



HAL
open science

Intégration des alliages d'aluminium dans le câblage électrique automobile : procédés de mise en forme, microstructure et durabilité

Adrien Laurino

► **To cite this version:**

Adrien Laurino. Intégration des alliages d'aluminium dans le câblage électrique automobile : procédés de mise en forme, microstructure et durabilité. Génie des procédés. Institut National Polytechnique de Toulouse - INPT, 2012. Français. NNT : 2012INPT0057 . tel-04245382

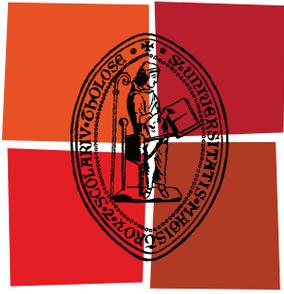
HAL Id: tel-04245382

<https://theses.hal.science/tel-04245382>

Submitted on 17 Oct 2023

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Université
de Toulouse

THÈSE

En vue de l'obtention du
DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :
Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse)

Discipline ou spécialité :
Science et Génie des Matériaux

Présentée et soutenue par :

Adrien Laurino

le : 19 juillet 2012

Titre :

Intégration des alliages d'aluminium dans le câblage électrique automobile :
procédés de mise en forme, microstructure et durabilité.

Ecole doctorale :
Sciences de la Matière (SDM)

Unité de recherche :
Institut Carnot CIRIMAT - UMR CNRS 5085

Directeur(s) de Thèse :
BLANC Christine, Professeur INP Toulouse
ODEMER Grégory, Maître de Conférences INP Toulouse

Rapporteurs :
LEFEBVRE Williams, Maître de Conférences Université de Rouen
OLTRA Roland, Directeur de Recherche CNRS Dijon

Membre(s) du jury :
LEGROS Marc, Directeur de Recherche CEMES, Examineur
SAINTIER Nicolas, Maître de Conférences I2M Bordeaux, Examineur
ANDRIEU Eric, Professeur INP Toulouse, Invité
HAROUARD Jean-Paul, Responsable Laboratoire (LEONI), Invité

Remerciements

Je tiens à remercier Monsieur Marc Legros, Directeur de Recherche au CEMES de Toulouse, d'avoir accepté de présider le jury lors de ma soutenance de thèse. Je remercie Monsieur, Roland Oltra, Directeur de Recherche à l'Université de Bourgogne, et Monsieur Williams Lefebvre, Maître de Conférences à l'Université de Rouen, qui ont accepté d'être rapporteurs de ces travaux de thèse. Mes remerciements s'adressent aussi à Monsieur Nicolas Saintier, Maître de Conférences au laboratoire I2M de Bordeaux pour sa participation au jury.

Je remercie la Société LEONI WIRING SYSTEMS, et plus particulièrement Monsieur Louis Chrétien et Monsieur Jean-Paul Harouard, pour m'avoir donné la possibilité de réaliser cette thèse et de m'avoir laissé une grande liberté scientifique sur ce projet. Je tiens à remercier Jean-paul pour sa gentillesse et sa disponibilité au cours de ces trois années, et pour sa présence dans le jury.

Je souhaite remercier de tout mon cœur Madame Christine Blanc, qui a dirigé cette thèse. Merci pour tout ce que tu m'as apporté depuis ma jeunesse sur les bancs de l'ENSIACET, jusqu'à la fin de ce projet. Au-delà de tout ton apport scientifique, je te remercie pour ta sincérité, ta gentillesse, ton écoute, ta disponibilité...

Un grand merci à Monsieur Gregory Odemer, qui a co-dirigé cette thèse. Merci pour ta gentillesse et ton humour qui ont rendu les travaux agréables.

Je tiens sincèrement à remercier Monsieur Eric Andrieu d'avoir pris part à cette thèse. Merci pour tout ce que tu peux apporter à une étude, et au-delà. Et, je suis d'accord avec toi, je pense être bien à Paris avec Zlatan Ibrahimovic...

Je souhaite également à remercier toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à ces travaux :

- Jean-Claude Salabura pour le développement du banc d'essais ainsi que Gilles Albert qui a fabriqué la cellule de corrosion mais aussi, Athie Frantao qui a participé à ce développement dans le cadre de son stage de Licence, soutenue par Ronan Mainguy
- Jacques Lacaze pour les analyses thermiques différentielles et son humour bestiaire
- Marie-Christine Laffont pour les observations au microscope électronique en transmission, et pour sa gentillesse
- Alexandre Freulon qui a finalement réussi à me faire porter une blouse
- Tristan Jezequel, Florent Caubert et Maxime Gonkeser pour le travail réalisé dans le cadre de leur projet 3A

Il est temps pour moi de remercier tous mes collègues thésards, qui au fil de ces années sont devenu des amis. Merci pour tout ce que vous êtes, et merci pour ces grosses soirées : Vincent, Martin x2, Guillaume, Damien, Jonhatan, Mathilde, Pauline, Emilie, Koenraad, Christophe, Florian, Bertrand, Benoit, Céline.

Je remercie mes amis qui ont fait le déplacement pour me soutenir, Matthieu (Pipouls) et Fabien (Ramon). Je tiens à remercier Matthieu Bouffartigue qui ne m'a jamais lâché au cours de toutes ces années

Pour finir, je tiens à remercier profondément ma famille pour votre 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.

Résumé

Cette thèse s'inscrit dans un programme de développement technologique de la Société LEONI. Ce programme de recherche a pour principal objectif de disposer, à l'issue des trois années de l'étude, d'un panel de connaissances scientifiques le plus pertinent possible sur la durabilité des alliages d'aluminium dans des environnements caractéristiques d'un faisceau électrique automobile. Il s'agit, à terme, d'intégrer, à l'échelle industrielle, l'aluminium ou l'un de ses alliages dans les câblages électriques automobiles.

Après une première étape de sélection des matériaux, l'alliage retenu est un alliage d'aluminium 6101. La fabrication des faisceaux électriques automobiles nécessite l'utilisation de brins de petits diamètres qui sont obtenus, à partir d'une ébauche, par un procédé de mise en forme associant plusieurs étapes de tréfilage et de revenu. Chacune de ces étapes conditionne les propriétés de l'alliage. Les travaux réalisés dans le cadre de cette thèse ont eu pour objectif d'analyser et de quantifier l'influence des différentes étapes de ce procédé de mise en forme sur la durabilité de l'alliage 6101. Compte tenu de l'environnement en service des faisceaux électriques, deux types de sollicitation ont été considérés ; ces sollicitations sont associées à un endommagement en corrosion d'une part et à un endommagement en fatigue-corrosion d'autre part.

La première partie de ces travaux est donc consacrée à une étude du comportement en corrosion en milieu contenant des ions chlorures de l'alliage d'aluminium AA 6101 à l'état métallurgique T4, correspondant à l'état microstructural du matériau d'ébauche. L'influence des traitements thermomécaniques liés au procédé de mise en forme des fils fins sur la microstructure, les propriétés mécaniques et le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 fait l'objet de la seconde partie des travaux. Enfin, l'influence de contraintes mécaniques cycliques sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 en milieu NaCl 0,5M a été étudiée. L'ensemble de ces résultats met en évidence un couplage environnement-microstructure-état de contraintes avec un fort impact des traitements thermo-mécaniques sur les microstructures et donc sur les propriétés mécaniques et le comportement en corrosion du matériau.

Résumé	3
Notations	10
Introduction	14
Chapitre I : Etude préliminaire – Sélection multicritère des matériaux de l'étude	18
1. Identification des sollicitations subies en service par les câbles et les faisceaux. Astreintes à considérer.....	19
2. Démarche de sélection des alliages d'aluminium.....	20
2.1. Les alliages d'aluminium préalablement retenus.....	20
2.2. Propriétés des matériaux prises en compte.....	20
2.2.1. Propriétés physiques.....	21
2.2.2. Propriétés mécaniques.....	21
2.2.3. Comportement en corrosion.....	21
2.2.4. Aptitudes à la soudabilité et à la mise en forme.....	21
2.3. Critères de sélection des différents alliages.....	22
2.4. Bilan et résultats de la démarche de sélection.....	22
2.5. Conclusions.....	25
3. Modélisation de l'élévation thermique et de la chute de tension.....	25
3.1. Etat de l'art.....	26
3.1.1. Aspects géométriques.....	26
3.1.2. Phénomènes thermiques.....	26
3.1.3. Conditions aux limites.....	27
3.2. Description de la simulation.....	27
3.2.1. Paramètres d'entrée.....	27
• <i>Propriétés intrinsèques des alliages d'aluminium</i>	27
• <i>Propriétés intrinsèques de l'isolant</i>	28
• <i>Paramètres géométriques et thermiques des câbles</i>	28
• <i>Environnement du câble</i>	28
3.2.2. Paramètres de sortie.....	29
• <i>En régime stationnaire</i>	29
• <i>Dans le cas d'un court-circuit</i>	29
3.3. Résultats et discussion.....	30
3.3.1. En régime stationnaire.....	30
• <i>Comportement thermique des câbles en alliages d'aluminium</i>	30
• <i>Chute de tension des câbles en alliages d'aluminium</i>	32
3.3.2. Cas d'un court-circuit.....	33
4. Conclusions.....	35
Références.....	36
Liste des figures, tableaux et équations.....	37

Chapitre II : Synthèse bibliographique.....	40
1. Généralités sur les différentes familles d'alliages d'aluminium.	42
1.1. Présentation générale de l'aluminium.	42
1.2. Les alliages à durcissement par écrouissage.	43
1.3. Les alliages à durcissement structural.	44
2. Microstructure et propriétés mécaniques des alliages étudiés.....	45
2.1. Alliage 1310.	45
2.2. Durcissement structural des alliages Al-Mg-Si.....	47
2.2.1. Présentation des séquences de précipitation.....	48
• Les zones dites de « Guinier-Preston ».	48
• La phase métastable β''	48
• La phase métastable β'	48
• La phase stable β -Mg ₂ Si.....	49
• Mise en évidence d'autres séquences de précipitation.	49
2.2.2. Influence du durcissement structural sur les propriétés mécaniques.	50
2.3. Influence de l'ajout de Fe sur les propriétés des alliages Al-Mg-Si.	53
2.3.1. Microstructure de l'alliage d'aluminium AA 6101.....	53
2.3.2. Propriétés mécaniques et électriques de l'alliage d'aluminium AA 6101.	56
2.4. Conclusions.	58
3. Comportement en corrosion des alliages étudiés.	58
3.1. Introduction sur la corrosion des alliages d'aluminium.	58
3.2. Comportement en corrosion des alliages de la série 1xxx.	60
3.2.1. Mécanisme général.	60
3.2.2. Influence des paramètres environnementaux.	62
• Composition de l'électrolyte.	62
• Influence du pH.	66
3.3. Rôle des particules intermétalliques grossières des alliages de la série 6xxx.	67
3.3.1. Rôle des précipités Al-Fe-Si.....	68
3.3.2. Rôle des précipités Mg ₂ Si.	69
3.4. Corrosion intergranulaire des alliages de la série 6xxx.....	69
3.4.1. Influence de la composition des alliages.....	70
3.4.2. Influence des traitements thermomécaniques.....	71
• Influence du vieillissement des matériaux.....	71
• Influence de la vitesse de refroidissement.	72
• Influence de la mise en forme.....	73
3.4.3. Conclusion.	73
4. Comportement des alliages d'aluminium en fatigue-corrosion.	73
4.1. Généralités sur les notions de fatigue et de fatigue-corrosion.....	73
4.2. Amorçage des fissures de fatigue et fatigue-corrosion.	74
4.2.1. Généralités.....	74
4.2.2. Mécanismes d'amorçage des fissures de fatigue	75

4.2.3.	Influence de la microstructure.....	76
4.2.4.	Influence d'un milieu corrosif.....	76
4.3.	Transition entre amorçage et propagation.....	78
4.4.	Propagation des fissures de fatigue et de fatigue-corrosion.....	79
4.4.1.	Généralités sur la propagation des fissures à l'air.....	79
4.4.2.	Influence de la microstructure sur la propagation de fissure en fatigue.....	82
4.4.3.	Influence de la taille de grains sur la propagation de fissure en fatigue.....	82
4.4.4.	Influence de la texture sur la propagation de fissure en fatigue.....	82
4.4.5.	Influence de l'environnement.....	83
•	<i>En milieux gazeux.....</i>	83
•	<i>En milieu aqueux corrosif.....</i>	83
4.4.6.	Mécanismes d'endommagement assistés par l'environnement.....	83
5.	Conclusion générale de l'étude bibliographique.....	84
	Références.....	86
	Liste des figures, tableaux et équations.....	91
	Chapitre III : Matériaux, méthodes et conditions expérimentales.....	94
1.	Présentation des matériaux.....	95
1.1.	Présentation des procédés de mise en forme.....	95
1.2.	L'alliage d'aluminium 6101.....	96
1.3.	L'alliage d'aluminium 1310.....	97
2.	Techniques, méthodes et conditions expérimentales.....	97
2.1.	Techniques de microscopie et de caractérisation microstructurale.....	97
2.1.1.	La microscopie optique (MO).....	98
2.1.2.	La microscopie électronique à balayage (MEB).....	99
•	<i>Principe de fonctionnement du MEB.....</i>	99
•	<i>Analyse chimique à sélection d'énergie.....</i>	99
2.1.3.	La microscopie électronique en transmission (MET).....	99
2.1.4.	L'analyse thermique différentielle (ATD).....	100
2.2.	Techniques expérimentales de caractérisation du comportement électrochimique.....	101
2.2.1.	La chronopotentiométrie.....	102
2.2.2.	La voltampérométrie.....	102
2.3.	Techniques de caractérisation du comportement mécanique.....	102
2.4.	Techniques expérimentales de caractérisation du comportement en fatigue-corrosion et corrosion sous contrainte.....	103
2.4.1.	Développement expérimental.....	104
•	<i>Définition du cahier des charges.....</i>	104
•	<i>Description du banc d'essais de fatigue-corrosion.....</i>	104
•	<i>Présentation du système de circulation de l'électrolyte.....</i>	105
•	<i>Présentation des mors et des éprouvettes.....</i>	107
2.4.2.	Conditions d'essais.....	108
2.4.3.	Essais de corrosion sous contrainte (CSC).....	109

Références.....	110
Liste des figures, tableaux et équations.....	111
Chapitre IV : Comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 T4.....	114
1. Microstructure et propriétés mécaniques.....	115
1.1. Evaluation de la taille et de la morphologie des grains.....	115
1.2. Microstructure et précipités.....	116
1.3. Propriétés mécaniques.....	118
2. Etude du comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 T4 en milieu NaCl 0,5M...	119
2.1. Mesure du potentiel libre en milieu NaCl 0,5M.....	119
2.2. Essais de polarisation potentiocinétique en milieu NaCl 0,5M.....	120
2.3. Influence de la teneur en ions chlorures sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 T4.....	129
2.4. Influence de l'agitation sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 T4.....	133
3. Conclusions.....	136
Références.....	138
Liste des figures, tableaux et équations.....	139
Chapitre V : Influence de l'histoire thermomécanique sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101.....	142
1. Influence des traitements thermiques sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101.....	143
1.1. Traitement de revenu à 185°C pendant 10h.....	143
1.1.1. Microstructure et propriétés mécaniques.....	143
1.1.2. Comportement en corrosion.....	147
1.2. Influence des durées et des températures du traitement de revenu.....	149
1.2.1. Propriétés mécaniques.....	149
1.2.2. Comportement en corrosion.....	152
2. Influence de l'érouissage sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101.....	154
2.1. Etat métallurgique T3.....	154
2.1.1. Microstructure et propriétés mécaniques.....	154
2.1.2. Comportement en corrosion.....	155
2.2. Influence de la vitesse et du taux de déformation sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101.....	159

3. Influence du couplage des traitements thermomécaniques (écrouissage / revenu) sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101.....	161
3.1. Etat métallurgique T8.....	161
3.1.1. Microstructure et propriétés mécaniques.....	161
3.1.2. Comportement en corrosion.....	166
3.2. Influence d'une modification des paramètres caractéristiques des opérations de tréfilage et de revenu sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 T8.....	169
3.2.1. Ecouissage plus faible que celui induit par l'opération de tréfilage « standard » et revenu à 185°C pendant 10h.....	169
3.2.2. Influence des durées et des températures des traitements de revenu intermédiaires sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 T8.....	171
4. Conclusions.....	175
Références.....	177
Liste des figures, tableaux et équations.....	178
Chapitre VI : Etude du comportement en fatigue-corrosion de l'alliage AA 6101.....	182
1. Influence du procédé de mise en forme sur le comportement en fatigue et fatigue-corrosion de l'alliage AA 6101.....	183
1.1. Comportement en fatigue à l'air.....	183
1.1.1. Essais préliminaires sous sollicitation statique à l'air.....	183
1.1.2. Courbes d'endurance à l'air.....	187
1.1.3. Observations des faciès de rupture après les essais d'endurance à l'air.....	188
• <i>Etat métallurgique T4</i>	188
• <i>Etat métallurgique T4 + 185°C-10h</i>	191
• <i>Etat métallurgique T9</i>	193
1.2. Essais de fatigue sur des éprouvettes pré-corrodées en milieu NaCl 0,5M.....	197
1.2.1. Présentation des courbes d'endurance à l'air des éprouvettes pré-corrodées...	197
1.2.2. Observations des faciès de rupture des éprouvettes pré-corrodées.....	198
• <i>Etat métallurgique T4</i>	198
• <i>Etat métallurgique T4+ 185°C-10h</i>	199
• <i>Etat métallurgique T9</i>	201
1.3. Essais de fatigue-corrosion en milieu NaCl 0,5M.....	202
1.3.1. Présentation des courbes d'endurance en fatigue-corrosion.....	202
1.3.2. Observations des faciès de rupture.....	203
• <i>Etat métallurgique T4</i>	204
• <i>Etat métallurgique T4 + 185°C-10h</i>	205
• <i>Etat métallurgique T9</i>	207
2. Discussion concernant l'effet de synergie entre les phénomènes de fatigue et de corrosion pour l'alliage AA 6101.....	207
2.1. Alliage AA 6101 T4.....	207
2.1.1. Comparatif des courbes d'endurance.....	207

2.1.2. Mécanisme de fatigue-corrosion de l'alliage AA 6101 T4.....	209
2.2. Alliage AA 6101 T4 + 185°C-10h.....	213
2.3. Alliage AA 6101 T9.....	214
3. Conclusions.....	214
Références.....	215
Liste des figures, tableaux et équations.....	216
Conclusions et perspectives.....	220
Annexes.....	226

Notations

a : longueur de fissure
A : allongement à rupture (%)
A₂₀₀ : allongement à rupture pour une éprouvette de 200 mm (%)
ATD : Analyse Thermique Différentielle
b : vecteur de Burgers
CCA : Copper Clad Aluminium
CSC : Corrosion Sous Contrainte
D : coefficient de diffusion
Diss : Dissolution (pic exothermique sur les courbes ATD)
da/dN : vitesse de propagation des fissures
E : module d'Young (Pa)
ECS : Electrode au Calomel Saturée
E_{corr} : potentiel de corrosion (V/ECS)
EDS : Energy Dispersive Spectroscopy
EDF : Electricité de France
EXO : Exothermique
F : constante de Faraday
FC : Fatigue-Corrosion
G : module de cisaillement (Pa)
HB : dureté Brinell
HV_{0,1} : dureté Vickers sous 100 grammes
i (t) : intensité instantanée (A)
I : intensité (A)
IACS : International Annealed Copper Standard
K : facteur d'intensité de contraintes
L : Longueur du fil (m)
LWS : LEONI WIRING SYSTEMS
M : concentration molaire (mol. L⁻¹)
mc : microcristaux
MEB : Microscope Electronique à Balayage
MET : Microscope Electronique en Transmission
MO : Microscope Optique
NaCl : Chlorure de Sodium
n : nombre d'électrons échangés
nc : nanocristaux
Nf_{fc} : nombre de cycles à rupture pour les éprouvettes soumises à un essai de fatigue-corrosion
Nf_{pc} : nombre de cycles à rupture pour les éprouvettes pré-corrodées
Nf_{sc} : nombre de cycles à rupture pour les éprouvettes non corrodées
OCP : Open Circuit Potentiel
P (t) : puissance instantanée (W)
pcs : polycristaux submicroniques
PFZ : Precipitate Free Zone
PSA : Peugeot Société Anonyme
r (t) : résistance linéique instantanée du câble (Ω.m⁻¹)
R : Résistance linéique du câble (Ω.m⁻¹)

R_m : résistance à rupture (Pa)
 $R_{p0,2}$: Limite d'élasticité à 0,2% (Pa)
 R_p : résistance de polarisation
 S : surface d'échange (m^2)
 U : tension (V)
UA : Unité Arbitraire

α : facteur de correction
 δ : épaisseur de la couche de diffusion (μm)
 ρ : résistivité électrique (Ω)
 σ : Contrainte mécanique (Pa)
 σ_D : limite d'endurance (Pa)
 ν : viscosité cinématique ($cm^2.s^{-1}$)
 ω : vitesse de rotation de l'électrode ($rad.s^{-1}$)

Introduction

Introduction

Le travail de thèse présenté dans ce manuscrit s'inscrit dans un programme de développement technologique de la Société LEONI qui a pour principal objectif de disposer, à l'issue des trois années de l'étude, d'un panel de connaissances scientifiques le plus pertinent possible en vue du lancement d'un projet envisageant l'utilisation de l'aluminium ou de l'un de ses alliages pour la réalisation de câblages électriques automobiles. L'objectif final est de développer, à l'horizon 2015, des produits en aluminium applicables aux faisceaux électriques automobiles.

