République Algérienne Démocratique et Populaire

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 :.....



:

•

Thèse présentée en vue de l'obtention du diplôme de **Doctorat en Sciences en : Métallurgie**

Option : Matériaux et Matériaux Métalliques

Etude du fluage des fils d'aluminium tréfilés

Présentée par : Abdallah DIHA

Soutenue publiquement le: 09 / 06 /2014

Devant le jury composé de:

Pr. Mohamed Nadir AMRANE	Professeur	Président	U. Mohamed Khider-Biskra
Pr. Zakaria BOUMERZOUG	Professeur	Rapporteur	U. Mohamed Khider-Biskra
Pr. Mabrouk HECINI	Professeur	Examinateur	U. Mohamed Khider-Biskra
Pr. Djamel BRADAI	Professeur	Examinateur	U STHB- Alger
Pr. Mabrouk BOUABDALLAH	Professeur	Examinateur	ENP- Alger
Dr. Fethi BENKHENAFOU	M.C 'A'	Examinateur	U. Abou Bekr Belkaid Tlemcen

Sédicaces

A la mémoire de mes parents,

« Prions dieu, le tout puissant, de les accueillir dans sa vaste paradis »

A ma femme et mes enfants,

A mon frère Tahar et toutes mes sœurs

Enfin, je n'oublie pas ma famille et tous mes amis, auxquels je suis très reconnaissant.

Remerciements

Je remercie en premier lieu dieu le tout puissant pour m'avoir donné la force, le courage et la volonté d'accomplir ce travail.

Au professeur Zakaria BOUMERZOUG, mon directeur de thèse, les mots me manquent pour vous exprimer ma gratitude. Toutes ces années que j'ai passées à votre coté m'ont permis d'acquérir un esprit critique mieux orienté, une analyse plus claire, une vision de la vie différente de celle que j'avais il y a quelques années. Du fond du cœur, je vous dis : Merci.

Je tiens à témoigner ma gratitude au professeur Mohamed Nadir AMRANE d'avoir accepté la présidence du jury de ma soutenance de thèse.

Je tiens à remercier les membres du jury qui ont pris de leur temps précieux pour porter un regard critique sur mon travail et suggérer de nouvelles pistes de réflexion :

Monsieur Mabrouk HECINI, professeur du Département de Mécanique de l'université de Biskra, Monsieur Djamel BRADAI, professeur du département de Physique de l'université de Science et Technologie de Houari Boumediene Alger, Monsieur Mabrouk BOUABDALLAH, professeur de l'Ecole Polytechnique Alger, Monsieur Fethi BENKHANAFOU, maître de conférence du département de Génie Mécanique de l'université de Tlemcen, merci pour avoir accepté de faire parti de ce jury de thèse.

Je tiens à remercie vivement Monsieur Yazid MAKHLOUF, chef département du personnel et Monsieur Tarek HOUHOU, chef service assurance qualité et technologie de l'E.N.I.CA.B de nous avoir facilité l'accès à l'entreprise et le prélèvement des échantillons.

Un merci particulier pour mon collègue Abdelatif BERIBECHE de sa disponibilité et son aide à la réalisation des essais expérimentaux pour l'accomplissement de ce travail.

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

Pour finir, je tiens à remercier profondément ma famille pour son soutien sans faille au cours de ces années. Sans vous, je n'aurai peut-être pas réussi à mener à bien ce projet. Je vous aime de tout mon cœur.

Liste des symboles

- ε: Déformation (%)
- τ_{cr} : Contrainte critique (MPa)
- **b**: Vecteur de Burgers.
- **T**_f : Température de fusion (°C).
- σ_{LE} : Contrainte de la limite élastique (MPa).
- ε_e: Déformation élastique (%).
- **ε**_p: Déformation plastique (%).
- : Vitesse de Déformation (s⁻¹).
- **m**: Coefficient de sensibilité à la contrainte.
- **n**: Exposant de contrainte.
- ϵ_{R} : Déformation à rupture (%).
- s: Vitesse de fluage stationnaire (s⁻¹).
- μ : Module de cisaillement (N/mm²).
- **ρ**: Densité de dislocations
- V: Vitesse de dislocations
- K: Constante de Boltzman (J/mole).
- **ΔG**: L'énergie d'activation (KJ/mole).
- ΔG_0 : L'énergie d'activation intrinsèque.
- **W** : L'énergie fourni par la contrainte.
- τ^* : Contrainte effective (MPa).
- **V***: Volume d'activation.
- **D**_c: Coefficient de diffusion au cœur de dislocation.
- J: Flux de diffusion.
- : Volume atomique.
- **d**: Taille de grain (μ m).
- **Q**_c: Coefficient de diffusion d'une dislocation coin (KJ/mole).
- **Q**_{app}: L'énergie d'activation apparente (KJ/mole).
- **D**: Paramètre d'endommagement.

Liste des figures

Figure I.1	Déformation d'un solide	4
Figure I.2	Illustration de la mobilité des dislocations et de la déformation plastique	6
Figure I.3	Blocs de cellules et murs denses de dislocations	8
Figure I.4	Effets de la température sur la résistance, résistivité et taille de grain	9
Figure I.5	Principe du tréfilage	10
Figure I.6	Schéma de principe d'une machine simple à tréfiler (ou mono passe)	10
Figure I.7	Changement de texture au cours du tréfilage des fils d'aluminium de diamètre	
	9,5 mm.15% de réduction à chaque passe à une vitesse de 20 m/min	11
Figure I.8	Déformation à vitesse constante	13
Figure I.9	Fluage à contrainte constante	13
Figure I.10	Courbe de fluage expérimental	14
Figure I.11	Courbe classique de fluage	17
Figure I.12	Schéma d'une structure cellulaire	17
Figure I.13	Courbes de Larson Miller d'aluminium et d'alliage d'aluminium 2XXX	19
Figure I.14	Vitesse de déformation stationnaire de l'aluminium sur une large gamme de contraintes, d'après Wu et Sherby	20
Figure I.15	Représentation schématique des modes de déformation	
	en fonction de la température	21
Figure I.16	Glissement des dislocations thermiquement activé des obstacles	23
Figure I.17	Montée d'une dislocation sous l'effet de la diffusion d'une lacune. En gris les atomes en noir un obstacle, les plans cristallins sont représentés en coupe par un trait fin,	i,
	la ligne de dislocation par un trait fort en arrière-plan	24
Figure I.18	Schéma de déformation par fluage-diffusion transgranulaire	29
Figure I.19	Schéma de déformation par fluage-diffusion intergranulaire	29

Figure I.20	Fluage diffusionnel de quatre grains (a), accommodé (b) ou non (c) par le glissement aux joint	30
Figure I.21	Joint glissant avec accommodation par diffusion, d'après Raj et Ashby	30
Figure I.22	Effet de la taille de grain sur la vitesse de fluage d'un cuivre polycristallin	31
Figure I.23	Existence d'une taille de grain optimale pour laquelle la vitesse de déformation	
	Stationnaire est minimale	32
Figure I.24	Carte des mécanismes de déformation de l'aluminium pur en fonction de la température, avec une taille de grain 10μm d'après Ashby	34
Figure I.25	Vitesse de fluage de l'aluminium commercial en fonction	
	de la contrainte et la température	35
Figure I.26	Courbes de fluage, pour des températures ou des contraintes croissantes	36
Figure I.27 -a	Aspect intergranulaire de la rupture des métaux par fluage	37
Figure I.27 -b	Déplacement irréversible des grains le long d'un joint de grain, dû à l'arrivée successive de dislocations, et formation de porosités intergranulaire	37
Figure I.28	Influence de la température sur la vitesse de fluage	39
Figure I.29	Méthode de détermination de l'énergie d'activation de fluage	
	de l'aluminium par saut de température	40
Figure I.30	Energie d'activation apparente de fluage d'aluminium pur en fonction de T/T _f	
	(D'après Sherby et Burke)	41
Figure I.31	Influence de la contrainte sur la vitesse de fluage	42
Figure I.32	Schéma de création d'une cavité par diffusion de lacunes	43
Figure I.33	Joints de grains endommagés par fluage (schéma et micrographie d'un acier	
	Inoxydable austénitique ayant subi un essai de fluage à 600)	44
Figure I.34	Schéma montrant comment des inclusions dans les joints peuvent favoriser la naissance des cavités de flugge en raison du alissement le long du joint	46
Figure 1.35	Formes de runture fraaile d'un acier doux	47
Figure 1.36	Les trois stades de la rupture ductile	47
Figure 1.37	Formes de runture d'aluminium nur (a) runture cisaillée (h) et (c) runture de	.,
94.0 1.37	forme respectivement cuvette et cône	48

vi

Figure I.38	Rupture fragile dans carbure de silicium	49
Figure I.39	Rupture ductile : (a) acier X100, (b) alliage d'aluminium 2024	49
Figure II.1	Courbes de fluage d'aluminium 4N sous différentes	
	contraintes à 293K	53
Figure II.2	Dépendance de la contrainte à la vitesse minimale de fluage pour différents types d'aluminium	54
Figure II.3	L'effet de la température sur les courbes de fluage	
	de l'aluminium déformé sous 27 MPa	54
Figure II.4	Dépendance de la contrainte à la température –compensé de vitesses de fluage déterminées pour les échantillons d'aluminium pur monocristallins et polycristallins	57
Figure II.5	Courbes de fluage à contraintes constantes, montrant les variations de la vitesse de fluage (έ) avec augmentation de la déformation de fluage (ε), déterminée à des contraintes de 1.58 à 4.74 MPa et de 573 K pour un aluminium pur	57
Figure II.6	Dépendance de la contrainte aux vitesses de fluage déterminées à des différentes déformations de fluage	58
Figure II.7	Dépendance de la contrainte à la température –compensé de vitesses de fluage enregistrées à des contraintes au-dessous de 1MPa de L'aluminium pur	59
Figure II.8	Microstructure de l'aluminium 7075 forgé après essai de fluage à 350°C	61
Figure II.9	(a) Courbes de déformation en fonction du temps pour des essais	
62	de 1.9–3.4MPa à 350 C de l'alliage d'aluminium 7075 d'état TTM	
Figure II.10	Caractéristiques des vitesses de fluage tracées en fonction de la contrainte appliquée en échelle double logarithmique à 359°C	66
Figure II.11	Courbe de fluage de cuivre pur	67
Figure II.12	Courbes de fluage d'alliage d'aluminium	69
Figure II.13	Micrographies de MEB des échantillons d'aluminium à l'état initiales	69
Figure II.14	Spectre de composition chimique par EDS	70
Figure II.15	La résistance à la traction en fonction de la température des fils d'aluminium	71
Figure II.16	Fractographies des surfaces fracturées des échantillons d'aluminium en traction	72
Figure II.17	Courbe de fluage d'un fil d'aluminium de 0.8 mm de diamètre à 250°C et 30 MPa	72
Figure II.18	Courbe de fluage d'un fil d'aluminium de 0.8 mm de diamètre à 150°C et 30 MPa	72

Figure II.19	Courbe de fluage d'un fil d'aluminium de 0.8 mm de diamètre à 150°C et 50 MPa	73
Figure II.20	Courbe de fluage d'un fil d'aluminium de 0.8 mm de diamètre à 300°C et 58MPa	73
Figure II.21	Courbe de fluage d'un fil d'aluminium de 0.8 mm de diamètre à 350°C et 58MPa	74
Figure II.22	Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium au fluage	
	faible agrandissement montrant une réduction significative de la section et à fort	
	agrandissement montrant une cupule	75
Figure II.23	Courbe de fluage d'un fil d'aluminium de ϕ = 0.8 mm à 140°C et 40 MPa	75
Figure II.24	Courbe de fluage d'un fil d'aluminium de ϕ = 0.8 à 140 °C et 66.4 MPa	76
Figure II.25	Courbe de fluage d'un fil de cuivre de ϕ = 0.62 mm à 140 °C et 40 MPa	76
Figure II.26	Courbe de fluage d'un fil de cuivre de ϕ = 0.62 mm à 140 °C et 66.4	76
Figure II.27	Comportement globale au fluage de l'alliage 2650-T8 à 175°C, 150°C et 130°C	78
Figure II.28 (a)	L'asymétrie de fluage en traction/compression à 250 MPa et 175°C	78
Figure II.28 (b)	L'effet de 4.9% de pré-déformation préalable à froid sur le fluage	
	à 250 MPa et 175°C	79
Figure II.29	Image du MET, (a) échantillon à l'état reçu (b) flué à 220 MPa et 150°C avec une	
	déformation à la rupture de 7.99 %	79
Figure II.30	Echantillon pré-déformé de 4.9% flue à 200 MPa et 150 °C: (a) taille de sou-micro	
	cavités nucléés sur le joint de grain aux sites des particules du joint de grain, (b) des	
	particules de joint de grain révélées à l'intérieur des cavité	80
Figure II.31	Les cavités des joints de grains présentes dans le cuivre polycristallin	
	La variation de : (a) la déformation de fluage ($arepsilon$) et (b) la vitesse de déformation en	
	fonction du temps normalisé (t/t _f) pour le cuivre polycristallin	82
Figure II.32	La variation de (α) : la déformation de fluage (ε) et (b) : la vitesse de déformation	
	en fonction du temps normalisé (t/t $_{ m f}$) pour le cuivre polycristallin sous 69 MPa et 686	5 K,
	à 30 MPa et 723 K et 10 MPa à 823 K	83
Figure II.33	Courbes des vitesses en fonction de la contrainte à 573 K, 673 K et 773 K	85
Figure II.34	vitesse de fluage en fonction 1/T	85
Figure III.1	Tréfileuse horizontale de type DZWG1250/10,1	88
Figure III.2	Four de traitement thermique	89
Figure III.3	Eprouvettes des fils d'aluminium tréfilés	90

Figure III.4	Machine de traction(SHIMADZU) (LEMHE université paris-sud 11 France)	91
Figure III.5	Machine de fluage	92
Figure III.6	Microscope optique	93
Figure III.7	Microscopie électronique à balayage (MEB)	94
Figure III.8	Diffractomètre des Rayon X	95
Figure III.9	Principe de mesure de microdureté Vickers	96
Figure III.10	Microduromètre type Wolpert Wilson	97
Figure IV.1	Courbes de traction des fils d'aluminium tréfilés (a) ϕ = 2,6 mm et fil machine	
	φ = 9,5 mm, (b) fil tréfilé φ = 1,8 mm	99
Figure IV.2	Courbe de traction d'un fil d'aluminium tréfilé recuit de 2h,	
	à taux de réduction de 96,41 %	99
Figure IV.3	Courbe de traction d'un fil d'aluminium tréfilé recuit de 5h,	
	à taux de réduction de 96,41 %	100
Figure IV.4	Courbe de traction d'un fil d'aluminium tréfilé recuit de 10h,	
	à taux de réduction de 96,41 %	100
Figure IV.5	Courbes de traction des fils d'aluminium tréfilé,	
	et recuits d'un taux de réduction de 96,41	101
Figure IV.6	La résistance à la traction en fonction du temps de recuit,	
	d'un fil d'aluminium à taux de réduction de 96,41 %	101
Figure IV.7	Courbes de traction des fils d'aluminium tréfilés,	
	à taux de réduction 89.76 % en fonction de la température du recuit à t _r =1h	102
Figure IV.8	Effet de la température du recuit sur la résistance	
	à la traction des fils d'aluminium d'un taux de réduction 89,76 % pendant	103
Figure IV.9	Courbes de fluage des fils d'aluminium tréfilés à taux de réduction de	
	96,41 % sous 144 MPa et 130 °C	103
Figure IV.10	Courbe de fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de	
	96,41 % sous 162 MPa et 130 °C	104
Figure IV.11	Courbes de fluage des fils d'aluminium tréfilés à taux de réduction de	
	96,41 % sous 144, 162 MPa et 130 °C	105

Figure IV.12	Courbe de fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de	
	96,41 % sous 126 MPa et 160 °C	105
Figure IV.13	Courbe de fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de	
	96,41 % sous 144 MPa et 160 °C	106
Figure IV.14	Courbe de fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de	
	96,41 % sous 162 MPa et 160 °C	106
Figure IV.15	Courbes de fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de	
	96,41 % sous (σ_1 =126, σ_2 =144, σ_3 =162 MPa) et T = 160 °C	107
Figure IV.16	Courbes de fluage d'un aluminium pur sous 10 à 50 MPa à 200 °C	107
Figure IV.17	Courbe de fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de	
	96,41 % sous 126 MPa et 190 °C	108
Figure IV.18	Courbe de fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de	
	96,41 % sous 144 MPa et 190 °C	108
Figure IV.19	Courbe de fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de	
	96,41 % sous 162 MPa et 190 °C	109
Figure IV.20	Courbes de fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de	
	96,41 % sous (σ_1 =126, σ_2 =144, σ_3 =162 MPa) et T = 190 °C	109
Figure IV.21	Courbes de fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de	
	96,41 % sous (σ_1 =109, σ_2 =126, σ_3 =162 MPa) et T = 210 °C	111
Figure IV.22	Courbes de vitesse du fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de	
	96,41 % sous (σ_1 =144, σ_2 =162 MPa) et T = 130 °C	111
Figure IV.23	Détermination de l'exposant de contrainte pour 130 °C variés à 473 K	113
Figure IV.24	Courbes de vitesse du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 %	
	sous (σ_1 =126, σ_2 =144, σ_3 =162 MPa) et T = 160 °C	115
Figure IV.25	Courbes de vitesse en fonction du temps d'aluminium pur	115
Figure IV.26	Détermination de l'exposant de contrainte pour 160 °C	116
Figure IV.27	Courbes de vitesse du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 %	
	sous (σ_1 =126, σ_2 =144, σ_3 =162 MPa) et T = 190 °C	118
Figure IV.28	Détermination de l'exposant de contrainte pour 190 °C	118
Figure IV.29	Détermination de l'exposant de contrainte pour 210 °C	119

ix

Figure IV.30	Log vitesse de fluage en fonction de log contrainte pour aluminium pur	
	à l'état reçu et pour des échantillons ont subi un processus d'ECAP	
	sous des contraintes variés à 200 °C	120
Figure IV.31	Détermination des exposants de contrainte pour 130, 160, 190 et 210 °C	120
Figure IV.32	Courbes de fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 %	
	à (T_1 =160, T_2 =190 et T_3 =210 °C) et σ = 126 MPa	122
Figure IV.33	Détermination de l'énergie d'activation pour 126 MPa	123
Figure IV.34	Courbes de fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % à (T_1 =130, T2 =160, T_3 =190 °C) et σ = 144 MPa	125
Figure IV.35	Détermination de l'énergie d'activation apparente pour 144 MPa	126
Figure IV.36	Courbes de fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % à (T_1 =130, T_2 =160, T_3 =190 °C) et σ = 162 MPa	127
Figure IV.37	Détermination de l'énergie d'activation apparente pour 162 MPa	128
Figure IV.38 Figure IV. 39	Détermination des énergies d'activation apparentes pour 126, 144 et 162 MPa Courbes de fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 92.45 %	129
	sous (σ_1 =88, σ_2 =106, σ_3 =123 MPa) et T = 200 °C	130
Figure IV.40	Courbes de déformation par fluage en fonction du temps d'aluminium pur sous	
	contrainte (σ_1 =20, σ_2 = 23.1, σ_3 =31 MPa) et T = 200 °	130
Figure IV.41	Détermination de l'exposant de contrainte pour 200 °C	133
Figure IV. 42	Courbes de fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 92.45 %	
	sous (T_1 =200, T_2 =210, T_3 = 250 °C) et σ = 94 MPa	135
Figure IV.43	Détermination de l'énergie d'activation apparente pour 94 MPa	136
Figure IV.44	Energie d'activation en fonction de la température d'un aluminium pur	136
Figure IV. 45	Courbes de fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 89,76 % sous (σ_1 =63, σ_2 =69, σ_3 =74 MPa) et T = 250 °C	138
Figure IV.46	Courbe de fluage d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % et recuit à 400 °C de 15 min, sous (T=160 °C et σ = 91 MPa)	139
Figure IV.47	Courbe de fluage d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 %	
	et recuit à 400 °C de 30 min, sous (T=160 °C et σ = 91 MPa	139

Figure IV.48	Courbe de fluage d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 %	
	et recuit à 400 °C de 1h, sous (T=160 °C et σ = 91 MPa	140
Figure IV.49	Courbe de fluage d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 %	
	et recuit à 400 °C de 2h, sous (T=160 °C et σ = 91 MPa)	141
Figure IV.50	Courbe de fluage d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 %	
	et recuit à 400 °C de 5 h, sous (T=160 °C et σ = 91 MPa)	141
Figure IV.51	Courbes de fluage des fils d'aluminium tréfilés à taux réduction de 96,41 %	
	et recuit à 400 °C de 15 min, 30 min, 1 h, 2 h et 5 h, sous (T=160 °C et σ = 91 M	'Pa) 142
Figure V.1	Evolution de la microstructure du fil d'aluminium tréfilé ϕ = 2,61 mm, pré-défor	mé de
	92.45 % au cours respectivement du 1 ^{er} stade ; 2 ^{eme} stade ; 3 ^{eme} stade du fluage	? (a), (b),
	(c) à 250 °C sous 94 MPa. (a), (b), (c) Coupe longitudinale ; (d), (e), (f) Coupe	
	transversale	145
Figure V.2	Figure V.2: Evolution de la microstructure en coupe longitudinale du fil d'alumi	nium
	tréfilé à taux de réduction de 96.41 % et recuit à 400 °C pendant 1h, (a) : avant	fluage,
	(b) : 1 ^{er} stade, (c) : 2eme stade et (d) : 3 ^{eme} stade du fluage	
	et sous 91 MPa et 160 °C	147
Figure V.3	Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé à taux réduct	tion
	96.41 % et flué sous 126 MPa à 160 °C (a) : fort agrandissement (x600) ;	
	(b) : faible agrandissement (x120)	149
Figure V.4	Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé à taux réduc	tion
	96.41 % et flué sous 144 MPa à 160 °C (a) : fort agrandissement (x600) ;	
	(b) : faible agrandissement (x120)	150
Figure V.5	Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé à taux réduc	tion
	96.41 % et flué sous 162 MPa à 160 °C (a) : fort agrandissement (x600) ;	
	(b) : faible agrandissement (x120)	151
Figure V.6	Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé à taux réduc	tion
	96.41 % et flué sous 126 MPa à 190 °C (a) : fort agrandissement (x600) ; (b) : fa	aible
	agrandissement (x120)	153
Figure V.7	Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé à taux réduct	ion
	96.41 % et flué sous 144 MPa à 190 °C	154

xi

X

Figure V.8	Ire V.8 Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé à taux réd	
	96.41 % et flué sous 162 MPa à 190 °C (a) : fort agrandissement (x600) ; (b) : faible	
	agrandissement (x120)	155
Figure V.9	Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé d'un taux réducti	on
	96.41 % et recuit pendant 15 min à 400 °C et flué sous 91 MPa à 160 °C (a) : fort	
	agrandissement (x600) ; (b) : faible agrandissement (x120)	157
Figure V.10	Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé d'un taux réducti	on
	96.41 % et recuit pendant 30 min à 400 °C et flué sous 91 MPa à 160 °C	158
Figure V.11	Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé d'un taux réducti	on
	96.41 % et recuit pendant 1h à 400 °C, et flué sous 91 MPa à 160 °C	159
Figure V.12	Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé d'un taux réduct	ion
	92.45 % et flué sous 131 MPa à 100 °C	160
Figure V.13	Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé d'un taux réducti	on
	92.45 % et flué sous 134 MPa à 100 °C	161
Figure V.14	Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé d'un taux réducti	on
	92.45 % et flué sous 137 MPa à 100 °C	163
Figure V.15	Spectres de DRX d'un fil d'aluminium tréfilé de ε = 92,45 % flué (a) : fil non flué, (b)	
	stade primaire, (c): secondaire et (d): tertiaire à 100 °C sous 131 MPa	165
Figure V.16	Fiche ASTM de l'aluminium pur	166
Figure V.17	Courbes de dureté et de la résistance à la traction en fonction du temps de recuit d'	un
	fil d'aluminium tréfilé de ε = 96.41 % et recuit à 400 °C pour des temps de maintien	de
	15 min, 30 min, une heure, deux heurs et cinq heures	167
Figure V.18	Courbe de dureté du stade tertiaire de fluage d'un fil d'aluminium tréfilé de ε = 96.4	11 %
	et recuit à 400 °C pour un temps de maintien de 1h, flué sous 91 MPa et 160 °C	167

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1	Les paramètres de fluage d'un aluminium pur	42
Tableau II.1	Valeurs des exposants de contrainte	86
Tableau II.2	Valeurs des énergies	86
Tableau III.1	Valeurs des taux de réduction	88
Tableau III.2	Caractéristiques physiques du fil d'aluminium	89
Tableau III.3	Composition chimique du fil d'aluminium (composition massique %)	89
Tableau IV.1	Détermination de l'exposant de contrainte n pour 130°C	113
Tableau IV.2	Détermination de l'exposant de contrainte n pour 160 °C	116
Tableau IV.3	Détermination de l'exposant de contrainte n pour 190°C	118
Tableau IV.4	Détermination de l'exposant de contrainte n pour 210 °C	119
Tableau IV.5	Valeurs d'exposant de contrainte en fonction de la température	120
Tableau IV.6	Valeurs caractéristiques de fluage à 126 MPa	123
Tableau IV.7	Valeurs caractéristiques de fluage à 144 MPa	125
Tableau IV.8	Valeurs caractéristiques de fluage à 144 MPa	128
Tableau IV.9	Valeurs de l'énergie d'activation apparente de fluage en fonction de la contrainte	129
Tableau IV.10	Valeurs caractéristiques de fluage à 200 °C	133
Tableau IV.11	Valeurs caractéristiques de fluage à 94 MPa	136
Tableau IV.12	Valeurs caractéristiques de fluage à 91 MPa	142

Sommaire

Remerciements	iii	
Liste des symbolesiv		
Liste des figures	V	
Liste des tableaux	xiii	
Introduction générale	1	
Chapitre I		
Théorie de fluage		
I Déformation	4	
I. Deformation álactique et análastique	4	
I.2 Déformation plastique		
I 2 1 Mobilité des dislocations et déformation	5	
L2.2 Types de déformations	7	
I.2.2.1 Déformation à froid	7	
I.2.2.2 Déformation à chaud	9	
I.3 Procédés de mise en forme des métaux	10	
I.3.1 Introduction	10	
I.3.2 Tréfilage	10	
I.3.2.1 Principe	10	
I.3.2.2 Tréfileuse simple	10	
I.3.2.3 Texture de tréfilage	11	
I.4 Types de sollicitation:	11	
I.4.1 Caractéristiques essentielles de la déformation plastique	12	
I.4.2 Influence de la température et de la contrainte	13	
I.5 Généralités sur le fluage	14	
I.5.1 Définition	14	
I.5.2 Principe	14	
I.6 Approche macroscopique	18	
I.6.1 Modèles de prédiction du temps de rupture ou de la déformation critique	ue 18	

I.6.1.1 Principe	18
I.6.1.2 Relation de Monkman-Grant	18
I.6.1.3 Modèles de type Larson-Miller	18
I.6.2 Modèles basés sur la vitesse de déformation stationnaire	19
I.7 Approche microscopique	20
I.7.1 Les différents mécanismes de fluage	20
I.7.1.1 Fluage dislocations	21
I.7.1.2 Fluage-diffusion et glissement intergranulaire	25
I.7.1.3 Influence de la taille de grain sur la vitesse de déformation	31
I.7.1.4 Relations entre les paramètres mécaniques et l'existence de sous grains	33
I.7.2 Carte d'Ashby	33
I.7.3 Influence de la contrainte et de la température	34
I.7.4 Méthodes de détermination de l'énergie d'activation	37
I.7.4.1 Introduction	37
I.7.4.2 Diagramme $\text{Log}\varepsilon', \frac{1}{T}$. Méthode isotherme	38
I.7.4.3 Saut de température	39
I.7.4.4 Variation de l'énergie d'activation avec la température	40
I.7.5 Relation entre la vitesse de déformation et la contrainte	41
I.8 Endommagement par fluage	43
I.8.1 Les facteurs de prévision	44
I.8.2 Naissance des cavités	45
I.8.3 Croissance des cavités	46
I.9 Modes de rupture	46
I.9.1 Rupture élastique fragile	46
I.9.2 Rupture plastique fragile	46
I.9.3 Rupture ductile	47
I.9.4 Aspects microscopiques de la rupture	48
I.10 Conclusion partielle	49

Chapitre II Fluage d'aluminium

II.1 Introduction	51
II.2 Fluage à basse température d'aluminium de haute pureté	51
II.2.1 Introduction	51
II.2.2 Essais de fluage	52
II.2.2.1 Effet de la contrainte	52
II.2.2.2 Effet de la température	53
II.3 Théories et prédictions du comportement au fluage à haute température.	55
II.3.1 Introduction	55
II.3.2 Essais de fluage	56
II.4 Comportement au fluage à faible contrainte de l'alliage d'aluminium 7075 de haute	
résistance	59
II.4.1 Introduction	59
II.4.2 Effet du traitement thermique	60
II.4.3 Essais de fluage	61
II.5 Influence du travail à froid sur le fluage des métaux	64
II.5.1 Introduction	64
II.5.2 Essais de fluage	65
II.6 L'effet de la température sur les caractéristiques de traction et du fluage d'un fil	67
d'aluminium utilisé dans les bobines des transformateurs de distribution	
II.6.1 Introduction	67
II.6.2 Analyse microstructurale	68
II.6.3 Essais de traction	69
II.6.4 Essais de fluage	71
II.6.5 Essais du fluage comparatif	74
II.7 Identification de l'endommagement de l'alliage d'aluminium 2650-T8 au fluage	76
II.7.1 Introduction	76
II.7.2 Essais de fluage	77
II.8 Fluage du cuivre polycristallin	80
II.8.1 Introduction	80
II.8.2 Essais de fluage	81
II.8.3 Analyse microstructurale	81

II.9 Fluage des fils de cuivre tréfilés	
II.9.1 Introduction	83
II.9.2 Essais de fluage	84
II.9.3 Détermination de l'exposant de contrainte et de l'énergie d'activation	85
II.10 Conclusion partielle	86

Chapitre III

Matériau étudié et techniques expérimentales

III.1 Introduction	87
III.2 Tréfilage	87
III.3 Matériau étudié	88
III.3.1 Traitement de recuit	89
III.3.2 Eprouvettes de fluage et de traction	90
III.3.2.1 Forme et dimension	90
III.4 Essais mécaniques	90
III.4.1 Essais de traction	90
III.4.2 Essais de fluage	91
III.4.3 Microdureté Vickers	92
III.5 Techniques expérimentales	94
III.5.1 Microscopie optique	94
III.5.1.1 Préparation métallographique	95
III. 5.2 Microscopie électronique à balayage	95
III. 5.3 Analyse par diffraction des rayons X	96

Chapitre IV

Essais mécaniques

IV.1 Introduction	98
IV.2 Essais de traction	98
IV.3 Essais de fluage	103
IV.3.1 Fluage des fils tréfilés à taux de réduction de 96,41 %	103
IV.3.1.1 Effet de la contrainte	103

	IV.3.1.2 Effet de la température	121
	IV.3.2 Fluage des fils tréfilés à taux de réduction de 92,45%	129
	IV.3.3 Fluage des fils tréfilés à taux de réduction de 89,76%	137
	IV.3.4 Fluage des fils tréfilés et recuit à taux de réduction de 96,41%	138
IV.4	Microduireté Vickers	143
	IV.4.1 Microdureté d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction 96.41 % et recuit	143

Chapitre V

Caractérisations microstructurales

V.1 Introduction	144
V.2 Microscopie optique	144
V.2.1 Microstructure du fil tréfilé à taux de réduction 92.45 %	144
V.2.2 Microstructure du fil tréfilé à taux de réduction 96.41 %	146
V.3 Caractérisation par microscopie électronique à balayage	148
V.3.1 Microstructure des fils d'aluminium tréfilés à taux réduction 96,41 %	148
V.3.2 Microstructure du fil d'aluminium tréfilé et recuit à taux réduction 96,41%	157
V.3.3 Microstructure du fil d'aluminium tréfilé à taux réduction 92.45 %	161
V.4 Caractérisation par diffraction des rayons X	
V.4.1 Caractérisation d'un fil d'aluminium à taux réduction 92.45 % flué	
à 131 MPa et 100°C	164
Conclusion générale	
Références bibliographiques	171

Introduction générale

Introduction générale

La présence de l'aluminium se manifeste dans tous les secteurs de l'activité économique. Ce succès industriel et commercial de l'aluminium s'explique par ses pertinentes caractéristiques physiques et chimiques, telles que sa faible densité, sa basse température de fusion et son importante résistance à la corrosion [1].

C'est un métal résistant aux sollicitations mécaniques ; sa résistance peut augmenter par effet d'alliage ou par traitement à froid. La conductivité électrique de l'aluminium est de l'ordre de deux tiers de celle du cuivre ; en utilisant l'aluminium comme conducteur électrique plutôt que le cuivre, on réalise une économie de 50 % sur le poids. La conductivité thermique de l'aluminium est de l'ordre de 60 % de celle du cuivre, ce qui justifie son utilisation dans différents domaines. L'aluminium se substituait au cuivre pour la fabrication des câbles de transmissions à haut voltage d'électricité. Par ailleurs les fils électriques en aluminium étaient de plus en plus utilisés pour les installations électriques et résidentielles [2].

En raison de la diversité des caractéristiques mécaniques et électriques de l'aluminium citées auparavant, nous constatons l'utilisation des câbles en aluminium dans le transport d'énergie électrique. Dans le réseau électrique aérien, ces câbles subissent en plus de leur propre poids, ils sont soumis à plusieurs surcharges tels que des dépôts de neige, de glace ou de pluie, ainsi que l'action du vent, cela représente un poids apparent de ces derniers, ajoutant à cela le passage du courant produit également un chauffage localisé intense qui peut être suffisant pour provoquer un allongement permanent du conducteur. Ce phénomène est appelé fluage.

Pour plusieurs métaux, ce phénomène de fluage se développe à haute température. A haute température, il ne suffit plus de se placer en dessous de la limite d'élasticité pour éviter de provoquer l'apparition de déformations irréversibles, en effet il faut tenir compte du facteur temps, car les métaux deviennent viscoplastiques à haute température. En outre, il est observé que le matériau s'endommage au cours du temps ce qui conduit finalement à sa rupture par fluage [3].

Un essai de fluage conventionnel consiste à suivre la déformation d'un matériau induite par l'application d'une contrainte constante au cours du temps à une température également constante, cet essai se caractérise par trois stades, plus au moins apparents selon le matériau, la température, et la contrainte considérée. Le stade I dit de **« fluage primaire ou transitoire »** dans lequel la vitesse de déformation décroît avec le temps, le stade II ou **« fluage secondaire ou stationnaire »** pendant lequel la vitesse est constante, enfin le stade III, appelé **« fluage tertiaire »** où la vitesse de déformation s'accélère, et aboutit à la rupture du matériau.

