe du fil $[114]$. Leur niveau maximum est de l'ordre de 13.3, ce qui correspond à un état proche de l'état isotrope. D'après Hadid et al. [115] on note que dans un polycristal lorsque les grains sont orientés au hasard l'anisotropie de chaque grain est masquée par la répartition aléatoire de leur orientation, il y a donc quasi isotropie du matériau. Ces mesures montrent la présence de deux fibres partielles $\langle 111 \rangle // \text{DN}$ et $\langle 100 \rangle // \text{DN}$ (DN // axe de tréfilage) observées respectivement au centre des figures de pôles $\{111\}$ et $\{100\}$.

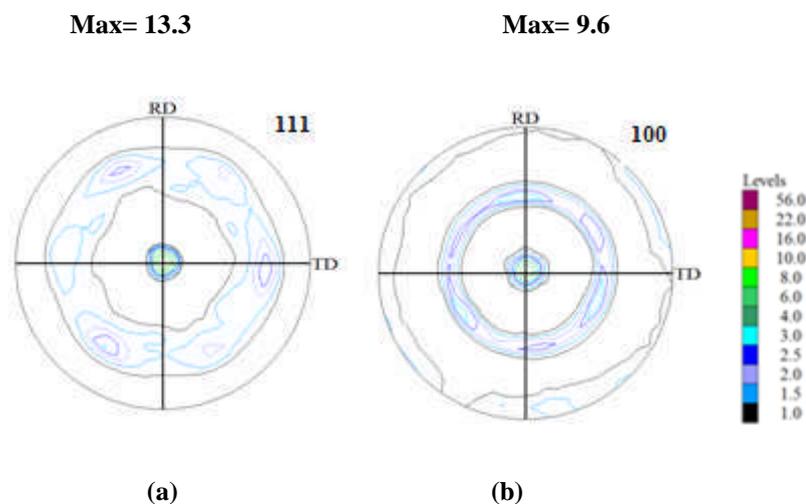


Figure IV.29: Figures de pôles mesurées par diffraction des neutrons, sur le fil machine : (a) $\{111\}$ et (b) $\{100\}$.

Cette faible texture est bien illustrée sur la FDOC par des niveaux moyens proches de 21,45 (Figure IV.30).

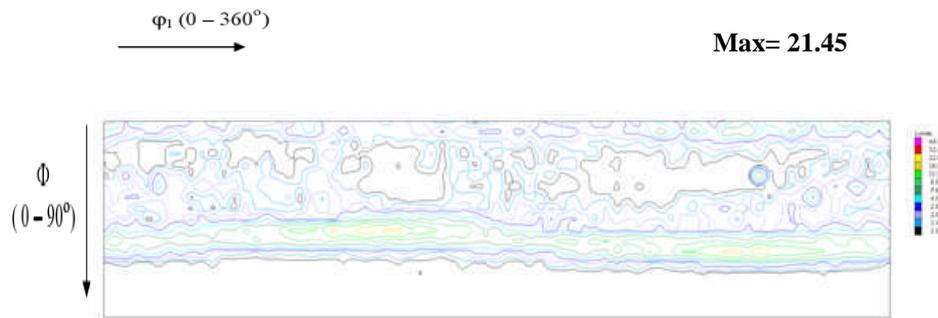


Figure IV.30: Coupe de la FDOC à $\phi = 45^\circ$ correspondant au fil machine.

IV.3.4 Texture cristallographique des fils déformés

La figure IV.31 montre les figures de pôle de la texture $\{111\}$ obtenue par la diffraction des rayons X. Nous avons observé une augmentation de la texture $\{111\}$ suite à l'augmentation du taux de déformation. Cela reflète que le tréfilage du fil provoque un effet de texture dans la microstructure. Dans notre cas, la fibre $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ (axe ND // sens de tréfilage) était majoritaire et fibre $\langle 100 \rangle // \text{ND}$ était une minorité. Toutefois, Hargue et al., ont observé dans un fil d'aluminium étiré, une texture de mélange $\langle 100 \rangle$ (minorité) et $\langle 111 \rangle$ (majorité), quel que soit le taux de déformation. Et pour le fort taux de déformation ($> 93\%$), il existe un développement complet de la fibre $\langle 111 \rangle$ [116].

On observe qu'il y a renforcement de l'intensité de la texture $\{111\}$ avec l'augmentation du taux de déformation par tréfilage, On note cependant, que les maximas des densités de pôles sont plus élevés pour les fils fortement déformés (Max = 28,95) (Fig. IV.31c) que pour le fil faiblement et moyennement déformés (respectivement Max = 18,02 et Max = 18,27) (Fig. IV.31a-b). Par contre l'intensité de la texture $\{100\}$ diminue, les maximas de densités de pôles des fils faiblement, moyennement et fortement déformés sont respectivement (Max = 8,1 ; Max = 6,3 et Max = 4,8) (Fig. IV.32).

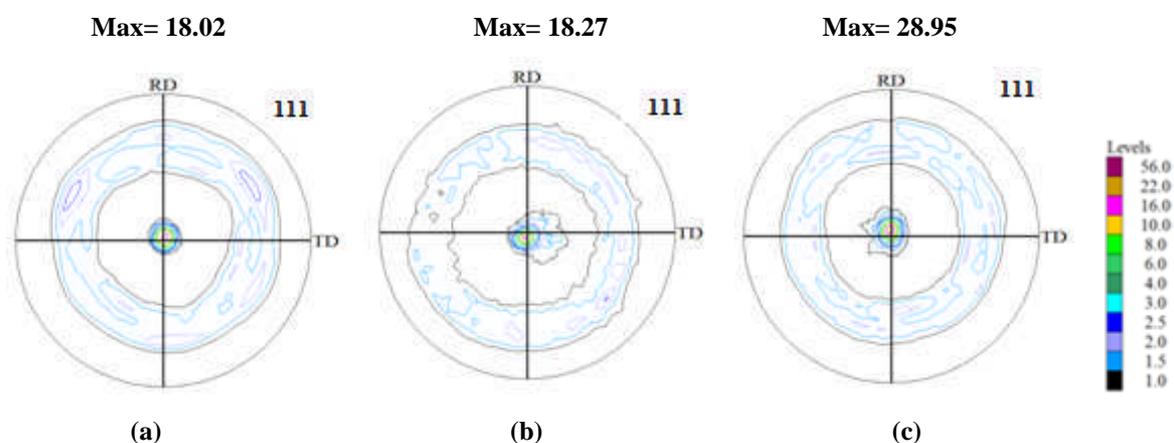


Figure IV.31: Figures de pôles directes $\{111\}$ des trois fils déformés à froid :

a) $\varepsilon_1 = 21\%$, b) $\varepsilon_2 = 69\%$, c) $\varepsilon_3 = 87\%$.

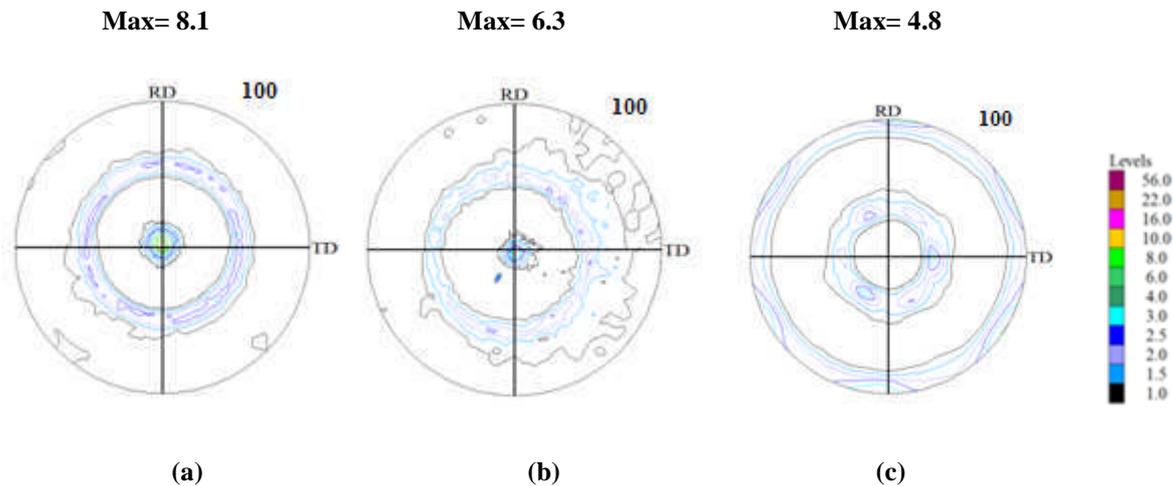
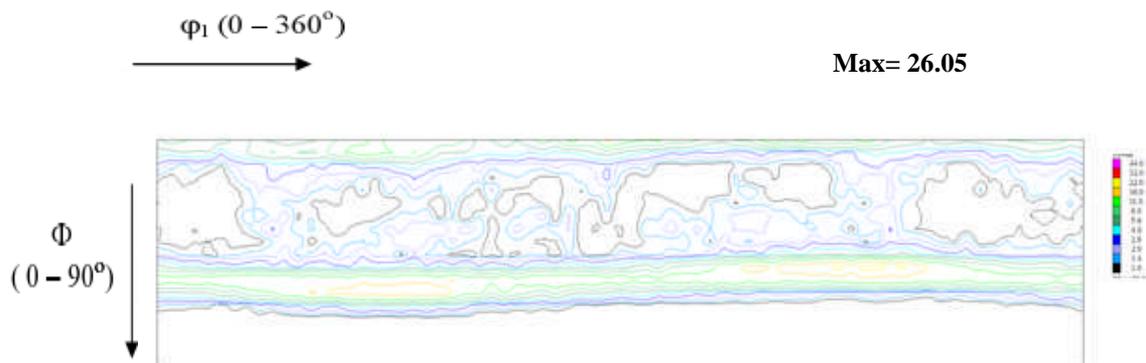


Figure IV.32: Figures de pôles directes {100} des trois fils déformés à froid :

a) $\varepsilon_1 = 21\%$, b) $\varepsilon_2 = 69\%$, c) $\varepsilon_3 = 87\%$.

Les coupes à $\varphi_2 = 45^\circ$ des FDOC des échantillons à différent taux de déformation sont présentées sur la figure IV.33. L'analyse quantitative de ces coupes montre d'une part, qu'il n'y a pas apparition de nouvelles composantes de texture, mais une augmentation de l'acuité de texture des fils déformés par rapport à l'état du fil machine. On note, que les maxima sont plus élevés pour les fils fortement déformés (Max = 30,34) (Fig. IV.33c) que pour le fil faiblement et moyennement déformés (respectivement Max = 26,05 et Max = 26,55) (Fig. IV.33a-b).

En revanche, Inone et al., ont observé dans un fil d'aluminium tréfilé, un mélange de texture $\langle 111 \rangle$ (majoritaire) et $\langle 100 \rangle$ (minoritaire), quelque soit le taux de réduction. Et pour les forts taux de réduction ($>93,0\%$) il y a développement complet de la fibre $\langle 111 \rangle$ [117].



