الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية République Algérienne Démocratique et Populaire وزارة التعليم العالي و البحث العلمي Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

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 en : Génie Mécanique**

Spécialité (Option) : Construction Mécanique

Comportement lors du fluage d'un alliage d'aluminium AGS

Présentée par : Souad Bettayeb

Soutenue publiquement le : Mardi 18 Février 2020

Devant le jury composé de :

Pr. Mabrouk HECINI Pr. Zakaria BOUMERZOUG Pr. Aissa Belgacem BOUZIDA Pr. El-Djemai BELBACHA

Professeur Professeur Professeur Professeur Président Rapporteur Examinateur Examinateur Université de Biskra Université de Biskra Université de Batna 1 Université de Batna 1

DEDICACE

A la mémoire de mes parents

Je rend hommage à tous ceux qui m'ont aidé, de près ou de loin, de réaliser mon rêve.

Malheureusement je crains d'oublier de citer certaines personnes ; j'espère qu'elles ne m'en tiendront pas grief, et je peux leur assurer qu'elles ont une place particulière dans mon cœur. Je dédie tout particulièrement :

> A mes frères. A mes sœurs. Aínsí qu'à toute ma famille. A mes amís. A tous mes collègues de promotion. Et à tous ceux que j'aime.

REMERCIEMENTS

Ce travail n'aurait pu aboutir sans l'aide d'Allah qui m'a donné la force de réaliser ce travail.

Tout d'abord, je voudrais exprimer ma gratitude à mon directeur de thèse, **le Professeur Zakaria Boumerzoug**, Professeur à l'université de Biskra, pour ses excellents conseils, ses conseils les plus précieux et son soutien constant tout au long du projet. Sans son aide et ses conseils, je n'aurais pas pu terminer cette thèse.

Je remercie également **le Professeur Mabrouk Hecíní**, Professeur à l'université de Biskra, Doyen de Faculté des Sciences et de la technologie, pour l'intérêt qu'il a bien voulu porter à ce travail ainsi que pour l'honneur qu'il me fait de présider le jury d'examen.

Mes remerciements s'adressent également au **Professeur Aissa Belgacem Bouzida,** Professeur à l'université de Batna 1, Vice-Recteur chargé de la Planification, d'avoir accepté de participer au jury de soutenance de cette thèse.

Je tiens aussi à remercier **le Professeur El-Djemai Belbacha**, Professeur à l'université de Batna 1, pour le grand honneur qu'il me fait en participant à mon jury.

Encore Je remercie **Docteur Belhí Gueríra**, Docteur à l'université de Biskra, Chef de département de Génie mécanique, sans oublier le responsable du Hall de technologie **Monsieur Smail Guettala,** et le

personnel technique du Hall de technologie du département de Génie mécanique.

Je remercie aussi, tout le personnel de l'Entreprise Nationale des Industries des Câbles de Biskra EN.I.CA.B, particulièrement **Madame Amina Aloucif**, Chef de laboratoire de contrôle de qualité, pour la réalisation des essais de traction, et de la résistivité électrique, effectués au sein du laboratoire de contrôle de qualité de l'entreprise, et **Monsieur Tarek Houhou**, Chef service assurance qualité et technologie de l'EN.I.CA.B, de nous avoir facilité l'accès à l'entreprise, et de nous fournir les échantillons nécessaires, pour la réalisation de ce travail.

Encore Je remercie **l'Ingénieur Sadouk Sedratí**, Ingénieur à l'atelier de département de Génie mécanique de l'université de Biskra, pour son aide technique. Je remercie aussi le personnel du laboratoire de Métallurgie.

Je remercie infiniment le **Docteur CHerif Saíb**, Docteur à l'université de Msila, pour sa contribution à la réalisation de l'appareil de test de fluage.

Je tiens à remercie vivement le **Docteur Mohammed Debbache**, Docteur au centre de développement des énergies renouvelables, pour son aide, et son encouragement.

Je tiens aussi à remercier tous ceux qui ont, de près ou de loin, aidé à rendre ce travail possible, que ce soit par des idées ou par des encouragements.

SOMMAIRE

Table des matières	i
Liste des figures	v
Liste des tableaux	Х
Liste des symboles	xi
Introduction générale	01

CHAPITRE I

L'ALUMINIUM ET SES ALLIAGES

Introduction	07
I.1 L'histoire de l'aluminium	07
I.2 Aluminium et ses alliages	08
I.2.1 Les propriétés de l'aluminium	08
I.2.2 Applications de l'aluminium et de ses alliages	11
I.2.3 Les alliages d'aluminium	14
I.3 Alliage d'aluminium série 6XXX	16
I.3.1 Présentation générale	16
I.3.1.1 Éléments d'alliage dans les conducteurs d'alliages 6XXX	16
I.3.2 Procédé de fabrication des fils conducteurs en alliage d'aluminium 6XXX	17
I.3.3 Procédé de tréfilage des fils conducteurs en alliage d'aluminium 6XXX	20
I.3.3.1 Introduction	20
I.3.3.2 Définition	20
I.3.3.3 Paramètres de tréfilage	20
1.3.3.4 Principe du tréfilage	21
1.3.4 Propriétés requises pour les conducteurs en alliage d'aluminium 6xxx	22
I.3.5 Propriétés électriques des alliages conducteurs en alliage d'aluminium	~~
бххх	23
I.3.6 Propriétés mécaniques des alliages conducteurs en alliage d'aluminium	
бххх	24
I.3.7 Propriétés microstructurales de la série 6XXX	29
I.3.7.1 Présentation des séquences de précipitation	30
I.3.7.2 Système ternaire Al-Mg-Si	33
Conclusion	34
Références bibliographiques	36

CHAPITRE II

THEORIE DE FLUAGE

Introduction
II.1 Les essais mécaniques
II.1.1 Généralités
II.1.2 Essai mécanique sous charge variable
II.1.2.1 Essai de traction
II.1.2.2 Courbe d'essai de traction
II.1.3 Essai mécanique sous charge constante
II.1.3.1 Essai de fluage
II.1.3.1.1 Définition
II.1.3.1.2 Principe
II.1.3.1.3 Machines de fluage
II.1.3.1.4 Éprouvettes
II.1.3.1.5 Mesure des déformations
II.1.3.1.6 Courbe de fluage
II.1.3.1.7 Différents stades de fluage 47
II.1.3.2 Mécanismes de fluage 47
II.1.3.2.1 Mécanismes à hautes températures
II.1.3.2.2 Mécanismes à basses températures
II.1.3.3 Carte d'Ashby 49
II.1.3.4 Facteurs métallurgiques affectant le fluage
II.1.3.4.1 Solution solide
II.1.3.4.2 Précipités
II.1.3.4.3 Taille des grains
II.1.3.5 Influence de la contrainte et de la température
II.1.3.6 Relations entre les paramètres mécaniques et l'existence de sous
grains
II.1.3.7 Lois de comportement du fluage
II.1.3.8 Endommagement par fluage
II.1.3.9 Modeles theoriques d'extrapolation
11.1.3.9.1 Modele Larson-Miller, MLM 60
II.1.3.9.2 Modele Manson-Haferd, MMH
II.1.3.9.3 Modele Degui
11.1.3.9.4 Modele D. Snedden
11.2 Fluage de l'aluminium ⁰¹
II.2.1 Effets de la température et de la contrainte sur les conducteurs
d'aluminium et ses alliage
II.2.2 L'influence des quantités de particules et de solutés en Fe sur la
résistance au fluage 70

II.2.3 L'effet de l'addition de Sc sur le comportement au fluage des câbles en	
alliage Al-0,7 Fe	71
Conclusion	
Références bibliographiques	
8 I 1	

CHAPITRE III

MATERIAUX ETUDIES ET TECHNIQUES DE CARACTERISATION

Introduction	75
III.1 Présentation de l'alliage d'aluminium	75
III.1.1 Traitements thermiques	76
III.1.1.1 Traitements thermiques effectuées au fils d'alliage d'aluminium	
6000	76
III.2 Techniques de caractérisation structurale du matériau	78
III.2.1 Préparation des échantillons d'usinage	78
III.2.2 La microscopie optique (MO)	78
III.2.3 Microscopie électronique à balayage (MEB)	79
III.2.3.1 Principe de fonctionnement du MEB	80
III.2.4 Diffraction des rayons X	80
III.3 Technique de caractérisation électrique du matériau	82
III.3.1 Résistivité électrique	82
III.4 Techniques de caractérisation du comportement mécanique du	
matériau	83
III.4.1 Mesure de Micro-dureté	83
III.4.2 Les essais de tractions	84
III.4.3 Les essais de fluage	85
Références bibliographiques	87

CHAPITRE IV

RESULTATS ET INTERPRETATIONS

VI.1 Conception et construction d'un appareil d'essai de fluage	88
Introduction	88
VI.1.1 Conception de l'appareil d'essai de fluage	88

VI.1.1.1 Structure principale	89
VI.1.1.1.1 Bâti	89
VI.1.1.1.2 Les mors	89
VI.1.1.1.3 Système de transmission de mouvement	90
VI.1.1.1.4 Mécanisme du bras de levier	91
VI.1.1.1.5 Système de freinage	91
VI.1.1.1.6 Four électrique	91
VI.1.1.1.7 Système d'acquisition de déformation	92
VI.1.1.2 Calibrage du système d'acquisition	92
VI.1.1.3 Procédure suivie pour effectuer des essais de fluage sur l'appareil.	93
VI.2 Etude du comportement des fils tréfilés avant le test de fluage	94
Introduction	94
VI.2.1 Etude du comportement mécanique	94
VI. 2.1.1 Etude du comportement en traction	95
VI. 2.1.2 Etude du comportement en microdureté Vickers	100
VI.2.2 Etude du comportement électrique (résistivité électrique)	102
VI.2.3 Diffraction des rayons X	103
VI.2.4 Etude de l'évolution microstructurale	108
VI.3 Etude du comportement au fluage des fils tréfilés et vieillis	112
Introduction	112
VI.3.1 Etude du comportement en fluage	113
VI.4 Etude du comportement des fils tréfilés après le test de fluage	124
Introduction	124
VI.4.1 Caractérisation par microscopie optique	124
VI.4.2 Caractérisation par microscopie électronique à balavage	130
Références bibliographiques	139
Conclusion générale	143
Darchaetivas	145
1 c1 specuves	17.
Annexe	

_

LISTE DES FIGURES

.

Figure I-1	Les différents types d'alliage d'aluminium utilisés dans la construction
	d'un avion civil et leur localisation
Figure I-2	Conducteurs aériens
Figure I-3	Procédé de coulee continue
Figure I-4	Influence du revenu sur les propriétés mécaniques et électriques des fils
	en alliage 6101
Figure I-5	Micrographie MEB de la microstructure de l'alliage AA 6005 après filage
Figure I 6	Scháma de la filiàre
Figure I-0	Schéme de principe d'une tréfileuse
Figure I-7	Conductour cásica en allie de d'aluminium (101
Figure 1-8	Evolution de la résistance mésonique en fonction des mésonités
Figure 1-9	Evolution de la resistance mecanique en fonction des precipites
FI I 1 0	durcissants au cours d'un revenu pour la serie 6000
Figure 1-10	Durete Brinell de l'alliage AA 6061 pour differentes conditions de
Figure I-11	Dureté Vickers de l'alliage Al - 0,4 % Mg-1,3 % Si - 0,25 % Fe pour
	différentes conditions de vieillissement
Figure I-12	Variation de la dureté avec le temps de vieillissement de l'alliage étudié à
	une température de 175 °C
Figure I-13	Dureté Vickers de l'alliage Al-0.89 % Wt. Mg - 0.75 % Wt. Si vieilli à
	180 °C
Figure I-14	Variation de la dureté avec le temps de vieillissement de l'alliage 6101 à : a) 150 °C, b) 175 °C et c) 200 °C
Figure I-15	Influence du vieillissement sur les précipités (La direction d'observation
8	est parallèle à $[001]$; a) 195 °C, 30 min, b) (195 °C, 30 min) + (175 °C,
	540 min), c) 195 °C, 60 minutes, d) 195 °C, 210 min
Figure I.16	Micrographie optique de la structure de précipité de l'alliage AA-6101 à
inguie i iv	175 °C / 6 h après le traitement d'homogénéisation à 560 °C / 6 h
Figure I 17	Microstructure per la MEP de l'alliage A1 0.652 % at Mg 0.505 % at Si
Figure 1-17	Microstructure par le MEB de l'allage Al-0.052 % al. Mg-0.595 % al. Si
	apres nonogenersation pendant o n'a 550°C et trempe à l'éau
Figure 1-18	Partie du diagramme d'équilibre Aluminium-Mg ₂ Si, coupe pseudobinaire
Figure II-1	Schema d'une éprouvette de traction cylindrique et de son évolution en
	cours d'essai
Figure II-2	Courbe d'essai de traction
Figure II-3	Schéma de principe d'essais de fluage
Figure II-4	Schéma d'une machine de fluage avec une chambre climatique
Figure II-5	Schéma d'une machine de fluage avec une chambre à vide
Figure II-6	Éprouvette de fluage pour superalliage base nickel
Figure II-7	Éprouvette de fluage pour alliage base fer
Figure II-8	Illustration, des trois phases d'un essai de fluage
Figure II-9	Courbe de la vitesse de déformation en fonction du temps
Figure II-10	Schéma d'une structure cellulaire

Figure II-11	Carte des mécanismes de déformation de l'aluminium pur en fonction de
Figure II 12	Effet de le teille de grain sur le vitesse de fluege d'un eujure pelveristellin 52
Figure II-12	Eriet de la talle de grain sur la vitesse de fluage d'un cuivre polycristanin 52
Figure II-15	Existence d'une tame de gram optimale pour laquene la vitesse de
DI I I I	deformation stationnaire est minimale
Figure II-14	Vitesse de l'aluminium commercial en function de la contrainte
	et la température
Figure II-15	Courbes de fluage pour des températures ou des contraintes croissantes 55
Figure II-16	Aspect intergranulaire de la rupture des métaux par fluage
Figure II-17	Déplacement irréversible des grains le long d'un joint de grain, dû à
	l'arrivée successive de dislocations, et formation de porosités
	intergranulaire
Figure II-18	Monocristal de NaCl flué en compression $\sigma = 35 \text{ g/mm}^2$, T = 680 °C,
	ε =12 %
Figure II-19	Schéma de création d'une cavité par diffusion de lacunes
Figure II-20	Joints de grains endommagés par fluage (schéma et micrographie d'un
8	acier inoxydable austénitique avant subi un essai de fluage à 600 °C) 60
Figure II-21	Fluage d'un fil d'aluminium 6201 -T81 à des contraintes : a) Rm = 15 %.
1.90101121	h) $Rm = 20\%$ et c) $Rm = 25\%$ 63
Figure II.22	La résistance à la traction en function de la temperature des fils
rigure II-22	d'aluminium 64
Figure II 23	Dépendance des courbes de flugge du fil d'aluminium sur les contraintes
Figure 11-23	ot los températuras
Element 24	Erectographic MED de la surface fracturée non fluege
Figure 11-24	Gauda da flue se d'un fil d'aluminium de 0.8 mm de dismètre à 100 % et
Figure II-25	Course de fluage d'un fil d'aluminium de 0,8 min de diamètre à 100°C et $1.24 \log 4 mm^2$
	$1,24 \text{ kg}/\text{mm}^2$
Figure 11-26	Courbe de fluage d'un fil d'aluminium de 0,8 mm de diametre a 100 °C et $(1 + 1)^2$
	$6,64 \text{ kg}/\text{mm}^2$
Figure II-27	Courbe de fluage d'un fil d'aluminium de 0,8 mm de diametre a 140 °C et
	4 kg / mm ²
Figure II-28	Courbe de fluage d'un fil d'aluminium de 0,8 mm de diamètre à 140 °C et
	6,64 kg / mm ²
Figure II-29	Fractographies des surfaces fracturées par traction des échantillons
	d'aluminium
Figure II-30	Courbes de fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 92.45
	% sous ($\sigma 1 = 88$, $\sigma 2 = 106$, $\sigma 3 = 123$ MPa) et T = 200 °C
Figure II-31	Courbes de fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction
	de 92.45 % sous (T1 = 473, T2 = 483, T3 = 523 °C) et σ = 94 MPa 69
Figure II-32	Surface de rupture du fil d'aluminium tréfilé, après rupture par test de
	fluage, flué à 473 K sous 106 MPa 69
Figure II-33	Courbes de fluage en compression typiques des alliages: (a) déformation
	de fluage et (b) vitesse de fluage, testé à 100 °C et une charge appliquée
	de 45 MPa
Figure II-34	Courbes de fluage : a) Al-0,7 Fe et b) Al-0,7 Fe-0,2 Sc, à 90, 120 et 150
-	°C sous 70 MPa
Figure III-1	Procédé de mise en forme de fil d'alliage d'aluminium 6101
Figure III-2	Four pour traitement thermique
Figure III-3	Traitement thermique appliqué à l'alliage Al-Mg-Si (6101)
Figure III-4	Microscope optique de type Stemi 2000
0	

Figure III-5	Microscope optique de type Olympus CX40	79
Figure III-6	Microscope électronique à balayage de type « TESCAN VEGA Easy	
	Probe» 8	80
Figure III-7	Diffractomètre des Rayon X de type BRUKER D8 ADVANCE	82
Figure III-8	Résistomat de type 2302 (EN.I.CA.B)	83
Figure III-9	Microduromètre de marque HVS-000Z	84
Figure III-10	Machine de traction de type Zwick/Roell (Z100) (EN.I.CA.B)	85
Figure III-11	Appareil de test de fluage 8	86
Figure IV-1	Appareil de test de fluage 8	88
Figure IV-2	Les mors	90
Figure IV-3	Mécanisme de transmission du mouvement	90
Figure IV-4	Amortisseur de choc	91
Figure IV-5	Four électrique de type Nebertherm	92
Figure IV-6	a) : Etalonnage du système d'acquisition de la déformation b): Etalonnage	
	de la charge appliquée	93
Figure IV-7	Courbe de calibration de la charge appliquée	93
Figure IV-8	Courbe de traction d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé et homogé-	
	néisé à 550 °C pendant 3 h et trempé à l'eau 9	95
Figure IV-9	Courbe de traction d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé, homogé-	
	néisé à 550 °C pendant 3 h trempé à l'eau et vieilli à 200 °C pendant 2 h	96
Figure IV-10	Courbe de traction d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé, homogé-	
	néisé à 550 °C pendant 3 h trempé à l'eau et vieilli à 200 °C pendant 16 h	97
Figure IV-11	Courbe de traction d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé, homogé-	
	néisé à 550 °C pendant 3 h trempé à l'eau et vieilli à 200 °C pendant 40 h	98
Figure IV-12	Courbes de traction des fils d'alliage d'aluminium tréfilés, homogénéisés	
	trempé à l'eau et vieillis d'un taux de réduction de 89 %	99
Figure IV-13	Effet du temps de vieillissement sur : a) la résistance à la traction (Rm) et	
	la limite d'élasticité (Re _{0.2}) et b) déformation (ε %) des fils d'alliage	
	d'aluminium 6101 1	00
Figure IV-14	Variation de la microdureté HV en fonction du temps de vieillissement à	
	200 °C d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 1	01
Figure IV-15	Variation de la résistivité électrique des fils d'alliage d'aluminium Al-Mg-	
	Si en fonction du temps de vieillissement 1	03
Figure IV-16	Diffractogramme des rayons X d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé	
	à taux de déformation de 89 %, homogénéisé à 550 °C pendant 3 h et	
	trempé à l'eau 1	04
Figure IV-17	Diffractogramme des rayons X d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé	
	à taux de déformation de 89 % homogénéisé à 550 °C pendant 3 h	
	tremné et vieilli à 200 °C nendant 2 h	05
Figure IV-18	Diffractogramme des rayons X d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé	
inguierv io	à taux de déformation de 89 % homogénéisé à 550 °C pendant 3 h	
	trempé et vieilli à 200 °C pendant 16 h	06
Figure IV-19	Diffractogramme des rayons X d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé	00
	à taux de déformation de 89 % homogénéisé à 550 °C pendant 3 h	
	trempé et vieilli à 200 °C pendant 40 h	07
Figure IV-20	Diffractogrammes des rayons X des fils d'alliage d'aluminium Al-Mg-Si	01
- 1941 V I 1 - 40	a) homogénéisé à 550 °C, vieilli à 200 °C pendant \cdot b) 2 h c) 16 h et d) 40	
	h	08
	1	50

Figure IV-21	Microstructure des fils d'alliage d'aluminium Al-Mg-Si avant le fluage : a) homogénéisé à 550 °C, vieilli à 200 °C pendant : b) 2 h, c) 16 h et d) 40	
Figure IV-22	h Microstructures des fils d'alliage d'aluminium Al-Mg-Si avant le fluage : a) homogénéisés à 550 °C, vieillis à 200 °C pendant: b) 2 h, c) 16 h et d)	110
Figure IV-23	40 h Courbe du fluage du fil de l'alliage d'aluminium 6101 homogénéisé, tréfilé avec taux de réduction 89 % testé à 150 °C sous une contrainte	112
Figure IV-24	appliquée de 100 MPa Courbe de vitesse du fluage d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 homogé- néisé tréfilé quee teur de réduction 80 %, testé à 150 °C et une contrainte	114
Figure IV-25	appliquée de 100 MPa Courbe du fluage du fil de l'alliage d'aluminium 6101 homogénéisé et	114
Figure IV-26	testé à 150 °C sous une contrainte appliquée de 100 MPa Courbe de vitesse du fluage d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 homogé-	115
Figure IV-27	néisé et vieilli à 200 °C pendant 2 h, tréfilé avec taux de réduction 89 %, et ensuite testé à 150 °C sous une contrainte appliquée de 100 MPa Courbe du fluage du fil de l'alliage d'aluminium 6101 homogénéisé et	116
Elauna IV 29	vieilli à 200 °C pendant 16 h, tréfilé avec taux de réduction 89 %, et ensuite testé à 150 °C	117
rigure 1 v - 20	néisé et vieilli à 200 °C pendant 16 h, tréfilé avec taux de réduction 89 %, testé à 150 °C sous une contrainte appliquée de 100 MPa	118
Figure IV-29	Courbe du fluage du fil de l'alliage d'aluminium 6101 homogénéisé et vieilli à 200 °C pendant 40 h, tréfilé avec taux de réduction 89 %, testé à 150 °C	119
Figure IV-30	Courbe de vitesse du fluage d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 homogé- néisé et vieilli à 200 °C pendant 40 h, tréfilé avec taux de réduction 89 %, testé à 150 °C sous une contrainte appliquée de 100 MPa	120
Figure IV-31	Courbes de fluage des fils d'alliage d'aluminium Al-Mg-Si sous contrainte constante 100 MPa à 150 °C : a) courbes totales jusqu'à la rupture et b)	120
Figure IV-32	stades primaires Courbes de vitesse de déformation des fils d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé, à taux de réduction égale 89 %, homogénéisé à 550 °C pendant 3 h et vieilli artificiellement à 200 °C sous différentes temps de vieillissement (2, 16 et 40 h), sous une contrainte constante de 100 MPa et une tempé-	122
Figure IV-33	rature de 150 °C Microstructure d'un fil d'alliage d'aluminium tréfilé d'un taux de réduc- tion de 89 % homogénéisées à 550 °C pendant 3 h, flué sous une cont-	124
Figure IV-34	rainte constante de 100 MPa à 150 °C Microstructure d'un fil d'alliage d'aluminium tréfilé d'un taux de reduc- tion de 80 % homogénéisé à 550 °C mondort 2 h et visilli à 200 °C.	126
Figure IV-35	pendant 2 h, flué sous une contrainte constante de 100 MPa à 150 °C Microstructure d'un fil d'alliage d'aluminium tréfilé d'un taux de redu-	127
C	ction de 89 % homogénéisé à 550 °C pendant 3 h et vieilli à 200 ° C pendant 16 h, flué sous une contrainte constante de 100 MPa à 150 °C	128

_

Figure IV-36	Microstructures d'un fil d'alliage d'aluminium tréfilé d'un taux de redu- ction de 89 % homogénéisé à 550 °C pendant 3 h et vieilli à 200 ° C	
Figure IV-37	pendant 40 h, et flué sous une contrainte constante de 100 MPa à 150 °C Fractographies des surfaces fracturés d'un fil d'alliage d'aluminium 6101	129
	tréfilé à taux de déformation de 89 %, homogénéisé à 550 °C pendant 3 h	131
Figure IV-38	Fractographies des surfaces fracturés d'un fil d'alliage d'aluminium 6101	
	tréfilé, homogénéisé, trempé et vieilli à 200 °C pendant 2 h	133
Figure IV-39	Fractographies des surfaces fracturés d'un fil d'alliage d'aluminium 6101	
	tréfilé, homogénéisé, trempé et vieilli à 200 °C pendant 16 h	135
Figure IV-40	Fractographies des surfaces fracturés d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé, homogénéisé, trempé et vieilli à 200 °C pendant 40 h	138

_

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I-1	Désignation des états métallurgiques de base	15
Tableau I-2	Traitements thermiques des alliages d'aluminium	15
Tableau III-1	Composition chimique de l'alliage Al-Mg-Si (6101)	76
Tableau IV-1	Propriétés mécaniques des fils tréfilés d'alliage d'aluminium 6101,	
	homogénéisés et vieillis	98
Tableau IV-2	Propriétés électriques de fil de l'alliage 6101 tréfilé de diamètre	
	<i>d</i> = 3 .15 mm	103
Tableau IV-3	Valeurs optimales de fil d'alliage d'aluminium Al-Mg-Si vieilli à 200	
	°C pendant 16 h	119
Tableau IV-4	Propriétés de fluage des fils d'alliage d'aluminium Al-Mg-Si sous	
	contrainte de traction constante 100 MPa à 150 °C	123

LISTE DES SYMBOLES

Symbole	Désignation	Unité
Z	Nombre atomique d'aluminium	
F	Etat brut de fabrication	
0	Etat recuit	
Н	Etat écroui et éventuellement restauré ou stabilisé	
W	Etat trempé non stabilisé	
Т	Etat durci par traitement thermique	
T1	Pas de mise en solution, maturation	
T2, T6	Mise en solution, trempe, revenu	
Т3	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	
Т8	Mise en solution, trempe, écrouissage, revenu	
Т9	Mise en solution, trempe, revenu, écrouissage	
ε	Le taux de déformation par tréfilage	%
D_i	Le diamètre initial du fil	mm
D_f	Le diamètre final du fil	mm
α	Solution solide sursaturée	
GP	Amas de solutés « Guinier-Preston »	
β"	Phase métastable sous forme d'aiguilles	
β'	Phase métastable sous forme de bâtonnets	
β	Phase stable, Mg ₂ Si sous forme de plaquettes	
F	Effort appliqué par la machine sur l'éprouvette	Ν
L _i	La longueur initiale de l'éprouvette	mm
L_{if}	La longueur finale de l'éprouvette	mm
R_e	Limite apparente d'élasticité	MPa
R _{P0.2}	Limite conventionnelle d'élasticité à 0,2 % d'allongement plastique	MPa
R_m	Résistance à la traction	MPa
A%	Allongement pour cent après rupture	%
$T_{\rm f}$	Température de fusion	°C
Ė	Vitesse de fluage stationnaire	s- ¹
Q	Energie d'activation	J∙mol ⁻¹
R	Constante molaire des gaz	
Т	Température	Κ
K	Constante de Boltzman	J∙mol ⁻¹
ρ	Résistivité électrique à 20 °C	Ω .mm
R	Résistance électrique	Ω
S	Section du fil tréfilé	mm^2
K	Facteur de correction	
L	La longueur du fil tréfilé	mm
d	Diamètre du fil tréfilé	mm

HV	Micro-dureté Vickers	
F	Charge appliquée	Ν
S	Surface de l'empreinte	mm^2
d	Longueur moyenne des diagonales de l'empreinte	μm

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

Les conducteurs en aluminium et ses alliages sont largement utilisés dans les secteurs du bâtiment, de l'aérospatiale, des lignes téléphoniques et des réseaux électriques pour la transmission d'énergie électrique [1-3]. En raison d'un rapport de conductivité au poids beaucoup plus élevé que celui du cuivre et d'un prix relativement inférieur, ils sont devenus un candidat attrayant pour remplacer les conducteurs en cuivre dans l'industrie de l'énergie électrique. En tant que matériau conducteur électrique, il est nécessaire de satisfaire à toutes les exigences de conductivité électrique élevée, de propriétés mécaniques et de résistance au fluage suffisante à haute température de fonctionnement [4].

Parmi les conducteurs d'alliages en aluminium, les alliages d'aluminium de la série 6xxx, contenant du Mg et Si en tant qu'éléments d'ajout principaux, présentent une bonne conductivité électrique et une résistance à la corrosion supérieure [5], une bonne aptitude à la mise en forme, et une résistance élevée. Ces alliages sont largement utilisés dans les applications automobiles et aérospatiales, pour la fabrication des structures légères [6]. Ces alliages ont été largement utilisés comme conducteurs, pour les lignes électriques aériennes pour le transfert d'énergie électrique sur de longues distances, en raison de leur bonne combinaison entre leur conductivité électrique, et la résistance mécanique, par rapport aux autres alliages d'aluminium.

La conductivité électrique est le paramètre le plus important des matériaux conducteurs métalliques utilisés en génie électrique. Mais très souvent, les propriétés mécaniques (limite élastique et résistance à la traction) sont également importantes. La conductivité électrique est très sensible à la microstructure des matériaux métalliques, car elle est déterminée par la diffusion d'électrons en raison de perturbations de la structure cristalline atomique, d'atomes de soluté et de défauts cristallins. Les atomes de soluté et les défauts de structure cristalline augmentent la résistance mécanique des métaux, mais diminuent la conductivité électrique [7]. La formation des précipités aussi avait un effet sur la microstructure des matériaux et par conséquent, sur les propriétés mécanique et électrique.

La catégorie d'alliage durcissant Al-Mg-Si peut être durcis par la précipitation de plusieurs phases métastables durant le traitement de vieillissement [8], et surtout la phase β ".

Il a été trouvé que la séquence de précipitation durant le vieillissement dans les alliages Al-Mg-Si est la suivante :

1

Solution solide sursaturée (SSSS) \rightarrow Zones Guinier-Preston-GP $\rightarrow \beta'' \rightarrow \beta [9, 10]$.

Les zones GP sont généralement des amas sphériques [11, 12]. Les précipités β " sont de fines zones en forme d'aiguilles, β ' est un précipité en forme de bâtonnets et β est une phase stable avec la structure Mg₂Si [13]. Les alliages Al-Mg-Si sont généralement renforcés par les phases métastables.

Cependant, il existe toujours un débat scientifique concernant la séquence de précipitation et le processus de durcissement de ces alliages, car cette séquence de précipitation dépend de certains paramètres, tels que la composition de l'alliage, comme l'indiquent de nombreux auteurs [14-16], la température de vieillissement des alliages trempés ou le traitement thermique appliqué avant le vieillissement [16]. Hamdi et Boumerzoug [17], ont étudié un alliage trempé Al-Mg-Si vieilli à 150, 175 et 200 °C. Ils ont constaté que les valeurs de dureté lors du vieillissement artificiel à 200 °C étaient supérieures à celles du vieillissement artificiel à 150 et 175 °C.

Les alliages d'aluminium du groupe 6xxx ont fait l'objet d'études approfondies en raison de leur importance technologique et de l'augmentation exceptionnelle de leur résistance obtenue par durcissement par précipitation [18]. Le durcissement par précipitations des alliages d'aluminium Al-Mg-Si, augmente ses propriétés mécaniques, mais entraîne également une diminution de sa conductivité électrique. Le choix des bons matériaux pour les lignes de transport d'énergie, constitue un compromis entre leurs propriétés mécaniques et électriques [7]. Ainsi, il serait préférable de comprendre quantitativement les effets des précipitations sur les propriétés mécaniques et électriques des conducteurs, pour assurer leur fonctionnement dans des meilleures conditions.

Cependant, ces conducteurs de transmission d'énergie électrique à des grandes distances [19], sont des structures physiques installées dans l'environnement naturel, qui les soumettent à une variété de forces, et de déformations dans ces applications : au vent, à la pluie, au verglas, à la neige, au soleil et à la pollution, qui réduisent finalement la distance au sol en dessous des limites sécuritaires d'opération [20]. Donc, leur longueur augmente avec le temps, et par conséquent, ils seront plus proche de la terre ce qui provoque un danger sur les structures et les personnes. Ce comportement mécanique des conducteurs est appelé "fluage" [21].

En science des matériaux, le fluage est un phénomène physique qui étudie le comportement des matériaux à se déformer à des températures élevées à une contrainte constante, pendant une période prolongée [22, 23] et qui produit une déformation lente et

irréversible d'un matériau, même si elle est inférieure à la limite élastique. Dans les métaux, le fluage se produit généralement à une température élevée T/T_f supérieure à 0,3, (T_f : température de fusion) [24, 25]. Les courbes de déformation typiques obtenues à partir d'essais de fluage présentent trois stades caractéristiques : le stade primaire, secondaire et tertiaire [22, 23].