Effectivement, au moment où la réduction des émissions de gaz à effet de serre et la sauvegarde des ressources fossiles apparaissent comme des enjeux majeurs pour les pays industriels, les constructeurs automobiles cherchent à réduire le poids et, par là même, la consommation des automobiles. Au regard de ces contraintes environnementales, LEONI WIRING SYSTEMS (LWS) cherche à développer des alternatives aux conducteurs électriques actuellement en cuivre pour réduire le poids des faisceaux électriques. Ces efforts sont également motivés par l'augmentation du prix du cuivre ; or, les enjeux économiques incitent les constructeurs automobiles à réduire le prix de leurs produits. Dès lors, il devient pertinent d'étudier d'autres métaux tels l'aluminium et ses alliages, matériaux plus légers et plus avantageux en termes de coût de matière première.

Depuis plus d'un siècle, des conducteurs en aluminium et en alliages d'aluminium sont utilisés par les services publics d'électricité pour le transport et la distribution de l'énergie électrique. En fait, l'aluminium est souvent employé dans le transport d'électricité de grande puissance lorsque des paramètres techniques tels que la section et la longueur des câbles condamnent l'utilisation du cuivre en raison de sa masse spécifique plus élevée. En effet, plus léger que le cuivre, l'aluminium est souvent utilisé à la place de celui-ci dès que la contrainte du poids devient primordiale ce qui est le cas dans l'industrie aéronautique, qui privilégie actuellement l'utilisation de Copper Clad Aluminium (CCA). L'aluminium est exclusivement utilisé en tant que matériau constitutif de l'âme des câbles sur des systèmes à brins multiples. Cependant, l'utilisation de l'aluminium pour la fabrication des câblages destinés à l'industrie automobile constituerait une innovation car, actuellement, aucun modèle de véhicules n'est équipé de ce système. Néanmoins, le développement de cette application ne sera possible qu'en apportant des réponses à de nombreux enjeux techniques.

En effet, les câbles électriques automobiles sont soumis en service à un environnement particulier et complexe. Au sein du véhicule, le faisceau électrique est soumis à de nombreuses contraintes thermiques et chimiques qui dépendent de la zone du véhicule considérée. Le faisceau est par exemple exposé à des fluides externes plus ou moins corrosifs comme le sel de déneigement mais également aux différents fluides contenus dans le véhicule tels le liquide de batterie, le liquide lave-vitres et le liquide de refroidissement. La présence d'agents agressifs peut ainsi générer un endommagement en corrosion des câbles conduisant à une dégradation de la continuité électrique du câble. De plus, le faisceau est également soumis à des vibrations de haute fréquence quand l'automobile fonctionne. Le comportement en fatigue et en fatigue-corrosion de ces produits est donc aussi à considérer.

De plus, la fabrication des faisceaux électriques automobiles nécessite l'utilisation de brins dont les diamètres sont plus fins que les brins utilisés par EDF pour les câbles haute-

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

Enfin, LEONI, qui a donc identifié l'aluminium comme une alternative possible au cuivre ne souhaite pas pour autant modifier ses unités de production de faisceaux. Ainsi, les câbles en aluminium doivent répondre aux mêmes exigences d'assemblage que les câbles en cuivre. Aujourd'hui, les liaisons électriques sont réalisées soit par sertissage, procédé qui s'apparente à une déformation plastique permettant d'établir un contact électrique entre la connectique et le câble, soit par réalisation d'une épissure qui permet de créer une liaison équipotentielle et s'effectue par soudure par ultrasons. Cette problématique de l'assemblage devra également être prise en compte dans le choix de l'alliage d'aluminium à retenir pour remplacer le cuivre dans les câbles électriques destinés à des applications automobiles.

Bien que la société LEONI ait identifié l'aluminium comme une solution envisageable pour remplacer le cuivre en tant que conducteur électrique, aucun alliage n'avait été ciblé préalablement à ce travail de thèse. Ainsi, les travaux présentés dans ce manuscrit ont intégré une première étape de sélection rapide des matériaux qui a notamment pris en compte des critères de soudabilité des matériaux, ce paramètre constituant un pré-requis à la sélection d'un matériau. Cette première étape était donc une phase de filtration au cours de laquelle les matériaux qui ne satisfaisaient pas aux contraintes identifiées ont été éliminés. Il s'agissait donc de déterminer, parmi l'ensemble des alliages d'aluminium existants, quelles nuances étaient susceptibles de répondre aux problématiques du projet. Dans ce but, il a été nécessaire d'évaluer, en s'appuyant sur une recherche bibliographique, la soudabilité, les propriétés mécaniques et le comportement en corrosion de tous les alliages d'aluminium potentiellement utilisables ici. Une analyse complémentaire basée sur une modélisation d'élévation thermique et de chute de tension en service a été réalisée afin de comparer les propriétés électriques et thermiques de ces différents alliages d'aluminium. Cette procédure de filtration a permis de sélectionner deux alliages d'aluminium, les alliages 1310 et 6101, qui ont constitué les matériaux de l'étude.

Comme cela a été dit précédemment, l'environnement automobile est complexe, combinant des contraintes mécaniques vibrationnelles, des expositions à des milieux agressifs et des fluctuations de températures pouvant engendrer des endommagements en corrosion et des ruptures par fatigue et fatigue-corrosion. Une fois sélectionnés les alliages d'aluminium potentiellement intéressants pour fabriquer des câbles électriques, l'objectif de ces travaux de thèse a été d'évaluer le vieillissement en service des conducteurs électriques. Compte-tenu de la complexité du problème, les travaux présentés ici ne concernent pas le produit final, c'est-à-dire le câble constitué d'un nombre très important de brins et pour lequel la problématique de l'assemblage se pose. Ce travail de doctorat a été consacré à l'étude du produit élémentaire c'est-à-dire le monobrin. L'objet de ce manuscrit est donc de discuter de l'influence des contraintes mécaniques vibrationnelles sur le comportement en corrosion en milieu contenant des ions chlorures des alliages sélectionnés se trouvant sous différents états métallurgiques correspondant aux différentes étapes du procédé de mise en forme du monobrin.

Ainsi, le manuscrit de thèse s'articule autour de six chapitres :

- le chapitre I détaille la démarche de sélection des alliages d'aluminium qui a été suivie afin d'identifier les alliages de l'étude. Il s'agit des alliages d'aluminium AA 1310 et AA 6101, l'alliage d'aluminium AA 1310 étant considéré comme un matériau de référence pour ce qui concerne l'étude du comportement en corrosion uniquement.
- le second chapitre présente une synthèse bibliographique concernant la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages AA 6101 et AA 1310 ainsi que leur comportement en corrosion et en fatigue-corrosion.
- le troisième chapitre est consacré à la description des moyens mis en œuvre et des conditions expérimentales choisies pour la caractérisation des matériaux, l'étude du comportement en corrosion et l'étude du couplage entre l'état microstructural, la corrosion et les sollicitations mécaniques externes.
- une étude du comportement en corrosion de l'alliage d'aluminium AA 6101 à l'état métallurgique T4, correspondant à l'état métallurgique du matériau d'ébauche, en milieu contenant des ions chlorures est présentée dans le chapitre IV. Les résultats sont comparés à ceux obtenus pour l'alliage AA 1310.
- le chapitre V traite de l'influence de l'histoire thermomécanique sur le comportement en corrosion de l'alliage d'aluminium AA 6101. Ainsi, l'objet de ce chapitre est de s'intéresser à l'influence de chacune des étapes du procédé de mise en forme du monobrin sur les propriétés du matériau de l'étude.
- enfin, une étude de l'influence de sollicitations externes statiques ou cycliques sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101, de nouveau en considérant l'ensemble des états métallurgiques relatifs au procédé de mise en forme des fils fins, est proposée dans le dernier chapitre.

Enfin, ce mémoire se termine par un rappel des principales conclusions et perspectives qu'a apportées ou soulevées cette étude et par quelques annexes.

**Chapitre I : Etude préliminaire – Sélection
multicritère des matériaux de l'étude**

Chapitre I : Etude préliminaire – Sélection multicritère des matériaux de l'étude

1. Identification des sollicitations subies en service par les câbles et les faisceaux. Astreintes à considérer.....	19
2. Démarche de sélection des alliages d'aluminium.....	20
2.1. Les alliages d'aluminium préalablement retenus.....	20
2.2. Propriétés des matériaux prises en compte.....	20
2.2.1. Propriétés physiques.....	21
2.2.2. Propriétés mécaniques.....	21
2.2.3. Comportement en corrosion.....	21
2.2.4. Aptitudes à la soudabilité et à la mise en forme.....	21
2.3. Critères de sélection des différents alliages.....	22
2.4. Bilan et résultats de la démarche de sélection.....	22
2.5. Conclusions.....	25
3. Modélisation de l'élévation thermique et de la chute de tension.....	25
3.1. Etat de l'art.....	26
3.1.1. Aspects géométriques.....	26
3.1.2. Phénomènes thermiques.....	26
3.1.3. Conditions aux limites.....	27
3.2. Description de la simulation.....	27
3.2.1. Paramètres d'entrée.....	27
• <i>Propriétés intrinsèques des alliages d'aluminium.....</i>	27
• <i>Propriétés intrinsèques de l'isolant.....</i>	28
• <i>Paramètres géométriques et thermiques des câbles.....</i>	28
• <i>Environnement du câble.....</i>	28
3.2.2. Paramètres de sortie.....	29
• <i>En régime stationnaire.....</i>	29
• <i>Dans le cas d'un court-circuit.....</i>	29
3.3. Résultats et discussion.....	30
3.3.1. En régime stationnaire.....	30
• <i>Comportement thermique des câbles en alliages d'aluminium.....</i>	30
• <i>Chute de tension des câbles en alliages d'aluminium.....</i>	32
3.3.2. Cas d'un court-circuit.....	33
4. Conclusions.....	35
Références.....	36
Liste des figures, tableaux et équations.....	37

L'objet de ce chapitre est de détailler la démarche de sélection des alliages d'aluminium qui a été suivie afin de dégager les candidats potentiels pour la fabrication de produits représentant une alternative aux conducteurs électriques automobiles actuellement en cuivre.

1. Identification des sollicitations subies en service par les câbles et les faisceaux. Astreintes à considérer.

De façon à pouvoir sélectionner au mieux les matériaux, il a été nécessaire de rassembler des données sur le cycle de vie du produit et sur les différentes étapes de sa mise en œuvre et d'identifier les sollicitations subies par celui-ci en service afin de ne retenir, dans un premier temps, que les matériaux susceptibles de répondre aux différentes astreintes. L'ensemble des documents cités dans cette partie est extrait des cahiers des charges des clients de la société LEONI, tels que PSA et Renault Nissan. Ces documents ne se basent que sur des données relatives aux faisceaux en cuivre actuellement utilisés dans l'industrie automobile. Ils doivent donc être considérés avec recul et prudence dans la mesure où ils ne sont pas relatifs aux faisceaux et câbles en alliages d'aluminium, matériaux envisagés dans cette étude comme moyen de substitution du cuivre. Ces documents de travail sont principalement basés sur deux normes :

- les normes B25 1110 et B25 1140 de PSA [1, 2]
- la norme 3605009 de Renault Nissan [3]

L'étude des différents documents internes a tout d'abord permis d'identifier le cycle de vie caractéristique des faisceaux et des câbles qui sont utilisés dans un véhicule. La **Figure I-1** résume les différentes étapes de ce cycle.

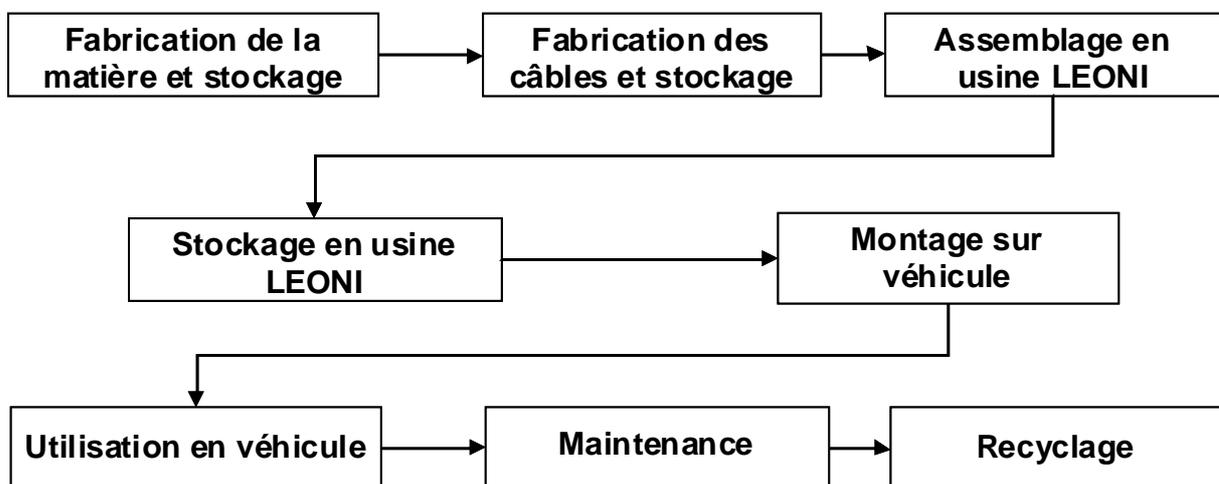


Figure I-1 : Cycle de vie des câbles en aluminium

Pour plus de clarté, les différentes sollicitations identifiées précédemment dans le cycle de vie du produit et les astreintes résultantes qu'il faudra prendre en compte pour la sélection de matériaux alternatifs au cuivre sont rappelées dans ce chapitre. Elles ont été classées en quatre catégories :

- astreintes d'ordre mécanique : au cours de son cycle de vie, le matériau doit être capable de supporter des sollicitations en traction, flexion, torsion et vibration sans

rompre. Il faut notamment noter que le fil est obtenu, à partir de l'ébauche, par tréfilage.

- contraintes d'ordre électrique et thermique : le matériau est soumis à des chutes de tension, à d'éventuels pics de température en service et à des variations thermiques régulières.
- contraintes liées aux principes de liaison : le matériau doit pouvoir être assemblé par épissure (soudure par ultrason) et sertissage (mécanisme de déformation).
- contraintes d'ordre environnemental : le matériau doit résister à diverses solutions corrosives tels les sels de déneigement (NaCl) ou les fluides des cahiers des charges utilisés dans l'industrie automobile, à savoir le liquide batterie (solution aqueuse d'acide sulfurique 35° baumé), liquide de frein, de refroidissement, de lave-vitre, huiles moteur et de direction assistée. Dans le cadre de cette thèse, seuls les milieux contenant des ions chlorures ont été considérés afin d'étudier la sensibilité à la corrosion des alliages d'aluminium potentiellement candidats. Cependant, une étude réalisée au cours de travaux ultérieurs au sein de la société LEONI a déjà montré que le liquide batterie et le liquide lave-vitre étaient des agents agressifs conduisant à la corrosion des alliages d'aluminium, au contraire du liquide de refroidissement contenant de l'éthylène glycol qui agit comme un inhibiteur de la corrosion.

2. Démarche de sélection des alliages d'aluminium.

2.1. Les alliages d'aluminium préalablement retenus.

L'étude du cycle de vie des faisceaux a permis d'identifier les principales propriétés requises pour les alliages d'aluminium susceptibles de se substituer au cuivre dans le câblage électrique automobile, en relation bien entendu avec les contraintes listées précédemment. Il s'agit maintenant de rassembler des données plus quantitatives concernant ces différentes propriétés pour différentes classes d'alliages d'aluminium afin de permettre l'élaboration d'une matrice multicritère. Les informations recensées dans cette matrice se basent sur une étude bibliographique comparant 63 nuances d'alliages d'aluminium. Toutefois, un premier critère relativement discriminatoire et basé sur l'aptitude de ces différentes nuances à être tréfilées a permis de sélectionner rapidement 24 alliages d'aluminium dans cette liste. Les résultats présentés par la suite ne concernent que ces 24 nuances. De plus, pour plus de lisibilité, seul un état métallurgique a été considéré pour chaque alliage sur la base des informations recueillies pour ce qui concerne les caractéristiques du procédé de mise en forme.

2.2. Propriétés des matériaux prises en compte.

Les paragraphes qui suivent dressent la liste des propriétés à prendre en compte pour sélectionner les alliages d'aluminium potentiellement utilisables ici, cela bien entendu en relation avec les contraintes identifiées. Les données correspondantes ont été rassemblées pour les 24 alliages d'aluminium préalablement retenus. Pour plus de lisibilité, seules les données les plus pertinentes et discriminatoires apparaissent directement dans ce manuscrit. Toutefois, l'ensemble des données est disponible dans les tableaux intitulés matrice multicritère comparative regroupés en annexes n° 1 à 7 de ce manuscrit.

2.2.1. Propriétés physiques.

Différentes propriétés physiques ont été considérées dans cette matrice multicritère en réponse aux sollicitations électriques et aux échauffements subis par le faisceau au cours de son utilisation au sein d'un véhicule. On retiendra :

- la résistivité électrique ($\Omega.m$)
- la conductivité électrique ($S.m^{-1}$)
- la capacité calorifique ($J. (K.kg)^{-1}$)
- la masse volumique ($g.cm^{-3}$)
- la conductivité thermique ($W. (K.m)^{-1}$)
- le coefficient thermique (K^{-1})

2.2.2. Propriétés mécaniques.

En plus de ces propriétés physiques, certaines caractéristiques mécaniques ont été étudiées du fait de sollicitations mécaniques (contraintes de traction, de flexion et de torsion) imposées aux câbles ou aux faisceaux en service. Il s'agit de :

- la résistance à la rupture R_m (MPa)
- la limite d'élasticité $R_{p0,2}$ (MPa)
- l'allongement à rupture (%)
- le module de Young E (GPa)
- la résistance au cisaillement (MPa)
- la dureté Brinell H_B

2.2.3. Comportement en corrosion.

Des données très générales sur la tenue à la corrosion des 24 nuances d'aluminium ont pu être obtenues. Les notations utilisées dans ces tableaux sont les suivantes :

- *pour le comportement en corrosion global* :
 - A et B : pas de protection anti-corrosion nécessaire pour utilisation en service.
 - C et D : nécessité d'une protection anti-corrosion pour utilisation en service.
- *pour le comportement en corrosion sous contrainte* :
 - A = pas de rupture;
 - B = rupture en laboratoire dans la direction travers court ;
 - C = rupture en service dans la direction travers court mais pas travers long;
 - D = rupture en service dans la direction travers long.

2.2.4. Aptitudes à la soudabilité et à la mise en forme.

Des informations concernant la soudabilité des alliages d'aluminium ont pu être obtenues pour trois types de procédés : soudage par résistance, à l'arc et par brasage. Les alliages ont aussi été classés selon leur facilité de mise en forme en relation avec la production de fils fins de diamètre inférieur ou égal à 0,51 mm.

Pour le soudage, les notations utilisées sont :

- A = très bonne aptitude au soudage
- B = bonne aptitude au soudage par procédé type
- C = aptitude au soudage limitée;
- D = alliage non soudable. Le point de fusion et les apports de matières conseillés pour réaliser un soudage particulier sont donnés.

Pour la facilité de mise en forme des fils fins, on retient :

- A = très bonne
- B = bonne
- C = assez bien
- D = mauvais, à éviter

2.3. Critères de sélection des différents alliages.

L'étude des cahiers des charges automobiles a permis de lister l'ensemble des sollicitations imposées aux câbles et aux faisceaux et donc les propriétés requises pour les matériaux à sélectionner. Notons ici que la plus grande difficulté n'a pas résidé en l'identification de ces sollicitations mais plutôt en l'apport d'informations quantitatives en relation avec ces sollicitations : par exemple, il a été difficile de quantifier les sollicitations mécaniques subies par les câbles lors des étapes d'assemblage chez LEONI. Or, de telles données sont nécessaires pour fixer les valeurs limites (critiques) relatives à chaque propriété. Ainsi, des valeurs critiques ont été fixées, plus ou moins arbitrairement, afin de disposer de valeurs de référence pour comparer l'ensemble des alliages d'aluminium et cela pour différents états métallurgiques. Cependant, il faut garder à l'esprit que ces valeurs critiques sont probablement assez éloignées de la réalité selon le matériau et les conditions considérées.