Les industriels cherchent toujours la durabilité des matériaux, la plus longue possible en service, sous les différentes conditions environnementales. D'une manière générale pour utiliser un matériau dans une application, il est important de bien connaitre ses propriétés mécaniques, cette connaissance permet de prédire quel comportement le matériau aura s'il est soumis à une contrainte et une température lors de son utilisation.

C'est dans ce contexte que le présent travail de thèse a été défini en vu de caractériser le comportement au fluage des fils d'aluminium tréfilés. Pour comprendre au mieux les processus de déformation et leurs effets sur les différentes propriétés du matériau, comme la vitesse minimale de fluage, la ductilité, la durée de vie, ainsi que les endommagements engendrés par l'ensemble des contraintes et températures que subissent ces fils en service. En se basant notamment sur les données que nous avions collectées de plusieurs essais de fluage.

Ces fils sont obtenus par un processus de tréfilage, qui est une technique de mise en forme à froid des métaux qui permet de réduire la section d'un fil, par déformation plastique, en le tirant à travers l'orifice calibré d'une filière sous l'action d'une force de traction et en présence d'un lubrifiant [4]. Ces fils sont produits de l'entreprise des industries du câble de Biskra (E.N.I.CA.B). Pour mieux connaître les propriétés mécaniques de ces fils tréfilés et surtout de contribuer à une meilleure compréhension de la nature des mécanismes responsables du fluage. Plusieurs essais mécaniques ont été appliquées, tels que des essais de traction réalisés dans un laboratoire en France, ainsi que des essais de fluage réalisés sur une machine conçus au niveau de notre atelier. Elle est équipée d'un four électrique où l'acquisition de la déformation et du temps se font par PC. Pour une analyse plus profonde de nos échantillons, suite aux évolutions microstructurales, nous avons utilisé également d'importantes techniques d'observation, telles que la microscopie optique, la microscopie électronique de balayage (MEB), la diffraction des rayons X et la microdureté Vickers. Le travail de thèse est structuré en cinq chapitres :

Le **premier chapitre** présente une étude bibliographique sur la déformation plastique ainsi que les différentes sollicitations mécaniques qui l'ont causées. Nous décrivons par la suite la théorie du fluage d'une manière générale, en se basant à expliciter les différents mécanismes physiques de la déformation en fluage et on introduit les paramètres qui permettent de les identifier, tels que le calcul de l'exposant de contrainte, l'énergie d'activation ainsi que les types d'endommagements microstructurales qui l'en suit.

Dans le **deuxième** chapitre nous présentons quelques travaux antérieurs sur le comportement au fluage d'aluminium et ses alliages en particulier, ainsi que d'autres matériaux comme le cuivre polycristallin afin d'avoir une idée claire sur le comportement au fluage des matériaux métalliques.

Dans le **troisième chapitre**, le matériau étudié ainsi que les essais mécaniques et techniques expérimentaux d'observation et d'analyse utilisés dans le cadre de notre étude sont présentés d'une manière détaillée.

Le **quatrième chapitre** est consacré à l'étude des résultats obtenus de différents essais mécaniques tels que la traction et le fluage et leurs discutions.

Le **cinquième chapitre** traite les résultats de différents techniques expérimentales utilisées pour les diverses caractérisations microstructurales et leurs interprétations.

En fin, nous terminons par une conclusion générale et nous discutons également les perspectives.

Chapitre I Théorie de fluage

I. Déformation

Lorsqu'un solide, c'est-à-dire un cristal ou un agrégat de cristaux, est soumis à un système de contraintes extérieures, il répond à cette sollicitation en se déplaçant ou en se déformant. Considérons (Figure I.1) deux points P et Q voisins, d'un solide continu initialement non déformé, soient X_i et x_i+dx_i (i = 1, 2, 3) leurs coordonnées dans un système de coordonnées rectilignes orthogonales, le carré de la distance des points P, Q est donné par :

$$ds^2 = \sum (dx_i)^2.$$

En réponse à la sollicitation, les points P et Q viennent respectivement en P' et Q' de coordonnées X_i et Xi+d X_i le carré de la distance des points P', Q' est donné par :

 $dS^2 = \sum_i (dXi)^2$.

Il y a déformation si $dS^2 \neq ds^2$.



Figure I.1: Déformation d'un solide [5].

Dans tout ce qui suivra, nous ne nous intéresserons qu'aux systèmes dans des régimes de contrainte très simples. Nous considérerons en général une composante non nulle du tenseur des contraintes que nous désignerons par σ et la déformation correspondante sera simplement désignée par ϵ . Il y a un couplage énergétique entre la contrainte (sollicitation) et la déformation (réponse) et pour tout solide continu déformé, on peut définir une densité locale d'énergie emmagasinée, δ_W .

I.1 Déformation élastique et anélastique

Dans ce cas, la densité d'énergie emmagasinée est une fonction d'état, c'est-à-dire qu'elle dépend uniquement de l'état initial et de l'état final et non du chemin parcouru. Cela implique que pour un cycle fermé on revient à l'état initial. Si on supprime la contrainte la déformation s'annule donc, ce que l'on peut formuler en disant qu'il y a une déformation résiduelle nulle. Il faut alors distinguer deux cas :

a) Il n'y a pas de dissipation d'énergie pendant le processus de déformation, c'est-à-dire que toute l'énergie dépensée a été emmagasinée dans le solide et est intégralement restituée si on supprime la contrainte : on dit alors que la déformation est élastique [5].

La déformation élastique ne provoque pas de modification permanente perceptible de structure et de propriétés du métal, la charge appliquée ne produit qu'un déplacement relatif et parfaitement réversible des atomes ou le pivotement des blocs de cristal. En traction d'un monocristal, les atomes s'éloignent l'un de l'autre, et en compression, ils se rapprochent. Un tel écart à partir d'un état d'équilibre compromet le bilan des forces d'attraction et de répulsion électrostatique. C'est pourquoi après la suppression de la charge, les forces d'attraction et de répulsion remettent les atomes déplacés à l'état d'équilibre de départ et les cristaux reprennent leur forme et leurs dimensions initiales [6].

Dans ce cas, la déformation est instantanée lors de l'application de la contrainte et le retour à l'état non déformé lors de la suppression de la contrainte est également instantané. En un mot, la déformation est indépendante du temps.

b) Il y a dissipation d'énergie pendant le processus de déformation. La déformation est alors dite anélastique. Ceci se traduit par le fait que la réponse est en retard sur la sollicitation : si on applique instantanément une contrainte σ , la déformation élastique correspondante n'est atteinte qu'au bout d'un temps qui peut être infini. Il est donc clair que la déformation dépend du temps [5].

I.2 Déformation plastique

La densité d'énergie emmagasinée n'est pas une fonction d'état et dépend du chemin parcouru lors de la déformation : on ne revient pas à l'état initial au bout d'un cycle fermé. Il en résulte que si on supprime la contrainte, il subsiste une déformation résiduelle et le solide n'a pas la même énergie interne qu'avant la déformation. Dans les cristaux, la déformation plastique peut se produire par glissement ou maclage. Le glissement (déplacement) des parties isolées d'un cristal l'une par rapport à l'autre et se produit sous l'effet des contraintes tangentielles, lorsque ces contraintes atteignent une valeur critique déterminée(τ_{cr}) [6].

La déformation résiduelle est appelée déformation plastique, elle dépend de l'histoire de l'échantillon et n'est pas en général une fonction univoque de la contrainte qui l'a provoquée. Ce n'est donc pas non plus une fonction d'état, à la différence des déformations élastique et anélastique.

Les caractéristiques essentielles de la déformation plastique sont connues par des expériences, en général effectuées dans des conditions assez simples de sollicitations. Nous allons brièvement énumérer ceux qui sont les plus utilisés dans les études de plasticité à haute température.

I.2.1 Mobilité des dislocations et déformation

La particularité des dislocations, par rapport aux joints de grains et autres défauts cristallins, c'est qu'elles sont aisément mobiles. Ainsi, si l'on soumet un cristal sans défaut à une contrainte de cisaillement il se déforme d'abord élastiquement, puis une source de dislocation peut être activée et le défaut se déplace de proche en proche.

La déformation plastique d'un élément de volume est acquise lorsqu'une dislocation a débouché à la surface de l'élément de volume (Figure I.2). Les dislocations qui débouchent en surface peuvent provenir de l'extérieur et traverser le volume de part en part ou bien être créées à l'intérieur du volume au niveau d'une source de dislocations. La déformation plastique provient donc du flux des dislocations à travers les frontières de l'élément de volume représentatif. Tant que les dislocations n'ont pas débouché en surface, il existe des contraintes internes dans l'élément de volume, dues à la distorsion du réseau cristallin autour des dislocations stockées dans cet élément de volume. Ainsi le mécanisme de déformation plastique est bien un glissement relatif de plans cristallin, mais ce glissement s'effectue progressivement par l'intermédiaire du glissement de défauts mobiles appelés dislocations.

Les dislocations étant d'efficaces concentrateurs de contraintes, la contrainte de cisaillement nécessaire au glissement relatif de deux plans cristallin est bien plus faible en présence qu'en l'absence de dislocations.

En revanche, le mouvement des deux plans cristallins n'est pas instantané, il faut aux dislocations le temps de balayer toute la surface du cristal pour obtenir un déplacement relatif **b**, aussi ce mécanisme est-il sensible à la vitesse de déformation. Ce phénomène est non négligeable sur les métaux et doit être pris en compte, pour des températures élevées ($T/T_f > 1/2$) ou pour de très grandes gammes de vitesses de déformation.



Figure I.2 : Illustration de la mobilité des dislocations et de la déformation plastique [3].

La déformation plastique (notée ici ε) dans le matériau est représentée en fonction de la position dans le cristal. Entre deux dislocations de signes opposés le matériau a subi une déformation b/h

où b est le vecteur de Bürgers et h la hauteur de la bande de cristal considéré. Comme les dislocations glissent sur leur plan cristallin, les distorsions du réseau cristallin gênent leur mouvement. Tous les défauts cristallins constituent donc des obstacles au mouvement des dislocations et sont donc susceptibles d'augmenter la contrainte d'écoulement du matériau. Parmi ces défauts, on peut citer en premier lieu les dislocations elles-mêmes, c'est ce qui explique pourquoi lorsqu'on déforme plastiquement un matériau, il peut présenter un écrouissage isotrope. Il faut créer et faire glisser des dislocations pour obtenir une déformation plastique, mais ces dislocations sont un obstacle au glissement d'autres dislocations. Ainsi progressivement le matériau se durcit lorsqu'on le déforme plastiquement.

D'autres obstacles peuvent aussi gêner ou empêcher le mouvement des dislocations, les joints de grains, les précipités, la solution solide etc. ...Aussi réalise-t-on des matériaux à structure complexe afin d'augmenter leur contrainte d'écoulement [3].

I.2.2 Types de déformations

I.2.2.1 Déformation à froid

On appelle déformation à froid celle qui s'effectue aux températures inférieures à la température de recristallisation [6]. La déformation plastique à froid conduit à l'écrouissage du matériau, donc à son durcissement. Cet écrouissage dépend de la composition chimique du matériau, du taux de déformation appliqué et des conditions de déformation (température, vitesse et mode de déformation). En effet, la déformation à froid entraîne une importante augmentation de la densité de dislocations (i.e. énergie élastique stockée) dans le matériau. Il s'ensuit une hétérogénéité de la microstructure et de la texture cristallographique à l'intérieur des grains. Pour conférer au matériau les propriétés mécaniques souhaitées, celui-ci est recuit après déformation. Ce recuit conduit à une réorganisation de la microstructure par diminution ou suppression des obstacles les plus importants aux mouvements des dislocations. Lors du traitement thermique après déformation, deux phénomènes plus ou moins concurrents ont lieu : la restauration et la recristallisation. Ces deux types d'évolution structurale ont la même force motrice c'est-à-dire l'énergie élastique emmagasinée au cours de la déformation à froid [7].

Lors d'une déformation à froid, la microstructure évolue en fonction du taux de déformation. Au cours du premier stade de déformation, les grains se subdivisent, changent de forme et s'allongent selon la direction de sollicitation. Une sous-structure de dislocations apparaît à l'intérieur des grains, dépendant de leur orientation cristallographique [8,9]. La subdivision des

grains donne lieu à une configuration cellulaire (blocs de cellules) constituée de "parois" à forte densité de dislocations entourant des volumes à faible densité de dislocations.

Quand le taux de déformation augmente, les parois des cellules s'affinent pour former des sousjoints (Figure I.3). Cette transformation est accompagnée par une diminution de la taille des cellules [10,11] ainsi que par une augmentation progressive de leur désorientation (1° à environ 5°). Les joints de blocs des cellules sont identifiés comme étant des murs denses de dislocations (Dense Dislocations Walls DDW) [12,13]. Pour les fortes déformations, d'autres formes d'hétérogénéités apparaissent :

◆Des microbandes constituées par des cellules de dislocations de taille plus faible que la valeur moyenne des cellules de dislocations au sein du même matériau.

• Des bandes de cisaillement, typiquement à 30 ou 40° de la direction de sollicitation, sous forme de longues bandes d'épaisseur 0,1 à 2 μ m et de longueur 10 à 100 μ m [14]. La localisation de la déformation dans ces bandes est d'autant plus importante que la température et l'énergie de défauts d'empilement sont faibles.

• Des bandes de transition séparent des zones adjacentes fortement désorientées d'un même grain. Elles sont souvent parallèles à la direction de déformation principale et accommodent des désorientations supérieures à 20° sur des épaisseurs de 1 à 2 μ m. La déformation plastique crée également une quantité importante de défauts ponctuels (lacunes et interstitiels), mais qui s'éliminent en grande partie soit pendant la déformation (restauration dynamique si T \geq 0,2 T_f), soit lors d'un recuit ultérieur même à basse température [7].



Figure I.3: Blocs de cellules et murs denses de dislocations [15].

I.2.2 .2 Déformation à chaud

La déformation est dite à chaud si elle se fait à une température supérieure à celle de recristallisation, pour obtenir une structure complètement recristallisée. A ces températures, la déformation produit également un effet durcissant (écrouissage à chaud), éliminée partiellement ou complètement par polygonisation et recristallisation réalisées aux températures de traitement et suivis de refroidissement. A la différence d'une polygonisation et d'une recristallisation statique examinées dans ce qui procède, les processus de polygonisation et recristallisation associées à la déformation sont dits dynamiques. Dans le traitement à chaud (laminage, formage, forgeage, estampage, etc.), le durcissement par écrouissage (augmentation de la densité de dislocation) directement au cours de la déformation alterne avec le processus d'adoucissement (diminution de la densité de dislocation) par polygonisation et recristallisation dynamiques pendant la déformation et le refroidissement (Figure I.4).

Lorsque les degrés de déformation sont très faibles, le chauffage ne provoque pas de recristallisation. A la déformation de 3% à 15%, la grosseur de grain après recuit augmente brusquement et peut dépasser de nombreuse fois la dimension du grain initial. Ce niveau de déformation est dit critique ; il ne déclenche pas non plus le processus de recristallisation suivant le mécanisme de formation de nouveaux grains et de leur croissance. Lorsque le degré de déformation est élevée, la vitesse de germination produite par la recristallisation croît plus vite que la vitesse de croissance des grains ; il en résulte la formation des grains fins. Il convient de souligner que les limites entre la déformation à chaud et à froid sont conventionnelle et dépendent de la vitesse, du mode et de la température de traitement, des conditions de refroidissement, ainsi que de la vitesse de recristallisation du métal (alliage) [6].





I.3 Procédés de mise en forme des métaux

I.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.3.2 Tréfilage

I.3.2.1 Principe

Le tréfilage est une technique de mise en forme à froid des métaux qui permet de réduire la section d'un fil, par déformation plastique, en le tirant à travers l'orifice calibré d'une filière sous l'action d'une force de traction et en présence d'un lubrifiant (Figure I.5).



Figure I.5: Principe du tréfilage [4].

I.3.2.2 Tréfileuse simple

C'est la configuration de base qui ne peut effectuer qu'une seule réduction. Elle se compose d'un système de dévidage du fil, d'un bloc à tréfiler et d'un dispositif de traction/réception (Figure I.6).



Figure I.6: Schéma de principe d'une machine simple à tréfiler (ou mono passe) [4].

I.3.2.3 Texture de tréfilage

Au cours de la déformation plastique d'un matériau polycristallin, les grains subissent des rotations qui modifient leur orientation cristallographique. Ces rotations dépendent du mode de déformation imposé au matériau d'une part, et des systèmes de glissement activés dans chaque grain d'autre part. Ces changements d'orientation des grains génèrent dans le matériau la formation d'une texture de déformation. La texture de tréfilage est composée principalement de deux fibres <001>et <111> (où <hkl> sont les directions cristallographiques parallèles à l'axe du fil) [17,18]. Par ailleurs, un autre paramètre a été cité dans la littérature qui peut influencer les textures des fils tréfilés. Il s'agit de l'hétérogénéité de déformation dans la section du fil. En effet, les textures des fils tréfilés dépendent de la distance considérée par rapport au centre du fil. Le métal s'échauffe au cours du tréfilage et se restaure au moins partiellement [19]. Ces auteurs ont observé dans des fils tréfilés d'aluminium, un mélange de texture <001> (minoritaire) et <111> (majoritaire) au centre du fil, quel que soit le taux de réduction (Figure I.7).



Figure I.7: Changement de texture au cours du tréfilage des fils d'aluminium de diamètre 9,5 mm.15% de réduction à chaque passe à une vitesse de 20 m/min [7].

I.4 Types de sollicitation:

a) Contrainte uniaxiale (traction ou compression)

- Expériences de fluage.

Une charge est appliquée à une extrémité de l'éprouvette, l'autre extrémité est maintenue solidaire d'un bâti fixe. On mesure au cours du temps le déplacement de l'extrémité libre de l'éprouvette.

- Expériences de traction ou compression à vitesse constante.

L'éprouvette est fixée à une extrémité du bâti de la machine, l'autre extrémité est solidaire d'un mors que l'on oblige à se déplacer à vitesse constante. On mesure au cours du temps la charge

qu'il faut appliquer pour obtenir ce déplacement à vitesse constante imposée de l'extrémité de l'éprouvette. Dans les deux cas, on calcule la déformation vraie totale à partir de l'élongation.

A un instant donné, soit L la longueur de l'éprouvette dont la longueur initiale était Lo, pour un incrément d'élongation dL la déformation varie de $d\epsilon = \frac{dL}{L}$, on a :

$$\varepsilon_{t=\int_{Lo}^{L}\frac{dL}{L}=Log\frac{L}{Lo}}$$

b) Autres régimes de contrainte

- Expériences de torsion

L'éprouvette est fixée à une extrémité, on applique un couple à l'autre extrémité. En général on mesure le couple à appliquer pour faire tourner l'extrémité de l'éprouvette à vitesse constante imposée.

- Expériences de flexion.

L'échantillon, de forme prismatique, est fléchi entre deux appuis simples par application d'une ou deux charges concentrées. Cette sollicitation n'est pas en fait simple et n'est utilisée que dans des cas exceptionnels, lorsqu'aucun autre type d'expérience n'est possible.

I.4.1 Caractéristiques essentielles de la déformation plastique

Les caractéristiques que nous allons énumérer sont, bien entendu, des conséquences du mécanisme microscopique de la déformation plastique, dont on sait qu'elle est causée par le mouvement des dislocations [5].

1. La déformation plastique ne se produit que pour une contrainte excédant une certaine valeur, dite limite élastique σ_{LE} .

- Pour $\sigma < \sigma_{LE}$, on a une déformation élastique ε_e accompagnée éventuellement d'une déformation anélastique ε_a . La déformation totale revient à zéro plus ou moins vite lorsque la déformation est supprimée.

- Pour $\sigma > \sigma_{\text{LE}}$, à la déformation élastique et anélastique se superpose la déformation plastique

 ε_p la déformation totale est : $\varepsilon = \varepsilon_e + \varepsilon_a + \varepsilon_p$, si la contrainte s'annule, seule subsiste ε_p .

2. Lors d'une expérience de traction à vitesse constante, l'éprouvette commence à se déformer élastiquement et la charge (ou la contrainte) nécessaire augmente linéairement avec le temps (ou la déformation totale). Lorsque la contrainte atteint la valeur σ_{LE} de la limite élastique, la déformation plastique s'instaure et peut se poursuivre à la vitesse imposée. L'incrément de contrainte nécessaire pour obtenir un incrément donné de déformation à vitesse constante imposée devient plus faible que dans le domaine élastique. Ceci se manifeste par un coude dans la courbe $\sigma - \varepsilon$ (Figure I.8) qui définit σ_{LE} . On a affaire à un écoulement plastique, qui peut être clairement mis en évidence par une expérience de fluage. Lorsqu'on applique à une éprouvette une contrainte constante supérieure à σ_{LE} , la déformation élastique a lieu immédiatement et est suivie d'une déformation plastique qui se poursuit dans le temps (Figure I.9). On peut définir une vitesse d'écoulement qui est ici la vitesse de déformation plastique $\frac{d\varepsilon_p}{dt} \equiv \hat{\varepsilon}_p$, de même pour les expériences à vitesse constante on peut définir un coefficient de consolidation $\frac{d\sigma}{d\varepsilon_p}$. La valeur de la limite élastique dépend de l'histoire de l'éprouvette c'est-à-dire des déformations plastiques et des traitements thermiques qu'elle a subis. Il est équivalent de dire que la valeur de la limite élastique dépend de la «structure» de l'éprouvette, en appelant structure l'ensemble des traces que l'éprouvette a gardées de son histoire, de même, on remarque que la vitesse de déformation n'est en général pas constante au cours d'une expérience de fluage et que le coefficient de consolidation varie au cours d'une expérience à vitesse imposée. Cela tient au fait que la déformation plastique à un moment donné dépend des états parcourus par le solide au cours des instants précédents [5].



Figure I.8: Déformation à vitesse constante [5] Figure I.9: Fluage à contrainte constante [5]

I.4.2 Influence de la température et de la contrainte

Il faut en effet être très circonspect en étudiant l'effet de σ et de *T* sur ε car les expérimentateurs sont toujours conduits pour avoir des vitesses de déformation raisonnables à utiliser de fortes contraintes aux plus basses températures et de faibles contraintes aux fortes températures. Il est donc facile d'attribuer à l'augmentation de contrainte l'effet de la diminution de température et vice versa. Cette situation résulte d'un fait expérimental bien connu depuis

longtemps : à savoir qu'il est plus facile de déformer un solide à haute température qu'à basse température. C'est encore une fois Andrade qui a le premier analysé systématiquement ce phénomène pour le fluage sous contrainte constante de divers métaux et alliage en faisant varie méthodiquement la contrainte et température. Il a ainsi montré quantitativement que la vitesse de fluage en régime permanant augmente avec la température et avec la contrainte, il a de plus émis et vérifié expérimentalement l'idée fructueuse que les métaux pouvaient se comporter en fluage de façon analogue pour des températures différentes, introduisant ainsi la notion de la température équivalente.

I.5 Généralités sur le fluage

I.5.1 Définition

À haute température, un matériau se déforme plastiquement sous l'application d'une contrainte constante, même si elle est inférieure à la limite d'élasticité.

Ce phénomène est appelé fluage. Le domaine "haute température" correspond à un rapport T/T_f (T_f : température de fusion) supérieur à 0,3. Pour un matériau donné, la résistance au fluage dépend du domaine de température, du niveau de contrainte appliquée et des paramètres micro structuraux.

I.5.2 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.

Un essai de fluage se déroule en deux grandes étapes : la première concerne la mise en charge (période pendant laquelle la contrainte augmente progressivement pour atteindre la valeur souhaitée (Figure I.10) puis le fluage proprement dit.



Figure I.10: Courbe de fluage expérimental [20].

Une courbe type de fluage, exprimant la déformation en fonction du temps et la vitesse en fonction du temps, sont représentées respectivement en Figure I.11 (a) et (b). On distingue trois stades, primaire, secondaire et tertiaire définis par Andrade depuis 1910 [21].

Pendant le **stade primaire**, la vitesse de fluage diminue fortement pour presque s'annuler, la résistance du matériau augmente et se consolide continument, un mécanisme d'écrouissage prédomine, des sous-structures stables de dislocations se forment : ce type de fluage est dit logarithmique [22].

A basse température, T < 0,3 T_f, le seul type de fluage observé expérimentalement est le fluage primaire ; la diminution de la vitesse de déformation est alors bien décrite par des lissages en fonction du temps du type :

 $\varepsilon = A\sigma^m t^n$ Loi de Norton -Bailey

 $\begin{aligned} \epsilon = ALn \ (l + t/t_0) & \text{Loi d'Andrade} \\ \epsilon = At^n & \text{Loi parabolique} \ (0 < n < 1, A > 0) \end{aligned}$

Le stade secondaire (stationnaire) constitue généralement une grande partie des courbes de fluage. Beaucoup d'études portent donc sur ce domaine et la vitesse de fluage stationnaire constitue un paramètre caractéristique, appelé parfois abusivement vitesse de fluage. L'analyse du comportement en fluage revient donc souvent à déterminer une équation qui relie les sollicitations exercées sur le système à la vitesse du régime permanent. Ces relations peuvent être recherchées selon trois approches : phénoménologique, empirique et physique. Les lois phénoménologiques permettent d'écrire les équations d'états à partir des variables macroscopiques. Une relation empirique est le résultat de l'ajustement d'une courbe mathématique à des résultats expérimentaux, sans que les coefficients ne représentent des grandeurs physiques définies. Toutefois, la relation devient semi-empirique lorsqu'elle résulte de certaines hypothèses générales sur les mécanismes. Ces lois sont souvent le préambule à la recherche d'une loi physique. La loi physique relie mathématiquement toutes les variables utiles à la description du comportement, et seulement celles-ci, à partir de raisonnements basés sur des analyses fines des mécanismes. Les relations empiriques et phénoménologiques sont fréquemment utilisées par les ingénieurs pour le dimensionnement de structure, mais leurs extrapolations aux longues durées peuvent être dangereuses si elles ne reposent pas sur des bases physiques [21]. Pendant ce stade, la vitesse de déformation atteint sa valeur minimale et reste constante. Ce régime permanent d'écoulement plastique résulte d'un équilibre entre le durcissement dû à la déformation et la restauration favorisée par la température et la contrainte.
A basse température, c'est en général le fluage primaire qui prédomine. Plus la température s'élève et plus le fluage secondaire s'établit rapidement et la déformation augmente continûment dans le temps. C'est ce mode de fluage stationnaire dont on doit se préoccuper pour la conception des pièces destinées à travailler à chaud en résistant au fluage. La formulation adéquate pour les aciers est celle donnée par Norton :

$$\varepsilon = A\sigma^n t,$$
 (I-1)

Pendant le **stade tertiaire**, la vitesse de fluage augmente jusqu'à la rupture. La forme de la courbe de fluage tertiaire reflète l'accumulation d'endommagement sous forme de cavités internes. Au fur et à mesure que les cavités grossissent la section de l'échantillon diminue et, à charge constante, la contrainte augmente.

Comme $\dot{\epsilon} \approx \sigma^m$, la vitesse du fluage augmente encore plus rapidement que la contrainte. Pour les températures inférieures à $0.3T_{f_i}$ les trois stades décrits précédemment ne sont généralement pas observés [22].

Enfin, pour décrire toute la courbe de fluage, Andrade [23], a proposé d'écrire :

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \ln \left(1 + bt^{1/3} \right) + kt \tag{I-2}$$

et De Lacombe [9] :
$$\epsilon = \epsilon_0 + at^m + bt^n$$
 avec $0 < m < 1$ et $n > 1$ (I-3)

Ces deux équations impliquant à nouveau une vitesse initiale de fluage infinie. Il faut remarquer que la formule de De Lacombe est en accord avec les remarques faites sur l'absence d'un fluage secondaire, elle le réduit en effet à une transition entre le fluage décéléré et le fluage accéléré, l'allongement par fluage apparaissant comme la somme d'un allongement à vitesse décroissante et d'un allongement à vitesse croissante. Crussard [24], a montré que les modèles rhéologiques classiques et notamment celui de Boltzmann et celui de Mcvetty ne pouvaient pas rendre compte de l'ensemble du fluage primaire et secondaire, mais il a montré aussi que la formule de De Lacombe : $\varepsilon = \varepsilon_0 + at^m + bt^n$ avec 0,13 < m < 0,85 et n > 1 ou n >> 1 convenait bien pour décrire les courbes de fluage de nombreux métaux et alliages [25].



Figure I.11: Courbe classique de fluage [26].

Pour de nombreux alliages à haute résistance, l'endommagement par fluage apparaît tôt dans leur vie et conduit à la rupture après de faibles déformations (jusqu'à 1 %).

Pour concevoir des pièces devant fonctionner à haute température, il faut s'assurer que :

• La déformation de fluage(ϵ) pendant la durée de vie prévue lors de la conception est acceptable.

• La ductilité en fluage ε_R (déformation à rupture) est largement suffisante pour admettre la déformation au fluage (ε) sans atteindre la rupture.

• Le temps de rupture t_R au chargement et température de fonctionnement prévus excède, moyennant un facteur de sécurité convenable, la durée d'utilisation prévue.

 $\varepsilon = At^n$, Loi hyperbolique (n < 0, A< 0) [27].

L'établissement du fluage secondaire ou stationnaire correspond toujours à la présence d'une sous-structure de dislocations bien formée (Figure I.12). La taille des sous-grains n'est alors ni fonction 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 n'évolue pas pendant le fluage secondaire [22].



Figure I.12: Schéma d'une structure cellulaire [22].

I.6 Approche macroscopique

Les modèles semi-empiriques, bâtis à partir des variables macroscopiques tirées d'un essai, sont les plus utilisés dans les sciences de l'ingénieur pour extrapoler la durée de vie sur un large domaine de températures et contraintes.

I.6.1 Modèles de prédiction du temps de rupture ou de la déformation critique

I.6.1.1 Principe

Afin de dimensionner certaines pièces, on peut réaliser un essai court et à une température plus élevée que la température de service pour accélérer les essais et donc raccourcir leur durée. On applique alors des méthodes d'interpolation pour estimer le comportement en conditions réelles de cette pièce. C'est le cas des modèles de Monkman-Grant et de Larson-Miller [28].

I.6.1.2 Relation de Monkman-Grant

De nombreux matériaux obéissent à la relation définie par Monkman-Grant en 1956 telleque [29] :

$$\dot{\epsilon}_s t_r = \text{constante}$$
 (I-4)

L'application de cette relation suppose que les mécanismes mis en jeu sont inchangés dans la plage de température et de contrainte considérée. D'après cette relation, le temps à rupture t_r est inversement proportionnel à la vitesse de fluage stationnaire ε_s . Cette hypothèse revient à considérer que le fluage est assimilable au stade stationnaire, en négligeant les stades primaire et tertiaire. Elle permet donc de prévoir le temps de rupture à partir du début du fluage dès que le stade stationnaire est atteint.

I.6.1.3 Modèles de type Larson-Miller

La construction d'un diagramme de Larson-Miller consiste à représenter le logarithme de la contrainte de fluage appliquée en fonction du paramètre de Larson-Miller P défini par :

- $P=T(C+log(t_r))$, pour estimer le temps à rupture.

- ou P=T(C+log ($t_{\epsilon\%}$)), pour estimer le temps mis pour atteindre $\epsilon_{\%}$ de déformation.

C : une constante (de l'ordre de 20 pour les superalliages).

Cette représentation permet de prévoir la durée de vie d'un essai à partir d'une courbe maîtresse intégrant des résultats provenant d'essais à différentes températures et contraintes. Les hypothèses de cette méthode reposent sur la relation de Monkman-Grant et sur un mécanisme de fluage thermiquement activé. La figure I.13, illustre des courbes de Larson Miller d'aluminium et d'alliage d'aluminium.

L'avantage de cette représentation est que tous les essais peuvent être reportés sur un même graphique quelles que soient les températures et les contraintes appliquées. Cependant, les modifications microstructurales ne sont pas prises en compte [29].



Figure I.13: Courbes de Larson Miller d'aluminium et d'alliage d'aluminium 2XXX [30].

I.6.2 Modèles basés sur la vitesse de déformation stationnaire

Un classement des résultats de fluage est souvent établi en fonction de la sensibilité de la vitesse de déformation par rapport à la contrainte appliquée en traçant ces deux variables en représentation logarithmique. Sur un large éventail de contraintes, il apparaît trois domaines décrits par des lois de comportement distinctes :

- À basses contraintes, la majorité des matériaux répond de manière linéaire, ainsi é $\propto \sigma$.

- Aux contraintes intermédiaires, le comportement est décrit par une loi-puissance (dite loi

de Norton), é $\propto \sigma^n$, avec n généralement compris entre 3 et 5.

- A plus fortes contraintes, le matériau suit une loi exponentielle.

Le stade stationnaire de fluage constitue en général une grande partie des courbes de fluage. Il a donc été beaucoup étudié. Comme la vitesse de déformation est en général proportionnelle au

coefficient d'auto-diffusion D, il est possible de regrouper sur un même graphique les résultats d'essais réalisés à différentes températures en normant la vitesse de fluage avec D et la contrainte avec le module de cisaillement de chaque température (ou le module d'Young). Une telle représentation, donnée sur la figure I.14, permet de balayer un large spectre de vitesse de déformation. La figure I.14 a été obtenue d'après divers résultats de fluage menés sur l'aluminium pur rassemblés par Wu et Sherby [31].



Figure I.14: Vitesse de déformation stationnaire de l'aluminium sur une large gamme de contraintes, d'après Wu et Sherby [32].

I.7 Approche microscopique

I.7.1 Les différents mécanismes de fluage

Il existe deux grandes classes de mécanismes à l'origine de la déformation plastique à haute température : le fluage-dislocation et le fluage-diffusion. La déformation du matériau est gouvernée par l'un ou l'autre des mécanismes, en fonction de la température ou de la contrainte appliquée. Nous exposerons ici les mécanismes prédominants par ordre croissant de température, ce qui correspond à un ordre décroissant de la contrainte [5].

La figure I.15, présente schématiquement les différents modes de déformation.

- fluage-dislocation contrôlé par le glissement thermiquement activé,
- fluage-dislocation contrôlé par la restauration ou la montée,
- fluage-diffusion aux joints de grains ou dans la matrice. Le fluage-diffusion est associé à un

mécanisme de glissement intergranulaire pour assurer la cohésion de la déformation aux joints de grains.



Figure I.15: Représentation schématique des modes de déformation en fonction de la température [21].