D'autre part, la résistance au fluage est l'une des propriétés les plus importantes lors de l'application industrielle d'un conducteur électrique. Un relâchement progressif des bornes s'est produit en raison d'une faible résistance au fluage, ce qui a provoqué de graves incendies électriques dans les conducteurs en aluminium [26-29].

Bien que certains travaux ont été consacrés à l'effet de vieillissement, sur les propriétés mécaniques et électrique de Al-Mg-Si, mais d'après la littérature, l'étude de l'effet de vieillissement sur le comportement au fluage des conducteurs en alliages d'aluminium 6xxx à une haute température, n'a pas été effectué. Par conséquent, l'étude de l'effet des précipités formés au cours du vieillissement sur l'évolution de la microstructure et par conséquent sur le comportement mécaniques et électrique, de notre alliage, est d'un grand intérêt scientifique et industriel.

Des améliorations supplémentaires des propriétés mécaniques des alliages d'aluminium, sans diminution significative de la conductivité électrique, peuvent être obtenues par un changement microstructural, en utilisant des traitements d'homogénéisation et de vieillissement artificiel. La question qui se pose est : quelles sont les propriétés mécaniques et électriques optimales sélectionnées pour obtenir un bon matériau, pour un bon conducteur ? Quel est le temps de vieillissement optimal pour obtenir un conducteur qui a la plus longue durée de vie avec une déformation minimale (flèche) ?

Donc, le but de cette thèse est d'étudier l'effet de vieillissement à 200 °C, des fils tréfilés de l'alliage d'aluminium 6101, sur l'évolution microstructural et les propriétés électriques et mécaniques et de façon particulière leurs comportement au fluage. Ces fils sont produits par l'Entreprise Nationale des Industries du Câble de Biskra (EN.I.CA.B).

En plus d'une introduction générale, la thèse comporte quatre chapitres :

• Le premier chapitre de cette thèse est consacré à une analyse bibliographique, portant essentiellement sur l'aluminium et ses alliages, et plus particulièrement l'alliage d'aluminium 6xxx. Les caractéristiques mécaniques et électriques de l'alliage sont décrites dans ce chapitre, ainsi que les principes de la précipitation et du durcissement structural.

- Dans le deuxième chapitre, nous décrivons la théorie du fluage d'une manière générale.
 De plus, une revue bibliographique des quelques travaux antérieurs sur le comportement au fluage d'aluminium et ses alliages a été aussi présentée.
- Le troisième chapitre, contient une présentation du matériau étudié et qui est l'alliage d'aluminium Al-Mg-Si, de nuance 6101, et sa composition chimique et les traitements thermiques appliqués. Les techniques expérimentales utilisées pour la caractérisation du matériau sont aussi présentées
- Dans **le quatrième chapitre**, l'appareil d'essai de fluage réalisé, a été présenté et décrite d'une manière détaillée. Les résultats expérimentaux obtenus de différents essais mécaniques tels que la traction, le fluage et les essais électriques, et une caractérisation microstructurale avant et après le test de fluage et leurs interprétations, sont présentés et interprétés.

Enfin **une conclusion générale** et des **perspectives** concernant la suite de ce travail sont présentées à la fin de ce travail.

Références bibliographiques

[1] V.M. Sizyakov, V.Y. Bazhin, A.A. Vlasov, "Status and prospects for growth of the aluminum industry", Metallurgist, Vol. 54, pp. 409-414, 2010.

[2] T. Shikagawa, G. Itoh, S. Suzuki, H. Kuroda, T. Horikoshi, "Effect of Small Additions of Fe on the Tensile Properties and Electrical Conductivity of Aluminium Wires" Materials Science Forum, Vol. 519-521, pp. 515-518, 2006.

[3] L. Pan, B. Bourassa, X.G. Chen, "Effect of Thermomechanical Processing on Electrical and Mechanical Properties of Aluminum Conductor Alloys", Materials Science Forum, Vol. 794-796, pp. 1121-1126, 2014.

[4] K.W. Barber, K.J. Callaghan, "Improved overhead line conductors using aluminium alloy 1120", IEEE Transactions on Power Delivery, Vol. 10, No. 1, pp. 403-409, 1994.

[5] W. Yuan, Z. Liang, C. Zhang, L. Wei, "Effects of La addition on the mechanical properties and thermal-resistant properties of Al-Mg-Si-Zr alloys based on AA 6201", Materials and Design, Vol. 34, pp. 788-792, 2012.

[6] B. Gopi, N.N. Krishna, K. Venkateswarlu, K. Sivaprasad, "Influence of Rolling Temperature on Microstructure and Mechanical Properties of Cryorolled Al-Mg-Si alloy", World Academy of Science Engineering and Technology, Vol. 6, pp. 01-26, 2012.

[7] Z. Pakiela, K. Ludwichowska, J. Ferenc, M. Kulczyk, "Mechanical properties and electrical conductivity of Al 6101 and 6201 alloys processed by hydro-extrusion". IOP Conf. IOP Conf. Series : Materials Science and Engineering, Vol. 63, 012120, 2014.

[8] L.Z. He, H. Zhang, J. Cui, "Effects of pre- ageing treatment on subsequent artificial ageing characteristics of an Al- 1.01 Mg- 0.68 Si- 1.78 Cu alloy", J. Mater. Sci. Tech, Vol. 26, No. 2, pp. 141-145, 2010.

[9] G. Thomas, "The aging characterization of aluminum alloys Electro transmission studies of Al-Mg-Si alloys", J. Inst. Met, Vol. 90, pp. 57-63, 1961.

[10] K. Matsuda, Y. Ishida, I. Möllerová, L. Frank and S. Ikeno, "Cube- phase in excess Mg-type Al-Mg-Si alloy studied by EFTEM", Mater. Sci, Vol. 41, No. 9, pp. 2605-2610, 2006.

[11] S. Esmarili, X. Wang, D.J. Lloyd, W.J. Poole, "On the precipitation-hardening behavior of the Al-Mg-Si-Cu alloy AA6111", Metal. Mater. Trans, Vol. 34, No. 13, pp. 751-763, 2003.

[12] S.K. Panigrahi, R. Jayaganthan, V. Pancholi, M. Gupta, "A DSC study on the precipitation kinetics of cryorolled Al 6063 alloy", Mater. Chem. Phys, Vol. 122, No. 1, pp. 188-193, 2010.

[13] M. Liu, Z. Wu, R. Yang, J. Wei, Y. Yu, P.C. Skaret, H.J. Rovenb, "DSC analyses of static and dynamic precipitation of an Al-Mg-Si-Cu aluminum alloy", Progress in Natural Science: Materials International, Vol. 25, pp. 153-158, 2015.

[14] C.D. Marioara, H. Nordmark, S.J. Andersen, R. Holmestad, "Post- β " phases and their influence on microstructure and hardness in 6XXX Al-Mg-Si alloy", Mater. Sci, Vol. 41, pp. 471-478, 2006.

[15] X. Fang, M. Song, K. Li, Y. Du, "Precipitation on sequence of an aged Al-Mg-Si alloy", J. Min. Metal. Sect. B-Metal, Vol. 46, No. 2, pp. 171-180, 2010.

[16] J. Banhart, C.S.T. Chang, Z. Liang, N. Wanderka, M.D.H. Lay, A.J. Hill, "Natural Aging in Al-Mg-Si Alloys-a Process of Unexpected Complexity", Adv Eng Mater, Vol. 12, No. 7, pp. 559-571, 2010.

[17] I. Hamdi, Z. Boumerzoug, "The Effect of the Artificial Aging on the Precipitation Kinetic in the Al-Mg-Si Alloy", Phys Sci Appli, Vol. 6, No. 6, pp. 44-48, 2016.

[18] G. Mrówka-Nowotnik, "Influence of chemical composition variation and heat treatment on microstructure and mechanical properties of 6xxx alloys", World Academy of Materials and Manufacturing Engineering, Vol. 46, No. 2, pp. 98-107, 2010.

[19] W. Yuan, Z. Liang, "Effect of Zr addition on properties of Al-Mg-Si aluminum alloy used for all aluminum alloy conductor", Mater Desi, Vol. 32, pp. 4195-4200, 2011.

[20] T. Knych, A. Mamala, B. Smyrak, "Phenomenology of the creep process of precipitation-hardenable AlMgSi alloy wires for overhead power lines. Experimental tests. Simulation", Mech Time-Depend Mater, Vol. 13, pp. 163-181, 2009.

[21] J. Slegers, "Transmission Line Loading Sag Calculations and High-Temperature Conductor Technologies," Lowa State University, 2011.

[22] M. Presby, "Design of a Horizontal Creep Testing Machine", Honors Research Projects.54, University of Akron, 2015.

[23] R.E. Smallman, A.H.W. Ngan, "Physical Metallurgy and Advanced Materials", 7 th ed, Elsevier, 2007.

[24] S. Antoine, "Essai de fluage", Technique de l'ingénieur, M140, Vol. M1II, 1995.

[25] F. Saint-Antonin, "Essais de fluage", Techniques de l'ingénieur, Essais mécaniques sur les métaux et alliages, pp. 14, 2013.

[26] D. Newbury, S. Greenwald, J. Res. Nat. Bur. Stand, Vol. 85, pp. 429-440, 1980.

[27] O. Ryen, B. Holmedal, O. Nijs, E. Nes, E. Sjolander, H.E. Ekstrom, "Strengthening mechanisms in solid solution aluminum alloys", Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 37, pp. 1999-2006, 2006.

[28] D.E. Newbury, "What Is Causing Failures of AluminumWire Connections in Residential Circuits?", Analytical Chemistry. Vol. 54, No. 9, pp. 1059-1064, 1982.

[29] J. Rabinow, Report for the US. Consumer Product Safety Commission, 1974.

CHAPITRE I

L'ALUMINIUM ET SES

ALLIAGES

Introduction

Ce premier chapitre présente les propriétés générales d'aluminium et leurs alliages, ainsi que les principales applications des alliages d'aluminium. Les détails sur le comportement électrique, mécanique et microstructurales de l'alliage d'aluminium 6xxx sont aussi présentés. On note que le comportement microstructural, contrôle les propriétés électriques et mécaniques par la formation des précipités durcissants au cours du traitement de vieillissement.

I.1 Histoire de l'aluminium

L'aluminium ne fut isolé qu'au début du XIXe siècle. Dans la nature, l'aluminium se rencontre dans la plupart des roches, des argiles, des sols, mais toujours associé avec de l'oxygène et d'autres éléments. Il n'existe qu'en combinaison dans d'autres matériaux : silicates et oxydes. Ceux-ci sont très stables et, par voie de conséquence, de nombreuses années de recherches et de travail ont été nécessaires pour « séparer » le métal. Les plus anciennes civilisations utilisaient, notamment, des argiles contenant de l'aluminium (silicates d'aluminium hydratés) pour confectionner des poteries ; dans l'Antiquité, les Égyptiens et les Babyloniens se servaient de sels d'aluminium pour produire des colorants et des médicaments (remèdes contre l'indigestion, pâte à dents) [1].

L'aluminium a connu un développement spectaculaire depuis sa découverte en 1854 par le chimiste français Henri Sainte-Claire Deville qui a présenté un petit lingot réalisé par voie chimique (l'Académie des Sciences) [2].

En 1886, deux jeunes scientifiques, Paul Toussaint Héroult en France, qui déposa son brevet le 23 avril 1886, et Charles Martin Hall aux États- Unis, qui déposa son brevet le 9 juillet 1886 [1,2], qui travaillent indépendamment l'un de l'autre et dans l'ignorance de leurs recherches personnelles, déposent séparément leurs brevets sur la production de l'aluminium. Ils découvrent, en effet, que l'oxyde d'aluminium ou alumine se dissout dans la cryolite fondue et peut être décomposé ensuite par électrolyse, en faisant passer un courant électrique puissant, pour donner le métal brut en fusion. Cette découverte va induire un véritable « boum » pour l'aluminium.

Aujourd'hui, c'est toujours le procédé Hall-Héroult qui est à la base de toute la production économique de l'aluminium, même si celle-ci a reçu, au cours du temps, de nombreuses améliorations techniques. En 1888, les premières installations industrielles de fabrication d'aluminium par électrolyse sont créées.

Dès 1914, sous « l'impulsion » des nécessités de la première guerre mondiale, l'aluminium prend, grâce à sa légèreté, une part importante dans l'industrie aéronautique et aérospatiale (avions, dirigeables). En 1947, le métal apparaît sur les premières voitures de série, sur les chaînes de fabrication de la Dyna Panhard.

En 1900, la production annuelle d'aluminium est de 8000 t. En 1920, elle s'élève à 128000 t. En 1946, elle progresse encore et se situe à 681000 t. En 1997, elle atteint 22000000 t [1].

I.2 Aluminium et ses alliages

L'aluminium est un métal blanc, ductile très malléable. C'est un élément du troisième groupe de la classification de Mendéléev, dont le nombre atomique Z égale à 13 et la masse atomique 26.98. L'aluminium possède un réseau cubique à faces centrées à équidistance $a = 4,0412 \text{ A}^{\circ}$. Sa caractéristique la plus importante est la faible densité : 2,7 g/cm³, alors que la densité du fer est 7,8 g/cm³, et celle du cuivre est de 9 g/cm³. Sa résistivité est deux fois plus grande que celle du cuivre. Les températures de fusion et d'ébullition de l'aluminium sont respectivement 660 °C et 2056 °C [3].

I.2.1 Les propriétés de l'aluminium

Avec 25 millions de tonnes de consommation mondiale annuelle, l'aluminium occupe la première place de la métallurgie des métaux non ferreux, et 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 :

✤ La 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. L'expérience montre que l'allégement obtenu avec une structure en alliage d'aluminium peut atteindre 50 % par rapport à une structure équivalente en acier ordinaire ou en acier inoxydable.

L'aluminium est très utilisé dans les transports, depuis 1930, tous les avions sont en alliage d'aluminium. Ils entrent pour au moins 75 % dans le poids à vide des avions modernes.

8

Dans le domaine de transport d'énergie électrique, pour une même résistance électrique du conducteur ou pour une chute de tension équivalente, le câble en 1370 est deux fois moins lourd que celui en cuivre.

✤ La conductivité thermique

Sa conductivité thermique de 237 W.m⁻¹.K⁻¹ (à 20 °C), contre 390 W.m⁻¹.K⁻¹ (à 20 °C) pour le cuivre, le rend sur cet aspect, le plus performant des métaux usuels.

Dès qu'il est question d'échange thermique, l'utilisation de l'aluminium est toujours envisagée, pourvu bien sûr que le milieu s'y prête quand il s'agit d'échange liquide-liquide ou liquide-gaz. Les applications des échangeurs en aluminium sont très nombreuses : automobiles, véhicules industriels, aéroréfrigérants, climatisation, dessalement de l'eau de mer, énergie solaire, refroidisseurs dans l'électronique.

✤ La conductivité électrique

La conductivité électrique de l'aluminium est $37,7 \times 10^6$ S.m⁻¹, de l'ordre des deux tiers de celle du cuivre qu'il a remplacé dans beaucoup d'applications électriques. Les câbles électriques aériens en aluminium ou en alliage d'aluminium de type « Almelèc », commercialisés en France depuis 1927, sont employés partout dans le monde.

L'aluminium, sous forme de barres, de tubes, est également très utilisé dans les postes de connexion des réseaux aériens haute et moyenne tension.

L'aluminium est utilisé dans les câbles téléphoniques, souterrains et sous-marins, dans la réalisation des postes blindés isolés sous hexafluorure de soufre (SF₆), pour la protection contre les champs électriques ou magnétiques [2].

✤ La tenue à la corrosion

La très bonne tenue à la corrosion de l'aluminium et de ses alliages est due à la présence permanente sur le métal d'un film continu d'oxyde d'aluminium, appelé « **alumine** », de forme chimique Al₂O₃, qui le rend « passif » à l'environnement. Ce film se forme dès que le métal est mis au contact d'un milieu oxydant : l'oxygène de l'air, l'eau. C'est ainsi qu'il se reforme instantanément au contact de l'air lors des opérations de mise en forme : pliage, découpage, perçage et lors du soudage, au cours de la solidification du cordon de soudure.

La très bonne tenue à la corrosion de l'aluminium explique le développement de se nombreuses applications dans le bâtiment, les transports, l'équipement du territoire, construction navale [4].

✤ Aptitude aux traitements de surface

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

- La protection de certains alliages, quand leur résistance à la corrosion « naturelle » est jugée insuffisante.
- > La pérennité de l'aspect en évitant la corrosion par piqûre ou le noircissement.
- > La modification des propriétés de surface comme la dureté superficielle.
- ➢ La décoration du métal.

✤ Le recyclage

L'aluminium est un des métaux dont le recyclage est le plus attractif tant sur le plan énergique que sur le plan économique.

La refusion de l'aluminium ne représente que 5 % de l'énergie nécessaire à l'élaboration du métal à partir d'un minerai [2].

L'expérience montre que les déchets d'aluminium ont une valeur marchande supérieure à celle des ferrailles car une tonne d'aluminium recyclé permet d'économiser quatre tonnes de bauxite, En évitant l'étape de l'électrolyse qui réclame beaucoup d'énergie, on évite les rejets polluants qui lui sont associés. L'aluminium est quasiment recyclable à l'infini sans perdre ses qualités [5].

✤ La facilité de mise en œuvre

L'aluminium se prête facilement :

- > Aux usinages de toute sorte (tournage, fraisage, perçage, sciage, etc.)
- Aux techniques de mise en forme (forgeage, emboutissage, repoussage, pliage, moulurage, cintrage, étirage, etc.)
- Aux assemblages variés : clippage, vissage, rivetage, soudage, brasage, collage, [1].

Aptitudes au soudage

Le soudage est facile si l'on tient compte de la présence de la couche protectrice d'alumine. Les procédés sont donc des procédés sous gaz protecteur (TIG, MIG) ou sous vide (faisceaux d'électrons). Mais s'il n'y a pas de difficulté pour les alliages non trempant, par contre des problèmes peuvent exister pour les alliages trempant, ayant une vitesse de trempe élevée (série 2000). Il peut également exister des dangers de corrosion feuilletant après soudage d'alliages de la série 7000 (Al-Zn) [6].

I.2.2 Applications de l'aluminium et de ses alliages

L'aluminium est un élément chimique d'une très grande importance. Il représente à lui seul 8 % de la masse de la croute terrestre. A l'état pur, l'aluminium présente une très bonne résistance à la corrosion, une faible densité et des propriétés mécaniques moyennes. Il était initialement utilisé dans l'orfèvrerie mais depuis son industrialisation, il est présent dans de nombreux domaines, notamment grâce à l'utilisation d'alliages qui lui confèrent des propriétés thermiques, électriques et / ou mécaniques intéressantes.

Grâce à leurs bonnes propriétés mécaniques, l'aluminium et ses alliages sont devenus des composants clés dans la vie de tous les jours. Que ce soit dans le bâtiment, l'automobile, l'aviation ou l'industrie alimentaire, l'aluminium est devenu indispensable.

Les principaux domaines sont détaillés ci-dessous :

✤ Les transports

Le premier domaine d'application de l'aluminium qui vient à l'esprit est incontestablement celui du transport. En effet, l'aluminium est beaucoup utilisé dans les industries automobile, ferroviaire, maritime, aéronautique, spatiale. Il est utilisé pour des éléments de structure ou de carrosserie, pour la fabrication de blocs-moteur, de roues ou d'enjoliveurs.

✤ La construction aéronautique

Comme dit précédemment, l'aluminium est beaucoup utilisé dans le domaine des transports et notamment dans la construction aéronautique où il a permis de faire des avancées considérables.

Aujourd'hui, l'aluminium compose environ 80 % de la masse d'un avion (fig. I-1), ce chiffre ayant tendance à diminuer avec l'apparition de nouveaux matériaux composites qui commencent à remplacer l'aluminium dans certaines applications aéronautiques.

11



Figure I-1 : Les différents types d'alliage d'aluminium utilisés dans la construction d'un avion civil et leur localisation [7].

✤ Le bâtiment

L'aluminium est de plus en plus utilisé dans le domaine du bâtiment. Il est notamment utilisé pour faire des ossatures, des toitures, des menuiseries et même des éléments décoratifs. Son utilisation à la place du bois et de l'acier permet des gains d'entretien (grâce à sa tenue à la corrosion incomparable), des possibilités de forme complexe et des effets décoratifs très prisés des designers et architectes.

✤ L'emballage

Le secteur de l'emballage est un gros consommateur d'aluminium. En effet, l'aluminium est utilisé pour la fabrication de boîtes de conserve, de cannettes pour boissons, d'aérosols, de capsules de bouchage et il est également produit en feuilles très fines pour la protection alimentaire.

* La construction électrique

L'une des premières applications industrielles de l'aluminium, en terme de volume, est la construction électrique. L'aluminium est une matière intéressante pour la construction de câbles électriques (fig. I-2).

En effet, à condition équivalente, c'est-à-dire même résistance électrique pour une même longueur, 1 kg d'aluminium est équivalent à 2 kg de cuivre. Un gain de masse et une économie de coût en résultent. Grâce à sa haute conductivité électrique, son faible poids et sa bonne tenue à la corrosion, l'aluminium est un matériau idéal pour le transport d'électricité sur des lignes à haute tension [8].

Actuellement, en France, la totalité des lignes de transport d'énergie électrique à haute et moyenne tension, ainsi que la majeure partie des lignes de basse tension, des câbles isolés de moyenne tension, des barres de connexion sont en aluminium.

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

Les nuances utilisées sont les suivantes :

- L'aluminium non allié 1350 et 1370.
- L'alliage 1340 pour les fils fins émaillés pour bobinage.
- L'alliage 1310 pour les fils fins destinés aux câbles souples
- L'alliage 6101 dénomination commerciale « Almelèc », utilisé sous forme de fils à l'état trempé, écroui, revenu-restauré, permettant de réaliser des câbles à haute résistance en remplacement des câbles aluminium-acier.

Une nuance spéciale d'alliage 6101 est commercialisée depuis 1985, « Almeco », pour les fils d'installation domestique ; spécialement conçue pour donner des fils dont les caractéristiques mécaniques permettent une installation facile : pliage, tirage dans les conduits, montage dans les appareillages [4].



Figure I-2 : Conducteurs aériens [9].

13

I.2.3 Les alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium sont classés en grandes séries en fonction de leurs éléments d'addition principaux. Ils sont désignés par un nombre à 4 chiffres dont le premier désigne le numéro de série :

* Aluminium et alliages à durcissement par écrouissage et solution solide

Série 1XXX : aluminium non allié (teneur supérieure à 99 %), propriétés mécaniques faibles à l'état recuit, très bonne résistance à la corrosion, très bonne conductibilité thermique et électrique, soudables, très bonne tenue à basse température. **Série 3XXX :** (Al-Mn), propriétés mécaniques améliorées grâce à des précipités de phase Al₆Mn, bonne aptitude à la mise en forme, bonne résistance à la corrosion, soudables.

Série 5XXX : (Al-Mg), propriétés mécaniques améliorées grâce à la mise en solution solide du magnésium, bonne aptitude à la mise en forme, excellente soudabilité, bonne résistance à la corrosion et aptitude à l'anodisation.

✤ Alliages d'aluminium à durcissement structural

Série 2XXX : (Al-Cu), durcissement par précipitation contrôlée de phase Al₂Cu, bonne résistance mécanique, bonne usinabilité, résistance à la corrosion médiocre, difficilement soudables.

Série 6XXX : (Al-Mg-Si), durcissement par précipitation contrôlée de phase Mg₂Si, bonne aptitude à la mise en forme à chaud et à froid, bonne résistance à la corrosion, soudables.

Série 7XXX : (Al-Zn), avec addition de Mg, durcissement par précipitation contrôlée de phase MgZn₂, très bonnes propriétés mécaniques, résistance à la corrosion et soudabilité moyennes.

✤ Autres alliages d'aluminium

Série 4XXX : (Al-Si), essentiellement alliages de fonderie, voisins de la composition eutectique à 12,7 % Si, affinés par addition de sodium, propriétés mécaniques médiocres et faible ductilité, mais excellente coulabilité, bonne résistance à la corrosion.
Série 8XXX : On y trouve notamment des alliages Al-Fe destinés à l'emballage ménager, des alliages Al-Sn à faible coefficient de frottement, des alliages Al-Li à masse volumique plus faible et module de Young plus élevé que les alliages classiques [10].

Pour compléter la désignation des alliages d'aluminium, une lettre représentant le traitement thermique subi par l'alliage (ou l'état fondamental de l'alliage) est ajoutée à la suite de sa désignation (tab. I-1) :

F	Etat brut de fabrication
0	Etat recuit
Н	Etat écroui et éventuellement restauré ou stabilisé
W	Etat trempé non stabilisé
Т	Etat durci par traitement thermique

Tableau I-1 : Désignation des états métallurgiques de base [8].

Ces états fondamentaux peuvent être subdivisés. Pour différencier toutes les subdivisions, un chiffre est ajouté à la désignation de l'alliage, à la suite de la lettre représentant l'état fondamental de l'alliage [8].

Les alliages à durcissement structural sont désignés par la lettre T, (tab. I-2) explicite la signification du premier chiffre qui renseigne sur le traitement thermique subi par les alliages d'aluminium lors de leur élaboration [11].

Désignation	Descriptif du traitement
T1	Pas de mise en solution, maturation
T2, T6	Mise en solution, trempe, revenu
Т3	Mise en solution, trempe, écrouissage, maturation
T4	Mise en solution, trempe, maturation
Т5	Pas de mise en solution, revenu
T7	Mise en solution, trempe, sur revenu
Т8	Mise en solution, trempe, écrouissage, revenu
Т9	Mise en solution, trempe, revenu, écrouissage

Tableau I-2 : Traitements thermiques des alliages d'aluminium [11].

I.3 Alliage d'aluminium série 6XXX

I.3.1 Présentation générale

Les alliages Al-Mg-Si de la série 6xxx sont des alliages à durcissement structural. Ils contiennent des éléments d'addition principaux sont le magnésium et le silicium. Les alliages d'aluminium de la série 6xxx sont très nombreux. Ils se différencient par leur teneur en magnésium (qui peut varier de 0,3 à 1,5 %) et leur teneur en silicium (de 0,3 à 1,4 %) [8].

I.3.1.1 Éléments d'alliage dans les conducteurs d'alliages 6XXX

En général, l'aluminium pur est faible et les conducteurs en aluminium dans les lignes de transition ont été développés en ajoutant d'autres éléments afin d'améliorer la distribution et la morphologie des particules stabilisantes afin d'améliorer les propriétés globales. L'addition d'additifs d'alliage, tels que Si et Mg, a été ajoutée dans des alliages d'aluminium série 6xxx.

I.3.1.1.1 Effets spécifiques du magnésium

Le magnésium est la base du développement de la résistance et de la dureté lors des traitements thermiques des alliages Al-Si. Cependant, l'addition de Mg provoque une diminution importante de la conductivité électrique. Par conséquent, il existe un compromis entre la propriété mécanique et la conductivité électrique.

Il est en général utilisé dans les alliages Al-Si plus complexes qui contiennent du cuivre, du nickel et d'autres éléments dont le but est également de durcir l'alliage. La phase de Mg₂Si qui durcit l'alliage 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 [12].

I.3.1.1.2 Effets spécifiques du silicium

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

La composition la plus utilisée dans les alliages d'aluminium de fonderie est d'ailleurs celle de la famille Al-Si. Les alliages commerciaux hypoeutectiques et hypereutectiques ont une proportion de silicium qui peut varier jusqu'à environ 25 % en poids. L'excès de silicium améliore les propriétés mécaniques au détriment de la résistance à la corrosion.

Les alliages Al-Mg-Si de la série, comportent également des éléments d'alliage secondaires comme le chrome, le manganèse, le cuivre, le fer, le plomb, qui jouent également un rôle dans les propriétés des alliages de cette série. Les propriétés générales des alliages de la série 6xxx sont [8] :

- Une très bonne aptitude à la déformation à chaud par laminage et surtout par filage et matriçage, ce qui facilite leur mise en forme.
- Les alliages de la série 6xxx constituent 80 % de la production des profilés filés en alliages d'aluminium.
- La mise en forme à froid à l'état métallurgique T4, qui correspond à l'état métallurgique de l'alliage 6101 en sortie de ligne de fabrication, est considérée comme relativement aisée à obtenir.
- > Des caractéristiques mécaniques relativement bonnes à l'état trempé revenu (T6).
- Une très bonne résistance à la corrosion pouvant être renforcée par des traitements d'anodisation.
- La possibilité d'obtenir de beaux états de surface dès la sortie de la presse à filer, états de surface qui peuvent être améliorés par brillantage et anodisation.
- 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.
- Les alliages Al-Mg-Si sont performants aux basses températures mais leurs propriétés mécaniques et électriques peuvent diminuer plus ou moins rapidement lorsque la température atteint des valeurs de l'ordre de 150 à 200 °C du fait de l'évolution de la microstructure [8, 11].

I.3.2 Procédé de fabrication des fils conducteurs en alliage d'aluminium 6XXX

L'alliage 6101 (ancienne dénomination AGS ou Almelèc), permet par une combinaison de traitements thermiques et mécaniques d'obtenir une résistance mécanique double de celle de l'aluminium conducteur non allié (nuance 1370) avec une conductivité électrique de 10 à 15 % inférieure seulement.

Son application principale est la fabrication des câbles nus aériens pour lignes de transport et de distribution d'électricité : elle est en particulier généralisée en France par EDF pour toutes les lignes moyenne et haute tensions. Une autre application voisine concerne la fabrication du câble porteur généralement isolé des câbles pré-assemblés de distribution, dont il constitue également le neutre.

L'ébauche (fil machine), à partir de laquelle sont fabriqués les fils, est obtenue par un procédé de coulée continue (fig. I-3). Une mise en solution à 540 °C suivie d'une trempe à l'eau froide permet d'obtenir l'ébauche à l'état dit T4, en prenant en compte la phase de maturation à l'air, une opération de séchage en étuve afin d'éviter une oxydation anormale au cœur des bobines, puis une opération de tréfilage jusqu'au diamètre souhaité, après la dernière étape de tréfilage un revenu final réalisé à une température voisine de 155 à 165 °C est appliqué au fil.



Figure I-3 : Procédé de coulée continue.

Par ailleurs, il est clair également que le dernier traitement de revenu appliqué au fil après tréfilage influence les propriétés du matériau. A ce propos la figure. I-4, montre l'influence de la température et de la durée du revenu sur la résistance mécanique et la résistivité électrique d'un fil fin de 3,45 mm de diamètre en alliage 6101 tréfilé à partir d'un fil unitaire de diamètre initial 9,5 mm. Les résultats obtenus mettent clairement en évidence une forte variation des propriétés du fil fin tréfilé et revenu selon la température et la durée du revenu [13].


Figure I-4 : Influence du revenu sur les propriétés mécaniques et électriques des fils en alliage 6101 [13].

Enfin, il faut aussi noter qu'au cours du tréfilage, la matière subit un écrouissage très important qui influence fortement la microstructure finale. Par exemple, les précipités quels qu'ils soient, se retrouvent allongés dans le sens de la déformation plastique voire même broyés (fig. I-5) [14].



Figure I-5 : Micrographie MEB de la microstructure de l'alliage AA 6005 après filage à chaud [14].

I.3.3 Procédé de tréfilage des fils conducteurs en alliage d'aluminium 6XXX

I.3.3.1 Introduction

La mise en forme par déformation plastique se réalise à froid ou à chaud. Elle est étroitement liée au type de cristallisation de l'alliage (la structure cubique à face centrées offre les meilleures dispositions). Dans les matériaux polycristallins, elle n'est possible que si la sollicitation ou la contrainte de déformation appliquée dépasse la limite d'élasticité du matériau.

I.3.3.2 Définition

Le tréfilage est une technique de mise en forme à froid des métaux qui permet de réduire la section d'un fil en le tirant à travers une série de filières sous l'action d'une force de traction et en présence d'un lubrifiant [15, 16].

I.3.3.3 Paramètres de tréfilage

Le tréfilage est un procédé de mis en forme largement utilisé pour la fabrication de fils métalliques. Les trois éléments-clés du tréfilage sont :

✤ Le fil

Le matériau de départ utilisé pour le tréfilage est appelé fil machine, de diamètre de l'ordre de 8 mm pour le cuivre et 9.5 mm 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 [17].

* La filière

La filière assure la réduction et 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 frotte en acier qui maintient le noyau et lui permet de résister aux fortes pressions développées au cours du tréfilage [18].

La filière comporte 4 zones :

- Le cône d'entrée ayant un angle allant de 18° à 20°.
- \blacktriangleright Le cône de travail ayant un angle allant de 6° à 14°.
- La portée de calibrage, cylindrique.
- Le cône de sortie.