Ainsi, pour les propriétés mécaniques, les valeurs critiques suivantes sont proposées :

- résistance à la rupture R_m (MPa) ≥ 100 MPa
- allongement à rupture $> 5\%$
- tenue au cisaillement (MPa) ≥ 50 MPa

Pour la résistivité électrique, une valeur inférieure à $3,5 \cdot 10^{-8}$ $\Omega \cdot m$ est requise. Concernant la corrosion et la soudabilité, aucune note inférieure à B n'a été acceptée. La mise en forme des fils fins constituant l'âme du câble électrique constitue un enjeu technique majeur pour la substitution du cuivre par l'aluminium dans le câblage électrique automobile. Aucune note inférieure à A n'est donc acceptée.

2.4. Bilan et résultats de la démarche de sélection.

Seule l'analyse de certains paramètres comme la résistance à rupture, la résistivité électrique, le comportement global en corrosion et l'aptitude à la mise en forme est présentée dans ce paragraphe. L'idée est d'illustrer, à travers ces paramètres-là, la démarche suivie sans rentrer dans le détail de l'analyse de tous les paramètres. La procédure de sélection est itérative : les choix faits en tenant compte d'un paramètre sont confrontés aux choix résultant de la prise en compte d'un autre paramètre.

Tout d'abord, les alliages d'aluminium pouvant être fabriqués sous forme de fils (24 nuances retenues au préalable) ont été classés selon leur résistance mécanique (**Figure I-2**).

Sur cette figure, et sur les autres figures comparatives, les alliages représentés en gris sont les nuances non retenues, parmi les 24 nuances, suite à l'analyse des différents paramètres. Les résultats montrent que l'ensemble des alliages, à l'exception de l'alliage 1050 O (non retenu) répondent à la valeur critique fixée pour R_m . Ainsi, ce paramètre ne constitue pas un paramètre critique de sélection pour l'application industrielle envisagée, qui ne nécessite pas d'utiliser obligatoirement des alliages à haute résistance mécanique comme les séries 2xxx ou 7xxx.

La **Figure I-3** présente une comparaison des résistivités électriques des différents alliages considérés (c'est-à-dire les 24 nuances retenues en considérant l'aptitude au tréfilage). Cette propriété intrinsèque du matériau constitue un paramètre critique pour l'application industrielle considérée. L'importance de ce paramètre sera plus spécifiquement démontrée au cours du prochain paragraphe qui présentera une modélisation d'élévation thermique et de chute de tension en service. Les résultats montrent que seuls 8 alliages ont une résistivité électrique inférieure au critère défini précédemment. Tous les alliages des séries 2xxx et 7xxx à haute résistance mécanique ne répondent pas à ce critère.

La **Figure I-4** présente le comportement global en corrosion des alliages considérés. Notons ici que cette analyse ne prend pas en considération l'influence de la microstructure des différents alliages. Ainsi, il semble difficile de considérer, dans le cadre de cette sélection multicritère, le comportement global en corrosion comme un paramètre critique dans le choix des alliages d'étude.

La **Figure I-5** tient du raffinement par rapport au critère « aptitude au tréfilage ». Elle présente, pour des matériaux pouvant être tréfilés, leur aptitude à la mise en forme et permet de cibler plus encore les nuances potentiellement intéressantes.

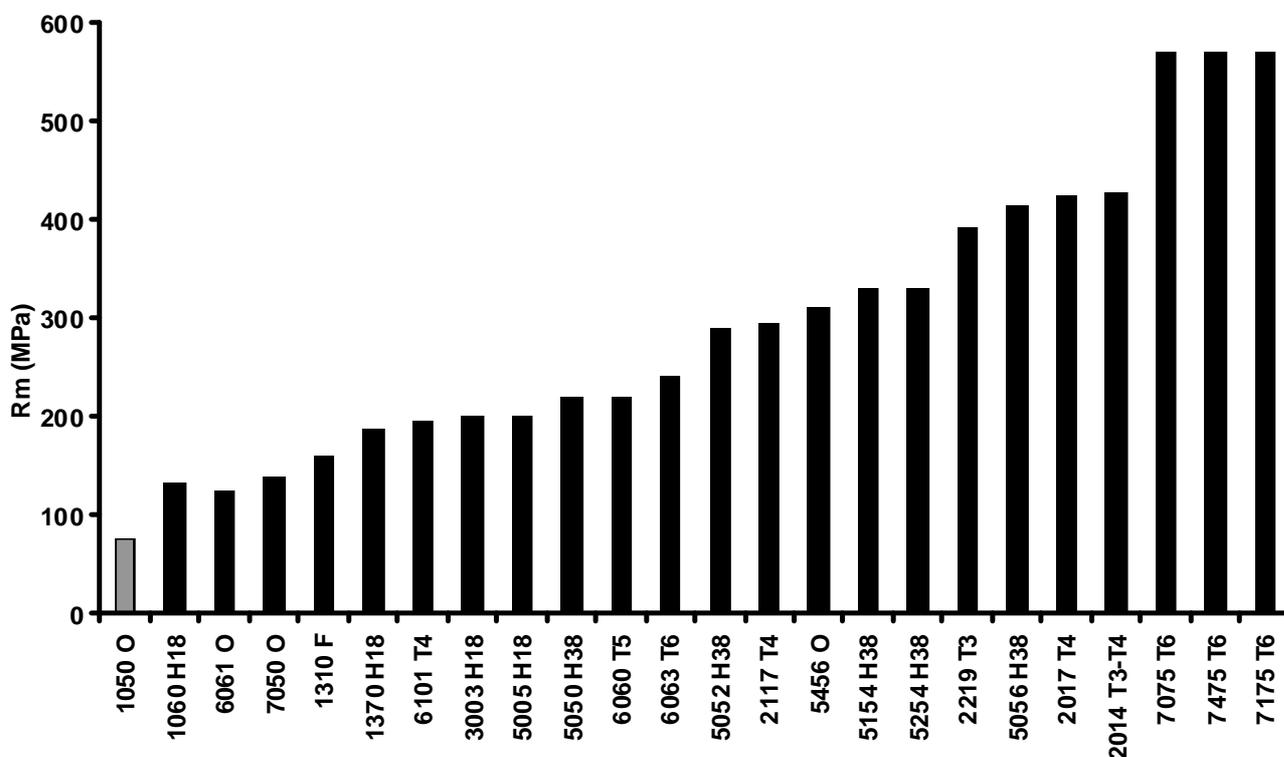


Figure I-2 : Comparaison des résistances à rupture des alliages d'aluminium pouvant être tréfilés

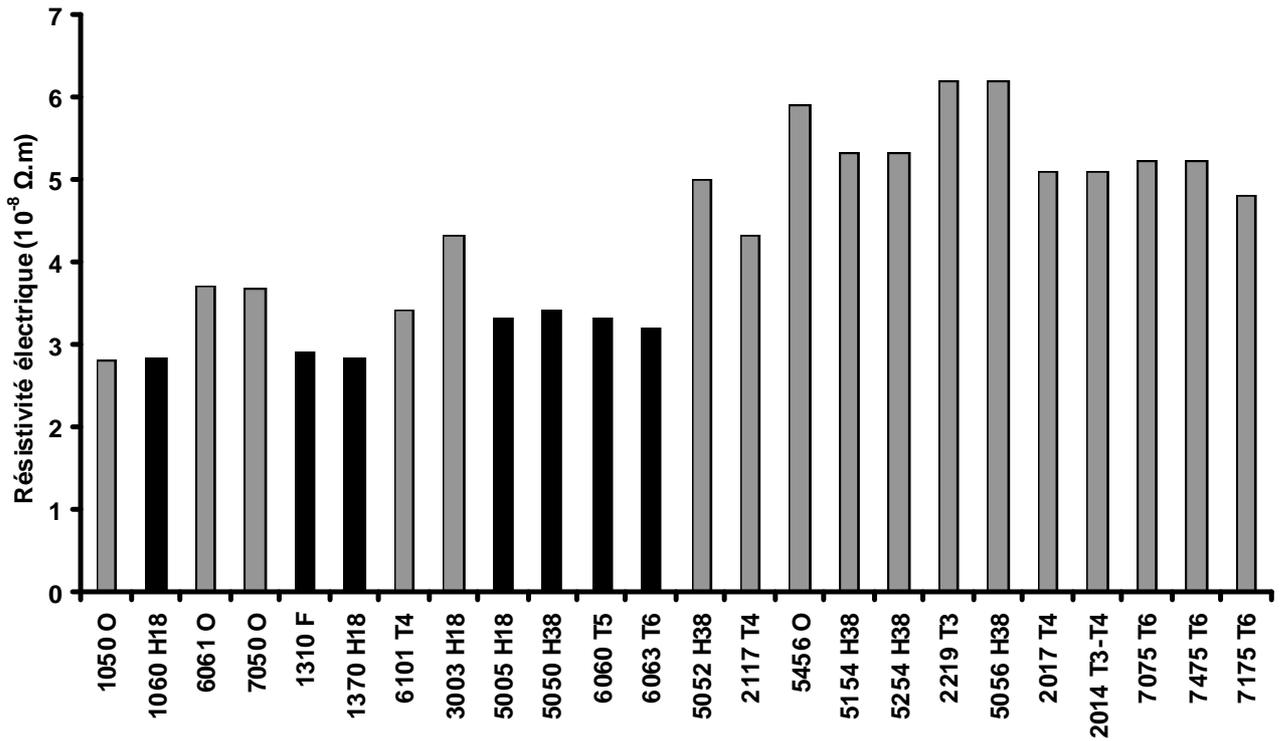


Figure I-3 : Comparaison des résistivités électriques des alliages d'aluminium pouvant être tréfilés

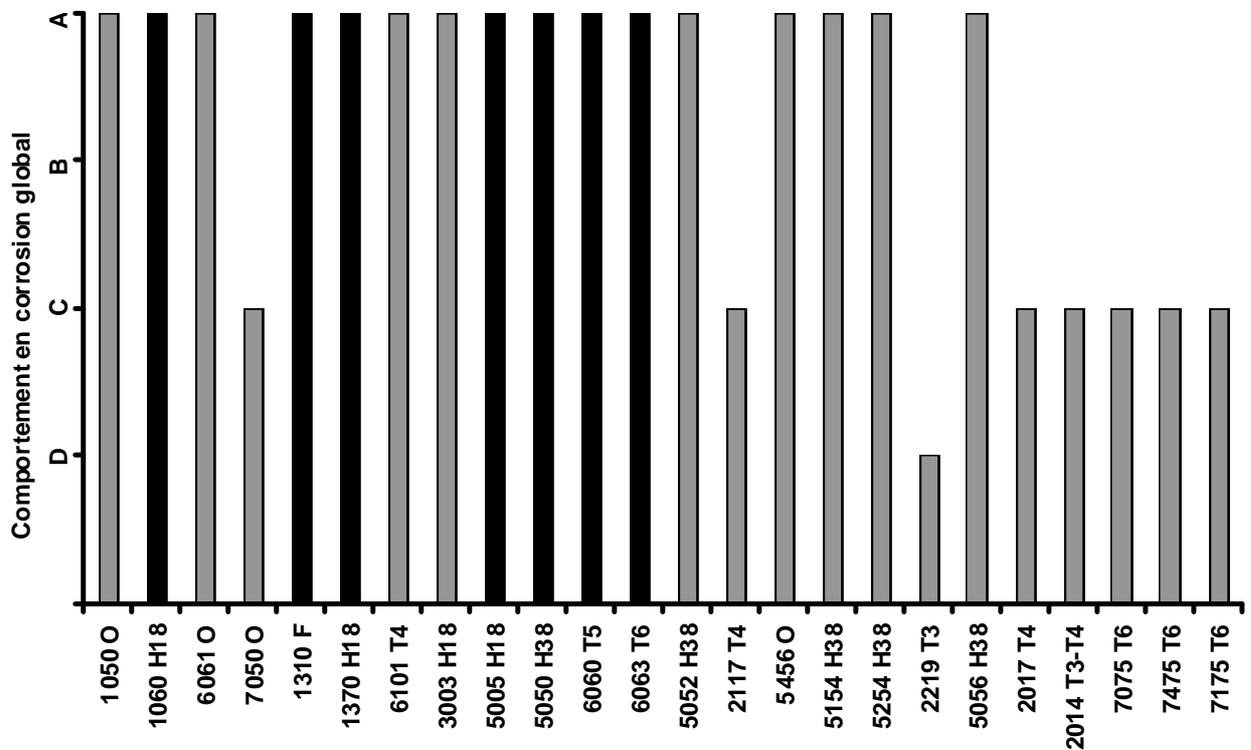


Figure I-4 : Comparaison du comportement en corrosion global des alliages d'aluminium pouvant être tréfilés

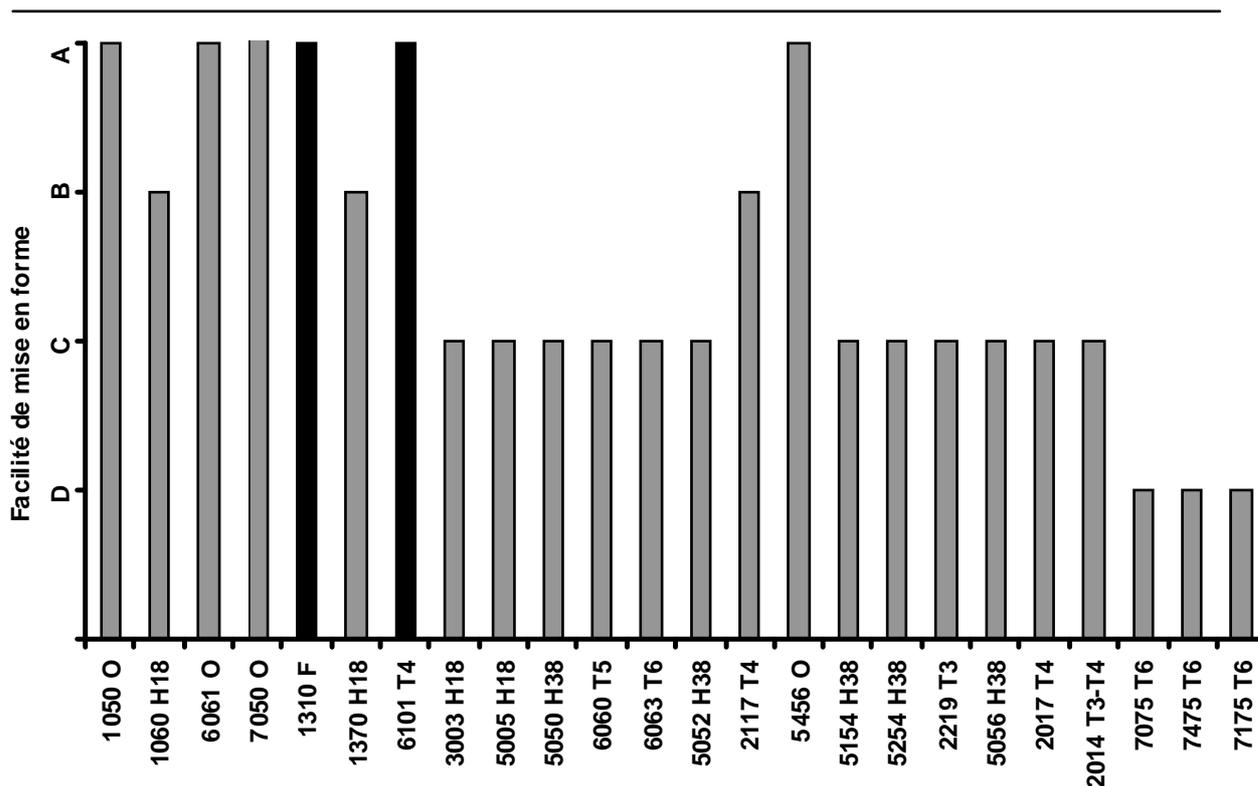


Figure I-5 : Comparaison de la facilité de mise en forme des alliages d'aluminium pouvant être tréfilés

2.5. Conclusions.

Les différentes analyses présentées dans ce chapitre, complétées par des discussions en interne chez LEONI, ont conduit à considérer que les alliages 1310 F et 6101 T4 semblaient être les meilleurs candidats de substitution du cuivre dans le câblage électrique automobile.

Toutefois, compte-tenu de la criticité de la performance « comportement électrique », une modélisation de l'élévation thermique et de la chute de tension en service a été réalisée pour compléter cette démarche de sélection des matériaux, et plus particulièrement pour compléter l'analyse comparative des propriétés électriques et thermiques des 24 alliages considérés. Il s'agissait, en particulier, de valider le choix des nuances 1310 et 6101.

3. Modélisation de l'élévation thermique et de la chute de tension.

L'objet de ce paragraphe est de présenter la démarche adoptée pour simuler l'élévation thermique et la chute de tension observées en service pour des câbles fabriqués en alliage d'aluminium. Les principaux résultats obtenus au cours de cette démarche sont donnés. Il s'agit d'une analyse complémentaire à la matrice multicritère réalisée au préalable et qui avait permis, pour rappel :

- d'identifier 24 alliages d'aluminium pouvant être fabriqués sous forme de fils
- de comparer ces 24 alliages selon des critères mécanique, électrique, de tenue en corrosion et de soudabilité
- d'identifier les nuances 1310 F et 6101 T4 comme les alternatives les plus intéressantes pour remplacer le cuivre dans les conducteurs électriques automobiles.

La chute de tension se définit comme la différence de potentiel entre le point d'origine relié à l'alimentation et le point de branchement relié à un connecteur ou à un appareil électrique à alimenter. Pour notre étude, la tension mesurée correspond à la tension du fil (**Figure I-6**).

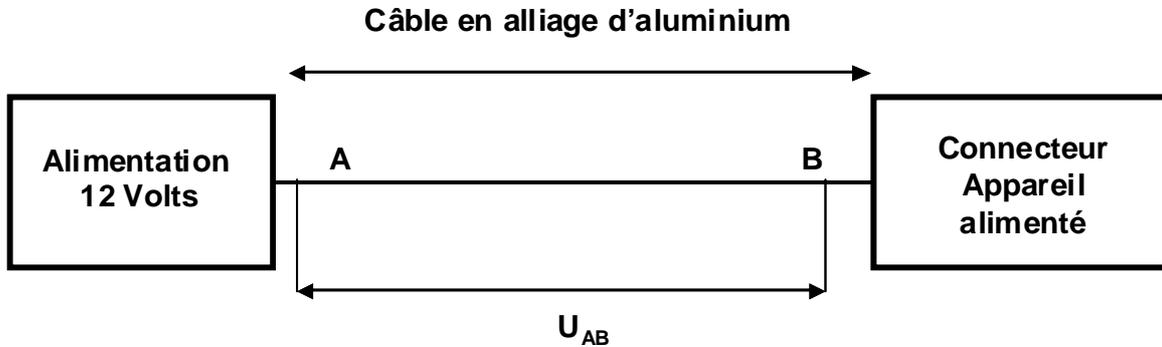


Figure I-6 : Schéma représentatif d'une chute de tension

Dans cette analyse, deux cas de figures sont considérés :

- le régime stationnaire qui est le cas le plus courant
- le cas du court-circuit

Cette étude a été réalisée en utilisant l'outil numérique Optimization Material Tool, écrit en langage Scilab en collaboration avec M. Alexis LACROIX, chef de projet au sein de LEONI. Cet outil permet de comparer deux métaux simultanément. Ainsi, l'utilisateur pourra comparer deux alliages différents mais aussi le même alliage sous deux états métallurgiques différents.

3.1. Etat de l'art.

Dans ce paragraphe, les lois physiques qui ont permis de créer l'outil numérique de calcul ne seront pas énoncées pour des raisons de confidentialité, le logiciel ayant été breveté. Seules des simplifications théoriques seront décrites sans plus de détails mathématiques.

3.1.1. Aspects géométriques.

Les conducteurs utilisés dans les câblages automobiles sont des conducteurs multibrins isolés par une gaine polymère. Cependant, cette géométrie multibrins est complexe et se prête mal à une analyse thermique. Ainsi, le modèle géométrique considéré est un câble monobrin de section équivalente, à âme et gaine polymère concentriques. L'excellente conductivité thermique du métal constituant l'âme et le toronnage des brins, qui facilite le transfert de la chaleur au sein de l'âme, sont deux critères validant cette simplification.