(a)

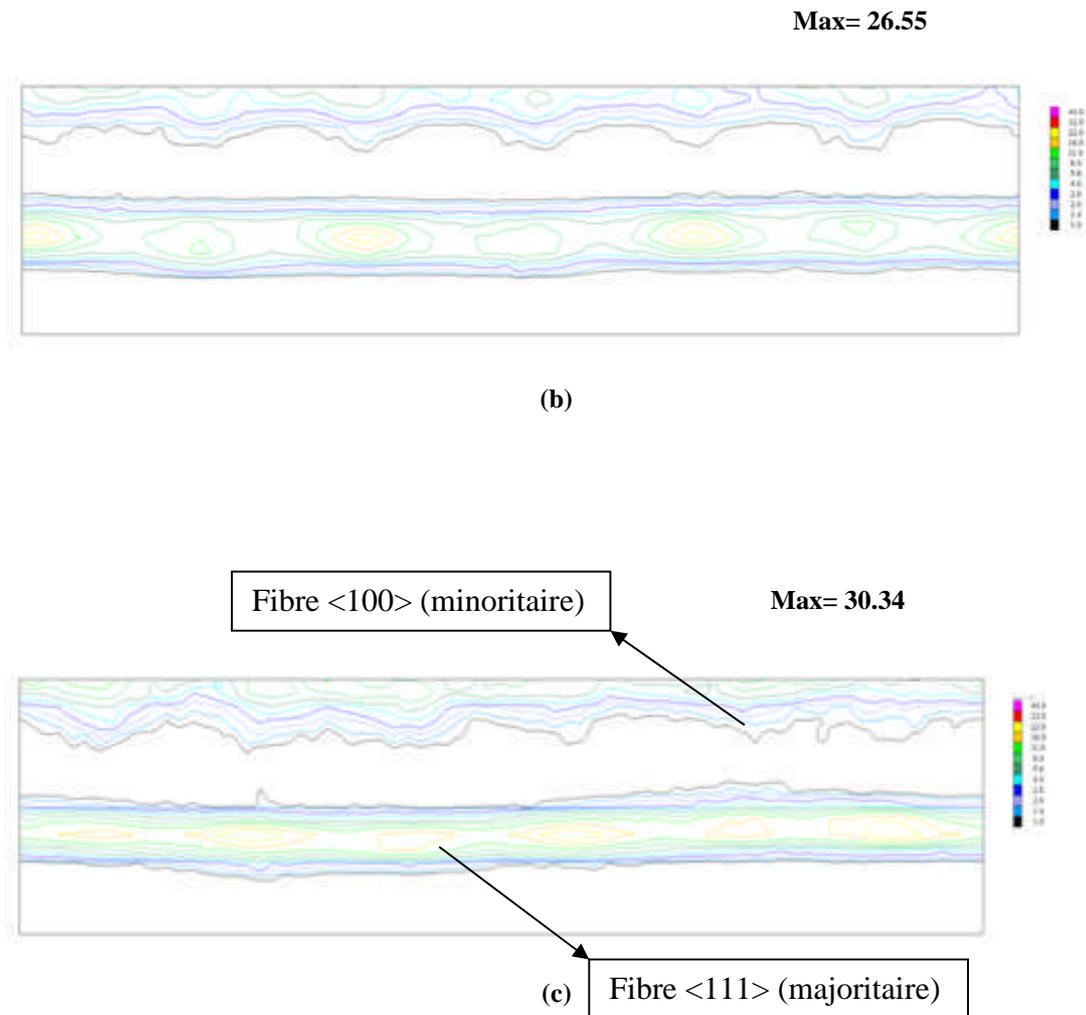


Figure IV.33: Coupes à $\varphi_2 = 45^\circ$ de la FDOC calculée après tréfilage à froid :

a) $\varepsilon_1 = 21\%$, b) $\varepsilon_2 = 69\%$, c) $\varepsilon_3 = 87\%$.

IV.3.5 Evolution de la fraction volumique en fonction de déformation

Les fractions volumiques de chaque composante de texture ont été déterminées après chaque déformation. Les résultats sont résumés dans les Tableaux IV.5.

Tableau IV.5: Evolution de la texture dans les fils tréfilés.

Taux de déformation (%)	Fibre <111>	Fibre <100>	Cube
0	44	34	22
21	47	32	21
69	49	31	20
87	53	29	18

IV.3.6 Discussion

La figure IV.34 illustre l'évolution des principales composantes de texture ($\langle 111 \rangle // \text{DN}$ et $\langle 100 \rangle // \text{DN}$) et la composante cube, en fonction du taux de déformation. Elle montre que la fraction volumique de la fibre $\langle 111 \rangle // \text{DN}$ augmente, par contre la fraction volumique de la fibre $\langle 100 \rangle // \text{DN}$ et la composante cube diminuent [118-119].

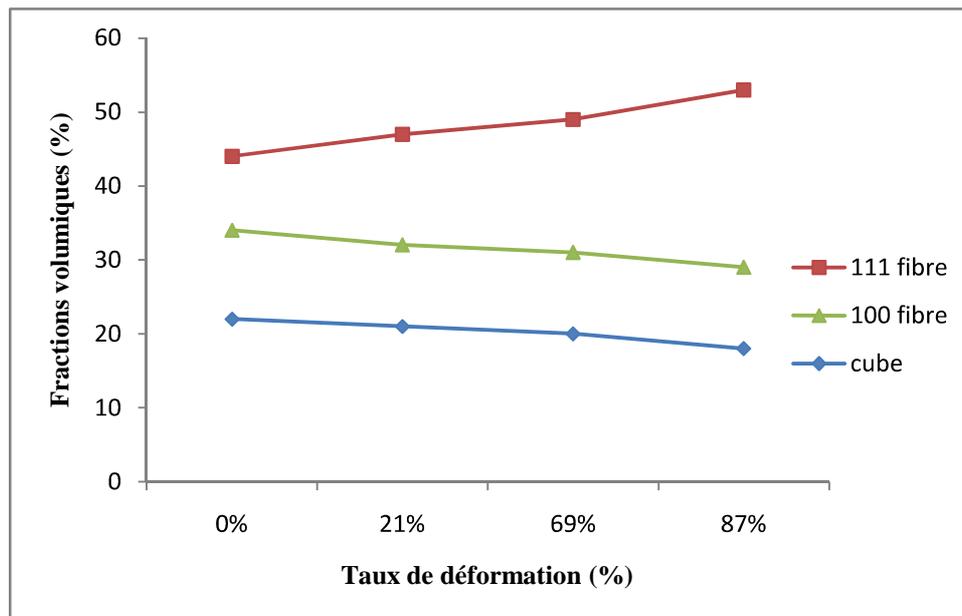


Figure IV.34: Evolution des fractions volumiques des principales composantes de texture (fibres $\langle 111 \rangle // \text{DN}$ et $\langle 100 \rangle // \text{DN}$) du fil d'alliage 6101 après déformation à froid.

IV.3.7 Conclusion

Cette partie a été consacrée à l'effet de la déformation plastique par tréfilage appliqué au fil machine d'un alliage d'aluminium 6101, nous a permis de tirer les conclusions suivantes :

-Le tréfilage provoque un développement d'une double texture de fibre principale, une majoritaire $\langle 111 \rangle // \text{DN}$ (DN//axe de tréfilage) et l'autre minoritaire $\langle 100 \rangle$ (DN//axe de tréfilage), cette texture est symétrique autour de l'axe du fil, connu sous le nom de : «axe de fibre». L'analyse de la texture par FDP et FDOC, caractérisé par EBSD, montre que l'acuité de la composante de la fibre majoritaire $\langle 111 \rangle$ s'accroît alors que la fibre minoritaire $\langle 100 \rangle$ diminue en fonction de la déformation.

Partie 4 : Evolution de la texture des fils déformés et revenus

IV.4.1 Introduction

Cette partie présente les résultats obtenus après traitement thermique de revenu à 170 °C pendant 4 heures de maintien et l'influence combinée du taux de déformation et de la température de revenu sur l'évolution de la microstructure et de la texture.

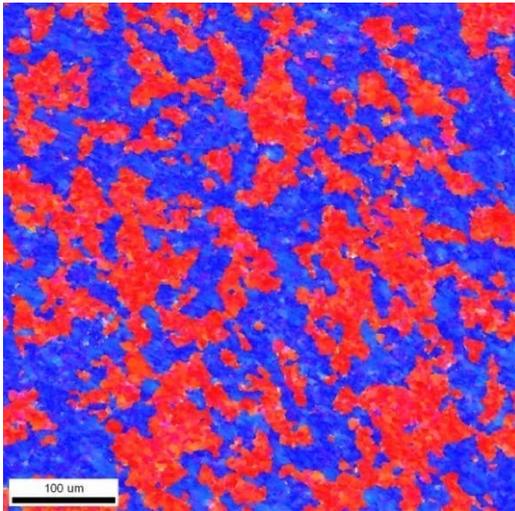
IV.4.2 Evolution de la texture des fils d'alliage 6101 après revenu

Nous rappelons que la microstructure de l'état tréfilé présentée dans les parties précédentes est caractérisée par des grains plus ou moins équiaxes appartenant principalement à la famille d'orientation $\langle 111 \rangle // DN$. Un suivi de l'évolution de la microstructure et de la texture cristallographique au cours de revenu a été effectué pour les fils tréfilés. La microstructure de l'état revenu a été caractérisée par EBSD. Quatre cartographies ont été mesurées dans le plan (DL, DT) perpendiculaire à l'axe de tréfilage. Les scans des diagrammes du Kikuchi explorent une zone de 500 x 500 μm^2 , avec un pas de 0,5 μm permettant une bonne reconstruction de la microstructure de revenu.

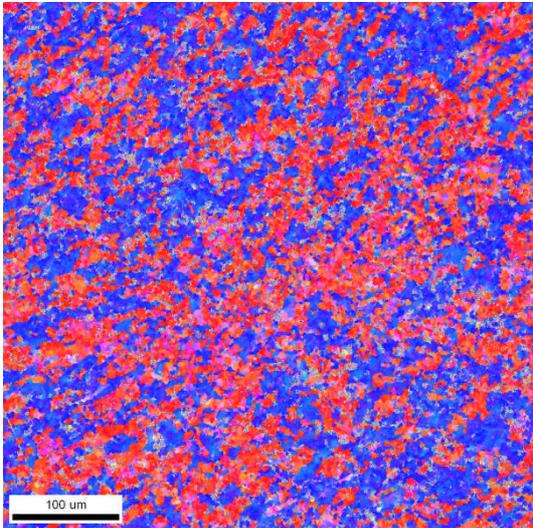
IV.4.2.1 Caractérisation par EBSD

Dans cette partie d'étude, nous avons réalisé un revenu à 170°C pendant plusieurs temps (10 min, 4 heures et 20 heures), sur le fil machine et les fils tréfilés afin de suivre l'évolution de la texture et de la microstructure. La Figure IV.35 présente des cartographies de microstructure de fil machine et du fil tréfilé ($\varepsilon_3 = 87\%$) et revenus à 170°C pendant 4 heures, reconstruites par EBSD. Le code de couleur utilisé permet de distinguer les familles différentes orientations existantes.