Figure I-6 : Schéma de la filière.

* Le lubrifiant

Le lubrifiant joue le rôle de troisième corps : produit liquide ou pulvérulent suivant le procédé choisi, s'intercale, sous forme d'un film mince, entre les deux antagonistes [19, 20].

I.3.3.4 Principe du tréfilage

Le fil machine, sous forme de bobine, est posé sur un dévidoir. Il est enroulé sur un ou des cabestans, qui par frottement, exercent une traction sur le fil. Le fil passe dans une filière, en amont du cabestan, qui impose au fil une déformation par réduction de section. La filière est abondamment lubrifiée, pour assurer le maintien d'un bon état de surface du fil métallique et pour assurer le refroidissement et contrer l'échauffement provoqué par l'écrouissage du métal (fig. I-7).

Le taux de déformation par tréfilage est défini par la relation suivante :

$$\varepsilon$$
 (%) = $\frac{D_i^2 - D_f^2}{D_i^2} \times 100$ (I-1)

Ou D_i et D_f sont respectivement les diamètres initiale et finale du fil.



Figure I-7 : Schéma de principe d'une tréfileuse.

I.3.4 Propriétés requises pour les conducteurs en alliage d'aluminium 6XXX

Les alliages Al-Mg-Si (série 6xxx) ont été largement utilisés pour la fabrication des conducteurs pour les lignes électriques aériennes moyenne, haute et très haute tension (fig. I-8). Ils contiennent des faibles additions de magnésium et de silicium afin d'améliorer certaines propriétés. L'addition de ces éléments permet d'avoir une bonne combinaison entre les propriétés mécaniques et électriques par rapport aux autres alliages d'aluminium.

La conductivité électrique est le paramètre le plus important des matériaux conducteurs métalliques utilisés en génie électrique. Mais très souvent, les propriétés mécaniques (limite d'élasticité et résistance à la traction) sont également importantes.

Par exemple, l'aluminium pur présente une conductivité électrique très élevée (62 % IACS (norme internationale de cuivre recuit)), mais une résistance à la traction très faible [21].

Les conducteurs en aluminium et ces alliages doivent pouvoir être développés en toute sécurité pour présenter une bonne combinaison de conductivité électrique élevée, des propriétés mécaniques élevées et de résistance élevée au fluage pour la stabilité de contact [22 - 24].

Premièrement, une conductivité électrique élevée est principalement souhaitable pour les conducteurs. Une faible conductivité électrique entraînera de grandes pertes d'énergie dans l'application et entraînera des problèmes de température. Les exigences de la norme européenne **EN 50183** [25] des lignes aérienne de heute tension qui construites avec l'alliage d'aluminium 6101, la résistévité électrique ne dépassent pas la valeur 32.6 n Ω .m, et pour un fil unitair 32.9 n Ω .m.

En outre, les conducteurs d'alliages en aluminium devraient avoir des propriétés mécaniques suffisantes pour répondre aux exigences minimales imposées par les conditions de service dans les applications électriques.

En général, une résistance à la traction minimale d'un conducteur est 342 MPa selon la norme **EN 50183** [25], bien que notablement supérieure à celle de l'aluminium, et pour un fil unitair il faut dépasser la valeur 325 MPa.

Une autre propriété nécessaire pour l'application du conducteur en aluminium et ses alliages est la résistance au fluage élevée [26]. Le fluage est une déformation permanente résultant d'une contrainte appliquée sur un matériau sur une longue période.

Bien que la propriété de fluage soit très importante pour les conducteurs en alliage d'aluminium, il existe peu de références pour une étude systématique des propriétés de fluage des alliages conducteurs en alliages d'aluminium 6xxx et surtout l'effet des précipités sur le fluage. On note que le problème le plus important est l'optimisation entre les propriétés mécaniques et la conductivité électrique du matériau de conducteur.



Figure I-8 : Conducteur aérien en alliage d'aluminium 6101.

I.3.5 Propriétés électriques des conducteurs en alliage d'aluminium 6XXX

Dans le développement d'alliages conducteurs appropriés, la conductivité électrique est le critère principal à prendre en compte. La conductivité électrique est la capacité d'un matériau à transporter un flux d'électrons. La conductivité électrique est très sensible à la microstructure des matériaux métalliques, car elle est déterminée par la diffusion des électrons en raison de perturbations de la structure cristalline atomique, des atomes de soluté et des défauts cristallins [21]. La formation des précipités avait un effet sur la diminution de la conductivité électrique.

La relation entre la résistivité électrique et la précipitation d'alliages Al-Mg-Si a été étudiée par plusieurs chercheurs [27, 28]. Ils ont constaté que la formation d'agrégats augmentait la résistivité de l'alliage au début du vieillissement, mais finalement la résistivité diminuait au vieillissement maximal. Les agrégats et les précipités fins ont un fort effet de diffusion des électrons [29, 30].

Salazar-Guapuriche et al. [31], aussi trouvèrent une corrélation entre la résistance mécanique, la dureté et la conductivité électrique de l'alliage d'aluminium 7010 vieilli. La taille des défauts cristallographiques, des précipités, des impuretés et leur répartition dans les alliages vont influer de manière significative sur la résistivité, avec une amplitude similaire du libre parcours moyen de l'électron. Raeisinia et al. [32], ont constaté que l'effet de la taille des précipités sur la résistivité devait être pris en compte dans le modèle et obtenu l'équation de 6111. Néanmoins, l'effet de la distribution des précipités de l'alliage Al-Mg-Si au cours du vieillissement n'est pas clair en quantité

Li-xin et al. [33], étudièrent l'influence des phases métastables β ", qui existent le plus souvent dans les alliages électriques commerciaux Al-0.96Mg₂Si (6101), au cours du vieillissement sur la résistivité électrique. Les auteurs établirent une relation semi-quantitative entre les précipités et la résistivité électrique.

I.3.6 Propriétés mécaniques des conducteurs en alliage d'aluminium 6XXX

De manière générale, l'alliage 6101 possède l'avantage de présenter une résistance mécanique supérieure à celle de l'aluminium non allié AA 1370 pour une conductivité électrique inférieure seulement de 10 à 15 %.

Les atomes de soluté et les défauts de structure cristalline augmentent la résistance mécanique des métaux, mais diminuent la conductivité électrique. L'alliage d'aluminium pur, le durcissement par contrainte ou le renforcement de la précipitation augmentent ses propriétés mécaniques (fig. I-9), mais entraînent également une diminution de sa conductivité électrique.

Le choix des bons matériaux pour les lignes de transport d'énergie constitue un compromis entre leurs propriétés mécaniques et électriques [21].



Figure I-9 : Evolution de la résistance mécanique en fonction des précipités durcissants au cours d'un revenu pour la série 6000 [34].

Plusieurs auteurs ont montré que les précipités les plus favorables au durcissement structural sont les composés cohérents β " [14, 35-39]. En effet, le pic de dureté est obtenu lors de la précipitation de ces précipités. Les précipités formés après les phases β " ne s'avèrent pas être des agents durcissants aussi efficaces.

Les travaux d'Edwards et al. [40], ont porté sur l'influence de la durée des revenus sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages de la série 6xxx. Suite à une mise en solution à 530 °C pendant 1,5 heure et une trempe à l'eau, des traitements de vieillissement artificiel ont été effectués à 175 °C et à 200 °C pendant différentes durées sur l'alliage AA 6061. Des mesures de durée Brinell montrent que les propriétés mécaniques de cet alliage d'aluminium augmentent rapidement. Cependant, un phénomène de sur-vieillissement est visible après 1 heure de vieillissement à 200 °C, entrainant une perte de la tenue mécanique. Ce pic de dureté est atteint pour 8 heures de vieillissement à 175 °C (fig. I-10). 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 correspondent à la précipitation des phases β'' et que le sur-vieillissement était dû à la précipitation des composés β' .



Figure I-10 : Dureté Brinell de l'alliage AA 6061 pour différentes conditions de vieillissement [40].

Gupta et al. [41], ont mis en évidence des résultats identiques pour un alliage Al-Mg-Si-Fe (système similaire à l'alliage AA 6101) auquel ils ont fait subir différents traitements thermiques. Les courbes de la figure. I-11, correspondent ainsi aux traitements suivants :

- \blacktriangleright a = mise en solution et vieillissement à 180 °C.
- \blacktriangleright b = mise en solution et vieillissement à 200 °C.
- \triangleright c = état thermique T4 puis vieillissement à 180 °C

On peut observer, pour cet alliage, que le phénomène de sur-vieillissement 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-11 : Dureté Vickers de l'alliage Al - 0,4 % Mg - 1,3 % Si - 0,25 % Fe pour différentes conditions de vieillissement [41].

Mrówka-Nowotnik [42], étudièrent l'effet du durcissement par précipitation sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium série 6xxx (fig. I-12). Les résultats montrent que la microstructure et les propriétés mécaniques changent au cours du vieillissement artificiel en raison du processus de renforcement des précipitations. Le degré de renforcement dépend d'extension de la précipitation de β " qui augmente avec la teneur croissante en Mg et en Si dans la composition chimique des alliages. Par conséquent, le temps et la température de vieillissement du processus de renforcement de la précipitation pouvant donner les propriétés mécaniques les plus favorables des alliages 6xxx.



Figure I-12 : Variation de la dureté avec le temps de vieillissement de l'alliage étudié à une température de 175 °C [42].

Fang et al. [43], trouvèrent que le temps de maintien nécessaire pour l'apparition de phase durcissante β'' dans l'alliage Al-Mg % Wt. 0.89-Si % Wt. 0.75 vieilli à 180 °C est de 4 à 6.5 h (fig. I-13).



Figure I-13 : Dureté Vickers de l'alliage Al-0.89 % Wt. Mg-0.75 % Wt. Si vieilli à 180 °C [43].

Pakiela et al. [21], utilisèrent une déformation plastique sévère, en utilisant l'extrusion hydrostatique (HE) pour améliorer les propriétés mécaniques sans diminuer la conductivité électrique par le raffinage du grain de deux alliages d'aluminium : 6101 et 6201.

Hamdi et Boumerzoug [44], étudièrent l'effet du vieillissement artificiel de l'alliage Al-Mg-Si vieilli à 150, 175 et à 200 °C sur la cinétique des processus de précipitation (fig. I-14). Ils ont constaté que les valeurs de dureté lors du vieillissement artificiel à 200 °C étaient supérieures à celles du vieillissement artificiel à 150 et 175 °C, mais le temps de la formation de la phase β " est diminué, et que le vieillissement artificiel a un effet positif sur l'amélioration de la résistance mécanique de l'alliage Al-Mg-Si.



Figure I-14 : Variation de la dureté avec le temps de vieillissement de l'alliage 6101 à : a) 150 °C, b) 175 °C et c) 200 °C [44].

I.3.7 Propriétés microstructurales de la série 6XXX

Il a été précédemment mentionné que les alliages de la série 6xxx, sont des alliages à durcissement structural. Cela signifie que ses propriétés mécaniques et électriques sont contrôlées par un traitement de durcissement structural se composant de trois étapes successives [45] :

- Une montée en température supérieure à la température de solvus et un maintien suffisamment long à cette température afin d'atteindre l'équilibre thermodynamique et la mise en solution totale des atomes de soluté. On parle de traitement de mise en solution ou d'homogénéisation.
- Un refroidissement suffisamment rapide de l'alliage, appelé trempe, ayant pour but d'empêcher la décomposition de la solution solide et la formation des précipités d'équilibre grossiers ne conduisant pas au durcissement de l'alliage. Immédiatement après la trempe, on obtient donc une solution solide sursaturée en atomes de soluté et en lacunes.
- Un maintien à température ambiante au cours duquel a lieu la décomposition de la solution solide métastable sursaturée en éléments d'addition. Cette phase de maturation ou de vieillissement naturel peut être suivie si besoin d'un revenu à température modérée afin d'accentuer la décomposition de la solution solide par précipitation de phases durcissantes selon des séquences de précipitation bien

spécifiques à chaque alliage. Ces séquences seront détaillées ultérieurement dans ce chapitre pour l'alliage 6xxx.

I.3.7.1 Présentation des séquences de précipitation

Le traitement de durcissement structural a pour but l'augmentation les propriétés mécaniques de l'alliage par formation de précipités durcissants au cours de la trempe ou du revenu. Pour les alliages d'aluminium de la série 6xxx, la séquence de précipitation est généralement la suivante :

 $\alpha \text{ (SSS)} \longrightarrow \text{GP} \longrightarrow \beta' \longrightarrow \beta' \longrightarrow \beta \text{ (Mg_2Si) [42, 46, 47]}.$

 α : Solution solide sursaturée.

GP : Amas de solutés.

 β " : Phase métastable sous forme d'aiguilles.

 β' : Phase métastable sous forme de bâtonnets.

 β : Phase stable, Mg₂Si sous forme de plaquettes.

Les zones GP

Les zones GP dites de « Guinier-Preston » correspondent à une mise en ordre d'atomes Mg et Si du fait de la sursaturation en éléments d'alliage. Ces zones cohérentes avec la matrice constituent des sites de germination des précipités β " [48]. La formation des zones GP à température ambiante est extrêmement difficile à observer expérimentalement. L'observation en MET conventionnelle d'objets de cette taille est rendue presque impossible par les valeurs très proches des facteurs de diffusion électroniques de l'aluminium, du magnésium et du silicium. Les zones GP sont de forme sphérique [49, 50] ou aciculaire [51]. Ces amas auraient un diamètre compris entre 1 et 5 nm [52]. 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.

La phase métastable β"

Les zones GP évoluent en forme d'aiguilles et correspondent, alors, aux phases β " qui sont des précipités métastables cohérents avec la matrice α -aluminium. Cette phase conserve une morphologie similaire à celle des amas de soluté (zones GP) [48]. Leur longueur comprise entre 10 à 50 nm et leur diamètre entre 1 à 5 nm [53].

Ces précipités ont été observés par analyse aux rayons X [54, 55] puis au microscope électronique à transmission (MET) [47, 50, 56].

La composition des précipités β " diffère de celles des précipités β -Mg₂Si. Ces particules présentent un excès de Si conduisant à la formule stœchiométrique Mg₅Si₆ [49]. Des travaux plus récents ont proposé une formule stœchiométrique différente, à savoir Al₂Mg₅Si₄ [57].

La phase métastable β'

Cette phase précipite sous forme de bâtonnets mesurant entre 5 et 15 nm de diamètre. La structure de cette dernière a été bien déterminée par diffraction électronique [58]. Elle s'agit de précipités semi cohérents avec la matrice α -aluminium [35] et d'une maille hexagonale de paramètres :

a = 0, 705 nm, c = 0, 405 nm, rapport Si / Mg : 1. 73

a= b= 0, 407 nm, c = 0, 405 nm, rapport Si / Mg : 1. 54 [58].

La figure. I-15, illustre l'influence du temps de vieillissement sur les précipités de l'alliage Al-0.96 Mg₂Si. La figure. I-15a, montre la formation des zones GP sous forme sphérique et de phase pré- β ", dans l'alliage vieilli à 195 °C pendant 30 min, suivant la direction [001].

La formation de la phase β'' sous forme des aiguilles et la phase β' sous forme bâtonnet après 60 min de vieillissement est montré dans la figure. I-15c [33].



Figure I-15 : Influence du vieillissement sur les précipités (La direction d'observation est parallèle à [001]) : a) 195 °C, 30 min, b) (195 °C, 30 min) + (175 °C, 540 min), c) 195 °C, 60 minutes, d) 195 °C, 210 min [33].

La phase stable β-Mg₂Si

La phase β -Mg₂Si 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 [52, 35].

Cette phase ne contient pas d'aluminium. Elle précipite sous forme de plaquettes d'épaisseurs proche d'une dizaine de nm et de quelques centaines de nm de côté.

Cette phase est incohérente avec la matrice α -aluminium, mais conserve toutefois les relations d'orientations : (001) $\beta \parallel$ (001) *Al* et [110] $\beta \parallel$ [100] *Al*, [52].

La figure. I-16, présente la micrographie optique de l'alliage AA-6101 après le traitement d'homogénéisation à 560 °C pendant 6 h suivi d'un traitement à 175 °C pendant 6 h.

L'observation par le MEB illustre la formation de la phase stable β -Mg₂Si [59].



Figure I-16 : Micrographie optique de la structure de précipité de l'alliage AA-6101 à 175 °C/6 h après le traitement d'homogénéisation à 560 °C/6 h [59].

* Les intermétalliques au fer (IMF)

Le fer est présent dans les alliages d'aluminium 6xxx en tant qu'impureté. Sa limite de solubilité dans une matrice d'aluminium est très faible (0,002 % à 20 °C). La quasi-totalité du fer présent lors de l'élaboration du métal liquide se retrouve après solidification sous forme de précipités grossiers, appelés intermétalliques au fer : AlFe, AlFeSi et Al(Mn,Cr,Fe)Si principalement (fig. I-17).



Figure I-17 : Microstructure observée par le MEB de l'alliage Al-0.652 % at. Mg-0.595 % at. Si après homogénéisation pendant 6 h à 550 °C et trempé à l'eau [60].

I.3.7.2 Système ternaire Al-Mg-Si

Le système ternaire Aluminium-Silicium-Magnésium est à la base de plusieurs alliages sensibles aux traitements thermiques. Le diagramme de phase obtenu à l'équilibre peut être relativement simplifié si on le considère comme étant binaire c'est-à dire : aluminium et Mg₂Si pour une proportion de magnésium-silicium qui voisine 1,73 pour 1 (toujours en pourcentage poids).

La température de cet eutectique appelé pseudobinaire est de 595 °C. La composition du liquide eutectique est de 8,15 % poids Mg et de 4,75 % poids Si en équilibre, avec une solution solide d'aluminium contenant 1,13 % poids Mg et 0,67 % poids Si (pour un total d'environ 1,85 % poids Mg₂Si). La figure. I-18, représente le système binaire aluminium et Mg₂Si.



Figure I-18 : Partie du diagramme d'équilibre Aluminium-Mg₂Si, coupe pseudobinaire [61].

La division du système selon cette ligne permet de constater que l'extrémité riche en aluminium du diagramme de phase peut être considérée comme deux systèmes eutectiques tertiaires : Al-Mg₂Al₃-Mg₂Si à une température de 450 °C et Al-Si-Mg₂Si à 555 °C. La solubilité à l'état solide de la phase Mg₂Si dans l'aluminium diminue avec l'excès de silicium et encore plus avec l'excès de magnésium. Les réactions de précipitation que l'on retrouve dans ce système se traduisent comme suit dans des conditions de solidification normales :

Solution solide sursaturée => bâtonnets semi-cohérents β " parallèles à {001}_{Al} => aiguilles semi-cohérentes β ' parallèles à {001}_{Al} => plaquettes semi-cohérentes β parallèles à {001}_{Al} => β -Mg₂Si non cohérent [61].

Conclusion

Dans ce chapitre nous avons présenté quelques notions sur les caractéristiques d'aluminium et ses alliages les plus utilisés et on a aussi décrit avec plus de détails les propriétés mécaniques, électriques et métallurgiques de l'alliage 6xxx.

Les alliages Al-Mg-Si de la série 6xxx sont des alliages à durcissement structural dont le précipité durcissant est la phases β " et les phases métastables, du précipité β -Mg₂Si, ont une

importance industrielle, en particulier dans le domaine des produits obtenus par filage car 80 % des alliages d'aluminium utilisés dans le monde pour la fabrication des profilés filés appartiennent à cette série.

De plus, les séquences de précipitation des alliages de la série 6xxx a été décrite. En effet, l'introduction d'éléments d'alliage dans l'aluminium, pour des compositions correspondant à celles des nuances de la famille 6xxx, conduit à la précipitation de diverses phases pouvant modifier les propriétés mécaniques et électriques du matériau.

On peut conclure que l'aluminium est un métal fiable selon leur caractéristiques : la durabilité, la conductivité, légèreté, recyclable, la résistance à la corrosion et économique car à partir de 1927 les câbles électriques et aérien (Almelèc) d'alliage d'aluminium série 6xxx sont largement employés.

Références bibliographiques

[1] H. Wilquin, "Construction en aluminium", Le Moniteur, Paris, 2001.

[2] C. Vargel, "Corrosion de l'aluminium", Dunod 1^{ère} édition, Paris, 1999.

[3] I. Lakhtine, "Métallographie et traitements thermiques des métaux", 367 édition, Mir, 1978.

[4] M. Colombié, "Matériaux métalliques", Hachette 2^{ème} édition, Paris, 2001-2008.

[5] E. Din-Stirbu, "Comportement à la corrosion des alliages d'aluminium utilisés dans l'industrie automobiles pour la fabrication de radiateur de chauffage", Thèse de Doctorat, Université de Pitesti Roumanie, 2005.

[6] J. Barralis, G. Maeder, "Précis de métallurgie", communications actives, 5^{ème} édition, pp. 128-134, Paris, 1975.

[7] A. Deschamps, "Influence de la prédéformation et des traitements thermiques sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages Al-Zn-Mg-Cu", Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble-INPG, 1997.

[8] D. Maisonnette, "Influences mécaniques et métallurgiques de procédés haute Température sur un alliage d'aluminium 6061-T6", Thèse de Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2010.

[9] L. Pan, "Effects of alloying elements on the microsturctue and properties of 8xxx electrical conductor alloys", Thèse de Doctorat, Université du Québec à Chicoutimi, 2016.

[10] M. Dupeux, "Aide-mémoire ", Science des matériaux, Paris, 2004 corrigé 2005.

[11] A. Laurino, "Intégration des alliages d'aluminium dans le câblage électrique automobile : procédés de mise en forme, microstructure et durabilité", Thèse de Doctorat, Universite de toulouse, 2012.

[12] M.A. Moustafa, F.H. Samuel, H.W. Doty, S. Valtierra, "Effect of Mg and Cu additions on the microstructural characteristics and tensile properties of Sr-modified Al-Si eutectic alloys", International Journal of Cast Metals Research, Vol. 14, No. 4, pp. 235-253, 2002.

[13] R. Develay, "Propriétés de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés", Techniques de l'Ingénieur, Editions T I, 1992.

[14] G. Mrowka-Nowotnik, J. Sieniawski, "Influence of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of 6005 and 6082 aluminium alloys", Journal of Materials Processing Technology, Vol. 162-163, pp. 367-372, 2005.

[15] M. Laverroux, "Mise en forme des aciers inoxidables par tréfilage", révue de la métallurgie CIT, pp. 1293-1302, 1993.

[16] G. Vega, A. Haddi, A. Imad, "Influence des conditions du tréfilage sur le comportement thermomécanique dans le cas d'un fil en cuivre", 19^{ème} Congrès Français de Mécanique, 2009.

[17] G. Simonnet, "Tréfilage de l'acier M645, In Traité des matériaux métalliques", Techniques de l'Ingénieur, pp. 2-11, 1996.

[18] J. A. Schey, "Tribology in metal working : Friction, lubrication and wear", E. d. American society for metals Park, OH 44073, pp. 736, 1983.

[19] J. Israelachvili, D.J. Mitchell, B.W. Ninham, "Theory of self-assembly of hydrocarbon amphiphiles into micelles and bilayers", J. Chem. Soc. Faraday Trans II, Vol. 72, pp. 1525-1568, 1976.

[20] J. Dubourg, "La lubrification dans les opérations de tréfilage et d'étirage des aciers", Tome 2, Editions Tech Publications de l'Institut Français du Pétrole, pp. 405-420, 1984.

[21] Z. Pakiela, K. Ludwichowska, J. Ferenc, M. Kulczyk, "Mechanical properties and electrical conductivity of Al 6101 and 6201 alloys processed by hydro-extrusion". IOP Conf. Ser : Mater. Sci. Eng, Vol. 63, 012120, 2014.

[22] J. Rabinow, "Some thoughts on electrical connections", Nat Bur Stand US NBSIR : 78-1507, 1978.

[23] H.J. McQueen, K. Conrod, G. Avramovic-Cingara, "The Hot Working Characteristics of Eutectic-RodStabilized Conductor Alloys", Canadian Metallurgical Quarterly, Vol. 32, No. 4, pp. 375-386, 1993.

[24] K.W. Barber, K.J. Callaghan, "Improved overhead line conductors using aluminium alloy 1120", IEEE Transactions on Power Delivery, Vol. 10, No. 1, pp. 403-409, 1994.

[25] EN 50183, "Conductors for overhead lines-Aluminum-magnesium-silicon Alloy wires", 2000.

[26] N.S. Beniwal, H.O. Gupta, D.K. Dwivedi, "Effect of creep phenomenon on reliability of distribution transformers", National System Conference, Indian Institute of Technology Roorkee, India, pp. 623-627, 2008.

[27] M.A. Gaffar, A. Gaber, M.S. Mostafa, E.F. Abo zeid, "The effect of Cu addition on the thermoelectric power and electrical resistivity of Al-Mg-Si balanced alloy : A correlation study ", Materials Science and Engineering : A, Vol. 465, No. 1-2, pp. 274-282, 2007.

[28] H. Seyedrezai, D. Grebennikov, P. Mascher, H.S. Zurob, "Study of the early stages of clustering in Al-Mg-Si alloys using the electrical resistivity measurements", Materials Science and Engineering A, Vol. 525, No. 1-2, pp. 186-191, 2009.

[29] P.L. Rossiter, P. Wells, "The dependence of electrical resistivity on short-range order", Journal of Physics, Vol. 4, pp. 354-363, 1971.

[30] A.J. Hillel, J.T. Edwards, P. Wilkes, "Theory of the resistivity and Hall effect in alloys during Guinier-Preston zone formation", Philosophical Magazine, Vol. 32, No. 1, pp. 189-209, 1975.

[31] M.A. Salazar-Guapuriche, Y.Y. Zhao, A. Pitman, A. Greene, "Correlation of Strength with Hardness and Electrical Conductivity for Aluminium Alloy 7010", Materials Science Forum, Vol. 519-521, pp. 853-858, 2006.

[32] B. Raeisinia, W.J. Poole, D.J. Lloyd, "Examination of precipitation in the aluminum alloy AA6111 using electrical resistivity measurements", Materials Science and Engineering A, Vol. 420, No. 1-2, pp. 245-249, 2006.

[33] L.X. Cui, Z.X. Liu, X.G. Zhao, J.G. Tang, K. Liu, X.X. Liu, C. Qian, "Precipitation of metastable phases and its effect on electrical resistivity of Al-0.96 Mg₂Si alloy during aging", Trans. Nonferrous Met. Soc. China, Vol. 24, pp. 2266-2274, 2014.

[34] E. Sarrazin, "Modélisation du soudage d'alliage d'aluminium", Thèse de Doctorat, Ecole Polytechnique, 1995.

[35] N.A. Belov, D.G. Eskin, A.A. Aksenov, "Multicomponent Phase Diagrams : Applications for Commercial Aluminium Alloys", first edition, Elsevier Ltd, Oxford, 2005.

[36] Y.L. Liu, S.B. Kang, H.W. Kim, "The complex microstructures in an as-cast Al-Mg-Si alloy", Materials Letters, Vol. 41, pp. 267-272, 1999.

[37] Y.L. Liu, S.B. Kang, "The solidification process of Al-Mg-Si alloys", Journal of Materials Science, Vol. 32, pp. 1443-1447, 1997.

[38] S. Karabay, M. Yilmaz, M. Zeren, "Investigation of extrusion ratio effect on mechanical behaviour of extruded alloy AA-6101 from the billets homogenised-rapid quenched and as-cast conditions", Journal of Materials Processing Technology, Vol. 160, pp. 138-147, 2005.

[39] A.K. Gupta, D.J. Lloyd, S.A. Court, "Precipitation hardening in an Al-Mg-Si alloys with and without excess Si", Materials Science and Engineering, Vol. 316, pp. 11-17, 2001.

[40] G. A. Edwards, K. Stiller, G.L. Dunlop and M.J. Couper, "The precipitation sequence in Al-M g-Si alloys", Acta Materialia, Vol. 46, No. 11, pp. 3893-3904, 1998.

[41] A.K. Gupta, D.J. Lloyd, S.A. Court, "Precipitation hardening processes in an Al-0.4 % Mg-1.3 % Si-0.25 % Fe Aluminium alloy", Materials Science and Engineering, Vol. 301, pp. 140-146, 2001.

[42] G. Mrówka-Nowotnik, "Influence of chemical composition variation and heat treatment on microstructure and mechanical properties of 6xxx alloys", World Academy of Materials and Manufacturing Engineering, Vol. 46, No. 2, pp. 98-107, 2010.

[43] X. Fang, M. Song, K. Li, Y. Du, "Precipitation on sequence of an aged Al-Mg-Si alloy", Journal of Mining and Metallurgy. Sect. B-Metal, Vol. 46, No. 2, pp. 171-180, 2010.

[44] I. Hamdi, Z. Boumerzoug, "The Effect of the Artificial Aging on the Precipitation Kinetic in the Al-Mg-Si Alloy", Phys. Sci. Appli. Vol. 6, No. 6, pp. 44-48, 2016.

[45] B. Dubost, P. Sainfort, "Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium corroyés", Techniques de l'Ingénieur. Editions T.I, 1991.

[46] K. Matsuda, Y. Ishida, I. Möllerová, L. Frank, S. Ikeno, "Cube- phase in excess Mg-type Al-Mg-Si alloy studied by EFTEM", Mater. Sci, Vol. 41, No. 9, pp. 2605-2610, 2006.

[47] G. Thomas, "The aging characterization of aluminum alloys electro transmission studies of Al-Mg-Si alloys", J. Inst. Met, Vol. 90, pp. 57-63, 1961.

[48] F. Dimier, "Injection de systemes reactifs :determination de lois cinetiques et rheologiques et modelisation" Thèse de Doctorat, L'école nationale supérieure Des Mines, Paris, 2003.

[49] C.D. Marioara, S.J. Andersen, J.Jansen, H.W. Zandbergen, "Atomic model for Gp zones in a 6082 Al-Mg-Si system", Acta Materialia, Vol. 49, No. 2, pp. 321-328, 2001.

[50] W.F. Smith, "The effect of reversion treatments on precipitation mechanisms in an Al-1.35 at. pct Mg₂Si alloy", Metallurgical and Materials Transactions B, Vol. 4, No. 10, pp. 2435-2440, 1973.

[51] 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 Pct Mg₂Si Alloy", Metalurgical And Materials Transactions A, Vol. 29, No. 4, pp. 1161-1167,1998.

[52] C. Cayron, L. Sagalowicz, O. Beffort, P.A. Buffat, "Structural phase transition in Al-Cu-Mg-Si alloys by transmission electron microscopy study on an Al-4 wt % Cu-1 wt % Mg-Ag alloy reinforced by SiC particles", Vol. 79, No. 11, pp. 2833-2851, 1999.

[53] D.E. Laughlin, W.F. Miao, "The effects of Cu and Mn Content and Processing on Precipitation Hardening Behaviour in Al-Mg-Si-Cu alloy 6022", In Proceedings of the 1998 TMS Annual Meeting, San Antonio, TX, USA, pp. 63-79, 1998.

[54] A. Lutts, "Pre-precipitation in Al-Mg-Ge and Al-Mg-Si", Acta Metallurgica, Vol. 9, No. 6, pp. 577-586, 1961.

[55] H. Lambot, "Etude cristallographique de la précipitation structurale dans le duralumins", Revue de Metallurgie, Paris, Vol. 47, No. 10, pp. 709-726, 1950.

[56] D.W. Pashley, J.W. Rhodes, A. Sendorek, "Delayed ageing in aluminium-magnesiumsilicon alloys : effect on structure and mechanical properties", Journal Institute Metals, Vol. 94, pp. 41-49, 1966.

[57] H.S. Hasting, A.G. Froseth, S.J. Andersen, R. Vissers, J.C. Walmsey, C.D. Mariora, F. Danoix, W. Lefebvre, R. Holmestad, "Composition of β " precipitates in Al-Mg-Si alloys by atom probe tomography and first principles calculations", Journal of Applied Physics, Vol. 106, No.12, 123527, 2009.

[58] R.M. Gomes, T. Sato, H. Tezuka, A. Kamio, "Precipitation Behavior of P/M Hypereutectic Al-Si-Cu-Mg Alloys Containing Fe and Ni", Materials Transactions JIM, Vol. 39, No. 3, pp. 357-364, 1998.

[59] S. Karabay, "Influence of AlB2 compound on elimination of incoherent precipitation in artificial aging of wires drawn from redraw rod extruded from billets cast of alloy AA-6101 by vertical direct chill casting". Materials and Design, Vol. 29, pp. 1364-1375, 2008.

[60] I .Hamdi, "Phénomène de précipitation des phases dans l'alliage d'aluminium (série 6000)", Thèse de Doctorat, Université de Biskra, 2014.