3.1.2. Phénomènes thermiques.

Le câble est parcouru par un courant instantané $i(t)$. Sa résistance électrique occasionne une production de chaleur par effet Joule au sein du conducteur. La puissance instantanée dissipée par effet Joule s'écrit $P(t) = r(t) \cdot i^2(t)$ où $r(t)$ correspond à la résistance

linéique du câble (*Equation I-1*). Cette puissance est transmise par conduction dans l'âme et dans la gaine.

$$R_{linéique} = \frac{\rho \cdot L}{S}$$

$R_{linéique}$ en $\Omega \cdot m^{-1}$
 ρ = résistivité électrique du matériau en Ω
 L = longueur du fil en m
 S = sections du fil en m^2

Equation I-1 : Résistance linéique d'une ligne électrique.

Les échanges avec le milieu extérieur s'effectuent par convection et par rayonnement combinés. Les échanges par convection sont négligés car la conductivité thermique de l'air est très faible de l'ordre de $0,023 \text{ W} \cdot (\text{K} \cdot \text{m})^{-1}$. La conductivité thermique et la capacité thermique varient en fonction de la température du matériau. Cette évolution est prise en compte dans les calculs d'élévation thermique par l'introduction du coefficient thermique. Quel que soit l'alliage d'aluminium considéré, la valeur de ce coefficient sera fixée à $4,03 \cdot 10^{-8} \text{ K}^{-1}$. L'analyse des simulations réalisées a montré que la température peut être considérée comme homogène au sein de l'âme. Ceci s'explique par le fait que la conductivité thermique de l'isolant est négligeable devant celle de l'âme.

3.1.3. Conditions aux limites.

A l'instant initial, le conducteur est considéré à l'équilibre thermique. Sa température est homogène et égale à la température ambiante du système d'étude. La température et le flux thermique à la jonction âme-isolant sont considérés comme homogènes et continus.

3.2. Description de la simulation.

L'objet de ce paragraphe est de présenter les différents paramètres d'entrée et de sortie nécessaires à cette étude.

3.2.1. Paramètres d'entrée.

Les paramètres d'entrée sont les mêmes pour l'ensemble des alliages car le but est de comparer les nuances dans les mêmes conditions opératoires.

- *Propriétés intrinsèques des alliages d'aluminium.*

Les mêmes paramètres physiques que ceux présentés dans le paragraphe précédent sont considérés dans cette simulation à savoir, la résistivité électrique ($\Omega \cdot m$), la capacité calorifique ($\text{J} \cdot (\text{K} \cdot \text{kg})^{-1}$), la conductivité thermique ($\text{W} \cdot (\text{K} \cdot \text{m})^{-1}$), la masse volumique ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$) et le coefficient thermique. Ce dernier paramètre est le seul à avoir été fixé à une valeur commune égale à $4,03 \cdot 10^{-8} \text{ K}^{-1}$ pour l'ensemble des 24 alliages considérés.

- *Propriétés intrinsèques de l'isolant.*

Les paramètres sont les suivants :

- capacité calorifique : $1950 \text{ J. (K.kg)}^{-1}$
- conductivité thermique : $0,167 \text{ W. (K.m)}^{-1}$
- masse volumique : 1440 kg.m^{-3}

Ces paramètres ont été fixés suite aux discussions avec l'équipe architecture, chargée de dimensionner les câbles au sein du véhicule. Il s'agit du cas le plus pénalisant, c'est-à-dire l'isolant le moins performant.

- *Paramètres géométriques et thermiques des câbles.*

Les paramètres géométriques seront les mêmes pour les 24 alliages. Le but de cette analyse n'est pas de dimensionner le faisceau mais de comparer les matériaux entre eux.

- sections considérées : $0,5 \text{ mm}^2$, $1,5 \text{ mm}^2$, 3 mm^2 , 5 mm^2 , 7 mm^2 et 10 mm^2
- longueur de fil considérée : 1 m, 5 m et 10 m

Pour ce qui concerne l'intensité nominale, les analyses préalables effectuées par l'équipe architecture montrent que les courants paramétrés inférieurs à 1 A ne présentent pas d'intérêt pour notre étude. Effectivement, avec de tels courants, l'élévation de température et la chute de tension seront minimales. Les valeurs considérées sont donc 1, 4, 8, 12, 16 et 20 A.

- *Environnement du câble.*

La température du milieu constitue le paramètre commun à la modélisation de l'élévation thermique et de la chute de tension. Suite aux discussions avec l'équipe architecture, trois valeurs ont été considérées :

- 23°C , atmosphère normale
- 65°C , température maximale autorisée dans les cahiers des charges fonctionnelles au niveau des portes
- 110°C , température maximale autorisée dans les cahiers des charges fonctionnelles au niveau du moteur

Dans le cas d'un court-circuit, trois paramètres doivent être fixés afin d'effectuer les calculs :

- la tension d'alimentation. Pour notre étude, la tension considérée est de 12 Volts, correspondant au voltage de la batterie
- la résistance de contact entre le fil coupé et la masse, fixée à $10 \text{ m}\Omega$
- la durée du court-circuit, fixée à 30 secondes.

La **Figure I-7** présente l'interface logicielle d'entrée des différents paramètres d'entrée.

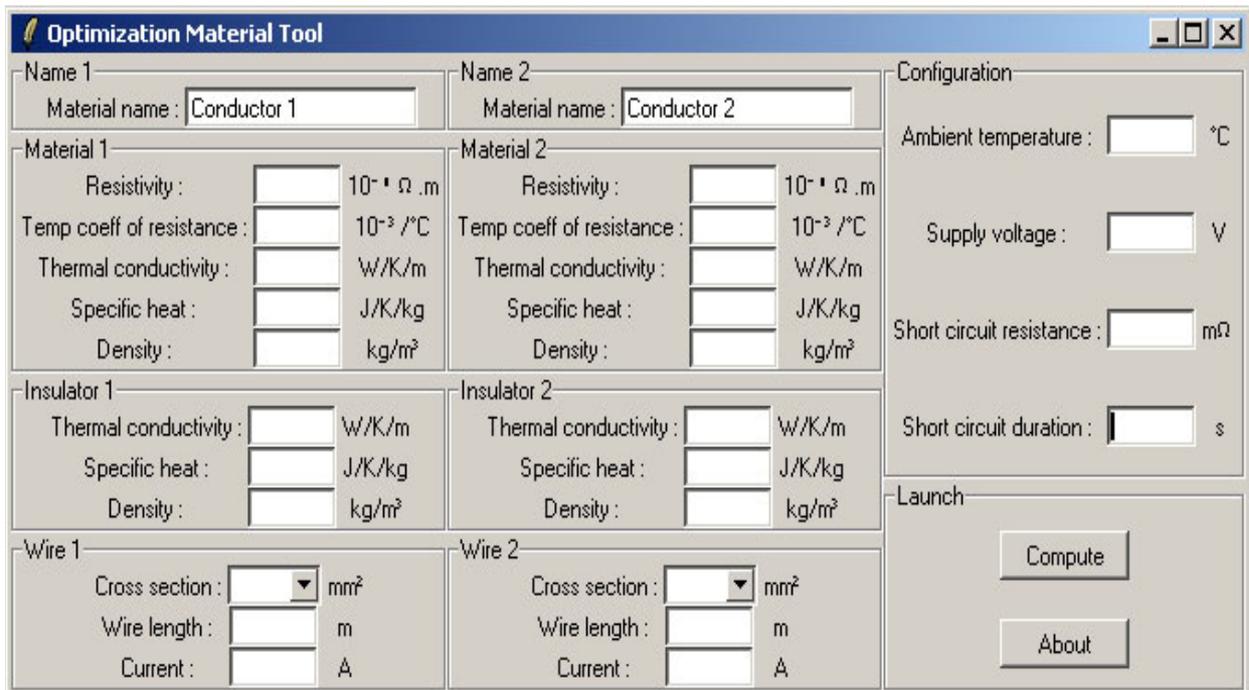


Figure I-7 : Interface logicielle de calcul

3.2.2. Paramètres de sortie.

Les paramètres de sortie sont les mêmes pour l'ensemble des alliages car le but est de comparer les nuances dans les mêmes conditions opératoires.

- *En régime stationnaire.*

Les résultats donnent deux valeurs pour chaque alliage étudié :

- la température maximale atteinte
- la chute de tension

Une courbe théorique montre l'évolution de la température dans un câble monobrin au cours du temps.

- *Dans le cas d'un court-circuit.*

Les résultats sont affichés sous forme de courbes montrant :

- l'évolution du courant en fonction du temps
- l'évolution de la température en fonction du temps

La **Figure I-8** résume l'ensemble de ces paramètres de sortie.

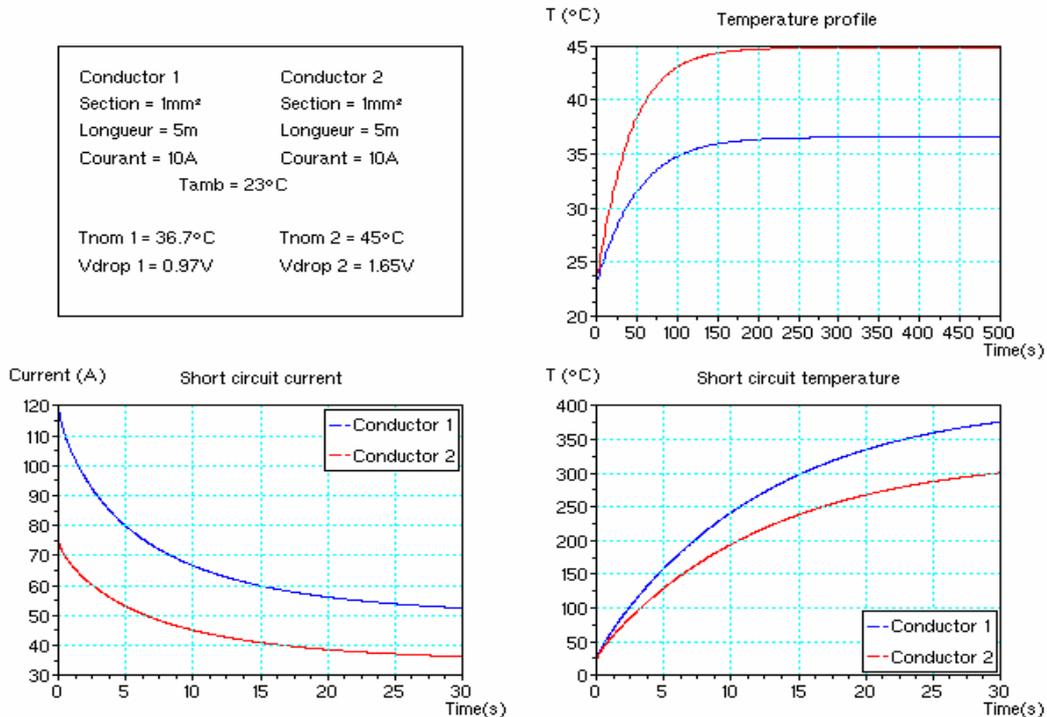


Figure I-8 : Interface type des paramètres de sortie

3.3. Résultats et discussion.

Pour ce qui concerne les 24 alliages étudiés, certains ont des propriétés thermiques et électriques relativement proches. Ainsi, les 24 nuances ont été réparties en 7 groupes avec, pour chacun, un alliage pris comme référence d'étude. Les alliages de référence des groupes sont ceux cités en premier :

- groupe 1 : les alliages **1310 F**, 1370 H18, 1050 O, 1060 H18
- groupe 2 : les alliages **6101 T4**, 5005 H18, 5050 H38, 6060 T5 et 6063 T6
- groupe 3 : les alliages **6061 O** et 7050 O
- groupe 4 : les alliages **2117 T4** et 3003 H18
- groupe 5 : les alliages **7175 T6** et 7475 T6.
- groupe 6 : les alliages **2017 T4**, 5052 H38, 5154 H38, 5254 H38, 2014 T3-T4 et 7075 T6.
- groupe 7 : les alliages **2219 T37**, 5456 O et 5056 H38

3.3.1. En régime stationnaire.

- *Comportement thermique des câbles en alliages d'aluminium.*

Afin d'analyser les résultats obtenus suite à la modélisation, l'évolution de la température dans un câble monobrin en fonction de l'intensité imposée, pour une section de 0,5 mm², une longueur de 1 m et une température de l'environnement fixée à 23°C, a été tracée (**Figure I-9**). Les lois de comportement sont les mêmes pour l'ensemble des alliages de l'étude. Il s'agit de fonctions polynômes d'ordre 2. Les fonctions polynomiales obtenues pour

chaque groupe de matériaux (repéré par l'alliage de référence) sont les suivantes, avec la variable x désignant l'intensité et y la température :

- 1310 F : $y = 0,615 x^2 - 2,021 x + 27,156$ avec $R^2 = 0,999$
- 6101 T4 : $y = 0,687 x^2 - 2,065 x + 27,297$ avec $R^2 = 0,999$
- 6061 O : $y = 0,879 x^2 - 3,414 x + 29,53$ avec $R^2 = 0,999$
- 2117 T4 : $y = 1,060 x^2 - 4,320 x + 31,03$ avec $R^2 = 0,999$
- 7175 T6 : $y = 1,200 x^2 - 4,827 x + 31,60$ avec $R^2 = 0,999$
- 2017 T4 : $y = 1,288 x^2 - 5,155 x + 32,05$ avec $R^2 = 0,999$
- 2219 T37 : $y = 1,565 x^2 - 5,738 x + 32,29$ avec $R^2 = 0,999$

Cette modélisation montre clairement que les nuances dont la résistivité électrique est la plus basse et dont la conductivité thermique est la plus élevée présentent une augmentation en température plus faible. Il s'agit des nuances 1310 F et 6101 T4. Néanmoins, la différence de comportement entre les nuances n'est réellement significative qu'à partir d'une intensité de l'ordre de 8 à 12 A. Les câbles fabriqués en alliage 1310 F et 6101 T4 atteignent une température d'utilisation de l'ordre de 100°C, pour une intensité de 12 A (tension de la batterie), tandis que l'alliage 6061 O, dont le comportement est le plus proche de ces trois nuances, atteint une température de 113°C. Les températures atteintes pour les alliages d'aluminium à haute résistance mécanique telles les nuances 7175 T6, 2017 T4 et 2219 T37 sont respectivement de 143, 152 et 184°C pour une intensité de 12 A. Il s'agit de grandes différences de températures avec les nuances 1310 F et 6101 T4, qui constituent les meilleures alternatives aux conducteurs électriques en cuivre. Le **Tableau I-1** résume cette différence de comportement entre les différents alliages considérés.

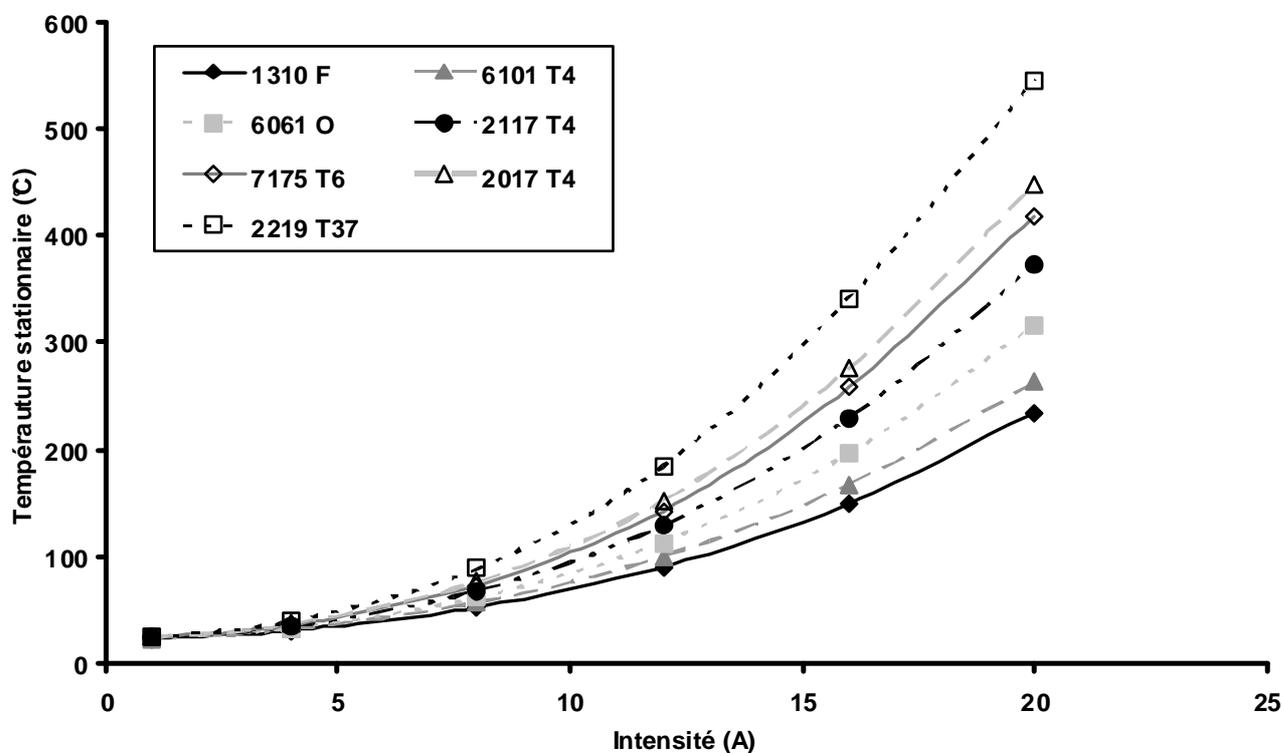


Figure I-9 : Evolution de la température dans un câble monobrin en régime stationnaire pour une section de 0,5 mm², une longueur de 1 m et une température d'ambiance de 23°C

Alliages	1 A	4 A	8 A	12 A	16 A	20 A
1310 F	24°C	31°C	53°C	90°C	149°C	235°C
6101 T4	24°C	32°C	57°C	100°C	167°C	263°C
6061 O	24°C	33°C	62°C	113°C	196°C	316°C
2117 T4	24°C	35°C	69°C	129°C	229°C	372°C
7175 T6	24°C	36°C	73°C	143°C	258°C	418°C
2017 T4	24°C	37°C	77°C	152°C	276°C	447°C
2219 T37	24°C	40°C	89°C	184°C	341°C	545°C

Tableau I-1 : Evolution de la température dans un câble monobrin en régime stationnaire pour une section de 0,5 mm², une longueur de 1 m et une température d'ambiance de 23°C

Seuls les résultats obtenus pour une section de 0,5 mm² ont été présentés. L'augmentation de la section et de la longueur du câble ne change pas les lois de comportement des différents alliages d'aluminium. Ainsi, les résultats obtenus pour des valeurs différentes de section et de longueur de câble n'apportent pas d'informations complémentaires essentielles à la comparaison des alliages. Il pourra cependant être noté que l'augmentation de la section du câble conduit à une diminution de la résistance linéique (**Equation I-1**) et donc à une diminution de la température atteinte en régime stationnaire.

- Chute de tension des câbles en alliages d'aluminium.

Afin d'analyser les résultats obtenus grâce à la modélisation, l'évolution de la chute de tension dans un câble monobrin en fonction de l'intensité imposée, pour une section de 0,5 mm², une longueur de 1 m et une température d'ambiance fixée à 23°C, a été tracée (**Figure I-10**). La chute de tension suit la loi d'Ohm $U = R \cdot I$. Dans ce cas d'étude, la résistance considérée correspond uniquement à la résistance linéique du câble (**Equation I-1**). L'ensemble des nuances considérées présente une évolution de la chute de tension similaire. Il n'existe pas de différence de comportement général. Cependant, les résultats montrent clairement que les alliages de faible résistivité électrique et de conductivité thermique élevée présentent une perte de tension plus faible. Il s'agit des nuances 1310 F et 6101 T4. Cependant, la différence de comportement entre les nuances n'est significative qu'à partir d'une intensité de l'ordre de 8 à 12 A (**Tableau I-2**).

Ici aussi, seuls les résultats obtenus pour une section de 0,5 mm² ont été présentés. L'augmentation de la section et de la longueur du câble ne change pas les lois de comportement des différents alliages d'aluminium. Cependant, en considérant la loi d'Ohm et l'**Equation I-1**, il pourra être noté que la chute de tension varie linéairement en fonction de la longueur du câble pour une section et une intensité données. En considérant de nouveau ces deux lois, la chute de tension devrait varier linéairement avec l'intensité pour une section et une longueur données. Cependant, le passage du courant s'accompagne d'une élévation de la température et la résistivité électrique du matériau augmente. Par conséquent, les lois de comportement des chutes de tension en fonction de l'intensité ne sont pas linéaires.