La texture observée après revenu pour les deux fils est une texture de fibre $\langle 111 \rangle //$ l'axe de tréfilage DN (majoritaire) indiquée en couleur bleu et une fibre $\langle 100 \rangle // DN$ (minoritaire) indiquée en rouge, avec une dispersion d'environ 15° selon les travaux M. Zidani et al. [120] Même constatation pour les tracés des sous-joints des cartographies reconstruites par EBSD, le revenu à 170°C ne provoque pas un changement notable sur la microstructure (Fig. IV.36b).

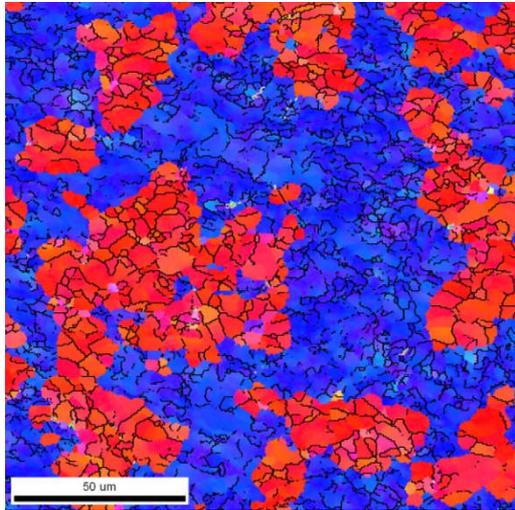


(a)

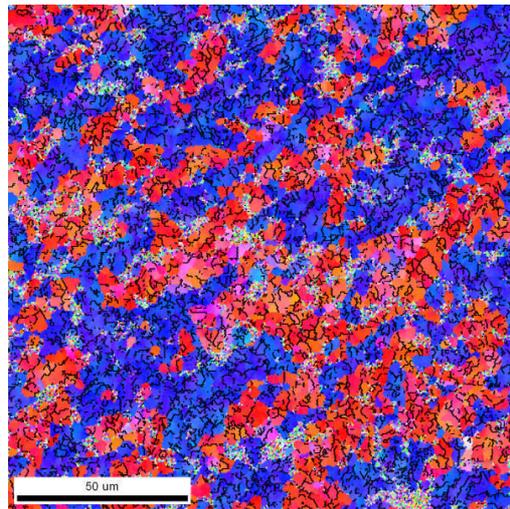


(b)

Figure IV.35: Microstructures caractérisées par EBSD du (a) fil machine et (b) fil tréfilé à froid $\epsilon_3 = 87\%$ et revenu à 170°C pendant 4heures.



(a)



(b)

Figure IV.36: Tracé des sous-joints reconstruit par EBSD du (a) fil machine et (b) fil tréfilé à froid $\varepsilon_3 = 87\%$ et revenu à 170°C pendant 4 heures.

IV.4.2.2 Caractérisation par FDP et FDOC

La Figure IV.37 présente les coupes de FDP de la fibre $\langle 111 \rangle$ et la figure IV.38 présente les coupes de FDP de la fibre $\langle 100 \rangle$, mesurée par diffractions des neutrons après 4 heures de revenu à 170°C pour des fils d'aluméc « faiblement et fortement tréfilé ». Nous observons que l'acuité de la fibre majoritaire $\langle 111 \rangle // \text{DN}$ diminue après le traitement de revenu, par contre l'acuité de la fibre $\langle 100 \rangle // \text{DN}$ (minoritaire) augmente.

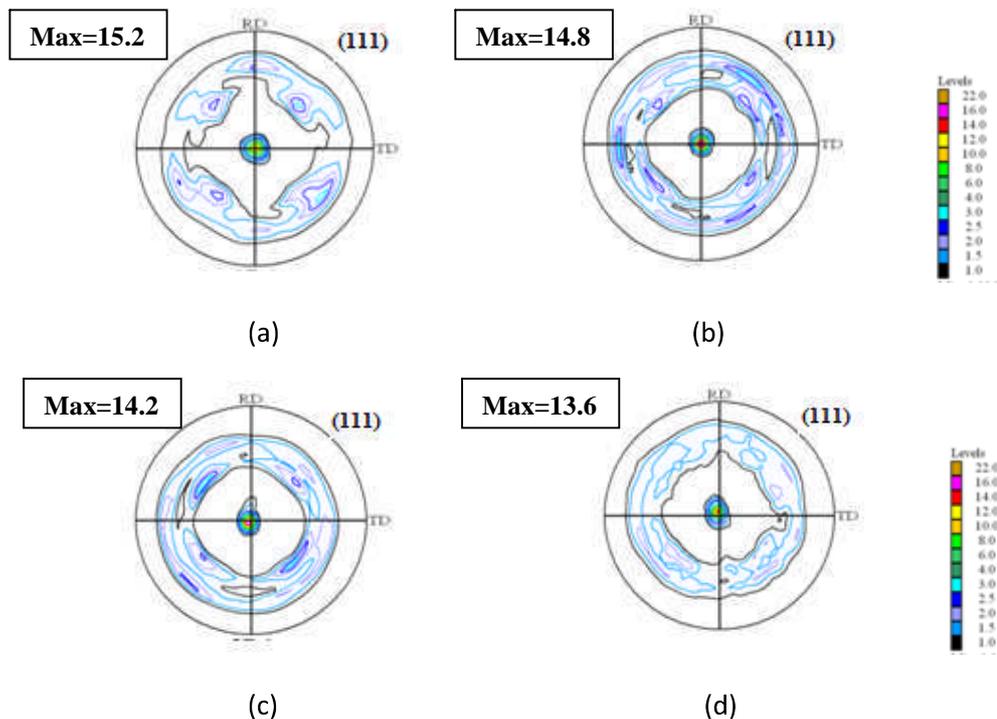


Figure IV.37: Figures de pôles directes $\{111\}$ des fils déformés et revenus à 170°C pendant 4 heures :

a) fil machine, b) $\varepsilon_1 = 21\%$, c) $\varepsilon_2 = 69\%$ et d) $\varepsilon_3 = 87\%$.

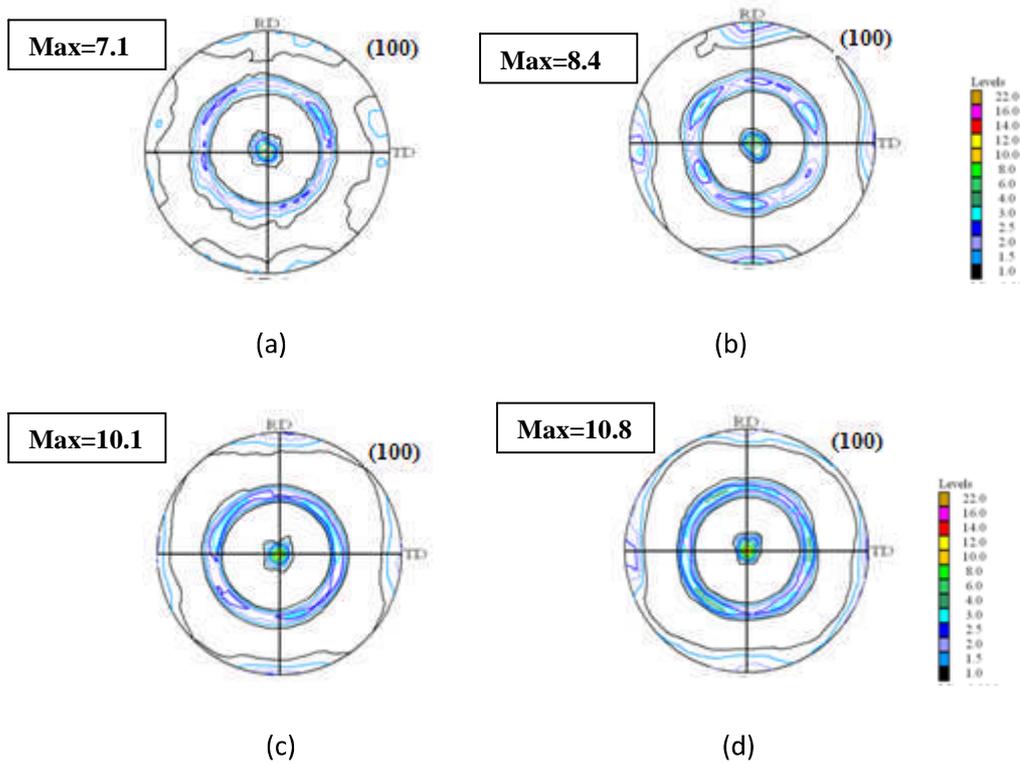
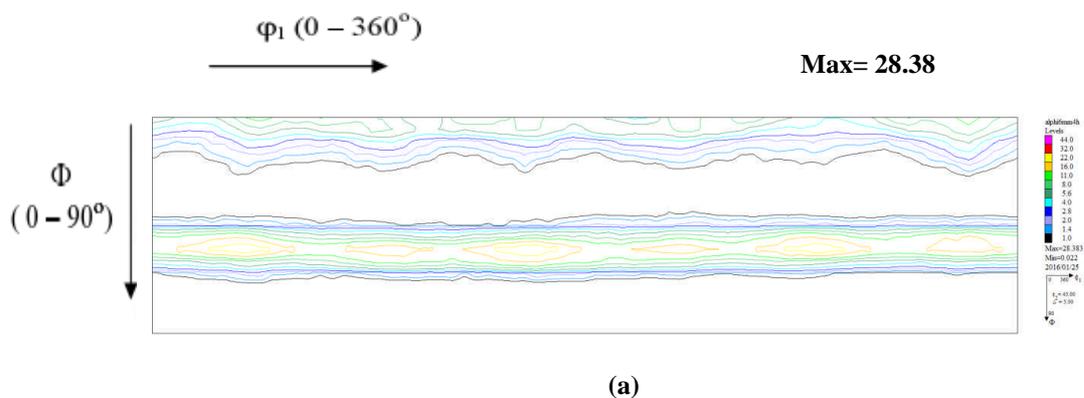
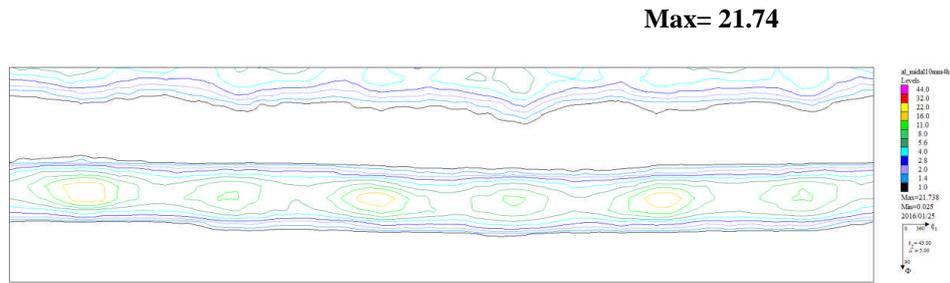


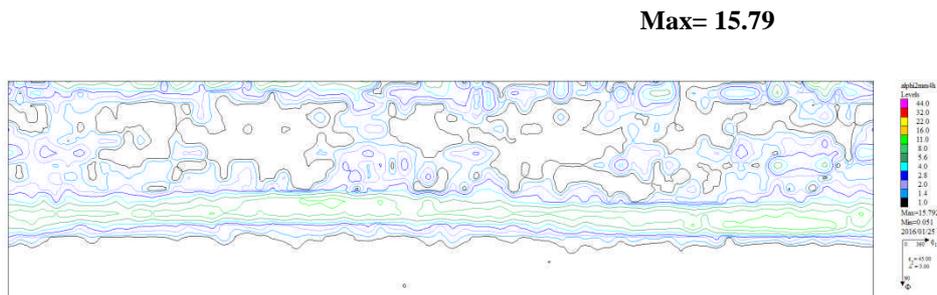
Figure IV.38: Figures de pôles directes {100} des fils déformés et revenus à 170°C pendant 4 heures :
 a) fil machine, b) $\epsilon_1 = 21\%$, c) $\epsilon_2 = 69\%$ et d) $\epsilon_3 = 87\%$.