[61] J. Zhang, Z. Fan, Y.Q. Wang, B.L. Zhou, "Equilibrium pseudobinary Al-Mg₂Si phase diagram, Materials sciences and technology", Vol. 17, pp. 494-496, 2001.

CHAPITRE II

THEORIE DE FLUAGE

Introduction

La première partie de ce chapitre s'articule autour des notions de base sur le phénomène de fluage et le mécanisme d'endommagement. Nous décrivons par la suite les facteurs affectant le fluage, et on présente quelques modèles théoriques qui permettent de prédire le temps de rupture des matériaux. La deuxième partie est une revue bibliographique sur le comportement au fluage des fils en aluminium et ses alliages.

II.1 Les essais mécaniques

II.1.1 Généralités

On doit noter que nous avons besoin de connaître le comportement mécanique des matériaux utilisés pour fabriquer diverses structures. Ce sont les essais mécaniques qui peuvent nous fournir ces données nécessaires. Ils nous permettrent surtout de déterminer les propriétés mécaniques des matériaux pour dimensionner les structures de façon à éviter divers modes de ruines : le flambage, la déformation plastique exagérée, la rupture brutale ou la rupture différée par fatigue ou fluage.

De plus, il est indispensable de déterminer les limites qu'il ne faut pas dépasser pour éviter la ruine : limite d'élasticité, charge de rupture, limite d'endurance en fatigue.

II.1.2 Essai mécanique sous charge variable

II.1.2.1 Essai de traction

L'essai de traction est le moyen le plus couramment employé pour caractériser le comportement mécanique d'un matériau sous une sollicitation progressive à vitesse de chargement faible ou modérée. Des éprouvettes du matériau concerné, en forme de barreau cylindrique ou prismatique comportant une partie centrale calibrée à section constante S_0 et longueur L_c raccordée à chaque extrémité à deux têtes de section plus importante, sont fixées dans une machine de traction. La machine impose un allongement croissant à l'éprouvette, et enregistre simultanément l'effort appliqué F et l'allongement $\Delta L = L - L_i$. Selon l'équipement utilisé, L_i est soit la longueur totale initiale L_c , soit une longueur initiale de référence L_0 entre deux repères tracés sur l'éprouvette (fig. II-1).

L'essai est généralement poursuivi jusqu'à rupture, après quoi on mesure un allongement ultime rémanent ΔL_u [1].



Figure II-1 : Schéma d'une éprouvette de traction cylindrique et de son évolution en cours d'essai [1].

II.1.2.2 Courbe d'essai de traction

La courbe d'essai de traction est la courbe obtenue à partir de l'enregistrement $F(\Delta L)$ effectué au cours d'essai en rapportant la force à la section initiale pour raisonner en termes de contrainte $R = F / S_0$, et en rapportant l'allongement à la longueur initiale pour raisonner en termes d'allongement relatif $\varepsilon = \Delta L / L_i$. On obtient ainsi une courbe intrinsèque au matériau, indépendante des dimensions de l'éprouvette utilisée (fig. II-2) [1].



Figure II-2 : Courbe d'essai de traction [1].

OA : allongement élastique linéaire, réversible.

Au-delà de A : déformation plastique permanente et déformation élastique. La suppression de la force appliquée (BC) laisse apparaître un allongement plastique rémanent (OC). Une remise en charge conduit à une nouvelle limite d'élasticité (CB).

 $R_e = F_e / S_0$: limite apparente d'élasticité (MPa).

 $R_{e0.2}$: limite conventionnelle d'élasticité à 0,2 % d'allongement plastique.

AD : allongement élastique + allongement plastique réparti.

 $\mathbf{R}_{\mathbf{m}} = F_{\mathbf{m}} / S_0$: résistance à la traction (MPa).

DF : apparition et progression d'une striction (réduction de section localisée) dans les matériaux ductiles.

F : rupture.

 $A\% = \Delta L_u / L_i$: allongement pour cent après rupture (%) [1].

II.1.3 Essai mécanique sous charge constante

II.1.3.1 Essai de fluage

II.1.3.1.1 Définition

Le fluage est un phénomène physique qui produit une déformation lente irréversible d'un matériau soumis à une contrainte constante, même si elle est inférieure à la limite d'élasticité du matériau. Dans les métaux, le fluage se produit généralement à haute température T/T_f (T_f : température de fusion) supérieur à 0.3. Le taux de fluage n'est pas directement proportionnel à la contrainte et augmente avec une hausse de la température du matériau. La principale particularité du fluage est qu'il peut se développer dans le temps jusqu'à la rupture même si la température et l'effort appliqué restent constants [2, 3].

II.1.3.1.2 Principe

Une expérience de fluage consiste à appliquer une charge à l'extrémité d'une éprouvette, l'autre extrémité étant maintenue solidaire d'un bâti fixe. On mesure au cours du temps le déplacement de l'extrémité libre de l'éprouvette (fig. II-3).



Figure II-3 : Schéma de principe d'essais de fluage.

II.1.3.1.3 Machines de fluage

En général, les essais de fluage sont réalisés sur des machines à charge constante utilisant la force de pesanteur : une masse est fixée à l'éprouvette ou, bien souvent, pour les essais de longue durée, un système d'amplification de la charge à bras de levier est utilisé [2]. Les figures. II-4 et 5, présentent deux types de machines de fluage.



Figure II-4 : Schéma d'une machine de fluage avec une chambre climatique [4].



Figure II-5 : Schéma d'une machine de fluage avec une chambre à vide [5].

II.1.3.1.4 Éprouvettes

Les dimensions des éprouvettes sont directement liées aux capacités de la machine et aux types de mesures à réaliser. Pour de faibles déformations de fluage, il est nécessaire de prendre des longueurs de section utile (zone centrale de l'éprouvette à géométrie constant servant de base de mesure) importante pour augmenter la sensibilité des mesures. Les essais sont réalisés sur des éprouvettes normalisées cylindriques ou plates. Les figures. II-6 et 7, donnent des dessins d'éprouvettes types de fluage, employées respectivement par l'industrie aéronautique (Société Nationale d'Étude et de Construction de Moteurs d'Avions SNECMA) et nucléaire (Électricité de France EDF) [2].



Figure II-6 : Éprouvette de fluage pour superalliage base nickel [2].



Figure II-7 : Éprouvette de fluage pour alliage base fer [2].

II.1.3.1.5 Mesure des déformations

Suivant la précision recherchée et les possibilités d'équipement, différentes techniques sont utilisées :

- La mesure entre mors qui consiste à mesurer le déplacement relatif des systèmes de fixation de l'éprouvette, cette méthode peut introduire des erreurs importantes.
- L'utilisation d'un extensomètre pouvant être fixé sur les têtes d'éprouvette ou sur la longueur utile de l'éprouvette, cette dernière méthode est la plus fiable et permet d'approcher au mieux la déformation de l'éprouvette, si des capteurs électroniques sont associés à l'extensomètre, il est important de les isoler car ils sont, en général, sensibles aux variations de température et parfois d'humidité.
- La mesure optique qui nécessite une fenêtre de mesure quand un système de chauffage de l'éprouvette est utilisé et des repères précis sur l'éprouvette [2].

II.1.3.1.6 Courbe de fluage

Un essai de fluage consiste habituellement à appliquer à température constante une charge ou une contrainte constante à une éprouvette, en vue de mesurer la déformation qu'elle subit, est d'en tracer la courbe en fonction du temps écoulé ($\epsilon = f(t)$). Une courbe typique de fluage est représentée dans la figure. II-8.

On distingue trois stades, définis par Andrade depuis 1910 [6].



Figure II-8 : Illustration, des trois phases d'un essai de fluage [6].

II.1.3.1.7 Différents stades de fluage

En général, pour des températures supérieures à 0,3 T_f, il existe trois stades de fluage :

- Le fluage primaire, ou transitoire, pendant lequel la vitesse de fluage (ou vitesse de déformation) diminue avec le temps, ce qui correspond à une augmentation de la résistance du matériau, ou encore à une consolidation.
- Le fluage secondaire, ou stationnaire, ou encore quasi visqueux, pendant lequel la vitesse de déformation est constante avec le temps.
- Le fluage tertiaire, pendant lequel la vitesse de déformation croît jusqu'à la rupture, (fig. II-9), un phénomène de striction pouvant apparaître au cours de ce stade [2].



Figure II-9 : Courbe de la vitesse de déformation en fonction du temps [6].

II.1.3.2 Mécanismes de fluage

II.1.3.2.1 Mécanismes à hautes températures

La différence entre le fluage à basses et à hautes températures (T > 0,4 à 0,5 T_f) est liée à la présence de mécanismes de montée des dislocations, phénomène qui est thermiquement activé. Le chargement et le fluage primaire correspondent à la création et à la propagation des dislocations. Il y a une nette tendance à la formation de cellules de dislocations lors du fluage primaire. La densité de dislocations mobiles décroît au cours de ce stade, réduisant la vitesse de fluage. L'établissement du fluage secondaire, ou stationnaire, correspond toujours à la présence d'une sous-structure de dislocation parfaitement formée (fig. II-10). La taille des sous-grains n'est une fonction ni du temps, ni de la déformation. Elle dépend uniquement de la contrainte appliquée : la taille des sous-grains est inversement proportionnelle à la contrainte σ et n'évolue pas pendant le fluage secondaire.

La densité de dislocation est stable. Il y'a équilibre entre les processus de formation et d'annihilation des dislocations.

Pour les très fortes contraintes, un phénomène de recristallisation, avec accélération de la vitesse de déformation, peut se produire en cours de fluage [2].



Figure II-10 : Schéma d'une structure cellulaire [2].

II.1.3.2.2 Mécanismes à basses températures

Aux basses températures (T < 0,4 à 0,5 T_f), ll s'agit d'une déformation plastique, liée à des mécanismes de déplacement de dislocations. Lors du chargement et du fluage primaire, il y a surtout création et propagation des dislocations. En général, ces dislocations ne forment pas de structures cellulaires particulières, elles sont enchevêtrées. On observe les structures formées par glissement des dislocations : bandes de déformation et lignes de glissement plus ou moins espacées suivant la contrainte appliquée et le temps de fluage.

Lors du fluage secondaire, les dislocations s'assemblent pour former une structure cellulaire plus ou moins nette : cela correspond à une polygonisation du glissement. Les murs des cellules sont constitués de dislocations enchevêtrées, (fig. II-10). Ces cellules sont d'autant moins formées que la température est basse. Elles présentent bien souvent un allongement suivant le type de glissement activé. La densité de dislocations reste stable au cours de ce stade. La sous-structure se forme et se détruit constamment : il y a équilibre entre les processus de formation et d'annihilation des dislocations. En revanche, la désorientation entre les sous-grains augmente avec le temps. Tout se passe comme si le processus de

formation et d'annihilation des dislocations concourait uniquement à l'accroissement de la désorientation des sous-grains entre eux [2].

II.1.3.3 Carte d'Ashby

En 1982, Frost et Ashby [7] regroupent sur leur carte (σ , T) les principaux mécanismes de déformation de fluage. Elles sont construites pour un matériau et une taille de grain donnée. Les domaines de prédominance de chaque mécanisme sont tracés en fonction des axes normalisés : [Contrainte de cisaillement (σ_s)/module de cisaillement (μ)] et [température/température de fusion (T_f)]. La figure. II-11, est présentée une carte de mécanismes de déformation. Il s'agit du cas d'aluminium pur avec une taille de grains de 10 µm. Les courbes des isovitesses sont également porté sur ce diagramme [7]. Pendant le fluage d'aluminium au-delà de 0.8 T_f, apparaîtra une croissance rapide du grain [8] menant vers un fluage instable. La carte montre une région qui se réfère à une vraie recristallisation dynamique, laquelle est rarement observée.

Les différents domaines de fluage, sont portés sur la carte d'Ashby. On retrouve à forte contrainte et basse température le domaine de fluage-dislocation appelé également loipuissance ("power-law creep"). Dans ce domaine, Ashby fait la distinction entre les basses températures (LT) où glissement et montée interviennent, et le fluage haute température (HT) où la montée prévaut. À forte température et basse contrainte le fluage-diffusion ("diffusionale flow") prédomine: en volume pour les plus hautes températures (fluage de type NabarroHerring) et aux joints de grains pour des températures plus faibles (fluage de type Coble).



Figure II-11 : Carte des mécanismes de déformation de l'aluminium pur en fonction de la température, avec une taille de grain 10 µm d'après Ashby [9].

II.1.3.4 Facteurs métallurgiques affectant le fluage

II.1.3.4.1 Solution solide

Dans le cas général, la solution solide dans un solide cristallin se fait par deux mécanismes : Lorsque les atomes des éléments d'alliage prennent la place des atomes du metal majoritaire, il s'agit de substitution. À l'inverse, on parle d'insertion lorsqu'ils se glissent entre les atomes de l'alliage majoritaire. En général, les éléments d'addition en solution solide augmentent la résistance mécanique de l'alliage.

La résistance au fluage est améliorée par solution solide si le soluté augmente le module d'élasticité, augmente la température de fusion ou diminue la diffusivité des atomes. Les atomes en solution solide, que ce soit en insertion ou en substitution créent des distorsions élastiques. Ces distorsions induisent une force d'interaction entre les atomes d'alliage et les dislocations, ce qui entraine un durcissement du métal et augmente la résistance au fluage [10].

II.1.3.4.2 Précipités

La présence de précipités fins et dispersés dans la structure des métaux est un facteur qui augmente la résistance au fluage des métaux. Un précipité est un dépôt solide qui va se

former dans une solution à la suite d'une réaction chimique. Les précipités apparaissent soit par traitement thermique ou soit lorsque la limite de solubilité du soluté est atteinte.

Les processus de précipitation peuvent mener à une grande réduction dans le taux de fluage secondaire. En effet, la formation des nouveaux précipités se fait souvent sur les dislocations responsables de la déformation, ce qui rend leur mouvement plus actif. Lors des premiers stades de formation, les particules sont très petites et faiblement espacées, ce qui empêche le déplacement des dislocations, cependant, lorsque les particules deviennent plus grossières, les dislocations peuvent être affranchies. Les précipités les plus efficaces sont ceux qui grossissent lentement [11].

II.1.3.4.3 Taille des grains

Les grains sont des cristaux d'orientation différente, séparés par des défauts à deux dimensions : les joints de grain. On peut en général définir pour des grains raisonnablement équiaxes une dimension caractéristique moyenne du grain : la taille de grain DG [12]. La vitesse de déformation varie de façon inversement proportionnelle à la taille de grains. Ainsi pour augmenter la résistance en fluage, il faut diminuer la surface de joints de grains donc augmenter la taille de grains [13].

Pour des tailles de grain assez grandes (DG $\geq 100 \ \mu$ m) la vitesse de déformation n'est pratiquement pas sensible à la taille de grain. Ce point a été, en particulier, clairement montré par les expériences de Barett, Lytton et Sherby [14], sur des polycristaux de cuivre (fig. II-12). Par contre, pour les polycristaux à grain fin (DG < 100 μ m), la vitesse de déformation augmente lorsque DG diminue. Ceci peut être attribué à l'importance relative plus grande que prend le glissement aux joints lorsque DG diminue. Toute fois la vitesse de glissement des joints dans un polycristal est gouvernée par les processus de déformation à l'intérieur des grains et il n'est pas possible d'obtenir une loi intrinsèque de glissement de joint à partir d'observations sur un polycristal [12].



Figure II-12 : Effet de la taille de grain sur la vitesse de fluage d'un cuivre polycristallin [12].

Une grande taille de grain est souvent recherchée pour obtenir de bonnes propriétés en fluage. Cependant Lasalmonie et Strudel ont montré l'existence d'une taille de grain optimale pour laquelle la vitesse de déformation stationnaire est la plus faible [15]. Au-delà de cette taille optimale la vitesse de déformation croît avec la taille de grain. Les auteurs expliquent cet effet, observé dans plusieurs alliages métalliques, par l'imprécision du rôle des joints de grains : ceux-ci, soit possèdent un effet durcissant, selon la loi de Hall et Petch, soit agissent comme des chemins préférentiels de déformation. La figure. II-13, schématise un exemple de ce comportement. La courbe 1 représente la contribution du glissement intergranulaire et la courbe 2 la contribution dislocationnelle. La courbe dessinée en gras est la somme des deux contributions. Ainsi, l'augmentation de la taille de grain est favorable dans le domaine du glissement intergranulaire, car le nombre de chemins préférentiels à la deformation est diminué. En revanche, lorsque la taille de grain est supérieure à la taille de grain optimale, l'augmentation de la taille de grain est défavorable aux mécanismes de deformation intragranulaire. À très forte taille de grain, cette vitesse de déformation tend vers une valeur de saturation. À plus haute température, courbe 1', la taille de grain optimale est repoussée vers les fortes tailles de grain. À l'inverse, à forte contrainte, courbe 2', la taille de grain optimale est repoussée vers les petites tailles de grain.



Figure II-13 : Existence d'une taille de grain optimale pour laquelle la vitesse de deformation stationnaire est minimale [15].

II.1.3.5 Influence de la contrainte et de la température

En général une augmentation de température entraine une agitation thermique plus élevée des atomes et augmentation de la valeur des coefficients de diffusion de ces atomes, phénomènes fondamentaux qui provoquent une augmentation de la vitesse de déformation du matériau. C'est pourquoi, pour analyser l'influence de la température, nous devons en outre faire intervenir le temps comme paramètre supplémentaire.

Nous pouvons résumer brièvement les effets de la contrainte et de la température, dans le domaine plastique, sur un matériau cristallin ductile. La figure. II-14, présente la vitesse de fluage de l'aluminium commercial en fonction de la contrainte et la température.

- a. La contrainte met les dislocations en mouvement, grâce aux cissions qui s'exercent sur les plans de glissement. Lorsque les dislocations se multiplient et agissent les unes sur les autres, leurs déplacements se trouvent de plus en plus limités, jusqu'à la cessation de la déformation plastique : c'est le phénomène de consolidation.
- b. La température, par contre, a pour effet d'augmenter la mobilité des dislocations, à cause de l'agitation thermique, et réduire la contrainte de friction du réseau, puisque les cissions nécessaires pour déplacer les dislocations sont plus faibles. Elle favorise en outre les mécanismes de restauration, par l'annihilation de dislocations de signe opposés. En d'autre terme la température entraîne un adoucissement.


Figure II-14 : Vitesse de fluage de l'aluminium commercial en fonction de la contrainte et la température [16].

Les effets combinés de la contrainte et de la température ont pour conséquence l'établissement d'un équilibre dynamique entre la consolidation et l'adoucissement. Selon les valeurs respectives de la contrainte et de la température, le matériau adopte soit un comportement viscoélastique, soit un comportement viscoplastique, lequel peut entrainer la rupture du matériau si la contrainte est maintenue suffisamment longtemps.

En faisant varier soit la température d'essai, soit le niveau de contrainte. Les résultats ainsi obtenus sont représentés graphiquement à la figure. II-15, qui donne la variation de la déformation en fonction du temps. Pour certaines combinaisons «température- contrainte », les courbes de fluage $\varepsilon = f(t)$ présentent clairement trois stades (I, II et III) [10].



Figure II-15 : Courbes de fluage pour des températures ou des contraintes croissantes [17].

Au cours de fluage primaire, la vitesse de consolidation est plus élevée que la vitesse d'adoucissement, jusqu'au moment où un équilibre dynamique s'établit entre la consolidation et l'adoucissement : on a alors affaire au fluage secondaire, caractérisé par une vitesse de fluage secondaire $(d\varepsilon/dt)_{II}$ constante. La valeur de vitesse est fonction du niveau de contrainte et de température d'essai. Puisque le mouvement des dislocations entraine des déplacements irréversibles, le stade du fluage secondaire n'est pas de durée infinie. Apparait alors bientôt le fluage tertiaire, caractérisé par une accélération de la déformation $(d\varepsilon/dt)$ croît avec le temps), jusqu'au moment où la rupture se produit. Dans la majorité des cas, la rupture a lieu par décohésion des joints de grains, (fig. II-16 et 17) ; c'est pourquoi ce mode de rupture est dit inter granulaire. En effet, la température élevée entraîne une augmentation de la concentration d'équilibre en lacunes du matériau, et l'arrivée successive de dislocations aux joints de grains favorise le glissement irréversible des grains les uns par rapport aux autres. Ces mécanismes conduisent à la formation de pores le long des joints, finalement, la coalescence de ces pores entraine la décohésion des joints [10].



Figure II-16 : Aspect intergranulaire de la rupture des métaux par fluage [17].



Figure II-17 : Déplacement irréversible des grains le long d'un joint de grain, dû à l'arrivée successive de dislocations, et formation de porosités intergranulaire [10].

II.1.3.6 Relations entre les paramètres mécaniques et l'existence de sous grains

Lors du fluage à haute température les grains se fragmentent en sous-grains, blocs faiblement désorientés les uns par rapport aux autres et séparés par des parois de dislocations ou sous-joints. C'est alors le sous-grain qui devient l'élément de base pour la déformation. La fragmentation des grains en sous-grains lors de la déformation à haute température est connue depuis longtemps et est identique à la polygonisation par recuit à haute température de cristaux déformés. Les dislocations se réarrangent par montée en parois de dislocation séparant des blocs où la densité de dislocation est relativement faible. Ce phénomène est extrêmement général et on peut dire que lorsque la déformation est contrôlée par la montée des dislocations, elle est toujours accompagnée de la formation de sous-grains (fig. II-18).



Figure II-18 : Monocristal de NaCl flué en compression $\sigma = 35 \text{ g/mm}^2$, T = 680 °C, $\epsilon = 12 \%$, [18].

II.1.3.7 Lois de comportement du fluage

✤ Fluage primaire

L'expression la plus couramment utilisée pour décrire le fluage pendant le stade primaire à une température et une contrainte données est généralement, modélisé par la loi d'Andrade reprise par l'équation. II-1, [19] :

$$\varepsilon = At^{1/q} \tag{II-1}$$

Où A et q sont des coefficients qui dépendent du matériau, de la contrainte et de la température, les valeurs de q, sont généralement proches de 3, et t est le temps exprimé en heures.

✤ Fluage secondaire

A basse température, c'est en général le fluage primaire qui prédomine. Plus la temperature s'élève et plus le fluage secondaire s'établit rapidement et la déformation augmente continuellement dans le temps. À des températures supérieures à 0,5 T_f , le taux de fluage secondaire de la plupart des métaux et alliages varie en fonction de l'expression suivante :

$$\dot{\varepsilon} = A\sigma^n$$
 (II-2)

L'équation. II-2, est appelée loi de Norton [19], où A et n sont des constantes. Pour les métaux purs, n varie généralement entre 4 et 5. Pour des alliages en solution solide ayant des précipités, n peut atteindre une valeur aussi élevée que 30, voir même 40 [20].

Selon Dorlot et Baïlon [10], il existe aussi une relation exponentielle entre le taux de fluage secondaire et la température. Il peut donc en être déduit que le fluage secondaire obéit à la loi d'Arrhenius:

$$\dot{\varepsilon} = Cexp(-\frac{Q}{RT})$$
(II-3)

Avec C constante dépend de la température et de la contrainte, Q $(J \cdot mol^{-1})$ énergie apparente d'activation qui régissent le phénomène de fluage.

La valeur de Q est fonction du coefficient d'autodiffusion des atomes du matériau, mais elle dépend aussi de l'intervalle de température considéré, du type de liaison atomique, de la structure cristalline de la taille des grains, etc [10].

L'énergie d'activation Q est donnée par la pente de la courbe log $\dot{\varepsilon}$ reportée en fonction de 1/T [3], R constante molaire des gaz (8,314 J·mol⁻¹· K⁻¹), T température (K).

II.1.3.8 Endommagement par fluage

L'endommagement par fluage apparaît à haute température, suffisante pour que la vitesse de fluage sous effort constant (c'est-à-dire la vitesse de déformation) ne diminue jamais au cours du temps. Cela distingue ce type de fluage de celui qui peut exister à basse température, fluage logarithmique dont la vitesse ne cesse de décroître au cours du temps. Pour fixer les idées, cette température de fluage à haute température est, en degrés Kelvin, supérieure à la moitié de la temperature absolue de fusion. À ces hautes températures, les phénomènes de diffusion sont actifs. Un matériau contient toujours une certaine proportion de positions atomiques inoccupées, des lacunes. La concentration de lacunes à l'équilibre est fonction exponentielle de la température. Par ailleurs, les lacunes peuvent migrer, et ceci d'autant plus vite que la température est élevée. Ainsi la diffusion prend-elle place. Lorsque deux lacunes se rencontrent, elles peuvent former une bilacune (fig. II-19) ; avec une troisième, une trilacune et finalement une cavité. La formation des cavités est facilitée par l'existence d'une tension hydrostatique. On comprend bien effectivement qu'au contraire une pression hydrostatique tend à les faire disparaître. Dans les conditions de fluage, des cavités sont donc susceptibles de germer, dans la mesure où

l'énergie de leur surface est inférieure au travail de la contrainte appliquée au matériau. Elles peuvent le faire beaucoup plus facilement sur les joints de grains [21].



Figure II-19 : Schéma de création d'une cavité par diffusion de lacunes [21].

Les cavités qui ont germé sur les joints croissent par diffusion de lacunes le long de ces derniers. Cette croissance intéresse essentiellement les joints qui sont perpendiculaires à la contrainte principale maximale (fig. II-20). Ces joints entièrement recouverts de cavités constituent autant de fissures, d'où résulte un endommagement. Cependant l'ouverture de ces fissures n'est possible que dans la mesure où le matériau qui les entoure est capable de se déformer, et donc que sa vitesse de fluage est suffisante. Suivant les cas, c'est donc soit la vitesse de diffusion des lacunes le long des joints de grains soit la vitesse de fluage qui contrôle le développement de l'endommagement de fluage.



Figure II-20 : Joints de grains endommagés par fluage (schéma et micrographie d'un acier inoxydable austénitique ayant subi un essai de fluage à 600 °C) [21].

II.1.3.9 Modèles théoriques d'extrapolation

Il est irréaliste d'effectuer des tests de fluage pour le service exact vie de certains moteurs et de certaines machines, comme un avion cela prendrait sept à dix ans de test de fluage ininterrompu pour un seul test [22]. Pour gagner du temps, il y a un grand variabilité des modèles développés à des fins de conception pour déterminer ou extrapoler le temps de rupture des matériaux [23]. Les modèles les plus importants sont :

II.1.3.9.1 Modèle Larson-Miller, MLM

Larson et Miller ont développé une relation température-temps pour la prévision des contraintes de rupture et de fluage [23] :

$$T (C + \log tr) = Q / 2.3R$$
 (II-4)

L'équation. II-4, peut être écrite :

$$T (C + \log tr) = P L-M$$
 (II-5)

Où, PL-M est le paramètre de Larson-Miller, T est la température de test de fluage absolue, C est la constante de Larson-Miller et tr est le temps de rupture.

II.1.3.9.2 Modèle Manson-Haferd, MMH

Cependant, le paramètre Manson-Haferd détermine deux constantes à la place de celle proposée par Larson et Miller [24], le paramètre Manson-Haferd est :

$$MMH = cte = (\log tr - \log ta) / (T - Ta^*)$$
(II-6)

L'équation. II-6, peut être écrite :

$$(T - Ta) / (\log t - \log ta) = P M-H$$
 (II-7)

Où P M-H est le paramètre Manson-Haferd, T est la temperature absolue du test de fluage, Ta est la température constante Manson-Haferd, t est le temps et ta est le Manson-Haferd temps constant. Comme avec la méthode Larson-Miller, le temps peut être soit le moment de la rupture lente ou le temps à une donnée niveau de contrainte de fluage [24].

II.1.3.9.3 Modèle Degui

Degui, a proposé le modèle suivant pour déterminer le temps de rupture [23] :

$$\log \sigma = a + b \log tr \tag{II-8}$$

Où, a et b, constantes du modèle de Degui.

 σ est la contrainte appliquée.

II.1.3.9.4 Modèle D. Snedden

Snedden, a proposé le modèle le plus simple suivant pour déterminer le temps de rupture [23] :

$$tr = A^* \ 10 \ b \ \sigma \tag{II-9}$$

Où, A* et b, constantes du modèle de Snedden.

 σ est la contrainte appliquée.

II.2 Fluage de l'aluminium

L'aluminium est utilisé d'une manière intensive dans la fabrication des conducteurs électriques. Les conducteurs en aluminium et ses alliages, sont largement utilisés dans les réseaux électriques, pour la transmission d'énergie électrique, en raison d'un rapport de conductivité au poids beaucoup plus élevé que celui du cuivre, et d'un prix relativement inférieur, ils sont devenus un candidat attrayant pour remplacer les conducteurs en cuivre dans l'industrie de l'énergie électrique.

Cette section présente quelques travaux, sur le fluage des fils électriques d'aluminium et ses alliages, disponibles dans la littérature scientifique.

II.2.1 Effets de la température et de la contrainte sur les conducteurs en aluminium et ses alliage

Roest et al. [25], presentèrent le comportement en fluage des conducteurs électriques d'alliage d'aluminium grade 6201-T81 de différents diamètres, sous différentes conditions de contrainte : 15, 20 et 25 % de la contrainte à la rupture sur une plage de températures : 25, 50, 75 et 100 °C. La figures. II-21, présente des courbes de fluage en fonction du temps pour des fils d'alliage d'aluminium 6201-T81.





Figure II-21 : Fluage d'un fil d'aluminium 6201-T81 à des contraintes : a) Rm = 15 %, b) Rm = 20 % et c) Rm = 25 % [25].

Les auteurs établièrent une corrélation entre le fluage du fil et le fluage des conducteurs fabriqués à partir du fil. Une projection est faite selon laquelle les données de fluage peuvent être utiles dans le calcul des fléchissements et des tensions de conducteurs à des températures élevées. Ces données sont utilisées pour prédire le fluage total des conducteurs sur leur durée de vie lorsque des estimations raisonnables des conditions de fonctionnement sont établies. Tout calcul de fléchissement et de tension utilisant ces données doit bien entendu être basé sur des hypothèses de séquences temps-température appropriées du fonctionnement des lignes.

Beniwal et al. [26], présentèrent les caractéristiques des essais de traction sous température ambiante et température élevée. Ils ont aussi presenté les résultats du comportement au fluage et les analyses microstructurales des échantillons du fil d'aluminium, d'une pureté de 99,6 %, (aluminium de qualité de conducteur électrique 1350), utilisé dans le bobinage des transformateurs de distribution de 25 kVA.

Les auteurs réalisèrent des essais de traction sur les échantillons à température ambiante et à haute température de 140 °C. Ils ont observé que l'augmentation de la température lors de l'essai de traction de 25 à 140 °C, diminue la résistance à la traction du fil d'aluminium à 32 % (fig. II-22).



Figure II-22 : La résistance à la traction en fonction de la temperature des fils d'aluminium [26].

Pour étudier le comportement au fluage du fil d'aluminium, ils effectuèrent des essais de fluage à des températures de 100 et 140 °C et à des contraintes 40 et 65 Mpa, (fig. II-23). L'analyse de la courbe de fluage a donné une vitesse du fluage de 5 x10⁻⁶/heure (à 100 °C, 40 Mpa), 18x10⁻⁶/heure (à 100 °C, 65 Mpa), 23x10⁻⁶/heure (à 140 °C, 40 Mpa) et 47x10⁻⁶/heure (à 140 °C, 65 Mpa). A partir de ces résultats, ils constatent que l'augmentation de la température et de la contrainte, provoque une augmentation significative de la vitesse de fluage. Ils ont constaté aussi que l'augmentation de la température et de la contrainte, provoque une diminution du temps de rupture, par contre la vitesse de fluage augmente rapidement avec le temps.



Figure II-23 : Dépendance des courbes de fluage du fil d'aluminium sur les contraintes et les températures [26].

Une analyse fractographique des échantillons a été effectuée par MEB pour connaitre le mécanisme de rupture (faciès de rupture), après les essais de fluage (fig. II-24). Ils ont observé que la fracture de tous les échantillons présentent un comportement ductile et qui est due à l'apparition d'une forme de trous sur la surface fracturée appelée cupule. Ces cupules sont le résultat de la germination et la coalescence des microcavités.



Figure II-24 : Fractographie MEB de la surface fracturée par fluage [26].

Une autre étude effectuée par Beniwal et al. [27], sur l'évaluation de la durée de vie des transformateurs de distribution de courant (TDS). Ils ont constaté, que la durée de vie des transformateurs de distribution, dépend du phénomène de fluage des conducteurs de bobinage, en particulier dans les zones à faible consommation d'énergie et les réseaux de distribution, est nécessaire pour restaurer ces réseaux. Les auteurs ont étudié le comportement au fluage des fils d'aluminium de diamètre de 0,8 mm et d'une longueur de jauge de 150 mm. Les tests de fluage sont effectués à différentes températures de 100 et 140 °C, et une contrainte entre 1,24 et 6,64 kg / mm². Les résultats ont été représentés sur les figures. II-25-28. A l'aide de ces résultats expérimentaux de fluage des conducteurs de bobinage, la durée de fluage des transformateurs de distribution à enroulement en aluminium est réduite à des températures, à des contraintes et également à des conditions de fonctionnement plus élevées.