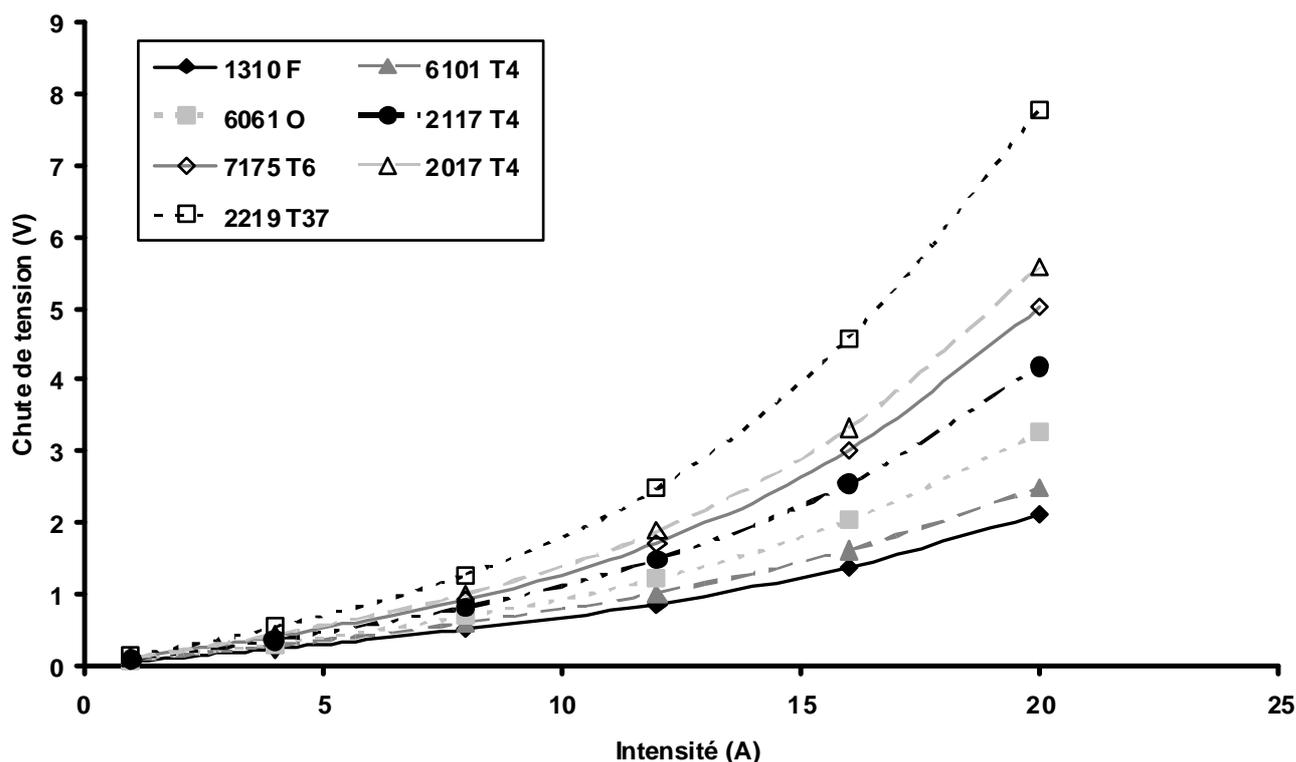


Figure I-10 : Evolution de la chute de tension dans un câble monobrin pour une section de 0,5 mm², une longueur de 1 m et une température d'ambiance de 23°C

Alliages	1 A	4 A	8 A	12 A	16 A	20 A
1310 F	0,06 V	0,24 V	0,51 V	0,87 V	1,38 V	2,12 V
6101 T4	0,07 V	0,28 V	0,6 V	1,02 V	1,62 V	2,49 V
6061 O	0,08 V	0,31 V	0,69 V	1,22 V	2,03 V	3,26 V
2117 T4	0,09 V	0,36 V	0,82 V	1,42 V	2,55 V	4,19 V
7175 T6	0,1 V	0,41 V	0,93 V	1,72 V	3,01 V	5,02 V
2017 T4	0,11 V	0,44 V	1 V	1,88 V	3,33 V	5,58 V
2219 T37	0,13 V	0,54 V	1,27 V	2,48 V	4,58 V	7,77 V

Tableau I-2 : Evolution de la chute de tension dans un câble monobrin pour une section de 0,5 mm², une longueur de 1 m et une température d'ambiance de 23°C

Suite aux deux analyses précédentes, dans le cas d'un régime stationnaire, les alliages d'aluminium qui présentent le comportement le plus adapté à notre problématique sont de nouveau les nuances 1310 F et 6101 T4.

3.3.2. Cas d'un court-circuit.

Lors de l'utilisation d'un faisceau électrique dans une automobile, deux cas de figure peuvent conduire à un court-circuit en service :

- lorsque l'isolant fond et que deux câbles établissent alors un point de contact électrique ;
- lorsqu'un câble est sectionné et établit un point de contact électrique avec la caisse du véhicule qui joue le rôle de masse.

La création d'un court-circuit engendre un courant de très forte intensité. Les dangers des courts-circuits sont l'apparition d'arcs électriques mais aussi une augmentation brutale de la température qui peut entraîner une dégradation des câbles et du faisceau électrique. Les résultats obtenus lors de la modélisation d'un court-circuit peuvent se présenter sous forme de deux graphiques donnant :

- l'évolution du courant en fonction du temps
- l'évolution de la température en fonction du temps

La **Figure I-11 (a) et (b)** correspond aux résultats obtenus pour les alliages d'aluminium 1310 F et 2017 T4. Les données d'entrées sont les suivantes :

- température d'ambiance de 23°C
- longueur du câble de 1 m
- résistance de contact entre le câble et la caisse de 10 mΩ.

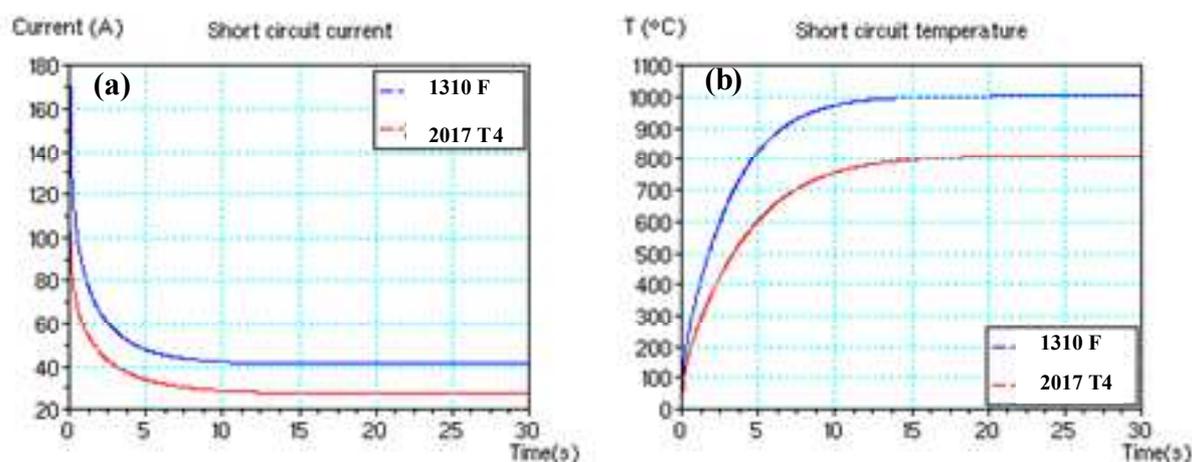


Figure I-11 : Modélisation d'un court-circuit (a) intensité (b) température

Ces résultats montrent que l'intensité du courant décroît rapidement en fonction du temps. Ceci s'explique par une augmentation de la résistance de ligne du fait de l'augmentation brutale de la température. La stabilisation de la température au bout de 10 secondes est corrélée à la stabilisation du courant. Afin de comparer les nuances d'aluminium, les intensités initiale et finale ainsi que la température finale du câble sont répertoriées dans le **Tableau I-3**.

Notons que les valeurs obtenues ne sont pas d'une grande précision car elles sont lues directement sur les graphiques obtenus. Les faisceaux sont protégés par l'installation de fusible, organe de sécurité dont le rôle est d'interrompre le courant électrique. Le fusible claque lorsque la température du câble est trop élevée. Par conséquent, il est préférable que le conducteur électrique possède une résistivité faible pour que le courant engendré soit plus élevé. Ainsi, par effet Joule, la température augmentera rapidement, le fusible claquera plus facilement et les câbles seront protégés d'une dégradation thermique. Cependant, en considérant les résultats obtenus, l'étude du cas d'un court-circuit ne constitue pas un critère

réellement discriminatoire puisque les valeurs de température atteintes, pour l'ensemble des alliages considérés, conduiraient à la fusion du fusible et donc à la protection de la ligne.

Alliages	Intensité initiale (A)	Intensité finale (A)	Température finale (°C)
1310 F	170	40	1000
6101 T4	150	35-40	950-960
6061 O	135	30-35	900-910
2117 T4	120	30	850-860
7175 T6	110-115	25-30	810-820
2017 T4	105-110	25-30	800
2219 T37	85-90	20-25	750

Tableau I-3 : Comparaison du comportement en court-circuit des différentes nuances d'aluminium

4. Conclusions.

Ce travail préliminaire de sélection des matériaux basé sur des informations tirées de la bibliographie, de la modélisation de l'élévation thermique et de la chute de tension dans un câble monobrin ainsi que de nombreux échanges avec les spécialistes du monde automobile et des matériaux légers, a conduit à sélectionner les alliages AA 1310 et AA 6101 comme des alternatives possibles aux conducteurs électriques automobiles actuellement en cuivre. Cependant, un certain nombre de paramètres ont été mis de côté dans l'élaboration de la matrice multicritère comme les effets de l'histoire thermomécanique lié au procédé de mise en forme sur les caractéristiques des microstructures résultantes. Or, il est évident que de nombreuses propriétés des matériaux métalliques découlent essentiellement des caractéristiques microstructurales, que ce soient par exemple les propriétés mécaniques, électriques ainsi que le comportement en corrosion. De plus, au cours de ces travaux préliminaires, la durabilité des alliages d'aluminium en tant que produit fini n'a pas été considérée. En effet, le couplage entre l'état microstructural, l'environnement agressif et les sollicitations mécaniques vibrationnelles ne constitue pas une donnée d'entrée de la matrice multicritère.

Ainsi, les travaux de thèse présentés dans la suite de ce mémoire sont focalisés sur la problématique du vieillissement en service des conducteurs électriques en alliage d'aluminium 1310 et 6101. L'influence des contraintes mécaniques vibrationnelles sur le comportement en corrosion en milieu contenant des ions chlorures a été étudiée pour les deux alliages considérés sous différents états métallurgiques en lien avec les différentes étapes du procédé de mise en forme.

Références.

- [1] M. Demangeon : Norme PSA B25 1110. Conducteurs électriques classiques.
- [2] M. Lemoine : Norme PSA B25 1140. Faisceaux électriques, Validation des faisceaux.
- [3] Norme Renault-Nissan 3605009. Fils électriques basse tension et très basse tension

Liste des figures, tableaux et équations.

Figure I-1 : Cycle de vie des câbles en aluminium	19
Figure I-2 : Comparaison des résistances à rupture des alliages d'aluminium pouvant être tréfilés	23
Figure I-3 : Comparaison des résistivités électriques des alliages d'aluminium pouvant être tréfilés	24
Figure I-4 : Comparaison du comportement en corrosion global des alliages d'aluminium pouvant être tréfilés	24
Figure I-5 : Comparaison de la facilité de mise en forme des alliages d'aluminium pouvant être tréfilés	25
Figure I-6 : Schéma représentatif d'une chute de tension	26
Figure I-7 : Interface logicielle de calcul	29
Figure I-8 : Interface type des paramètres de sortie	30
Figure I-9 : Evolution de la température dans un câble monobrin en régime stationnaire pour une section de 0,5 mm ² , une longueur de 1 m et une température d'ambiance de 23°C	31
Figure I-10 : Evolution de la chute de tension dans un câble monobrin pour une section de 0,5 mm ² , une longueur de 1 m et une température d'ambiance de 23°C	33
Figure I-11 : Modélisation d'un court-circuit (a) intensité (b) température	34
Tableau I-1 : Evolution de la température dans un câble monobrin en régime stationnaire pour une section de 0,5 mm ² , une longueur de 1 m et une température d'ambiance de 23°C	32
Tableau I-2 : Evolution de la chute de tension dans un câble monobrin pour une section de 0,5 mm ² , une longueur de 1 m et une température d'ambiance de 23°C	33
Tableau I-3 : Comparaison du comportement en court-circuit des différentes nuances d'aluminium	35
Equation I-1 : Résistance linéique d'une ligne électrique	27

Chapitre II : Synthèse bibliographique

Chapitre II : Synthèse bibliographique

1.	Généralités sur les différentes familles d'alliages d'aluminium.	42
1.1.	Présentation générale de l'aluminium.	42
1.2.	Les alliages à durcissement par écrouissage.	43
1.3.	Les alliages à durcissement structural.	44
2.	Microstructure et propriétés mécaniques des alliages étudiés.	45
2.1.	Alliage 1310.	45
2.2.	Durcissement structural des alliages Al-Mg-Si.	47
2.2.1.	Présentation des séquences de précipitation.	48
	• <i>Les zones dites de « Guinier-Preston ».</i>	48
	• <i>La phase métastable β''.</i>	48
	• <i>La phase métastable β'.</i>	48
	• <i>La phase stable β-Mg₂Si.</i>	49
	• <i>Mise en évidence d'autres séquences de précipitation.</i>	49
2.2.2.	Influence du durcissement structural sur les propriétés mécaniques.	50
2.3.	Influence de l'ajout de Fe sur les propriétés des alliages Al-Mg-Si.	53
2.3.1.	Microstructure de l'alliage d'aluminium AA 6101.	53
2.3.2.	Propriétés mécaniques et électriques de l'alliage d'aluminium AA 6101.	56
2.4.	Conclusions.	58
3.	Comportement en corrosion des alliages étudiés.	58
3.1.	Introduction sur la corrosion des alliages d'aluminium.	58
3.2.	Comportement en corrosion des alliages de la série 1xxx.	60
3.2.1.	Mécanisme général.	60
3.2.2.	Influence des paramètres environnementaux.	62
	• <i>Composition de l'électrolyte.</i>	62
	• <i>Influence du pH.</i>	66
3.3.	Rôle des particules intermétalliques grossières des alliages de la série 6xxx.	67
3.3.1.	Rôle des précipités Al-Fe-Si.	68
3.3.2.	Rôle des précipités Mg ₂ Si.	69
3.4.	Corrosion intergranulaire des alliages de la série 6xxx.	69
3.4.1.	Influence de la composition des alliages.	70
3.4.2.	Influence des traitements thermomécaniques.	71
	• <i>Influence du vieillissement des matériaux.</i>	71
	• <i>Influence de la vitesse de refroidissement.</i>	72
	• <i>Influence de la mise en forme.</i>	73
3.4.3.	Conclusion.	73
4.	Comportement des alliages d'aluminium en fatigue-corrosion.	73
4.1.	Généralités sur les notions de fatigue et de fatigue-corrosion.	73
4.2.	Amorçage des fissures de fatigue et fatigue-corrosion.	74

4.2.1.	Généralités.....	74
4.2.2.	Mécanismes d'amorçage des fissures de fatigue	75
4.2.3.	Influence de la microstructure.....	76
4.2.4.	Influence d'un milieu corrosif.....	76
4.3.	Transition entre amorçage et propagation.....	78
4.4.	Propagation des fissures de fatigue et de fatigue-corrosion.....	79
4.4.1.	Généralités sur la propagation des fissures à l'air.....	79
4.4.2.	Influence de la microstructure sur la propagation de fissure en fatigue.....	82
4.4.3.	Influence de la taille de grains sur la propagation de fissure en fatigue.....	82
4.4.4.	Influence de la texture sur la propagation de fissure en fatigue.....	82
4.4.5.	Influence de l'environnement.....	83
•	<i>En milieux gazeux</i>	83
•	<i>En milieu aqueux corrosif</i>	83
4.4.6.	Mécanismes d'endommagement assistés par l'environnement.....	83
5.	Conclusion générale de l'étude bibliographique.....	84
	Références.....	86
	Liste des figures, tableaux et équations.....	91

L'étude préliminaire de sélection des matériaux a permis de cibler deux nuances d'aluminium susceptibles de remplacer le cuivre dans les conducteurs électriques automobiles. Cette synthèse bibliographique va, dans un premier temps, s'attacher à présenter de façon assez générale les différentes familles d'alliages d'aluminium et ensuite plus particulièrement les deux nuances retenues, à savoir, les alliages AA 6101 et AA 1310. Dans un second temps, sur la base d'études issues de la littérature, les propriétés microstructurales et mécaniques de ces matériaux seront présentées et l'influence de ces propriétés sur le comportement en corrosion des alliages étudiés sera discutée. L'un des objectifs de ces travaux de thèse étant aussi de caractériser l'influence des contraintes vibrationnelles sur le comportement en corrosion des alliages retenus, ce chapitre s'intéressera ensuite aux résultats bibliographiques ayant trait au comportement en fatigue et fatigue-corrosion des alliages sélectionnés dans cette étude. Finalement, une conclusion générale clôturera ce chapitre.

1. Généralités sur les différentes familles d'alliages d'aluminium.

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

1.1. Présentation générale de l'aluminium.

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

- sa légèreté : avec une masse volumique de 2700 kg.m^{-3} , l'aluminium est l'un des métaux les plus légers. A titre de comparaison, il est trois fois plus léger que le cuivre qui lui possède une masse volumique de 8940 kg.m^{-3} .
- sa conductivité thermique de $237 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ (à 20°C), contre $390 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ (à 20°C) pour le cuivre, le rend sur cet aspect, le plus performant des métaux usuels.
- sa bonne conductibilité électrique, de l'ordre de 65% IACS (International Annealed Copper Standard), c'est-à-dire 65% par rapport au cuivre recuit standard considéré comme ayant une conductibilité électrique égale à 100%.
- sa tenue à la corrosion liée à l'existence à sa surface d'un film passif d'oxyde ou d'hydroxyde d'aluminium protecteur et stable sur une large gamme de pH compris entre 4 et 9.
- son aptitude à être soumis à des traitements de surface visant à améliorer ses propriétés de surface.
- sa relative facilité de mise en œuvre.
- son aptitude à être recyclé.

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

Familles	Systèmes
1xxx	aluminium non allié, peu d'élément d'alliage
2xxx	Al-Cu et Al-Cu-Mg
3xxx	Al-Mn
4xxx	Al-Si (alliage de fonderie)
5xxx	Al-Mg
6xxx	Al-Mg-Si
7xxx	Al-Zn-Mg et Al-Zn-Mg-Cu
8xxx	autres éléments

Tableau II-1 : Les différentes familles d'alliages d'aluminium [1]

Les familles d'alliages d'aluminium corroyés se divisent elles-mêmes en deux catégories distinctes :

- les alliages à durcissement par écrouissage (1xxx, 3xxx, 5xxx et 8xxx)
- les alliages à durcissement structural (2xxx, 6xxx et 7xxx)

1.2. Les alliages à durcissement par écrouissage.

Cette appellation désigne l'ensemble des alliages qui ne peuvent pas être soumis à un durcissement structural. Le durcissement par écrouissage est réalisé par déformation plastique du matériau. Les conséquences sur les propriétés mécaniques sont une augmentation de la résistance mécanique et de la dureté accompagnée d'une perte de ductilité.

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

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

Les alliages d'aluminium non alliés de la série 1xxx sont des alliages à durcissement par écrouissage présentant une teneur en aluminium d'au moins 99% massique. Les propriétés de ces nuances dépendent de différents paramètres tels que les teneurs en impuretés (ex : fer et silicium), les niveaux d'écrouissage et l'adoucissement engendré par les traitements de recuit [2]. Les propriétés générales de ces alliages d'aluminium non alliés sont les suivantes :

- une très bonne aptitude à la déformation plastique
- une résistance mécanique relativement faible
- un excellent comportement en corrosion
- une bonne aptitude au soudage, au brasage et à l'anodisation

Les domaines d'application des alliages d'aluminium non alliés dépendent des nuances utilisées. Ainsi, l'aluminium 1080A, de pureté égale à 99,80%, est utilisé dans le domaine de la décoration et dans l'industrie alimentaire du fait de ses états de surface esthétiques après brillantage et anodisation et de sa bonne tenue à la corrosion. L'alliage d'aluminium 1050A de pureté 99,50%, est utilisé dans différents domaines tels les travaux publics (couvertures, gaines de ventilation), l'industrie alimentaire, l'industrie mécanique (accessoires pour

canalisations) et les emballages. L'aluminium 1370 est essentiellement utilisé en tant que conducteur électrique.

1.3. Les alliages à durcissement structural.

Les bonnes caractéristiques mécaniques de ces alliages sont obtenues par un traitement de durcissement structural se composant de trois étapes successives [3] :

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

Les alliages à durcissement structural sont désignés par la lettre T suivie par des chiffres (entre 1 et 5 chiffres). Le **Tableau II-2** explicite la signification du premier chiffre qui renseigne sur le traitement thermique subi par les alliages d'aluminium lors de leur élaboration.