Sur la Figure IV.39, qui présente les coupes à $\varphi_2 = 45^\circ$ de la FDOC par diffraction des neutrons calculée après tréfilage et revenu à 170°C pendant 4 heures, on a confirmé les résultats précédant, c.-à-d., l'acuité de la fibre majoritaire $\langle 111 \rangle$ diminue après le traitement de revenu, par contre l'acuité de la fibre minoritaire $\langle 100 \rangle$ augmente.





(b)



(c)

Figure IV.39: Coupes à $\varphi_2 = 45^\circ$ de la FDOC par diffraction des neutrons calculée après tréfilage à froid et revenu à 170°C pendant 4 heures: a) fil machine, b) $\varepsilon_1 = 21\%$, c) $\varepsilon_3 = 87\%$.

IV.4.3 Evolution de la fraction volumique après revenu

Les fractions volumiques de chaque composante de texture ont été déterminées après revenu à 170°C pour le fil machine et les trois fils tréfilés. Les résultats sont résumés dans les Tableaux IV.6.

Tableau IV.6: Evolution de la texture dans les fils tréfilés et revenus à $170^\circ\text{C}/4\text{h}$.

Taux de déformation (%)	Fibre <111>	Fibre <100>	Cube
0	42	37	21
21	45	36	19
69	47	34	19
87	49	32	19

IV.4.4 Discussion

La figure IV.40 nous montre l'évolution des principales composantes de texture ($\langle 111 \rangle // DN$ et $\langle 100 \rangle // DN$) et la composante cube, du fil almélec traité à 170 °C pendant 4 heures, en fonction du taux de déformation. Elle nous montre que la fraction volumique de la fibre $\langle 111 \rangle // DN$ augmente et la fraction volumique de la fibre $\langle 100 \rangle // DN$ diminuent, par contre composante cube reste presque stable.

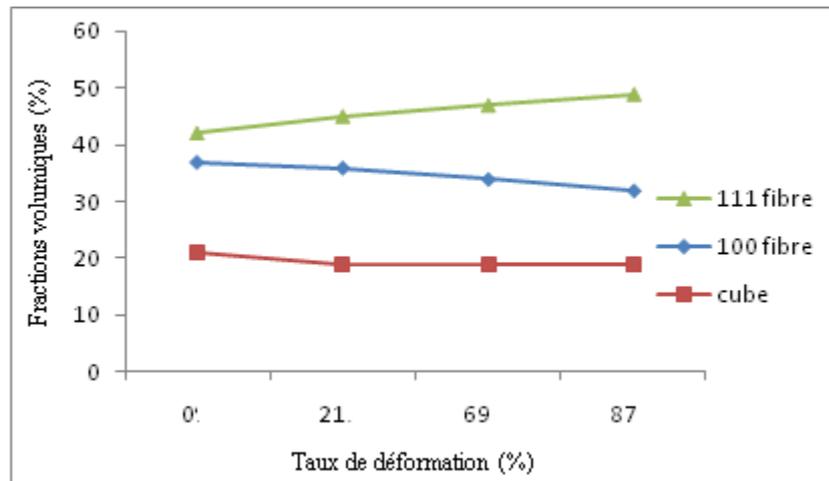


Figure IV.40: Evolution des fractions volumiques des principales composantes de texture du fil d'alliage 6101 déformé et revenu à 170°C pendant 4heures.

Pour comparer l'évolution de chaque composante avant et après le revenu, on a tracé leurs courbes sur les figures IV.41-IV.43. On remarque la diminution de la fraction volumique de la fibre $\langle 111 \rangle$ et la composante cube après le revenu, par contre la fraction volumique de la fibre $\langle 100 \rangle$ augmente.

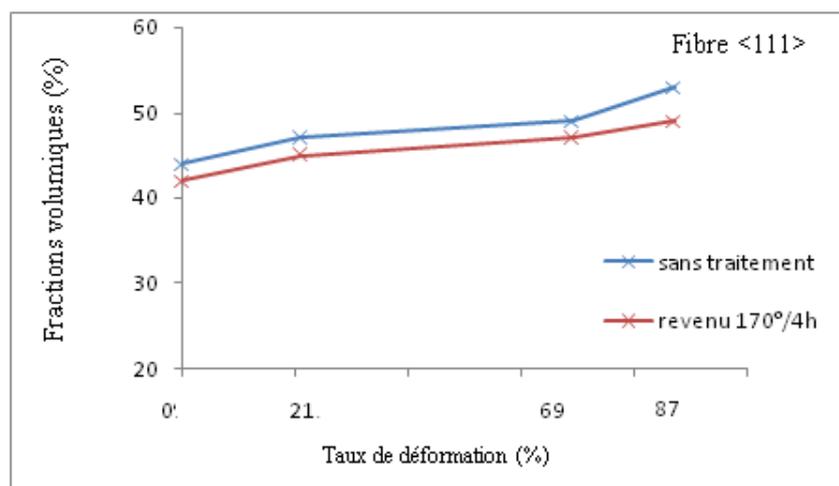


Figure IV.41: Comparaison de l'évolution de la fraction volumique de la fibre $\langle 111 \rangle$ du fil d'alliage 6101 avant et après revenu à 170°C /4h, en fonction du taux de réduction.

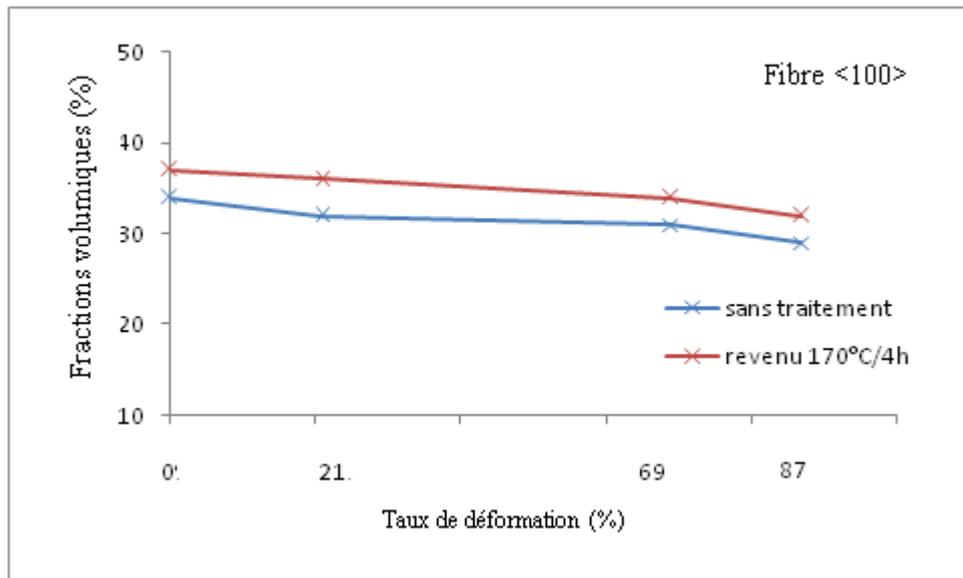


Figure IV.42: Comparaison de l'évolution de la fraction volumique de la fibre <100> du fil d'alliage 6101 avant et après revenu à 170°C/4h, en fonction du taux de réduction.

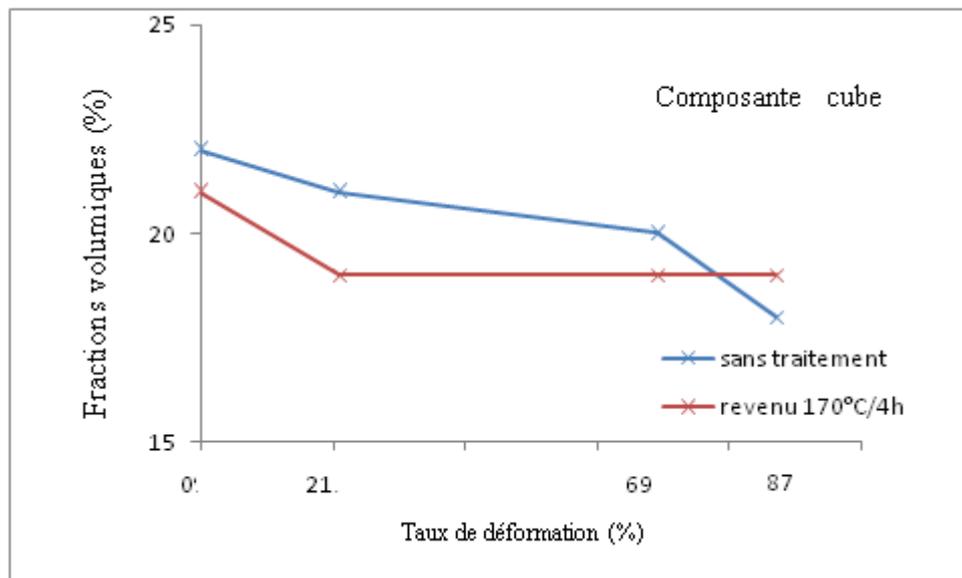


Figure IV.43: Comparaison de l'évolution de la fraction volumique de la composante cube du fil d'alliage 6101 avant et après revenu à 170°C/4h, en fonction du taux de déformation.

IV.4.5 Conclusion

Dans cette partie, consacrée à la caractérisation de la texture après un revenu à 170 °C pendant 4 heures, des fils d'aluméc tréfilés, les orientations locales des grains et l'évolution des ces derniers, ont été caractérisées par EBSD. L'évolution de la texture globale avec la déformation a été consacrée à la caractérisation par FDOC. Les résultats obtenus nous permettent de tirer les conclusions suivantes :

- Le revenu à 170°C garde la même orientation cristallographique des grains déformés, avec une légère diminution de l'intensité des fibres principales (majoritaire $\langle 111 \rangle // DN$ et l'augmentation de la fibre minoritaire $\langle 100 \rangle // DN$).
- La fraction volumique Après revenu, de la fibre $\langle 111 \rangle$ diminue et celle de la fibre $\langle 100 \rangle$ augmente.