I.7.1.1 Fluage-dislocations

a) Contrôlé par le glissement thermique activé

Ce mécanisme prédomine aux températures intermédiaires et aux fortes contraintes. Pour l'aluminium pur, ce domaine correspond à $T/T_f < 0.4$ et $3.10^{-4} < \sigma_s/\mu < 5.10^{-3}$ (σ s, contrainte de cisaillement et μ , module de cisaillement), comme le montre la carte d'Ashby présentée à la figure I.24, que nous expliciterons ultérieurement [33]. Il est contrôlé par le passage thermiquement activé des obstacles au glissement des dislocations (Figure I.16).

L'expression physique de la loi d'écoulement de ce domaine a été développée par Kocks et Mecking [34,35, 36,37] .

La vitesse secondaire de déformation est définie à partir de l'expression d'Orowan.

$$\acute{\epsilon} = \rho_{\rm m} v b \tag{I-5}$$

 ϵ la vitesse de déformation en cisaillement,

 ρ_m la densité de dislocations mobiles,

b le vecteur de Burgers,

V la vitesse des dislocations, liée au franchissement des obstacles et dépendant fortement de la

contrainte et de la température. v peut donc s'écrire à partir du formalisme de l'activation thermique.

$$V = dv.\exp\left(-\frac{\Delta G}{KT}\right)$$
(I-6)

k la constante de Boltzman.

d la distance à parcourir pour dépasser l'obstacle.

v la fréquence de saut des dislocations.

 ΔG l'énergie d'activation apparente, qui se décompose en deux termes :

$$\Delta G = \Delta G_o - W \tag{I-7}$$

 ΔG_o l'énergie d'activation intrinsèque, i.e. l'énergie totale nécessaire au franchissement des obstacles.

W l'énergie fournie par la contrainte, produit de τ^* , la contrainte effective, et de V*, le volume d'activation.

V* le produit de l'aire balayée par une dislocation lors d'un évènement d'activation et de b le vecteur de Burgers. Il représente approximativement le nombre d'atome n impliqués dans le processus (V* \approx nb³).

La contrainte effective τ^* se déduit de la valeur expérimentale de la contrainte appliquée τ suivant :

$$\tau^* = \tau - \tau_{\mu} \tag{I-8}$$

 τ_{μ} la contrainte athermique, due aux contributions des mécanismes de franchissement qui ne sont pas thermiquement activés.

En reprenant l'expression d'Orowan, il vient :

$$\dot{\varepsilon} = \rho_{\rm m} b dv \exp\left(-\frac{\Delta G_0 - \left(\tau - \tau_{\mu}\right)V^*}{KT}\right)$$
(I-9)

Si l'on sous-entend que la résistance du matériau dépend uniquement des interactions entre dislocations, $\tau_{\mu} = \alpha \mu b \sqrt{\rho_f}$, avec ρ_f la densité de dislocations arrêtées, dites de la forêt [38].

$$\dot{\varepsilon} = \rho_{\rm m} \text{bdvexp} \left(-\frac{\Delta G_0 - \left(\tau - \alpha \mu b \sqrt{\rho_f}\right) V^*}{KT} \right) \quad (\text{I-10})$$

La vitesse de déformation dépend donc de la densité de dislocations mobiles ρ_m et de la densité de dislocations arrêtées, ρ_f , qui constitue l'essentiel de la population. On estime généralement que la densité de dislocations mobiles atteint très vite son état stationnaire et on considère donc qu'elle est constante pendant l'essai de fluage. Ainsi, la plupart des modèles assimilent l'évolution de la densité de dislocations totale à l'évolution de la densité de dislocations de la forêt.

Pendant le stade stationnaire de fluage, la vitesse de déformation est constante lorsque la densité

de dislocations de la forêt a atteint son état stationnaire dû à un équilibre entre le stockage et l'annihilation des dislocations. La dépendance de la vitesse en exponentielle avec la contrainte correspond bien à la description réalisée semi-empiriquement dans le domaine des fortes contraintes. Si la contrainte est faible, il faut tenir compte de l'existence de sauts en retour en remplaçant l'exponentielle par un sinus hyperbolique. On retrouve une forme phénoménologique classique de la loi d'écoulement en réécrivant l'équation sous la forme suivante [39,40].

$$\acute{\epsilon} = \rho_{\rm m} b dv b exp \left(-\frac{\Delta G_0 - \tau_{\mu} \left(\frac{\tau}{\tau_{\mu}} - 1 \right) V^*}{KT} \right)$$
(I-11)

En supposant que $\tau^* \ll \tau_{\mu}$ un développement limité d'ordre 1 en $(\frac{\tau}{\tau_{\mu}} - 1)$ de cette expression conduit à :

$$\dot{\varepsilon} = \rho_{\rm m} b dv b exp \left(- \frac{\Delta G_0}{KT} \right) \left(\frac{\tau}{\tau_{\mu}} \right)^{\frac{\tau_{\mu} v}{KT}} (I - \frac{\sigma}{KT})^{\frac{\tau_{\mu} v}{KT}}$$

12)

 $m = \tau_{\mu} V^* / KT, \qquad (I-13)$

$$\hat{\epsilon}_0 = \rho_{\rm m} b d\nu b \exp(-\frac{\Delta G o}{KT})$$
(I-14)

On obtient alors la formulation classique en loi de puissance :

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \left(\frac{\tau}{\tau\mu}\right)^{1/m} \tag{I-15}$$



Figure I.16 : Glissement des dislocations thermiquement activé des obstacles [41].

b) Fluage Contrôlé par la montée, ou fluage restauration

Pour l'aluminium pur, ce domaine correspond à 0, $4 < T/T_f < 1$ et 5. $10^{-5} < \sigma_s/\mu < 5.10^{-3}$ [33]. Toutes ces lois aboutissent à des expressions de la vitesse de déformation stationnaire en fonction de la contrainte en loi puissance, dite également loi de Norton.



Figure I.17: Montée d'une dislocation sous l'effet de la diffusion d'une lacune. En gris les atomes, en noir un obstacle, les plans cristallins sont représentés en coupe par un trait fin, la ligne de dislocation par un trait fort en arrière-plan [3].

Modèles issus de la relation d'Orowan

Pour des températures plus élevées où la diffusion devient un mécanisme important, les dislocations peuvent monter lorsque le glissement est bloqué. Le régime stationnaire résulte d'un équilibre dynamique entre blocage et déblocage, ce qui revient à dire que le glissement entre deux obstacles est contrôlé par la montée ou le glissement dévié au niveau des obstacles. Le modèle de Barrett et Nix est le plus célèbre de cette catégorie : le glissement des dislocations vis génère la déformation, mais leur mouvement est gêné par la présence de crans sessiles qui ne peuvent suivre que par montée. Ces crans se déplacent par émission ou absorption de lacunes sous l'action de la contrainte appliquée. La force motrice du glissement est donc la contrainte appliquée. Un régime d'équilibre est atteint quand la force de traînage des crans est compensée par la force résultante de la contrainte appliquée. La vitesse de déformation est de la forme :

$$\dot{\varepsilon} = \mathbf{D}_{\text{vol}} \sigma^3 \operatorname{Sinh} \left(\frac{\sigma b^2 \lambda}{KT} \right)$$
(I-16)

Tendant vers $\dot{\epsilon} = D_{vol}\sigma^4$ pour les basses contraintes.

 D_{vol} : est le cœfficient de diffusion en volume.

 λ : La distance entre les crans.

• Modèles fondés sur l'équilibre durcissement-restauration

Ces modèles dérivent de l'idée de Bayley émise en 1926. Il propose que le régime stationnaire soit atteint lorsque l'écrouissage est compensé par la restauration des dislocations. Il montre alors que la vitesse de déformation stationnaire correspond au rapport de la vitesse de restauration r sur le taux de consolidation h.

$$\dot{\varepsilon} = r/h . \tag{I-17}$$

Dans le modèle de Nabarro, la diminution de la contrainte interne (restauration) est causée par l'augmentation de la taille d'un réseau tridimensionnel obtenue par un mécanisme de montée des arcs de dislocations. L'élaboration du modèle reprend la démarche de fluage diffusion Nabarro-Herring pour lequel les sources de lacunes sont des dislocations et non les joints de grains.

Un état d'équilibre est défini quand la vitesse de production de dislocations est égale à leur vitesse d'annihilation par montée. La taille d'équilibre du réseau est alors atteinte et la vitesse de déformation stationnaire s'exprime :

Dans le cas où le transport de matière se fait entre boucles :

$$\acute{\epsilon} = \frac{D_{\text{vol}} b\sigma^3}{\pi K T \mu^2} \frac{1}{\log\left(\frac{4\mu}{\pi\sigma}\right)}$$
(I-18)

Où D_{vol} est le coefficient de diffusion en volume.

Dans le cas où le transport de matière se fait par diffusion au cœur des dislocations :

$$\acute{\epsilon} = \frac{4D_c b \sigma^5}{\pi^4 \text{ KT} \mu^4}$$
(I-19)

 $Où D_c$ est le coefficient de diffusion au cœur des dislocations.

Poirier montre cependant l'équivalence entre l'expression de la vitesse de fluage calculée à partir de l'hypothèse de l'équilibre durcissement-restauration et l'expression calculée à partir de la relation d'Orowan. Pour cela, il démontre qu'en exprimant les termes de restauration et de durcissement calculés dans un modèle microscopique de dislocations, on peut obtenir une expression de type Orowan.

Nous allons maintenant examiner le cas où la déformation est due aux déplacements de matière sans l'intervention de dislocations.

I.7.1.2 Fluage-diffusion et glissement intergranulaire

À plus haute température, la vitesse de déformation est uniquement contrôlée par la vitesse de diffusion des lacunes. En 1948, Nabarro propose que le gradient de concentration de lacunes entre deux surfaces d'un cristal soumis à un champ de contraintes non hydrostatique conduit à un

flux de lacunes entre les surfaces, donc à un flux de matière en sens opposé. Ceci conduit à une déformation plastique du cristal. La fraction atomique d'équilibre des lacunes formées proche des surfaces en tension s'écrit :

$$\mathbf{n}_{+} = \exp((\Delta \mathbf{G}_{\mathrm{f}} - \sigma \mathbf{b}^{3})/\mathrm{KT}) \qquad (\mathrm{I-20})$$

Et proche des surfaces en compression.

$$n_{-} = \exp \left((\Delta G_{f} + \sigma b^{3}) / KT \right)$$
 (I-21)

 ΔG_f : est l'énergie libre de formation des lacunes.

Le nombre de lacunes transportées par seconde vers la face en tension de surface d^2 est défini d'après la première loi de Fick par :

$$\emptyset = -Jd^2 \tag{I-22}$$

Où J est le flux de diffusion.

$$J = -D_L \operatorname{grad} C. \tag{I-23}$$

Admettons que :

grad C = $\alpha \frac{C^+ - C^-}{d}$

Où α est un coefficient numérique qui doit exprimer la proportionnalité des trajets à la dimension d du cristal, on a alors :

 C_0 est une concentration de lacune par unité de volume qui est reliée à la fraction atomique n_0 par : $n_0 = C_0 b^3$.

Le coefficient d'autodiffusion est donné par :

$$D = D_L n_0 = D_L C_0 b^3$$

et on peut l'écrire sous la forme :

$$\phi = \frac{2\alpha Dd}{b^3} \sinh\left(\frac{\sigma b^3}{KT}\right)$$
(I-25)

La sortie d'un atome sur la face en tension correspond à un allongement élémentaire du cristal que l'on peut écrire en considérant que l'atome de volume b^3 est étalé sur la surface d'aire d^2 :

$$\Delta \varepsilon = \frac{b^3}{d^2} \cdot \frac{1}{d} = \frac{b^3}{d^3}$$

Pour flux transporté par seconde on a :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{d\varepsilon}{dt} = \emptyset \frac{b^3}{d^3} = \frac{2\alpha D}{d^2} \sinh\left(\frac{\sigma b^3}{KT}\right).$$

Pour faibles contraintes on peut assimiler le sinus hyperbolique à son argument :

$$\dot{\varepsilon} \propto \frac{D\sigma b^3}{d^2 KT} \tag{I-26}$$

Deux principaux modèles découlent de cette description : le modèle de Coble est consacré à la diffusion aux joints et le modèle de Nabarro-Herring décrit la diffusion de matière en volume à plus forte température. Pour l'aluminium pur, le domaine de fluage Coble correspond à $0,4 < T/T_f < 0,8$ et $10^{-6} < \sigma_s/\mu < 3.10^{-4}$, tandis que le domaine de fluage Nabarro-Herring correspond à $0,8 < T/T_f < 1$ et $10^{-6} < \sigma_s/\mu < 5.10^{-5}$ [33]. Historiquement, la loi de diffusion transgranulaire a été formulée la première.

a) diffusion transgranulaire

Le modèle de Nabarro-Herring considère non-plus un monocristal, mais le cas plus général de polycristaux. La démarche de Herring diffère de celle de Nabarro, car il utilise les potentiels chimiques des atomes à la place des concentrations de défauts. Le mouvement des lacunes dans un grain sous contrainte est représenté sur la figure I.18.

La vitesse de déformation stationnaire contrôlée par la diffusion en volume s'écrit :

$$\dot{\varepsilon} = B \frac{D_{vol}\Omega}{d^2 KT} \sigma \tag{I-27}$$

D_{vol :} Le coefficient de diffusion en volume,

 Ω Le volume atomique,

d : La taille moyenne des grains,

B : Un coefficient dépendant de la forme des grains et des conditions aux limites choisies aux joints.

b) Diffusion inter granulaire

Le modèle de fluage de Coble devient prédominant pour des cristaux de petite taille de grain, présentant donc une grande proportion d'interfaces. Comme Herring, la démarche de Coble est basée sur le calcul du flux de lacunes, non plus dans les grains, mais dans les joints de grains. Le mouvement des lacunes des joints de grains d'un grain sous contrainte est représenté sur la figure I.19.

Coble a choisi une forme sphérique de grain afin de pouvoir comparer ses résultats à ceux trouvés par Herring pour le fluage contrôlé par la diffusion en volume.

On considère donc un grain sphérique soumis à une tension uniaxiale, et par raison de symétrie nous nous intéressons qu'à un hémisphère.

Les pôles de la sphère sont définis par l'axe de traction. La concentration d'équilibre local de lacunes n'est pas modifiée et reste égale à C_0 , concentration d'un cristal non soumis à une contrainte.

Par contre au pole la concentration est supérieure à C₀ et égale à :

 $\mathbf{C} = \mathbf{C}_0 + \Delta \mathbf{C} \quad , \quad \Delta \mathbf{C} = \mathbf{C}_0 \frac{\sigma \Omega}{KT}$

On suppose que la sphère garde un volume constant il faut admettre que l'aire de la surface source soit égale à l'aire de la surface puits. Ce ci amène à prendre comme ligne de démarcation entre la source et le puits le parallèle de l'altitude 30° (60° du pôle). Sur ce parallèle le flux sera maximum par rapport au gradient moyen de concentration :

$$\frac{\Delta C}{\frac{\pi R}{2}}$$
 Le gradient moyen.

Le gradient maximum à $\theta = 60^{\circ}$ sera pris égal à :

 $\frac{1}{R} \left(\frac{dC}{d\theta} \right) = N \frac{\Delta C}{\frac{\pi R}{2}} , \text{ où N est un coefficient de proportionnalité.}$

Si δ est la largeur du joint, l'aire transversale au joint à travers laquelle diffusent les lacunes au niveau du parallèle à 60° du pole est :

$$S = \delta.2\pi Rsin60^{\circ}.$$

Le nombre de lacunes par seconde traversant le parallèle à 60° le long du joint de grains est alors donné par la loi de Fick :

$$J = D_L N \frac{\Delta C}{\frac{\pi R}{2}} \delta.2\pi R sin 60^{\circ}$$
(I-28)

Où D_L est le coefficient de diffusion dans le joint.

Le gradient de concentration au niveau θ est proportionnel au flux d'après la loi de Fick. On détermine ensuite le gradient moyen et le coefficient de proportionnalité N :

N = 2, 15.

L'équation (I-28) s'écrit:D_L

$$J = 7,4D_L\delta\Delta C \tag{I-29}$$

Pour un flux de lacune donné par I-29, diffusant depuis la source uniforme d'aire πR^2 , le changement de volume correspondant est :

$$J \Omega = \pi R^2 \frac{dR}{dt} = 7,4 D_L \delta \Delta C$$

La vitesse de déformation sera égale à :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{1}{R} \frac{dR}{dt} = \frac{J\Omega}{\pi R^3}$$
, avec $D_J = D_L C_0 \Omega$
 $\dot{\varepsilon} = \frac{7.4\sigma DL\delta\Omega}{\pi R^3 KT}$

(I-30)

Pour passer au cas plus réaliste où la contrainte tangentielle est relaxée au joint, Coble applique la relation démontré par Herring :

$$\dot{\varepsilon}_{\text{relax\acute{e}}} = \frac{5}{2} \dot{\varepsilon}_{\text{non relax\acute{e}.}}$$

La relation obtenue est la suivante :

$$\dot{\varepsilon} = 148 \, \frac{D_{jdg} \delta \sigma \Omega}{\pi d^3 KT} \tag{I-31}$$

Avec un paramètre supplémentaire par rapport à Herring, δ la largeur du joint, et l'intervention du coefficient de diffusion aux joints de grains, Djdg. Les flèches en pointillées représentent le flux des lacunes et les flèches pleines représentent le flux d'atomes.





Figure I.18: Schéma de déformation par fluage-diffusion transgranulaire [21]

Figure I.19:Schéma de déformation par fluage-diffusion intergranulaire [21]

On peut noter que la dépendance avec la taille de grain est en d⁻³ au lieu de d⁻² pour le fluage Nabarro-Herring. Nous pouvons remarquer que les équations de la vitesse de déformation stationnaire, formulées d'après les mécanismes de diffusion, aboutissent à des relations linéaires avec la contrainte. Ceci concorde donc avec les relations établies empiriquement à forte température. À la différence des relations obtenues pour décrire le fluage-dislocation, la taille de grain intervient dans les équations de fluage du domaine du fluage-diffusion. Plus la taille de grain du matériau est grande, plus la vitesse de fluage stationnaire diminue [21].

c) Compatibilité de la déformation aux joints de grains

Les modèles de Herring et Coble ne tiennent pas compte du fait que les grains doivent rester en contact au cours de la déformation (en l'absence d'endommagement), comme le schématise la figure I.20. Pour cela, le fluage diffusionnel doit être accompagné de glissement aux joints de grains.



Figure I.20: Fluage diffusionnel de quatre grains (a), accommodé (b) ou non (c) par le glissement aux joints [42].

En 1971, Raj et Ashby élaborent un modèle où le glissement des grains se fait par diffusion à la fois en volume et dans les joints de grains. La figure I.21 illustre les mécanismes d'accommodation aux joints.



Figure I.21: Joint glissant avec accommodation par diffusion, d'après Raj et Ashby, 1971 [5].

 δ : La largeur du grain,

 λ : La longueur d'onde de la sinusoïde, et d/2 son amplitude,

Dans les cas limites où la diffusion est faite uniquement aux joints de grains ou en volume, l'équation de Raj et Ashby se ramène à celles de Coble et Herring respectivement.

La plupart des modèles de fluage décrivent la déformation par glissement des joints de grains en considérant que la contribution mécanique des joints de grains est équivalente à un fluide Newtonien ($\epsilon \propto \sigma$). Cependant, Langdon et Vastava ont mis en évidence des contradictions entre des résultats expérimentaux de glissement aux joints de grains et ces modèles [31]. L'exposant de la contrainte est souvent plus proche de 3. Les modèles combinés de BalI, Hutchinson et Langdon rendent plausible l'idée d'un exposant égal à 3 en faisant intervenir la contrainte exercée par les dislocations empilées contre les joints de grains.

I.7.1.3 Influence de la taille de grain sur la vitesse de déformation

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 D_G [5]. 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 [28].

Pour des tailles de grain assez grandes ($D_G \ge 100 \ \mu m$) 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 [43] sur des polycristaux de cuivre (figure 1.22). Par contre, pour les polycristaux à grain fin ($D_G < 100 \ \mu m$), la vitesse de déformation augmente lorsque D_G diminue. Ceci peut être attribué à l'importance relative plus grande que prend le glissement aux joints lorsque D_G 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 [5].

Ce fait est particulièrement important pour la déformation à haute température des polycristaux à grain très fin par fluage-diffusion et dans le cas de la déformation superplastique. Le glissement au joint de grain est obligatoire pour que les déformations des grains voisins soient compatibles et que le polycristal garde sa cohérence. On pourra alors décrire la déformation alternativement comme une déformation par diffusion accommodée par le glissement aux joints ou comme une déformation par glissement aux joints accommodé par diffusion [5].



Figure I.22: Effet de la taille de grain sur la vitesse de fluage d'un cuivre polycristallin [5].

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 [44].

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 1.23, 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 déformation est diminué. En revanche, lorsque la taille de grain est supérieure à la taille de grain optimale, l'augmentation de la taille de grain optimale, de formation 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 I.23: Existence d'une taille de grain optimale pour laquelle la vitesse de déformation stationnaire est minimale [44].

I.7.1.4 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. Les nombreuses observations expérimentales sont dans l'ensemble compatibles avec le mécanisme de formation suivant :

1) Au début du stade primaire, la déformation s'opère souvent sur un seul système de glissement qui possède l'orientation la plus favorable. Les bandes de glissement de ce système primaire bloquent les dislocations du système secondaire. Celles-ci se réarrangent en parois et on obtient des bandes de sous-grains allongés sur le site des bandes de glissement primaires.

2) Lorsque la déformation augmente pendant le stade primaire, le deuxième système de glissement devient de plus en plus actif et donne lui aussi des bandes de glissement discrètes. De plus le glissement du premier système est canalisé dans les sous-grains allongés et les parties des dislocations coin peuvent s'empiler aux extrémités et se réarranger en parois perpendiculaires à la grande dimension des sous-grains primitifs. Ce processus conduit à la fragmentation des régions plus larges entre les bandes de sous grains et à l'égalisation des dimensions [5].

I.7.2 Carte d'Ashby

Nous avons montré que l'allure des lois empiriques déterminées pour différents domaines de température et contrainte pouvait être expliquée par des raisonnements basés sur les mécanismes de déformations microscopiques des métaux purs, dont nous avons exposé les principaux modèles. Il existe une méthode permettant de représenter les régions de température et de contrainte où un des mécanismes est prédominant. Il s'agit des cartes d'Ashby.

En 1982, Frost et Ashby [33] regroupent sur leur carte (σ , T) les principaux mécanismes de déformation de fluage. Elles sont construites pour un matériau et une taille de grain donnés. 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)]. Sur la Figure 1.24 est présentée une carte de mécanismes de déformation. Il s'agit du cas d'aluminium pur avec une taille de grains de 10 μ m. Les courbes des isovitesses sont également portées sur ce diagramme [33]. Pendant le fluage d'aluminium au-delà de 0.8T_f, apparaîtra une croissance rapide du grain [45] menant vers un fluage instable. La carte montre une région qui se réfère à une vraie recristallisation dynamique, laquelle est rarement observée.



Figure I.24: Carte des mécanismes de déformation de l'aluminium pur en fonction de la température, avec une taille de grain 10 µm d'après Ashby [46].

I.7.3 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 I.25 présente la vitesse de fluage de l'aluminium commercial en fonction de la contrainte et la température.



Figure I.25 : Vitesse de fluage de l'aluminium commercial en fonction de la contrainte et la température [47].

- 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.

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 I.26, 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, III) [48].



Figure I.26: Courbes de fluage, pour des températures ou des contraintes croissantes [49].

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 $(d\varepsilon/dt)$ 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 (figure 1.27 (a), (b)) ; c'est pourquoi ce mode de rupture est dit intergranulaire. 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 [48].



Figure I.27 -a : Aspect intergranulaire de la rupture des métaux par fluage [49].



Figure I.27 -b : Déplacement irréversible des grains le long d'un joint de grain, dû à l'arrivée successive de dislocations, et formation de porosités intergranulaire [48].

I.7.4 Méthodes de détermination de l'énergie d'activation

I.7.4.1 Introduction

Choisissant l'énergie libre d'activation (ou l'énergie libre de Gibbs), ΔG comme étant la fonction d'état thermodynamique qui considère que la contrainte σ et la température absolue T sont des variables d'états indépendantes, c'est à dire $\Delta G = \Delta G(\sigma, T)$. Cette fonction d'état est liée à l'énergie d'enthalpie, ΔH à travers la relation isothermique suivante :

$$\Delta G = \Delta H - T \Delta S \tag{I-33}$$

Où l'entropie d'activation , ΔS pourra être exprimée par :

 $\Delta S = \frac{\partial \Delta G}{\partial T} \quad , \text{ avec } \sigma = \text{cte}$

Par combinaisons de ces deux relations, nous aurons l'expression suivante :

$$Q \cong \Delta G = \frac{\partial (\Delta G / T)}{\partial (1/T)}$$
, avec $\sigma = cte$ (I-34)

La vraie énergie d'activation Qc est définie comme suit :

$$Q_{c} = Q_{app} + Q_{E} \tag{I-35}$$

L'énergie d'activation apparente Qapp s'écrit :

$$Q_{app} = -R\left(\frac{\partial ln}{\partial \left(\frac{1}{T}\right)}\right)$$
(I-36)

Avec la contribution du changement du module d'élasticité E en fonction de la température Q_E est définit comme suit :

$$Q_{E} = -nR\left(\frac{\partial lnE(T)}{\partial\left(\frac{1}{T}\right)}\right)$$
(I-37)

Si l'effet de la température est minimal sur le module élastique, le terme Q_E devient très petit, et sa valeur tend vers zéro. Donc l'énergie prise en considération sera uniquement Q_{app} . Cette analyse est valable pour plusieurs alliages et métaux purs.

Le fait que la vitesse de déformation est thermiquement activée, c'est-à-dire qu'elle suit une loi d'Arrhenius :

$$_{\text{stat}} = A\sigma^{n} \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$$
 (I-38)

Où A représente la constante du matériau, n représente l'exposant de contrainte et R représente la constante des gaz parfait, R = 8.314 J/mole.

La valeur de l'énergie d'activation du fluage à faible contrainte et température élevée est égale à celui de diffusion transgralunaire Q_{L} , tel que le mécanisme de déformation est contrôlée par la montée de dislocation. A des fortes contraintes et températures intermédiaires, le mécanisme contrôlant la déformation change de montée de dislocation vers le glissement de dislocation, donc ce qui se traduit par un changement de la valeur de l'énergie d'activation. Il est constaté que l'élévation de la température fait augmenter l'énergie libre de Gibbs ΔG , tandis que l'augmentation de la contrainte la faisant diminuer [50].

I.7.4.2 Diagramme Log ε' , $\frac{1}{r}$. Méthode isotherme

C'est la méthode qui découle directement de l'équation (I-38). On mesure la pente en régime quasi stationnaire de la courbe de fluage $\varepsilon = f(t)$ de plusieurs éprouvette fluées à la même contrainte et à différentes températures et on porte Log ε 'en fonction de $\frac{1}{T}$ (figure 1.28). Donc à contrainte constante $\left(\frac{d\varepsilon}{dt}\right)_{\Pi} = C \cdot exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$, où C paramètre dont la valeur dépend de T [5].



Figure I.28: Influence de la température sur la vitesse de fluage [49].

I.7.4.3 Saut de température

Cette méthode, très utilisée, a été proposée par Tietz et Dorn [5] pour éviter la dispersion inhérente au fait d'utiliser des éprouvettes différentes pour chaque expérience à une température donnée ; elle consiste à effectuer des sauts rapides de température sur la même éprouvette (figure I.29). Si la vitesse du fluage était ε'_1 , à la température T₁ elle devient ε'_2 à la température T₂ et d'après l'équation (I-38) on peut écrire :

$$Q \approx R \frac{\Delta \text{Log}\varepsilon'}{\Delta(\frac{1}{T})} = R \frac{\text{Log}\varepsilon'_2/\varepsilon'_1}{\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2}}.$$
 (I-39)

L'avantage de cette méthode est que l'on peut admettre, si le saut de température est rapide, que la structure de l'éprouvette n'a pas changé et donc que l'on mesure l'énergie d'activation à contrainte et structure constante. Toutefois, il est très difficile expérimentalement, compte tenu de l'inertie thermique de l'appareillage, d'effectuer des sauts de température très rapide. On ne peut mesurer une valeur de ε' significatif que lorsque le système s'est remis en équilibre à la nouvelle température et il n'est pas impossible que la structure de l'éprouvette n'ait, elle aussi, le temps de prendre un nouvel équilibre.



Figure I.29: Méthode de détermination de l'énergie d'activation de fluage de l'aluminium par saut de température [5].

I.7.4.4 Variation de l'énergie d'activation avec la température

Sherby Y, Lytton et Dorn [43] ont trouvé que l'énergie d'activation du fluage de l'aluminium variait avec la température comme le montre la figure I.30. Q augmente avec T jusqu'à 0,25 T_f puis passe par un court palier et après une zone de transition atteint la valeur Q_D qu'elle conserve jusqu'au point de fusion. La valeur de la température pour laquelle Q atteint la valeur Q_D dépend de la vitesse é. Pour les valeurs usuelles é ~ 10⁻⁵ s⁻¹, régime contrôlé par l'autodiffusion commence vers T \approx 0,5 T_f. Les résultats de Hirsch et Warrington sont donc en accord avec ceux de Sherby et al [43], mais l'interprétation de la variation de Q avec T dans la zone de transition est bien différente, au lieu de reposer sur l'existence de deux mécanismes différents concurrents, elle ne fait appel qu'à un seul processus dont l'énergie d'activation apparente varie avec la température. Quoi qu'il en soit, aux plus hautes températures l'énergie

d'activation est égale à l'énergie d'activation d'autodiffusion ce qui est en accord avec la majorité des résultats expérimentaux sur les autres solides [5].

Les paramètres de fluage à haute température pour l'aluminium sont basés sur Weertman [51] et Servi et Grant [52]. A haute température, ces études montrent que l'énergie d'activation est en accord avec le coefficient de Lundy et Murdock [23] : Q_{ν} = 142 kJ/mole. Pour le fluage à basse température nous avons utilisé le coefficient de diffusion d'une dislocation coin cité par Balluffi [48] : $Q_c = 82$ kJ/mole, laquelle est en bon accord avec les expériences de fluage à basse

Etude du fluage des fils d'aluminium tréfilés

température.



Figure I.30 : Energie d'activation apparente de fluage d'aluminium pur en fonction de T/T_f (d'après Sherby et Burke) [5].

I.7.5 Relation entre la vitesse de déformation et la contrainte

Sous chaque contrainte appliquée constante σ , on pourra mesurer à chaque température T, la vitesse de déformation en régime quasi permanent.

On obtient : $\epsilon' = f(\sigma)$ à T = cte et les résultats peuvent avantageusement être reportés sous la forme d'un diagramme Log ϵ' , Log σ , à chaque température correspond une courbe. D'après la relation $\epsilon' = B\sigma^n$, de chaque point de la courbe la pente est :

$$n = \left(\frac{\partial \text{Log}\varepsilon'}{\partial \text{Log}\sigma}\right)_{\text{II}} \tag{I-40}$$

Que nous appelons sensibilité à la contrainte (figure I.31), cette méthode nécessite évidemment de faire plusieurs expériences sur des éprouvettes identiques à la même température et à différentes contraintes ; ce qui ne donne pas en général la valeur de n à structure constante. La méthode des sauts de contrainte permet en revanche de déterminer une valeur instantanée

n' = $\left(\frac{\partial \text{Log}\epsilon'}{\partial \text{Log}\sigma}\right)_{\text{II}}$ sur la même éprouvette à un instant donné pendant le régime permanent on diminue brusquement de $\Delta\sigma$ la contrainte et on mesure la variation $\Delta\epsilon$ résultante. En principe on obtient une valeur n' typique de la contrainte et de la structure juste avant le saut [5].



Figure I.31: Influence de la contrainte sur la vitesse de fluage [49].

Pour la majorité des solides, la valeur de n se situe entre 3 et 5 et de nombreux modèle rendent compte de cette valeur. Pour les très faibles valeurs de la contrainte et les très hautes températures il arrive qu'on obtienne une valeur de n très voisine de l'unité c'est-à-dire que, $\varepsilon' \propto \sigma$ et le fluage est alors visqueux Newtonien. Ce type de fluage dit fluage Nabarro-Herring est bien étudié théoriquement. Enfin pour certain alliages, à phases dispersées on trouve souvent des valeurs de n qui atteignent ou même dépassent considérablement 8 ou 10, qui sont encore mal expliquées. Stocker et Ashby [53] remarquèrent qu'il existe une accumulation autour de n = 3 si on considère les résultats obtenus sur cinquantaine de solides [5].

Les paramètres de fluage d'un aluminium pur sont présentés dans le tableau I.1.

	Valeurs des énergies l'aluminium pur			Valeurs utilisées
				dans la simulation
Energie	Diffusion	Diffusion	Diffusion	
d'activation	dislocationnel	intergranulaire	transgranulaire	$Q_C = 44 K J/mol$
	$Q_C = 82 \text{ KJ/mol}$	$Q_B = 84 \text{ KJ/mol}$	$Q_L = 142 \text{ KJ/mol}$	
Exposant	Fluage	Fluage	Fluage	
de	diffusionnel	dislocationnel	dislocationnel	n = 4.2
contrainte		(B.T)	(H.T)	
(n)	n = 1	n = 6.4	n = 4.4	

Tableau I.1 : Les paramètres de fluage d'un aluminium pur [54].

I.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 température 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 (Figure I.32) ; 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.



Figure I.32: Schéma de création d'une cavité par diffusion de lacunes [55].

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

Chapitre I

contrainte principale maximale (Figure I.33). 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 I.33: Joints de grains endommagés par fluage (schéma et micrographie d'un acier Inoxydable austénitique ayant subi un essai de fluage à 600 °) [55].

I.8.1 Les facteurs de prévision

L'endommagement par fluage intervient comme nous l'avons vu à des températures absolues supérieures à la moitié de la température absolue de fusion. D'après ce que nous savons des mécanismes, nous nous attendons à ce que la vitesse d'autodiffusion soit déterminante. La vitesse d'endommagement serait alors fonction exponentielle de la température absolue. Un autre facteur est, bien entendu, le niveau de contrainte, mais en fait celui de la contrainte effective, celle qui agit sur les surfaces de joints de grain non endommagées. La vitesse d'endommagement serait donc aussi fonction du niveau d'endommagement. Ceci peut se mettre sous une forme de loi d'endommagement en utilisant le paramètre d'endommagement D de Kachanov, qui rappelons-le, est défini par :

$$\sigma_{\rm eff} = \frac{\sigma}{1 - D} \tag{I-41}$$

Le taux d'endommagement peut être mis sous la forme :

$$D' = D_0' \left(\frac{\sigma}{\mu}\right)^k \frac{1}{(1-D)^q}$$
(I-42)

Où μ est le module de cisaillement.