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

Tableau II-2 : Traitements thermiques des alliages d'aluminium

Les alliages Al-Mg-Si de la série 6xxx sont des alliages à durcissement structural. Ils possèdent des propriétés générales intéressantes dont une bonne aptitude à la déformation à chaud par laminage et surtout par filage, ce qui facilite leur mise en forme. Ainsi, les alliages de la série 6xxx constituent 80% de la production des profilés filés en alliages d'aluminium. La mise en forme à froid à l'état métallurgique T4, qui correspond à l'état métallurgique de

l'alliage 6101 en sortie de ligne de fabrication, est considérée comme relativement aisée à obtenir. La soudabilité de ces alliages est bonne mais nécessite l'apport de matière pour réaliser un assemblage avec des alliages d'aluminium de familles différentes. Ces alliages présentent également une bonne résistance à la corrosion qui peut être améliorée par des traitements d'anodisation. Ils sont utilisés pour de nombreuses applications industrielles liées aux secteurs du transport, de l'aéronautique et du bâtiment [2].

Les alliages Al-Mg-Si sont performants aux basses températures mais leurs propriétés mécaniques et électriques peuvent diminuer plus ou moins rapidement lorsque la température atteint des valeurs de l'ordre de 150 à 200°C du fait de l'évolution de la microstructure. La modélisation sur l'élévation thermique réalisée au cours du Chapitre I de ce manuscrit a montré qu'il était possible d'atteindre des températures relativement élevées en service ce qui peut donc constituer un problème avec ce type d'alliages.

2. Microstructure et propriétés mécaniques des alliages étudiés.

2.1. Alliage 1310.

L'alliage d'aluminium non allié 1310 est une nuance commercialisée pour les applications électriques. Il est utilisé actuellement en tant que câbles souples pour applications aéronautiques et pour les câbles téléphoniques de réseau urbain de diamètre 0,5 à 0,8 mm. Sa composition massique nominale est référencée dans la norme EN 573 (Al : base ; Fe : 0,5-0,8 ; Mg : 0,08-0,25 ; Si : 0-0,3) [4].

Cet alliage appartient au système ternaire Al-Fe-Mg. Les phases pouvant se former en équilibre avec la matrice d'aluminium sont les composés binaires Al_3Fe et Al_8Mg_5 . Différents auteurs ont affirmé que les composés ternaires Al-Fe-Mg ne peuvent pas être observés [5-8]. En effet, la solubilité du fer dans Al_8Mg_5 et celle du magnésium dans Al_3Fe sont négligeables, et par conséquent, il ne peut pas y avoir formation de ces composés ternaires. N.A. Belov *et al.* [9] affirment que la phase Al_3Fe se forme pour des taux très faibles en fer tandis que la précipitation du composé Al_8Mg_5 se produit pour des teneurs en magnésium de l'ordre de 2-3%. De plus, la solubilité du fer dans l'aluminium étant très faible et cela particulièrement à basse température (**Figure II-1**), la matrice adjacente est très pure [10]. Dans cette étude, seule la phase binaire Al_3Fe devrait donc être observée. Il s'agit d'une phase comportant 40,7% massique en fer, de structure monoclinique de paramètres $a = 15,49 \text{ \AA}$; $b = 8,08 \text{ \AA}$; $c = 12,48 \text{ \AA}$ et $\beta = 107^\circ 43'$ [5].

L'alliage d'aluminium 1310 étant un alliage à durcissement par écrouissage, ses propriétés intrinsèques dépendent pour beaucoup du procédé de mise en forme et du taux d'écrouissage appliqué. Le **Tableau II-3** donne les propriétés de l'aluminium 1310 à l'état brut de fabrication ainsi que sa résistivité électrique à 20°C.

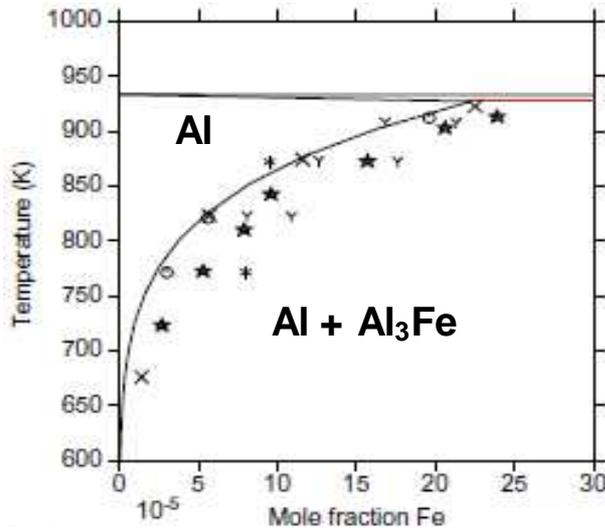


Figure II-1 : Solubilité du fer dans l'aluminium [10]

Etat métallurgique	R _m (MPa)	A ₂₀₀ (%)*	Résistivité (μΩ.cm)
F	120-160	10-25	2,87-2,97

Tableau II-3 : Propriétés mécaniques et électriques de l'aluminium 1310 à l'état F brut de fabrication [11].

* Allongement à rupture mesuré sur une éprouvette de longueur utile de 200 mm

Les fils unitaires, qui font l'objet de notre étude, sont obtenus par tréfilage ; une ou plusieurs étapes de tréfilage sont nécessaires pour obtenir des fils aux diamètres souhaités. Ainsi, ces fils sont soumis à un recuit intermédiaire ou final au cours de leur mise en forme, ce qui influence les propriétés intrinsèques du matériau. La **Figure II-2** présente ce procédé de mise en forme de façon générale.

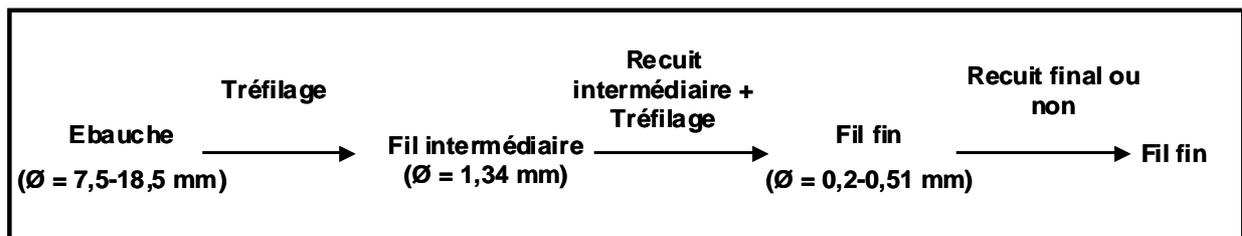


Figure II-2 : Procédé de mise en forme des fils fins d'aluminium

La **Figure II-3** montre l'influence du tréfilage et du recuit sur les propriétés mécaniques des fils fins de cet alliage. La courbe bleue correspond à un fil machine brut de fabrication à un état métallurgique F de diamètre 9,5 mm, la rouge à un fil machine recuit O de diamètre 9,5 mm et la jaune à un fil machine ayant subi un traitement de recuit intermédiaire à un diamètre proche de 2,5 mm. Le recuit intermédiaire permet la relaxation des contraintes, ce qui conduit à une diminution de la résistance mécanique et à une augmentation de l'allongement à rupture. Le recuit intermédiaire est une étape obligatoire de la mise en forme afin d'améliorer la tréfilabilité aux petits diamètres de l'ordre de 0,5 mm.

La dernière étape du tréfilage consiste en un recuit final. La **Figure II-4** décrit l'évolution des propriétés mécaniques du matériau en fonction de la température de recuit pour une durée fixe de 3 heures. Deux cas de figures sont considérés. La courbe jaune

correspond à un procédé de tréfilage au cours duquel un recuit intermédiaire a été imposé, tandis que la courbe bleue correspond à une mise en forme sans recuit intermédiaire. Le fil sans recuit intermédiaire possède une résistance mécanique supérieure au fil n'ayant pas été traité en cours de procédé mais également un allongement à rupture plus faible.

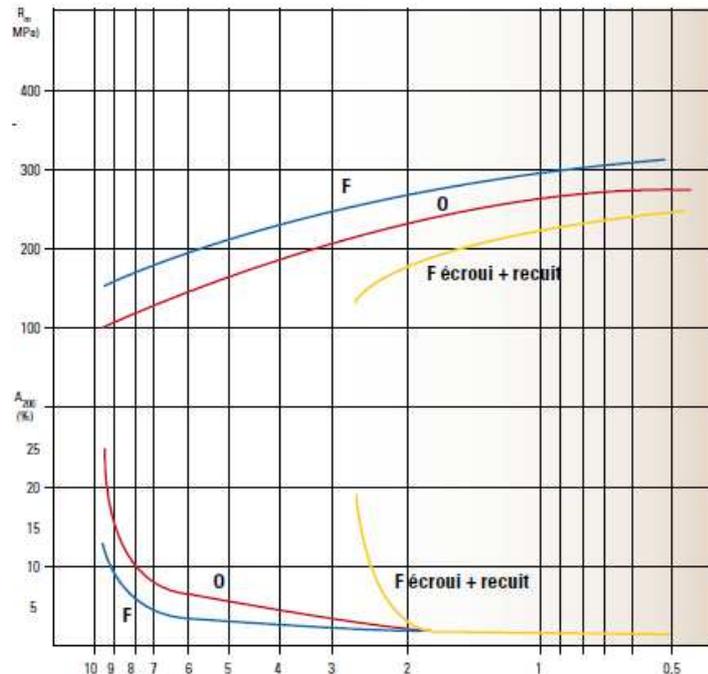


Figure II-3 : Influence du tréfilage et du recuit intermédiaire [11]

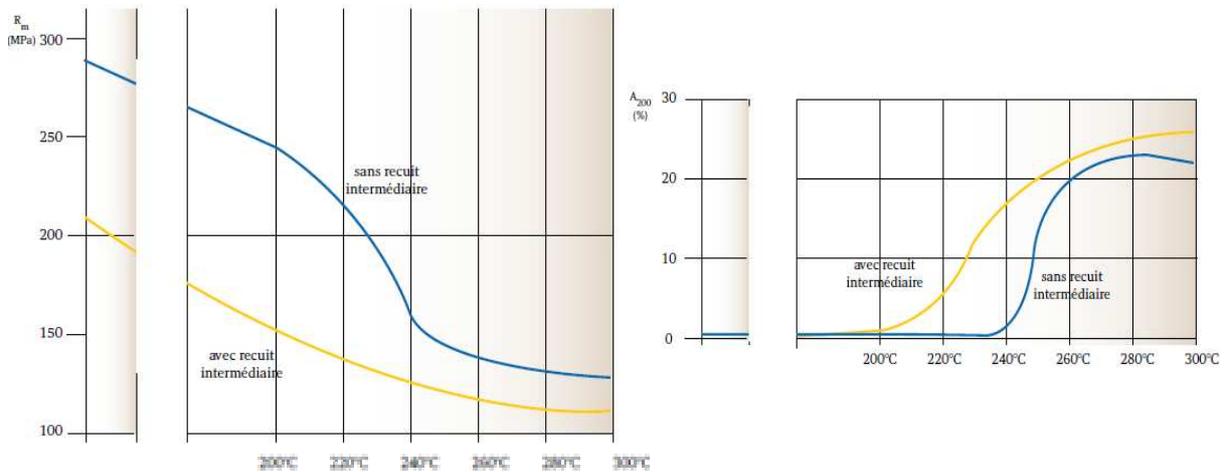


Figure II-4 : Influence du recuit sur les propriétés mécaniques et électriques des fils fins en aluminium 1310 [11]

2.2. Durcissement structural des alliages Al-Mg-Si.

Les alliages d'aluminium de la famille 6xxx sont des alliages à durcissement structural dont les éléments d'addition majoritaires sont le magnésium et le silicium. Le principe de durcissement structural par précipitation a été présenté de manière assez générale dans le paragraphe précédent ; des précisions vont être maintenant apportées sur le durcissement structural des alliages Al-Mg-Si.

2.2.1. Présentation des séquences de précipitation.

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

Solution solide sursaturée $\alpha \rightarrow$ zones GP $\rightarrow \beta'' \rightarrow \beta' \rightarrow$ phase stable β -Mg₂Si.

Les zones GP et les phases β'' , β' et β ont été décrites par différents auteurs [12-24].

- *Les zones dites de « Guinier-Preston ».*

Les zones GP dites de « Guinier-Preston » correspondent à une mise en ordre d'atomes Mg et Si du fait de la sursaturation en éléments d'alliage. Ces zones cohérentes avec la matrice constituent des sites de germination des précipités β'' . Les zones GP sont de forme sphérique [12-13] ou aciculaire [14] avec des aiguilles orientées selon les directions [100] de la matrice. Elles sont dans un premier temps désordonnées puis s'organisent avec une alternance de couches d'atomes de Si entourées de deux couches de Mg.

- *La phase métastable β'' .*

Les zones GP évoluent en forme d'aiguilles et correspondent, alors, aux phases β'' qui sont des précipités cohérents. Ces phases sont orientées selon les directions [100] de la matrice. Ces précipités métastables ont été observés par analyse aux rayons X [15-16] puis au microscope électronique à transmission (MET) [13, 17-18]. D'après G. Thomas [17], leur longueur est comprise entre 200 et 1000 Å et leur diamètre est de l'ordre de 60 Å. Leur structure cristallographique reste assez complexe à déterminer. Ainsi, un premier auteur [19] décrit ces précipités comme ayant une structure monoclinique avec pour paramètres de maille :

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

Plus récemment, K. Matsuda et al [20] ont montré que les précipités β'' sont monocliniques de paramètres $a = 7,7 \text{ \AA}$; $b = 6,7 \text{ \AA}$; $c = 2,03 \text{ \AA}$ et $\gamma = 75^\circ$.

La composition des précipités β'' diffère de celles des précipités β -Mg₂Si. Ces particules présentent un excès de Si conduisant à la formule stœchiométrique Mg₅Si₆ [12]. Des travaux plus récents ont proposé une formule stœchiométrique différente, à savoir Al₂Mg₅Si₄ [21].

- *La phase métastable β' .*

La phase β' conserve la forme des zones GP et précipite sous forme d'aiguilles puis de bâtonnets selon les directions [100] de la matrice [15-16]. Il s'agit de précipités semi-cohérents [9]. Ce sont des composés de structure cristallographique hexagonale de paramètres $a = 7,05 \text{ \AA}$ et $c = 4,05 \text{ \AA}$ [22]. Ces observations ont été confirmées par micro-diffraction électronique [24].

- *La phase stable β -Mg₂Si*

La phase β -Mg₂Si précipite sous forme de bâtonnets dans le cas d'un refroidissement lent ou bien sous forme de plaquettes dans le cas d'un sur-revenu. Ces précipités appartiennent au système cubique de paramètre de maille a de l'ordre de 0,635-0,640 nm [9]. Ces particules sont de composition massique suivante : 63,2% Mg et 36,8% Si.

- *Mise en évidence d'autres séquences de précipitation.*

Différents auteurs ont cherché à affiner les recherches sur les caractéristiques du durcissement par précipitation des alliages de la série 6xxx. Ces auteurs considèrent que les zones GP sont des zones GP₁ et les précipités β'' des zones GP₂ [25-26].

G.A. Edwards *et al.* [25] ont montré, en utilisant une analyse calorimétrique différentielle (DSC), la formation d'autres précipités au cours du durcissement structural d'un alliage d'aluminium AA 6061, de composition massique 0,80 Mg - 0,79 Si - 0,22 Fe - 0,18 Cu - 0,01 Ti. Ces auteurs ont effectivement montré la présence de précipités de type B au sein de la matrice. Ils proposent ainsi une séquence de précipitation plus complète :

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

La structure cristallographique des précipités B' est hexagonale de paramètre $a = 10,5$ Å avec un paramètre c non déterminé [25]. Ces observations sont à mettre en relation avec les travaux antérieurs de S. D. Dumolt *et al.* [27] qui décrivent les précipités B' comme hexagonaux de paramètres $a = 10,4$ Å et $c = 4,05$ Å. K. Matsuda *et al.* [23] ont confirmé la présence des précipités de type B dans un alliage de composition massique Al-1,0 Mg₂Si-0,4 Si, obtenu par addition de Si en excès. Ce matériau a été soumis à un traitement de vieillissement artificiel à 523K. Dans ces travaux, des précipités de type A et C ont été également observés, en plus des précipités de type B. La composition du précipité de type C n'a pas été précisée par les auteurs. Les précipités de type A et B contiennent les trois éléments Al-Mg-Si dans les proportions suivantes :

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

La **Figure II-5** montre l'influence du temps de vieillissement sur la proportion des différents précipités. Les précipités de type C apparaissent de façon hétérogène en cas de sur-vieillessement. Les précipités β' et ceux de type B précipitent au même stade de vieillissement mais les précipités β' se dissolvent plus rapidement. L'augmentation de la fréquence des précipités de type A est accompagnée de la dissolution des précipités métastables de type B. Ces séquences de précipitation supplémentaires semblent se produire en cas d'excès de silicium au sein du matériau.

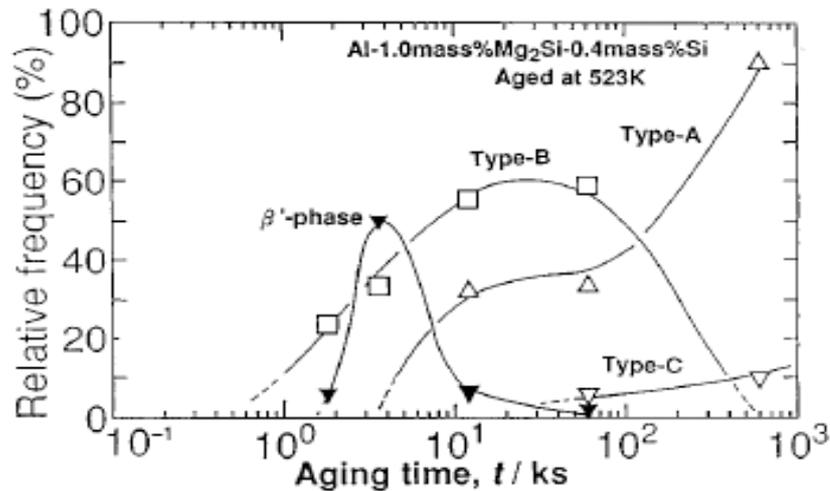


Figure II-5 : Influence du vieillissement sur la proportion des différents précipités [23]

2.2.2. Influence du durcissement structural sur les propriétés mécaniques.

La faible précipitation dans les alliages d'aluminium de la série 6xxx n'influence pas le module d'Young du matériau. Cependant, elle contribue à l'extension du domaine d'élasticité.

Plusieurs auteurs ont montré que les précipités les plus favorables au durcissement structural sont les composés cohérents β'' [9, 28-32]. En effet, le pic de dureté est obtenu lors de la précipitation de ces précipités. Les précipités formés après les phases β'' ne s'avèrent pas être des agents durcissants aussi efficaces.

Les travaux de G.A Edwards *et al.* [25] ont porté sur l'influence de la durée des revenus sur la microstructure et les propriétés mécaniques des alliages de la série 6xxx. Suite à une mise en solution à 530°C pendant 1,5 heure et une trempe à l'eau, des traitements de vieillissement artificiel ont été effectués à 175°C et à 200°C pendant différentes durées sur l'alliage AA 6061. Des mesures de dureté Brinell montrent que les propriétés mécaniques de cet alliage d'aluminium augmentent rapidement. Cependant, un phénomène de sur-vieillessement est visible après 1 heure de vieillissement à 200°C, entraînant une perte de la tenue mécanique. Ce pic de dureté est atteint pour 8 heures de vieillissement à 175°C (**Figure II-6**). Afin d'expliquer ce phénomène, différentes analyses ont été réalisées. Les observations réalisées au microscope électronique à transmission ont montré que le pic de dureté correspondait à la précipitation des phases β'' et que le sur-vieillessement était dû à la précipitation des composés B'.