Conclusion Générale

CONCLUSION GENERALE

Ce projet de recherche est basé sur une problématique industrielle liée au domaine de tréfilage à froid des fils d'alliage d'aluminium destinés à la fabrication des câbles électriques aériens de haute tension chez l'entreprise EN.I.CA.B BISKRA. Cette étude visait à comprendre l'évolution de la microstructure et la texture de déformation. En parallèle nous avons essayé de mieux appréhender l'influence combinée de la déformation et le traitement de revenu à 170°C sur le processus de durcissement structural et l'évolution de la phase secondaire, en plus l'amélioration des caractéristiques mécaniques et électriques de l'alliage d'aluminium de nuance 6101.

Les conclusions que nous pouvons tirer de cette étude sont :

- la microstructure de l'alliage de provenance industrielle, la présence de deux types de particules intermétalliques grises et l'autre sombre ainsi que des précipitations observées sur le matériau de l'étude est comparable à celle décrite dans la littérature
- Ces précipités ont la forme globulaire ou bâtonnet, sont alignés selon la direction de tréfilage.
- D'après la micro-analyse chimique par EDAX, effectués sur ces échantillons des précipités, le précipité est le Mg_2Si .
- Les observations faites montrent aussi que le matériau contient autres hétérogénéités, telle que de grosses phases uniformément répartis de façon homogène qui doit être des dispersoïdes.
- L'analyse par MEB a montré la présence des porosités dans cet alliage.
- Les pics enregistrés après la diffraction des rayons X, du matériau étudié à l'état de réception et après la déformation, correspondent à la structure de la matrice α -aluminium.
- sous l'effet de déformation, il y a une désorientation des grains où les grains tendent à s'orienter dans une direction privilégiée et à former une certaine texture selon le sens de l'axe de tréfilage, il provoque un développement d'une texture fibreuse.
- Le tréfilage, provoque une augmentation importante de la microdureté, la résistance à la rupture et la résistivité électrique, par contre il y a une diminution de la plasticité, c'est-à-dire l'allongement à la rupture.

- En effet, un fort taux d'écroutissage précédent un traitement de revenu semble accélère significativement la formation de précipités durcissants et favorise très fortement la formation des précipités aux joints de grains par rapport à ce qui est observé sur un échantillon simplement soumis à un revenu.
- Le prolongement du temps de revenu, provoque une variation notable dans l'intensité des pics, les pics tendent de manière générale à augmenter d'intensité puis ils diminuent.
- Au cours du traitement de revenu à 170°C, il y a une formation de plusieurs précipités, mais le précipité le plus remarquable c'est le Mg₂Si.
- La combinaison entre la déformation plastique et le traitement de revenu, donne au matériau des propriétés mécaniques plus élevées, tel que la microdureté, la charge à la rupture et l'allongement.
- Plus en prolongeant le temps de maintien de revenu à 170°C, la résistivité électrique de l'alliage 6101 diminue.
- Le tréfilage provoque un développement d'une double texture de fibre principale, une majoritaire $\langle 111 \rangle // \text{DN}$ (DN//axe de tréfilage) et l'autre minoritaire $\langle 100 \rangle$ (DN//axe de tréfilage), cette texture est symétrique autour de l'axe du fil, connu sous le nom de : «axe de fibre». L'analyse de la texture par FDP et FDOC, caractérisé par EBSD, montre que l'acuité de la composante de la fibre majoritaire $\langle 111 \rangle$ s'accroît alors que la fibre minoritaire $\langle 100 \rangle$ diminue en fonction de la déformation.
- Le revenu à 170°C garde la même orientation cristallographique des grains déformés, avec une légère diminution de l'intensité des fibres principales (majoritaire $\langle 111 \rangle // \text{DN}$ et l'augmentation de la fibre minoritaire $\langle 100 \rangle // \text{DN}$).
- La fraction volumique Après revenu, de la fibre $\langle 111 \rangle$ diminue et celle de la fibre $\langle 100 \rangle$ augmente.

PERSPECTIVES

Cette étude a permis de caractériser les mécanismes de durcissement structural dans un alliage d'aluminium de la série 6000, après différents taux de déformation par tréfilage à froid, et de déterminer les paramètres clefs pour leur développement. Pour approfondir la compréhension de ces mécanismes, plusieurs axes de recherche sont proposés:

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

1- Etude de la variation de l'énergie stockée après chaque taux de déformation par tréfilage, en utilisant différentes techniques de mesure, telles que : la diffraction de neutrons qui permet de déterminer l'énergie stockée en fonction de l'orientation cristallographique des grains, et la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) pour confirmer s'il y a une formation des nouvelles phases au cours du traitement de revenu.

2- L'analyse des fils tréfilés par MEB, EBSD et par diffraction de RX, nous a permis de faire des constats respectivement sur la texture et l'orientation des grains en fonction du taux de déformation. Pour essayer d'expliquer les différences observées entre ces déformations, il sera utile de mener une caractérisation de la sous-structure de déformation.

3- Il sera intéressant dans les prochaines études d'essayer d'autres température de revenu sur d'autres nuances de la série 6000 et suivre son influence sur la précipitation de la phase secondaire, l'évolution de la microstructure et autres caractéristiques mécaniques (microdureté, résistance à la traction...etc) en utilisant d'autres moyens d'analyse, comme la dilatométrie et autre. Et utiliser la méthode d'enlèvement des couches lors de l'utilisation de la diffraction des rayons X pour révéler plus les différentes phases.

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

- [1] X. Yang, J. D. Hunt and D. V. Edmonds, *Aluminium*, 69(2), 158, 1993.
- [2] A. Chanal et J. P. L eveque, *Lignes a eriennes : mat eriels*, Techniques de l'ing enieur, D 4 422, 2008.
- [3] C. Vargel : *Corrosion de l'aluminium*, (1999).
- [4] R. Develay : Propri et es de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroy es. *Dans les Techniques de l'Ing enieur*. Editions T.I, (1992).
- [5] B. Dubost et P.Sainfort : Durcissement par pr ecipitation des alliages d'aluminium corroy es. *Dans les Techniques de l'Ing enieur*. Editions T.I, (1991).
- [6] W. S. Miller, L. Zhuang , J. Bottema, A. J .Wittebrood, P. DeSmet, A. Haszler, and A. Vieregge. Recent development in aluminium alloys for the automotive industry. *Materials Science and Engineering A*, 280(1):37–49, (2000).
- [7] A. Heinz, A .Haszler , C. Keidel, S. Moldenhauer, R. Benedictus, and W. S. Miller. Recent development in aluminum for aerospace applications. *Materials Science and Engineering A*, 280 (1): 102–107, (2000).
- [8] E. Sarrazin. *Mod elisation du soudage d'alliages d'aluminium*. PhD thesis, Ecole Polytechnique, (1995).
- [9] F. Delmas. *Influence des traitements thermiques sur les propri et es m ecaniques d'un alliage Al Mg Si Cu*. PhD thesis, Universit e Paul Sabatier de Toulouse, (2002).
- [10] J. E. Hatch. *Aluminum: Properties and Physical Metallurgy*. American Society for Metals, (1984).
- [11] G. A. Edwards, K. Stiller, G. L. Dunlop, and M. J. Couper. The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys. *Acta Materialia*, 46 (11):3893–3904, (1998).
- [12] B. Dubost and P. Sainfort. Durcissement par pr ecipitation des alliages d'aluminium. *Techniques de l'Ing enieur*, (1991).
- [13] C. D. Marioara, S. J. Andersen, J. Jansen and H. W. Zandbergen, Atomic model for GP zones in a 6082 Al–Mg–Si system, *Acta Materialia*, **49**, 2, 321-328, (2001).
- [14] J. P. Lynch, L. M . Brown and M . H. Jacobs, Microanalysis of age-hardening precipitates in aluminium alloys, *Acta metallurgica*, **30**, 1389-1395, (1982).
- [15] W.F. Smith, The effect of reversion treatments on precipitation mechanisms in an Al-1.35 atomic percentage Mg₂Si alloy, *Metallurgical and Materials Transactions B*, **4**, 2435, (1973).

BIBLIOGRAPHIE

- [16] K. Matsuda, H. Gamada, K. Fuji, Y. Uteni, T. Sato, A. Kamis and S. Ikeno, High-Resolution Electron Microscopy on the Structure of Guinier-Preston Zones in an Al-1.6 Mass Percentage Mg₂Si Alloy. *Metalurgical And Materials Transactions*, **29A**, 1161-1167, (1998).
- [17] A. Lutts, Pre-precipitation in Al-Mg-Ge and Al-Mg-Si, *Acta Metallurgica*, **9**, 6, 577-586, (1961).
- [18] A. Guinier et H. Lambot, *Revue de Metallurgie*, **47**, 709, (1950).
- [19] D. W. Pashley, J. W. Rhodes and A. Sendorek, *Journal Institute Metals*, **94**, 41, (1966).
- [20] G. Thomas, *Journal Institute Metals*, **90**, 57, (1961-1962).
- [21] T. V. Schegoleva, *Physics of Metals and Metallography*, **25**, 56, (1968).
- [22] K. Matsuda, T. Naoi, K. Fujii, Y. Uetani, T. Sato, A. Kamio and S. Ikeno, *Crystal structure of the β'' phase in an Al-1.0mass% Mg₂Si-0.4mass% Si alloy*. *Journal of Materials Science*, **35**, 179, (2000).
- [23] H.S. Hasting, A.G. Froseth, S.J. Andersen, R. Vissers, J.C. Walmsey, C.D. Mariora, F. Danoix, W. Lefebvre and R. Holmestad, Composition of β'' precipitates in Al-Mg-Si alloys by atom probe tomography and first principles calculations, *Journal of Applied Physics*, **62**, 2(009).
- [24] N.A. Belov, D.G. Eskin and A.A. Aksenov: *Multicomponent Phase Diagrams: Applications for Commercial Aluminium Alloys*, first edition, Elsevier Ltd, Oxford, (2005).
- [25] M. H. Jacobs, The structure of the metastable precipitates formed during ageing of an Al-Mg-Si alloy. *Philosophical Magazine*, **26**, 1, 1 – 13, (1972).
- [26] G.A. Edwards, K. Stiller, G.L. Dunlop and M. J. Couper, The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys, *Acta Materialia*, **46**, 11, 3893–3904, (1998).
- [27] A.K. Gupta, D.J. Lloyd and S.A. Court, Precipitation hardening processes in an Al-0.4%Mg-1.3%Si-0.25%Fe Aluminium alloy, *Materials Science and Engineering*, **A301**, 140-146, (2001).
- [28] K. Matsuda, Y. Sakaguchi, Y. Miyata, Y. Uteni, T. Sato, A. Kamio and S. Ikeno, *Precipitation sequence of various kinds of metastable phases in Al-1.0mass% Mg₂Si-0.4mass% Si alloy*. *Journal of Materials Science*, **35**, 179, (2000).
- [29] J. Barralis and G. Maeder. *Précis de métallurgie: élaboration, structures — propriétés, normalisation*. Nathan, (1997).
- [30] K. Matsuda, T. Kawabata, Y. Uetani, T. Sato, and S. Ikeno. Hexagonal tubular β -phase in Al-Mg-Si-Cu alloy. *Scripta Materialia*, 47:467–471, (2002).
- [31] D. J. Chakrabarti and D. E. Laughlin. Phase relations and precipitation in Al-Mg-Si alloys with Cu additions. *Progress in Materials Science*, 49:389–410, (2004).
- [32] C. Cayron and P. A. Buffat. TEM study of the β phase (Al-Mg-Si alloys) and QC phase (Al-Cu-Mg-Si alloys): ordering mechanism and crystallographic structure. *Acta Materialia*, 48:2639–2653, (2000).