Figure II-25 : Courbe de fluage d'un fil d'aluminium de 0,8 mm de diamètre à 100 °C et 1,24 kg / mm² [27].



Figure II-27 : Courbe de fluage d'un fil d'aluminium de 0,8 mm de diamètre à 140 °C et 4 kg / mm² [27].



Figure II-26 : Courbe de fluage d'un fil d'aluminium de 0,8 mm de diamètre à 100 °C et 6,64 kg / mm² [27].



Figure II-28 : Courbe de fluage d'un fil d'aluminium de 0,8 mm de diamètre à 140 °C et 6,64 kg / mm² [27].

Les fractographies des surfaces fracturées par traction des échantillons d'un fil d'aluminium, ont été analysés par le MEB (fig. II-29). Ils ont observé que la fracture de la quasi-totalité des échantillons présente un comportement ductile, qui est évident par l'apparition d'une forme de trous sur la surface fracturée appelée cupule. Ces cupules sont le résultat de la germination et la coalescence des microcavités.



Figure II-29 : Fractographies des surfaces fracturées par traction des échantillons d'aluminium [27].

Diha et Boumerzoug [28], étudièrent l'effet de l'application de différentes conditions de température et de contrainte sur le comportement au fluage d'un fil métallique en aluminium pur tréfilés à taux de réduction de 92.45 %. La figure. II-30, montre le comportement globale du fluage de fil d'aluminium sous différentes contraintes (88, 106 et 123 MPa.), à une température constante de 200 °C. Ils ont remarqué que l'allure des courbes sont classiques avec l'apparition des trois stades de fluage : le fluage primaire, secondaire et tertiaire. De plus, ils remarquèrent que l'augmentation de la contrainte se manifeste par une augmentation de la vitesse de déformation, avec une diminution du temps de rupture et que chaque fois la contrainte appliquée augmente celle-ci produit la diminution de la durée de vie et de la résistance au fluage du matériau d'une manière significative.



Figure II-30 : Courbes de fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 92.45 % sous ($\sigma_1 = 88$, $\sigma_2 = 106$, $\sigma_3 = 123$ MPa) et T = 200 °C [28].

Pour voir l'effet de la température sur le comportement au fluage, les auteurs présentèrent une série de courbes de fluage (fig. II-31), à différentes températures (473, 483 et 523 K), avec une contrainte constante de 94 MPa sur un fil tréfilé en aluminium pur. Les auteurs constatèrent aussi que l'élévation de la température adoucisse rapidement le matériau et diminue sa résistance. Cette diminution de la résistance et l'augmentation de l'adoucissement à température élevée, accélère la vitesse de fluage et de la déformation à la rupture avec une diminution du temps de rupture. Le même effet que celui montré par l'influence de la contrainte, telles qu'une augmentation de la déformation et de la vitesse de déformation, avec une diminution du temps de rupture. L'influence de la température est appréhendée par la détermination de l'énergie d'activation, pour l'ensemble des essais menés à 94 MPa. Ils ont trouvé une valeur de l'énergie d'activation de l'ordre de 120 kJ /mole. Ils ont trouvé aussi que la valeur de l'exposant de contrainte n est d'environ 13.



Figure II-31 : Courbes de fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 92.45 % sous ($T_1 = 473$, $T_2 = 483$, $T_3 = 523$ °C) et $\sigma = 94$ MPa [28].

En ce qui concerne les observations micrographiques, la figures. II-32, montrent une micrographie au MEB d'un fil métallique tréfilé en aluminium industriel, flué sous 106 MPa à 473 K. Ils sont constaté que le centre du faciès est en forme du cuvette et des lèvres de cisaillement sont observées sur le pourtour. Ils semblent donc que l'endommagement se développe d'abord au cœur et que la rupture finale conduit à la formation de ces lèvres. Ce qui résulte finalement un endommagement de nature ductile. Ils ont constaté aussi la présence des fissures à travers la surface fracturée et qui sont causées par la coalescence des microcavités avec la présence des cupules.



Figure II-32 : Surface de rupture du fil d'aluminium tréfilé, après rupture par test de fluage, flué à 473 K sous 106 MPa [28].

II.2.2 L'influence des quantités de particules et de solutés en Fe sur la résistance au fluage

Une étude menée par Pan et al. [29], sur l'influence de différentes quantités de particules intermétalliques, riches en Fe et solutés Fe sur le comportement au fluage compressif, des alliages conducteurs d'aluminium de sérier 8xxx. Les auteurs remarquent que la résistance au fluage, était significativement améliorée par un grand nombre de particules riches en Fe, et de solutés Fe élevés à l'état de solution solide (fig. II-33).



Figure II-33 : Courbes de fluage en compression typiques des alliages: (a) déformation de fluage et (b) vitesse de fluage, testé à 100 °C et une charge appliquée de 45 MPa [29].

Ils remarquèrent que à 100 °C, une teneur élevée en soluté de Fe (0,023 % en poids), avait un effet plus fort en augmentant la résistance au fluage, que les particules de FeAl₃ (2,5 % en volume), Cependant, lorsque la température a augmenté, jusqu'à 150 et 200 °C, l'effet d'une quantité élevée de particules de FeAl₃ (2,5 % en volume), était plus fort que les solutés de Fe (0,023 % en poids). Les auteurs concluèrent que la limite d'endurance a été fortement augmentée avec la teneur croissante des particules FeAl₃ et les solutés Fe, mais celle-ci a diminué avec une hausse température. L'augmentation de la limite d'endurance est due aux particules FeAl₃ et aux solutés de Fe et sa valeur est égale à la somme de la contribution individuelle. Ils concluèrent aussi que avec l'augmentation de la température de fluage de 100 à 150 °C et même jusqu'à 200 °C, l'exposant de contrainte réel augmente de 3.1, 3.8 et 4.5, respectivement.

II.2.3 L'effet de l'addition de Sc sur le comportement au fluage des câbles en alliage Al-0,7 Fe

Une étude réalisée par Zhang et al. [30], a été consacré à l'effet de l'addition de Sc sur le comportement au fluage des câbles en alliage Al-0.7 Fe. Les essais du fluage ont été effectués à des températures de 90, 120 et 150 °C, et sous une contrainte constante de 70 MPa. Les résultats expérimentaux de fluage pour les alliages Al-0.7 Fe-0.2 Sc et Al-0.7 Fe, sont présentés dans la figure. II-34. Ces courbes indiquent la relation entre le temps de fluage et la déformation. D'après ces résultats, les auteurs ont remarqué que, la vitesse de fluage à l'état d'équilibre de l'alliage Al-0.7 Fe-0.2 Sc, variait de $1,203 \times 10^{-8}$ s⁻¹ à $4,346 \times 10^{-7}$ s⁻¹, à 90-150 °C sous 70 MPa. Cependant, la vitesse de fluage à l'état d'équilibre de Al-0.7 Fe, est beaucoup plus élevé que celui de Al-0.7 Fe-0.2 Sc. La vitesse de fluage à l'état d'équilibre d'Al-0.7 Fe, est de 2.751×10^{-7} s⁻¹ à 90 °C sous 70 MPa, soit 22 fois plus qu'à l'Al-0.7 Fe-0.2 Sc, et atteint $2,027 \times 10^{-6}$ s⁻¹ à 150 °C sous 70 MPa, une augmentation de 46 fois par rapport à Al-0.7 Fe-0.2 Sc. Ils ont constatés que, l'alliage Al-0.7 Fe-0.2 Sc, possède une excellente résistance au fluage à basses températures. Ils ont montré également que, la vitesse de fluage à l'état d'équilibre augmente rapidement avec l'augmentation de la temperature, avec une contrainte constante. Cela indique que l'addition des traces de Sc, peut améliorer de manière significative la résistance au fluage, des câbles en alliage Al-0.7 Fe.



Figure II-34 : Courbes de fluage : a) Al-0,7 Fe et b) Al-0,7 Fe-0,2 Sc, à 90, 120 et 150 °C sous 70 MPa [30].

Conclusion

Dans la première partie de cette revue bibliographique, nous avons présenté certains phénomènes de grande importance, tel que le fluage et son mécanisme ainsi que les mécanismes d'endommagement.

La deuxième partie, est une synthétise des principaux travaux de recherche, réalisés sur l'étude du comportement au fluage de l'aluminium, et ses alliages. Les observations rapportées par les différents auteurs, portent essentiellement sur l'effet de la contrainte et la temperature sur le comportement au fluage, et les modes de rupture.

Nous pouvons dire que d'apres la littérature, il n'y'avait pas une étude consacrée à l'effet de précipités durcissants sur le comportement au fluage des fils de l'alliage Al-Mg-Si.

Références bibliographiques

[1] M. Dupeux, "Aide-mémoire" Science Des Matériaux, Nouveau tirage corrigé Dunod Paris 2005.

[2] S. Antoine, "Essai de fluage", Technique de l'ingénieur, M140, Vol. M1II, 1995.

[3] F. Saint-Antonin, "Essais de fluage", Techniques de l'ingénieur, Essais mécaniques sur les métaux et alliages, pp. 14, 2013.

[4] S. Ravi , K. Laha, S. Sakthy, M.D. Mathew, T. Jayakumar, "Design of creep machine and creep specimen chamber for carrying out creep tests in flowing liquid sodium, Nuclear Engineering and Design", Vol. 267, pp. 1-9, 2014.

[5] L.d.O. Bueno, V. L. Sordi, L. Marino, "Constant Load Creep Data in Air and Vacuum on 2.25Cr-1Mo Steel from 600 °C to 700 °C", Materials Research, Vol. 8, No. 4, pp. 401-408, 2005.

[6] P. Sylvie, "Science des Matériaux", 2005-2006

[7] H.J. Frost, M.F. Ashby, "Deformation mechanism maps, the plasticity and creep of metals and ceramics", Pergamon Press, Oxford, UK, 1982.

[8] J. Weertman, "Creep of indium, Lead and some of their alloys with various other metals", Trans. Metall. Soc. A.I.M.E, Vol. 218. pp. 207-218, 1960.

[9] A.K. Mukherjee, J.E. Bird, and J.E. Dorn, "Experimental correlation for high-temperature creep", Trans. ASM, Vol. 62, pp. 155-179, 1969.

[10] J.P. Baïlon, J.M. Dorlot, "Des matériaux". 3éme édition, Éditions de l'École Polytechnique de Montréal, Québec, 2000.

[11] R.W.K. Honeycombe, "The Plastic deformation of metals". 2nd édition, ASM, Metals Park, London- Beccles, pp. 402, 1984.

[12] J.P. Poirier, "Plasticité à haute température des Solides cristallins (HighTemperature Plasticity of Crystalline Solids)", Ed. Eyrolles Sci, Paris, 1976.

[13] M. Touboul, "Etude du comportement mécanique à chaud de l'acier P91Vers la compréhension des mécanismes intra/intergranulaires sur la tenue en fluage : Application aux structures soudées", Thèse de Doctorat, l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2012.

[14] C.R. Barett, J.L. Lytton, O.D. Sherby, "Effect of grain size and annealing treatment on steady state creep of copper", Seventh technical report project N-ONR 225 (60), NR-031-682, 1965.

[15] A. Lasalmonie, J.L. Strudel, "Influence of grain size on the mechanical behaviour of some high strength materials", Journal of Materials Science, Vol. 21, No. 6, pp. 1837-1852, 1986.

[16] V. Verlag, "Aluminium", Handbuch, Technik Berlin, pp. 775, 1969.

[17] S. Degallaix, B. llschner, "Caractérisation expérimentale des matériaux I", 1ère édition, 2007.

[18] J.P. Poirier, G. Martin, "Observation d'un cristal bidimentionnel de lignes de dislocations dans le chlorure de sodium", Philosophical Magazine, Vol. 27, No. 6, pp. 1455-1460, 1973.

[19] J. Lemaitre, J.L. Chaboche, A. Benallal, R. Desmorat, "Mécanique des matériaux solides", 3ème édition, Dunod, Paris, pp. 577, 2009.

[20] H.E. Boyer, "Atlas of creep and stress-rupture curves", 2nd édition, ASM International Metals Park, Michigan, USA, pp. 663, 1988.

[21] D. François, "Endommagement et rupture de Matériaux", EDP Sciences, 2004.

[22] K.M.B, Taminger, "Analysis of creep behavior and parametric models for 2124 Al and 2124 Al + SiCW composite", Thèse de Doctorat, Faculty of the Virginia Polytechnic Institute and State University, Blacksburg, Virginia, 1999.

[23] K. Reynard, "Vamas Activities on Materials Data Banks", In STP1017-EB Computerization and Networking of Materials Data Bases, ed. J. Glazman and J. Rumble, West Conshohocken, PA: ASTM International, pp. 43-52, 1989.

[24] S.S. Manson, A.M. Haferd, "A Linear Time-Temperature Relation for extrapolation of creep and stress-rupture data (NACA Technical Note 2890) ", Hampton, VA: National Advisory Committee for Aeronautics, 1953.

[25] C.A. Roest, "Creep of Aluminum Conductor Alloys", IEEE Transactions on Power Apparatus and Systems, Vol. 88, No. 11, pp. 1690-1695, 1969.

[26] N.S. Beniwal, R. Rani, H.O. Gupta, D.K. Dwivedi, "Effect of Temperature on Tensile and Creep Characteristics of Aluminum Wire used in 25 kVA Distribution Transformers", IEEE, pp. 205-208, 2010.

[27] N.S. Beniwal, D.K. Dwivedi, H.O. Gupta, "Creep life assessment of distribution transformers", Engineering Failure Analysis, Vol. 17, pp. 1077-1085, 2010.

[28] A. Diha, Z. Boumerzoug, "Creep Behavior of an Industrial Aluminum Drawn Wire", Advanced Materials Research, Vol. 629, pp. 90-94, 2013.

[29] L. Pan, F.A. Mirza, K. Liu and X.G. Chen, "Effect of Fe-rich particles and solutes on the creep behaviour of 8xxx alloys", Materials Science and Technology, 2016.

[30] J. Zhang, X. Jiang, M. Ma, B. Jiang, B. Wang, D. Yi, "Effect of scandium microalloying on the creep resistance properties of Al-0.7Fe alloy cables", Materials Science and Engineering, Vol. 699, pp. 194-200, 2017.

CHAPITRE III

MATERIAUX ETUDIES ET TECHNIQUES DE CARACTERISATION

Introduction

Ce chapitre est entamé par une présentation de l'alliage d'aluminium Al-Mg-Si des fils tréfilés, fabriqués par l'entreprise des industries du câble de Biskra EN.I.CA.B et les différents traitements thermiques effectués et qui ont le rôle principal dans la variation microstructurale du matériau.

Les techniques expérimentales mises en œuvre pour la caractérisation microstructurale du matériau sont aussi présentées.

III.1 Présentation de l'alliage d'aluminium

Dans le cadre de ce travail, le matériau étudié est sous forme de fils en alliage d'aluminium Al-Mg-Si (ancienne dénomination AGS ou Almelèc), de nuance 6101 tréfilés avec un taux de réduction (ϵ %) de 89 %. Ces fils sont utilisés dans la fabrication des câbles nus aériens, pour le transport et la distribution d'électricité. Ces fils ont été fourni par l'entreprise "MIDAL ALBAHRAIN", sous forme de bobines de fil machine de diamètre 9.5 mm, à l'état métallurgique T4. Ce traitement thermique T4, correspond à une mise en solution suivie d'une trempe et d'une maturation à l'air.

Le procédé de mise en forme, consiste en une succession d'étapes de tréfilage à froid à l'entreprise de l'EN.I.CA.Biskra, permettant le passage d'une ébauche initial de 9.5 mm de diamètre, jusqu'à une étape finale de tréfilage conduisant à une réduction de diamètre jusqu'à 3.15 mm (fig. III-1).





La composition chimique de l'alliage est représentée dans le tableau. III-1.

Tableau III-1 : Composition chimique de l'alliage Al-Mg-Si (6101).

Elements	Al	Mg	Si	Fe	Cu
at (%)	98.350	0.625	0.600	0.150	0.015

III.1.1 Traitements thermiques

Les traitements thermiques ont pour objet de provoquer le processus de la précipitation de la solution solide sursaturée. Généralement les traitements thermiques entrainent la variation des caractéristiques mécaniques et électriques.

III.1.1.1 Traitements thermiques effectuées au fils d'alliage d'aluminium 6000

Mise en solution (homogénéisation)

La mise en solution tire avantage de la réaction du durcissement par précipitation tout en s'assurant d'avoir une solution solide soluble. L'objectif de ce traitement est d'amener dans la solution solide la quantité maximale de l'élément de durcissement soluble ou élément d'alliage (Cu, Mg, Si, Zn) dans la matrice. La procédure consiste à maintenir l'alliage à une température suffisamment élevée et pour une période de temps assez longue dans le but d'obtenir une solution solide homogène [1]. Les domaines des températures de mise en solution s'étendent le plus souvent de 450 °C à 500 °C pour l'aluminium et de 450 °C à 590 °C pour les alliages d'aluminium [2]. Pour cette étude la température d'homogénéisation choisie est 550 °C.

➤ Trempe

Malgré sa très courte durée, la trempe est l'une des opérations les plus cruciales effectuées lors d'un traitement thermique. Elle peut être faite à l'eau, à l'air, à l'huile ou dans des métaux en fusion à différents intervalles. Son but est tout d'abord de supprimer la formation de la phase à l'équilibre Mg₂Si pendant le refroidissement et de préserver la solution soluble solide formée lors de la mise en solution, par un refroidissement rapide (~260 °C/s) à basse température, habituellement près de la température de la pièce.

La trempe consiste en un refroidissement suffisamment rapide de cette solution solide pour que les précipités intermétalliques stables n'aient pas le temps d'être formés. L'état résultant est métastable : c'est une solution solide sursaturée en éléments d'alliages, et également en lacunes. Dans notre étude, on a trempé notre alliage dans l'eau (25 °C).

Vieillissement artificiel

Il consiste en un chauffage à une température au-dessus de la température ambiante, et en maintient selon les objectifs désirés et la nature du matériau traité, la précipitation s'accélère et la dureté augmente encore par comparaison au vieillissement naturel. Ceci est appelé vieillissement artificiel et il est effectué à des températures allant jusqu'à 240 °C (100 à 240 °C dans le cas de la série 6000). Pendant le vieillissement artificiel à une température donnée, la dureté augmente jusqu'à atteindre une valeur maximale après un temps de maintien donné [2]. Pour notre alliage, le vieillissement est effectué à 200 °C.

Le traitement thermique a été effectuée dans un four programmable, sous vide de marque Nabertherm, type N30/A (fig. III-2).



Figure III-2 : Four pour traitement thermique.

Pour notre étude, nous avons effectué un traitement d'homogénéisation à 550 °C pendant 3 h, suivi directement par une trempe à l'eau, ensuite un traitement de vieillissement artificiel à 200 °C pendant (2, 16 et 40 h), suivi d'un refroidissement à l'aire libre (fig. III-3).

Chaque traitement d'homogénéisation et de vieillissement, a été effectué pour élucider l'effet des traitements thermiques appliqués, sur le durcissement par précipitation et aussi sur la microstructure du matériau, et par conséquent son comportement en fluage. Les températures d'homogénéisation et de vieillissement, sont choisies à partir du diagramme d'équilibre (Al-Mg₂Si) (fig. I-18).



Figure III-3 : Traitement thermique appliqué à l'alliage Al-Mg-Si (6101).

III.2 Techniques de caractérisation microstructurale du matériau

III.2.1 Préparation des échantillons

Pour l'observation par microscope optique, tous les échantillons sont découpés de 10 mm de longueur. Une opération de polissage mécanique selon le plan parallèle à la génératrice du cylindre (plan longitudinal) a été effectué à l'aide de papiers abrasifs de granulométrie décroissants (240, 320, 400, 600, 800, 1000, 1200, 2500). Pour faciliter le polissage, une opération d'enrobage est utilisée, ensuite un polissage à la pâte diamantée 3 µm et 1 µm sur tissus feutré permet d'obtenir des surfaces polies (miroir). L'eau est utilisée à toutes les étapes du polissage comme lubrifiant. Tous les échantillons doit être nettoyés avec l'eau distillée et séchés avec l'air comprimée après chaque changement du papier.

Pour l'observation microscopique des échantillons, une attaque chimique est réalisée afin de révéler la microstructure de l'alliage sur l'ensemble de l'échantillon. Pour ce qui concerne l'alliage Al-Mg-Si (6101), l'attaque consistait à immerger l'échantillon pendant 30 secondes dans une solution d'acide fluorhydrique (HF) à 58 %.

III.2.2 La microscopie optique (MO)

L'observation microscopique des échantillons attaqués chimiquement, est effectuée à l'aide d'un microscope optique en lumière polarisée de type Stemi 2000, (fig. III-4), avec un grossissement allant jusqu'à 600 fois, équipé d'un appareil photo numérique. La microscopie optique a été utilisée dans ce travail comme première technique d'observation pour appréhender la morphologie des grains avec leurs tailles et formes.

Nous avons utilisé un deuxième microscope optique (fig. III-5), de type Olympus CX40, équipé de cinq objectifs. Ce microscope optique a un grand grossissement par rapport au premier microscope.



Figure III-4 : Microscope optique en lumière polarisée de type Stemi 2000.



Figure III-5 : Microscope optique de type Olympus CX40.

III.2.3 Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique puissante d'observation des échantillons et aussi utilisée pour l'observation détaillée des faciès de rupture.

- > Elle permet aussi d'obtenir des images très détaillée de la topographie des échantillons.
- > Il est notamment possible de révéler les différentes phases du matériau étudié.

Dans ce travail de thèse, nous avons utilisé un microscope électronique à balayage de type (TESCAN VEGA Easy Probe), du laboratoire de recherche des sciences fondamentales de l'Université de Laghouat (fig. III-6).

III.2.3.1 Principe de fonctionnement du MEB

Les observations classiques réalisées au MEB sont basées sur le balayage des échantillons par un faisceau d'électrons de haute énergie. L'interaction de ce faisceau avec l'échantillon va conduire à l'émission d'électrons secondaires et rétrodiffusés. L'image obtenue dépend du type d'électrons émis recueillis :

- > les électrons secondaires sont éjectés des couches surfaciques jusqu'à 50 Angströms.
- les électrons rétrodiffusés sont issus du faisceau incident et peuvent donner des informations sur les couches supérieures de la surface de l'échantillon jusqu'à 100 nm.

Les électrons primaires interagissent effectivement avec les atomes de l'alliage d'étude et leur taux de rétrodiffusion dépend du numéro atomique des éléments constitutifs de l'alliage étudié. Ceci permet de mettre en évidence des différences de composition chimique dans les échantillons.



Figure III-6 : Microscope électronique à balayage de type « TESCAN VEGA Easy Probe ».

III.2.4 Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X (DRX) est un outil privilégié d'étude des matériaux polycristallins (poudres, métaux, céramiques).

La DRX permet alors :

- L'identification des phases présentes dans un matériau et la détermination de leurs pourcentages.
- L'étude de l'orientation des plans cristallographiques (texture).
- La quantification des contraintes résiduelles.
- La détermination du diamètre des grains et de la densité des dislocations à partir de la largeur à la mi-hauteur du dernier pic sur le diffractogramme.

On rappelle que l'état cristallin est caractérisé par une distribution périodique dans l'espace d'un motif atomique. Il est constitué de plans parallèles et équidistants que l'on appelle les plans réticulaires identifiés par les indices de Miller (hkl). Ils sont les caractéristiques du cristal qui peuvent être calculés grâce à la diffraction des rayons X.

Un faisceau de rayons X monochromatique bombarde un cristal. Il y a diffraction suivant une direction donnée à partir des plans réticulaires à chaque fois que la condition ou la loi de Bragg est satisfaite :

$$2d\sin\left(\theta\right) = n\lambda \tag{III-1}$$

Avec :

d : distance inter réticulaire

 θ : angle de Bragg (angle de diffraction)

 $\boldsymbol{\lambda}$: la longueur d'onde des rayons \boldsymbol{X}

Pour que la diffraction se produise, il faut que les ondes diffractées par les différents plans soient en phase, c'est-à-dire que la différence de marches des rayons rencontrant ces plans soit égale à un nombre entier.

Dans cette étude, nous avons utilisé un diffractomètre automatique de type BRUKER D8 ADVANCE, du laboratoire d'analyse par RX de l'Université de Biskra (fig. III-7).

Les spectres de diffraction des rayons X ont été enregistrés en utilisant une anticathode en cuivre CuK α avec une longueur d'onde CuK α =1.5418Å. Les spectres de DRX des échantillons ont été enregistrés pour 2 θ compris entre 20° à 90°. L'identification des phases présentes dans les spectres de DRX a été faite en utilisant les fiches ASTM. Les paramètres opératoires utilisés sont : la tension du tube : 20 kV et l'intensité du filament : 20 mA. Dans ce travail, la diffraction des rayons X est employée pour identifier les phases formées et leur croissance pour l'alliage Al-Mg-Si après divers traitements thermiques.



Figure III-7 : Diffractomètre des Rayon X de type BRUKER D8 ADVANCE.

III.3 Technique de caractérisation électrique du matériau

III.3.1 Résistivité électrique

Pour mesurer la résistance électrique des fils tréfilés d'alliage d'aluminium (6101), nous avons utilisé la méthode de quatre points, grâce à un appareil de marque Résistomat de type 2302 (fig. III-8), au niveau du laboratoire de l'entreprise des industries du câble de Biskra (EN.I.CA.B). Dans ce montage, deux des quatre contacts permettent l'arrivée d'un courant continu constant de 6A tandis que les deux autres servent pour mesurer la différence de potentiel correspondante. Avant de mesurer la résistivité électrique, tous les échantillons sont découpés à des longueurs de 1100 mm, ensuite les échantillons sont homogénéisés à 550 °C pendant 3 h, trempé à l'eau froide puis vieillis à 200 °C pendant différents temps de vieillissement artificial.

La résistivité électrique est calculée par la formule suivante :

$$\rho_{20\,^{\circ}C} = \frac{R.S.K}{L} \tag{III-2}$$

Où :

$$S = \frac{\pi d^2}{4} \tag{III-3}$$

 ρ : résistivité électrique à 20 °C en (Ω .mm)

R : résistance électrique en (Ω)

- S : section du fil tréfilé en (mm²)
- K : facteur de correction
- L : la longueur du fil tréfilé en (mm)
- d : diamètre du fil tréfilé en (mm)

Une fois la température de l'atmosphère est différente à 20 °C on multiplie les valeurs données par un facteur de correction de température K spécifie pour l'alliage Al-Mg-Si (AGS).



Figure III-8 : Résistomat de type 2302 (EN.I.CA.B).

III.4 Techniques de caractérisation du comportement mécanique du matériau

Les essais mécaniques permettent de caractériser le comportement mécanique du matériau, nous avons eu recours à des essais de dureté, de traction et de fluage afin de prévoir le comportement des fils électriques (6101) qui ont subi des traitements thermomécaniques.

III.4.1 Mesure de Micro-dureté

Pour comprendre l'effet de l'homogénéisation et de vieillissement artificiel sur les propriétés mécaniques, nous avons effectué des mesures de micro-dureté de l'alliage étudié. Cette technique 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. La mesure de micro-dureté est basée sur la détermination des dimensions d'empreintes produites dans le matériau par enfoncement d'un pénétrateur, sous l'action d'une charge appliquée. La dureté s'exprime par le rapport de la force F(N) sur la surface S (mm²) de l'empreinte :

$$HV = F/S$$
 (III-4)

Ou bien à l'aide de la formule suivante :

$$HV = 1854, 4.F/d^2$$
 (III-5)

Où :

F : charge appliquée (N).

S : la surface de l'empreinte (mm^2) .

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

Dans le cas de la micro-dureté Vickers, le pénétrateur est un diamant en forme de pyramide droite à base carrée, d'angle au sommet 136°. La charge F appliquée est constante.

Dans notre travail, les mesures de micro-dureté sont réalisées sur des échantillons enrobés puis polis sur un micro-duremètre de type (HVS-1000Z) à pénétration Vickers (fig. III-9). Une moyenne de cinq mesures a été effectuée lors de chaque essai avec une charge de 200 g, pendant une durée de 10 secondes.



Figure III-9 : Microduromètre de marque HVS-1000Z.

III.4.2 Les essais de tractions

L'essai de traction est l'un des plus pratiqués et qui permet de caractériser le comportement mécanique statique d'un matériau et de déduire les paramètres suivants : limite d'élasticité Re (N/mm²), module de young E (N/mm²), contrainte maximale Rm (N/mm²), allongement de

rupture notamment A (%). Il consiste à réaliser, dans une éprouvette, un champ de contrainte uniforme uniaxiale de traction et on enregistre l'allongement et la force appliquée, que l'on convertit ensuite en déformation et contrainte. Il est très largement utilisé dans la communauté académique et industrielle pour qualifier les matériaux.

Nous avons prélevé les éprouvettes de traction des fils tréfilés de diamètre 3.15 mm et de longueur 250 mm selon la norme **EN 50183** [3]. Nous avons utilisé la machine de traction de type Zwick/Roell (Z100), dans le laboratoire de l'Entreprise des industries du câble de Biskra (EN.I.CA.B) (fig. III-10), équipée d'un extensomètre pour mesurer le déplacement. Les essais de traction sont effectués à la température ambiante et à une vitesse de déplacement constante égale à 2 mm/min.



Figure III-10 : Machine de traction de type Zwick/Roell (Z100) (EN.I.CA.B).

III.4.3 Les essais de fluage

La connaissance des propriétés mécaniques des matériaux nécessite des essais mécaniques, parmi ces essais, l'essai de fluage, qui a pour but de connaitre le comportement mécanique d'un matériau sous une charge constante et à une température donnée. Les essais de fluage des fils électriques tréfilés de dimensions de 3.15 mm de diamètre et 370 mm de longueur, sont effectués sur un appareil de fluage (fig. III-11), réalisé au sein du laboratoire des matériaux semi conducteurs et métalliques de l'Université de Biskra (LMSM).

Cet appareil sera présenté dans (le chapitre VI). Les essais de fluage sont réalisés à une température constante 150 °C, sous une contrainte constante 100 MPa.

On note que pour avoir une bonne précision, trois test sont effectuée pour chaque condition d'essai, pour déterminer le comportement en fluage des fils électriques, tel que la résistance mécanique, la déformation, la vitesse de fluage, le temps de rupture.



Figure III-11 : Appareil d'essai de fluage.

Références bibliographiques

[1] S. Vyazovkin, D. Dollimore, "Linear and Nonlinear Procedures in Isoconversional Computations of the Activation Energy of Nonisothermal Reactions in Solids", J. Chem. Inf. Comput. Sci, Vol. 36, No. 1, pp. 42-45, 1996.

[2] M. Dupeux, "Aide-mémoire ", Science des matériaux, Paris, 2004 corrigé 2005.

[3] EN 50183, "Conductors for overhead lines-Aluminum-magnesium-silicon Alloy wires", 2000.

CHAPITRE IV

RESULTATS ET

INTERPRETATIONS
VI.1 Conception et construction d'un appareil d'essai de fluage

Introduction

Dans la première partie de ce chapitre, un appareil d'essais de fluage horizontal, sera présenté. La conception et la construction et l'installation complète de cet appareil d'essai, ont été réalisées au sein du laboratoire LMSM et halle technologique de l'Université de Biskra. Cet appareil est réalisé pour étudier et déterminer le comportement au fluage des fils électriques.

VI.1.1 Conception de l'appareil d'essai de fluage

La vue générale de l'appareil d'essai de fluage construite est présentée dans la figure. VI-1. La structure de base de l'appareil d'essai de fluage est constituée d'un support (cadre), du dispositif de chargement, du dispositif de fixation (mors) et d'un four.

Le fil testé est maintenu par les mors, chauffé par un four qui l'entoure et le maintien à une température constante. L'alignement du fil d'essai est crucial pour permettre une lecture précise de la déformation du fluage du matériau. La charge est transmise au fil via le dispositif de fixation et il est maintenu sous tension constante pendant toute la durée de l'essai.



Figure VI-1 : Appareil d'essai de fluage.

VI.1.1.1 Structure principale

L'acier est utilisé pour la fabrication de tous les éléments structurels de l'appareil d'essai de fluage ainsi que les mors qui doivent résister à la chaleur. La conception proposée comprend les sept éléments essentiels suivants :

VI.1.1.1.1 Bâti

Le bâti de l'appareil a été fabriqué à partir d'acier ordinaire, car il peut suffir pour contrebalancer le poids de la charge appliquée sans être additionnellement soutenu ou fixé au sol. Le bâti, sur lequel sont fixés les différents éléments de l'appareil, est composé de deux parties, à savoir : une table en acier en tôle plate soudée à la deuxième partie, qui comprend les supports construite aussi en acier. Les supports ont une section carrée. Les deux parties constituent la base de l'appareil (fig. VI-1).