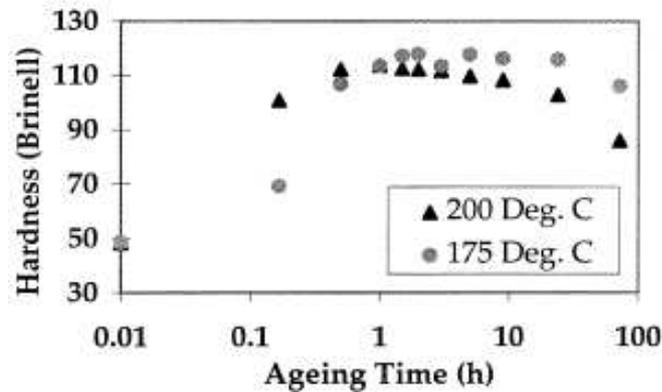


Figure II-6 : Dureté Brinell de l'alliage AA 6061 pour différentes conditions de vieillissement [25]

A.K. Gupta *et al.* ont mis en évidence des résultats identiques pour un alliage Al-Mg-Si-Fe (système similaire à l'alliage AA 6101) auquel ils ont fait subir différents traitements thermiques [26]. Les courbes de la **Figure II-7** correspondent ainsi aux traitements suivants :

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

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

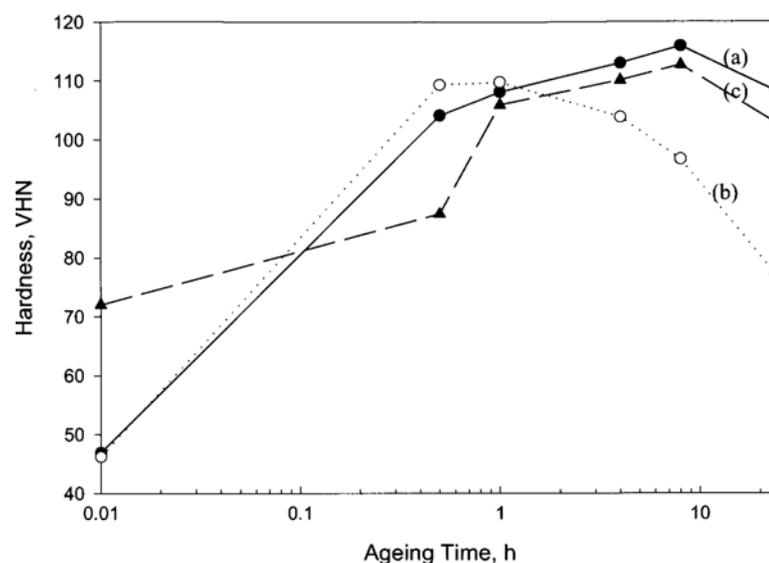


Figure II-7 : Dureté Vickers de l'alliage Al - 0,4% Mg - 1,3% Si - 0,25% Fe pour différentes conditions de vieillissement [26]

A.K. Gupta *et al.* ont également travaillé sur l'influence de la composition des alliages Al-Mg-Si en faisant varier le ratio Mg : Si, pour un taux fixe en Fe, et sur l'influence de la durée des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques de ces matériaux [32]. Ils ont considéré dans un premier temps des échantillons sans excès de Si mais avec un taux de β -Mg₂Si variant de 0,63 à 1,26 %. Suite à une mise en solution solide à 560°C et à un laminage à chaud puis à froid, l'ensemble des échantillons considérés a subi le traitement thermique T4. Des essais de traction ont été réalisés suite à un vieillissement artificiel supplémentaire à 180°C de différentes durées (**Figure II-8**). Une augmentation de la tenue mécanique est

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

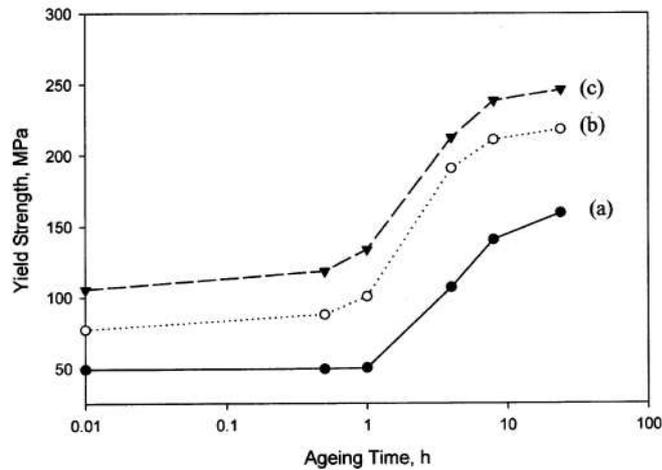


Figure II-8 : Influence de la teneur en Mg_2Si et de la durée du vieillissement sur la tenue mécanique des alliages Al-Mg-Si-Fe sans excès de Si (% Mg_2Si : a = 0,63%, b = 0,95%, c = 1,26%) [32]

La **Figure II-9** montre que l'ajout de silicium en excès dans cette famille d'alliages augmente leurs propriétés mécaniques. Ce phénomène s'expliquerait par une accélération des cinétiques de précipitation des agents durcissants mais aussi par une homogénéisation de la distribution des précipités durcissants β'' . Cependant, A.K. Gupta *et al.* affirment que l'excès de silicium réduit la stabilité du pic de résistance mécanique entraînant plus rapidement un effet de sur-vieillissement, qui peut être retardé par ajout de magnésium dans l'alliage [32]. Ces résultats montrent ainsi l'influence du traitement thermique sur le comportement mécanique. Ainsi, les alliages à l'état thermique T4 (a) sont moins résistants mécaniquement que ceux à l'état T6 (b).

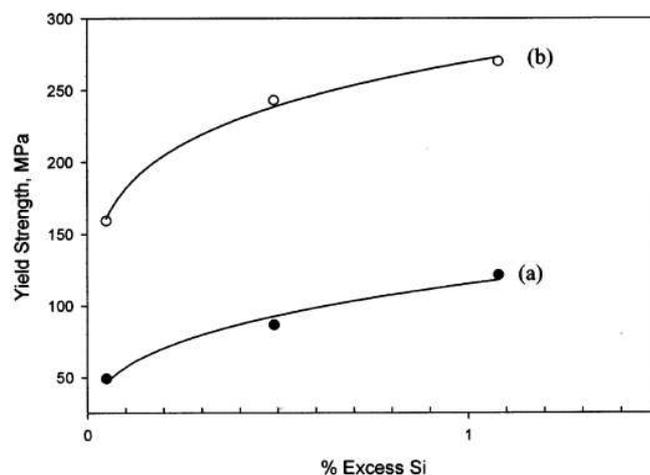


Figure II-9 : Influence du traitement thermique et de la teneur en excès de silicium sur la tenue mécanique d'alliage d'aluminium de la série 6xxx [32]

Dans ce paragraphe, la séquence de précipitation des alliages de la série 6xxx a été décrite. Cependant, cette étude est insuffisante pour définir avec exactitude la microstructure de l'alliage d'étude AA 6101. En effet, l'introduction d'éléments d'alliage dans l'aluminium, pour des compositions correspondant à celles des nuances de la famille 6xxx, conduit à la

précipitation de diverses phases pouvant modifier les propriétés mécaniques du matériau ainsi que son comportement en corrosion. De ce point de vue, l'un des éléments d'alliage importants est le fer. Aussi, dans le paragraphe suivant, l'influence de la présence de fer dans l'alliage sur les propriétés de celui-ci sera plus particulièrement discutée.

2.3. Influence de l'ajout de Fe sur les propriétés des alliages Al-Mg-Si.

2.3.1. Microstructure de l'alliage d'aluminium AA 6101.

L'alliage d'aluminium AA 6101 appartient au système Al-Mg-Si-Fe dont la composition chimique est référencée par la norme EN 573 (% massique ; Al : base ; Mg : 0,35-0,8 ; Si : 0,3-0,7 ; Fe : 0,5 ; Cu : 0,1) [4]. C'est la nuance représentative des applications électriques de la série 6xxx. Cet alliage est généralement utilisé en France par EDF en tant que conducteur pour les lignes moyenne et haute tension en tant que substituant du cuivre et de ses alliages. Cette nuance d'aluminium est normée sous le nom d'Almelec.

L'addition des trois éléments d'alliage que sont Mg, Si et Fe engendre la présence de précipités au sein de la matrice d'aluminium. L'addition de fer dans l'alliage se traduit par une diminution de la teneur en précipités grossiers Mg₂Si et conduit à la formation de précipités riches en Mg, Si et Fe. En effet, différents intermétalliques appartenant au système quaternaire Al-Mg-Si-Fe ou ternaire Al-Fe-Si peuvent se former au cours des traitements thermomécaniques subis par le matériau au cours du procédé de mise en forme. Ceci s'explique par la faible solubilité du fer dans l'aluminium qui favorise la précipitation de phases ternaires ou quaternaires. Ces phases contenant du fer sont en équilibre avec les agents durcissants et les précipités grossiers Mg₂Si. N.A Belov *et al.* ont répertorié l'ensemble de ces composés riches en fer appartenant aux systèmes Al-Fe, Al-Fe-Si et Al-Mg-Si-Fe [9] :

- Al₃Fe
- α -Al₈Fe₂Si (hexagonal de paramètres $a = 12,3 \text{ \AA}$ et $c = 26,3 \text{ \AA}$)
- β -Al₅FeSi (monoclinique de paramètres $a = b = 6,12 \text{ \AA}$ et $c = 41,5 \text{ \AA}$, $\beta = 91^\circ$)
- π -Al₈FeMgSi₆ (hexagonal de paramètres $a = 6,63 \text{ \AA}$ et $c = 7,94 \text{ \AA}$)

Les fractions volumiques de l'ensemble des précipités présents dans la matrice dépendent de la teneur en éléments d'alliage dans le matériau. Le **Tableau II-4**, présente les valeurs maximales théoriques des fractions volumiques des composés contenant du fer dans un alliage appartenant au système Al-Mg-Si-Fe. Il s'agit de valeurs théoriques obtenues pour des teneurs fixes en magnésium et silicium, mais non précisées. Ces proportions en magnésium et en silicium sont à considérer pour évaluer les proportions réelles des phases riches en fer dans la microstructure de l'alliage d'aluminium AA 6101. Par exemple, à fort ratio Fe : Si, le précipité Al₃Fe est majoritaire. A l'inverse, pour un fort ratio Si : Fe, la phase quaternaire π est prépondérante. Dans la majorité des cas, les phases α et β sont présentes.

La **Figure II-10** présente les sections isothermes du diagramme Al-Mg-Si-Fe pour différentes températures et différents teneurs en fer et en silicium et montre que les fractions volumiques des précipités grossiers dépendent des teneurs initiales en éléments d'alliage et de la température des traitements thermiques. La légende utilisée pour ces isothermes reprend la désignation des composés utilisée précédemment. De plus, le symbole F désigne le précipité Al₃Fe. En se référant aux trois premiers isothermes (a, b et c) à température croissante et à un taux massique de fer fixé à 0,2%, on remarque une augmentation de la solubilité des précipités grossiers Mg₂Si, au profit de la formation des phases α -AlFeSi et β -AlFeSi. Les isothermes d

et e montrent qu'une augmentation combinée de la température et de la teneur en silicium conduit à la prédominance de la phase β -AlFeSi

Pourcentage massique de Fe	Fractions volumiques des phases			
	Al ₃ Fe	α -AlFeSi	β -AlFeSi	π -AlFeMgSi
0,1	0,19	0,23	0,31	0,88
0,2	0,38	0,46	0,63	1,76
0,3	0,56	0,69	0,94	2,64
0,4	0,75	0,91	1,25	3,51
0,5	0,94	1,14	1,57	4,39
1,0	1,88	2,29	3,13	8,78

Tableau II-4 : Fractions volumiques maximales des phases contenant du Fe dans les alliages de la série 6xxx [9]

Différents auteurs ont confirmé les travaux de N.A Belov *et al.* [9]. Ainsi, une étude de la microstructure d'un alliage, de composition massique 0,86% Mg, 1,61% Si et 0,072% Fe équivalent à une composition de 1,35% Mg₂Si, 1,17% Si et 0,072% Fe, a confirmé la possibilité d'observer les différentes phases listées précédemment [28]. Suite à une mise en solution à 750°C pendant 10 minutes et à un refroidissement lent de 2°C par minute, la microstructure a été analysée au microscope optique et au microscope électronique à balayage. Cinq phases ont été observées : la matrice aluminium, l'intermétallique Mg₂Si, des précipités de silicium et les précipités β et π contenant du fer. La **Figure II-11 a** est une micrographie obtenue au microscope électronique à balayage du précipité β -AlFeSi. La **Figure II-11 b** est une micrographie obtenue au microscope électronique à balayage des phases Mg₂Si et (Si).

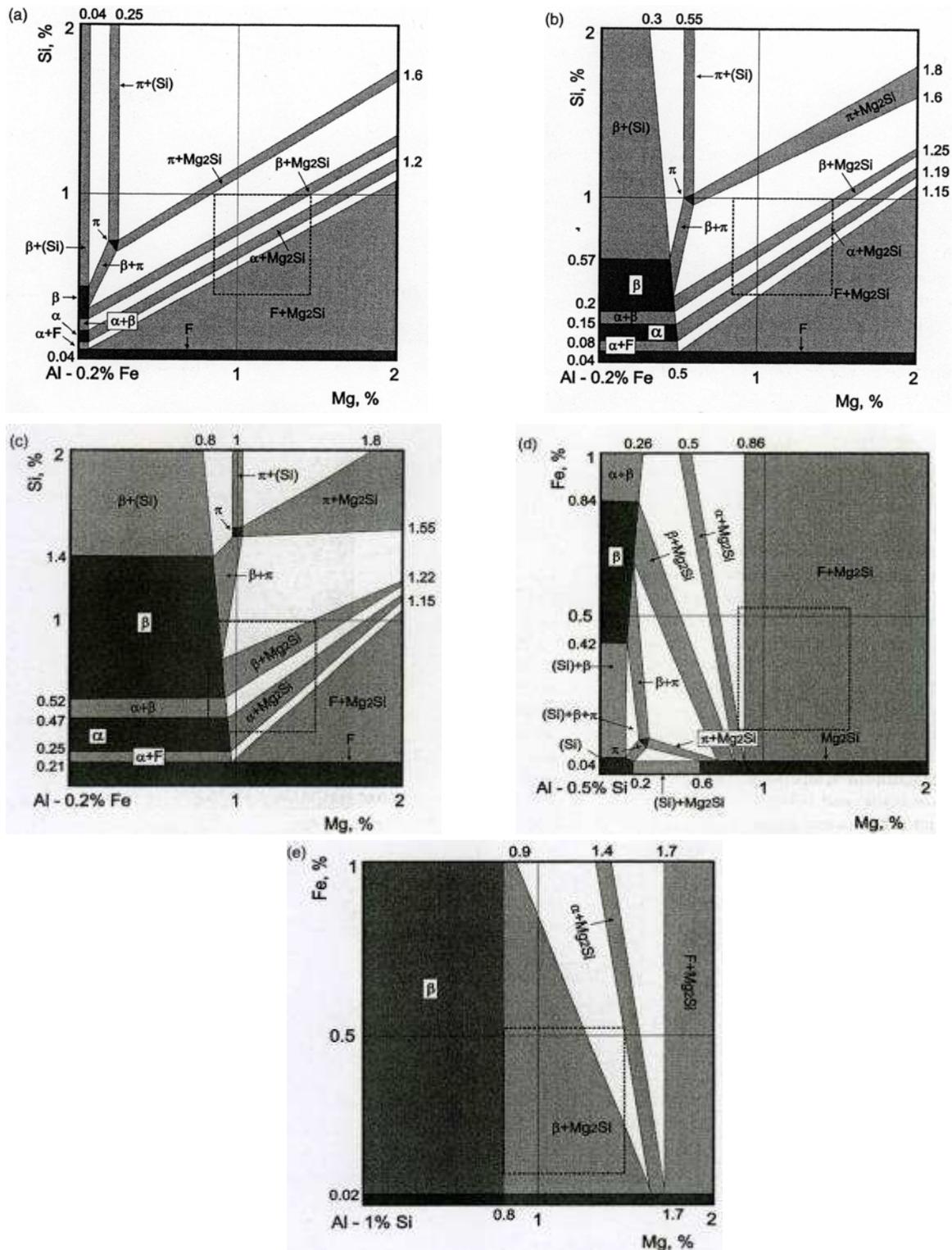


Figure II-10 : Isothermes du diagramme Al-Mg-Si-Fe, (a) 0,2% Fe, 200°C (b) 0,2% Fe, 450°C, (c) 0,2% Fe, 550°C, (d) 0,5% Si, 400°C, (e) 1% Si, 550°C [9]

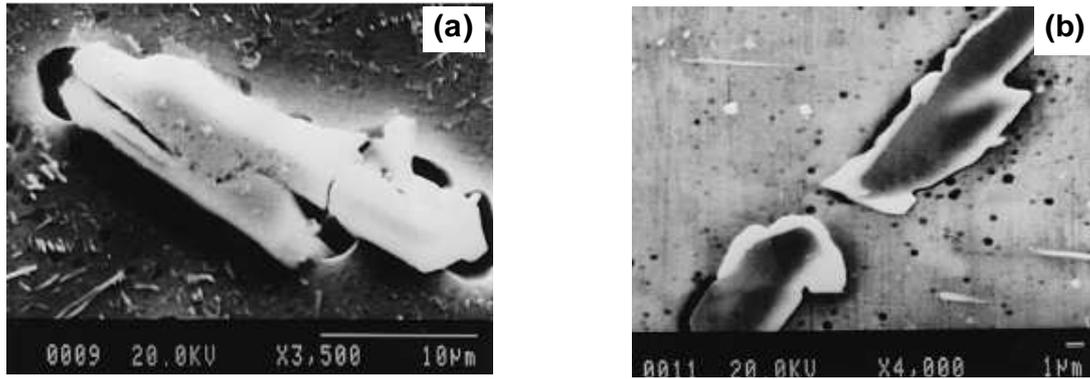


Figure II-11 : Micrographies au MEB : (a) phase β - Al_3FeSi ; (b) phase β - Mg_2Si et (Si) [28]

2.3.2. Propriétés mécaniques et électriques de l'alliage d'aluminium AA 6101.

De manière générale, l'alliage AA 6101 possède l'avantage de présenter une résistance mécanique supérieure à celle de l'aluminium non allié AA 1310 pour une conductivité électrique inférieure seulement de 10 à 15%.

Toutefois, il est évident que les propriétés mécaniques et électriques de cet alliage dépendent de la combinaison des traitements thermomécaniques subis au cours des procédés de mise en forme appliqués au matériau. Dans le cadre de ce travail, le produit élémentaire étudié est un fil fin (diamètre 0,51 mm) qui est obtenu par tréfilage à partir d'une ébauche de 9,5 mm de diamètre. L'ébauche, à partir de laquelle sont fabriqués les fils fins, est obtenue par un procédé de coulée continue. Une mise en solution à 540°C suivie d'une trempe à l'eau permet d'obtenir l'ébauche à l'état dit T4, en prenant en compte la phase de maturation à l'air. Le **Tableau II-5** présente les propriétés de l'alliage AA 6101 dans cet état métallurgique. Les propriétés de ce même matériau dans deux autres états métallurgiques sont données pour comparaison afin de mettre en évidence l'influence des traitements thermomécaniques subis par le matériau sur ses propriétés. La résistivité est donnée à 20°C.

Etat thermique	R_m (MPa)	A_{100} (%)	Résistivité ($\mu\Omega.cm$)
T1	190	17	3,50
T4	150-175	23	3,50
T6	220	15	3,35-3,50

Tableau II-5 : Propriétés mécaniques et électriques de l'alliage 6101 dans différents états métallurgiques

Le produit élémentaire, c'est-à-dire le fil unitaire en alliage d'aluminium AA 6101, est généralement utilisé à l'état métallurgique T9. Cet état est obtenu suite au tréfilage de l'ébauche qui introduit un fort écrouissage des matériaux. Le tréfilage peut être réalisé en une ou plusieurs étapes. Dans ce dernier cas, des revenus intermédiaires sont imposés au matériau entre chaque étape de tréfilage. La température des revenus est comprise entre 155 et 185°C. Après la dernière étape de tréfilage, un revenu final réalisé à une température voisine de 155 à 165°C est appliqué au fil.

Bien entendu, l'état métallurgique initial de l'ébauche conditionne les propriétés mécaniques et électriques finales des fils fins en alliage d'aluminium AA 6101. Il est donc

difficile d'indiquer des valeurs caractéristiques des propriétés de ces fils fins. Toutefois, les propriétés finales doivent respecter les normes suivantes :

- $R_m \geq 324$ MPa pour les fils de diamètre inférieur à 3,6 mm
- $R_m \geq 319$ MPa pour les fils de diamètre supérieur à 3,6 mm
- $\rho \leq 3,28 \mu\Omega.cm$, soit une conductibilité supérieure à 52,6% IACS.

Par ailleurs, il est clair également que le dernier traitement de revenu appliqué au fil après tréfilage pour obtenir l'état final T9 influence les propriétés du matériau. A ce propos, la **Figure II-12** montre l'influence de la température et de la durée du revenu sur la résistance mécanique et la résistivité électrique d'un fil fin de 3,45 mm de diamètre en alliage AA 6101 tréfilé à partir d'un fil unitaire de diamètre initial 9,5 mm. Les résultats obtenus mettent clairement en évidence une forte variation des propriétés du fil fin tréfilé et revenu selon la température et la durée du revenu.