La vitesse de fluage, elle-même liée à la diffusion des lacunes, commence par décroître au cours du stade primaire, pour devenir constante au cours du stade secondaire. Elle augmente ensuite, au cours du stade tertiaire, à partir du moment où apparaît l'endommagement (ou aux basses températures un phénomène de striction, comme observé dans un essai de traction). Si, au cours du stade secondaire, la vitesse de déformation est donnée par une loi de forme [55] :

$$\dot{\varepsilon}_2 = \dot{\varepsilon}_0 \left(\frac{\sigma}{\mu}\right)^n \tag{I-43}$$

Au cours du stade tertiaire on aurait :

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_0 \left(\frac{\sigma}{\mu}\right)^n \frac{1}{(1-D)^n} \tag{I-44}$$

Le taux d'endommagement est ainsi lié à la vitesse de déformation, par intégration de la loi d'endommagement on trouve :

1-(1-D)^{q+1} = (q+1) D'0
$$\left(\frac{\sigma}{\mu}\right)^k$$
 t. (I-45)

La rupture se produit lorsque D = 1, de sorte que :

$$t_{\rm R} = \frac{1}{(q+1)D'0\left(\frac{\sigma}{\mu}\right)^k} \tag{I-46}$$

et l'allongement à la rupture correspondant vaut :

$$\varepsilon_{\rm R} = \frac{1}{q - n + 1} \frac{\varepsilon_0}{{\rm D}'_0} \left(\frac{\sigma}{\mu}\right)^{n - k} \tag{I-47}$$

I.8.2 Naissance des cavités

La naissance des cavités de fluage se traite comme un problème de germination. Il faut que le travail fourni par la contrainte au cours de la création de la cavité soit au moins égal à l'énergie de surface qui apparaît (énergie qui est dépensée lorsqu'une cavité apparaît). Par ailleurs, l'énergie d'activation est inversement proportionnelle au carré de la contrainte. Le phénomène est thermoactivé et le taux d'apparition des cavités est fonction exponentielle de la température. Pour que les cavités apparaissent, il est nécessaire que des lacunes viennent s'y rassembler par diffusion. Celle-ci se fait le long des joints de grain et c'est le coefficient de diffusion intergranulaire qui intervient.

Les mécanismes les plus vraisemblables pour obtenir ces concentrations de contrainte sont ceux qui résultent de la présence d'inclusions dans les joints, bloquant les glissements intergranulaires qui interviennent aux températures considérées (Figure 1.34).



Figure I.34: Schéma montrant comment des inclusions dans les joints peuvent favoriser la naissance des cavités de fluage en raison du glissement le long du joint [55].

I.8.3 Croissance des cavités

La croissance des cavités résulte à la fois de la déformation viscoplastique du matériau et de la diffusion des lacunes vers ces cavités. Selon le niveau de contrainte et de température, ces phénomènes sont plus ou moins prépondérants. Lorsque la vitesse de déformation est grande et que la diffusion des lacunes n'a pas le temps d'intervenir c'est la viscoplasticité qui pilote la croissance des cavités. Dans le cas contraire, c'est la diffusion des lacunes. Il existe des situations intermédiaires où les deux phénomènes sont couplés. Enfin, il y a des cas où ce qui limite la croissance des cavités est le fluage de la matrice.

I.9 Modes de rupture

I.9.1 Rupture élastique fragile

Le comportement global est linéaire élastique et la rupture intervient de façon brutale (c'est à dire sans signes précurseurs). Les déformations à rupture sont généralement faibles (< 1%). Les matériaux ayant ce type de comportement sont les céramiques massives et les verres.

I.9.2 Rupture plastique fragile

Le matériau plastifie, mais rompt brutalement pour des déformations relativement faibles. C'est le cas des métaux de type cubique centré ou hexagonal lorsque la température est suffisamment faible (Figure I.35).



Figure I.35: Formes de rupture fragile d'un acier doux [56].

I.9.3 Rupture ductile

Le matériau plastifie et rompt progressivement, où une fissure stable peut s'amorcer au sein de la matière. L'endommagement peut-être diffus et relativement important. Les métaux cubiques à faces centrées ont ce comportement, alors que les métaux de type cubique centré sont ductiles pour une température suffisamment élevée. La rupture ductile se produit en trois phases (Figure 1.36) :(i) germination de cavités autour d'inclusions, (ii) croissance des cavités, (iii) coalescence des cavités menant à l'apparition d'une fissure macroscopique.



Figure I.36: Les trois stades de la rupture ductile [56].

La rupture ductile pour l'aluminium présente :

- une zone de striction.

- une zone périphérique présentant une pente à 45° par rapport à l'axe de traction correspondant à du cisaillement (Figure I.37 (a)).

- une zone centrale présentant des cupules, marquant un arrachement de matière selon deux aspects, soit d'une forme cuvette ou cône montrées respectivement à la figure I.37 (b) et(c).



Figure I.37: Formes de rupture d'aluminium pur,(a) rupture cisaillée, (b) et (c) rupture de forme respectivement cuvette et cône [56].

I.9.4 Aspects microscopiques de la rupture

Dans cette partie, les faciès de rupture correspondant aux différents modes de rupture ainsi qu'aux différents matériaux sont présentés. L'observation des faciès est importante pour déterminer l'origine de la rupture, elle peut se révéler très utile lors d'expertises de pièces ayant rompu.

D'une manière générale, les faciès de rupture peuvent être examinés à deux échelles différentes (i) faciès macroscopique à l'échelle de la pièce, (ii) faciès microscopique à l'échelle de la microstructure, telles que les deux observations peuvent contribuer à la détermination des modes de rupture.

La figure I.38, illustre la rupture des céramiques fragiles, la rupture peut être intergranulaire ou intragranulaire et le faciès macroscopique est souvent plat et lisse.

La figure I.39, illustre la morphologie d'une surface de rupture correspondant à un mode ductile dans le cas d'un acier X100 et d'un alliage d'aluminium 2024. On distingue dans les deux cas des cupules dont le fond est souvent occupé par une inclusion, tel que le faciès macroscopique est souvent rugueux, terne et chaotique [57].



Figure I.38:Rupture fragile dans carbure de silicium [57].



Figure I.39: Rupture ductile : (a) acier X100, (b) alliage d'aluminium 2024 [57].

I.10 Conclusion partielle

Nous pouvons conclure de ce chapitre que :

La déformation plastique peut se produire par glissement ou maclage. La déformation plastique conduit à l'augmentation du nombre de dislocations. La particularité des dislocations, par rapport aux joints de grains et autres défauts cristallins, c'est qu'elles sont aisément mobiles. La déformation plastique à froid conduit à l'écrouissage du matériau, donc à son durcissement. Il est connu que la texture de tréfilage est l'orientation des grains dans l'axe de tréfilage. À haute température, un matériau se déforme plastiquement sous l'application d'une contrainte constante, même si elle est inférieure à la limite d'élasticité. Le stade secondaire de fluage (stationnaire) constitue généralement une grande partie des courbes de fluage. Beaucoup

d'études portent donc sur ce domaine. Il existe deux grandes classes de mécanismes à l'origine de la déformation plastique à haute température : le fluage-dislocation et le fluage-diffusion. 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. Pour des tailles de grain assez grandes la vitesse de déformation n'est pratiquement pas sensible à la taille de grain. Il est constaté que l'élévation de la température fait augmenter l'énergie libre de Gibbs ΔG tandis que l'augmentation de la contrainte faisant la diminuer. Pour la majorité des solides, la valeur de l'exposant de contrainte n se situe entre 3 et 5 et de nombreux modèle rendent compte de cette valeur. Par ailleurs, l'énergie d'activation est inversement proportionnelle au carré de la contrainte. L'observation des faciès est importante pour déterminer l'origine de la rupture.

Chapitre II Fluage d'aluminium
II.1 Introduction

Dans ce chapitre nous nous intéressons à l'étude des travaux antérieurs sur le fluage sur des métaux en général et des métaux cfc en particulier, tels que le cuivre, l'aluminium et ses alliages. Ces travaux comprennent différents essais mécaniques qui ont subi ces matériaux, tels que la traction et le fluage avec une détermination respective de leurs propriétés mécaniques et leurs paramètres de fluage, ainsi que des caractérisations microstructurales permettant une éventuelle identification des mécanismes de fluage qui les gouvernent. C'est dans ce contexte que nous citons les travaux suivants

II.2 Fluage à basse température d'aluminium de haute pureté

II.2.1 Introduction

Une étude présentée par Ishikawa et al [58], sur les comportements au fluage d'aluminium de haute pureté à des basses températures, telles que des expériences ont été effectuées de point de vue phénoménologique sur les comportements d'aluminium pur. Ils décrivirent l'aspect de la courbe de fluage qui est classée selon trois régions : transitoire, stationnaire et tertiaire. Ils ont constaté que lors d'application d'une contrainte élevée, la courbe de fluage change d'une courbe logarithmique à une courbe de vitesse à déformation constante et que les courbes de fluage sont soumises à des vitesses de fluage constantes pour une longue période avec une diffusion transgranulaire moins active à 293 K. Ils ont remarqué aussi que la vitesse de fluage dépend de la contrainte appliquée. Ils ont étudié aussi l'effet des contraintes cycliques sur la durée de vie des matériaux. Ils ont pût remarquer que l'augmentation de la contrainte appliquée réduit le temps de rupture. Du moment où l'état d'équilibre lors de fluage est associée à une structure stable, cela prendra du temps pour y'aller vers une nouvelle structure construite sous différentes contraintes appliquées. L'effet d'hystérise causera plusieurs endommagements sur la durée vie au fluage d'un aluminium pur.

Ces auteurs suggèrent que la déformation plastique des métaux n'est pas homogène pour les polycristallins comme pour les monocristallins et que la déformation plastique des métaux purs et leurs ductilités ont été investiguées par des essais de traction sous des charges constantes. Les caractéristiques d'allongement sont comprises comme étant une courbe de fluage. Ils constatent que les comportements au fluage des métaux ductiles à des basses températures n'ont pas été étudiés complètement, comparant avec ceux à hautes températures [59,60]. Au début ils ont étudiés les propriétés de base de fluage, c'est à dire, la courbe de fluage autour de la température

ambiante. L'effet de la contrainte appliquée et la pureté des matériaux sur les courbes de fluage était examinée à 293 et 373 K. Ils étudièrent l'effet de la contrainte cyclique sur Les comportements au fluage. Les matériaux utilisés pour cette expérience sont désignés par 5N, 4N et 3N et qui sont d'aluminium pur. La longueur de gauge était de 15 mm avec un diamètre de 5 mm. Tous les échantillons sont homogénéisés à 775 K. Les expériences sont effectuées sous une charge de traction constante à 293 et 373 K. De même ils expliquèrent que les comportements au fluage des solides cristallins à des hautes températures ont une déformation plastique typique et que sous des hautes températures au-dessus de la moitié de la température de fusion, la diffusion est prédominante et peut stimuler la déformation plastique [61]. La déformation à diffusion assistée se passe à travers le glissement et la montée de dislocation. En plus, la diffusion peut traiter les microstructures déformées et le travail de durcissement ne sera pas accumulé dans la matrice [59]. Alors le processus de déformation est homogène comme une moyenne viscosité [61]. Les auteurs ont considéré que la déformation homogène présente un comportement d'état d'équilibre au fluage pour une large gamme de déformation. Ce qu'ils ont remarqué également qu'à basse température, l'effet de la diffusion est exclu des comportements au fluage des solides cristallins et le travail de durcissement est plus important au stade initial de déformation plastique. Donc il avait été compris que l'état d'équilibre au fluage à des basses températures n'a jamais été observé pour un métal pur. Ils ont observé également que la vitesse de déformation reste constante pendant une longue période pour un aluminium pur et ce ci à basse température (au-dessous de la moitié du point de fusion). Toutes les courbes du fluage d'aluminium pure 4N sont montrées dans la figure II.1. Le fluage primaire appelé fluage d'Andrade, est aussi observé pour chacun des matériaux. Ces auteurs rapportèrent que des commentaires critiqués sur les détails de mécanisme avaient été publiés [62]. Tous les essais de fluage qu'ils ont réalisé sont étudiés dans la région à basse température. La température T/T_f \approx 0.3-0.4 et la contrainte $\sigma/\mu \approx$ 10^{-3} , avec T_f est la température de fusion et μ est le module de cisaillement de l'aluminium, où T et σ sont respectivement la température d'essai et la contrainte de traction appliquée.

II.2 .2 Essais de fluage

II.2.2.1 Effet de la contrainte

Ces auteurs ont étudié tout d'abord l'effet de la contrainte sur la courbe de fluage, ils constatent que lors de l'augmentation de la contrainte appliquée, la courbe change du fluage logarithmique à un fluage d'état équilibré (stationnaire) (Figure II.1). Ils ont montré également que l'aluminium 4N sous 36 MPa se manifeste par fluage logarithmique et que la vitesse de fluage diminue avec le temps et aucune fracture par fluage n'est observée. Alors que

l'échantillon sous 41 MPa présente un fluage à état équilibré avec des fractures après le fluage tertiaire. Ils trouvèrent que la vitesse de fluage d'état d'équilibre est en fonction de la contrainte appliquée, telle que la relation entre eux est montrée dans la figure II.2. Ils se basent sur l'équation expérimental de $d\epsilon/dt$ ~ A (σ^n), où A et n sont des constantes. Puisque la constante, n, avoir l'air d'être indépendant de la pureté de l'aluminium, les mécanismes de fluage pourraient être similaires malgré la différence de leurs résistances.

II.2.2.2 Effet de la température

D'après les résultats des essais de fluage, ils ont confirmé que l'effet de la température sur la courbe de fluage (figure II.3),tel qu'à 373 K, l'aluminium 5N ne montre pas clairement un fluage à état d'équilibre sous 27 MPa et que l'effet de la température est radical et critique sur le comportement au fluage de l'aluminium pur. Bien que la recristallisation n'a pas eu lieu dans ces conditions expérimentales, le rôle de la diffusion peut être actif et important. Cela pourra accélérer la déformation plastique et résulte de courte rupture [63,64].



Figure II.1 : Courbes du fluage d'aluminium 4N sous différentes contraintes à 293 K [58].



Figure II.2 : Dépendance de la contrainte à la vitesse minimale du fluage pour différents types d'aluminium [58].



Figure II.3: L'effet de la température sur les courbes du fluage de l'aluminium déformé sous 27 MPa [58].

II.3 Théories et prédictions du comportement au fluage à haute température.

II.3.1 Introduction

Un autre travail a été investigué par Wilshire [65] sur les théories et prédictions du comportement au fluage à haute température. Il constate que les observations clés qui ont soutenu les approches traditionnelles en loi de puissance à l'identification du mécanisme de fluage avaient été réévaluées, utilisant l'information obtenue de l'aluminium, cuivre, et l'acier 0.5Cr0.5Mo0.25V. Les courbes de vitesse du fluage produites particulièrement sur des gammes de contraintes étendues pour les trois matériaux qui sont montrés par des courbes continues, contrariant la supposition commune qu'il ya différents mécanismes qui gouvernent sur différentes régimes contrainte/température. L'auteur a noté que les limitations théoriques et pratiques des descriptions de la loi de puissance pour les vitesses d'état d'équilibre de fluage peuvent être contrôlées par une considération des formes de courbes normale de fluage ainsi que par les variations de la forme de ces courbes lors du changement des conditions d'essai.

Il a évoqué qu'avec une température au-dessus de la moitié du point de fusion (T_f), où la plupart des métaux et alliages présentent des courbes de fluage normales, c'est à dire lors du chargement ont une déformation initiale, avec une diminution de la vitesse pendant le premier stade, arrivant à une vitesse minimale ou à une valeur secondaire avant d'être accélérer au stade tertiaire ce qui provoque la rupture. Il a énoncé également que malgré la complexité de la forme de la courbe, les propriétés au fluage des matériaux sont généralement décrites en se référant de la dépendance de la vitesse minimale de fluage (ε_m) à la contrainte (σ), température(T) et la taille de grain (d) utilisant l'équation de la loi de puissance (II.1) sous la forme :

$$\dot{\varepsilon}_{\rm m} = A\sigma^{\rm n} \left(\frac{1}{d}\right)^{\rm m} \exp\left(\frac{-Q_{\rm c}}{\rm RT}\right)$$
 (II.1)

Où A, n, m, et R sont des constantes, et Q_c représente l'énergie d'activation de fluage. Ces grandeurs n, m, et Q_c varient en dépendant aux conditions d'essai imposées tout cela est expliqué par supposition que les différentes mécanismes, chacun est associe avec différentes valeurs de n, m, et Q_c , contrôlant les caractéristiques de fluage apparue dans de différentes régimes de contrainte /température et que les métaux purs montrent un régime de n \cong 1, pour des faibles contraintes et n \cong 4 pour des fortes contraintes. D'après certains auteurs les résultats de l'aluminium montrent que la valeur de n augmente rapidement dans un régime appelé « loi de puissance » figure II.4 [66–69] et que lorsque n \geq 4, le fluage apparaîtra par génération à diffusion contrôlé et par mouvement des dislocations du réseau, en fait il n'y a pas un accord général sur un mécanisme bien précis. La controverse continue aussi [70–71]. A savoir pour un

régime de fluage avec n = 1, le mécanisme de fluage est diffusionel, dans ce cas il n'y aura pas de mouvement de dislocation (c'est à dire, Nabarro-Herring [72, 73] ou fluage de coble [74]) ou des processus dislocationels (généralement on se réfère au fluage de Harper– Dorn [67]).

Il a remarqué également que les mécanismes qui gouvernent le fluage des métaux purs restent l'objet de débats non résolus et que les propriétés du fluage de l'aluminium pur ne sont typiques à ceux montré par d'autres métaux purs. Il a ajouté qu'en particulier, pendant le fluage à $0.5T_{\rm f}$ l'aluminium très pur avait une grande déformation sans l'apparence d'une striction, et les cavités du joint de grain ne sont pas la cause de la rupture intergranulaire.

II.3.2 Essais de fluage

À travers la figure II.5, l'auteur montre une série de courbes de fluage, qui illustrent la vitesse de fluage ($\dot{\epsilon}$) en fonction de la déformation (ϵ), à une température de 573 K pour l'aluminium très pur qui est soumis à un recuit de 773 K pour avoir un grain stable d'un diamètre moyen de 0,25 mm. Ces essais ont été réalisés en traction sous contrainte constante sur des machines de fluage à haute précision et cela avec des cellules de charge incorporées linéairement, vérifiant que la contrainte reste constante avec \pm 8 pct de toute la rangée de déformation examinée.

Il a confirmé clairement sous des conditions telle que la recristallisation ou la croissance des grains n'a pas eu lieu en l'absence de tout processus d'endommagement ou de dégradation cela compense la décadence du stade primaire, la vitesse de fluage diminue graduellement quand la déformation par fluage augmente vers 0,3. En outre, selon des conditions d'essai comparable à contrainte constante, des courbes de fluage virtuel identique sont enregistrées pour l'aluminium monocristallin et polycristallin avec un diamètre moyen de grain de 0,2 et 2,8 mm, le résultat est cohérent avec l'idée générale selon laquelle la vitesse de fluage observée pour l'aluminium est indépendante de la taille du grain, c'est à dire quand $n \ge 4$ (eq. (II.1)).Selon les résultats obtenus, il a constaté que la vitesse de fluage décroît très lentement sous les conditions d'essai à contrainte constante, é peut atteindre la valeur « d'état d'équilibre » même après des déformations de ~ 0,05, mais la vitesse de fluage continue sa diminution avec l'augmentation de la déformation (Figure II.5). En revanche lorsqu'il a utilisé des machines à charge constante, il a trouvé qu'un pseudo stade secondaire de fluage est atteint à faible déformation, lorsque la vitesse primaire est compensée par l'accélération causé par la réduction progressive de la section d'échantillon et l'augmentation de la longueur de jauge.

Il explique que les valeurs de $\dot{\varepsilon}_m$ montrées dans la figure II.4, dépendent donc des méthodes de mesures détaillées adopté par différents chercheurs. Par conséquent, à partir des courbes de $\dot{\varepsilon}/\varepsilon$ présentées à la figure II.5, log σ /log $\dot{\varepsilon}$ tracés ont été construites pour la vitesse de fluage donnant des déformations de fluage spécifiques. Les résultats sont montrés dans la figure II.6, à partir des quels, il a déduit deux conclusions.

- A toute rangé de contrainte, la valeur de n diminue pour des vitesses de fluage mesurées à des déformations par fluage élevées, quand $n \rightarrow 4$ la déformation (ϵ) est de 0.25 et plus.
- Pour des vitesses de fluage déterminées à une déformation spécifique, le tracé de la courbe logo/logé, tel que n diminue légèrement avec la diminution de la contrainte dans ce qu'on appelle le régime de n≅ 4



Figure II.4: Dépendance de la contrainte à la température –compensé de vitesses de fluage déterminées pour les échantillons d'aluminium pur monocristallins et polycristallins [65].



Figure II.5 : Courbes de fluage à contraintes constantes, montrant les variations de la vitesse de fluage (έ) avec augmentation de la déformation de fluage (ε), déterminée à des contraintes de 1.58 à 4.74 MPa et de 573 K pour un aluminium pur d'un grain stable de diamètre 0.25 mm [75].

Les résultats de la figure II.6, montrent que toutes les données de la figure II.4 sont représentées par une courbe continue. Cette suggestion se contrarie avec la description conventionnelle du tracé de log σ /logé, qui s'affronte qu'une transition distincte de n \geq 4 vers n \cong 1, apparaîtra, comme c'est montré dans plusieurs études, quand la valeur de la contrainte diminue au-dessous de 0.1 MPa à 920 K (~0.99 T_f) pour l'aluminium monocristallin ou polycristallin d'un grain de diamètre 3 à 10 mm [67-68]. Il a conclu que le fluage d'un monocristallin doit avoir un processus dislocationel, en absence des joints de grain, dans ce cas le mécanisme diffusionel sa contribution est insignifiante sur la vitesse de fluage. Cette évidence permet à Harper-Dorn de considérer que le processus du fluage est dislocationel lorsque la température est proche de la température de fusion $n \cong 1$ et que l'aluminium et d'autres matériaux ont un gros grain. Cependant, il a testé cinq échantillons d'aluminium différents, y compris les monocristallins et les polycristallins avec une taille de grain de 4 à 8 mm, où deux matériaux ont des données semblables à ceux de Harper-Dorn, tandis que les trois matériaux ne montrent pas une transition de n \approx 1 au-dessous de 0.1 MPa [76]. Trois études supplémentaires effectuées par d'autres auteurs [77, 78, 79] montrent aussi qui n'y pas de transition de n \approx 1 ou des valeurs de vitesse de fluage inférieurs à ceux de Harper-Dorn. Tous les auteurs ayant étudiés les résultats de la figure II.4 et 7 sont en accord que les processus du fluage dislocationel sont dominants sous toutes les conditions.



Figure II.6 : Dépendance de la contrainte aux vitesses de fluage déterminées à des différentes déformations de fluage [65].



Figure II.7: Dépendance de la contrainte à la température –compensé de vitesses de fluage enregistrées à des contraintes au-dessous de 1MPa de l'aluminium pur [67–68, 76, 78, 79].

II.4 Comportement au fluage à faible contrainte de l'alliage d'aluminium 7075 de haute résistance

II.4.1 Introduction

Srivastava et al [80] ont présenté une étude sur le comportement au fluage à faible contrainte de l'alliage d'aluminium 7075 de haute résistance, où ce comportement au fluage de l'alliage d'aluminium 7075 a été étudié dans une rangé de température de 350–410 °C et sous des contraintes de traction entre 1.8 et 6.3 MPa. Le matériau tel qu'il a été reçu a subi un traitement thermo mécanique pour avoir une taille de grain de 48 μ m, avec une croissance du grain de 78 μ m lors de fluage. Une transition de la région de faible contrainte d'exposant (n \approx 1) vers un exposant de contrainte élevé de (n \approx 5) a été observé en augmentant la contrainte au-dessus de 5 MPa. Ils ont mesuré les vitesses de fluage à des faibles contraintes normalisées à la croissance du grain et leurs valeurs sont multipliées par un facteur de 2 de celle des vitesses prévues de l'équation de Nabarro–Herring. Ils trouvèrent que la valeur de l'énergie d'activation de fluage a été de l'ordre de 147 kJ/mole.

D'après ces auteurs le comportement au fluage des métaux reste un sujet à débattre au sein de la communauté de fluage [81–83] et cela avec des différents avis sur l'interprétation de données de

fluage. Cependant il y'a des données expérimentales disponibles qui supportent que l'opération d'un fluage diffusionnel, comme a été envisagé par Nabarro [84] et Herring [85], pour les matériaux soumis à des faibles contraintes et température élevée [86, 87]. Des expériences sur les structures bamboo et Cu polycristallin et l'alliage Cu-Ni avaient confirmé les observations [82, 88, 89] et montrent que la théorie de Nabarro–Herring (N-H) explique correctement les caractéristiques microstructurales observées. Selon la théorie de (N-H), la vitesse de fluage ξ_{NH} contrôlée par diffusion transgranulaire, est donnée par l'équation :

$$\acute{\epsilon}_{\rm NH} = A_{\rm NH} \frac{D_{\rm I\Omega\sigma}}{d^2 {\rm KT}} \tag{II.2}$$

Où D₁ représente la diffusion transgranulaire, Ω le volume atomique, σ la contrainte appliquée, d la taille de grain, T température d'essai et K la constante de Boltzmann. A_{NH} c'est une constante égale approximativement à 12, qui dépend de la forme instantanée du grain et de la distribution de la taille du grain. D'après des études réalisées par certains auteurs, montrent que le comportement de l'aluminium est moins clair, mais il y'a quelque indication d'après le travail de Burton [90] que le fluage difusionnel est opérationnel pour les fils d'aluminium, bien que les résultats expérimentales révèlent la présence d'un seuil de contrainte, on croit que ceci est liée à la formation d'un film d'oxyde sur la surface. Il y'a un intérêt de la déformation superplastique des alliages d'aluminium à résistance élevée et cela pour des raisons technologiques. Shin et al. [91,92] ont calculé empiriquement les contributions relatives du glissement de joint de grain et du fluage diffusionnel en tenant compte de leurs données sur le comportement superplastique de l'alliage Al 7075.

II.4.2 Effet du traitement thermique

Pour avoir la stabilité de la microstructure, ils ont réalisé un traitement de recuit à 350 °C pendant 50 h. Ils ont constaté que généralement la microstructure reste stable à 350 °C et la vraie taille du grain après le traitement de recuit était de $48 \pm 5 \mu m$. La microstructure du matériau forgé après fluage est montrée à la figure II.8, avec une vraie taille de grain de $144 \pm 9 \mu m$.



Figure II.8: Microstructure de l'aluminium 7075 forgé après essai du fluage à 350 °C [80].

II.4.3 Essais de fluage

Ils ont lancés deux séries d'essai de fluage, l'une sur des matériaux qui ont subi un traitement thermomécanique (TTM) et l'autre sur un matériau forgé. Les courbes de fluage de la première série des essais qui étudient l'effet de la contrainte sur le matériau (TTM) sont montrées à la figure II.9, révélant un taux important de déformation primaire après chaque augmentation de la contrainte. Avec la réduction de la contrainte de 6.5 à 5.5 MPa, un petit élément d'inélasticité de fluage a été aussi observé.



Figure II.9: (a) Courbes de déformation en fonction du temps pour des essais de 1.9–3.4 MPa à 350 °C de l'alliage d'aluminium 7075 d'état TTM [80].

La figure II.10 montre la caractéristique de la vitesse de fluage en fonction de la contrainte pour tous les essais réalisés à 350 °C. Ils confirment que lors de l'augmentation du cycle de la contrainte, les vitesses de fluage du matériau TTM, montrent un bon accord avec les prédictions de la théorie de N-H pour les contraintes au-delà de 5 MPa au-dessus du quel la caractéristique d'un exposant de contrainte élevé de la loi de puissance de fluage est évidement applicable. Les résultats d'une diminution du cycle de contrainte donnent des vitesses de fluage d'un facteur de deux à trois fois moins et que les résultats du matériau forgé qui avait une grosse taille de grain (144 μ m) sont en accord avec le comportement de la loi de puissance du fluage à forte contraintes, avec seulement le résultat à 1.8 MPa aussi peut être équivalent aux vitesses du fluage de N-H. Le fluage de Harper–Dorn donne des vitesses d'une ampleur moins que celles mesurées pour le matériau TTM et d'un facteur de 2 moins que celui du matériau forgé à 1.8 MPa.

Suite à ce qu'illustre la figure II.10, ils ont remarqué que l'exposant de contrainte pour l'échantillon traité thermo-mécaniquement a été proche de 1 sous des contraintes < 5MPa, et qu'au-dessus d'une transition de contrainte, l'exposant de contrainte a été proche de 5, ce qui le lie normalement à la loi de puissance de fluage. Une analyse de la littérature a été réalisée [93–95] des données du fluage disponibles d'Al-7075 (à une rangée de température de100–450 °C et sous une rangée de 3–450 MPa).



Figure II.10: Caractéristiques des vitesses de fluage tracées en fonction de la contrainte appliquée en échelle double logarithmique à 359 °C [80].

Les données disponibles ont été appropriées à l'équation de Dorn, utilisant la valeur de G et de b pour l'aluminium pur [98] et les données de forte contrainte ont été exprimées comme suit :

$$\frac{\epsilon KT}{GbD_0 \exp(-\frac{Q}{RT})} = A_D \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n$$
(II.3)

Où les meilleures valeurs de différents paramètres sont données comme suit :

Q = 142 ± 14 kJ/mole, n = 4.1 ± 0.2 et $D_0A_D = 1.2 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$.

Sous l'effet de faible contrainte appliquée ($\sigma/G < 2.6 \times 10-5$) sur l'alliage de l'aluminium 7075 (TTM), ils ont observés que les données montrent une transition vers un faible exposant de contrainte (n =1.3 ± 0.4, Figure II.10). Pour l'échantillon forgé (3 séries d'essai) avec une taille de grain de 144 µm, ce qui correspond à un exposant de contrainte de 4.3 et la transition vers un faible exposant de contrainte n'est pas observé. Ces auteurs rapportèrent que selon des travaux menés par d'autres auteurs, comme les essais à faible contrainte étudiés par Embury et al. [94] à 450°C ne montrent pas aussi une transition vers un faible exposant de contrainte pas aussi une transition vers un faible exposant de contrainte pas aussi une transition vers un faible exposant de contrainte. Les essais de Embury et al. [94]. ont été déroulés comme des laminages plates avec des gros grains allongés d'une dimension transversale approximative de 144 µm. Donc, cela peut être traduit que la transition de cet alliage vers un régime visqueux est observé uniquement pour les microstructures à grains fins. Cette observation suggère que le fluage de H-D [96, 97] ne gouverne pas cet alliage pour des grosses tailles de grains.

La valeur de l'énergie Q présentée par d'autres chercheurs pour la déformation par fluage du 7075 sous des fortes contraintes s'étale dans un intervalle de 160–236 kJ/mole. Donc ils trouvèrent une valeur est de 142 ± 14 kJ/mole de la région à forte contrainte, alors que pour tous les données est égale à 142 kJ/mole qui est de même que celle de l'auto diffusion transgranulaire de l'aluminium pur [98].

Pour déterminer l'énergie d'activation du régime à faibles contraintes, ils ont pris en compte l'effet de la croissance du grain pendant le fluage. La vitesse du fluage difusionnel à T_1 (l'équation (1) modifiée par incorporation de l'effet de la taille de grain) devient :

$$\dot{\varepsilon}_1 = \frac{A}{d_1^2 T_1} \exp\left(\frac{-Q_c}{RT_1}\right) \tag{II.4}$$

Si les vitesses de fluage sont mesurées à deux températures, T_1 et T_2 , alors l'énergie d'activation de fluage, Q_c peut être calculée comme suit :

$$Q_{c=-R} \left[ln \left(\frac{\dot{\varepsilon}_1 T_1 d_1^2}{\dot{\varepsilon}_2 T_2 d_2^2} \right) \right] \frac{T_1 T_2}{(T_2 - T_1)}$$
(II.5)

Ils ont obtenus la vraie taille de grain après l'essai du fluage à 410°C sous 2.9 MPa sa valeur mesurée était de 89 μ m. D'après l'équation empirique décrite auparavant, ils s'estimaient la vraie taille de grain pendant l'augmentation du cycle de contrainte de 1.2 à 2.9 MPa sous 350 °C à 64 μ m, par substitution des valeurs des vitesses de déformation dans Eq. (II.4), lors de l'augmentation du cycle de contrainte et les valeurs des tailles de grain à 350 °C et 410 °C, ils

trouvèrent $Q_c = 147$ kJ/mole, encore ils ont remarqué que cela est en accord raisonnable avec la valeur de l'énergie d'activation 147 kJ/mole de l'autodiffusion de l'aluminium pure [98] et des données de la loi de puissance de fluage.

D'après la littérature de la superplasticité, les données du fluage d'alliage d'aluminium 7075 peuvent être comparées avec celles obtenues pour ce travail. Les données du fluage d'alliage d'aluminium 7075 superplastique décrites par Kwon and Chang [99] pour des tailles de grain de 9–45 μ m sous une température de 445–515 °C. Selon l'étude menée par Yang et al [100] il y'avait une dépendance entre la contrainte et la vitesse de déformation pour l'alliage 7075 laminé dans une gamme de 3×10⁻⁵ à 3×10⁻² s⁻¹ sous une température de 500 et 525 °C.

Suite à leurs observations sur l'allongement du grain pendant les stades initiaux de la déformation superplastique de l'alliage Al 7075 [100], ils ont confirmé d'avantage que le fluage diffusionel gouverne la déformation superplastique de cet alliage à des basses vitesses de déformation.

II.5 L'influence du travail à froid sur le fluage des métaux

Dans cette partie, on présente quelques travaux antérieurs sur l'effet des différents modes de déformation plastique sur le comportement au fluage de quelques métaux.

II.5.1 Introduction

Une étude menée par Kowalewski [101] sur l'influence du travail à froid au fluage des métaux, où il a montré que l'influence de l'histoire de la déformation sur les paramètres de bases du fluage du cuivre pur et de l'alliage d'aluminium PA6 (notation standard polonaise) est analysée au fluage qui est due à la traction uniaxiale sous des températures élevées. La prédéformation plastique à plusieurs niveaux de déformation choisie a été réalisée par traction à l'ambiante. Les données expérimentales achevées sont utilisées pour vérifier la théorie du fluage restaurée.