On doit noter que la conception du bâti devrait convenir à un opérateur lors du montage des éléments auxiliaires comme les mors et le bras de levier. Il doit occuper un espace minimum et pouvoir supporter une charge énorme et aucun élément ne devrait se plier avec le temps (phénomène de flexion). Il doit être bien équilibré et ne doit pas basculé, car une force importante agit instantanément au démarrage de l'instrument.

VI.1.1.1.2 Les mors

Les mors doivent pouvoir résister à la charge appliquée lors du test de fluage à des températures élevées. Le choix du matériau pour les mors est basé sur le faible coefficient de dilatation thermique et a un coût minimum. De plus, les mors seront conçus pour un fil chargé sur les bords et ils ne doivent pas céder ni trop dévier sous une charge donnée, avec une grande rigidité et une excellente dureté. Une résistance élevée aux impacts est importante pour cette application car les mors auront un impact sur la butée lors de la rupture du fil.

Les fils doivent être fixés entre les mors mobile et fixe. Ils ne doivent aucun cas avoir un glissement des mors. Pour cette raison, il est nécessaire d'utiliser un cône taraudé afin d'empêcher tout glissement, comme il est montré dans la figure. VI-2. Pour résister à une charge énorme sans pratiquement aucune distorsion (déformation), les mors sont fabriqués en acier.



Figure VI-2 : Les mors.

VI.1.1.1.3 Système de transmission de mouvement

L'allongement du fil (la déformation) lors de l'essai de fluage provoque le mouvement de translation du mors mobile, qui est reliée à la chaîne, ce qui provoque la rotation de la roue dentée, et qui est causée par la charge appliquée par le bras de levier horizontal. La roue dentée est fixée sur un arbre de transmission de mouvement. Cet arbre a un mouvement de rotation et qui est lié au système d'acquisition (fig. VI-3).



Figure VI-3 : Mécanisme de transmission du mouvement.

VI.1.1.1.4 Mécanisme du bras de levier

Pour fournir une grande valeur de contrainte appliquée sur l'échantillon, nous devons amplifier la charge appliquée. Pour cela, un mécanisme du bras de levier a été utilisé (fig. VI-1).

VI.1.1.1.5 Système de freinage

On doit mentionner qu'à la fin de l'essai de fluage, et une fois que le fil est fracturé soudainement, le poids est libéré et le fil sortira du four. En conséquence, le mors mobile bloque le système de transmission de mouvement, provoquant l'endommagement du système d'acquisition. Pour protéger le mors de contacter avec la structure, un amortisseur de choc est ajouté (fig. VI-4), permettant ainsi le freinage du mors mobile.



Figure VI-4 : Amortisseur de choc.

VI.1.1.1.6 Four électrique

L'appareil d'essai de fluage conçue, est équipée d'un four électrique tubulaire, du type Nabertherm R50 / 250/12, avec une régulation intégrée, dont la température maximale est de 3000 °C. Le four est constitué d'une résistance électrique de puissance de 1,2 kW. Le thermocouple est de type S, et un programmeur en standard pour la programmation de la rampe de montée, de la température de consigne et du temps de maintien (fig. VI-5). La précision de la température de test est de ± 1 °C.



Figure VI-5 : Four électrique de type Nebertherm.

VI.1.1.1.7 Système d'acquisition de déformation

Les signaux d'allongement du fil sont enregistrés à l'aide d'un dispositif opto-mécanique. Ceci est pris en charge par le système de transmission du mouvement (arbre).

L'acquisition des données est assurée par un programme de test de fluage développé avec V.Basic 6. Au cours de l'essai de fluage, la variation de la déformation du fil est calculée et enregistrée simultanément avec le temps via un système d'acquisition jouant un rôle clé dans le mécanisme de l'appareil, dont la précision est de 10 μ m. Pour chaque essai, un nombre de points a été stocké dans le programme de test de fluage. On note que les données sont enregistrées à chaque 10⁻⁴ seconde.

Le programme développé peut donner un grand nombre de lectures telles que : le temps de déformation, la déformation et la vitesse de déformation, qui nous permettent par la suite de tracer les différentes courbes.

VI.1.1.2 Etalonnage de l'appareil d'essai de fluage

Afin de déterminer la précision du système d'acquisition de la déformation, plusieurs tests ont été effectués à l'aide d'un comparateur ayant une précision de 0,01 mm (fig. VI-6a).

Par conséquent, la figure. VI-6b, montre un dynamomètre utilisé pour étalonner la charge appliquée Q, à l'extrémité du bras de levier et l'effort N appliquée sur le fil. Cet étalonnage est effectué pour évaluer et valider les performances de l'appareil.





Figure VI-6 : a) : Etalonnage du système d'acquisition la déformation b) : Etalonnage de la charge appliquée.

Des tests ont été réalisés (fig. VI-7), pour étalonner la charge ce qui nous a permis de déduire la relation suivante :

$$N = 101,34 \times Q + 146,14$$

N : l'effort appliqué sur l'échantillon (N).

Q : Charge appliqué (Kg).



Figure VI-7 : Courbe d'étalonnage de la charge appliquée.

VI.1.1.3 Procédure suivie pour effectuer des essais de fluage sur l'appareil

Les essais de fluage sont effectués en respectant les instructions suivantes :

- Mesurer les dimensions du fil, son diamètre (d) et sa longueur initiale (Li).
- ➢ Fixer le fil entre les mors.
- Appliquer une charge constante.
- > Mettre le four à une température choisie.
- Démarrer le système d'acquisition pour enregistrer simultanément la déformation et la vitesse de fluage en fonction du temps.

VI.2 Etude du comportement des fils tréfilés avant le test de fluage

Introduction

L'analyse bibliographique effectuée dans le chapitre I, a montré que l'alliage de la série 6000 est caractérisé par de nombreuses transformations structurales qui vont modifier sa microstructure et par conséquent ses propriétés mécaniques et électriques.

L'objet de cette partie d'étude, est d'évaluer et d'étudier l'influence des précipités des phases toujours sur la microstructure, les propriétés mécaniques et électriques des fils d'alliage d'aluminium 6101, après un traitement d'homogénéisation de trois heures à 550 °C suivi d'une trempe à l'eau froide. Ensuite, les échantillons ont été vieillis artificiellement à une température de 200 °C pour différents temps allant de deux heures jusqu'à 40 heures.

D'un autre côté, les résultats obtenus pour un mono brin (un fil), utilisé pour évaluer le comportement global des conducteurs des lignes électriques aériennes, c'est-à-dire pour assurer une compatibilité entre les propriétés mécaniques et électriques de ces conducteurs.

L'idée est de constituer une base de résultats permettant de mieux appréhender l'évolution des différentes propriétés du matériau en fonction du traitement de vieillissement.

Pour atteindre notre objectif, nous avons caractérisé notre matériau par plusieurs techniques telles que : la microscopie optique (MO), la microscopie électronique à balayage (MEB), la diffraction des rayons X, des mesures de la résistivité électrique et des essais mécaniques, tels que des essais de traction, de fluage, ainsi que la microdureté Vickers.

VI.2.1 Etude du comportement mécanique

Pour étudier l'influence du traitement de vieillissement sur les propriétés mécaniques de

l'alliage 6101, des essais de traction (moyenne sur cinq essais) et des mesures de microdureté Vickers sous 200 grammes ont été réalisés sur des éprouvettes de cet alliage.

VI. 2.1.1 Etude du comportement en traction

Afin de prévoir approximativement les niveaux de chargement à appliquer pour les essais de fluage (généralement inferieurs à la limite élastique, toute en évitant de dépasser cette valeur pour ne pas plastifier le matériau lors du chargement), qui seront présentés dans la troisième partie, une caractérisation préalable des propriétés mécaniques statiques du matériau est nécessaire en appliquant un essai de traction à l'ambiante.

a) Essai de traction d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé homogénéisé et trempé

La figure. VI-8, illustre la courbe de traction expérimentale obtenue à température ambiante et représentative du comportement d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé et homogénéisé à 550 °C pendant 3 h, à taux de réduction de 89 %, sollicité à une vitesse de déformation imposée constante de 2 mm/min. La mesure de la déformation a été réalisée par un extensomètre.

Comme le montre la figure. VI-8, la limite d'élasticité ($Re_{0.2}$) est de l'ordre de 123.78 MPa, et sa résistance maximale à la traction (R_m) est de 211.1 MPa. Nous avons remarqué que la ductilité de cet essai est très élevée, la valeur moyenne de l'allongement est de 15 %.



Figure VI-8 : Courbe de traction d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé et homogénéisé à 550 °C pendant 3 h et trempé à l'eau.

95

b) Essai de traction d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé, homogénéisé et vieilli pendant 2 h

La figure. VI-9, montre la courbe de traction d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé à taux de réduction de 89 % à l'état homogénéisé à 550 °C pendant 3 h, trempé à l'eau et vieilli à 200 °C pendant 2 h. La limite d'élasticité moyenne à la température ambiante, mesurée lors des essais de traction est de 211.2 MPa et la résistance maximale à la traction est de 247.91 MPa. L'allongement à la rupture est environ 3 % et qui est présente un faible allongement à la rupture. Nous avons constaté une augmentation de la résistance à la rupture et une diminution de l'allongement à la rupture par rapport au fil homogénéisé et trempé. Ces évolutions sont dues à l'affinement des grains (fig. IV-21b) et qui est provoquée par une réaction de recristallisation.

Ces résultats sont confirmés par différents auteurs travaillant sur l'influence des traitements thermiques sur l'évolution des propriétés mécaniques des alliages de la série 6xxx [1-3].



Figure VI-9 : Courbe de traction d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé, homogénéisé à 550 °C pendant 3 h trempé à l'eau et vieilli à 200 °C pendant 2 h.

c) Essai de traction d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé, homogénéisé et vieilli pendant 16 h

La figure. VI-10 présente la courbe de traction d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé, homogénéisé à 550 °C pendant 3 h, trempé à l'eau et vieilli à 200 °C pendant 16 h à taux de réduction de 89 %. Les résultats d'essais affichent une valeur de 191.42 MPa pour $R_{0.2}$ et de 221.5 MPa pour R_m . Pour l'allongement à la rupture un écart nominal est de 5 %.

Nous avons remarqué une diminution importante de la résistance à la rupture par rapport au fil tréfilé et vieilli à 2 h avec une augmentation de l'allongement. Ce phénomène est dû probablement à la croissance des grains (fig. IV-21c), à cause du traitement thermique appliqué et qui provoque l'adoucissement du matériau. Différents auteurs ont montré que les durées et les températures des traitements thermiques avaient une influence sur les propriétés mécaniques de l'alliage Al-Mg-Si [2, 3].



Figure VI-10 : Courbe de traction d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé, homogénéisé à 550 °C pendant 3 h trempé à l'eau et vieilli à 200 °C pendant 16 h.

d) Essai de traction d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé, homogénéisé et vieilli pendant 40 h

La figure. VI-11, illustre la courbe de traction d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé, homogénéisé à 550 °C pendant 3 h, trempé à l'eau et vieilli à 200 °C pendant 40 h à taux de réduction de 89 %. L'étude de la courbe montre une valeur de 159.7 MPa pour Re_{0.2} et 196.49 MPa pour R_m. La valeur moyenne de l'allongement est de 4.4 %. Nous avons remarqué aussi une diminution progressive de la résistance à la rupture par rapport au fil tréfilé et vieilli à 16 h. Ce phénomène s'est produit à cause de la croissance continue des grains (fig. IV-21d), et aussi à la formation de la phase stable β . Ces résultats sont en accord avec les résultats de [3].



Figure VI-11 : Courbe de traction d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé, homogénéisé à 550 °C pendant 3 h trempé à l'eau et vieilli à 200 °C pendant 40 h.

Le tableau. VI-1, rassemble les valeurs de la résistance à la rupture (R_m), la limite d'élasticité ($R_{e0,2}$) et l'allongement à la rupture ($\epsilon \%$), de l'alliage 6101 des éprouvettes étudiées.

Temps de vieillissement (min)	Résistance à la traction R _m (MPa)	Limite d'élasticité Re _{0.2} (MPa)	Déformation ε (%)
0	211,1	123,78	15,03
120	247,91	211,2	3,62
960	221,5	191,42	5,16
2400	196,49	159,7	4,4

Tableau VI-1 : Propriétés mécaniques des fils tréfilés d'alliage
d'aluminium 6101, homogénéisés et vieillis.

Les courbes des essais de traction des fils d'alliage d'aluminium 6101 tréfilés, homogénéisé à 550 °C pendant 3 h, trempé à l'eau et vieilli à 200 °C pendant (2, 16 et 40 h), à taux de réduction de 89 %, sont regroupées sur un même repère (fig. VI-12).

Il est clair, que les quatre éprouvettes traités thermiquement et testés, commencent avec une allure linéaire (élastique) mais très courte à partir du point zéro et ensuite, les courbes prennent une autre allure avec un maximum et qui se terminent soudainement par une rupture. Les résultats sont comparés à l'essai de traction du fil homogénéisé non vieilli, et qui est choisi comme référence. Nous avons remarqué que le fil homogénéisé et trempé (fil de référence), est caractérisé par un domaine plastique plus étendu de l'ordre 15 %, ce qui veut dire que ce fil est plus ductile comparé aux fils vieillis.

De plus, on a remarqué que plus le temps de vieillissement augmente plus la ductilité du matériau diminue jusqu'au 2 h. On peut constater que cette éprouvette est plus résistante par rapport autres éprouvettes. De même, on remarque que au-delà de 2 h, plus le temps de vieillissement augmente plus la ductilité du matériau augmente et la résistance à la rupture diminue.



Figure VI-12 : Courbes de traction des fils d'alliage d'aluminium tréfilés, homogénéisés trempé à l'eau et vieillis d'un taux de réduction de 89 %.

La figure. VI-13a et b présentent la variation des propriétés mécaniques en fonction du temps de vieillissement artificiel des fils d'alliage d'aluminium 6101 tréfilés d'un taux de

réduction de 89 %, homogénéisées à 550 °C et vieillis artificiellement à 200 °C à différentes temps (2, 16 et 40 h).

D'après la courbe de la figure. VI-13a, on peut observer que la résistance à la traction et la limite d'élasticité augmentent avec le temps de vieillissement et continuent à augmenter jusqu'à 2 heures après avoir atteint les valeurs maximales de $Re_{0.2}$ et R_m . Ensuite ces grandeurs mécaniques diminuent progressivement avec le temps de vieillissement. Cependant, en ce qui concerne l'allongement à la rupture (ϵ %) (fig. VI-13b), les propriétés plastiques diminuent jusqu'à 2 heures de vieillissement, c'est-à-dire son allongement à la rupture et son aptitude à la déformation diminuent. Après 2 heures on remarque aussi que l'élongation augmente



Figure VI-13 : Effet du temps de vieillissement sur : a) la résistance à la traction (R_m), la limite élastique ($Re_{0.2}$) et b) déformation (ϵ %) des fils d'alliage d'aluminium 6101.

La superposition des quatre courbes et la comparaison des résultats d'essai de traction montrent que le temps de vieillissements a un grand effet sur le changement microstructurale du matériau et par conséquent sur ses propriétés mécaniques en traction à 200 °C.

VI. 2.1.2 Etude du comportement en microdureté Vickers

La figure. VI-14, présente l'effet du temps de vieillissement à 200 °C sur la microdureté Vickers de l'alliage Al-Mg-Si (6101). On remarque que la dureté augmente rapidement durant les premiers temps de vieillissement. Il a été montré que les amas et les zones GP sont les premiers qui se forment durant le premier stade de précipitation et qui ont des dimensions de quelques nanomètres et qui sont observables que par MET.

Cependant, la structure atomique et l'évolution des premiers amas sont encore inconnues et beaucoup de débats existent encore jusqu'au nos jours [4].

D'autre part, la dureté maximale est atteinte après 16 h de vieillissement, et qui est attribuée à la formation de la phase β ". Il a été aussi trouvé que le durcissement des alliages Al-Mg-Si peut être obtenu par la précipitation des phases métastables au cours du traitement de vieillissement [5, 6]. Durant le processus de précipitation dans la matrice sursaturée, le pourcentage des atomes de solute diminue progressivement dans la matrice d'aluminium. La résistance mécanique augmente car une densité élevée de phase fine cohérente ou semicohérente se germent et croissent [7, 8].

Il a été rapporté par Mrówka-Nowotnik [3], Fang et al. [8], Masuda et al. [9] et Liao et al. [10], que la phase β'' contribue au durcissement de l'alliage Al-Mg-Si. Ils considèrent que la raison derrière l'impact de β'' sur les propriétés mécaniques n'est pas clair, et nécessite encore une étude approfondie. Après cette valeur élevée de dureté, la dureté diminue avec l'augmentation du temps de vieillissement et ce changement est dû à la formation de la phase métastable β' , et puis suivie par la formation de la phase d'équilibre finale β -Mg₂Si, comme il a été indiqué par [8]. On note que β -Mg₂Si est la phase finale stable.

Hamdi et Boumerzoug [11], étudièrent la cinétique de réaction de precipitation de l'alliage Al-Mg-Si trempé et vieilli à 150, 175 et 200 °C. Ils ont trouvé que la valeur de dureté maximal est enregistrée durant un vieillissement à 200 °C pendant 16 h, et ils attribuèrent la grande valeur de dureté à la formation de la phase β'' .





VI.2.2 Etude du comportement électrique (résistivité électrique)

D'après la courbe de variation de la résistivité électrique avec le temps de vieillissement de l'alliage d'aluminium 6101 (fig. VI-15), on remarque que la résistivité électrique diminue avec l'augmentation du temps de vieillissement. Ce comportement est dû à la présence de précipités lors du traitement de vieillissement à 200 °C.

En outre, la corrélation entre la dureté du matériau traité et sa résistivité électrique peut être déduite, car la courbe de résistivité électrique (fig. VI-15) et la courbe de dureté (fig. VI-14), montre un effet réciproque, c'est-à-dire qu'une augmentation de l'un induit une diminution de l'autre et vice versa. Nos résultats sont en accord avec les travaux de [12]. Ces auteurs ont trouvé une corrélation entre la résistance mécanique, la dureté et la conductivité électrique de l'alliage d'aluminium 7010 vieilli. La valeur la plus élevée de la résistivité électrique au cours de la première étape de vieillissement, est due aux atomes de soluté dans la matrice, et à la formation des zones GP [13, 14]. La diminution de la résistivité électrique, peut également être attribuée, à la diminution de la teneur en atomes de soluté Mg et de Si dans la matrice pendant le traitement de vieillissement [15].

On peut dire aussi, que la formation des clusters (agrégats) augmentait la résistivité de l'alliage au début du vieillissement, mais finalement la résistivité diminuait au vieillissement maximal [16,17]. La diminution rapide de la résistivité électrique, des échantillons vieillis artificiellement à 200 °C, peut être due à la dissolution des agrégats des atomes de solutés, et à la formation des fines précipitées [18-20].



Figure VI-15 : Variation de la résistivité électrique des fils d'alliage d'aluminium Al-Mg-Si en fonction du temps de vieillissement.

Le tableau. VI-2, rassemble les grandeurs électriques des fils d'alliage 6101.

Fils d'alliage d'aluminium 6101	Température d'atmosphère T (°C)	Facteur de correction de la température	Résistance électrique (Ω)	Résistivité électrique à 20 °C (nΩ.m)
Homogénéisé à 550 °C	15.3	1.017	4.473	35,4332196
Traité à 200 °C pendant 2 h	15.3	1.017	4.067	32,2170588
Traité à 200 °C pendant 16 h	15.3	1.017	3.788	30,0069385
Traité à 200 °C pendant 40 h	15.3	1.017	3.710	29,3890554

Tableau VI-2 : Propriétés électriques de fil de l'alliage 6101 tréfiléde diamètre d = 3.15 mm.

VI.2.3 Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X est une technique qui permet de caractériser et d'observer tous les changements structuraux du matériau au cours des différents traitements thermiques. La figure. VI-16, présente le diffractogramme des rayons X d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé à taux de déformation de 89 % à l'état homogénéisé à 550 °C pendant 3 h et trempé à l'eau froide. Selon la fiche A.S.T.M, les pics diffractés correspondent à la structure de la matrice α -aluminium (cubique à faces centrées). Ainsi on remarque que le pic le plus intense est le (200). D'autres pics d'aluminium (111), (220), (311) et (222) apparaissent avec des intensités différentes. Ces résultats sont accord avec les résultats obtenus par Kim et al. [21].



Figure VI-16 : Diffractogramme des rayons X d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé à taux de déformation de 89 %, homogénéisé à 550 °C pendant 3 h et trempé à l'eau.

La figure. VI-17, montre le diffractogramme de rayons X de l'alliage 6101 homogénéisé, trempé et vieilli à 200 °C pendant 2 h. On remarque qu'il y' a une diminution générale de l'intensité des pics, par apport à l'état initial, et le pic (200) qui possède la plus grande intensité. De plus, on a la disparition complète du pic (222). De même on a observé l'apparition de plusieurs nouveaux pics dans plusieurs positions, tel que ($2\theta = 29.64^\circ$, 31.11° , 43.49° , 48.84° , 57.53°). Ces pics correspondent à la phase intermétallique AlFeSi.



Figure VI-17 : Diffractogramme des rayons X d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé à taux de déformation de 89 %, homogénéisé à 550 °C pendant 3 h, trempé et vieilli à 200 °C pendant 2 h.

Le diffractogramme des rayons X de l'alliage 6101 après l'homogénéisation, la trempe et le vieillissement à 200 °C pendant 16 h est illustré dans la figure. VI-18. De même, on remarque que l'intensité augmente, et les pics (29.64°, 31.11°, 43.49°, 48.84° et 57.53°) disparaissent, et une nouvelle phase intermétallique AlFeSi est apparue et de position 78.91°, ce qui est en accord avec les résultats de Mrówka-Nowotnik et al [22]. D'autre part, le pic (200) atteint le maximum.



Figure VI-18 : Diffractogramme des rayons X d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé à taux de déformation de 89 %, homogénéisé à 550 °C pendant 3 h, trempé et vieilli à 200 °C pendant 16 h.

Le diffractogramme des rayons X, après le vieillissement artificiel à 200 °C pendant 40 h est montré dans la figure. VI-19. Nous pouvons constater une augmentation dans l'intensité des pics. Le pic le plus intense est celui (111), ce qui montre qu'il y avait une nouvelle texture. Par contre, on remarque une diminution des autres pics tel que (200) et (220), et une apparition du pic (222). De même on observe l'augmentation de l'intensité de pic de diffraction de la phase intermétallique AlFeSi ($2\theta = 78.91^{\circ}$), et l'apparition d'un nouveau pic dans la position ($2\theta = 82.94^{\circ}$). Ce pic correspond au la phase intermétallique AlFeSi [23].



Figure VI-19 : Diffractogramme des rayons X d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé à taux de déformation de 89 %, homogénéisé à 550 °C pendant 3 h, trempé et vieilli à 200 °C pendant 40 h.

La figure. VI-20, regroupe les diffractogrammes des rayons X, après le vieillissement artificiel à 200 °C au cours du temps de vieillissement. On remarque qu'il y'a un changement dans l'intensité des pics, ce qui montre qu'il y avait une nouvelle texture.



Figure VI-20 : Diffractogrammes des rayons X des fils d'alliage d'aluminium Al-Mg-Si : a) homogénéisé à 550 °C, vieilli à 200 °C pendant : b) 2 h, c) 16 h et d) 40 h.

VI.2.4 Etude de l'évolution microstructurale

L'évolution microstructurale des échantillons d'alliage 6101, avant la déformation au fluage a été suivie à l'aide d'un microscope optique, qui permet l'obtention des micrographies des échantillons après l'attaque à l'acide fluorhydrique (HF). L'examen des microstructures, nous a permis d'observer la taille et la forme des grains des échantillons.

La microstructure à l'état homogénéisé des échantillons prélevés à partir du fil tréfilé est présentée dans la figure. VI-21a. Cette microstructure révèle une répartition irrégulière des grains, c'est-à-dire la présence des grains fins dans les bords du fil homogénéisé, et des gros grains au cœur du fil.

Dans le cas des échantillons homogénéisé et vieilli à 2 h, les observations au microscope optique, ont révélé la présence des grains plus fins de taille moyenne qui est comprise entre 50 et 300 µm, et leur répartition est uniforme (fig. VI-21b).

En comparaison avec le fil homogénéisé, le traitement thermique de vieillissement à 2 h génère de nouveaux grains dans le matériau par une réaction de recristallisation. Il est connu que la résistance du matériau augmente avec l'affinement des grains [23]. Ces résultats sont accord avec les résultats obtenus par l'essai de traction.

La figure. VI-21c, présente la microstructure révélée en MO, d'un fil vieilli à 16 h. On observe que la taille moyenne de ces grains est supérieure à celle mesurée pour le fil vieilli à 2 h, pour lequel la taille moyenne des grains est comprise entre 100 et 500 µm. Par conséquent, le traitement de vieillissement à 200 °C pendant 40 h (fig. VI-21d), conduit à la croissance des grains, où la taille moyenne est comprise entre 100 et 700 µm et qui s'accompagne d'un adoucissement du matériau et qui a été mis en évidence grâce aux résultats de traction et de microdureté Vickers.

Les résultats obtenus révèlent que le temps de vieillissement modifie la structure des matériaux. Les observations au MO des échantillons montrent une forte hétérogénéité de la taille des grains. On constate que lorsque le temps de vieillissement augmente, la taille des grains diminue significativement jusqu'à 2 h, après on remarque une augmentation de la taille des grains avec l'augmentation du temps de vieillissement, cela s'explique par l'adoucissement du matériau par le fait des transformations de restauration et de recristallisation sous l'effet thermique.



Figure VI-21 : Microstructure des fils d'alliage d'aluminium Al-Mg-Si avant le fluage : a) homogénéisé à 550 °C, vieilli à 200 °C pendant: b) 2 h, c) 16 h et d) 40 h.

Pour observer les précipités intermétalliques AlFe, et la phase stable β , nous avons utilisé un microscope optique. La figure. VI-22, présente l'effet de temps de vieillissement sur la microstructure des échantillons de l'alliage Al-Mg-Si (6101). L'observation au microscope optique d'un échantillon homogénéisé à 550 °C pendant 3 h, puis trempé à l'eau froide (fig. IV-22a), montre une répartition des particules d'une façon aléatoire, où elle montre qu'il y a une distribution uniforme de ses particules. Ces particules qui peuvent être des précipités intermétalliques au fer (AlFe), dans la matrice sursaturée α , qui sont stables même à haute température, ces mêmes particules ont été indiquées par Mrówka-Nowotnik et al [22].

La figure. VI-22b, montre la microstructure d'un échantillon homogénéisé et vieilli à 2 h. Nous remarquons l'apparition des particules très fines situées à l'intérieur des grains et aussi aux joints des grains. Ces particules ne peuvent être que les phases intermétalliques AlFeSi. Ce résultat est confirmé par l'examen de DRX, qui révèle que les composants de l'alliage trempé et vieilli à 2 h sont constitués des phases intermétalliques AlFeSi.

La microstructure des échantillons homogénéisés et vieillis à 200 °C pendant 16 h est montrée dans la figure. IV-22c. Nous remarquons l'apparition des précipités de grandes tailles

situées plus particulièrement dans les joints de grains. Ces précipités qui peuvent être que les phases intermétalliques au fer AlFeSi.

La figure. IV-22d illustre la microstructure des fils d'alliage d'aluminium Al-Mg-Si, homogénéisés à 550 °C pendant 3 h et trempé à l'eau froide, puis vieillis à 200 °C pendant 40 h.

Nous pouvons observer, une forte densité des particules plus fines de la phase intermétallique AlFeSi. On note que la diffraction des rayons X a confirmé l'examen microscopique.







Figure VI-22 : Microstructures des fils d'alliage d'aluminium Al-Mg-Si avant le fluage : a) homogénéisés à 550 °C, vieillis à 200 °C pendant: b) 2 h, c) 16 h et d) 40 h.

VI.3 Etude du comportement au fluage des fils tréfilés

Introduction

Pour dimensionner une pièce industrielle, il faut être capable d'anticiper ses déformations lors de son fonctionnement. Les conditions de températures et de contraintes imposées demandent de prendre en compte le fluage du matériau. Dans cette partie de travail, on présente les résultats du test de fluage des éprouvettes des fils tréfilés et préalablement homogénéisés à 550 °C pendant 3 h et vieillis à 200 °C à différents temps de maintien pour mieux comprendre le comportement au fluage des fils d'alliage 6xxx testés à 150 °C sous contrainte constante de 100 MPa, ce qui est proche de la limite élastique. Les essais ont été réalisés sur des éprouvettes provenant du même lot.

VI.3.1 Etude du comportement en fluage

a) Effet de l'homogénéisation sur le fluage d'un fil tréfilé de l'alliage d'aluminium 6101

La figure. VI-23, présente la courbe de fluage typique d'un fil d'alliage d'aluminium Al-Mg-Si (6101), tréfilé à taux de réduction de 89 %, homogénéisé à 550 °C pendant 3 h, soumis pendant le fluage à une contrainte constante de 100 MPa et une température fixe 150 °C.

Ce fil est considéré comme un échantillon de référence. Nous remarquons que l'allure de la courbe est classique avec l'apparition de tous les stades de fluage (primaire, secondaire et tertiaire). On constate que le stade primaire et tertiaire du fluage est de durée très courte, tandis que le stade secondaire du fluage est d'une durée de vie trop long par apport aux courbes suivantes (t \approx 185 heures). Ce long stade secondaire, peut être principalement attribué à la matrice sursaturée riche en éléments de soluté. Pour cette raison, la durée de vie de cet échantillon a été prolongée. On remarque aussi, une augmentation rapide de la déformation au début de fluage, où la vitesse de déformation diminue de manière spectaculaire avec le temps. La déformation de fluage augmente ensuite plus lentement avec le temps et le premier stade de fluage passe progressivement à un stade secondaire où la vitesse de déformation devient de plus en plus constante (stade quasi constant). Finalement, la déformation augmente rapidement dans le stade tertiaire et la vitesse de déformation augmente, ce qui provoque la rupture de l'échantillon.

Il est clair que la valeur maximale de déformation, est obtenue pour l'échantillon homogénéisé. Ces observations rejoignent celles obtenu précédemment par les essais de traction, c'est-à-dire il semble que l'homogénéisation augmente la ductilité du matériau. Cependant, ce traitement thermique diminue les propriétés électriques de ce fil qui est ne satisfais pas la norme européenne **EN 50183** [24], qui exige que la résistivité électrique doit être ne dépasse pas $32.9 \text{ n}\Omega.\text{m}$.



Figure VI-23 : Courbe du fluage du fil de l'alliage d'aluminium 6101 homogénéisé, tréfilé avec taux de réduction 89 %, testé à 150 °C, sous une contrainte appliquée de 100 MPa.

La figure. VI-24, illustre la courbe de vitesse de fluage d'un fil Al-Mg-Si, homogénéisé à 550 °C pendant 3 h, cette vitesse est calculée comme la vitesse de fluage moyenne au stade quasi-constant $9,49 \times 10^{-6}$.



Figure VI-24 : Courbe de vitesse du fluage d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 homogénéisé, tréfilé avec taux de réduction 89 %, testé à 150 °C et une contrainte appliquée de 100 MPa.

b) Effet de vieillissement artificiel à 200 °C pendant 2 h sur le fluage d'un fil tréfilé de l'alliage d'aluminium 6101

La figure. VI-25, montre la courbe de déformation du fluage en fonction du temps d'un fil d'alliage d'aluminium Al-Mg-Si (6101), tréfilé à taux de réduction égale 89 %, homogénéisé à 550 °C pendant 3 h et vieilli artificiellement à 200 °C au cours 2 h, et qui a été ensuite flué sous une contrainte de 100 MPa et une température de 150 °C. On a observé l'apparition des deux courts stades de fluage primaire et secondaire. Nous avons remarqué aussi, une diminution notable dans la durée de vie et l'allongement à la rupture de cet échantillon, par rapport au test précédent (t \approx 14 heures).



Figure VI-25 : Courbe du fluage du fil de l'alliage d'aluminium 6101 homogénéisé et vieilli à 200 °C pendant 2 h, tréfilé avec taux de réduction 89 %, et ensuite testé à 150 °C sous une contrainte appliquée de 100 MPa.

La figure. VI-26, montre la courbe de vitesse de fluage d'un fil d'alliage d'aluminium Al-Mg-Si, homogénéisé et vieilli à 200 °C au cours 2 h. On remarque que cette vitesse est plus élevée $9,56 \times 10^{-5}$, ce qui provoque la diminution de la résistance du matériau au fluage.