BIBLIOGRAPHIE

- [33] B. Dubost and P. Sainfort. Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium. *Techniques de l'Ingénieur*, (1991).
- [34] S. Esmacili, Precipitation hardening behaviours of AA6111, UBC PhD Thesis, February (2002).
- [35] I. J. Polmear, « Light Alloys », Third Edition, Metallurgy and Materials Science, (1995).
- [36] D. François, A. Pineau, and A. Zaoui. *Comportement mécanique des matériaux*. Hermès, (2000).
- [37] Y.L. Liu, S.B. Kang and H.W. Kim, The complex microstructures in an as-cast Al–Mg–Si alloy, *Materials Letters*, **41**, 267-272, (1999).
- [38] A.K. Gupta, D.J. Lloyd and S.A. Court, Precipitation hardening in an Al–Mg–Si alloys with and without excess Si, *Materials Science and Engineering*, **A316**, 11-17, (2001).
- [39] M.A. Moustafa, F.H. Samuel, H. W. Doty, *J. of Mater. Science*, 38, pp 4523-4534. (2003).
- [40] M.A. Moustafa, F.H. Samuel, H. W. Doty et S. Valtierra, *International Journal of Cast Metals Research*, vol. 14, pp 235-253, (2002).
- [41] J. M. Dorlot, J.P. Baillon et J. Masounave, *Des Matériaux*, Edition de l'Ecole Polytechnique de Montréal, pp467, (1986).
- [42] R. F. Smart, *The British Foundryman*, November pp, 430-446, (1971).
- [43] A. M. A. Mohamed, A. M. Samuel, F. H. Samuel, *J. of Mater. Design* 30, pp 3943-3957, (2003).
- [44] R. Célin, B. Legendre, *Introduction à l'étude des diagrammes de phases*, p. 64, Société d'édition d'enseignement supérieur, Paris, (1974).
- [45] Norme EN 573. Aluminium et alliages d'aluminium. Composition chimique et forme des produits corroyés.
- [46] D. Massinon et V. Constantin, *Formation métallurgie et défauts de fonderie*, Montupet, Chateauroux, (2002).
- [47] Anson J. P., Gruzleski J. E. The quantitative discrimination between shrinkage and gas microporosity in cast aluminium alloys using spatial data analysis. *Mater. Char.*, vol. 43, pp 319–335, (1999).
- [48] M. Gaudry, F. Choré, C. Hardy, E. Ghannoum " Accroître la capacité de transit des lignes aériennes grâce à l'utilisation de conducteurs compacts homogènes " , (1998).
- [49] European Standard EN 50183, Conductors for Over head Lines, Al–Mg–Si Alloy Wires, January (2000).
- [50] E.C. Chia and R. J. Schoerner, Method for manufacturing an aluminum alloy electrical conductor. US-Patent 12 No. 4, 234, 359, (1980).
- [51] J. L. Bousquet, JC. Delomel, B. Loreau, D. Albert " Compact High-Conductivity Conductors for Over-head Lines " (EuroWire - March (1998).

BIBLIOGRAPHIE

- [52] N. Yu, Electrical conductor made of copper-plated and tin-plated aluminium. US Patent No.5, 965, 279, (1999).
- [53] S. Roques, B. Loreau, R. Marsolais " Flexible Cables in Aluminium Alloys " (EuroW – issue), March (1994).
- [54] M. J. Tunstall, S.P Hoffmann, NS. Derbyshire, M.J. Pyke " Maximising the ratings of national grid's existing transmission lines using high temperature, low sag conductor " (CIGRE (2000).
- [55] L .F. Mondolfo, Aluminium Alloys: Structure and Properties, Butterworth and Co., London, 1976.
- [56] W.T. Walton, Production of aluminium wire, US-Patent No. 4, 161, 416, (1979).
- [57] W. Wert, Proc. 5th Int. Al Extrusion Tech. Sem., The Aluminum Association, Chicago, Il, (1992).
- [58] W. C. Setzer, G. W. Boone, The Use of Aluminium Boron Master Alloys to Improve Electrical Conductivity. TMS Annual Meeting in San Diego, California, March1–5, Euel R. Cutshall, Light Metals, ISBN: 0-87339-146-2, (1992).
- [59] W. Brinnvall, An aluminium alloy for electrical conductors. Wire Industry, (1981).
- [60] A. R. Petterson and W. Bronnvall, Al-59 A Swedish Standard for Over head Aluminium Alloy Conductors With 59% Conductivity(IACS). International Conference on Over head Line Design and Construction: The ory and Practice (up to150 kV) London, UK 28–30 November (1988).
- [61] M. H. Mulazimoglu, J. E. Gruzleski, B. Closset, and J. C. Delomel, Aluminium, (1995).
- [62] K. Miyazaki, and T. Ikeda, High-strength heat-resistant aluminium alloy, conductive wire, overhead wire and method of preparing the aluminium alloy, Patent No. EP 0787 811 A1, (1997).
- [63] Aluminum Taschenbuch, Ed. Aluminium Zentrale Düsseldorf, W. Hufnagel, Aluminium Velag, Düsseldorf (1983).
- [64] Le Comportement de l'aluminium et de ses alliages, Christian Vargel, Dunod, (1979).
- [65] Haessner, F. Ed.: Recrystallisation of Metallic Materials. Dr. Riederer-Verlag, Stuttgart 1978.
- [66] C.N.Reid, « *Deformation Geometry for Materials Scientists* », Pergamon Press, Oxford (1973).
- [67] M. Ashby, D. Jones, « *Matériaux – Propriétés et applications* », Dunod, Paris (1998)
- [68] M. Berveiller, A. Zaoui, « *Modélisation de la déformation plastique des polycristaux* », Fiche M 48, Techniques de l'ingénieur, Paris (1994).

BIBLIOGRAPHIE

- [69] C. G'Sell, J.-M. Haudin, « *Introduction à la mécanique des polymères* », INPL (1995)
- [70] Means, *Stress and Strain (basic concepts for geologists)*, Springer Verlag (1976).
- [71] J.E. Gordon, *Structures et Matériaux*, Pour la Science Belin (1994).
- [72] M.F. Ashby, D.R.H. Jones, *Matériaux : Propriétés et applications*, Dunod (1996).
- [73] S. Timoshenko, *Théorie de l'élasticité*, Béranger (1948).
- [74] S. Timoshenko, *Résistance des matériaux (tomes I et II)* Béranger (1947).
- [75] L. Landau, E. Lifchitz, *Théorie de l'élasticité*, Editions MIR (1990).
- [76] E. Dieulesaint, D. Royer, *Ondes élastiques dans les solides*, Masson (1974).
- [77] Avitzur B. "Metal Forming: Processes and analysis", McGraw-Hill Series, Krieger (1968), revised (1979).
- [78] SIMONNET, G. Tréfilage de l'acier M645, In *Traité des matériaux métalliques*, Techniques de l'Ingénieur, p 2-11, (1996).
- [79] SCHEY, J. A. *Tribology in metalworking: Friction, lubrication and wear*. E. d. American society for metals, p 736, (1983).
- [80] Israelachvili J., Mitchell D.J., Ninham B.W. "Theory of self-assembly of hydrocarbon amphiphiles into micelles and bilayers", *J. Chem. Soc. Faraday Trans II* 72, p1525-1568 (1976).
- [81] C.M. Brakman "On the interpretation of diffraction line-shift measurements on textured cubic materials" Thèse de doctorat, université de DELFT, (1988).
- [82] F.Léon, « Développement de l'analyse quantitative de texture utilisant des détecteurs bidimensionnels ; application à la texture magnétique », thèse de Doctorat, Université de CAEN, BASSE NORMANDIE (2009).
- [83] H.J.Bunge, C.Esling, *Techniques de l'ingénieur*, M605, (1997).
- [84] C.M. Brakman "Odd-order O.D.F expansion coefficients. Case of diffraction strain measurements on cubic materials under macrostress loading" *J. Appl. Cryst.*, p 279-29 vol.18 (1985).
- [85] P. Coulomb, « Les textures dans les métaux de réseaux cubique », ed. DUNOD, p. 11-12, Paris (1972).
- [86] H.J. Bunge, *Zeitschrift für Metallkunde*, Vol. 56, p. 824 (1982).

BIBLIOGRAPHIE

- [87] P. Coulomb, Les textures dans les matériaux cubiques, Dunod eds, Paris (1972).
- [88] P.F. Willemse, B.P. Naughton, C.A. Verbraak " X-ray residual stress measurements on cold drawn steel wire" *Materials Science and Engineering*, p 25-37, vol. 56 (1982).
- [89] T. Montesin, J.J. Heizmann *Revue de métallurgie*, p217-232, Avril (1990).
- [90] J. P. EBERHART. Méthodes physiques d'étude des minéraux et des matériaux solides. Doin éditeurs. 1976.
- [91] Y.ADDA, J.-M. DUPOUY, J. PHILIBERT et Y.QUÉRÉ : Techniques de laboratoire en science des matériaux. CEA, INSTN, 1993.
- [92] B.L. Adams, S.I. Wright, K. Kunze, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 24A, (1993).
- [93] D.J. Dingley, *Proceedings of the Eighth International Conference on Textures of Materials*, Edited by J.S. Kallend and G. Gostein, TMS Warrendale PA, (1987).
- [94] O. Engler, C. Escher, G. Gottstein, *Textures and Microstructures*, Vol. 26-27, (1996).
- [95] A.Nady, « Caractérisation par diffraction des neutrons et rayonnement synchrotron de revêtements épais à base de cobalt obtenu par le procédé plasma à arc transféré», thèse du Doctorat, Université de Reims Champagne Ardenne, (2009).
- [96] J.P. Eberhart, Méthodes physiques d'étude des minéraux et des matériaux solides, DOIN Editeurs, 1976.
- [97] J.S. Barret, O. Nigol, C.J. Fehervari, R.D. Findlay, A new model of AC resistance in ACSR conductors. *IEEE T Power Deliver PWRD 1*, 1986.
- [98] W.C. Setzer, G.W. Boone. The use of aluminium boron master alloys to improve electrical conductivity. In: Euel R. Cutshall. *TMS annual meeting in San Diego, California, March 1–5. Light metals*, ISBN: 0-87339-146-2; 1992.
- [99] Cooper PS, Kearns MA, Cook R. Effects of residual transition metal impurities on electrical conductivity and grain refinement of EC grade aluminium. In: *The 126th TMS annual meeting in Orlando, Florida, February 9–13, 1997.*
- [100] C. Blanc, Y. Roques and G. Mankowski, Application of phase shifting interferometric microscopy to studies of the behaviour of coarse intermetallic particles in 6056 aluminium alloy, *Corrosion Science*, 40, 1019-1035, 1998.
- [101] A. K. Gupta, D. J. Loyd and S. A. Court, Precipitation hardening in an Al-0.4%Mg-1.3%Si-0.25%Fe aluminium alloy, *Materials science and Engineering*. A301, 140-146, 2001.