Pendant l'industrie et les procédés d'exploitations de la plus part des structures d'ingénieries ou de certains de leurs éléments sont soumis à la déformation. Donc, du point de vue d'ingénierie il est important de connaitre l'influence de cette déformation sur les différentes propriétés du matériau à haute température, comme la vitesse minimale de fluage, la ductilité, la durée de vie, la propagation de fissure et rupture. L'auteur a trouvé que la déformation plastique à l'ambiante et sous des températures élevées avant l'essai de fluage avait aussi un effet bénéfique ou nuisible

sur les matériaux. Bien que le problème a été étudié expérimentalement auparavant sur plusieurs matériaux [102 ÷107], seulement une valeur limitée des données disponibles reflète l'influence de la pré-déformation plastique sur le procédé de fluage jusqu'à la rupture [107, 103, 105, 106]. Il est bien connu que le problème est particulièrement important pendant la fabrication ou le procédé d'assemblage, où un nombre de matériaux utilisés dans des éléments critique des structures d'ingénieries peuvent recevoir des déformations à froid et comme conséquence cela peut changer significativement leurs durée de vie. Il décrive que jusqu'à maintenant la valeur des données expérimentales est encore insuffisante afin d'estimer exactement si l'augmentation ou la diminution de la résistance au fluage apparaîtra seulement à certaine valeur de pré-déformation. L'auteur avait pour objectif d'identifier l'influence de la pré-déformation plastique de cuivre pur et d'alliage d'aluminium sur la base des paramètres du fluage sous une traction uni axiale.

II.5.2 Essais de fluage

Les échantillons sont flués dans un four tubulaire. Pour les deux matériaux le protocole expérimental comprend des essais du fluage sous une traction uniaxiale réalisés à deux différentes températures (523 et 573 K dans le cas du cuivre pur, 423 et 473 K pour l'alliage d'aluminium). Les essais du fluage ont été effectués pour les matériaux à l'état initial et à l'état plastiquement pré-déformé sous une température ambiante. Dans le cas du cuivre les valeurs de la pré-déformation de 2.5, 5.0, 7.5 et 10 % ont été sélectionnées dans des essais à 523 K, tandis que les essais à 573 K ont été réalisés pour les échantillons pré-déformés jusqu'à 5% et 10%. Les échantillons d'alliage d'aluminium ont été pré-déformés jusqu'à 1 %, 2 %, 6 % et 8 % pour les deux températures d'essais du fluage prise en compte.

Les résultats expérimentaux pour le cuivre et l'alliage d'aluminium sont présentés dans les figures II.11 (a), (b) et figures II.12 (c), (d), respectivement. D'après ses résultats, la vitesse minimum de déformation par fluage et l'allongement diminuent lorsque la pré-déformation plastique augmente. Tel type de réponse est proportionnel à la pré-déformation plastique uniquement jusqu'à $\varepsilon = 5$ % dans le cas du cuivre, et jusqu'à $\varepsilon = 6$ % pour l'alliage d'aluminium et que les grandeurs les plus élevées de la déformation préalable conduisent à l'augmentation de la vitesse du fluage pour les deux matériaux. Il a constaté également que la pré-déformation change également la durée des stades typiques du fluage des deux matériaux testés et que la durée du fluage primaire diminue, en pratique, indépendamment au taux de déformation plastique préalable. Dans le cas du cuivre pur, il a confirmé que la durée du stade secondaire diminue, lorsque la pré-déformation plastique augmente, alors qu'un comportement opposé a été observé

au cours du fluage des échantillons d'alliage d'aluminium pré-déformés. Par comparaison avec le cuivre non déformé il a observé une faible augmentation du temps de rupture avec l'augmentation de la pré-déformation plastique pour les échantillons pré-déformés testés à température élevée (573 K). Dans le cas de plus basse température (523 K) la durée de vie a diminuée significativement avec l'augmentation de la pré-déformation plastique. Le fluage d'alliage d'aluminium montre la même tendance de variation de la durée de vie en raison de la pré-déformation pour les deux températures citées auparavant, à savoir une augmentation de la durée de vie est proportionnelle à la grandeur de la pré-déformation plastique. Il a noté que les grandeurs de la pré-déformation plastique supérieures à 6 % ont menées à un effet inverse, à savoir la réduction de la durée de vie. Les données expérimentales achevées ont été largement discutées par l'auteur et sont utilisées pour vérifier les suppositions de bases ainsi que les prédictions de la théorie du fluage restaurée. Finalement l'auteur a constaté qu'il y'a une bonne concordance entre les données expérimentales et la prédiction de la théorie du fluage qui peuvent être achevées seulement pour de niveau suffisamment faible de pré-déformation, plus bas que 5 % dans le cas du cuivre, et inférieur à 6 % pour l'alliage d'aluminium.



Figure II.11: Courbe du fluage de cuivre pur : $(a)\sigma = 70$ MPa et T = 523 K : $(b)\sigma = 45MPa$ et T = 523 K (1-matériau reçue à l'état ; 2, 3, 4,5- matériau pré-déformé jusqu'à 2.5, 5.0, 7.5, 10.0 %, respectivement [101].



Figure II.12: Courbes du fluage d'alliage d'aluminium PA6 à: (c) $\sigma = 300$ MPa et T = 423 K: (d) $\sigma = 200$ MPa et T = 473 K (1- Matériau à l'état reçue à l'état, 2, 3, 4, 5- matériau pré-déformé jusqu'à 1,0, 2,0, 6,0, 8,0 %, respectivement [101].

II.6 L'effet de la température sur les caractéristiques de traction et du fluage d'un fil d'aluminium utilisé dans les bobines des transformateurs de distribution

II.6.1 Introduction

D'après l'étude menée par Beniwal et al [110] sur la performance des bobines d'aluminium des transformateurs de distributions de courant (TDS), ont constaté que le problème de panne de ces transformateurs est dû aux conditions de fonctionnement d'une manière générale et plus particulièrement à l'effet fréquent du courant magnétique sur leurs durées de vie. Ce courant produit une contrainte mécanique excessive et un chauffage localisé intense qui peut être suffisant pour provoquer un allongement des conducteurs d'aluminium à cause de fluage. Ces courants provoquent des fortes courts circuits qui causent des endommagements sur l'enroulement des bobines et cela pour une durée significativement longue [108]. Donc, à chaque apparence de ce courant il ya une certaine dégradation du conducteur en aluminium et de son isolation. Suite à cela il y aurait des interruptions prolongées de courant, qui sont classées en quatre phases suivant leurs amplitudes et leurs natures. Le classement de ces phases est en fonction du démarrage du moteur, pendant son fonctionnement et la durabilité de la phase. Dans la première phase l'amplitude du courant qui s'élève de 10 à 15 fois la valeur de pré-coupure pour quelques cycles. C'est principalement en raison de l'aimantation de TDS. Dans la deuxième phase, l'amplitude du courant augmente jusqu'à 6 fois de la valeur normale du courant de

démarrage des moteurs et cette phase durera environ une seconde. La troisième phase est due à l'augmentation du courant nécessaire pour l'accélération des moteurs et sa durée est environ 15 secondes. Ces trois phases peuvent causer des contraintes mécaniques excessives responsables de la dégradation de l'isolation de la bobine. La quatrième phase est due à la perte de diversité parmi les charges thermostatiques et il continue jusqu'à ce que la diversité normale entre les charges soit rétablie. La durée varie de quelques minutes à plusieurs heures en fonction de divers facteurs comme la météo, nature de la charge, la durée de l'interruption etc. L'amplitude du courant de charge dans cette durable phase, peut être près de deux fois de la charge normale [109].

On note que les auteurs ont basé leurs études sur le calcul de la vitesse de déformation au fluage pendant le stade secondaire (stationnaire), avec une comparaison des résultats du fluage sur des fils en aluminium et de cuivre de diamètre respectivement de 0.8 mm et de 0.62 mm, sous différentes contraintes et températures, ils considèrent que ce stade du fluage est important et spécifique lors de la conception.

Le travail expérimental qu'ils ont effectué comprend, une étude métallographique, des analyses de la composition chimique, des essais de traction sous température ambiante et température élevée et des comportements du fluage des fils d'aluminium. On note que le fil d'aluminium étudié (alliage d'aluminium 1350) est d'une pureté de 99,6 %.

II.6.2 Analyse microstructurale

D'après l'examen métallographique des échantillons qu'ils ont analysé par la microscopie électronique à balayage (figure II.13) ils trouvèrent une microstructure composée de quelques traces d'impuretés dans la matrice d'aluminium, la présence de la deuxième phase (gris) indiquant l'existence d'impuretés / d'alliage dans la matrice d'aluminium.

À partir de ces micrographies, ils ont observé que les inclusions sont présentes dans le métal de base. Le pourcentage de ces particules de seconde phase a été de 1 à 2 %, sauf dans un échantillon contenant de 6 % de ces inclusions, et qui a été déterminé à l'aide d'un logiciel d'image J du software.



Figure II.13 : Micrographies de MEB des échantillons d'aluminium à l'état initiales [110].

La figure II.14 révèle les différentes inclusions que contiennent les échantillons d'aluminium qui sont du Carbone, du Fer et d'Oxygène analysés par EDS. Ils ont remarqué que la présence des éléments métalliques et non métalliques devraient diminuer la conductivité électrique et il est en relation avec l'échauffement résistive électrique qui à son tour peut affecter la résistance au fluage des fils d'aluminium utilisés dans les machines électriques, tels que le TDS (transformateur de distribution).



Figure II.14 : Spectre de composition chimique par EDS [110].

II.6.3 Essais de traction

De plus, ils ont réalisé des essais de traction sur six échantillons de fil d'aluminium à différentes températures ($25 \circ C - 50 \circ C$ - $100 \circ C$ - $150 \circ C$). Les propriétés mécaniques obtenues à partir de ces essais de traction comprennent la résistance à la rupture, la limite d'élasticité et la ductilité en termes de % d'allongement. Ils ont constaté que lorsque la température lors de l'essai augmente la résistance du fil d'aluminium à la traction diminue (Figure II.15). La ductilité a été mesurée en termes de pourcentage de réduction de la section, sa valeur est de 20 - 40 %.



Figure II.15: La résistance à la traction en fonction de la température des fils d'aluminium [110].

Pour connaitre le mécanisme de rupture pendant la traction, des faciès fractographiques des échantillons d'un fil d'aluminium rompus ont été analysés par microscopie électronique à balayage (Figure II.16). Ils ont observé que la rupture de la quasi-totalité des échantillons présentent un comportement ductile qui est évident par l'apparition d'une forme de cuvette sur la surface fracturée appelée cupule.

Ces cupules sont le résultat de la nucléation et la coalescence des microcavités des particules de la seconde phase et de la matrice d'aluminium. La nucléation des microcavités prédominant aux particules (inclusions) qui sont présentes dans la matrice d'aluminium. Après la nucléation, ces cavités croîtraient dans la direction perpendiculaire à la contrainte de traction appliquée et des cavités secondaires peuvent également nucléée à des particules plus petites. Pendant la striction, l'extension des cavités apparaitront, ce qui conduit à leurs coalescences résultant d'une déformation uniforme plus élevée. Après la rupture, une cupule de la surface fracturée est généralement observée.



Figure II.16: Fractographies des surfaces fracturées des échantillons d'aluminium en traction [110].

II.6.4 Essais de fluage

Le comportement au fluage du fil d'aluminium (diamètre de 0,8 mm et d'une longueur de jauge de 150 mm) à différentes températures et contraintes a été étudié et les résultats ont été représentés sur les figures de 17-19. La figure II.17 illustre la courbe du fluage du fil d'aluminium testé à une température de 250 °C et une contrainte de 30 MPa, ils ont observé un allongement de 1.65 mm pendant une durée de 140 min d'essai. L'analyse de la courbe de fluage a donné une vitesse du fluage de 0.568 x10⁻⁴ mn⁻¹. La figure II.18 présente une courbe du fluage du fil d'aluminium testé à une température de 150 °C et une contrainte de 30 MPa. Ils ont observé un allongement de 0.8 mm pendant une durée de 2500 min d'essai. Sous cette dernière condition la valeur de la vitesse du fluage est de 0.007×10^{-4} mn⁻¹. La figure II.19 illustre la courbe du fluage d'un fil d'aluminium testé à une température de 150 °C et une contrainte de 50 MPa, ils ont observé un allongement de 0.9 mm pendant une durée de 120 min d'essai. L'analyse de la courbe de fluage a donné une vitesse de fluage de $0.14 \times 10^{-4} \text{ mm}^{-1}$. ils observèrent à partir des résultats des essais du fluage qu'une augmentation de la température de 150 à 250 °C sous 30 MPa, provoque une augmentation significative de la vitesse de $0,007 \times 10^{-4}$ à 0.568×10^{-4} mn⁻¹ et qu'une augmentation de la contrainte de 30 à 50 MPa sous 150 °C, provoque une augmentation de la vitesse de $0,007 \times 10^{-4}$ à 0.14×10^{-4} mn⁻¹.



Figure II.17: Courbe du fluage d'un fil d'aluminium de 0.8 mm de diamètre à 250 °C et 30 MPa [110].



Figure II.18: Courbe du fluage d'un fil d'aluminium de 0.8 mm de diamètre à 150 °C et 30 MPa [110].



Figure II.19: Courbe du fluage d'un fil d'aluminium de 0.8 mm de diamètre à 150 °C et 50 MPa [110].

Ils ont effectué par la suite des essais de rupture par fluage sur des fils d'aluminium sous des conditions sévères de température (300 et 350 0 C) et à une contrainte de 58 MPa. Pour le fluage réalisé à 300 °C et 58 MPa (Figure II.20), ils ont observé un allongement de 1.6 mm pendant une courte durée de 76 min et avec l'apparition d'une éventuelle rupture, telle que la vitesse du fluage est de 3.5 x10⁻⁴ min⁻¹. Tandis que le fluage réalisé à 350 °C et 58 MPa (Figure II.21), ils ont observé un allongement de 1.4 mm pendant une durée très courte de 25 min et avec l'apparition d'une éventuelle rupture. Ils ont constaté aussi que la vitesse de fluage augmente rapidement avec le temps, présentant une allure de courbe à stade tertiaire. La vitesse de fluage est de 18 x10⁻⁴ min⁻¹, (Figures II.20-21). Ils ont remarqué également que l'augmentation de la température a le même effet que la contrainte, provoque une diminution du temps de rupture. D'une manière générale, quand la température et la contrainte augmentent le temps de rupture diminue. Ils remarquèrent qu'il n'ya pas de transition claire du premier stade au stade secondaire de fluage, cependant l'allure de la courbe du fluage est à caractère tertiaire.



Figure II.20: Courbe du fluage d'un fil d'aluminium de 0.8 mm de diamètre à 300 °C et 58 MPa [110].



Figure II.21: Courbe du fluage d'un fil d'aluminium de 0.8 mm de diamètre à 350 °C et 58 MPa [110].

Ils ont remarqué que pendant le fluage, l'élévation de la température accélère les mécanismes thermiquement activés (fluage diffusionnel, restauration, glissement au joint de grain etc.), tels que ces mécanismes font adoucir rapidement le matériau et diminuent sa résistance. Cette diminution de la résistance et l'augmentation de l'adoucissement à température élevée, provoque une augmentation de la vitesse de fluage [110]. Ce qui montre une réduction de la section d'échantillon fracturée (Figure II.22).



Figure II.22: Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium au fluagea) faible agrandissement montrant une réduction significative de la section et b)à fort agrandissement montrant une cupule [110].

II.6.5 Essais de fluage comparatif

Par la suite, ils ont entamé une étude comparative entre le fluage d'un fil d'aluminium et celui du cuivre, pour ce qui est des conditions d'essai de fluage, ils ont constaté que la valeur de la contrainte que subissent les bobines conductrices des transformateurs de distribution est entre 12.4 et 66.4 MPa, alors que la température est entre 100 °C et 140 °C. Comme le fluage est un phénomène typique de déformation plastique des solides cristallins à haute températures. A une température au-dessus de $0.4T_f$, la diffusion est dominante et provoque une déformation plastique. La déformation homogène est connue comme un comportement de fluage d'état d'équilibre (stade stationnaire) pour une large gamme de déformation. Cependant, la région d'état d'équilibre est la partie la plus importante de la durée de vie du matériau à haute température lors de fluage. A basse température, l'effet de la diffusion au fluage des solides cristallins est négligeable, mais le durcissement est plus important au stade initial de la déformation plastique. La figure II.23 présente la courbe du fluage d'un fil d'aluminium de diamètre de 0.8 mm à 140 °C et 40 MPa, sous ces conditions la vitesse du fluage stationnaire est de $25.54 \times 10^{-4} h^{-1}$. La figure II.24 présente la courbe du fluage d'un fil d'aluminium à 140 °C et 66.4 MPa, sous ces conditions la vitesse du fluage stationnaire est de $44.68 \times 10^{-4} h^{-1}$. La figure II.25 présente la courbe du fluage stationnaire est de $1.18 \times 10^{-4} h^{-1}$. La figure II.26 présente la courbe du fluage d'un fil de cuivre de diamètre de 0.62 mm à 140 °C et 40 MPa, sous ces conditions la vitesse du fluage stationnaire est de $1.18 \times 10^{-4} h^{-1}$. La figure II.26 présente la courbe du fluage d'un fil de cuivre de diamètre de 0.62 mm à 140 °C et 66.4 MPa, sous ces conditions la vitesse du fluage stationnaire est de $1.18 \times 10^{-4} h^{-1}$. La figure II.26 présente la courbe du fluage d'un fil de cuivre de diamètre de 0.62 mm à 140 °C et 66.4 MPa, sous ces conditions la vitesse du fluage stationnaire est de $1.79 \times 10^{-4} h^{-1}$. La figure II.26 présente la courbe du fluage stationnaire est de $1.79 \times 10^{-4} h^{-1}$ [111]. A partir de ces résultat, ils ont conclu que :

- L'effet de la température est critique sur le comportement au fluage des fils d'aluminium et de cuivre, telle que la diffusion est active et importante dans ces conditions expérimentales, tandis que la recristallisation n'est pas apparue.
- La courbe de fluage dépend de la contrainte appliquée. Quand la contrainte augmente, la courbe du fluage change du fluage logarithmique vers un état d'équilibre de fluage.
- La courbe de fluage dépend entièrement du type du matériau. Les vitesses du fluage stationnaires des fils d'aluminium à 140 °C correspondants aux contraintes 40 et 66.4 MPa sont de 21.64 et 24.96 fois que celle des fils de cuivre.



Figure II.23: Courbe du fluage d'un fil d'aluminium de $\phi = 0.8 \text{ mm}$ à 140 °C et 40 MPa



Figure II.24: Courbe du fluage d'un fil d'aluminium de $\phi = 0.8$ mm à 140 °C et 66.4 MPa [111].





Figure II.25: Courbe du fluage d'un fil de cuivre de $\phi = 0.62$ mm à 140 °C et 40 MPa [111]

Figure II.26: Courbe du fluage d'un fil de cuivre de $\phi = 0.62$ mm à 140 °C et 66.4 MPa [111]

II.7 L'identification de l'endommagement de l'alliage d'aluminium 2650-T8 au fluage

II.7.1 Introduction

Une étude réalisée par Djakovic et al [112], sur l'identification de l'endommagement de l'alliage d'aluminium 2650-T8 au fluage, Ils ont réalisés des essais de fluage sous des charges constantes pour l'alliage d'aluminium 2650-T8, ils trouvèrent une durée de vie de 10- 6,500 heures à 423 k (150 °C) et 448 K (175 °C). La réponse de l'alliage pendant le fluage est liée à son évolution microstructurale. Le comportement au fluage de l'alliage est expliqué par les concepts des procédés d'endommagement, tel qu'à travers leurs évolutions contrôlent l'accumulation de la déformation de fluage. Ils ont effectué des essais du fluage spécifiques pour examiner la validité des mécanismes d'endommagement.

Lors de fluage, différents matériaux présentent différents changements microstructuraux, qui peuvent influencer la performance au fluage des composants d'ingénieries. Puisque un certain nombre des alliages présentent une forme de courbe du fluage commune en tension (suggèrent un mécanisme commun), ces formes de courbe du fluage similaires peuvent être causées par assez différents mécanismes d'endommagement et ainsi que différents matériaux ne peuvent pas être effectivement représentés par une équation du fluage universelle. Il est fondamental que les lois constitutives utilisées au fluage prédirent des modèles qui reflètent des mécanismes contrôlant le fluage. Il est essentiel d'établir le contrôle des mécanismes d'endommagements dans l'alliage d'ingénierie et d'expliciter les considérations des changements microstructuraux, et de les incorporés dans les principales lois constitutives et dans les variables d'état du modèle prédit, permettant à tous les micro-mécanismes d'interactés entre eux et aux variables microstructurales d'évoluer avec le temps.

Les auteurs ont pour objectif d'identifier clairement les mécanismes d'endommagements et d'établir leurs importances qualitatives sous différents conditions de chargement pendant le fluage de l'alliage 2650-T8. Ils ont traité l'alliage2650-T8 à 506 °C pendant 1heure, trempé à l'ambiante dans l'eau, ils l'ont fait subir une pré-déformation de 0.8 % et un vieillissement artificiel de 19 heures à 190 °C, produisant des aiguilles fines dispersées ou des particules précipitées de forme ronde S'/S dans la matrice α . On note que le matériau qu'ils ont étudié a été fourni par Matra Aérospatiale sous forme d'épaisseur de 6 mm.

II.7.2 Essais de fluage

Les résultats des essais du fluage présentés dans ce travail concernant l'alliage 2650-T8 à l'état reçu, sont fournis par les deux sociétés Aerospatiale Matra et l'Onera [112], avant une section de forme plate d'épaisseur 1.6mm. La seule différence entre les deux est la taille de grain qui est de ~30µm pour la faible épaisseur et de ~40µm pour celui à forte épaisseur examiné dans la direction laminée DL. La plupart des essais ont été réalisés en traction. La figure1montre le comportement globale du fluage de l'alliage 2650-T8 à 175 °C, 150 °C et 130 °C (la contrainte en fonction du temps de rupture et la vitesse minimale en fonction de la contrainte). Ils ont constaté que la section à forte épaisseur avait un comportement meilleur au fluage audessous de 250 MPa à 175 °C et avec une petite différence à 150 °C, puis devient seulement notable au-dessous de ~220 MPa (e.g. à 200 MPa, la section de faible épaisseur se rompe à $\sim 10,760$ h et la section à forte épaisseur atteindre seulement 0.41 % après ~ 9.000 h). L'observation auparavant indiquée montre que la taille de grain influencera le comportement au fluage de l'alliage, où elle avait un grand effet à 175 °C qu'à 150 °C et cela signifie que la principale différence entre la réponse au fluage entre la taille des deux sections est l'étendue de l'endommagement au joint de grain. La section la plus épaisse du matériau avec gros grain a été trouvée qu'elle avait une déformation élevée à la rupture, ce qui suggère que la différence possible est dans l'extension de l'endommagement au joint de grain c'est-à-dire une cavitation. Ils ont remarqué que l'alliage le plus épais avait des déformations à la rupture approximativement de 7-11 %, tandis que le plus mince avait 2-6 %. Ils ont montré clairement à travers la figure II.27, que les vitesses minimales ne sont pas linéairement liées à la contrainte dans la représentation log-log. Cela signifie que la valeur de l'exposant de contrainte n de la loi de puissance (ici trouvé à varier de ~ 4 à ~ 6), montrant le problème principal de cette fonction empirique.



Figure II.27: Comportement globale au fluage de l'alliage 2650-T8 à 175 °C, 150 °C et 130 °C
(a) Contrainte en fonction du temps de rupture et (b) vitesse minimale en fonction de la contrainte [112].

La figure II.28 (a) montre une comparaison entre le fluage en traction et en compression du matériau 2650-T8 à l'état reçu. Ils ont constatés que les vitesses du premier stade pourraient indiquer la présence d'une contrainte interne résiduelle et qu'une courbe légère asymétrie est attendue en raison de l'effet de différents tests à charge constante en traction et en compression, mais une telle asymétrie ne peut s'expliquer que par le concept de la croissance de la cavité au joint de grain, où la compression ne permet pas la croissance de la cavité sur les joints de grains perpendiculaires à l'axe de la contrainte.



Figure II.28 (a): L'asymétrie du fluage en traction/compression à 250 MPa et 175°C [112].

Ils ont effectué des essais du fluage sur un échantillon pré-déformé plastiquement à froid sous 200 MPa et 175 °C (Figure II.28 (b)), où le fluage du matériau pré-déformé est comparé à celui de l'état reçu (Vierge). Ce qu'ils ont déduit finalement que la vitesse de la déformation initiale et la vitesse minimale de fluage sont clairement élevée au matériau pré-déformé prouvant que la

pré-déformation préalable avait un effet d'accélération global sur les vitesses de fluage. Les effets les plus notables sont la plus petite durée de vie et la déformation à la rupture (les deux multipliés par un facteur de 5), attribuable à l'extension de l'endommagement de cavitation au joint de grain et qui est due à la pré-déformation plastique.



Figure II.28 (b): L'effet de 4.9% de pré-déformation préalable à froid sur le fluage à 250 MPa et 175 °C [112].

A travers la figure II.29, ils ont montré une comparaison entre un échantillon à l'état reçu et un échantillon flué à 220 MPa et 150 °C, tel que l'augmentation du nombre de dislocations peut être clairement observée dans l'échantillon flué, montrant que la multiplication de dislocations mobiles opère en tant qu'un mécanisme d'endommagement dans l'alliage et que la densité de dislocations a été estimée par les images du MET par la mesure totale de la longueur de ligne de dislocation visible et de la diviser par le volume totale du matériau.



Figure II.29: Image du MET, (a) échantillon à l'état reçu (b) flué à 220 MPa et 150 °C avec une déformation à la rupture de 7.99 % [112].

Ils remarquèrent que cet endommagement avait été apparu au fluage des matériaux polycristallins [114, 115] et dépend fortement de l'état des alliages (exemple niveau de la prédéformation, traitement thermique, propriétés physiques) et les conditions d'essai (à haute température l'augmentation de la diffusivité des lacunes au joint de grain est plus marquante).

Cependant le fluage des surfaces fracturées (200 MPa 175 °C) du matériau à l'état reçu montre une rupture partiellement ductile, tandis que le matériau pré-déformé de 4.9 % présente une rupture intergranulaire avec une forme claire de la structure du grain (indiquant un endommagement extensive du joint de grain). Des cavités de l'ordre de 1 μ m ont été révélées par MEB sur les joints de grains d'échantillon à l'état reçu et flué [116, 117].

Bien qu'une conclusion univoque ne puisse être effectuée en raison du petit nombre de cavités observées. Dans les échantillons pré-déformés et flués, plusieurs sou-micro cavités au joints de grains sont trouvées, certains au niveau des sites des particules de joints de grains. Certaines de ces particules ont été trouvées à l'intérieur des cavités (Figure II.30).



Figure II.30: Echantillon pré-déformé de 4.9% flue à 200 MPa et 150 °C: (a) taille de soumicro cavités nucléés sur le joint de grain aux sites des particules du joint de grain, (b) des particules de joint de grain révélées à l'intérieur des cavités [112].

II.8 Fluage du cuivre polycristallin

II.8.1 Introduction

Wilshire et al [118] ont étudié le fluage et la rupture par fluage du cuivre polycristallin, telles que des courbes du fluage normales sont enregistrées dans une large gamme de contraintes à 686 K – 823 K pour des grains fins. Leurs observations sur le comportement suggèrent que les processus de dislocation sont dominants à tous les niveaux de contraintes. Ils ont constaté qu'avec le cuivre poly cristallin, le fluage apparaîtra par les processus contrôlés par diffusion des dislocations quand n>4 à des fortes contraintes, avec une diminution vers n \approx 1 à des faibles

contraintes [119] généralement attribué vers une transition à des mécanismes du fluage diffusionnel.

Un cuivre industriel (99.95wt.% Cu) a été tréfilé à froid sous forme de barre de 10 mm, a partir de laquelle des échantillons ont été fabriqués, d'une longueur de jauge de 25.4 mm et d'un diamètre de 4 mm (avec des extrémités filetés de 9.5mm).

II.8.2 Essais de fluage

Donc ils ont réalisé des essais du fluage à 686, 723 et 823 K, c'est-à-dire au-dessous de la température du recuit qui est de 923 K.

Les essais de fluage ont été achevés dans l'air utilisant :

- (a) Une vraie contrainte constante de la machine avec un chargement de levier d'un rapport
 10:1 pour les contraintes de 10 MPa et plus [120]. Ou
- (b) Une charge machine constante sans chargement des leviers, mais avec des cellules de charge linéaires pour une contraintes de vérification des essais à 10 MPa et moins.

Ils ont remarqué que, l'oxydation de la surface devient de plus en plus rigoureuse avec l'augmentation de la durée d'essai et de la température.

II.8.3 Analyse microstructurale

A partir d'une étude microstructurale, ils trouvèrent que, la rupture se produit systématiquement par cavitation, avec les observations suivantes :

a) Les cavités qui sont isolés aux joints de grains sont évidement lente au stade primaire du fluage pour les deux valeurs de n \cong 1(figure II.31(a)), et n \cong 4,5(figure II.31(b)).

b) Les cavités se forment préférentiellement près des surfaces d'échantillon (figure II.31 (a) et (b)), avec diminution du nombre de cavités et de fissures de la surface vers le centre (figure II.31(c)), suggéré que les cavités nucléés préférentiellement à petites particules d'oxyde créées par la pénétration de l'oxygène le long des joints de grains lors de fluage [120].

c) Le taux des cavités augmente avec l'augmentation de déformation par fluage, éventuellement formant une facette de grain unique fissurée à partir de laquelle se produit des large fissures à plusieurs facettes du grain dans des endroits variés le long de la longueur de jauge des éprouvettes fracturés (Figure II.31(c)).



Figure II.31: Les cavités des joints de grains présentes dans le cuivre polycristallin en aire pour des tests interrompus pendant les stades primaire (a) : à 2 MPa et 723 K quand n ≅ 1 et (b) : à 25 MPa et 823 K quand n ≅ 4.5, tandis que (c) : montre que la cavité et la fissure se développent dans l'échantillon testé à 50 MPa et 686 K pour n≅4.5 [118].

À travers ces études microstructurales établies, ils ont confirmé qu'avec l'utilisation de ces procédures, pas d'évidente recristallisation dynamique et/ ou gros grain n'a été trouvé, lors du fluage sous les différents contraintes/températures étudiées.

Ils remarquèrent aussi que l'augmentation de la vraie déformation (ϵ) illustré à travers la figure II.32 (a) montre bien que le premier stade devient moins apparent, alors que le stade tertiaire devient plus remarquable avec la diminution de la contrainte et l'augmentation de la température. Ces auteurs ont constaté également que le changement de la vitesse de déformation () quand

 t/t_f augmente (Figure II.32 (b)) est en accord avec l'avis que, sous la traction le stade secondaire ou le stade d'état d'équilibre existe réellement aux métaux polycristallins [73]



Figure II.32: La variation de (a) : la déformation de fluage (ϵ) et (b) : la vitesse de déformation en fonction du temps normalisé (t/t_f) pour le cuivre polycristallin sous 69 MPa et 686 K, à 30 MPa et 723 K et 10 MPa à 823 K [118].

II.9 Fluage des fils de cuivre tréfilés

II.9.1 Introduction

Un travail réalisé par Ayensu et al [121] sur des fils de cuivre polycristallin tréfilés d'une pureté de 99.9 % et d'une taille de grain de 90 à 125 μ m fabriqués par la compagnie Kabelmetal (Ghana). Ces fils avaient été testés par fluage dans une rangé de température de 0.42 à 0.57 T_m sous une pression atmosphérique à une contrainte de 7.08 à 21.24 MPa. Ils ont trouvé que la valeur de l'exposant de contrainte n est entre 2.0 à 2.4 et l'énergie d'activation Q allant de 61.3 à 63.2 KJ/mole. Ils ont observé que l'exposant de contrainte n diminue avec l'augmentation de la température et l'énergie d'activation diminue avec l'augmentation de la contrainte. Le mécanisme de déformation est attribué au glissement du joint de grain et à l'auto diffusion des atomes de cuivre dans le joint du grain calculé d'après le modèle de Coble dans une rangée de $2.2 \times 10^{-11} \text{ cm}^2/\text{s}^{-1}$ à $2.2 \times 10^{-10} \text{ cm}^2/\text{s}^{-1}$.

Les fils de cuivre tréfilés sont utilisés extensivement dans les lignes de transport à haute tension. Comme un résultat d'intense irradiation solaire et d'ultérieures températures ambiantes élevées, ces fils connaîtraient un important flux thermique et quand ils subissent des hauts voltages, cela entraine des gradients de températures élevées.

Ces fils connaîtront un fléchissement apparent due à leurs poids et lorsque sont soumises à un temps long en service, subissant une déformation par fluage. Heureusement, que la fabrication par tréfilage assure des grains fins d'une moyenne de 90 à 125 μ m et ces fils ne se rompent pas pendant le service.

II.9.2 Essais de fluage

Cependant, ils ont effectué des essais de fluage pour étudier le comportement au fluage des éprouvettes de cuivre dans les conditions du laboratoire dont le but d'améliorer les procédés de fabrications, d'assurer une longue vie de service et de prolonger la durée de vie de rupture.

D'après cette étude, ils ont montré que la loi de puissance du phénomène de fluage et le mécanisme dominant à des températures intermédiaires (0.3 à $0.7T_f$, où T_f représente la température absolue du point de fusion) dépendent de l'exposant de contrainte n, énergie d'activation de fluage Q, et le volume d'activation V*.

D'autres auteurs comme Raj [122], Raj et Langdon [123] avaient trouvé que n >4.5 et Q est de 180-135 KJ/mole et soulignent que la vitesse contrôlant le mécanisme est déterminée par le taux d'intersections des obstacles (c'est à dire le glissement des dislocations est contrôlé par les obstacles). Dans cette présente investigation, des faibles contraintes sont utilisées (7.08-21.24 MPa). La taille moyenne du grain de l'éprouvette est plus petite que la taille de grain utilisé par Raj et Langdon [123].

Les essais du fluage qu'ils ont réalisé sur des fils de cuivre d'un diamètre nominale de 2.10 mm ont été flués par machine de type Denison qui incorpore un transformateur de déplacement équipé par un comparateur pour les mesures de l'allongement. Un petit four de type Kanthal est construit d'après les critères de Laubnitz [124], tel que sa température maximum est de 1000 °C. La température de l'éprouvette est contrôlée par deux thermocouples de type Chromel/Alumel. Les éprouvettes ont été fluées à des températures de 573,673 et 773 K sous des contraintes uni-axiales de 7.08, 14.16 et 21.24 MPa.

La déformation a été mesurée par un transformateur différentiel linéaire variable accompagnée d'un amplificateur et d'un diagramme d'enregistrement, et vérifier par utilisation d'un comparateur.

II.9.3 Détermination de l'exposant de contrainte et de l'énergie d'activation

Ces calculs sont basé sur une considération que la loi de puissance du phénomène de fluage et l'équation du fluage de type Arrhenius pour un fluage stationnaire est de $\dot{\varepsilon} = \sigma^{n} \exp^{-Q/RT}$, où ils ont calculé l'exposant de contrainte n de la pente de log $\dot{\varepsilon}$ en fonction de log σ (Figure II.33) pour plusieurs températures. Les valeurs obtenues sont montrés au tableau II.1.