Il est connu que la vitesse de fluage varie de façon inversement proportionnelle à la taille des grains [25]. Ce point, a été en particulier clairement montré par les travaux de Barett et al. [26]. On peut dire que, l'augmentation de la vitesse de fluage du fil traité à 2 h, est due à la diminution visible de la taille des grains pendant le test de fluage, comparant à l'état initial (avant la déformation par fluage).



Figure VI-26 : Courbe de vitesse du fluage d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 homogénéisé et vieilli à 200 °C pendant 2 h, tréfilé avec taux de réduction 89 %, et ensuite testé à 150 °C sous une contrainte appliquée de 100 MPa.

c) Effet de vieillissement artificiel à 200 °C pendant 16 h sur le fluage d'un fil tréfilé de l'alliage d'aluminium 6101

La figure. VI-27, illustre la courbe du fluage d'un fil d'alliage d'aluminium Al-Mg-Si (6101) tréfilé à taux de réduction égale à 89 %, homogénéisé à 550 °C pendant 3 h et vieilli artificiellement à 200 °C au cours 16 h, et ensuite flué sous une contrainte de 100 MPa et une température de 150 °C. On remarque que la courbe de fluage présente deux stades de fluage : primaire et secondaire. Le stade primaire est très court représentant 0.002 % du temps de déformation.

Cependant le stade secondaire est d'une durée plus longue, et qui est suivi par une rupture brutale. Le même comportement a été remarqué pour l'échantillon vieilli pendant 2 h (l'apparition des deux stades suivi par une rupture brutale), seulement le temps de rupture est beaucoup supérieure (t \approx 71 heures).



Figure VI-27 : Courbe du fluage du fil de l'alliage d'aluminium 6101 homogénéisé et vieilli à 200 °C pendant 16 h, tréfilé avec taux de réduction 89 %, et ensuite testé à 150 °C.

La courbe de la vitesse de fluage, d'un fil de l'alliage d'aluminium 6101 vieilli à 200 °C pendant 16 h, est présentée dans la figure. VI-28. Au début, la vitesse de déformation diminue considérablement avec le temps, (stade de fluage primaire), puis la vitesse devient presque constante, et a été calculée comme étant la vitesse de fluage moyenne dans le deuxième stade $1,37 \times 10^{-5}$ jusqu'à la rupture (stade quasi stable). On remarque aussi, que la vitesse de fluage diminue par rapport à la vitesse de fluage de fil vieilli à 2 h, alors le temps de rupture augmente significativement.

On note que, Lasalmonie et Strudel [27], ont montré l'existence d'une taille de grain optimale, pour laquelle la vitesse de déformation stationnaire est la plus faible. Les auteurs expliquent cet effet, observé dans plusieurs alliages métalliques, par le rôle des joints de grains ceux-ci soit possèdent un effet durcissant, selon la loi de Hall et Petch.



Figure VI-28 : Courbe de vitesse du fluage d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 homogénéisé et vieilli à 200 °C pendant 16 h, tréfilé avec taux de réduction 89 %, testé à 150 °C sous une contrainte appliquée de 100 MPa.

On peut déduire également que, le temps de vieillissement pendant 16 heures, est le temps qui permet d'avoir la taille de grain optimale. On note aussi que ce temps présente une excellente résistance au fluage comparé aux autres fils traités.

L'échantillon vieilli à 16 h a la valeur de dureté la plus élevée, et son allongement à la rupture par fluage est le plus faible, par rapport aux autres échantillons, cependant, sa durée de vie est la plus longue. En terme de résistivité électrique, le fil vieilli à 16 h a une excellente valeur de la résistivité électrique (30 n Ω .m). Conformément à la norme européenne **EN 50183** [24], la valeur maximale de la résistivité électrique ne dépasse pas 32,9 n Ω .m.

Sur la base des résultats de mesures de dureté, des tests de fluage, et de résistivité électrique du fil d'alliage d'aluminium Al-Mg-Si vieillis à 200 °C, les valeurs optimales des paramètres déduits de chaque test, sont obtenues après 16 h de vieillissement, comme il est indiqué dans le tableau. VI-3. En conséquence, le fil l'alliage d'aluminium vieilli à 200 °C pendant 16 h présente donc les propriétés optimales.

Cette sélection est basée sur la compatibilité entre les propriétés mécaniques et électriques de cet échantillon.

Résistivité électrique	Microdureté	Durée de vie	Déformation
(nΩ.m)	Vickers (HV)	au fluage (h)	(%)
30,0069385	91,02	71.324	1.315

Tableau VI-3 : Valeurs optimales de fil d'alliage d'aluminium Al-Mg-Sivieilli à 200 °C pendant 16 h.

d) Effet de vieillissement artificiel à 200 °C pendant 40 h sur le fluage d'un fil tréfilé de l'alliage d'aluminium 6101

La figure. VI-29, présente l'évolution de la déformation au fluage en fonction du temps d'un fil d'alliage d'aluminium Al-Mg-Si (6101), tréfilé à taux de réduction égale 89 %, homogénéisé à 550 °C pendant 3 h et vieilli artificiellement à 200 °C au cours 40 h, flué sous une contrainte de 100 MPa, et une température de 150 °C. On remarque l'apparition de tous les stades de fluage (primaire, secondaire et tertiaire).



Figure VI-29 : Courbe du fluage du fil de l'alliage d'aluminium 6101 homogénéisé et vieilli à 200 °C pendant 40 h, tréfilé avec taux de réduction 89 %, testé à 150 °C.

La figure. VI-30, illustre la courbe de la vitesse de fluage d'un fil de l'alliage d'aluminium 6101, homogénéisé et vieilli à 200 °C pendant 40 h. On observe que la vitesse de déformation diminue jusqu'à un minima, puis la vitesse de déformation devient presque constante dans le stade secondaire. Finalement, la vitesse augmente jusqu'à l'endommage du matériau (rupture).

On constate que lorsque le temps de vieillissement augmente de 16 h jusqu'à 40 h, la vitesse de fluage augmente également $5,74 \times 10^{-5}$, tandis que le temps de rupture diminue (t \approx 16 heures).

Lasalmonie et Strudel [27], constatèrent qu'au-delà d'une taille des grains optimale, la vitesse de déformation croît avec la taille de grain. Pour notre matériau, on a constaté que l'augmentation de la vitesse de fluage du fil vieilli à 40 h, est due à l'augmentation de la taille des grains au cours du test de fluage.



Figure VI-30 : Courbe de vitesse du fluage d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 homogénéisé et vieilli à 200 °C pendant 40 h, tréfilé avec taux de réduction 89 %, testé à 150 °C sous une contrainte appliquée de 100 MPa.

La figure. VI-31, ci - dessous, présente l'évolution de la déformation au fluage en fonction du temps de différents fils d'alliage d'aluminium Al-Mg-Si (6101), tréfilé à taux de réduction égale 89 %, homogénéisé à 550 °C pendant 3 h et vieilli artificiellement à 200 °C sous différentes temps de vieillissement (2, 16 et 40 h), et ensuite flué sous une contrainte constante de 100 MPa et une température de 150 °C.

La figure. VI-31a, donne une vue générale des courbes de fluage total, tandis que la figure. VI-31b, donne plus de détails sur le stade primaire de chaque échantillon testé. D'après la figure. VI-31a, le comportement au fluage de différents échantillons n'est pas la même. Tout d'abord, la courbe de fluage de l'alliage d'aluminium trempé (échantillon de référence) présente trois stades (primaire, secondaire et tertiaire) avec un long stade secondaire. La durée de vie de cet échantillon a été prolongée, mais le comportement négatif de cet échantillon est sa valeur d'allongement élevée qui n'est pas requise dans les conducteurs de lignes électriques aériennes.

En ce qui concerne le comportement en fluage des matériaux vieillis, la courbe de fluage de matériau vieilli à 200 °C pendant 40 h présente également trois étapes successives à savoir, primaires, secondaires et tertiaires. La durée de vie de cet échantillon est courte, ce qui n'est pas acceptable. Cependant, les matériaux vieillis à 200 °C pendant 2 h et 16 h ne présentent que les stades primaire et tertiaire. La courbe de matériau vieilli à 2 h contient un très bref stade secondaire. La courbe du matériau vieilli pendant 16 h présente un stade primaire court, un stade secondaire étendu. Cependant, comparé à d'autres fils vieillis, le fil vieilli pendant 16 h a une excellente résistance au fluage, car il a un allongement à la rupture minimale et une longue durée de vie. Ce comportement peut être attribué à la formation de phase β " ce qui conduit à une valeur de dureté la plus élevée.

Cependant, les premiers stades de tous les échantillons présentent la même forme mais avec une cinétique différente (fig. VI-31b). Nous notons que l'allongement du stade primaire de l'échantillon trempé atteint 3,86 %, alors qu'environ 1 % pour les échantillons de 2, 16 et 40 h. Ce comportement initial de fluage de ces échantillons est dû aux changements microstructuraux avant le test de fluage.



Figure VI-31 : Courbes de fluage des fils d'alliage d'aluminium Al-Mg-Si sous contrainte constante 100 MPa à 150 °C : a) courbes totales jusqu'à la rupture et b) stades primaires.

Le tableau. VI-4, rassemble les principales valeurs déduites des courbes de fluage des matériaux trempés et vieillis. Ces données sont la durée de vie de fluage, la déformation du fluage du stade primaire, déformation du fluage jusqu'à la rupture et la vitesse de déformation au stade stationnaire.

La figure. VI-32, illustre l'évolution de la vitesse de déformation en fonction du temps, de différents fils d'alliage d'aluminium Al-Mg-Si (6101), tréfilés à taux de réduction égale 89 %, homogénéisés à 550 °C pendant 3 h et vieillis artificiellement à 200 °C, sous différentes

temps de vieillissement (2, 16 et 40 h), et flués sous une contrainte constante de 100 MPa et une température de 150 °C. Les vitesses de fluage au stade stationnaire des échantillons ont été trouvés $9,49 \times 10^{-6}$ pour les échantillons trempés. Cependant, la vitesse de fluage d'échantillon vieilli à 2 h est de $9,56 \times 10^{-5}$ et il atteint $1,37 \times 10^{-5}$ pour l'échantillon vieilli à 16 h et $5,74 \times 10^{-5}$ pour l'échantillon vieilli à 40 h. Il a été rapporté que la vitesse de fluage dépend des contraintes et des températures appliquées et des paramètres de structure, et qui ont un effet sur certains phénomènes ayant lieu dans la matière pendant le fluage [28].

Temps de vieillissement (min)	Durée de vie (h)	Déformation du stade primaire (%)	Déformation à la rupture (%)	Vitesse de déformation (1/s)
0	185,27625	3,86301	4,68493	9,49×10 ⁻⁶
120	14,25006	1,39726	1,39726	9,56×10 ⁻⁵
960	71,32417	1,31507	1,31507	1,37×10 ⁻⁵
2400	16,83963	1,56164	2,46575	5,74×10 ⁻⁵

Tableau VI-4 : Propriétés de fluage des fils d'alliage d'aluminium Al-Mg-Si souscontrainte de traction constante 100 MPa à 150 °C.


Figure VI-32 : Courbes de vitesse de déformation des fils d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé, à taux de réduction égale 89 %, homogénéisé à 550 °C pendant 3 h et vieilli artificiellement à 200 °C sous différentes temps de vieillissement (2, 16 et 40 h), sous une contrainte constante de 100 MPa et une température de 150 °C.

VI.4 Etude du comportement des fils tréfilés après le test de fluage Introduction

Cette dernière partie porte sur l'étude du comportement des fils tréfilés après le test de fluage. Afin d'étudier et d'apporter des informations sur le changement microstructuraux et le mécanisme d'endommagement et les modes de fracture après les essais de fluage gouvernant les différents comportements de l'alliage, nous avons utilisé la microscopie optique en lumière polarisée et le MEB, sur les éprouvettes rompues.

VI.4.1 Caractérisation par microscopie optique

Des observations en MO (fig. VI-33-36), ont été réalisées sur des éprouvettes qui ont été pris des fils d'alliage d'aluminium (6101), tréfilés d'un taux de réduction de 89 % homogénéisées à 550 °C, et vieillies à 200 °C pendant : 2, 16 et 40 h, ayant subis une déformation par fluage à 150 °C sous 100 MPa. Les éprouvettes ont été déformées en fluage jusqu'à la rupture. Une partie a été prélevée de la zone de rupture dans le plan parallèle à l'axe de sollicitation.

La microstructure des échantillons après les essais de fluage, montre un changement de la structure par rapport aux échantillons avant le fluage.

L'endommagement apparaît sous forme de cavités internes. La croissance de ces cavités conduit à la formation des micro-pores à différentes tailles. On remarque aussi, l'apparition des fissures qui croissent par la coalescence des micro-pores, qui conduisent à la fracture du matériau dans la zone étroite « Necking zone ». On note que ce comportement a été observé par William et al. [29].

La figure. VI-33, présente la microstructure d'un fil d'alliage d'aluminium, tréfilé d'un taux de réduction de 89 % homogénéisé à 550 °C pendant 3 h, flué sous une contrainte constante de 100 MPa à 150 °C. Nous avons effectué une coupe longitudinale de l'échantillon flué. La figure montre, un changement de structure du fil flué par rapport au fil homogénéisé et non flué. Par conséquent, on remarque une formation des nouveaux sous grains dans le matériau. Nous avons observé également la présence des fissures, qui provoquent par la suite l'endommagement du matériau.





Figure VI-33 : Microstructure d'un fil d'alliage d'aluminium tréfilé d'un taux de réduction de 89 % homogénéisées à 550 °C pendant 3 h, flué sous une contrainte constante de 100 MPa à 150 °C.

L'état microstructural du fil homogénéisé et vieilli à 200 °C pendant 2 h est représenté dans la figure. VI-34. Un affinement de la taille des grains est observé après le test de fluage comparant à l'état traité et non déformé. On a même observé l'apparition des pores et de forte propagation de fissures macroscopiques, qui conduisent à la rupture du matériau.





Figure VI-34 : Microstructure d'un fil d'alliage d'aluminium tréfilé d'un taux de réduction de 89 % homogénéisé à 550 °C pendant 3 h et vieilli à 200 ° C pendant 2 h, flué sous une contrainte constante de 100 MPa à 150 °C.

La figure. VI-35, présente la microstructure d'un fil d'alliage d'aluminium, tréfilé d'un taux de réduction de 89 %, homogénéisé à 550 °C pendant 3 h et vieilli à 200 °C pendant 16 h, flué sous une contrainte constante de 100 MPa à 150 °C. Nous constatons que cet échantillon, montre une structure différente à celles des échantillons précédents.

D'autre part, pour notre matériau, on n'a pas vraiment observé une recristallisation lors du fluage de ces fils tréfilés. Ce résultat est en accord avec les conclusions de Hardwick et al. [30], qui ont classé l'aluminium et ses alliage, parmi les métaux qui ne se recristallisent pas pendant le fluage, mais il y'a possibilité de formation des sous grains.

Nous remarquons également, une forte propagation de fissures dans les joints de grains causés par la germination des cavités sur les joints. Ces cavités, croissent par diffusion de lacunes le long de joints, d'où il résulte un endommagement du matériau.

Les cavités se forment préférentiellement près des surfaces d'échantillon, avec diminution du nombre de cavités et de fissures de la surface vers le centre. Il a été trouvé que les cavités formées, préférentiellement sur les petites particules d'oxyde créées par la pénétration de l'oxygène le long des joints de grains lors de fluage [31].



Figure VI-35 : Microstructure d'un fil d'alliage d'aluminium tréfilé d'un taux de réduction de 89 % homogénéisé à 550 °C pendant 3 h et vieilli à 200 ° C pendant 16 h, flué sous une contrainte constante de 100 MPa à 150 °C.

La figure. VI-36, illustre la microstructure des fils d'alliage d'aluminium Al-Mg-Si série 6000 tréfilés réduits de 89 %, homogénéisés à 550 °C pendant 3 h et vieillis artificiellement à 200 °C pendant 40 h. Nous avons remarqué que pendant le fluage, la température accélère les mécanismes thermiquement (fluage diffusionnel, restauration, glissement au joint de grain), tels que ces mécanismes font adoucir rapidement le matériau, et diminuent sa résistance au fluage. Cette diminution de la résistance et l'augmentation de l'adoucissement à température élevée,

provoque une augmentation de la vitesse de fluage [32], et une réduction de la section d'échantillon fracturée. On remarque qu'après l'essai de fluage, la microstructure montre que les grains changent de forme, et de taille par rapport à l'état initial vieilli pendant 40 h et non déformé par fluage, et s'allongent selon la direction de sollicitation. Nous avons remarqué également, l'apparition des macropores, qui conduisent à la rupture du matériau.





Figure VI-36 : Microstructures d'un fil d'alliage d'aluminium tréfilé d'un taux de réduction de 89 % homogénéisé à 550 °C pendant 3 h et vieilli à 200 ° C pendant 40 h, et flué sous une contrainte constante de 100 MPa à 150 °C.

VI.4.2 Caractérisation par microscopie électronique à balayage

Dans le but d'étudier le mécanisme de rupture après le test de fluage, des fractographies des faciès de rupture ont été observées par MEB.

a) Fractographies des surfaces fracturés d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé et homogénéisé à 550 °C pendant 3 h et trempé à l'eau

La figure. VI-37, présente la fractographie de surface de fracture, après le fluage des fils d'alliage d'aluminium 6101, homogénéisé à 550 °C pendant 3 h à taux de réduction 89 %, et flués sous une contrainte de 100 MPa et une température de 150 °C. Il a été observé que la surface de fracture présente une rupture ductile, et était évidente par l'existence des cupules sur la surface fracturée. Ces cupules sont causées par la germination de micropores, suivie par leur croissance [33].

Cependant, selon d'autres études, des cavités nucléées sur les joints de grains au début, elles ont grandi, et enchaînées pendant la déformation [34]. Dlouhý et Strnadel [35], ont constaté que la fracture ductile est caractérisée par une morphologie des cavités dans l'acier Ni-Cr. Nos observations sont en accord avec les travaux antérieurs de Diha et Boumerzoug [36], sur des fils tréfilés d'aluminium pur fracturés par fluage.







Figure VI.37 : Fractographies des surfaces fracturés d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé à taux de déformation de 89 %, homogénéisé à 550 °C pendant 3 h.

b) Fractographies des surfaces fracturés d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé et homogénéisé, trempé et vieilli à 200 °C pendant 2 h

La figure. VI-38, montre une faciès de rupture, d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 homogénéisé à 550 °C pendant 3 h, et vieilli artificiellement à 200 °C pendant 2 h, à taux de réduction 89 % après le test de fluage, sous une contrainte constante de 100 MPa et une température de 150 °C. L'observation par MEB a confirmé que, la fracture initiée par des vides suite à une séquence de germination des vides, croissance et coalescences de ces vides. Les vides sont dus à la déformation par fluage. La figure. VI-38a, présente le profil ductile classique avec l'existence des cupules de tailles différentes, avec l'apparition des fissures au niveau de la surface fracturée. Ce qui est en accord avec les travaux trouvés par Beniwal et al. [37].

On remarque aussi, un arrachement de la matière (fig. VI-38b), ce comportement a été observé dans les travaux de Gareh et Boumerzoug [38], sur des fils de cuivre tréfilés fracturés par fluage.





Arrachement de la matière



Figure VI.38 : Fractographies des surfaces fracturés d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé, homogénéisé, trempé et vieilli à 200 °C pendant 2 h.

c) Fractographies des surfaces fracturés d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé et homogénéisé, trempé et vieilli à 200 °C pendant 16 h.

Une observation de la surface d'endommagement, d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 homogénéisé à 550 °C pendant 3 h, et vieilli artificiellement à 200 °C pendant 16 h, à taux de réduction 89 % après le fluage, sous une contrainte de 100 MPa et une température égale 150 °C au MEB (fig. VI-39). Les observations montrent, que la faciès de rupture contient plus de cupules, comparées aux fractographies précédentes, et qui sont propagées dans toute la surface fracturée. La réduction de la taille des cupules après l'essai de fluage, peut être attribuée à la réduction de la taille des grains, qui se produit pendant le processus de fluage [39-41].

Cette morphologie correspond à un comportement de rupture ductile. Nos résultats actuels sont en accord avec les travaux de Beniwal et al. [33], réalisés sur des fils d'aluminium pur.







Figure VI.39 : Fractographies des surfaces fracturés d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé, homogénéisé, trempé et vieilli à 200 °C pendant 16 h.

d) Fractographies des surfaces fracturés d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé et homogénéisé, trempé et vieilli à 200 °C pendant 40 h

Une observation fractographique de l'alliage étudié, montre que le mode de fracture était toujours en mode ductile (fig. VI-40). Nous constatons la présence des cupules qui donne la naissance aux cavités, et que la croissance de ces cavités est due à l'endommagement par fluage.

On remarque une diminution de nombres de cupules existant dans la surface fracturé (fig. VI-40a), et ceci par rapport l'état précédent. De plus, on observe un arrachement de la matière selon une forme de cuvette, dans la zone centrale de sa surface fracturée qui apparait clairement, et la formation des lèvres de cisaillement plus marquées autour la section fracturé. Cette forme correspond au mode de défaillance de la plupart des métaux ductiles (fig. VI-40b).

La figure. VI-40c, montre la forme de la zone de rupture, et qui révèle la morphologie dite (cup and cone), c'est-à-dire la forme conique, et qui est caractérisée par une striction autour de la périphérie de la fracture, ce qui provoque une diminution remarquable de la section fracturée. Ce comportement correspondant à un mode de rupture ductile, et qui un résultat similaire à celui de Hertzberg [42]. On a remarqué aussi que la taille de la section fracturée après 40 h est plus petite par rapport aux autres échantillons rompus par fluage. Ce qui est en accord avec les travaux trouvés par Beribeche et al. [43], du mécanisme de rupture par essai de fluage des fils de cuivre commercial traités à chaud.

On peut déduire que l'augmentation du temps de vieillissement induit une rupture ductile lors d'un test de fluage de l'alliage d'aluminium 6101.





FigureVI.40 : Fractographies des surfaces fracturés d'un fil d'alliage d'aluminium 6101 tréfilé, homogénéisé, trempé et vieilli à 200 °C pendant 40 h.

Références bibliographiques

[1] G.A. Edwards, K. Stiller, G.L. Dunlop, M.J. Couper, "The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys", Acta Materialia, Vol. 46, No. 11, pp. 3893-3904, 1998.

 [2] A.K. Gupta, D.J. Lloyd, S.A. Court, "Precipitation hardening processes in an Al-0.4 %Mg-1.3 %Si-0.25 %Fe aluminum alloy", Materials Science and Engineering, Vol. 301, pp. 140-146, 2001.

[3] G. Mrówka-Nowotnik, "Influence of chemical composition variation and heat treatment on microstructure and mechanical properties of 6xxx alloys", Archives of Materials Science and Engineering, Vol. 46, No. 2, pp. 98-107, 2010.

[4] H. He, L. Zhang, S. Li, X. Wu, H. Zhang, L. Li, "Precipitation Stages and Reaction Kinetics of AlMgSi Alloys during the Artificial Aging Process Monitored by In-Situ Electrical Resistivity Measurement Method", Metals, Vol. 8, No. 1, pp. 39, 2018.

[5] R.E. Smallman, A.H.W. Ngan, "Physical Metallurgy and Advanced Materials", seventh ed, Elsevier, 2007.

[6] L.Z. He, H. Zhang, J. Cui, "Effects of pre- ageing treatment on subsequent artificial ageing characteristics of an Al-1.01 Mg-0.68 Si-1.78 Cu alloy", J. Mater. Sci. Tech, Vol. 26, No. 2, pp. 141-145, 2010.

[7] S. Esmarili, X. Wang, D. J. Lloyd, W. J. Poole, "On the precipitation-hardening behavior of the Al-Mg-Si-Cu alloy AA6111", Metal. Mater. Trans, Vol. 34, No. 13, pp. 751-763, 2003.

[8] X. Fang, M. Song, K. Li, Y. Du, "Precipitation on sequence of an aged Al-Mg-Si alloy", J. Min. Metal. Sect. B-Metal, Vol. 46, No. 2, pp. 171-180, 2010.

[9] T. Masuda, Y. Takaki, T. Sakurai, S. Hirosawa, "Combined effect of pre-aging on bakehardening behavior of an Al-0.6 mass% Si alloy", Mater. Trans, Vol. 51, No. 2, pp. 325-332, 2010.

[10] H. Liao, Y. Wu, K. Ding, "Hardening response and precipitation behavior of Al-7%Si-0.3%Mg alloy in a pre-aging process", Mater. Sci. Eng, Vol. 560, pp. 811-816, 2013.

[11] I. Hamdi, Z. Boumerzoug, "The Effect of the Artificial Aging on the Precipitation Kinetic in the Al-Mg-Si Alloy", Phys. Sci. Appli, Vol. 6, No. 6, pp. 44-48, 2016.

[12] M.A. Salazar-Guapuriche, Y.Y. Zhao, A. Pitman, A. Greene, "Correlation of Strength with Hardness and Electrical Conductivity for Aluminium Alloy 7010", Mater. Sci. Foru, Vol. 519-521, pp. 853-858, 2006.

[13] P.L. Rositter, "The Electrical Resistivity of Metals and Alloys", Cambridge University Press: Cambridge, UK, 2003.

[14] R.Z. Valiev, A.P. Zhilyaev, T.G. Langdon, "Bulk Nanostructured Materials": Fundamentals and Applications : John Wiley and Sons, Inc : Hoboken, NJ, USA, 2014.

[15] M. Murashkin, A. Medvedev, V. Kazykhanov, A. Krokhin, G. Raab, N. Enikeev, R.Z. Valiev, "Enhanced Mechanical Properties and Electrical Conductivity in Ultrafine-Grained Al 6101 Alloy Processed via ECAP-Conform", Metal, Vol. 5, No. 4, pp. 2148-2164, 2015.

[16] P.L. Rossiter, P. Wells "The dependence of electrical resistivity on short-range order", Journal of Physics, Vol. 4, No. 3, pp. 354-363, 1971.

[17] A.J. Hillel, J.T. Edwards, P. Wilkes, "Theory of the resistivity and Hall effect in alloys during Guinier-Preston zone formation", Philosophical Magazine, Vol. 32, No. 1, pp. 189-209, 1975.

[18] S. Esmaeili, D.J. Lloyd, "Effect of composition on clustering reactions in AlMgSi (Cu) alloys", Scripta Materialia, Vol. 50, No. 1, pp. 155-158, 2004.

[19] Y. Birol, "Effect of natural ageing on the performance of pre-ageing to improve bakehardening response of a twin-roll cast Al-Mg-Si alloy", Zeitschrift für Metallkunde, Vol. 96, No. 4, pp. 380-384, 2005.

[20] S. Esmaeili, D.J. Lloyd, W.J. Poole, "Effect of natural aging on the resistivity evolution during artificial aging of the aluminum alloy AA6111", Materials Letters, Vol. 59, No. 5, pp. 575-577, 2005.

[21] Y.M. Kim, S.W. Choi, Y.C. Kim, C.S. Kang, S.K. Hong, "Influence of the Precipitation of Secondary Phase on the Thermal Diffusivity Change of Al-Mg₂Si Alloys", applied sciences, Vol. 8, No. 11, 2039, 2018.

[22] G. Mrówka-Nowotnik, J. Sieniawski, M. Wierzbiñska, "Intermetallic phase particles in 6082 aluminium alloy", Archives of Materials Science and Engineering, Vol. 28, No. 2, pp. 69-76, 2007.

[23] H. Conrad, "Effect of grains size on the lower yield and flow stress of iron and steel", Acta Mettalurgica, Vol. 11, pp. 75-77, 1963.

[24] EN 50183, "Conductors for overhead lines-Aluminum-magnesium-silicon Alloy wires", 2000.

[25] M. Touboul, "Etude du comportement mécanique à chaud de l'acier P91Vers la compréhension des mécanismes intra/intergranulaires sur la tenue en fluage : Application aux structures soudées", Thèse de Doctorat, l'École nationale supérieure des mines de Paris, 2012.

[26] C.R. Barett, J.L. Lytton, O.D. Sherby, "Effect of grain size and annealing treatment on steady state creep of copper", Seventh technical report project N-ONR 225 (60), NR-031-682, 1965.

[27] A. Lasalmonie, J.L. Strudel, "Influence of grain size on the mechanical behaviour of some high strength materials", Journal of Materials Science, Vol. 21, No. 6, pp. 1837-1852, 1986.

[28] T. Knych, A. Mamala, B. Smyrak, "Phenomenology of the creep process of precipitationhardenable AlMgSi alloy wires for overhead power lines. Experimental tests. Simulation", Mechanics of Time-Dependent Materials, Vol. 13, No. 2, pp. 163-181, 2009. [29] W.D. Jenkins, T.G. Digges, "Creep of High-Purity Copper", Journal of Research of the National Bureau of Standards, Vol. 45, No. 2, pp. 153-173, 1950.

[30] D. Hardwick, C.M. Sellars, W.J.McG. Tegart, "The occurrence of recrystallization during high-temperature creep", J. Inst. Metals, Vol. 90, pp. 20-21, (1961-62).

[31] J.D. Parker, B. Wilshire, "The effects of prestrain on the creep and fracture behavior of polycrystalline copper", Materials Science and Engineering. Vol. 43, No. 3, pp. 271, 280, 1980.

[32] N.S. Beniwal, H.O. Gupta, D.K. Dwivedi, "Effect of creep phenomenon on reliability of distribution transformers", National System Conference, Indian Institute of Technology Roorkee, India, pp. 623-627, 2008.

[33] N.S. Beniwal, R. Rani, H.O. Gupta, and D.K. Dwivedi, "Effect of Temperature on Tensile and Creep Characteristics of Aluminum Wire used in 25 kVA Distribution Transformers", IEEE, pp. 205-208, 2010.

[34] M.W. Decker, J.R. Groza, J.C. Gibeling, "Creep properties of an extruded copper-8% chromium-4% niobium alloy", Mater. Sci. Eng, Vol. 369, No. 1-2, pp. 101-111, 2004.

[35] I. Dlouhý, B. Strnadel, "The effect of crack propagation mechanism on the fractal dimension of fracture surface in steels", Engineering Fracture Mechanics, Vol. 75, No. 3-4, pp. 726-738, 2008.

[36] A. Diha, Z. Boumerzoug, "Creep Behavior of an Industrial Aluminum Drawn Wire", Adv. Mater. Res, Vol. 629, pp. 90-94, 2013.

[37] N.S. Beniwal, D.K. Dwivedi, H.O. Gupta, "Creep life assessment of distribution transformers", Engineering Failure Analysis, Vol. 17, No. 5, pp. 1077-1085, 2010.

[38] S. Gareh, Z. Boumerzoug, "Heat treatment effect on the creep of industrial copper wire", Acta Metallurgica Slovaca, Vol. 22, No. 3, pp. 181-187, 2016.

[39] M.I. Abd El Aal, N. El Mahallawy, F.A. Shehata, M.A. El Hameed, E.Y. Yoon, J.H. Lee, H. S. Kim, "Tensile properties and fracture characteristics of ECAP-processed Al and Al-Cu alloys", Metals and Materials International, Vol. 16, No. 5, pp. 709-16, 2010.

[40] J.W. Wang, Q.Q. Duan, C.X. Huang, S.D. Wu, Z.F. Zhang, "Tensile and compressive deformation behaviors of commercially pure Al processed by equal-channel angular pressing with different dies", Materials Science and Engineering A, Vol. 496, No. 1-2, pp. 409-416, 2008.

[41] M.I. Abd El Aal, H.Y. Um, E.Y. Yoon, H.S. Kim, "Microstructure evolution and mechanical properties of pure aluminum deformed by equal channel angular pressing and direct extrusion in one step through an integrated die", Materials Science and Engineering A, Vol. 625, No. 11, pp. 252-263, 2015.

[42] R.W.Hertzberg, "Deformation and fracture mechanics of engineering materials", 4th ed, pp. 303, John Wiley and Sons, 1996.

[43] A. Beribeche1, Z. Boumerzoug, V. Ji, "Heat Treatments Effect on the Mechanical Properties of Industrial Drawn Copper Wires", Advanced Materials Research, Vol. 811, pp. 9-13, 2013.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Le travail de cette thèse a été consacré à l'étude de l'effet de vieillissement à 200 °C sur la microstructure, la résistivité électrique et les propriétés mécaniques des fils tréfilés d'alliage d'aluminium Al-Mg-Si (6101). Ces fils sont fabriqués par l'entreprise des industries du câble de Biskra (**EN.I.CA.B**), utilisés dans les câbles aériens pour le transport de l'électricité.

Une relation a été établie, entre la séquence de précipitation de l'alliage d'aluminium 6101 et la résistivité électrique, ainsi que les propriétés mécaniques. En outre, l'effet de ces précipités sur le comportement au fluage des fils en alliage d'aluminium 6xxx a été également étudié. Les essais mécaniques qui ont été effectués sont les essais de fluage de traction et les mesures de la microdureté, mais un grand intérêt a été réservé au test de fluage.