BIBLIOGRAPHIE

- [102] A. K. Gupta, D. J. Loyd and S. A. Court, Precipitation hardening in an Al-Mg-Si alloys with and without excess Si, *Materials science and Engineering*. A316, 11-17, 2001.
- [103] D.R. Cliff, Technical Metallurgy, Ed. E. Arnold, London, 1968.
- [104] M. Murayama, Z. Horita, K. Hono, Microstructure of two-phase Al-1.7 at% Cu alloy deformed by equal-channel angular pressing, *Acta Materialia*, Vol.49, p. 21-29, 2001.
- [105] G. A. Edwards, K. Stiller, G. L. Dunlop and M. J. Couper, The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys; *Acta Materialia*, 46, 11, 3893-3904, 1998.
- [106] M. Zidani, M.D. Hadid, S. Messaoudi, F. Dendouga, L. Bessais, F. Baira, M. Bayarassou, A.L. Helbert, M.H. Mathon, and T. Baudin, "The drawing process of the wires of copper and aluminium evolution of the microstructure and (mechanical/electrical) properties", *Proceeding METAL 2014* Brno, Czech Republic, EU, (indexed by: Thomson Reuters /Scopus -Elsevier), p.442-446 (2014).
- [107] M. Zidani, M.D. Hadid, T. Djimaoui, H. Fareh, S. Messaoudi, L. Bessais, M.H. Mathon, and T. Baudin, Annealing effect at low temperature on the evolution of the microstructure, mechanical and electrical properties of a drawn aluminum wire; *Proceeding METAL 2016* Brno, Czech Republic, EU, (indexed by: Thomson Reuters /Scopus -Elsevier) pp.1595-1599, 2016.
- [108] R. Develay, Propriétés de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés, Techniques de l'ingénieur, Editions T. I, 1992.
- [109] N. A. Belov, D. G. Eskin and A. A. Aksenov, Multicomponent phase diagrams applications for commercial aluminium alloys, first edition, Elsevier Ltd, Oxford, 2005.
- [110] L. F. Mondolfo, Aluminium alloys, Structure and properties, Butterworths and Co. Ltd, London, 1976.
- [111] M.D. Hadid, M. Zidani, S. Messaoudi, F. Dendouga, L. Bessais, M. H. Mathon and T. Baudin, *Evolution de la microstructure et des propriétés mécaniques et électriques d'alliage d'aluminium de type AGS tréfilé industriellement*, Journées d'étude sur la fonderie et l'environnement JEFE '16, Annaba-Algérie, 10-12 Mai (2016).
- [112] M. Zidani, M.D. Hadid, T. Djimaoui, S. Messaoudi, L. Bessais, D. Miroud, H. Farh, M. H. Mathon and T. Baudin, *The influence of aging on industrially cold drawn aluminum alloy (6101) used in the electric transmission lines*, International Journal of Engineering Research in Africa (TTP indexed by: Thomson Reuters /Scopus -Elsevier) , Vol. 24, p. 9-16 (2016)

BIBLIOGRAPHIE

- [113] M.D. Hadid, *Evolution de la microstructure et des propriétés mécaniques au tréfilage des alliages d'aluminium*, mémoire de magistère, Ecole national polytechnique, Alger, 2012.
- [114] M.D. Hadid, M. Zidani, T. Djimaoui, H. Farh, S. Messaoudi, L. Bessais, M. H. Mathon and T. Baudin, *Incoherent Precipitation in Billets Cast of 6101 Alloy used for Drawn and Artificial Aged Wires*, 6ème Séminaire National sur les Matériaux, Procédés et Environnement SNMPE-2016, Boumerdès -Algérie, 07 -08 November (2016).
- [115] M.D. Hadid, M. Zidani, S. Messaoudi, L. Bessais, F. Baira, M. H. Mathon, et T. Baudin, *Caractérisation de la (microstructure/texture) et étude de comportement mécanique et électrique d'un fil d'aluminium tréfilé destiné au câblage électrique*, *Proceeding de 2nd International Symposium on Materials and Sustainable Development (2CIMDD'15)*, Boumerdes, 9-10 Novembre, pp.124-127 (2015).
- [116] C.J. Mc. Hargue, L. K. Jetter et J.C. Ogle, *Transactions of the Metallurgical Society of A.I.M.E.*, Vol. 215, p. 831 (1959).
- [117] A. Inone, T. Ogura and T. Masumoto, *Trans. Japan, Inst Meatl.*, Vol. 7, p.149 (1976).
- [118] M.D. Hadid, M. Zidani, S. Messaoudi, L. Bessais, F. Baira, M. H. Mathon, et T. Baudin, *Caractérisation de la (microstructure/texture) et étude de comportement mécanique et électrique d'un fil d'aluminium tréfilé destiné au câblage électrique*, *2nd International Symposium on Materials and Sustainable Development (2CIMDD'15)*, Boumerdes, 9-10 Novembre (2015).
- [119] M.D. Hadid, M. Zidani, T. Djimaoui, S. Messaoudi, L. Bessais, D. Miroud, M. H. Mathon, T. Baudin, *Effect Of Precipitation Processes In Aluminum Alloy 6101 T1 Used In The Electric Transmission Lines* International Conference on Welding, Non Destructive Testing and Materials and Alloys Industry (IC-WNDT-MI'16), Oran -Algérie, 26 -28 November (2016).
- [120] S. Messaoudi, M. Zidani, L. Bessais, T. Djimaoui, M. H. Mathon, A. L. Helbert, F. Brisset and T. Baudin, *EFFECT OF HEAT TREATMENT ON THE PROPERTIES OF ALUMINUM ALLOY AGS 6101 AFTER WIRE DRAWING*, *Proceeding METAL 2017* Ostrava, Czech Republic, EU, (indexed by: Thomson Reuters /Scopus -Elsevier), in Press (2017).

ANNEXES

Liste des travaux réalisés au cours de la thèse de doctorat

Publications Internationales

- M.ZIDANI, F. DENDOUGA, S.MESSAOUDI, L.BESSAIS, **M.D.HADID**, C. DERFOUF, A.L. HELBERT and T. BAUDIN, *Characteristics of Texture Evolution of Copper Wire Drawn Distended for Electrical Cabling by Electron Back Scattering Diffraction*; publishing in Thomson Reuters database, p.502-506 (2013).
- M.ZIDANI, **M.D.HADID**, S.MESSAOUDI, F. DENDOUGA, L.BESSAIS, F. BAIRA, M. BAYARASSOU, A.L. HELBERT, M.H.MATHON and T. BAUDIN, *The drawing process of the wires of copper and aluminium*; Evolution of the microstructure and (mechanical/electrical) properties; Proceeding METAL 2014 Brno, Czech Republic, EU, (indexed by: Thomson Reuters /Scopus -Elsevier), p.442-446 (2014).
- M.ZIDANI, **M.D.HADID**, T.DJIMAOU, S.MESSAOUDI, L.BESSAIS, D.MIROUD, H.FARH, M.H.MATHON and T. BAUDIN, *The influence of aging on industrially cold drawn aluminum alloy (6101) used in the electric transmission lines*, International Journal of Engineering Research in Africa (TTP indexed by: Thomson Reuters /Scopus -Elsevier) , Vol. 24, p. 9-16 (2016). DOI: [10.4028/www.scientific.net/JERA.24.9](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/JERA.24.9)
- M.ZIDANI, **M.D.HADID**, T.DJIMAOU, H.FARH, S.MESSAOUDI, L.BESSAIS, M.H.MATHON and T. BAUDIN, *Annealing effect at low temperature on the evolution of the microstructure ,mechanical and electrical properties of a drawn aluminum wire*; Proceeding METAL 2016 Brno, Czech Republic, EU, (indexed by: Thomson Reuters /Scopus -Elsevier) p.1595-1599 (2016).
- M.ZIDANI, L. BESSAIS, S. MESSAOUDI, **M.D. HADID**, H. FARH HICHEM, D. MIROUD, M.K. LOUDJANI, A.L. HELBERT, T. BAUDIN, *Study of texture, mechanical and electrical properties of cold drawn AGS alloy wire*, Steel and Composite Structures, An International Journal, Vol.22, n. 4, p 745-752 (Techno-press indexed by Thomson Reuters Impact factor : 1.796) (November 2016). DOI: [10.12989/scs.2016.22.4.745](https://doi.org/10.12989/scs.2016.22.4.745)
- ZIDANI Mosbah¹, BESSAIS Lakhdar¹, FARH Hichem², MESSAOUDI Salim¹, **HADID Mohamed Djamel**¹, DJIMAOUI Toufik¹, MIROUD Djamel³, MATHON Marie Hélène⁴, HELBERT Anne-Laure⁵, LOUDJANI Mohamed-Khireddine⁵, BAUDIN Thierry⁶, *Microstructural evolution as well as mechanical and electrical properties of AA 6101 wire during recrystallization annealing treatment*, Proceeding METAL 2017 Brno, Czech Republic, EU, (indexed by: Thomson Reuters /Scopus -Elsevier) (2017 accepted).

Publications Nationales

- **M.D. HADID**, M. ZIDANI, S. MESSAOUDI, L. BESSAIS, F. BAIRA, M.H. MATHON et T. BAUDIN, *Caractérisation de la (microstructure/texture) et étude de comportement mécanique et électrique d'un fil d'aluminium tréfilé destiné au câblage électrique*, Proceeding de 2nd International Symposium on Materials and Sustainable Development (2CIMDD'15), Boumerdes, 9-10 Novembre, pp.124-127 (2015).

- M. ZIDANI, T. DJIMAOUI et **M.D. HADID**. *Effet du traitement thermique sur différents propriétés de l'alliage d'aluminium AGS tréfilé industriellement*. Revue science des matériaux, Laboratoire LARHYSS (N°08) Vol.7, n:2, p.35-41 (2016).