Par la suite, ils ont déterminé la valeur de l'énergie d'activation Q à partir de la pente de logé en fonction de 1/T (Figure II.34) et les valeurs obtenues sont montrés au tableau II.2.



Figure II.33: Courbes des vitesses en fonction de la contrainte à 573K, 673K et 773K [121].



<u>7</u>-0

21 24MPa

Tableau II.2: Valeurs des énergies [121].

T/T_{f}	n±0.2
0.42	2.4
0.5	2.1
0.57	2.0

T/T_{f}	n±0.2	
0.42	2.4	
0.5	2.1	
0.57	2.0	

Tableau II.1 : Valeurs des exposants de contrainte [121].

σ (MPa)	Q (KJ/mole)
7.08	63.2
14.16	62.2
21.24	61.3

Finalement ils ont conclu que la valeur moyenne de l'exposant de contrainte déterminée est de 2.2, caractérisant un glissement du joint de grain [125] et que la diminution de la valeur de **n** avec l'augmentation de la température est expliquée par la faiblesse progressive des liens entre les atomes du joint de grain. Ainsi que les valeurs déterminées de l'énergie d'activation pour le cuivre sont de même que celles obtenues par Gifkin [126]. Tandis que la température au-delà de laquelle le glissement du joint de grain devient fortement développé est de 0.5T_f [127] ce qui correspond à la marge de température de l'essai.

II.10 Conclusion partielle

L'objectif de cette partie est de synthétiser les principaux travaux de recherche réalisés sur l'étude du comportement au fluage des matériaux de structure c.f.c. en particulier l'aluminium et ses alliages. Nous avons donc enregistré que l'état d'équilibre au fluage à de basses températures n'a jamais été observé pour un métal pur. A travers cette étude nous pouvons constater qu'avec une température au-dessus de la moitié du point de fusion (T_f), la plupart des métaux et alliages présentent des courbes du fluage normales. Les résultats d'étude ont montré que le processus de rupture par fluage peut être influencé par une pré-déformation plastique. La courbe de fluage dépend de la contrainte appliquée quand la contrainte augmente, la courbe de fluage change du fluage logarithmique vers un état d'équilibre de fluage. D'une manière générale quand la température et la contrainte augmentent le temps de rupture diminue. La courbe de fluage dépend entièrement du type de matériau. L'analyse microstructurale des fils d'aluminium montre qu'après la rupture, une cupule de la surface fracturée est généralement observée. L'élévation de la température accélère les mécanismes thermiquement activés (fluage diffusionnel, restauration, glissement au joint de grain etc.). Ces mécanismes font adoucir rapidement le matériau et diminuent sa résistance, alors que la recristallisation n'est pas apparue.
Chapitre III

Matériau étudié et techniques expérimentales

III.1 Introduction

Ce chapitre a pour but de présenter les méthodes expérimentales qui nous permettent de déterminer d'une part les propriétés mécaniques de notre matériau tels que, les essais de traction et les essais de fluage et d'autre part d'utiliser des méthodes d'analyse microstructurale pour pouvoir apporter des informations souvent complémentaires aux résultats issus des techniques précédentes. Le matériau étudié dans cette thèse est fabriqué par l'entreprise des industries du câble de Biskra (EN.I.CA.B), qui dispose d'un atelier de tréfilage et de câblage spécialisés dans la fabrication des fils et câbles nus de basse, moyenne et haute tension. L'entreprise fabrique des fils de cuivre, d'aluminium et d'alliage d'aluminium à différents diamètres ayant de bonne caractéristiques mécaniques et électriques et du point de vue qualité sont certifiés par la norme ISO (International Standard Organisation).

III.2 Tréfilage

Le tréfilage est la réduction progressive de la section de fil façonné à froid par le passage du fil à travers des filières de diamètres décroissants. Il utilise principalement la déformation plastique pour la réduction du fil [128].

Il y a deux principes de tréfilages d'aluminium utilisés par l'E.N.I.CA.B :

a) Tréfilage à glissement :

Ce type de tréfilage permet la réduction des fils en aluminium sans recuit. Dans ce cas l'opération s'effectue par la réduction d'un fil de diamètre d'entrée 9.5 mm sur 9 passes (filières) de tréfileuse combinée (horizontale) du type DZWG1250/10,1 pour obtenir un fil final de diamètre 2.61 mm.

b) Tréfilage à accumulation :

Ce type subit deux étapes de tréfilages qui sont les suivantes :

.Tréfilage primaire : Effectue la réduction des fils en aluminium avant recuit. Dans notre cas, la réduction d'un fil de diamètre d'entrée 9.5 mm est effectuée sur 4 passes (filières) de tréfileuse combinée (verticale) du type UDZSA2501, pour obtenir un fil final de diamètre 5 mm.

.Tréfilage secondaire : Effectue la réduction des fils en aluminium après recuit. Dans notre cas la réduction d'un fil de diamètre d'entrée 5mm est effectuée sur 6 passes (filières) de tréfileuse combinée (verticale) du type UDZSA630 /6, pour obtenir un fil final de diamètre 1.80 mm (Figure III.1).



Figure III.1 : Tréfileuse horizontale de type DZWG1250/10,1.

III.3 Matériau étudié

Le matériau que nous avons étudié est sous forme de fils d'aluminium tréfilés avec des taux de réduction (ϵ %) de 89,76 ; 92,45 et 96,41%, qui sont calculés d'après l'équation III.1, à partir d'un fil machine de diamètre 9.5 mm (Tableau III.1).

Les caractéristiques physiques et composition chimique représentées respectivement dans les tableaux III.2 et III.3.

$$\varepsilon = \frac{S0 - S}{S0} \times 100 \tag{III.1}$$

 ϵ : taux de réduction en %.

 S_0 : section initial du fil machine en mm².

S : section du fil tréfilé en mm^2 .

	Tableau III.1	:	Valeurs	des	taux	de	réduction
--	---------------	---	---------	-----	------	----	-----------

Diamètre du fil (mm)	ε (%)
1.8	96,41
2.61	92,45
3.04	89,76

Diamètre du fil machine (mm)	Rm (MPa)	A (%)	Conductibilité électrique <i>m / .mm (20°c)</i>
9.5 ± 0.5	70-90	18	35.7

Tableau III.2 : Caractéristiques physiques du fil d'aluminium.

Tableau III.3 : Composition chimique du fil d'aluminium (composition massique %)

Al	Cu	Fe	Si	Zn	Cr+Mn+Ti+V	autre
99.5	0.01	0.2	0.08	0.05	0.01	0.02

III.3.1 Traitement de recuit

Afin de connaitre l'effet du traitement thermique sur les fils d'aluminium tréfilés, pour notre étude nous avons effectué un traitement de recuit sur un fil d'un taux de réduction de l'ordre de 96,41% à une température de 400 °C pendant des temps de recuit qui sont : 15 min, 30 min, 1 heure, 2 heures et 5 heures. Le four utilisé au niveau du laboratoire des matériaux semi conducteurs et métalliques de l'université de Biskra est de type « thermolyne 21100 » (Figure III.2). Pour étudier leurs caractéristiques mécaniques ces fils ont subi différents essais de traction et de fluage.



Figure III.2 : Four de traitement thermique.

III.3.2 Eprouvettes de fluage et de traction III.3.2.1 Forme et dimension

L'éprouvette est obtenue par un prélèvement d'un fil machine d'aluminium de diamètre 9.5 mm et des fils d'aluminium tréfilés de diamètres respectivement 1.80 - 2.61- 3.04 mm ayant une longueur totale L_t de 300 mm et de longueur initiale de jauge L_0 de 100 mm (Figure III.3).



Figure III.3: Eprouvettes des fils d'aluminium tréfilés.

III.4 Essais mécaniques

III.4 .1 Essais de traction

Des essais de traction sont réalisés à la température ambiante sur des fils tréfilés et tréfilés recuit avec une vitesse de déplacement de 2mm/min sur une machine universelle de type AGS-X de Shimadzu MWG, dans le laboratoire d'étude des matériaux hors équilibre (LEMHE) de l'université Paris-Sud 11 France (Figure III.4).

Ces essais nous permettent de collecter des informations à propos de la résistance maximale de la rupture, la résistance élastique et le pourcentage de ductilité du matériau.



Figure III.4: Machine de traction(SHIMADZU) (LEMHE université paris-sud 11 France).

III.4.2 Essais de fluage

Les essais du fluage ont été réalisés en air à force constante (charge morte) sur le banc du fluage horizontal réalisé au niveau du laboratoire des matériaux semi conducteurs et métalliques de l'université de Biskra (Figure III.5). Cet appareil est composé de :

- un bâti de machine du fluage avec un bras de levier pour une mise en charge par l'intermédiaire de poids « morts »

- un four à résistances permettant d'atteindre des températures allant jusqu'à 1000°C.

- un thermorégulateur relié à un thermocouple placé au centre de l'éprouvette afin de contrôler la température de l'éprouvette au cours de l'essai avec une précision de $\pm 2^{\circ}$ C.

-L'allongement des éprouvettes est mesuré et enregistré tout au long de l'essai, dont la précision est de 50 µm par l'intermédiaire d'un système d'acquisition des données et relié à un PC.

La mise en température est réalisée avec une précharge d'environ 10 % de la charge totale. Une fois la température atteinte et la température du four est stabilisé à ce moment, la mise en charge des essais est effectuée. Tous les essais du fluage que nous avons réalisés sont isothermes, c'està-dire ce sont des essais du fluage « classique » qui correspondent au suivi de la déformation de l'éprouvette maintenue sous une contrainte constante et à une température également constante.



Figure III.5: Machine du fluage.

III.4.3 Microdureté Vickers

La dureté est définie comme la résistance qui oppose un matériau à sa pénétration par un autre corps plus dur que lui. Elle est mesurée grâce à l'empreinte que laisse un pénétrateur dans un matériau sous une forme donnée. Il existe différent essais selon la forme du pénétrateur et la nature de mesure de l'empreinte (surface ou profondeur).

L'essai de dureté de Vickers, qui est couramment utilisé, s'effectue avec un pénétrateur en diamant ayant la forme d'une pyramide à base carré, d'angle au sommet 136°, sous une charge F présélectionnée et une durée d'action déterminée (Figure III.9).



Figure III.9: Principe de mesure de microdureté Vickers.

La dureté Vickers HV est liée à la charge appliquée (F) et la longueur de la diagonale de l'empreinte (d) par la relation :

$$HV = \frac{1.8544F}{d^2}$$
(III.2)

Avec F en kgf et d est la moyenne mesurée des deux diagonales de l'empreinte en mm.

Dans notre étude, les mesures de microdureté de Vickers nous ont été un complément de caractérisation important afin de suivre l'évolution de la dureté des fils tréfilés et recuits pendant des temps de maintien variant de 15 mn jusqu'à 5 heures avant et après les essais du fluage. Les mesures sont réalisées sous une charge de 200 g appliquée pendant15 secondes à l'aide d'un microduromètre de marque « Wolpert Wilson » (Figure III.10). Pour chaque échantillon, la valeur de la microdureté correspondant représente la moyenne de six mesures prises.



Figure III.10: Microduromètre typeWolpert Wilson.

III.5 Techniques expérimentales

III.5.1 Microscopie optique

La microscopie optique est une technique qui nous permet de suivre l'évolution microstructurale du comportement des fils d'aluminium tréfilés et flués à différents stades de fluage. L'appareil utilisé est un microscope optique de type HUND T100-WETZLAR, de la compagnie « Wiloverts », ce dernier nous a permis d'utiliser des grossissements pouvant aller jusqu'à 100 fois. Un appareil numérique est monté sur le microscope, permettant l'acquisition numérique des images (Figure III.6).



Figure III.6: Microscope optique.

III.5.1.1 Préparation métallographique

Dans le but de faire des observations microscopiques, nous avons utilisé les techniques habituelles de préparation métallographique des échantillons. Pour le rendre « miroir », les échantillons subissent un polissage mécanique avec papiers abrasifs de différentes granulométries du 120 jusqu'à 1200, ensuite un polissage de finition sur tissu feutré avec l'addition du lubrifiant et de la pâte diamanté de granulométrie 1µm. Après chaque polissage, les échantillons sont nettoyés à l'eau distillée et séchée.

Afin de révéler la microstructure, l'échantillon est attaqué chimiquement par réactif approprié, d'une solution composée de 2 ml HF+ 3 ml HCL+ 5 ml HNO₃ +190 ml H₂O, avec un temps d'attaque de 15 secondes.

III. 5.2 Microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour scaning electron Microscopy) est une technique de microscopie basée sur le principe des interactions électrons –matière. Un faisceau d'électron balaie la surface de l'échantillon à analyser qui en réponse, réémet certaines particules. Différents détecteurs permettent d'analyser ces particules et de reconstruire une image de la surface. La microscopie électronique à balayage est un outil particulièrement pertinent pour l'observation de l'état d'endommagement du faciès des éprouvettes rompues après sollicitation en fluage de part sa profondeur de champ et sa forte résolution. Dans la pratique, les MEB actuels les plus conventionnels, c'est-à-dire équipés de détecteurs d'électrons secondaires

permettant d'atteindre une résolution de l'ordre de 20 nm et un grossissement qui peut aller jusqu'à 300000 fois. L'appareil que nous avons utilisé est de type Jeol JSM-LV6390 à filament en tungstène qui se trouve à l'université de Biskra (Figure III.7).



Figure III.7: Microscopie électronique à balayage (MEB).

III. 5.3 Analyse par diffraction des rayons X

Les fils d'aluminium à l'état tréfilés et tréfilés recuits, lors des essais de fluage subissent des déformations à différents stades, la diffraction des rayons X est l'une des techniques permettant le suivi de la texture des grains déformées. Bien qu'il soit connu que les effets des déformations du réseau cristallin à l'échelle atomique se traduisent au niveau de la diffraction (rayons X) par une modification de la forme du pic de diffraction, présentant ainsi des textures globales du matériau.

La diffraction se produit quand une radiation électromagnétique interagit avec les atomes d'un réseau cristallographique et quand la longueur de l'onde diffractée équivaut à l'espace

interréticulaire. A partir des relations basées sur les découvertes de Laue et Bragg. La diffraction des rayons X peut être interprétée comme une réflexion sur une famille de plan {hkl}. Pour une famille donnée de plans cristallographiques de plan {hkl}, de distance interréticulaire d, la relation de Bragg donne la relation entre l'angle d'incidence θ (angle de Bragg) du faisceau par rapport aux plans considérés {hkl}, sa longueur d'onde λ et d :

 $2dsin\theta = n \lambda$

Où n est un entier et représente l'ordre de diffraction.

L'ensemble des spectres de diffraction ont été réalisés sur diffractomètre de type « Bruker D8 Advanced (Figure III.8) qui se trouve à l'université de Biskra. Le rayonnement X est produit par une anticathode en cuivre de longueur d'onde $\lambda k_{\alpha} = 1.5406$ Å[°]. Les caractéristiques d'alimentation du tube sont :

V = 40 KV et I = 40 Ma.



Figure III.8: Diffractomètre des Rayon X.

Chapitre IV Essais mécaniques

IV.1 Introduction

Ce chapitre présente les interprétations des résultats des essais, de traction et de fluage, qui ont été menés à rupture. Les essais de traction permettent d'évaluer les grandeurs caractéristiques de la microstructure : limite d'élasticité, contrainte maximale, capacité d'écrouissage et la ductilité. Les essais du fluage présentent une caractérisation expérimentale du comportement en fluage des fils d'aluminium tréfilés et tréfilés recuit à différents taux de déformation de 89,76 ; 92,45 et 96,41%. Nous exposerons ensuite les résultats obtenus par ces essais et pour en faire des interprétations qui permettent d'appréhender les influences de la température et de la contrainte sur la vitesse de fluage et la durée de vie du matériau et de tirer des conclusions concernant les modes de rupture ainsi que les mécanismes du fluage qui les gouvernent.

IV.2 Essais de traction

L'essai de traction consiste à soumettre une éprouvette à une force de traction et à mesurer la déformation qui s'ensuit. Il est ainsi possible de mettre en relation la contrainte appliquée et la déformation mesurée pour connaître le module d'élasticité, caractériser le comportement de déformation plastique, mesurer la ductilité, la limite d'élasticité ... etc. Ces informations peuvent être ensuite mises en lien avec la structure du matériau.

Pour mieux connaître les propriétés mécaniques du matériau étudié, des essais de tractions sont réalisés au niveau du laboratoire d'étude des matériaux hors équilibre (LEMHE) Uni. Paris-Sud 11 France, selon la norme ASTM Standard E8-91, afin de déterminer sa limite élastique R_e (N/mm²), sa résistance à la rupture R_r (N/mm²) et son allongement A (%).

a) Essais de traction des fils d'aluminium tréfilés et du fil machine

La figure IV.1 présente des courbes de traction des fils d'aluminium tréfilés et fil machine de diamètre respectivement 1,8 ; 2,6 et 9,5 mm. Nous pouvons déduire que la résistance à la rupture des fils tréfilés augmente et l'allongement diminue lorsque le taux de réduction augmente comparées au fil machine. Ce phénomène est dû à l'augmentation de la densité des dislocations lors de la déformation plastique par tréfilage.



Figure IV.1: Courbes de traction des fils d'aluminium tréfilés et fil machine: (a) : $\phi = 2,6$ mm et fil machine $\phi = 9,5$ mm, (b) : fil tréfilé $\phi = 1,8$ mm.

b) Essais de traction des fils d'aluminium tréfilés à taux de réduction de 96,41 % et recuits

La figure IV.2, illustre la courbe de traction d'un fil d'aluminium tréfilé et recuit à 400°C de 2 h, à taux de réduction de 96,41 %. Nous remarquons une diminution importante de la résistance à la rupture par rapport au fil tréfilé non recuit avec une augmentation de l'allongement. Ceci est dû à l'effet adoucissant de la température, qui a tendance à diminuer les tensions internes et contraintes résiduelles.



Figure IV.2: Courbe de traction d'un fil d'aluminium tréfilé et recuit à 400°C de 2 h,

La figure IV.3, illustre la courbe de traction d'un fil d'aluminium tréfilé et recuit de 5 h, à taux de réduction de 96,41 %. Nous avons constaté une diminution de la résistance à la rupture et une augmentation de l'allongement par rapport au fil tréfilé recuit de 2h. Ce phénomène s'est produit à cause du grossissement des grains sous l'effet de l'augmentation du temps de recuit.



Figure IV.3: Courbe de traction d'un fil d'aluminium tréfilé recuit de 5 h, à taux de réduction de 96,41 %.

La figure IV.4, illustre la courbe de traction d'un fil d'aluminium tréfilé et recuit de 10 h, à taux de réduction de 96,41 %. Nous avons remarqué aussi une diminution continue de la résistance à la rupture et une augmentation de l'allongement par rapport au fil tréfilé recuit de 5h, quand le temps de recuit augmente. Don c'est le même phénomène qui s'est produit que celui du recuit 2h.



Figure IV.4: Courbe de traction d'un fil d'aluminium tréfilé recuit de 10h, à taux de réduction de 96,41 %.

La figure IV.5 présente des courbes de traction des fils d'aluminium tréfilés et recuits à taux de réduction de 96,41 %. Nous remarquons que ces courbes ont une allure classique de traction telle que les fils recuits montrent des domaines élastiques très courts tandis que leurs domaines plastiques sont plus étendus avec un allongement allant de 45 % comparés au fil non recuit, le phénomène s'inverse où le domaine élastique est beaucoup plus important au détriment du domaine plastique avec un allongement qui n'excède pas 15 %. Nous avons constaté également quand le temps de recuit augmente, la résistance à la rupture diminue tandis que l'allongement augmente. Ce la signifie que le traitement de recuit a provoqué une restauration qui a engendré une augmentation de la taille moyenne du grain. Par conséquent les propriétés mécaniques se sont atténuées conduisant vers une ductilité importante.



Figure IV.5: Courbes de traction des fils d'aluminium tréfilés, et recuits d'un taux de réduction de 96,41 %.

La figure IV.6 illustre la résistance à la traction en fonction du temps de recuit des fils d'aluminium tréfilés d'un taux de réduction de 96,41 %, qui sont recuit à une température de 400 °C. On constate que lorsque le temps de recuit augmente la résistance à la traction diminue significativement, cela s'explique par l'adoucissement du matériau et de sa restauration sous l'effet thermique.



Figure IV.6: La résistance à la traction en fonction du temps de recuit, d'un fil d'aluminium à taux de réduction de 96,41 %.

d) Essais de traction des fils d'aluminium tréfilés et recuits à taux de réduction de 89.76 %.

La figure IV.7 illustre des courbes de traction des fils d'aluminium tréfilés, à taux de réduction 89.76 % en fonction de différentes températures de recuit de 150 °C à 400 °C pendant une heure de même on remarque pour les six échantillons testés que plus la température de recuit augmente plus la ductilité du matériau devienne importante présentant un allongement de l'ordre de 45 % tandis que la résistance à la rupture diminue considérablement comparant au fil non recuit. Donc cela prouve bien que la température a un grand effet sur le changement microstructurale du matériau et par la suite sur ses propriétés mécaniques.



Figure IV.7: Courbes de traction des fils d'aluminium tréfilés, à taux de réduction 89.76 % en fonction de la température du recuit à $t_r=1$ h.

La figure IV.8 illustre la résistance à la rupture en fonction de la température de recuit des fils d'aluminium tréfilés d'un taux de réduction de 89.76 %, qui sont recuit pendant une heure. On constate que lorsque la température de recuit augmente la résistance à la rupture diminue significativement, ce qui montre bien que la température fait atténuer les contraintes internes et favorise un adoucissement du matériau.



Figure IV.8: Effet de la température du recuit sur la résistance à la rupture des fils d'aluminium d'un taux de réduction 89,76 % pendant. 1h. de recuit.

IV.3 Essais de fluage

IV.3.1 Fluage des fils tréfilés à taux de réduction de 96,41 %

IV.3.1.1 Effet de la contrainte

a) Fluage sous (144 ; 162 MPa) à 130 °C

La figure IV.9, présente la courbe de déformation du fluage en fonction du temps du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous 144MPa et 130 °C. Nous remarquons que l'allure de la courbe est classique avec l'apparition des trois stades de fluage.



Figure IV.9: Courbe du fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous 144 MPa et 130 °C.

La figure IV.10, présente la courbe de déformation du fluage en fonction du temps du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous 162 MPa et 130 °C. Nous remarquons que l'allure de la courbe est classique avec l'apparition des trois stades de fluage. On constate que le stade primaire du fluage est d'une durée très courte, comme celui du stade tertiaire tandis que le stade secondaire du fluage est d'une durée de vie importante.



Figure IV.10: Courbe du fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous 162 MPa et 130 °C.

La figure IV.11 montre des courbes du fluage des fils d'aluminium tréfilés à taux de réduction de 96,41 % sous 144, 162 MPa et 130 °C, présentant une allure classique avec l'apparition des trois stades de fluage. Nous constatons que si la contrainte augmente la déformation et la vitesse de déformation augmentent alors que le temps de rupture diminue. Puisque cette augmentation de la contrainte favorise un glissement des dislocations.



Figure IV.11: Courbes du fluage des fils d'aluminium tréfilés à taux de réduction de 96,41 % sous 144, 162 MPa et 130 °C.

b) Fluage sous (126, 144, 162 MPa) à 160 °C

La figure IV.12, présente la courbe de déformation du fluage en fonction du temps du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous 126 MPa et 160 °C. Elle possède un comportement classique de fluage, comportant les stades primaire, secondaire et tertiaire.



Figure IV.12: Courbe du fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous 126 MPa et 160 °C.

La figure IV.13, présente la courbe de déformation du fluage en fonction du temps du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous 144 MPa et 160 °C. En comparant à la courbe précédente, elle présente une augmentation de la déformation et de la vitesse de déformation avec une diminution du temps de rupture, cela est dû à l'augmentation de la contrainte appliquée.



Figure IV.13: Courbe du fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous 144 MPa et 160 °C.

La figure IV.14, illustre la courbe de déformation du fluage en fonction du temps du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous 162 MPa et 160 °C. On constate que le stade primaire du fluage est d'une durée très courte, comme celui du stade tertiaire tandis que le stade secondaire du fluage est d'une durée de vie importante. Le même effet a été remarqué que la courbe précédente, seulement le temps de rupture est beaucoup moins avec une vitesse de déformation plus élevée.



Figure IV.14: Courbe du fluage d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous 162 MPa et 160 °C.

Les courbes ci-dessous (Figure IV.15) illustrent l'évolution de la déformation au fluage en fonction du temps d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous différentes contraintes ($\sigma_1 = 126$, $\sigma_2 = 144$, $\sigma_3 = 162$ MPa) à 160 °C, l'allure des courbes du fluage est d'une manière générale typique et classique, seulement quand la contrainte augmente la vitesse de

déformation stationnaire et la déformation augmentent alors que le temps de rupture diminue significativement. Dans ce cadre d'étude nous citons les travaux de M. Kawasaki et al [131] qui ont soumis l'aluminium pur à quatre passes d'ECAP et par la suite a subi un test de fluage sous des contraintes variées de 10 à 50 MPa à 200 °C (Figure IV.16). Nous constatons que l'allure de nos courbes a un comportement similaire avec les résultats trouvés par ces auteurs.



Figure IV.15: Courbes du fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous ($\sigma_1 = 126$, $\sigma_2 = 144$, $\sigma_3 = 162$ MPa) et T = 160 °C.



Figure IV.16: Courbes du fluage d'un aluminium pur sous 10 à 50 MPa à 200 °C [131].

c) Fluage sous (126 ; 144 ; 162 MPa) à 190 °C

La figure IV.17, illustre la courbe de déformation du fluage en fonction du temps du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous 126 MPa et 190 °C. Elle possède un comportement classique du fluage, comportant les stades primaire, secondaire et tertiaire.

Etude de fluage des fils d'aluminium tréfilés



Figure IV.17: Courbe du fluage d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous 126 MPa et 190 °C.

La figure IV.18, illustre la courbe de déformation du fluage en fonction du temps du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous 144 MPa et 190 °C. Elle a comportement similaire à la courbe précédente avec une vitesse de déformation élevée et un temps rupture moins. Car l'augmentation de la contrainte produit un mouvement des dislocations.



Figure IV.18: Courbe du fluage d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous 144 MPa et 190 °C.

La figure IV.19, illustre la courbe de déformation du fluage en fonction du temps du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous 162 MPa et 190 °C. Cette courbe a une allure classique avec l'apparition des trois stades de fluage.



Figure IV.19: Courbe du fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous 162 MPa et 190 °C.

La figure IV.20, présente la déformation au fluage en fonction du temps d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous ($\sigma_1 = 126$, $\sigma_2 = 144$, $\sigma_3 = 162$ MPa) et T = 190 °C. Nous remarquons que quand la contrainte augmente la vitesse de déformation augmente avec une diminution du temps de rupture, ce qui est semblable au comportement de la figure IV.15. Nous avons constaté également que la valeur de la vitesse de déformation est plus élevée qu'à 160 °C pour une même contrainte. La température étant plus élevée, les mécanismes de déformation et d'endommagement thermiquement activés sont plus actifs. On observe également une ductilité inférieure, ce qui est en accord avec les résultats trouvés par Terzi [129].



Figure IV.20: Courbes du fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous ($\sigma_1 = 126$, $\sigma_2 = 144$, $\sigma_3 = 162$ MPa) et T = 190 °C.

d) Fluage sous (109 ; 126 et 162 MPa) à 210 °C

La figure IV.21, présente la déformation au fluage en fonction du temps d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous ($\sigma_1 = 109$, $\sigma_2 = 126$, $\sigma_3 = 162$ MPa) et

T = 210 °C. Nous remarquons, quand la contrainte augmente la vitesse de déformation augmente avec une diminution du temps de rupture, ce qui est semblable au comportement de la figure IV.20.





Figure IV.21: Courbes du fluage d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous ($\sigma_1 = 109$, $\sigma_2 = 126$, $\sigma_3 = 162$ MPa) et T = 210 °C.

e) Détermination des paramètres de fluage

En effet, si on suppose une loi du fluage stationnaire de la forme, $_{stat} = A\sigma^n \exp(-\frac{Q}{RT})$, l'analyse des vitesses de déformation en fluage stationnaire permet la détermination des paramètres de fluage, définis dans le chapitre I, §I.7.4, tels que l'exposant de contrainte n et l'énergie d'activation ΔG . Les conditions de fluage sous les quelles notre matériau est testé sont de températures intermédiaires de l'ordre de T/T_f \approx 0,46 et de fortes contraintes tel que $\sigma/\mu \approx$ $5x10^{-3}$, où σ représente la contrainte appliquée et μ est le module de cisaillement de l'aluminium pur.

• Détermination de l'exposant de contrainte pour 130 °C

L'évaluation de l'influence de la contrainte s'effectue par la détermination de l'exposant de contrainte n de la loi de comportement en fluage. Pour cela, on trace l'évolution de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée dans un repère Log-Log. Cependant, l'évaluation de cette vitesse est rendue délicate par l'estimation de la fin du stade primaire de fluage. De plus, dans le cas où la rupture du matériau intervient, on choisit de travailler avec la valeur minimale de la vitesse de déformation en fluage stationnaire (vitesse la plus faible avant rupture). La figure IV.22 présente les courbes de vitesses du fluage en fonction du temps d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous 144 MPa et 162 MPa à 130 °C. Le tableau IV.1 et la figure IV.23 récapitulent les résultats obtenus.





Figure IV.22: Courbes de vitesse du fluage d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous ($\sigma_1 = 144$, $\sigma_2 = 162$ MPa) et T = 130 °C.

Tableau IV.1: Détermination de l'exposant de contrainte n pour 130 °C.

T (°C)	σ (MPa)	Rapport contrainte/résistance max	Temps rupture	ε (%)	_{min} (s ⁻¹)	Exposant de contrainte n
130	144	0,45	335061	19,85	1,2983E-06	
	162	0,50	45905	33,72	8,61E-05	6,25



Figure IV.23: Détermination de l'exposant de contrainte pour 130 °C.

• Détermination de l'exposant de contrainte pour 160 °C

La figure IV.24, illustre des courbes de vitesse du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous ($\sigma_1 = 126$, $\sigma_2 = 144$, $\sigma_3 = 162$ MPa) et T = 160°C. Nous avons constaté que lorsque la contrainte augmente la vitesse du fluage stationnaire augmente, ceci est en accord avec les travaux d'Ishikawa et al [130] (Figure IV.25). Le tableau IV.2 et la figure IV.26 récapitulent les résultats obtenus.





Figure IV.24: Courbes de vitesse du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous ($\sigma_1 = 126$, $\sigma_2 = 144$, $\sigma_3 = 162$ MPa) et T = 160 °C.



Figure IV.25: Courbes de vitesse en fonction du temps d'aluminium pur à T = 200 °C [130].

T (°C)	σ (MPa)	Rapport contrainte/résistance	Temps rupture	ε (%)	$\min(s^{-1})$	Exposant de contrainte n
- (-)		max				
	126	0,39	38151	20,13	0,000143062	
160	144	0,45	14608	33,94	1,33E-04	3,65
	162	0,50	15822	21,56	1,26E-04	

Tableau IV.2: Détermination de l'exposant de contrainte n pour 160 °C.



Figure IV.26: Détermination de l'exposant de contrainte pour 160 °C.

Détermination de l'exposant de contrainte pour 190 °C

La figure IV.27 illustre des courbes de vitesse du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % à ($\sigma_1 = 126$, $\sigma_2 = 144$, $\sigma_3 = 162$ MPa) et T = 190 °C. De même nous remarquons que l'augmentation de la contrainte se manifeste par une augmentation de la vitesse du fluage stationnaire. Donc, quand la température passe de 130 à 190 °C, cette élévation de la température provoque une augmentation de la vitesse de 14 fois ce qui favorise les mécanismes thermiquement activés. Le tableau IV.3 et la figure IV.28 récapitulent les résultats obtenus.





Figure IV.27: Courbes de vitesse d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % sous ($\sigma_1 = 126$, $\sigma_2 = 144$, $\sigma_3 = 162$ MPa) et T = 190 °C.

Tableau IV.3: Détermination de l'exposant de contrainte n pour 190 °C.

T (°C)	σ (MPa)	Rapport	Temps	ε (%)	$\min(\mathbf{s}^{-1})$	Exposant
		contrainte/résistance	rupture			de
		max				contrainte n
	126	0,39	4650	18	5,83E-04	
190	144	0,45	3375	19,5	0,00185	3,06
	162	0,50	2088	19,11	0,0012	



• Détermination de l'exposant de contrainte pour 210 °C

Le tableau IV.4 et la figure IV.29 récapitulent les résultats obtenus.

			1		1	
T (°C)	σ (MPa)	Rapport	Temps	ε (%)	$\min(s^{-1})$	Exposant de
		contrainte/résistance	rupture			contrainte
		max				
	109	0,34	6708	27,84	1,45E-03	
210	126	0,39	4175	18,58	2,89E-03	2,80
	162	0,51	1145	28,53	0,00459	

Tableau IV.4: Détermination de l'exposant de contrainte n pour 210 °C.



Figure IV.29: Détermination de l'exposant de contrainte pour 210 °C.

D'après les résultats récapitulés dans le tableau IV.5, la valeur moyenne de l'exposant de contrainte **n** calculée est de 3,94. Les exposants de contrainte supérieurs de l'unité calculés pour notre matériau laissent supposer des mécanismes de déformation en fluage de nature dislocationel, ce qui est en accord avec les travaux de Kawasaki et al [131], où ils ont trouvé une valeur de l'exposant de contrainte de l'ordre de 5 pour un aluminium pur (Figure IV.30). Nous avons enregistré également une diminution de l'exposant de contrainte lorsque la température augmente (Figure IV.31), ce qui est en accord avec les travaux d'Ayensu et al [121].





Tableau IV.5 : Valeurs d'exposant de contrainte en fonction de la température.

Figure IV.30: Log vitesse du fluage en fonction de log contrainte pour aluminium pur à l'état reçu et pour des échantillons ont subi un processus d'ECAP, sous des contraintes variés à 200 °C [131].

10

σ (MPa)

100

10-8

1



Figure IV.31: Détermination des exposants de contrainte pour 130, 160, 190 et 210 °C.
IV.3.1.2 Effet de la température

a) Fluage sous (160, 190 et 210 °C) à 126 MPa

La figure IV.32, illustre l'évolution de la déformation au fluage en fonction du temps d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % à différentes températures ($T_1 = 160$, $T_2 = 190$, et $T_3 = 210$ °C) sous 126 MPa. Cependant, on remarque que plus la température augmente plus la vitesse de déformation augmente et le temps de rupture diminue, cela peut s'expliquer par le fait que le fluage est un processus thermiquement activé et se traduit par des mécanismes qui font adoucir rapidement le matériau et diminuent sa résistance ce qui est en accord avec les travaux de Beniwal et al [110].