Pour l'étude du comportement au fluage, des fils tréfilés d'alliage d'aluminium 6xxx (6101), nous avons réalisé un appareil d'essai de fluage horizontal.

Le MEB a été utilisé pour étudier les facies de rupture par fluage, afin d'observer le mode de fracture. Pour évaluer le changement microstructural des échantillons, avant et après le test de fluage, un microscope optique a été utilisé.

La diffraction des rayons X a été utilisée pour observer les différentes phases formées au cours de traitement de vieillissement à 200 °C.

Nos principaux résultats sont les suivants :

- Nous avons remarqué que le fil homogénéisé et trempé (fil de référence) est caractérisé par un domaine plastique plus étendu, avec un allongement allant à 15 %, ce qui reflète sa grande ductilité.
- De plus, on a remarqué que plus le temps de vieillissement augmente plus la ductilité du matériau diminue jusqu'au 2 h. Cette évolution est due à l'affinement des grains, et qui est provoquée par une réaction de recristallisation. Ensuite, au-delà de 2 h, plus le temps de vieillissement augmente plus la ductilité du matériau augmente progressivement. Ce phénomène s'est produit à cause de la croissance continue des grains.

- Nous avons aussi remarqué que la valeur de la dureté maximale est atteinte après 16 h de vieillissement, et qui est attribuée à la formation de la phase durcissante β". Après cette valeur élevée, la dureté diminue avec l'augmentation du temps de vieillissement. Ce changement est dû à la formation de la phases métastables β', et puis suivie par la formation de la phase d'équilibre finale β-Mg₂Si.
- La résistivité électrique des fils électrique 6101 diminue, avec l'augmentation du temps de vieillissement. Ce comportement est dû à la formation des zones GP, au début du vieillissement. La diminution rapide de la résistivité électrique des échantillons vieillis artificiellement à 200 °C, peut être due à la dissolution des zones GP, et à la formation des fines précipitées.
- L'analyse par la diffraction des rayons X du matériau étudié à l'état homogénéisé a mis en évidence la présence des pics correspondant à la structure C.F.C de la matrice α d'aluminium.
- La présence du Si et du Fe dans la matrice favorise l'apparition de la phase intermétallique du type AlFeSi, et ceci après le traitement de vieillissement à 200 °C.
- Concernant l'observation microstructurale des échantillons, on a constaté que la structure avant le test de fluage est différente à celle après le fluage.
- L'alliage Al-Mg-Si (6101), a montré une distribution uniforme des particules intermétalliques AlFeSi, observés au microscope optique.
- Les résultats des tests de fluage, ont révélé que la durée de vie du matériau dépend principalement du temps de vieillissement à 200 °C.
- On peut déduire également que, le temps de vieillissement pendant 16 heures, est le temps qui permet d'avoir la taille de grain optimale. On note aussi, que ce temps présente une excellente résistance au fluage, comparé aux autres fils traités.
- Sur la base des résultats de mesures de dureté, des tests de fluage et de résistivité électrique, les valeurs optimales des paramètres déduits de chaque test sont obtenues après un temps de vieillissement de 16 h. Cette sélection est basée sur la compatibilité entre les propriétés mécaniques et électriques de cet échantillon.
- Le mécanisme de rupture des échantillons par fluage est ductile, après avoir constaté l'existence des cupules sur la surface fracturée. Ces cupules sont causées par la germination de micropores, suivie par leur croissance.

Perspectives

Nos perspectives sont les suivantes :

- D'après nos travaux de recherche, il est souhaitable d'étudier le comportement de notre alliage pour un autre intervalle de température de vieillissement et pour les autres taux de déformations par tréfilage.
- Il sera intéressant d'étudier la durée de vie des conducteurs, en alliage d'aluminium 6101, quand ils sont en service.
- Il sera intéressant de changer des conditions de fluage (contrainte et température).
- > Il sera intéressant d'étudier les mécanismes de formation des phases par le MET.



Creep and hardening behavior of 6101 aluminum alloy manufactured by wiredrawing process

Souad Bettayeb and Zakaria Boumerzoug LMSM, Department of Mechanical Engineering, University of Biskra, Biskra, Algeria, and

Cherif Saib

Department of Mechanical Engineering, University of Msila, Msila, Algeria

Abstract

Purpose – The purpose of this paper is to present the effect of the aging at 200°C on creep and hardening behavior of hardenable 6101 aluminum alloy manufactured by an industrial wiredrawing process used for construction of self-supporting overhead aerial power line conductors.

Design/methodology/approach – The creep tests were carried out under applied constant stress 100 MPa and constant temperature 150°C. Hardness measurements were also used to investigate the mechanical behavior of the aged alloy. Micrographs of the fractured wires by creep tests were performed by scanning electron microscope. Electrical resistivity of the aged alloy was measured at different time of the aging treatment.

Findings – The authors have found the relationship between the precipitation sequence, the mechanical properties and the electrical resistivity of aged 6101 aluminum alloy.

Originality/value - The optimum properties were also deduced.

Keywords Creep, Precipitation, Al-Mg-Si aluminum alloy, Drawn wires, Hardening

Paper type Research paper

1. Introduction

Aluminum is often selected for its electrical conductivity, which is nearly twice that of copper on an equivalent weight basis. The requirements of high conductivity and mechanical strength can be achieved by using some series of aluminum alloys, such as 6xxx series. Alloys in the 6xxx series contain silicon and magnesium approximately in the proportions required for formation of magnesium silicide (Mg₂Si), thus making them heat treatable (Davis, 2001)[.] The 6000 series Al-Mg-Si alloys are used to manufacture electrical wire and cable conductors. These categories of hardenable Al-Si-Mg alloys can be strengthened by precipitation of several metastable phase during ageing treatment (He *et al.*, 2010) and $\beta^{"}$ phase is generally present in Al alloys aged to the maximum hardness. The precipitation sequence of the Al-Mg-Si alloys during aging is:

Super saturated solid solution (SSSS) \rightarrow G.P. zones $\rightarrow \beta'' \rightarrow \beta' \rightarrow \beta$ (Thomas, 1961; Matsuda *et al.*, 2006).

Where GP zones are generally spherical clusters (Esmarili et al., 2003; Panigrahi et al., 2010); β'' precipitates are fine needle shaped zones; β' is rod shaped precipitates and β is an equilibrium phase with Mg₂Si structure(Liu et al., 2015). The

The current issue and full text archive of this journal is available on Emerald Insight at: www.emeraldinsight.com/1708-5284.htm



16/4 (2019) 445–451 © Emerald Publishing Limited [ISSN 1708-5284] [DOI 10.1108/WJE-11-2018-0406]

World Journal of Engineering

Al-Mg-Si alloys are usually strengthened by the meta-stable phases.

However, a scientific debate still exists concerning the precipitation sequence andhardening process in these alloys because this precipitation sequence depends on some parameters, such as the alloy composition as indicated by many authors (Marioara *et al.*, 2006; Fang *et al.*, 2010; Banhart *et al.*, 2010), the aging temperature of the quenched alloys or the previous heat treatment before aging (Banhart *et al.*, 2010). Hamdi and Boumerzoug (2016), investigated a quenched Al-Mg-Si alloy aged at 150° C, 175° C and 200° C. They found that the hardness values during artificial aging at 200° C are higher than that in artificial aging at 150° C.

Because of their use in the electrical engineering field as overhead line conductor for transferring electrical energy over long distances (Yuan and Liang, 2011), the creep resistance of 6101 aluminum alloy needs more interests, because one of the aspects of operational behavior of such conductors is permanent length increases leading to continuous lowering of tension force and as result the conductor being nearer the ground (Knych *et al.*, 2009). In materiel science, creep occurs when a constant stress is applied to a metal for a prolonged period of time, (Smallman and Ngan, 2007). In general, the plot of creep strain depending on time at constant stress can be divided in three characteristic stages: primary, secondary and tertiary stage. Primary stage occurs at the beginning of the tests,

Received 7 December 2018 Revised 5 June 2019

Accepted 4 July 2019

Souad Bettayeb, Zakaria Boumerzoug and Cherif Saib

and creep is most transiently, however in secondary stage, the creep strain rate is constant and does not depend on time and the rate of creep becomes roughly steady and it is called steady state creep, and finally the tertiary stage is characterized by an increasing creep rate until the fracture of the material.

However, a creep mechanism depends on some parameters. For example, Ducki (2011) has been investigated the effect of heat treatments on the creep resistance of austenic Fe-Ni alloy. He has found that the decrease of the creep resistance was due to the occurrence of the secondary phase particles precipitated on grain boundaries which induces intergranular cracks. Xia and Ellyin (1993), found that plastic deformation prior creep testing has also an effect on the material.

Concerning the creep behavior of aluminum and aluminum alloy, a very limited works has been reported in the literature. In our previous work (Diha and Boumerzoug, 2013), the effect of applied different temperature and stress conditions on the lifetime of an industrial aluminum drawn wire has widely studied. From this investigation, the increasing in the stress or temperature accelerates the steady creep rate that produce the decreasing in the lifetime and creep resistance of material. (Beniwal et al., 2010) have investigated the tensile and creep characteristics of the aluminum wire (electric conductor grade aluminum alloy 1350) used in the windings of the 25 kVA distribution transformers under different temperatures and stress conditions. They observed the inclusions present in the aluminum matrix of the conductors which can reduce the creep life, electrical conductivity, creep resistance and reliability of the distribution transformers. The optimum mechanical properties and electrical conductivity of Al-Mg-Si alloys (6xxx series), used as conductors for overhead power lines, are achieved after a standard manufacturing route consisting of solution treatment, water quenching and cold drawing into wires, followed by artificial ageing. Consequently, the selection of the good materials for power transmission lines is a compromise between their mechanical and electrical properties (Pakiela et al., 2014).

However, the aim of this present paper is to present the aging treatment effect at 200°C on creep and hardening behavior of 6101 aluminum alloy manufactured by an industrial wiredrawing process.

2. Experimental procedure

2.1 Materials and processing

The material used in this study is commercial 6101 Al-Mg-Si aluminum alloy wires with 3.15 mm in diameter made by the drawing process. These wires are used in the production of electrical wires. Chemical composition of the alloy is indicated in Table I. All specimens were quenched at 550°C for 3 h in air furnace, followed by cold water quenching. Based on our previous work on non- deformed 6101 Al-Mg-Si aluminum alloy (Hamdi and Boumerzoug, 2016), these quenched samples were aged at 200°C for 2 h, 16 h and 40 h.

Table I Chemical composition of the Al-Mg-Si alloy

Element	Al	Mg	Si	Fe	Cu
Wt.%	98.35	0.625	0.600	0.15	0.015

Volume 16 · Number 4 · 2019 · 445-451

The creep tests on Al-Mg-Si aluminum alloy wires were performed on the cylindrical specimens with the dimensions of 3.15 mm in diameter and 370 mm in length. Each sample was tested under constant stress 100 MPa and constant temperature 150°C. Three samples of drawn wires were tested in a creep machine Figure 1, which is associated with an acquisition system connected by a micro- calculator, which make it possible to measure systematic of wire displacement with an accuracy of 2 μ m and guarantees good unit stability in time by second. The creep tests were run up to the final rupture of the specimens. Vickers hardness measurement was performed after quenched and aged samples using hardness testing machine HVS- 1000 Z instrument with a load of 200 g for 10 sec. Five hardness data were obtained for each sample while the average values were used. Based on hardness measurements of drawn wires, four selected heat-treated samples were submitted to the creep tests. The fracture surface mode of tested specimens by creep tests were analyzed by a scanning electronic microscopy (TESCAN VEGA Easy Probe). The electrical resistivity of heat-treated 6101 alloy was measured by using 4-wire method. The length of the wire was 1 m and 5 measurements were taken and their average values were calculated.

3. Results and discussion

3.1 Hardness measurements

Figure 2 presents the effect of aging time at 200°C on Vickers hardness of the alloy. The hardness of the alloy was substantially influenced by the aging times. The hardness starts to increase rapidly during the first aging time. It has been found that the clusters/GP zones are the early stage precipitates with size of several nanometers. However, the atomic structure and evolution of the early clusters are ambiguous and bebates still remain (He *et al.*, 2018). The maximum hardness value is reached at 16 h of aging, which can be attributed to the β'' phase formation. It has been found that Al-Mg-Si alloys can be strengthened by the precipitation of several metastable phases during aging treatment (Smallman and Ngan, 2007; He *et al.*, 2010). During the precipitation process the supersaturation of

Figure 1 Creep testing machine





solute atoms in aluminum matrix is gradually reduced. The strength is increased because a high density of fine coherent or semi-coherent precipitates nucleates and grows (Esmarili et al., 2003; Fang *et al.*, 2010). It has been reported that the β'' phase contributes to bake hardening in this alloy system (Fang et al., 2010; Masuda et al., 2010). Liao et al. (2013) and Mrówka-Nowotnik (2010), considered that the reason behind the impact of β'' on mechanical properties is not clear, which needs also more investigation. After that, the hardness decreases slightly with the occurrence of the β' and β precipitates as indicated by Fang et al. (2010). β is the final stable phase. Hamdi and Boumerzoug (2016), investigated the reaction kinetics of a quenched Al-Mg-Si alloy aged at 150,175 and 200°C. They found that the hardness values during artificial aging at 200°C are higher than that in artificial aging at 150°C and 175°C, and they attributed the highest hardness to β'' phase formation.

3.2 Creep tests

Figure 3 presents the plotted creep curves of different aged Al-Mg-Si aluminum alloy wires after creep tests performed at 150 ³C and under constant stress 100 MPa. Figure 3(a) gives a general view of the total creep curves, while Figure 3(b) gives more details about primary stage of each tested sample. From Figure 3(a), the creep behavior of different samples is not the same. First of all, the creep curve of a quenched aluminum alloy (reference sample) exhibits three stages (primary, secondary and tertiary) with a long secondary stage. This long secondary stage can be mainly attributed to the development of the successive precipitation reactions at this creep temperature. For this reason, the lifetime of this sample has been prolonged; but the negative behavior of this sample is its high strain value which not requested in overhead aerial power line conductors.

Concerning the creep behavior of the aged materials, the creep curve of quenched and aged materials at 200³C for 40 h presents also three successive stages namely, primary, secondary and tertiary creep and it has a shape characteristic of the accelerated creep stage. The lifetime of this sample is short which is not acceptable. However, the aged materials at 200 ³C for 2 h and 16 h present just primary and tertiary stages. The

Volume 16 · Number 4 · 2019 · 445-451

Figure 3 Creep curves of Al-Mg-Si aluminum alloy wires under constant stress 100 MPa at 150 °C



Notes: (a) Total curves until fracture; (b) primary stages

curve of aged material for 2 h contains a very brief secondary stage. The curve of aged material for 16 h exhibits a short primary stage, an extended secondary stage. However, compared to other aged wires, the wire aged for 16 h has an excellent creep resistance, because it has the lowest strain and long lifetime. This behavior can be attributed to the β'' phase formation which leads to the highest hardness value.

However, the primary stages of the all samples exhibit the same shape but with different kinetics Figure 3(b). We note that the strain of primary stage of quenched specimen reaches 3.86 per cent, whereas approximately 1 per cent for 2 h, 16 h and 40 h specimens. This initial creep behavior of these samples is due to the previous microstructures before the creep test.

Table II gives the main values deduced from the creep curves of quenched and aged materials which gives additional details such as creep lifetime, creep strain of primary stage, creep strain to failure and steady state creep rate. The steady state creep rates of specimens was found $9,49 \times 10^{-6}$ for quenched specimen. However, the steady state creep rate of specimen aged at 2 h is $9,56 \times 10^{-5}$, and it reached $1,37 \times 10^{-5}$ for specimen aged at 16h and $5,74 \times 10^{-5}$ for specimen aged at 40 h. It has been reported that creep speed depends on stress and structure parameters, which have an effect on some phenomenon taking place in material during creep (Knych *et al.*, 2009).

Hardening behavior of 6101 aluminum alloy

Souad Bettayeb, Zakaria Boumerzoug and Cherif Saib

World Journal of Engineering

Volume 16 · Number 4 · 2019 · 445-451

Aging time (min)	Creep lifetime (h)	Strain of primary stage (%)	Strain to failure (%)	Steady state creep rate(1/s)	
0	185,276	3,863	4,684	9,49 × 10 ⁻⁶	
120	14,250	1,397	1,397	$9,56 imes 10^{-5}$	
960	71,324	1,315	1,315	$1,37 imes 10^{-5}$	
2400	16,839	1,561	2,465	$5,74 imes10^{-5}$	

Table II Creep properties of aged Al-Mg-Si aluminum alloy wires under constant stress 100 MPa at 150°C

3.3 Fracture surface behavior

In order to study the fracture mechanism during creep tests, fractographs of fractured surface of the crept samples Figure 4 were analyzed by SEM as presented in Figure 4 and Figure 5.

Figure 5 shows the shape of the fracture zone of the sample which reveals a cup and cone morphology with necking around the periphery of the fracture. This shape of the fractured zone corresponds to the failure mode of most ductile metals.

The examination of the fractured surface by SEM of the necking zone gives more details about the fracture mechanism. We have observed the existence of dimples in all fractured

Figure 4 Selected crept sample of aged Al-Mg-Si aluminum alloy after rupture



Figure 5 General view of the rupture zone of the crept Al-Mg-Si aluminum alloy



sample, but their size decreases by increasing the aging time Figure 6(a)-(d). Generally, these dimples are caused by the nucleation of micro voids followed by growth and coarsening reactions (Beniwal *et al.*, 2010). It has been found that the preferential nucleation sites of the voids are the precipitates of intermetallic phases. Subsequent decohesion process initially proceeded at the interface between matrix and particle (Mrówka-Nowotnik, 2010). This phenomenon was observed in fracture surfaces after a creep process of Al-Mg-Si aluminum alloy wire previously aged at 40 h Figure 6(c), because some particles were observed in the cavities. The size of these particles is approximately 10 μ m which corresponds to the precipitates formed during aging treatment at 200°C.

According to a previous investigation, these cavities nucleated on the grain boundaries at first, and they grew and chained together during deformation (Decker *et al.*, 2004). It has been found by Dlouhý and Strnadel (2008), in Ni-Cr steel, that the ductile fracture is characterized by dimple morphology. Based on our results, the increase of the aging time induces a ductile rupture during a creep test of the aluminum alloy. Consequently, our findings are in agreement with the investigation of Beniwal *et al.* (2010), performed on pure aluminum wire and also are in agreement with our previous work of the rupture mechanism by creep test of heat treated drawn copper wire (Gareh and Boumerzoug, 2016).

3.4 Electrical properties

Figure 7 presents the curve of the resistivity variation during aging treatment at 200°C. The resistivity decreases with the increase of the aging time. This behavior is due to the occurrence of precipitates during the aging treatment at 200°C. In addition, a correlation between the hardness of the aged material and its electrical resistivity can be deduced, because the electrical resistivity curve (Figure 7) and the hardness curve (Figure 2) showed a reciprocal effect, i.e. an increase in one induces a decrease of other and vice versa. Our results are in agreement with the work of Salazar-Guapuriche et al. (2006). The authors found a correlation between strength, hardness, and electrical conductivity for aged aluminum alloy 7010. The highest value of the electrical resistivity during the first stage of aging is due to the solute atoms in matrix and the GP zones formation, because these atoms and particles are more efficient in scattering of electrons than other structural elements (Rositter, 2003; Valiev et al., 2014). The decrease of electrical resistivity can be attributed also to the decrease in the content of solute Mg and Si atoms in matrix during the aging treatment (Murashkin et al., 2015).

Based on creep tests, hardness measurements, and electrical resistivity values of aged Al-Mg-Si aluminum alloy wires at 200°C, the optimum values are obtained after 16hof aging, as shown in Table III. This selection is based on the compatibility Hardening behavior of 6101 aluminum alloy

Souad Bettayeb, Zakaria Boumerzoug and Cherif Saib

Volume 16 · Number 4 · 2019 · 445–451

Figure 6 SEM fractographs of fracture surfaces morphology after creep process of AI-Mg-Si aluminum alloy wires at: (a) quenched at 550°C, aged at: (b) 2 h, (c) 16 h and (d) 40







Table III Optimum values of aged Al-Mg-Si aluminum alloy wires at 200° C for 16 h $\,$

Electrical resistivity	Hardness	Creep lifetime	Strain
(nΩ ·m)	vickers [HV]	(h)	(%)
30,0069385	91,02	71.324	1.315

between the mechanical and electrical properties of this specimen.

The specimen aged at 16 h has the highest hardness value and lowest strain to failure compared to other specimens; however it has the longest lifetime compared to other aged specimens. In terms of electrical resistivity the wire aged at 16 h has the excellent value of electrical resistivity30n Ω .m. According to EN 50183 (2000) European standard, the maximum value of electrical resistivity does not exceed the value 32.9 n Ω .m. Consequently, the aged aluminum alloy at 200°C for 16 h has the optimum properties. Souad Bettayeb, Zakaria Boumerzoug and Cherif Saib

4. Conclusion

The effect of the aging treatment at 200°C on creep and hardening behavior of 6101 aluminum alloy manufactured by an industrial wiredrawing process has been studied. The main results can be summarized as follows:

- The hardness of the alloy was substantially influenced by sequence of the precipitation during the aging treatment at 200°C.
- The results revealed that the creep behavior and particularly the creep life of the material, depends strongly on the aging time at 200°C.
- A ductile rupture is the mechanism of the rupture by creep and its origin is due to the formation of microspores at the necking zone, dimples formation and particles.
- Electrical resistivity and hardness showed a reciprocal effect during the aging treatment at 200°C.

Based on all obtained results, the optimum properties of 6101 aluminum alloy can be obtained after 16 h of aging treatment at 200°C. However, the future research work will be focused on the creep behavior of this material at low temperature.

References

- Banhart, J., Chang, C.S.T., Liang, Z., Wanderka, N., Lay, M. D.H. and Hill, A.J. (2010), "Natural aging in Al-Mg-Si alloys-a process of unexpected complexity", *Advanced Engineering Materials*, Vol. 12 No. 7, pp. 559-571.
- Beniwal, N.S., Rani, R., Gupta, H.O. and Dwivedi, D.K. (2010), "Effect of temperature on tensile and creep characteristics of aluminum wire used in 25 kVA distribution transformers", 2010 Conference Proceedings IPEC, IEEE, pp. 205-208.
- Davis, J.R. (2001), Aluminum and Aluminum Alloys, Alloying: Understanding the Basics, ASM international, pp. 351-451.
- Decker, M.W., Groza, J.R. and Gibeling, J.C. (2004), "Creep properties of an extruded copper–8% chromium–4% niobium alloy", *Materials Science and Engineering: AMaterials Science and Engineering*, Vol. 369 Nos 1/2, pp. 101-111.
- Diha, A. and Boumerzoug, Z. (2013), "Creep behavior of an industrial aluminum drawn wire", Advanced Materials Research, Vol. 629, pp. 90-94.
- Dlouhý, I. and Strnadel, B. (2008), "The effect of crack propagation mechanism on the fractal dimension of fracture surface in steels", *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 75 Nos 3/4, pp. 726-738.
- Ducki, K.J. (2011), "Effect of heat treatment on the structure and creep resistance of austenitic Fe–Ni alloy", *Materials Science and Engineering*, Vol. 47 No. 1, pp. 33-40.
- EN 50183 (2000), "Conductors for over headlines-Aluminummagnesium-silicon alloy wires".
- Esmarili, S., Wang, X., Lloyd, D.J. and Poole, W.J. (2003), "On the precipitation-hardening behavior of the Al-Mg-Si-Cu alloy AA6111", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 34 No. 13, pp. 751-763.
- Fang, X., Song, M., Li, K. and Du, Y. (2010), "Precipitation on sequence of an aged Al-Mg-Si alloy", *Journal of Mining* and Metallurgy, Section B: Metallurgy, Vol. 46 No. 2, pp. 171-180.

 $Volume \ 16 \cdot Number \ 4 \cdot 2019 \cdot 445 – 451$

- Gareh, S. and Boumerzoug, Z. (2016), "Heat treatment effect on the creep of industrial copper wire", *Acta Metallurgica Slovaca*, Vol. 22 No. 3, pp. 181-187.
- Hamdi, I. and Boumerzoug, Z. (2016), "The effect of the artificial aging on the precipitation kinetic in the Al-Mg-Si alloy, phys", *Sci. Appli*, Vol. 6 No. 6, pp. 44-48.
- He, L.Z., Zhang, H. and Cui, J. (2010), "Effects of pre- ageing treatment on subsequent artificial ageing characteristics of an Al- 1.01 Mg- 0.68 Si- 1.78 Cu alloy", *Journal of Materials Science & Technology*, Vol. 26 No. 2, pp. 141-145.
- He, H., Zhang, L., Li, S., Wu, X., Zhang, H. and Li, L. (2018), "Precipitation stages and reaction kinetics of AlMgSi alloys during the artificial aging process monitored by in-Situ electrical resistivity measurement method", *Metals*, Vol. 8 No. 1, p. 39.
- Knych, T., Mamala, A. and Smyrak, B. (2009), "Phenomenology of the creep process of precipitation-hardenable AlMgSi alloy wires for overhead power lines. Experimental tests", *Mechanics of Time-Dependent Materials*, Vol. 13 No. 2, pp. 163-181.
- Liao, H., Wu, Y. and Ding, K. (2013), "Hardening response and precipitation behavior of Al– 7%Si-0.3%Mg alloy in a pre-aging process", *Materials Science and Engineering: AMaterials Science and Engineering*, Vol. 560, pp. 811-816.
- Liu, M., Wu, Z., Yang, R., Wei, J., Yu, Y., Skaret, P.C. and Rovenb, H.J. (2015), "DSC analyses of static and dynamic precipitation of an Al-Mg-Si-Cu aluminum alloy", *Progress in Natural Science: Materials International*, Vol. 25 No. 2, pp. 153-158.
- Marioara, C.D., Nordmark, H., Andersen, S.J. and Holmestad, R. (2006), "Post- β " phases and their influence on microstructure and hardness in 6XXX Al-Mg-Si alloy", *fournal of Materials Science*, Vol. 41 No. 2, pp. 471-478.
- Masuda, T., Takaki, Y., Sakurai, T. and Hirosawa, S. (2010), "Combined effect of pre- aging on bake-hardening behavior of an Al-0.6 mass% Si alloy, mater", *Trans*, Vol. 51 No. 2, pp. 325-332.
- Mrówka-Nowotnik, G. (2010), "Influence of chemical composition variation and heat treatment on microstructure and mechanical properties of 6xxx alloys, mater", *Science and Engineering*, Vol. 46 No. 2, pp. 98-107.
- Murashkin, M., Medvedev, A., Kazykhanov, V., Krokhin, A., Raab, G., Enikeev, N. and Valiev, R.Z. (2015), "Enhanced mechanical properties and electrical conductivity in ultrafine-grained Al 6101 alloy processed via ECAPconform", *Metals*, Vol. 5 No. 4, pp. 2148-2164.
- Pakiela, Z., Ludwichowska, K., Ferenc, J. and Kulczyk, M. (2014), "Mechanical properties and electrical conductivity of Al 6101 and 6201 alloys processed by hydro-extrusion", *IOP Conference Series: Materials Science and EngineeringMaterials Science and Engineering*, Vol. 63, pp. 012120.
- Panigrahi, S.K., Jayaganthan, R., Pancholi, V. and Gupta, M. (2010), "A DSC study on the precipitation kinetics of cryorolled Al 6063 alloy", *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 122 No. 1, pp. 188-193.
- Rositter, P.L. (2003), *The Electrical Resistivity of Metals and Alloys*, Cambridge University Press, Cambridge.

Souad Bettayeb, Zakaria Boumerzoug and Cherif Saib

- Salazar-Guapuriche, M.A., Zhao, Y.Y., Pitman, A. and Greene, A. (2006), "Correlation of strength with hardness and electrical conductivity for aluminum alloy 7010", *Materials Science Forum*, Vols 519/521, pp. 853-858.
- Smallman, R.E. and Ngan, A.H.W. (2007), *Physical Metallurgy* and Advanced Materials, 7th ed., Elsevier.
- Thomas, G. (1961), "The aging characterization of aluminum alloys electro transmission studies of Al-Mg-Si alloys", *Journal of the Institute of Metals*, Vol. 90, pp. 57-63.
- Valiev, R.Z., Zhilyaev, A.P. and Langdon, T.G. (2014), "Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications, John Wiley & Sons, Hoboken.

Volume $16 \cdot Number 4 \cdot 2019 \cdot 445-451$

- Xia, Z. and Ellyin, F. (1993), "An experimental study on theEffect of prior plastic straining onCreep behavior of 304 stainless steel", *Journal of Engineering Materials and Technology*, Vol. 115 No. 2, pp. 200-203.
- Yuan, W. and Liang, Z. (2011), "Effect of Zr addition on properties of Al-Mg-Si aluminum alloy used for all aluminum alloy conductor", *Materials & Design*, Vol. 32 Nos 8/9, pp. 4195-4200.

Corresponding author

Zakaria Boumerzoug can be contacted at: zboumerzoug@ yahoo.fr

For instructions on how to order reprints of this article, please visit our website: www.emeraldgrouppublishing.com/licensing/reprints.htm Or contact us for further details: permissions@emeraldinsight.com

Résumé

Le but de ce travail est de présenter l'effet du vieillissement à 200 °C sur le comportement au fluage et le durcissement structural de l'alliage d'aluminium durcissable 6101 fabriqué par le tréfilage. Les fils obtenus sont utilisés dans les câbles aériens pour le transport de l'électricité. Les tests isothermes de fluage ont été effectuées sous une contrainte constante de 100 MPa et à une température de 150 °C. Des essais de traction et microdureté Vickers ont été également appliqués pour étudier le comportement mécanique de l'alliage vieilli. Des micrographies des fils fracturés après le test de fluage ont été réalisées par microscope électronique à balayage. La résistivité électrique du matériau étudié a été mesurée aux différents temps du traitement de vieillissement. Des observations au microscope optique ont été effectuées sur les échantillons, avant et après le test de fluage pour évaluer le changement microstructural. L'examen par diffraction de rayons X de l'alliage 6101, a été effectué pour caractériser et observer tous les changements structuraux du matériau au cours des différents traitements thermiques. Une relation a été établie entre la séquence de précipitation, les propriétés mécaniques et la résistivité électrique de l'alliage d'aluminium 6101 vieilli. Les propriétés optimales ont été déduites.

Abstract

The main objective of this work is to present the effect of aging at 200 °C on creep and hardening behavior of hardenable 6101 aluminum alloy manufactured by an industrial wiredrawing process. The obtained wires, used for construction of self-supporting overhead aerial power line conductors. The isothermal creep tests were carried out under a constant stress of 100 MPa and at a temperature of 150 °C. The tensile and microhardness Vickers tests were also applied to investigate the mechanical behavior of the aged alloy. Micrographs of the fractured wires by creep tests were performed by scanning electron microscope. The electrical resistivity of the material studied was measured at the different time of the aging treatment. Optical microscopic observations were made on the samples before and after the creep test to evaluate the microstructural change. The X ray diffraction analysis of alloy 6101 was performed to characterize and observe all the structural changes of the material during different heat treatments. We have found the relationship between the precipitation sequence, the mechanical properties, and the electrical resistivity of aged 6101 aluminum alloy. The optimum properties were deduced.

ملخص

إن الهدف من هذا العمل هو دراسة تأثير التعتيق الاصطناعي عند 200 درجة مئوية على سلوك الزحف والتصلب الهيكلي لأسلاك الألومنيوم 6011 المصنعة بسحب الأسلاك. تستخدم الأسلاك في صناعة الكابلات لنقل الكهرباء. أجريت اختبارات الزحف تحت اجهاد قدره 100 ميجا باسكال وفي درجة حرارة 150 درجة مئوية. كما تم تطبيق اختبارات الشد، قياس الصلادة الدقيقة بطريقة فيكرزلدراسة السلوك الميكانيكي للأسلاك الخاضعة لعملية المجانسة والتعتيق الاصطناعي. تم عمل صور مجهرية للأسلاك المكسورة بعد اختبار الزحف عن طريق مسح المجهر الإلكتروني. تم قياس المقاومة الكهربائية للمادة المراد دراستها في أوقات مختلفة للتعتيق، وقد تم تصوير البنية المجهرية باستخدام المجهر الضوئي قبل وبعد اختبار الزحف لتقييم التغييرات الهيكلية للمادة خلال معالجات حرارية مختلفة. تم تأسيس علاقة بين التصلب الهيكلي والخواص الميكانيكية والمقاومة الكهربائية لأسلاك الألمنيوم 6101. وقد تم استوبر البنية المجهرية باستخدام المجهر الميكانيكي والخواص الميكانيكية والمقاومة الكهربائية لأسلاك الألمنيوم 6101. وقد تم المتاح التعتيق.