Conferences Internationales

1. M.ZIDANI, F. DENDOUGA, S.MESSAOUDI, **M.D.HADID**, L.BESSAIS, C.DERFOUF, A.L.HELBERTA and T. BAUDIN, *Characteristics of Texture Evolution of Copper Wire Drawn Distended for Electrical Cabling by Electron Back Scattering Diffraction*, 22th Int. Metallurgical & Material Conf.(METAL 2013), Brno, Czech Republic, May 15-17 (2013).
2. M.ZIDANI, F.DENDOUGA, S.MESSAOUDI, **M.D.HADID**, T. BAUDIN, et C. DERFOUF, *Evolution de la (Microstructure/Texture) et l'Energie Stokée d'un Fil d'Acier Perlitique Tréfilé Industriellement à Froid*. Congrès Algérien de Mécanique, Mascara-Algérie, 25-28 Novembre (2013).
3. M.ZIDANI, **M.D. HADID**, S.MESSAOUDI, F. DENDOUGA, L.BESSAIS, F. BAIRA, M. BAYARASSOU, A.L. HELBERT, M.H.MATHON and T. BAUDIN, *The drawing process of the wires of copper and aluminium: Evolution of the microstructure and (mechanical/electrical) properties*; 23th Int. Metallurgical & Material Conf .(METAL 2014), Brno, Czech Republic, May 21-23 (2014).
4. **M.D. HADID**, M. ZIDANI, S. MESSAOUDI, L. BESSAIS, F. BAIRA, M.H. MATHON et T. BAUDIN, *Caractérisation de la (microstructure/texture) et étude de comportement mécanique et électrique d'un fil d'aluminium tréfilé destiné au câblage électrique*, 2nd International Symposium on Materials and Sustainable Development (2CIMDD'15), Boumerdes, 9-10 Novembre (2015)
5. **M.D. HADID**, M. ZIDANI, S. MESSAOUDI, L. BESSAIS, F. BAIRA, M.H. MATHON et T. BAUDIN, *Effet de la déformation mécanique sur les propriétés d'un alliage d'aluminium*, 3^{ème} Conférence Internationale sur: La Maintenance et la Sécurité industrielle (CIMSI'15), Skikda, 9-10 Novembre (2015).
6. **M.D. HADID**, M. ZIDANI, S. MESSAOUDI, L. BESSAIS, F. BAIRA, M.H. MATHON et T. BAUDIN, "Effet de la formation de précipités Mg₂Si sur la microstructure et les propriétés mécaniques d'un alliage d'aluminium", First Conference on Mechanical, Energy and Material (CMEME 2015), Biskra, 8-9 December (2015.)
7. L.BESSAIS, M. ZIDANI, S. MESSAOUDI, **M.D. HADID**, M.H. MATHON et T. BAUDIN, *Etude des comportements mécanique et électrique et suivi de l'évolution de la texture d'un fil d'aluminium tréfilé destiné au câblage électrique*, First Conference on Mechanical, Energy and Material (CMEME 2015), Biskra, 8-9 December (2015).
8. **M.D.HADID**, M.ZIDANI, T.DJIMAOUI, S.MESSAOUDI, L.BESSAIS, F.BAIRA, M.H.MATHON and T. BAUDIN, *Evolution de la microstructure et des propriétés mécanique et l'environnement JEFE '16*, Annaba-Algérie, 10-12 Mai (2016).
9. L.BESSAIS, M.ZIDANI, S.MESSAOUDI, **M.D.HADID**, T.DJIMAOUI, D.MIROUD, M.H.MATHON and T. BAUDIN, *Effet de recuit de recristallisation sur le comportement structurale d'alliage d'aluminium de type AGS tréfilé industriellement*, Journées d'étude sur la fonderie et l'environnement JEFE '16, Annaba-Algérie, 10-12 Mai (2016).
10. M.ZIDANI, T.DJIMAOUI, S.MESSAOUDI, **M.D.HADID**, L.BESSAIS, D.MIROUD, M.H.MATHON and T. BAUDIN, *Annealing effect at low temperature on the evolution of the microstructure and mechanical and electrical properties of a drawn aluminum wire*; 25th Anniversary Int. Metallurgical & Material Conf .(METAL 2016), Brno, Czech Republic, May 25-27 (2016).
11. **M.D.HADID**, M.ZIDANI, T.DJIMAOUI, S.MESSAOUDI, L.BESSAIS, MIROUD, M.H.MATHON, T. BAUDIN, *Effect Of Precipitation Processes In Aluminum Alloy 6101 T1 Used In The Electric Transmission Lines* International Conference on Welding, Non Destructive Testing and Materials and Alloys Industry (IC-WNDT-MI'16), Oran -Algérie, 26 -28 November (2016).
12. L.BESSAIS, M.ZIDANI, T.DJIMAOUI, H.FARH, S.MESSAOUDI, **M.D.HADID**, D.MIROUD, M.H.MATHON, T. BAUDIN, *Effect of drawing process on the structural, mechanical and electrical properties behaviour of 6101 T1 aluminium alloy used in the electric transmission lines*,

1st International Seminar on the Apport of the Simulation in Technological Innovation (SIASIT'17), Ghardaïa (Algeria), March 07-08 (2017).

13. M.ZIDANI, L.BESSAIS, H.FARH, S.MESSAOUDI, **M.D.HADID**, T.DJIMAOUI, D.MIROUD, M.H.MATHON and T. BAUDIN, *Microstructural evolution and mechanical and Electrical Properties of AA 6101 wire during Recrystallization annealing treatment*; 26th Int. Metallurgical & Material Conf .(METAL 2017), Brno, Czech Republic, May 24-26 (2017).

Conferences Nationales

1. L. BESSAIS, M. ZIDANI, S. MESSAOUDI, **M.D. HADID**, F. DENDOUGA, T. BAUDIN, A.L.HELBERT, *étude des propriétés (mécaniques/ électriques) des deux fils (Cu/ Al) tréfilés à froid*, Journées d'étude sur les matériaux en génie mécanique, JEMGM, Biskra-Algérie, 14-15 Avril (2013).
2. **M.D. HADID**, M.ZIDANI, S. MESSAOUDI, L. BESSAIS, F. DENDOUGA, T. BAUDIN, A.L.HELBERT, *Comportement mécanique et électrique lors de tréfilage de fil d'aluminium*, Journées d'étude sur les matériaux en génie mécanique, JEMGM, Biskra-Algérie, 14-15 Avril (2013).
3. L. BESSAIS, M. ZIDANI, S. MESSAOUDI, **M.D. HADID**, F. DENDOUGA, T. BAUDIN, A.L. HELBERT, *Etude métallurgique des fils de cuivre et aluminium tréfilés industriellement à froid*, Journées d'étude sur le génie mécanique : « Procédées de mise en forme et énergie renouvelables » Biskra-Algérie 29-30 avril (2013).
4. **M.D. HADID**, M. ZIDANI, L. BESSAIS, S. MESSAOUDI, A.L. HELBERT, T. BAUDIN, *étude de la microstructure et des propriétés électriques de l'alliage d'aluminium 6101 après déformation par tréfilage*, Journées d'étude sur le génie mécanique : « Procédées de mise en forme et énergie renouvelables » Biskra-Algérie, 29-30 avril (2013).
5. L. BESSAIS, F. DENDOUGA, M. ZIDANI, S. MESSAOUDI, **M.D. HADID**, A.L.HELBERT, T. BAUDIN, *Etude et Caractérisation à L'échelle Granulaire d'un Fil de Cuivre Tréfilé à Froid à l'ENICAB : évolution de la (Microstructure/ Texture) de Déformation*. 4^{èmes} journées d'étude nationale de mécanique, Batna- Algérie, 27-28 Novembre (2013).
6. **M.D. HADID**, M.ZIDANI, S.MESSAOUDI, L.BESSAIS, M. BAYARASSOU, F.BAIRA, M.H.MATHON, T. BAUDIN, *Etude d'un alliage d'aluminium à durcissement structural de nuance 6101*, Deuxièmes journées d'étude sur les matériaux en génie mécanique, JEMGM-II, Biskra-Algérie, 22, 23 avril (2014).
7. M. ZIDANI, L. BESSAIS, S. MESSAOUDI, **M.D. HADID**, F. BAIRA, A.L. HELBERT, T. BAUDIN, *Etude comparative (mécaniques/ électriques) des deux fils (Cu/Al) tréfilés industriellement utilisés dans la fabrication des câbles de transport d'énergie électrique*, Deuxièmes journées d'étude sur les matériaux en génie mécanique, JEMGM-II, Biskra-Algérie, 22,23 Avril (2014).
8. **M.D. HADID**, M. ZIDANI, S. MESSAOUDI, L. BESSAIS, F. BAIRA, T. BAUDIN, *Caractérisation de fil d'aluminium tréfilé : application dans la câblerie électrique*, 1ere journée d'études des jeunes scientifiques (Doctorants), JEJS' 2014, Batna- Algérie, 28 Avril (2014).
9. **M.D. HADID**, M. ZIDANI, S. MESSAOUDI, L. BESSAIS, F. BAIRA, A.L. HELBERT, T. BAUDIN, *Etude de l'évolution de la microstructure et des propriétés mécaniques d'un fil en alliage d'aluminium tréfilé industriellement à froid*, Journées d'étude sur la fonderie et l'environnement JEFE, Annaba-Algérie, 7-8 Mai (2014).
10. M. ZIDANI, **M.D. HADID**, S. MESSAOUDI, L. BESSAIS, F. BAIRA, A.L. HELBERT, A.L.HELBERT, T. BAUDIN, *Etude des propriétés (Mécaniques/ Electrique) des deux fils de cuivre et d'aluminium tréfilés industriellement utilisés dans la fabrication des câbles de transport d'énergie électrique*. Cinquième séminaire nationale sur les matériaux, procédés et environnement, Boumerdès-Algérie, 11-12 Mai (2014).
11. F. BAIRA, M. ZIDANI, S. MESSAOUDI, **M.D. HADID**, L. BESSAIS, T. BAUDIN, *Etude de comportement mécanique et structurale d'un fil de cuivre tréfilé à froid à l'ENICAB : application*

dans la fabrication des câbles de transport d'énergie électrique, Conférence nationale de la mécanique et d'industrie, Mostaganem-Algérie, 09-10 Décembre (2014).

12. **M.D. HADID**, M. ZIDANI, T. DJIMAOU, S. MESSAOUDI, L. BESSAIS, D. MIROUD, M.H.MATHON, T. BAUDIN, *Incoherent Precipitation in Billets Cast of 6101 Alloy used for Drawn and Artificial Aged Wires* , 6ème Séminaire National sur les Matériaux, Procédés et Environnement SNMPE-2016, Boumerdès -Algérie, 07 -08 November (2016).
13. **M.D. HADID**, M. ZIDANI, S. MESSAOUDI, T. DJIMAOU, F. BAIRA, T. BAUDIN, *Effet de la seconde phase sur les propriétés des alliages d'aluminium 6101 utilisés dans la câblerie électrique* , Conférences Formation doctorale, Matériaux et Structures (CFD'MS'17), Biskra-Algérie, 09 Février (2017).

Projets de recherche (CNEPRU)

.Membre de projet de recherche : *Etude de la (précipitation/recristallisation) et de l'évolution structurale dans les fils d'alliages d'aluminium (AGS) de type 6101 et suivit des propriétés mécaniques et électriques des fils tréfilés*, Chef de projet : **Pr. M. ZIDANI**, **projet agréé à partir de 01/01/2015, code du projet : J0301420140055.**