Figure IV.32: Courbes du fluage d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % à (T₁ =160, T₂ =190 et T₃ =210 °C) et σ = 126 MPa.

Détermination de l'énergie d'activation apparente pour 126 MPa

La Figure IV.33, représente l'évolution du logarithme népérien des vitesses de déformation en fluage stationnaire (cf. Tableau IV.6) en fonction de 1/T, pour l'ensemble des essais menés à 126 MPa. Compte tenu de la grande incertitude de la méthode d'estimation, l'ordre de grandeur de l'énergie d'activation est de 98 kJ /mol. Le tableau IV.6 illustre les différents paramètres caractéristiques de fluage à différentes températures sous une contrainte de 126 MPa.

Tableau IV.6 : Valeurs caractéristiques de fluage à 126 MPa

σ (MPa)	T (°C)	T/T_{f}	Temps	ε (%)	$_{\min}$ (s ⁻¹)
			rupture		
	160	0,46	38151	20,13	0,00014306
126	190	0,49	4650	18	5,83E-04
	210	0,52	4175	19	0,0025
		·			



Figure IV.33: Détermination de l'énergie d'activation pour 126 MPa.

b) Fluage sous (130 ; 160 et 190°C) à 144 MPa

La figure IV.34, illustre l'évolution de la déformation au fluage en fonction du temps d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % à différentes températures ($T_1 = 130$, $T_2 = 160$, et $T_3 = 190$ °C) sous 144 MPa. On constate que lorsque la température augmente la vitesse de déformation augmente également tandis que le temps de rupture diminue. L'effet de la température est critique sur le comportement au fluage des fils d'aluminium, telle que la diffusion des lacunes est active et importante dans ces conditions expérimentales.





Figure IV.34: Courbes de fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % à ($T_1 = 130$, $T_2 = 160$, $T_3 = 190$ °C) et $\sigma = 144$ MPa.

• Détermination de l'énergie d'activation apparente pour 144 MPa

La figure IV.35, représente l'évolution du logarithme népérien des vitesses de déformation en fluage stationnaire (cf. Tableau IV.7) en fonction de 1/T, pour l'ensemble des essais menés à 144 MPa. Compte tenu de la grande incertitude de la méthode d'estimation, l'ordre de grandeur de l'énergie d'activation est de 87 kJ /mol.

σ (MPa)	T (°C)	T/T_{f}	Temps	ε (%)	$\min(s^{-1})$
			rupture		
	130	0,43	335061	19,85	6,00E-05
144	160	0,46	14608	34	1,33E-04
	190	0,49	3375	19,5	0,00185

Tableau IV.7: Valeurs caractéristiques de fluage à 144 MPa



Figure IV.35 : Détermination de l'énergie d'activation apparente pour 144 MPa.

c) Fluage sous (130, 160 et 190 °C) à 162 MPa

La figure IV.36, présente les courbes de la déformation au fluage en fonction du temps d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % à différentes températures ($T_1 = 130$, $T_2 = 160$, et $T_3 = 190$ °C) sous 162 MPa. Nous avons constaté aussi quand la température augmente la vitesse de déformation augmente également tandis que le temps de rupture diminue. C'est le même effet généralement remarqué pour une contrainte de 126 MPa et 144 MPa, seulement lorsque la température s'élève à 190 °C et la contrainte augmente de 162 MPa, le temps de rupture diminue significativement de l'ordre de 22 fois moins. Donc ce qui prouve que la résistance du matériau au fluage dépend de la valeur de la température et de la contrainte.





Figure IV.36: Courbes de fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % à (T₁ =130, T₂ =160, T₃ =190 °C) et σ = 162 MPa.

• Détermination de l'énergie d'activation apparente pour 162 MPa

La figure IV.37, représente l'évolution du logarithme népérien des vitesses de déformation en fluage stationnaire (cf. Tableau IV.8) en fonction de 1/T, pour l'ensemble des essais menés à 162 MPa. Compte tenu de la grande incertitude de la méthode d'estimation, l'ordre de grandeur de l'énergie d'activation est de 67 kJ/mol.

σ (MPa)	T (°C)	T/T_{f}	Temps	ε (%)	$_{\min}$ (s ⁻¹)
			rupture		
	130	0,43	45905	33,72	8,61E-05
162	160	0,46	15822	21,56	1,26E-04
	190	0,49	2088	19,11	0,0012

Tableau IV.8: Valeurs caractéristiques de fluage à 144 MPa



Figure IV.37 : Détermination de l'énergie d'activation apparente pour 162 MPa.

D'après les résultats récapitulés dans le tableau IV.9, la valeur moyenne de l'énergie d'activation apparente Q calculée est de 84 KJ/mole. Les énergies d'activations calculées confirment encore avec les valeurs de l'exposant de contrainte que le mécanisme physique de la déformation plastique gouvernant notre matériau est de nature dislocationel. Ce qui est en accord avec les travaux de Gaffard [54], où il a trouvé une valeur de l'énergie d'activation de l'ordre de 84 KJ/mole pour un aluminium pur. Nous avons enregistré également une diminution de

l'énergie d'activation lorsque la contrainte augmente (Figure IV.38), ce qui est en accord avec les travaux d'Ayensu et al [121].

σ (MPa)	Q (KJ/mole)	Q _{moy} (KJ/mole)
126	97,74	
144	87,41	84,01
162	66,89	

Tableau IV.9: Valeurs de l'énergie d'activation apparente de fluage en fonction de la contrainte

1/	Ŕ	T

0,00024 0,00025 0,00026 0,00027 0,00028 0,00029 0,0003 0,00031 Ln (Vitesse de déformation(s⁻¹)) Q= 97,74 KJ/mole 126 -2 Q = 87,41 KJ/mole $\sigma = 144$ -4 Q= 66,89 KJ/mole $\sigma = 162$ -6 -8 -10 -12 Figure IV.38 : Détermination des énergies d'activation apparentes pour 126, 144 et 162 MPa.

IV.3.2 Fluage des fils tréfilés à taux de réduction de 92,45 %

Tout d'abord, attachons nous à l'étude du comportement en fluage des fils d'aluminium industriel tréfilés à un taux de déformation de 92,45 % et à l'influence de la contrainte et de la température sur celui-ci.

a) Influence de la contrainte

La figure IV.39, présente l'évolution de la déformation en fluage à 200 °C pour diverses contraintes allant de 88, 106 et 123 MPa. On constate quand la contrainte augmente la déformation et la vitesse de déformation augmentent également, tandis que le temps de rupture diminue d'une manière significative, cela est en accord avec les travaux de Ishikawa et al (Figure IV.40) [130].





Figure IV. 39: 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 IV.40: Courbes de déformation par fluage en fonction du temps d'aluminium pur sous contrainte ($\sigma_1 = 20$, $\sigma_2 = 23.1$, $\sigma_3 = 31$ MPa) et T = 200 °C [130].

Ces essais nous ont permis d'estimer l'influence de la température et de la contrainte sur le comportement au fluage stationnaire en traction. En effet, si l'on suppose une loi de fluage stationnaire de la forme $\dot{\epsilon} = A\sigma^n \exp(-\Delta G/RT)$, l'analyse des vitesses de déformation en fluage stationnaire permet la détermination des paramètres de fluage, définis dans le § I.7.4, tels que l'exposant de contrainte n et l'énergie d'activation ΔG .

• Détermination de l'exposant de contrainte pour 200 °C

L'évaluation de l'influence de la contrainte s'effectue par la détermination de l'exposant de contrainte n de la loi de comportement en fluage. Pour cela, on trace l'évolution de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte appliquée dans un repère Log – Log (Figure IV.41). Cependant, l'évaluation de cette vitesse est rendue délicate par l'estimation de la fin du stade primaire de fluage. De plus, dans le cas où la rupture du matériau intervient, on choisit de travailler avec la valeur minimale de la vitesse de déformation en fluage stationnaire (vitesse la plus faible avant rupture) Terzi [129]. Le Tableau IV.10 récapitule les résultats obtenus.





Tableau IV.10 : Valeurs caractéristiques de fluage à 200 °C.

T (°C)	σ (MPa)	Rapport	Temps	ε (%)	$\min(s^{-1})$	n
		contrainte/résistance	rupture			
		max				
	88	0,55	24877	15,5	7,4791E-05	
200						
	106	0,66	1812	10,90	0,00090698	12
				ŕ	, ,	
	123	0,76	256	8,6	0,0071425	
		,		,		



Figure IV.41: Détermination de l'exposant de contrainte pour 200 °C.

b) Influence de la température

Les résultats d'essais sont représentés dans la figure IV.42, qui illustre l'évolution de la déformation en fonction du temps. Ces essais sont réalisés à des températures variant de 200 à 250 °C sous une contrainte de 94 MPa. Nous remarquons 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, ce qui en accord avec les travaux présentés par Ishikawa et al [130].





Figure IV. 42: Courbes de fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 92.45 % sous (T₁=200, T₂=210, T₃=250 °C) et σ = 94 MPa.

• Détermination de l'énergie d'activation apparente pour 94 MPa

L'influence de la température est appréhendée par la détermination de l'énergie d'activation ΔG . Elle est obtenue par le tracé des vitesses de déformation en fluage stationnaire $\hat{\epsilon}_{stat}$ en fonction de l'inverse de la température 1/T (T en degré Kelvin). La figure IV.43 représente l'évolution du logarithme népérien des vitesses de déformation en fluage stationnaire, en fonction de 1/T, pour l'ensemble des essais menés à 94 MPa. La valeur de l'énergie calculée est de l'ordre de 115 kJ /mole. Ce qui est en accord avec les travaux de Frost et Ashby (Figure IV.44) [33]. Le tableau IV.11 récapitule ces résultats.

Etude de fluage des fils d'aluminium tréfilés

σ (MPa)	T (°C)	T/T_{f}	Temps rupture	ε (%)	$_{\min}$ (s ⁻¹)	Energie
						d'activation
						(KJ/mole)
	200	0,50	24877	15,49	7,479E-05	
94						
	210	0,51	13642	9,14	0,0033613	115
	250	0,56	462	10,69	0,0033613	

Tableau IV.11 : Valeurs caractéristiques de fluage à 94 MPa.



Figure IV.43 : Détermination de l'énergie d'activation apparente pour 94 MPa.



Figure IV.44 : Energie d'activation en fonction de la température d'un aluminium pur [33].

IV.3.3 Fluage des fils tréfilés à taux de réduction de 89,76 %

La figure IV.45, présente la déformation au fluage en fonction du temps d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 89,76 % sous ($\sigma_1 = 63$, $\sigma_2 = 69$, $\sigma_3 = 74$ MPa) et T = 250 °C, nous remarquons, quand la contrainte augmente la vitesse de déformation augmente avec une diminution du temps de rupture, ce qui est semblable au comportement des fils tréfilés à taux de réduction de 96,41 % et celui à 92,45 %.





Figure IV. 45: Courbes de fluage du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 89,76 % sous ($\sigma_1 = 63$, $\sigma_2 = 69$, $\sigma_3 = 74$ MPa) et T = 250 °C.

IV.3.4 Fluage des fils tréfilés à taux de réduction de 96,41 % et recuit

a) Fluage d'un fil tréfilé à taux de réduction de 96,41 % et recuit de 15 min

La figure IV.46, présente une courbe de déformation en fonction du temps d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % et recuit de 15 min sous 160 °C et $\sigma = 91$ MPa. Nous constatons que l'allure de la courbe est classique.



Figure IV.46: Courbe de fluage d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % et recuit à 400 °C de 15 min, sous (T=160 °C et σ = 91 MPa).

b) Fluage d'un fil tréfilé à taux de réduction de 96,41 % et recuit de 30 min

La figure IV.47, illustre une courbe de déformation en fonction du temps d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % et recuit de 30 min sous 160 °C et σ = 91 MPa. Nous constatons que le stade tertiaire de fluage est d'une durée très courte comparée au stade primaire et secondaire. Nous remarquons aussi que le temps de rupture diminue significativement par rapport au test précédent.



Figure IV.47: Courbe de fluage d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % et recuit à 400 °C de 30 min, sous (T=160 °C et $\sigma = 91$ MPa).

c) Fluage d'un fil tréfilé à taux de réduction de 96,41 % et recuit de 1h

La figure IV.48, illustre une courbe de déformation en fonction du temps d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % et recuit d'une heure sous 160 °C et σ = 91 MPa. L'allure de la courbe est de même aspect que celle de la courbe précédente, seulement le temps de rupture a augmenté. Nous pouvons déduire que le grossissement de la taille de grains a permet une meilleure résistance au fluage.



Figure IV.48: Courbe de fluage d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % et recuit à 400 °C de 1h, sous (T=160 °C et $\sigma = 91$ MPa).

d) Fluage d'un fil tréfilé à taux de réduction de 96,41 % et recuit de 2h

La figure IV.49, illustre une courbe de déformation en fonction du temps d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % et recuit de deux heures sous 160 °C et σ = 91 MPa. Nous constatons que le stade primaire et tertiaire de fluage ont une durée très courte par rapport au stade secondaire. Le temps de rupture est beaucoup supérieure comparé aux tests précédents, cela signifie que ce temps de recuit a permet d'avoir la taille de grain optimale qui améliore la résistance au fluage.



Figure IV.49: Courbe de fluage d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % et recuit à 400 °C de 2h, sous (T=160 °C et $\sigma = 91$ MPa).

e) Fluage d'un fil tréfilé à taux de réduction de 96,41 % et recuit de 5 h

La figure IV.50, illustre une courbe de déformation en fonction du temps d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % et recuit de cinq heures sous 160 °C et σ = 91 MPa. Nous constatons une diminution du temps de rupture par rapport au test précédent. Comme la taille de grain est assez grande la vitesse de déformation n'est pratiquement pas sensible à la taille de grain. Ce point a été, en particulier, clairement montré par des travaux de Barett, Lytton et Sherby [43]



Figure IV.50: Courbe de fluage d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % et recuit à 400 °C de 5 h, sous (T=160 °C et σ = 91 MPa).

La figure IV.51, illustre des courbes de fluage d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96,41 % et recuit de 15 min, 30 min, 1h, 2 h et 5 h sous 160 °C et σ = 91 MPa. Nous constatons que l'allure de ces courbes est classique où les trois stades de fluage apparaissent clairement. Nous avons remarqué également que le teste de fluage pour le temps de recuit de 2 h représente le temps de rupture le plus long comparé aux reste des temps de recuit et de 26 fois par rapport à celui de 15 min ce qui améliore la résistance au fluage du matériau. Ce résultat s'explique par le fait que le recuit provoque une croissance de la taille du grain et comme la vitesse de déformation au fluage est inversement proportionnelle à la taille du grain selon l'équation de coble, Poirier [5], cela provoque la diminution de la vitesse de fluage stationnaire et l'augmentation du temps de rupture. Le tableau V.12 récapitule les résultats obtenus.



Figure IV.51: Courbes de fluage des fils d'aluminium tréfilés à taux réduction de 96,41 % et recuit à 400 °C de 15 min, 30 min, 1 h, 2 h et 5 h, sous (T=160 °C et $\sigma = 91$ MPa).

Temps recuit	٤ (%)	Temps rupture (s)
15 min	48,4	44525
30 min	39,5	18669
1h	46,1	43434
2h	42,08	484289
5h	42,76	40906

Tableau IV.12 : Valeurs caractéristiques de fluage à 91 MPa et 160 °C

IV.4 Microdureté

V.4.1 Microdureté d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction 96.41 % et recuit

La figure V.17 montre l'évolution des courbes de dureté en fonction du temps de recuit d'un fil d'aluminium tréfilé de ε = 96.41 % et recuit à 400 °C pour des temps de maintien de 15 min, 30 min, une heure, deux heurs et cinq heures. Nous avons constaté que plus le temps de recuit augmente, la valeur de la dureté diminue jusqu'à 1,5 fois entre un temps de recuit de 15 min et 5 h. Ceci revient à la restauration de ces fils qui tende à faire revenir le matériau à son état initial sous l'effet de la température de maintien. Nous avons remarqué également que la valeur la dureté du fil non recuit est d'une moyenne de 3 fois plus comparé à la valeur de la dureté des fils recuits à cause de la présence d'une forte densité des dislocations au cours de la déformation plastique lors de tréfilage. Nous avons enregistré aussi que plus le temps de recuit augmente, la valeur de la dureté et de la résistance à la rupture par traction diminuent continuellement, ceci se traduit par l'effet adoucissant du matériau sous la température de maintien qui a tendance à réduire les tensions internes et les contraintes résiduelles. Nous avons remarqué aussi qu'il ya une relation mathématique entre la dureté et la résistance à la rupture par traction telle que Rr = 2,77HV.



Figure V.17 : Courbes de dureté et de la résistance à la traction en fonction du temps de recuit d'un fil d'aluminium tréfilé de $\varepsilon = 96.41$ % et recuit à 400 °C pour des temps de maintien de 15 min, 30 min, une heure, deux heurs et cinq heures.

La figure V.18, illustre la variation de la dureté du stade tertiaire de fluage dans le sens de la zone de rupture d'un fil d'aluminium tréfilé $\varepsilon = 96.41$ % et recuit à 400 °C pour un temps de maintien d'une heure, flué sous 91 MPa et 160 °C. Nous avons remarqué que la valeur de la dureté diminue lorsqu'on se rapproche de la zone de rupture de l'échantillon. Ceci est dû au

phénomène de coalescence de cavités et de pores qui ont formé des fissures responsables à la rupture du fil au stade tertiaire, donc ce qui produit un chute de la dureté.



Figure V.18 : Courbe de dureté du stade tertiaire de fluage d'un fil d'aluminium tréfilé de ε = 96.41 % et recuit à 400 °C de 1h, flué sous 91 MPa et 160 °C.

Chapitre V

Caractérisations microstructurales

V.1 Introduction

L'analyse macroscopique de l'ensemble des essais du fluage présentée dans le chapitre précédent a permis de mettre en évidence les comportements du fluage pour différents taux de réduction des fils d'aluminium tréfilés en fonction de la contrainte et de la température. Pour ce chapitre nous allons présenter une étude complémentaire détaillée sur l'observation des mécanismes d'endommagement et les modes de rupture. A ce propos nous avons utilisé plusieurs caractérisations microstructurales tels que la microscopie optique, MEB, DRX et la microdureté sur des éprouvettes rompues.

V.2 Microscopie optique

V. 2.1 Microstructure du fil tréfilé à taux de réduction 92.45 %

La figure V.1 représente l'état microstructural du fil d'aluminium tréfilé à taux réduction 92.45 %, flué à 250 °C sous 94 MPa. Nous avons effectué une coupe longitudinale de l'échantillon flué au premier stade (Figure V.1 (a)), la structure montre une texture, c'est à dire des grains sont allongés dans le sens de l'axe de tréfilage et celui de fluage. Ces grains à orientation préférentielle (texture) est le résultat de la forte déformation, mais ils présentent un important affinement suivant la section transversale.

Au cours du deuxième stade de fluage la structure de la coupe longitudinale (Figure V.1 (b)) montre un changement de structure par rapport au premier stade tel que on remarque un affinement transversale important ce qui a donné une augmentation de la déformation macroscopique de l'éprouvette lors de fluage. Nous remarquons également la présence de pores.

Au cours du troisième stade de fluage la structure de la coupe longitudinale (Figure V.1 (c)) montre une structure différente à celle du deuxième stade. Ces observations sont en accord avec les résultats de Mclean et Farmer [5]. Nous constatons également une forte propagation de pores. Enfin, notons que la microstructure est en fonction des paramètres mécaniques ε' (vitesse de fluage), σ (contrainte) et de la température. 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 Hadwick, Sellards et Tegart [5] qui ont classé l'aluminium parmi les métaux qui ne se recristallisent pas pendant le fluage mais il y'a possibilité de formation des sous grains très facile et très marquée.



Etude du fluage des fils d'aluminium tréfilés

Figure V.1: Evolution de la microstructure du fil d'aluminium tréfilé $\phi = 2,61$ mm, pré-déformé de 92.45 % au cours respectivement du 1^{er} stade ; 2^{eme} stade et 3^{eme} stade de fluage (a), (b), (c) à 250 °C sous 94 MPa. (a), (b), (c) coupe longitudinale, (d), (e), (f) coupe transversale.

V. 2.2 Microstructure du fil tréfilé à taux de réduction 96.41 %

La figure V.2 illustre l'état microstructural du fil d'aluminium tréfilé et tréfilé recuit à taux de réduction de 96.41 %, recuit à 400 °C pendant une heure et flué sous 91 MPa à 160 °C. Au cours du premier stade de fluage (Figure V.2 (b)), la microstructure montre que la forme de la texture a un aspect allongé avec répartition uniforme dans le sens de l'axe de tréfilage et celui du fluage avec un affinement du grain par rapport à l'état du fil non recuit (Figure V.2 (a)). D'après Hughes [132] au premier stade de déformation, les grains se subdivisent, changent de forme et s'allongent selon la direction de sollicitation.

Au cours du deuxième stade de fluage (Figure V.2 (c)) nous constatons un changement par rapport au premier stade, tel que les grains s'allongent d'avantage dans la même direction avec un plus d'affinement par rapport au premier stade. Tandis que la microstructure du troisième stade (Figure V.2 (d)) évolue d'une façon à montrer des grains beaucoup plus allongés.









Figure V.2: Evolution de la microstructure en coupe longitudinale du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction de 96.41 % et recuit à 400 °C pendant 1h, (a) : avant fluage, (b) : 1^{er} stade, (c) : 2eme stade et (d) : 3^{eme} stade de fluage et sous 91 MPa et 160 °C.

V.3 Caractérisation par microscopie électronique à balayage

Pour connaitre le mécanisme de rupture ainsi que les modes de rupture lors du fluage isotherme à traction uniaxiale. Des faciès fractographiques des échantillons rompus d'un fil d'aluminium tréfilé et flué sous différentes conditions de contrainte et température ont été analysés par microscopie électronique à balayage.

V. 3.1 Microstructures des fils d'aluminium tréfilés à taux de réduction 96,41 %

A) Effet de la contrainte

a) Microstructure du fil d'aluminium tréfilé flué à 126 MPa et 160 °C

Une observation de la surface de rupture d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction 96.41 % et flué sous 126 MPa à 160 °C au microscope électronique à balayage (Figure V.3(a)), révèle que cette surface est constituée de la juxtaposition de trous, appelés cupules qui ont donné

naissance aux cavités. La croissance de ces cavités est due à la déformation plastique à la fois par tréfilage et par la traction uniaxiale de fluage. Nous avons observé également que l'échantillon présente un comportement de rupture ductile qui est évident par l'apparition de ces cupules d'une forme sphérique sur la surface fracturée ceci est confirmé aussi par la forme en cuvette révélée de la figure V.3(b), ce qui est en accord avec les travaux de Beniwal [110].



0000

PC

-SEN

100µm - '

(b)

Figure V.3 : Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction 96.41 % et flué sous 126 MPa à 160 °C (a) : fort agrandissement (x600) ; (b) : faible agrandissement (x120).

b) Microstructure du fil d'aluminium à taux de réduction 96,41 % flué à 144 MPa et 160°C

La figure V.4 illustre une fractographie d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction 96.41 % et flué sous 144 MPa à 160 °C, nous constatons la présence des cupules au centre de la surface avec une présence des cavités de plus en plus rapproché de la limite de la surface fracturée (Figure V.4(a)). Nous remarquons également des fissures qui sont formées par la coalescence de ces cavités à cause de l'effet de l'augmentation de la contrainte de 126 MPa à 144 MPa, responsables de la rupture du fil au troisième stade de fluage. La figure V.4(b) révèle une microstructure caractérisée par une zone centrale de sa surface marquée par un arrachement de matière selon un aspect en forme de cuvette. La morphologie de cette surface de rupture correspondant à un mode d'endommagement ductile, ce résultat est similaire à celui de Hertzberg [56].





Figure V.4 : Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction 96.41 % et flué sous 144 MPa à 160 °C (a) : fort agrandissement (x600) ; (b) : faible agrandissement (x120).

c) Microstructure du fil d'aluminium à taux de réduction 96,41 % flué à 162 MPa et 160°C

La figure V.5 illustre un faciès d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction 96.41 % et flué sous 162 MPa à 160 °C. La fractographie contienne beaucoup plus de cupules qui sont propagées de la zone centrale vers la limite de la surface fracturée (Figure V.5(a)) avec la présence d'une fissure résultante d'une coalescence de cavités au moment de la striction du fil lors de fluage causant ainsi son endommagent. Le mode d'endommagement est également ductile puisque la surface fracturée forme une cuvette (Figure V.5(b)) avec un arrachement de matière qui apparait clairement.



Figure V.5: Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction 96.41 % et flué sous 162 MPa à 160 °C (a) : fort agrandissement (x600) ; (b) : faible agrandissement (x120).

B) Effet de la température

a) Microstructure du fil d'aluminium à taux de réduction 96,41 % flué à 126 MPa et 190°C

La figure V.6 illustre un faciès d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction 96.41 % et flué sous 126 MPa à 190 °C pour différents agrandissement. La micrographie présentée sur la figure V.6 (a) montre, la présence des cupules et une croissance de fissures résultant d'une contrainte intermédiaire et d'une température moyennement élevée de $0,49T_{\rm f}$, le temps d'exposition à la température est plus élevé, favorisant les phénomènes d'endommagement thermiquement activés tels que la cavitation et la croissance de ces fissures. Lorsque l'on augmente la température de fluage, l'endommagement thermiquement activé est encore plus important. Une étude de Terzi [129], a montré un résultat similaire. La figure V.6 (b) présente le même faciès de rupture à faible agrandissement. Nous constatons que le centre du faciès est en forme de cuvette et des lèvres de cisaillement sont observées sur le pourtour. Il semble donc que l'endommagement se développe d'abord du cœur et que la rupture finale conduise à la formation de ces lèvres. Ce qui résulte finalement un endommagement de nature ductile.





Figure V.6: Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction 96.41 % et flué sous 126 MPa à 190 °C (a) : fort agrandissement (x600) ; (b) : faible agrandissement (x120).

b) Microstructure du fil d'aluminium à taux de réduction 96,41 % flué à 144 MPa et 190°C

La figure V.7 présente une fractographie d'un fil d'aluminium tréfilé à taux réduction 96.41 % et flué sous 144 MPa à 190 °C. Nous remarquons la même microstructure que la précédente, telle qu'une présence de cupules a eu lieu sur la surface fracturée avec une coalescence de cavités qui sont responsables aux fissurations causant ainsi la rupture de l'éprouvette à la fin du troisième stade de fluage.


Figure V.7: Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction 96.41 % et flué sous 144 MPa à 190 °C.

c) Microstructure du fil d'aluminium à taux de réduction 96,41 % flué à 162 MPa et 190°C

La figure V.8 illustre un faciès d'un fil d'aluminium tréfilé à taux réduction 96.41 % et flué sous 162 MPa à 190 °C pour différents agrandissements. Les observations montrent que la surface de rupture est recouverte de petites cupules (Figure V.8(a)), comparées aux

fractographies précédentes, ceci est justifié par l'augmentation de la vitesse de déformation lors de fluage qui est de l'ordre de 12-E10⁻⁴, ce qui est en accord avec les travaux de Terzi [129]. La morphologie de la surface fracturée est une cuvette où un arrachement de matière est nettement observé sur la figure V.8(b), cela montre bien que l'endommagement est à caractère ductile.



Figure V.8: Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction 96.41 % et flué sous 162 MPa à 190 °C (a) : fort agrandissement (x600) ; (b) : faible agrandissement (x120).

V. 3 .2 Microstructure du fil d'aluminium tréfilé et recuit à taux de réduction 96,41 %

Dans cette partie d'étude, nous nous sommes intéressés à montrer l'effet du traitement thermique sur les changements microstructuraux des fils d'aluminium tréfilés et recuits à 400 °C et par conséquent sur leurs résistances au fluage. Pour cela nous avons choisi des temps de recuits allant de 15 min, 30 min et une heure. Ces fils ont subi des essais de fluage sous une contrainte de 91 MPa et une température de 160 °C.

a) Microstructure du fil d'aluminium tréfilé et recuit de 15 min flué à 91 MPa

La figure V.9 illustre un faciès d'un fil d'aluminium tréfilé et recuit pendant 15 min à taux réduction 96.41 % et flué sous 91 MPa à 160 °C pour différents agrandissements. La micrographie présentée sur la figure V.9 (a) montre la présence d'un important niveau de cupules et une coalescence des cavités menant à l'apparition d'une fissure macroscopique, cela s'explique par l'effet adoucissant de la température sur le matériau, ce qui en accord avec les travaux de Hertzberg [56], alors que la figure V.9 (b) montre des lèvres de cisaillements plus marquées au pourtour de la surface en forme de cuvette, ce qui présente un mode d'endommagent ductile.





Figure V.9: Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction 96.41 % et recuit pendant 15 min à 400 °C et flué sous 91 MPa à 160 °C (a) : fort agrandissement t (x600) ; (b) : faible agrandissement (x120).

a) Microstructure du fil d'aluminium tréfilé et recuit de 30 min flué à 91 MPa et 160°C

La figure V.10 illustre un faciès d'un fil d'aluminium tréfilé et recuit pendant 30 min à taux réduction 96.41 % et flué sous 91 MPa à 160 °C. À travers cette figure nous pouvons constater la présence de cupules sur la surface avec des fissures également proches de la limite de la surface fracturée, résultant de la coalescence des cavités qui ont provoqué la rupture du fil au troisième stade de fluage.



Figure V.10: Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction 96.41 % et recuit pendant 30 min à 400 °C et flué sous 91 MPa à 160 °C.

b) Microstructure du fil d'aluminium tréfilé et recuit de 1h flué à 91 MPa et 160°C

La figure V.11 illustre une fractographie d'un fil d'aluminium tréfilé et recuit pendant 1h à taux réduction 96.41 % et flué sous 91 MPa à 160 °C. Ce que nous pouvons remarquer c'est la présence de cupules au niveau de la surface fracturée (Figure V.11(a)) qui sont le résultat de la

nucléation et la coalescence des microcavités. Ce résultat est similaire aux travaux de Beniwal [110]. La rupture de l'échantillon présente un comportement ductile qui est évident par l'apparition d'une forme de cône (Figure V.11(b)) au centre de la surface fracturée.



Figure V.11: Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction 96.41 % et recuit pendant 1h à 400 °C et flué sous 91 MPa à 160 °C.

V. 3.3 Microstructure du fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction 92.45 %

Nous avons analysé les différents fractographies des échantillons flués sous des contraintes variées de 131, 134 et 137 MPa à une température constante de 100 °C jusqu'à la rupture au troisième stade de fluage.

a) Microstructure du fil d'aluminium à taux de réduction 92.45 % flué à 131 MPa et 100°C

La figure V.12 présente une fractographie d'un fil d'aluminium tréfilé à taux réduction 92.45 % et flué sous 131 MPa à 100 °C. Nous remarquons que la morphologie de la zone de rupture est sous forme d'un cône, ce qui permet de dire que le mode de rupture est de nature ductile.



Figure V.12: Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction 92.45 % et flué sous 131 MPa à 100 °C.

b) Microstructure du fil d'aluminium à taux de réduction 92.45 % flué à 134 MPa et 100°C

La figure V.13 présente une fractographie d'un fil d'aluminium tréfilé à taux réduction 92.45 % et flué sous 134 MPa à 100 °C pour différents agrandissements. Nous avons constaté la présence des fissures à travers la surface fracturée qui sont causées par la coalescence des

microcavités avec la présence de cupules qui sont importantes par rapport aux microstructures précédentes à cause de l'augmentation de la contrainte.



Figure V.13: Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction 92.45 % et flué sous 134 MPa à 100 °C.

Etude du fluage des fils d'aluminium tréfilés

c) Microstructure du fil d'aluminium à taux de réduction 92.45 % flué à 137 MPa et 100°C

La figure V.14 illustre un faciès d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction 92.45 % et flué sous 137 MPa à 100 °C pour différents agrandissements. Nous remarquons l'apparition des fissures au niveau de la surface fracturée (Figure V.14(a)) résultat d'une coalescence des microcavités avec la présence de petites cupules. Ces cupules qui se sont formées sur la surface montrent bien qu'il y'a une rupture de mode ductile du matériau, remarqué par un arrachement de matière en forme de cuvette (Figure V.14 (b) et (c)) sous l'effet de l'augmentation de la contrainte.



Fissure



Figure V.14: Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction 92.45 % et flué sous 137 MPa à 100 °C.

V.4 Caractérisation par diffraction des rayons X

V.4.1 Caractérisation d'un fil d'aluminium à taux de réduction 92.45 % flué à 131 MPa et 100 °C

De manière à étudier plus précisément les changements structuraux à l'issue des essais de fluage, nous avons réalisé des diagrammes de diffraction des rayons X sur trois échantillons chacune est extraite d'un stade d'essai du fluage (primaire, secondaire et tertiaire) du fil d'aluminium à taux de déformation de 92,45 % mené à 100 °C et 131 MPa.

Ces diagrammes de diffraction révèlent des raies de diffraction relatives à une phase de structure cubique à faces centrées. L'examen du spectre de diffraction de RX de l'état initial (fil machine en Al non déformé) en figure V.15 (a), a montré bien que les intensités relatives de ces pics sont un peu identiques à ceux données par les fiches ASTM (figure V.16), car le pic (111) moins intense, ce qui permet de déduire que notre matériau de référence n'est pas isotrope.

La figure V.15 illustre l'évolution de l'intensité des pics des spectres de DRX d'un fil d'aluminium tréfilé de ε = 92.45 % et flué (stade primaire, secondaire et tertiaire) à 100 °C sous 131 MPa. On observe une variation des intensités de pics par rapport à l'état initial où les intensités des pics (200) et (220) augmentent d'une manière considérable durant le premier stade,

cela veut dire qu'au cours de ce stade les grains s'orientent suivant l'axe de tréfilage. Mais lors du deuxième stade il y'a restauration de l'état normal (sans texture), car le pic (111) devient plus intense. Mais durant le troisième stade, une autre texture se forme car le pic (111) diminue et le pic (200) devient le plus intense.

Ce que nous avons constaté également un phénomène d'élargissement des pics de diffraction au cours de la déformation par fluage du premier stade jusqu'au troisième (figure V.15(b), (c) et (d)). Cet élargissement des pics est dû principalement à l'augmentation des contraintes résiduelles causées par la déformation plastique au cours de l'essai de fluage (si on néglige les autres raisons d'élargissement des pics telles que les causes instrumentales et la taille des cristallites).



Etude du fluage des fils d'aluminium tréfilés



Figure V.15 : Spectres de DRX d'un fil d'aluminium tréfilé de $\varepsilon = 92,45$ % flué (a) : fil machine non flué, (b) stade primaire, (c): secondaire et (d): tertiaire à 100 °C sous 131 MPa.



Figure V.16 : Fiche ASTM de l'aluminium pur.

Conclusion générale

Conclusion générale

L'objectif de ce travail de recherche était l'étude du fluage des fils d'aluminium tréfilés. Ces fils sont fabriqués par l'entreprise des industries du câble de Biskra (EN.I.CA.B). À ce propos nous avons étudié des fils à différents taux de réductions 89,76 ; 92,45 et 96,41 %. À travers cette étude nous venons d'expliciter les différentes connaissances, qui nous permettent de connaitre les conditions appropriées d'usage de ces fils, ainsi que la détermination du mécanisme physique de déformation plastique qui les gouverne. Nous avons effectué également une étude complémentaire d'endommagement par fluage ainsi que les modes de rupture et les aspects microscopiques de ces ruptures. Dans ce cadre, plusieurs essais mécaniques et techniques de caractérisations respectivement ont été utilisées: la traction, le fluage, la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage (MEB), la diffraction de rayons X et la microdureté Vickers.

À ce propos nous résumons les principaux résultats obtenus comme suit :

Nous avons remarqué qu'au cours des essais de traction la résistance à la rupture et la limite élastique augmentent quand le taux de réduction de ces fils augmente ceci est évident à cause du taux de densité de dislocations élevé lors de la déformation plastique par tréfilage. Nous avons enregistré également que la résistance à la rupture par traction diminue plus que le temps de recuit augmente, tandis que la ductilité devienne importante comparée au fil tréfilé non recuit. Les fils recuits montrent des domaines élastiques très courts, tandis que leurs domaines plastiques sont plus étendus avec un allongement allant de 45 %, comparé au fil non recuit. Ceci est dû à l'adoucissement du matériau et de sa restauration sous l'effet thermique.

- 1- L'effet de la contrainte lors du fluage sur les fils tréfilés avec différents taux de réduction est considérable telle qu'une augmentation de la contrainte se manifeste par une augmentation de la vitesse de déformation, et de la déformation à la rupture avec une diminution du temps de rupture. Ce phénomène est constaté pour toutes les éprouvettes testées, ce qui mène à une diminution de la résistance au fluage.
- 2- L'élévation de la température fait adoucir rapidement le matériau et diminue sa résistance. Cette diminution de la résistance et l'augmentation de l'adoucissement à température élevée, provoquent une augmentation de la vitesse de fluage et de la

déformation à la rupture avec une diminution du temps de rupture à même caractère que la contrainte. Nous avons constaté aussi d'une manière générale que l'allure des stades du fluage obtenus est classique.

- 3- Pour l'étude des fils tréfilés à taux de réduction 96,41 % et recuit, nous avons remarqué que le test du fluage pour le temps de recuit de 2 h représente le temps de rupture le plus long comparé aux reste des temps de recuits et de 26 fois par rapport à celui de 15 min, ce qui se traduit par une amélioration de la résistance au fluage du matériau.
- 4- Un calcul des paramètres du fluage a été effectué pour divers fils à taux de réduction de 92,45 et 96,41%. Nous avons trouvé une valeur moyenne de l'exposant de contrainte de l'ordre de n = 4, ce qui en accord avec une majorité des travaux antérieures réalisés sur l'aluminium pur. Une valeur moyenne de l'énergie d'activation a été calculée de l'ordre de 82 KJ/mole, ce résultat est similaire à celui obtenu dans la littérature. Donc on peut conclure à travers ces deux valeurs que le mécanisme responsable de la déformation plastique de notre matériau industriel est de nature dislocationel.
- 5- Concernant l'analyse microstructurale sur les différents taux de réduction des fils tréfiles et tréfilés recuits, nous avons déduits que :
 - La rupture de la quasi-totalité des échantillons présente un comportement ductile qui est évident par l'apparition d'une forme de cuvette et de cône sur la surface fracturée.
 - Une présence majeure de cupules sous forme sphériques perpendiculaires à l'axe de traction par fluage ce qui est en accord avec plusieurs travaux antérieures.
 - Formation des lèvres de cisaillement où un arrachement de matière est généralement observé, ce qui confirme d'avantage que le mode d'endommagement de nos échantillons est de nature ductile.
- 6- L'analyse par DRX montre qu'au cours du fluage les fils d'aluminium tréfilés à

 $\varepsilon = 92.45$ % les grains sont beaucoup plus allongés puisque la déformation par tréfilage est suivie d'une déformation causée par la contrainte appliquée lors du fluage de même direction que celle de l'axe de tréfilage respectivement du premier stade jusqu'au troisième du fluage présentant une structure fibreuse. 7- Nous avons remarqué que la valeur de la dureté du stade tertiaire du fluage diminue lorsqu'on se rapproche de la zone de rupture de l'échantillon à cause de la présence des fissures à ce niveau. Nous avons enregistré également une diminution de la valeur de la résistance à la rupture par traction (Rr) et de la dureté (HV) quand le temps de recuit augmente, ceci est expliqué par l'adoucissement du matériau sous l'effet de la température. Nous avons déterminé également une valeur moyenne de 2,77 du rapport entre la valeur de la résistance à la rupture par traction et la valeur de la dureté.

Perspectives

Ce travail pourrait être approfondi et complété, notamment dans les axes suivant :

Afin de mieux comprendre le comportement de fluage ainsi que les mécanismes qui les gouvernent. Une étude des dislocations responsable à la déformation plastique est nécessaire pour cela d'autres caractérisations doivent être envisagées, tel que le MET pour observer les mécanismes de franchissement de ces dislocations aux premiers stades de déformation en fluage. Une analyse par EBSD de la microstructure de l'état tréfilé et tréfilé flué sera utile pour étudier le type de texture et la désorientation au niveau des joints de grains qui peuvent avoir un effet sur le comportement mécanique du matériau.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

[1] Y.C. Lin, Y.C. Xia, M.S. Chen, Y.Q. Jiang, L.T. Li, Comput. Mater. Sci. 67 243–248 (2013).

[2] P. Mouak, Le marché de l'aluminium : structuration et analyse du comportement des prix au comptant et à terme au London Metal Exchange, Thèse de Doctorat, Ecole Doctorale Sciences de L'homme et de la Société, Université d'Orléans (2010).

[3] S. Pommier, Science des Matériaux, Polycopié, Paris (2005-2006).

[4] C.Levrau, Compréhension et Modélisation des Mécanismes de Lubrification lors du Tréfilage des Aciers Inoxydables avec les Savons Secs, Thèse de doctorat en Sciences et Génie des Matériaux, ENSMP (2006).

[5] J.P. Poirier, Plasticité à haute température des Solides cristallins, Ed. Eyrolles, Paris (1976).

[6] I. Lakhtine, Métallographie et Traitements thermiques des métaux ,3^{éme} édition Mir, Moscou (1982).

[7] S. Jakani, Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé, Thèse de doctorat, Université Paris sud-Orsay (2004).

[8] D.A. Hughes, Proceedings of the Sixteenth Riso International Symposium on Material Science, Edited by N. Hansen, D. Juul Jensen, Y.L. Liu, B. Ralph, Roskilde, Denmark, p. 63 (1995).

[9] D.A. Hughes, N. Hansen, Materials Science and Technology, Vol.7, p. 544 (1991).

[10] D.A. Hughes, Proceedings of the Sixteenth Riso International Symposium on Material Science 21, Edited by N. Hansen, D. Juul Jensen, Y.L. Liu, B. Ralph, Roskilde, Denmark, (2000).

[11] M. Hatherly, A.S. Malin, Metals Tech., Vol. 6, p. 308 (1979).

[12] N. Hansen, Materials Science and Technology, Vol. 6, p. 1039 (1990).

[13] N. Hansen, Scripta Metallurgica and Materialia, Vol. 27, p. 1447 (1992).

[14] R.D. Doherty, D.A. Hughes, F.J. Humphreys, current issues in recrystallization: a review, Materials Science and Enginnering A, Vol. A238 p. 219 (1997).

[15] B. Bay, N. Hansen, D.A Hughes, D. Kulhmann-Willsdorf, Acta Metallurgica and Materialia, Vol. 40, N°2, p. 205 (1992).

[16] J.P. Baïlon, J.M. Dorlot, Propriétés Mécaniques des Matériaux, Presse internationale polytechnique, Montréal (2010).

[17] I. L. Dillamore, W.T. Roberts, Metallurgical Reviews Vol. 10, p.22 (1965).

[18] H. J. Shin, H.T. Joeng, D.N. Lee, Mater Sci, Eng, Vol, A279, p244 (2000).

[19] C. J. Mc. Hargue, L. K. Jetter, J.C. Ogle, Transactions of the Metallurgical Society of A.I.M.E, Vol. 215, p 831 (1959).

[20] S. Antoine, Essai de fluage, Technique de l'ingénieur M140, Vol.M1II (1995).

[21] S. Dubiez-Le goff, Comportement et endommagement d'un superalliage élaboré par compression isostatique à chaud, Thèse de doctorat, ENSM, Paris (2003).

[22] M .N. Boutana, Modélisation micro structurale en fatigue/fluage à froid des alliages de titane quasi alpha par le modèle des automates cellulaires, Thèse de Doctorat, Ecole de Technologie supérieure, Montréal (2009).

[23] D. François, Essais mécaniques et lois de comportement, ed Hermès science, Paris (2001).

[24] C .Bacciarini, Travaux pratiques des matériaux, Département des matériaux laboratoire de métallurgie mécanique, École polytechnique fédérale de Lausanne (2009).

[25] G. Murry, Aciers résistant au fluage, Technique de l'ingénieur M329 (1995).

[26] J. Rösler , H. Harders , M. Bäker, Mechanical behaviour of engineering materials, metals, ceramics, polymers, and composites, Springer-Verlag Berlin Heidelberg (2007).

[27] N. Akli, Modélisation du phénomène de fluage-relaxation dans les assemblages boulonnées munis de joint d'étanchéité, Thèse de doctorat en Génie mécanique à l'École de technologie supérieure, Université de Québec, Montréal (2007).

[28] 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).

[29] K. Schneider, W. Hartnagel, P. Schepp, B. Ilschner, Creep behavior of materials for high-temperature reactor application, nuclear technology, 66, 289-295 (1984).

[30] S. Spigarelli, Creep of aluminium and aluminium alloys, EAA- European (1999).

[31] FRN .Navarro, H.L. de Villiers, The physics of creep, Ed. Taylor&Francis (1995).

[32] M.Y. Wu. and O.D.Sherby, Acta metall, 32 p.1561 (1984).

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

[34] U.F. Kocks, Laws for work hardening and low-temperature creep, J. Eng. Mater. Technol., 98, n°1, 76-85 (1976).

[35] U.F. Kocks, in Unified constitutive equations for creep and plasticity, Ed. A.K. Miller, Elsevier pp. 1-88 (1987).

[36] U.F. Kocks, Realistic constitutive relations for metal plasticity, Materials Science and Engineering, A317, n°1-2, pp. 181-187 (2001).

[37] Y. Estrin, Dislocation-density-related constitutive modelling, unified constitutive laws of plastic deformation, Academic Press, pp.69-105 (1996).

[38] S.J. Basinski, in Dislocations in solids, Ed. F.R.N Nabarro, North Holland Publishing Compay (1979).

[39] E.F. Rauch, Etude de l'écrouissage des métaux : Aspect microstructuraux et lois de comportement, Thèse d'Habilitation, INP, Grenoble (1993).

[40] M. Fivel, Etudes numériques à différents échelles de la déformation plastique des monocristaux de structure cfc, Thèse de doctorat, INP, Grenoble (1997).

[41] F. Ruihuang, Dept aerospace engineering and Engineering Mechanics, The University of Texas at Austin (2003).

[42] F. Dherbey, Déformation à chaud du dioxyde d'uranium polycristallin : des mécanismes microscopiques au comportement cristallin, Thèse de doctorat, INP, Grenoble (2000).

[43] C.R. Barett, J.L. Lytton, O.D. Sherby, Effect of grain size and annealing treatment on steady state creep of copper - Trans AIME, 2- Trans AIME, 239, 170 (1967).

[44] A. Lasalmonie, J.L. Strudel, Review: Influence of grain size on the mechanical behaviour of some high strength materials, Journal of Materials Science, 21, n°6, pp. 1837-1852 (1986).

[45] J. Weertman, Creep of indium, Lead and some of their alloys with various other metals, Trans, Aime, 218: p. 207-18 (1960).

[46] A.K. Mukherjee, J.E. Bird, and J.E. Dorn, Experimental correlation for high-temperature creep, Trans. ASM, 62: p. 155-179 (1969).

[47] V.Verlag, Aluminium, Handbuch, Technik Berlin, 775 pages, (1969).

[48] J.P. Bailon, J.M.Dorlot, Des matériaux ,3^{éme} édition (2000).

[49] S. Degallaix, B. llschner, Caractérisation expérimental des matériaux (2007).

[50] A.D. Freed, Stress versus temperature dependent activation energies, 3rd International Conference on Constituve law for Engineering Materials, University of Arizona (1991).

[51] I. L. Dillamore, W.T. Roberts, Metalurgical Reviews Vol. 10, p.22 (1965).

[52] H. J. Shin, H.T. Joeng, D.N. Lee, Mater Sci, Eng, Vol, A279, p 244 (2000).

[53] R.L. Stocker, M.F. Ashby, Scripta Met, 7, 115. On the empirical constants in the Dorn equation (1973)

[54] V. Gaffard, Etude expérimentale et modélisation, du comportement de l'endommagement et de la rupture en fluage à haute température de joint soudés en acier 9Cr1Mo-NbV, Thèse de doctorat en Sciences et Génie des Matériaux, ENSM, Paris (2004).

[55] D. François, Endommagement et rupture de Matériaux, Sciences (2004).

[56] R.W.Hertzberg, "Deformation and fracture mechanics of engineering materials", (4th ed.), p. 303, John Wiley and Sons, Inc (1996).

[57] C. Berdin, Local approach to fracture, Presses de l'Ecole des Mines Paris (2004).

[58] K. Ishikawa, H. Okuda, Y. Kobayashi, Creep behaviors of highly pure aluminum at lower temperatures, Materials Science and Engineering, A234-236, pp. 154- 156 (1997).

[59] S. Takeuchi, AS. Argon, J. Mater, Sci. 11. 1542 (1976).

[60] J.D. Embury, A. Kelly, R.B. Nicholson (Eds.), Strengthening methods in crystals, Elsevier, New York, p. 331 (1971).

[61] J. Weertman, R.W. Cahn (Ed.), Physical Metallurgy, North-Holland, London, p. 795 (1965).

[62] A.H. Cottrell, Philos. Mag. A 74. 1041 (1996).

- [63] R.W. Evans, B. Wilshire, Introduction to creep, the Institute of Materials, p. 36 (1993).
- [64] F. Garofaro, Fundamentals of creep and creep- rupture in metals, p. 202 (1966).
- [65] B. Wilshire, Observations, theories, and predictions of high-temperature creep behavior, Metallurgical and Materials Transactions A. V 33A, pp.241-248, February (2002).
- [66] I.S. Servi, N.J. Grant, J. Met, vol. 191, pp. 909-16 (1951).
- [67] J.G. Harper and J.E. Dorn: Acta Metall., vol. 5, pp. 654-65 (1957).
- [68] A.J. Ardell and S.S. Lee: Acta Metall., vol. 34, pp. 2411-23, (1986).
- [69] J.D. Parker, B. Wilshire: Phil. Mag.vol. 41, pp. 665-80 (1980).
- [70] E.H. Aigeltinger and R.C. Gifkins: J. Mater. Sci, vol. 10, pp.1889-1903 (1975).
- [71] K.R. McNee, G.W. Greenwood, and H. Jones: Scripta Mater. vol. 44, pp. 351-57 (2001).

[72] F.R.N. Nabarro: Report on Conf. on Strength of solids, The Physical Society, London, pp. 75-87 (1948).

[73] C. Herring: J. Appl. Phys,vol. 21, pp. 437-45 (1950).

[74] R.L. Coble: J. Appl. Phys,vol. 34, pp. 1679-82 (1963).

[75] R.W. Evans, B. Wilshire, Creep of metals and alloys, The Institute of Metals, London (1985).

[76] F.A. Mohamed, T. J. Ginter, ActaMetall, vol. 30, pp. 1869-81 (1982).

[77] B. Burton, P. Mag, vol. 25, pp. 645-59 (1972).

[78] W. Blum, W. Maier, Phys, Status Solidi, vol. 171a, pp.467-74 (1999).

[79] K.R. McNee, H. Jones, and G.W. Greenwood: 9th Int. Conf. on Creep and fracture of engineering materials and structures, J.D. Parker, ed., The Institute of Materials, London, pp. 185-95 (2001).

[80] V. Srivastava, J.P. Williams, K.R. McNee, G.W. Greenwood, H. Jones, Low stress creep behaviour of 7075 high strength aluminium alloy, Mater. Sci. Eng. A 382. pp. 50–56 (2004).

[81] O.A. Ruano, J. Wadsworth, J. Wolfenstine, O.D. Sherby, Mater. Sci. Eng. A 165. 133 (1993).

[82] K.R. McNee, G.W. Greenwood, H. Jones, Scripta Mater. 44.351 (2001).

[83] B. Wilshire, C.J. Palmer, R.S. Mishra, J.C. Earthman, S.V. Raj (Eds.), Creep deformation: Fundamentals and applications, TMS, Warrendale, PA, pp. 51–60 (2002).

[84] F.R.N. Nabarro, in: Report of a Conference on the Strength of solids, The Physical Society, London, pp. 75–90 (1948).

[85] C. Herring, J. Appl. Phys. 21.437 (1950).

[86] H. Jones, Mater. Sci. Eng. 106, 4 (1969).

[87] B. Burton, Diffusional creep in polycrystalline materials, Trans Tech Publications, Aedermannsdorf, (1977).

[88] T. Norbygraard, J.B. Bilde-Sorensen, in: J.D. Parker (Ed.), Proceedings of the Ninth International Conference on Creep and fracture of engineering materials and structures, Institute of Metals, London, pp. 15–20 (2001).

[89] V. Srivastava, K.R. McNee, H. Jones, G.W. Greenwood, Acta Mater, 51. 4611 (2003)

[90] B. Burton, Phil. Mag. 645.25 (1972).

[91] D.H. Shin, C.S. Lee, W.J. Kim, Acta Mater. 45 (1997) 5195.

[92] J.A. Wert, N.E. Paton, C.H. Hamilton, M.W. Mahoney, Metall. Trans. A 12 .1267 (1981).

[93] E.H.J. Dix, Aeronaut. Eng. Rev. 40.15 (1956).

[94] J.D. Embury, B.A. Wilcox, A.H. Clauer, J. Inst. Met. 153. 100 (1972).

[95] J.G. Kauffman, Properties of aluminium alloys, ASM, Metals Park, OH, pp. 211–217 (1999).

[96] J. Harper, J.E. Dorn, Acta Metall. 654.5 (1957).

[97] T.G. Langdon, P. Yavari, Acta Metall. 881.30 (1982).

[981] H.J. Frost, M.F. Ashby, Deformation mechanism maps, Pergamon Press, Oxford (1982).

[99] Y.N. Kwon, Y.W. Chang, Metall. Mater. Trans. 2037. A 30 (1999).

[100] D.H. Shin, Y.J. Joo, C.S. Lee, K.-T. Park, Scripta Mater. 41. 269 (1999).

[101] Z.L. Kowalewski, An influence of cold work on creep of engineering materials, Department for Strength of Materials, Poland (1997).

[102] B.F. Dyson, M.J. Rodgers, Prestrain, cavitation and creep ductility, Metal Science, 8, 261-266 (1974).

[103] B.F. Dyson, M.S. Loveday, M.J. Rodgers, Grain boundary cavitation under various states of applied stress, Proc. R. Soc. Lond. A, 349, 245-259 (1976).

[104] M. Kawai, Creep and plasticity of austenitic stainless steel undermultiaxial non-proportional loadings at elevated temperatures, Visco-Plastic Behavior of New Materials, PVP-vol.184, Ed.: D. Hui, and T.J. Kozik, Book No. H00576, 85-93 (1989).

[105] R.T. Marlin, F. Cosandey, J.K. Tien, The effect of predeformation on the creep and stress rupture of an oxide dispersion strengthened mechanical alloy, Metallurgical Transactions A, 11A, 1771-1775 (1980).

[106] M.C. Pandey, A.K. Mukherjee, D.M.R. Taplin., Prior deformation effects on creep and fracture in inconel alloy X-750, Metallurgical Transactions A, 15A, 1437-1441(1984).

[107] Z. Xia, F. Ellyin, An experimental study on the effect of prior plastic straining on creep behavior of 304 stainless steel, Journal of Engineering Materials and Technology, 115, 200-203 (1993).

[108] L. Prikler, G. Banfai, G. Ban, P. Becker, "Reducing the magnetizing inrush current by means of controlled energization and de-energization of large power transformers", Electric Power Systems Research, no.76, pp 642-649 (2006).

[109] K. Vishal, "Power distribution system operation under cold load pickup", Ph.D thesis, Department of Electric Engineering, Indian Institute of Technology, Roorkee, India, Dec (2006).

[110] N. S. Beniwal, H. O. Gupta, D.K. Dwivedi, "Effect of creep on reliability of distribution transformers," National System Conference, Indian Institute of Technology Roorkee, pp. 623-627, Dec. 17-19 (2008).

[111] N. S. Beniwal, H. O. Gupta, D.K. Dwivedi, "Effect of creep on failure of distribution transformers-an experimental evaluation," International Journal of Performability Engineering, May (2010).

[112] A. Djakovic, B. F. Dyson, M. Mclean, Damage identification in creep of aluminum alloy 2650-T8, Metalurgija – Journal of Metallurgy , pp. 244- 250 (2001).

[113] J. Przydatek, The elevated temperature deformation of aluminium alloy 2650, Ph.D. Thesis, Department of Materials, Imperial College London (1998).

[114] B.F. Dyson and M. McLean, Microstructural stability of creep resistant alloys for high temperature plant applications (number 2), edited by A.Strang, J.Cawley and G.W.Greenwood, The Institute of Materials, pp.371-393 London (1998).

[115] B.F. Dyson, Modelling creep rupture ductilities and lifetimes in a commercial aluminium alloy, in creep deformation: Fundamentals and applications, edited by R.S.Mishra, J.C.Earthman and S.V.Raj, pp.309-318, Proceedings of 2002 TMS Annual Meeting and Exhibition, Seattle, Washington, February 17-21 (2002).

[116] B.F.Dyson and M.J.Rodgers, Pre-strain, cavitation and creep ductility, Metal Science 8 pp. 261-266 (1974).

[117] R. K. Varma, B. F. Dyson, Metallographic detection of atom-plating due to cavity growth, Scripta Metall. pp. 1279-1284, 16 (1982).

[118] B. Wilshire, A.J. Battenbough, Creep and creep fracture of polycrystalline copper, Mater. Sci. Eng. A 443. pp.156–166 (2007).

[119] B. Burton, G.W. Greenwood, Acta Metall. 18 .1237 (1970)

[120] J.D. Parker, B. Wilshire, Mater. Sci. Eng. 271, 43 (1980).

[121] A. Ayensu, G.K. Quainoo, S.K. Adjepong, Grain boundary creep in copper, International Centre for Theoretical Physics, Trieste, Italy (1992).

[122] S.V. Raj, J. Materials Sc. pp.M96-3204, 24 (1989).

[123] S.V. Raj, T.G. Langdon, Acta Metall. pp.843-852, 37 (1989).

[124] M.J. Laubnitz, Canadian J. Phys. p.1114, 37 (1959).

[125] I.B. Cuttler, T.G. Langdon, J.A. Park, High temperature oxides, (refractory materials, A Series of Monographs, \tol.5-III) Ed. A.M. Alper (Academic Press, New York and London) (1970).

[126] R.C. Gifkins, Mechanics of intergranular fracture at elevated temperature, in fracture, Auerbach et al. (John Wiley and Sons) p.579 (1960).

[127] A. Cornell, An introduction to metallurgy, 2nd edition, ELBS edition, p.421 (1975).

[128] S.A. Zhernov, F. Omelyanenkoi, A. F. Sirenko, Fizika Metallov I Metallovedenie,vol.58, n°3, pp. 589-595 (1984).

[129] S. Terzi, Comportement à haute température du superalliage Udimet 720 élaboré par Métallurgie des Poudres et optimisé pour la tenue en fluage, Thèse de doctorat, INP, Toulouse (2006).

[130] K. Ishikawa, M. Maehara, Y. Kobayashi, Mechanical modeling and microstructural observation of pure aluminum crept under constant stress, Materials Science and Engineering A322, pp.153–158, (2002).

[131] M. Kawasaki, I. J. Beyerlein, S. C. Vogel, T. G. Langdon, Characterization of creep properties and creep textures in pure aluminum processed by equal-channel angular pressing, Acta Materialia, 56 pp. 2307–2317 (2008).

[132] D.A. Hughes, Proceedings of the Sixteenth Riso International Symposium on Material Science, Edited by N. Hansen, D. Juul Jensen, Y.L. Liu, B. Ralph, Roskilde, Denmark, p. 63 (1995).

ANNEXE

Creep Behavior of an Industrial Aluminum Drawn Wire

Diha Abdallah, Boumerzoug Zakaria*

LMSM, Department of Mechanical Engineering, University of Biskra, B.P. 145, Biskra, 07000, Algeria

Keywords: Aluminum; Creep; Drawn wire; Stress; Temperature.

Abstract. This paper presents an investigation of the creep behavior of an industrial aluminum drawn wire, where uni-axial tension creep testing was used to characterize the general creep behaviour. This material was crept at different stress with constant temperature. The scanning electronic microscopy and X-ray diffraction were used at different steps of creep test in order to identify the creep mechanism. From this investigation, the effects of applied stress and temperature on thelife time of drawn wires were observed during many tests.

Introduction

Wiredrawing is the cold working operation which allows reducing the cross section by pulling it through a sequence of dies [1]. This process is one of the important applied techniques in the wire manufacturing industry. This technique is most significant for the metal forming processes. The wire diameter is reduced by plastic deformation during of cold wire drawing [2, 3].

The term creep indicates the permanent, time-dependent deformation that occurs when a material is exposed to high temperature under a constant applied stress (or load). It is known that the creep properties of pure aluminium are not typical of those exhibited by most other pure metals. In particular, during creep at $T \approx 0.5 T_m$; superpurity aluminum exhibits very large creep strains without the occurrence of necking [4].

The mechanisms governing creep of pure metals, there-fore, remain the subject of unresolved debate, so it is hardly surprising that mechanism identification has proved to be an even more intractable problem with particle-hardened alloys [5]. We notice that this present investigation is a continuity of a previous study which has been done on the same material [6]. The aim of this paper is to identify the effect of stress and temperature on the creep damage and ductility of prior plastic deformation of aluminum drawn wire.

Experimental procedures

The materiel used in this study is an industrial aluminum electric wire produced by wiredrawing (size : $2.61 \times 100 \text{ mm}$). This material is submitted to successive reduction by cold wiredrawing process. The chemical compositions of the industrial aluminium wire are presented in Table 1.

Table1. Chemical compositions of Aluminum (at %)						
Al	Cu	Fe	Si	Zn	Cr+Mn+Ti+V	Others %
99.5	0.01	0.2	0.08	0.05	0.01	0.02

Table1. Chemical compositions of Aluminum (at %)

Creep tests were all made under constant stress, which are applied by hanging loads on the end of the lever arm. A creep machine conceptualized in our mechanical laboratory was used for this purpose. The specimen elongation (strain) was measured by an acquisition data computer. During the creep test, the temperature was maintained constant within $\pm 2K$ of the test temperature. We notice that all creep tests were conducted in air.

The material used in this investigation was plastically deformed by wiredrawing up to 92.45 %. It was tested under three stress levels at a constant temperature (473, 483 and 523 K), then under fixed stress level (88,106 and 123 MPa.) with variable temperatures.

The fracture surfaces of tested specimens were observed using a scanning electronic microscopy (SEM) in order to analyse the damage mechanisms leading to rupture of aluminum electric drawn wire due to creep under different stress and temperature conditions. We have also used the X-ray diffraction to analyze the grain textural orientation at different stages of creep.

Experimental Results and discussion

In this study two effects are considered: stress and temperature.

Effect of stress

Figure 1 shows a series of creep curves, plotted as creep strain versus time for aluminum drawn wire with a rate of reduction up to 92.45 %. Creep tests were carried out at different stresses (88, 106 and123 MPa.), with constant temperature of 473 K (0.5Tm). It is common known that when the test specimen is subjected to a constant load, the initial instantaneous response includes elastic and time independent plastic flow. Concerning these results, the creep curves present three successive stages namely, primary, secondary and tertiary creep. In addition, whenever the applied stress increases, the strain and the lifetime decrease.



Fig. 1. Creep curves of aluminum wire with rate of reduction up to 92.45% at ($\sigma_1 = 88$, $\sigma_2 = 106$, $\sigma_3 = 123$ MPa) and T = 473K.

Effect of temperature

In this section we present the results of the creep tests at different temperatures. Figure 2 which show 'creep strain vs. time curves'. For a sample, was 92.45% plastically deformed and then crept at different temperatures (473, 483 and 523K), with constant stress of 94 MPa, whenever the applied temperature increases, the lifetime is much reduced, it can also be clearly seen that the strains decrease.



Figure 2. Creep curves of aluminum drawn wire with rate of reduction up to 92.45% at (T_1 =473, T_2 =483, T_3 =523 K) and σ = 94 MPa

On the other hand, the dependence of the minimum creep strain rate on the applied stress level and temperature can be described by equation (1), where n is the Norton exponent and Q is the activation energy for the dominating creep process:

$$\varepsilon_{\min} = A.\sigma^{n}.e^{-Q/RT}$$
(1)

By plotting the $ln(\hat{\epsilon}) vs1/RT$ curve, a value of 120 KJ/mol was found for activation energy depending on the stress level, as shown in figure 3 compared to 142 KJ/mol obtained by Gandhi [7] for self-diffusion of pure aluminum, the calculated value seem to be reasonable. The test data show a significant dependence of the minimum creep strain rates on the stress value. The Norton exponent is about 13 (Fig. 4), which is rather high in the range of dislocation creep [8]. For very high stress levels the exponent becomes greater than 20, which is typical for the transition from creep to plastic deformation.







Fig. 4. Curve of log (ϵ) versus log (σ) of aluminum drawn wire with rate of reduction up to 92.45% at ($\sigma_1 = 88$ MPa, $\sigma_2 = 106$ MPa, $\sigma_3 = 123$) and T = 473 K after creep test.

Macrographic observation

Concerning the macrographic observations, Figure 5a and b show a SEM micrographs of an industrial aluminum drawn wire up to 92.45 %. The necking and fracture mechanism are presented after creep test respectively at 473K under 106 MPa. It is clear that, whenever the applied stress increases, the facieses centres were more plate, which is due to the reduced ductility for the material. In addition, some shear lips also appear much more marked on the perimeter. The observations indicate that the damage was developed in the centre of rupture surface, and then the final rupture conducted to form these lips, which provides good agreement with the works of Dubiez-Le Goff [9]. Figure 5c presents the same rupture facieses, but with high magnification. It reveals the formation of cavities which induces a crack and damage of the material. This result has

an agreement with the investigation of Djakovic and al [10]. We consider that the mechanism of rupture is characterized by the germination, growth and coalescence of cavities, the latter phenomenon is known as cavitations, which leads to the ruin of the material by cracking [11].



Fig. 5. Shape of aluminum drawn wire up to 92.45% after fracture by creep test. (b) The rupture facieses of aluminum drawn wire up to 92.45% after creep test (c) The rupture surface of aluminum drawn wire up to 92.45% crept at 473Kunder106 MPa.

Concerning X-ray diffraction results, Figure 8 shows the DRX spectrums at the primary and tertiary creep stages of aluminum drawn wire which has crept at 473K under 123MPa. From the intensity variation of peaks, the grains are strongly oriented from the primary creep until tertiary creep respectively in the direction of wire drawing axis which corresponds to the creep stress axis. This texture is confirmed by the high intensity of the peak (200).



Fig. 8. X-ray diffraction patterns of 92.45% pre-strained test- piece crept (a): primary, (b): secondary and (c): tertiary stage at 473K and 123MPa

Conclusion

The main remarks stemming from this research can be summarized as follows:

1) The character of the creep curves of the material studied depends upon test temperature and applied stress. Increasing the stress or temperature shortens the transition creep stage and accelerates the steady creep rate, which was expressed by significant decrease of the lifetime, in such way that it causes the reduction of the tensile creep resistance.

2) Strains of specimens were proportionally decreased when the applied temperature and stress was increased.

3) The damage was observed near the rupture surface, where we revealed formation of cavities followed by cracks along the grain boundary responsible of the failure of the material.

4) We observed that, the grains are strongly oriented from the primary creep until tertiary creep respectively in the direction of wire drawing axis (texture), which is the same creep stress axis studied.

References

- Dixon R.F. Company Works to Develop Die-Less Drawing Process. Wire Journal International, Vol 20, No,10,pp.25-26 and 28, The Wire Association International, Inc, Guilford, Connecticut, 1987.
- [2] Boumerzoug Z, Baci L, Hamana D. Etude des fils électriques de cuivre tréfilés, Congrès Matériau 2002, Ville de Tours, France.
- [3] Boumerzoug Z, Baci L. Etude des fils électriques de cuivre et d'aluminium déformés par tréfilage, EuroWire, Novembre 2001.
- [4] Evans R.W, Wilshire B. Creep of Metals and Alloys, The Institute of Metals, London, 1985.
- [5] Wilshire B. 4th Int. Conf. On Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures, Wilshire B. Evans R.W., eds., The Institute of Materials, London, 1990, pp. 1-9.
- [6] Baci L, Boumerzoug Z, Esnouf C, Bouchear M. Study of industrial Aluminum wire after cold wire drawing and heat treatments, La Metallurgia Italiana, 2008.
- [7] Frost H.J, Ashby M.F. Deformation-mechanism map: the plasticity and creep of metals and ceramics, l.Aufl, Prgamon Press, 1982
- [8] Gandhi C, and Ashby M.F. "Fracture-mechanism maps for materials which cleave: FCC, BCC and HCP metals and ceramics", Acta Metall., 27, 1979
- [9] Dubiez-Le goff S. Comportement et endommagement d'un superalliage élaboré par compression isostatique à chaud, Thèse de doctorat, ENSMP, (2003).
- [10]Djakovic A, Dyson B.F, and Mclean M. Damage identification in creep of aluminium alloy 2650-T8, Metalurgija, 2005.
- [11] Journaux S, Gouton P, Paindavoine M, Thauvin G. Application à l'évaluation de l'endommagement par fluage, La revue de Métallurgie-CIT/Science et Génie des Matériaux Mai 2001.

Material Sciences and Manufacturing Technology

10.4028/www.scientific.net/AMR.629

Creep Behavior of an Industrial Aluminum Drawn Wire

10.4028/www.scientific.net/AMR.629.90