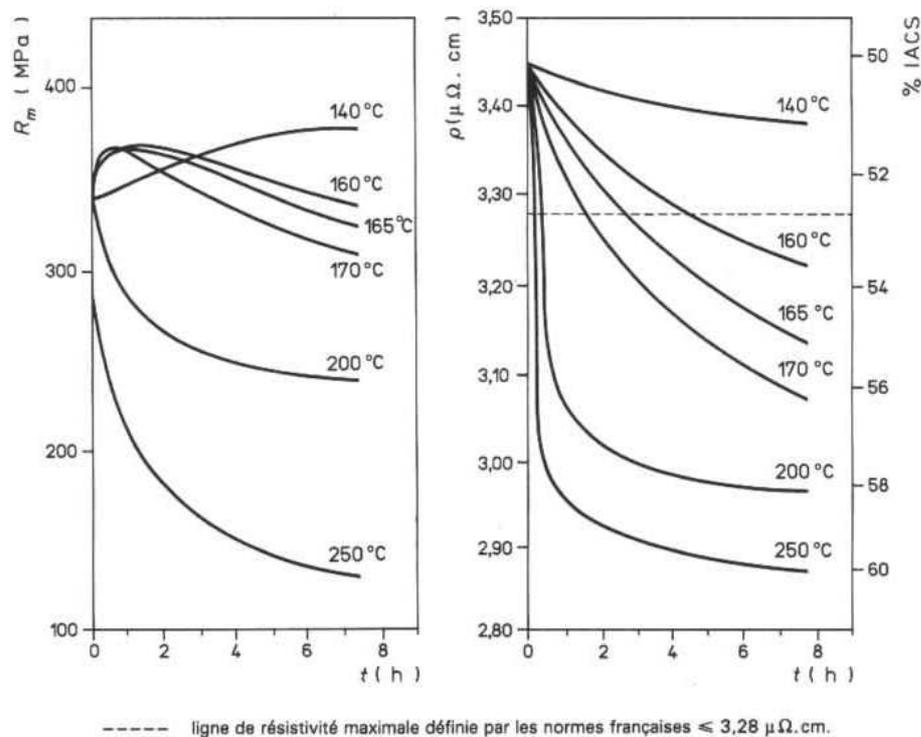


Figure II-12 : Influence du revenu sur les propriétés mécaniques et électriques des fils fins en AA 6101 [2]

Enfin, il faut aussi noter qu'au cours du tréfilage, la matière subit un écrouissage très important qui influence fortement la microstructure finale. Par exemple, les précipités quels qu'ils soient, se retrouvent allongés dans le sens de la déformation plastique voire même broyés (**Figure II-13**).

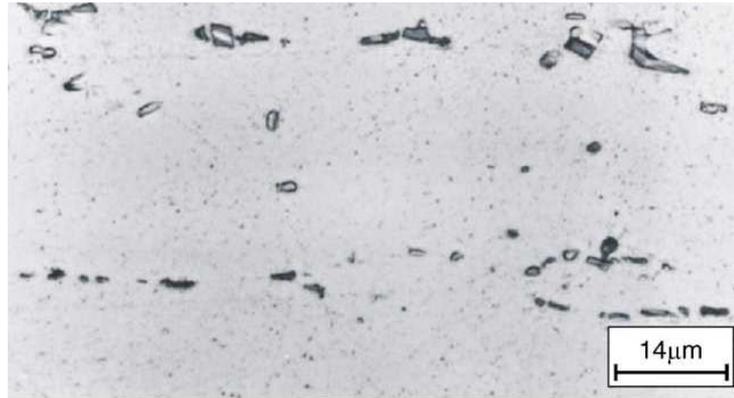


Figure II-13 : Micrographie MEB de la microstructure de l'alliage AA 6005 après filage à chaud [31]

2.4. Conclusions.

Avant de clôturer ce paragraphe, il semble donc important d'insister sur la complexité des microstructures des systèmes Al-Mg-Si-Fe obtenues après tréfilage. En effet, celles-ci dépendent fortement de la composition des alliages et des traitements thermomécaniques imposés au cours du procédé de mise en forme au contraire des microstructures relativement plus simples des alliages de la série 1xxx à durcissement par écrouissage. Ainsi, des observations au microscope optique et électronique à balayage et en transmission voire même à la sonde atomique, peuvent être nécessaires pour caractériser la microstructure des fils tréfilés.

Le paragraphe suivant dresse un état de l'art pour ce qui concerne le rôle des différents précipités sur le comportement en corrosion et notamment en corrosion localisée, des alliages 1310 et 6101. En effet, la présence d'agents corrosifs au sein du véhicule peut engendrer une dégradation des câbles en relation avec des processus de corrosion.

3. Comportement en corrosion des alliages étudiés.

Les alliages d'aluminium sont utilisés dans de nombreux domaines d'activité du fait de leur faible densité, de leurs bonnes propriétés mécaniques et leur relative bonne tenue générale à la corrosion. Cependant, ils peuvent être néanmoins sensibles à différents types de corrosion généralisée et localisée. Ces phénomènes sont étroitement liés aux caractéristiques microstructurales propres à chaque alliage. Le but de ce paragraphe est de présenter de façon générale les mécanismes de corrosion affectant les alliages d'aluminium puis plus précisément ceux concernant les alliages étudiés.

3.1. Introduction sur la corrosion des alliages d'aluminium.

L'aluminium est un métal de nature amphotère c'est-à-dire un matériau susceptible de se corroder aussi bien en milieu acide qu'en milieu basique. Le diagramme de Pourbaix de l'aluminium dans l'eau illustre cette propriété en délimitant les plages de stabilité de l'aluminium métallique et les plages de corrosion en fonction du potentiel d'équilibre du métal et du pH de l'électrolyte (**Figure II-14**). Ainsi, l'aluminium est un métal passif pour des pH compris entre 4 et 9 ; il est alors protégé par un film d'oxyde naturel Al_2O_3 qui se forme spontanément à l'air [33] et qui évolue ensuite en solution aqueuse.

De façon générale, la corrosion de l'aluminium en milieu aqueux se traduit par une réaction d'oxydo-réduction. En milieu acide, les réactions sont :

- $\text{Al}_{(s)} \longrightarrow \text{Al}^{3+}_{(aq)} + 3e^-$
- $\text{Al}^{3+}_{(aq)} + 3\text{H}_2\text{O}_{(l)} \longrightarrow \text{Al}(\text{OH})_{3(s)} + 3\text{H}^+_{(aq)}$
- $2\text{H}^+_{(aq)} + 2e^- \longrightarrow \text{H}_{2(g)}$

En milieu basique, la corrosion de l'aluminium se traduit par la réaction suivante :

- $\text{Al}_{(s)} + 4\text{HO}^-_{(aq)} \longrightarrow \text{Al}(\text{OH})_{4(aq)}^- + 3e^-$
- $\text{Al}(\text{OH})_{4(aq)}^- + 3\text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{Al}(\text{OH})_{3(s)} + \text{HO}^-_{(aq)}$

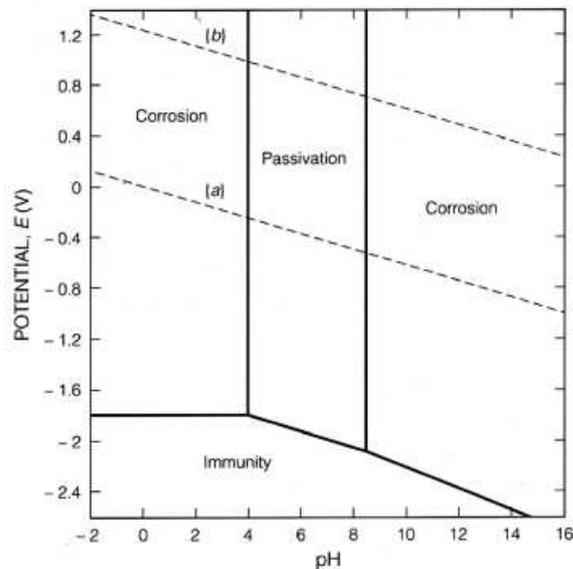


Figure II-14 : Diagramme de Pourbaix de l'aluminium dans l'eau à 25°C [33]

Le film d'oxyde naturel, formé à la surface de l'aluminium et dont l'épaisseur est comprise entre 4 et 10 nm, est composé de deux couches (**Figure II-15**). La première couche au contact du métal est compacte et amorphe. Du fait de ses propriétés diélectriques, elle est appelée couche barrière. Elle se forme instantanément suite au contact entre l'aluminium et l'air ou un autre milieu oxydant, et son épaisseur finale n'est pas influencée par la température du milieu. Les réactions avec l'environnement extérieur peuvent conduire à la formation de la couche supérieure, poreuse et moins compacte. Son épaisseur finale sera atteinte après plusieurs semaines. La composition de cette dernière dépend fortement des conditions physico-chimiques rencontrées telles que la température du milieu par exemple (**Tableau II-6**). Les différentes étapes de mise en forme d'un matériau couplées à l'utilisation de celui-ci en service peuvent amener à une contamination superficielle de cette couche. De plus, les différents composés intermétalliques présents dans la microstructure des alliages d'aluminium peuvent modifier les propriétés de la couche protectrice d'alumine, comme par exemple, sa vitesse de formation. Ainsi, l'épaisseur finale de l'alumine peut ne pas être uniforme sur toute la surface d'un alliage. De plus, la présence de particules intermétalliques dans l'alliage peut générer des défauts dans le film passif pouvant favoriser sa rupture au cours de la mise en forme. Ces hétérogénéités dans la couche d'oxyde peuvent alors constituer des sites préférentiels d'absorption d'agents corrosifs et être à l'origine des dégradations ultérieures du matériau.

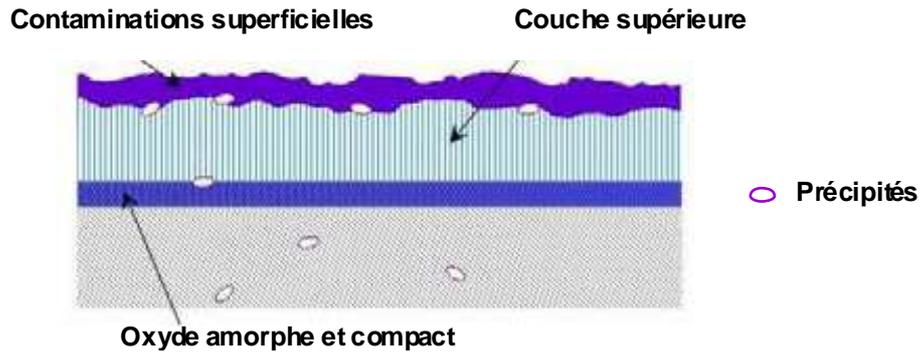


Figure II-15 : Couche naturelle d'oxyde d'aluminium [1]

Variété	Formule chimique	Réseau cristallin	Domaine de température (°C)	Densité
Alumine amorphe	Al_2O_3		< 50-60	3,40
Bayérite	$\alpha\text{-Al}(\text{OH})_3$	Monoclinique	60-90	2,53
Boehmite	$\gamma\text{-AlOOH}$	Orthorombique	> 90	3,01

Tableau II-6 : Formes allotropiques de l'alumine [1]

Ainsi, les alliages d'aluminium sont sensibles à la corrosion généralisée, caractérisée par une attaque uniforme de l'ensemble de la surface du fait de la présence d'agents corrosifs, mais aussi à la corrosion localisée dont les mécanismes sont multiples. La prédominance de tel ou tel mécanisme de corrosion dépend de différents paramètres comme les propriétés microstructurales du matériau d'étude, les caractéristiques physicochimiques du milieu d'étude et les conditions d'utilisation (température, sollicitations mécaniques).

3.2. Comportement en corrosion des alliages de la série 1xxx.

Bien que faiblement alliés, les alliages de la série 1xxx peuvent être sensibles à diverses formes de corrosion. Cette sensibilité à la corrosion est notamment imputable à la présence de particules intermétalliques grossières riches en fer au sein de la matrice. Effectivement, dans la grande majorité des cas, les phénomènes de corrosion observés pour les alliages de la série 1xxx seront liés aux particules de type Al_3Fe , particules aussi présentes dans d'autres alliages d'aluminium comme ceux des séries 6xxx. Dans les paragraphes qui suivront, qui visent à préciser le rôle des particules intermétalliques riches en fer sur le comportement en corrosion des alliages des séries 1xxx, des travaux réalisés sur des alliages des séries 6xxx, par exemple, seront donc cités dans la mesure où ils apportent des précisions utiles par rapport aux objectifs affichés.

3.2.1. Mécanisme général.

Les précipités Al_3Fe présents dans la matrice des alliages AA 1310 et AA 1370 jouent le rôle de cathodes locales au sein de la matrice d'aluminium. Ces intermétalliques constituent des zones fragiles de la couche protectrice d'oxyde qui est plus fine voire inexistante à leur niveau. Ces sites cathodiques sont le siège de la réaction de réduction de l'oxygène qui

conduit à la formation d'ions hydroxyle HO^- [34]. Par conséquent, une augmentation locale du pH est observée à proximité de ces précipités riches en fer. Ces évolutions de pH ont été mises en évidence expérimentalement sur des alliages de la série 6xxx, et en particulier sur des alliages d'aluminium AA 6061, riches en précipités Al_3Fe , immergés dans une solution de NaCl 0,6M, de pH initial égal à 3. Comme cela a été dit précédemment, on considèrera ici que les observations réalisées et les commentaires associés sont valables pour des alliages de la série 1xxx. Ainsi, certains auteurs ont utilisé des microélectrodes à pH afin de déterminer l'évolution du pH en fonction de la distance aux précipités riches en fer, selon deux directions [35-36]. Une augmentation locale du pH est clairement visible au niveau du précipité, les mesures expérimentales étant en accord avec les valeurs de pH théoriques (**Figure II-16**). Les auteurs montrent que, localement, le pH devient supérieur à 9,5 à proximité des précipités Al_3Fe . Le film passif étant stable pour un pH compris entre 4 et 9 [37], celui-ci va être dissous à proximité de ces intermétalliques ce qui conduit à une dissolution de la matrice à ce niveau. Dans certains cas, les précipités riches en fer ne sont plus présents au bout d'un temps d'immersion suffisamment long car, la matrice étant corrodée autour d'eux, ils peuvent alors s'en détacher. Après un certain temps d'immersion, un dégagement d'hydrogène est observé par différents auteurs [34, 37], traduisant ainsi la présence de piqûres actives qui participent à la propagation de la corrosion.

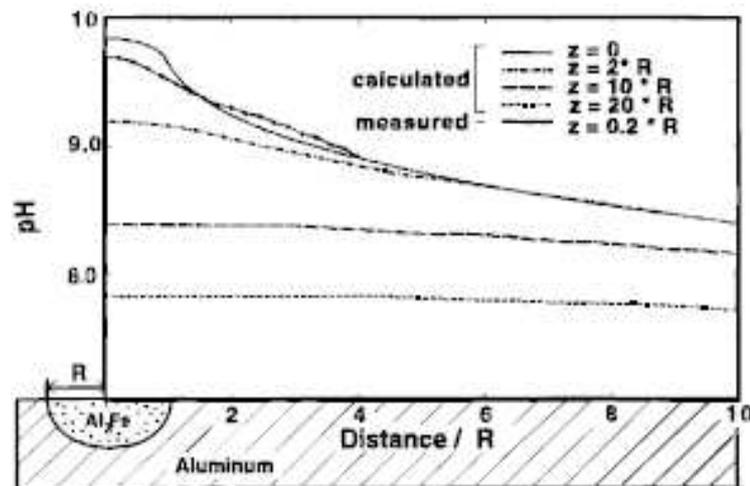


Figure II-16 : Mesure du pH à proximité des précipités Al_3Fe dans un alliage AA 6061[35]

Si l'on revient au cas particulier des alliages de la série 1xxx, il a été montré que les morphologies des défauts de corrosion observés sur ces alliages dépendent de la polarisation imposée au matériau. Ainsi, au cours d'une polarisation cathodique, la corrosion se traduit par une dissolution de la matrice autour des intermétalliques Al_3Fe . En revanche, au cours d'une polarisation anodique [38-40], la corrosion observée correspond à des piqûres aux facettes orientées selon les plans cristallographiques $\{200\}$. Autour du cœur des piqûres, de nombreux filaments sont visibles. Les **Figure II-17 a, b et c** illustrent ce type d'attaque observée sur des alliages binaires Al-Fe après une polarisation anodique dans une solution de NaCl à 5% massique (0,85M), de pH égal à 3.

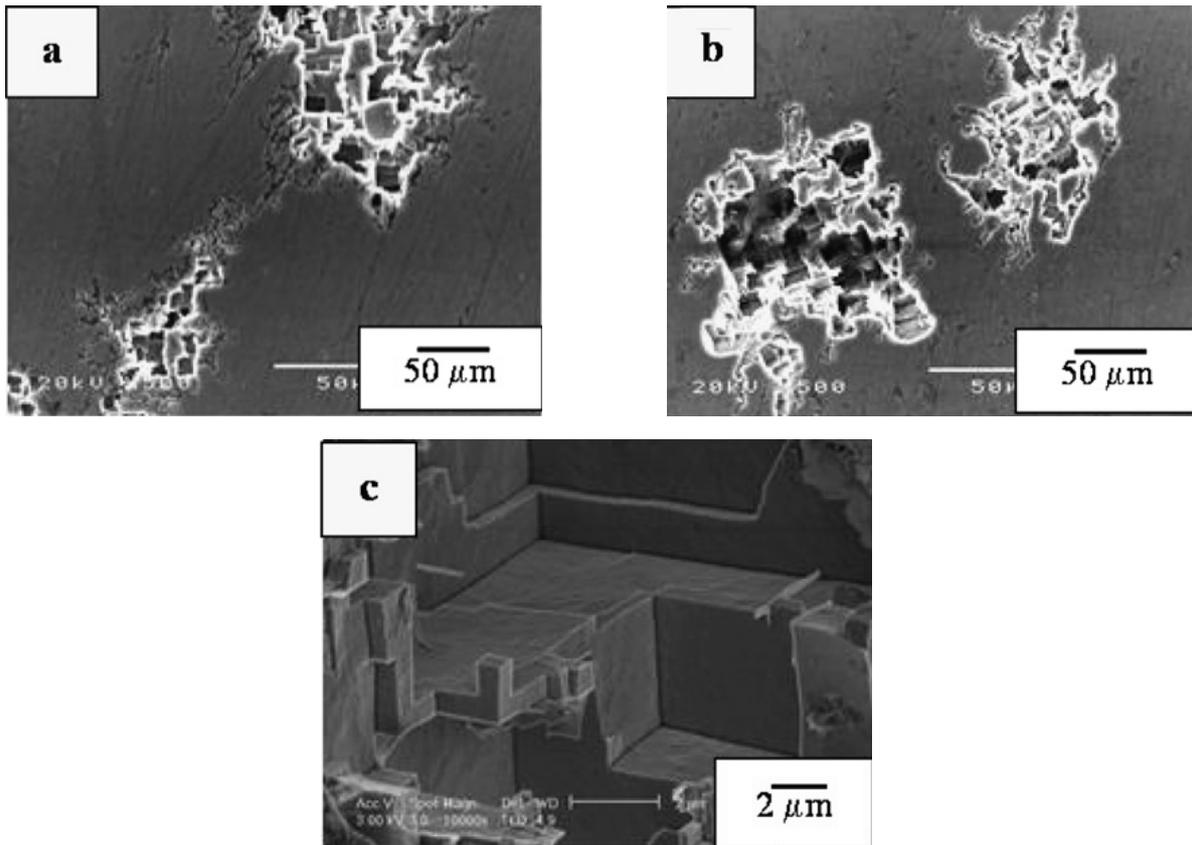


Figure II-17 : Micrographies au MEB des états de surface suite à une polarisation anodique en milieu NaCl 5% massique (a) alliage Al-0,11Fe en massique (b) alliage Al-0,42Fe en massique (c) alliage Al-0,11Fe en massique (MEB-FEG) [38]

3.2.2. Influence des paramètres environnementaux.

- *Composition de l'électrolyte.*

O. Seri s'est intéressé à l'influence de la concentration en ions Cl^- sur le mécanisme de corrosion d'alliages binaires Al-1,4 Fe [40]. Les concentrations considérées ont été classées en trois domaines :

- [NaCl] dans le domaine de concentration [0,01-0,1M]
- [NaCl] égale à 3,0M et à 5,0M
- [NaCl] égale à 0,3M, à 0,5M et à 1,0M

La **Figure II-18** représente l'évolution de la perte de masse des échantillons Al-Fe en fonction de la concentration en ions chlorures. Les résultats montrent que l'augmentation de la concentration en ions chlorures au-delà d'une concentration de 1,0M conduit à une nette augmentation de la perte de masse.

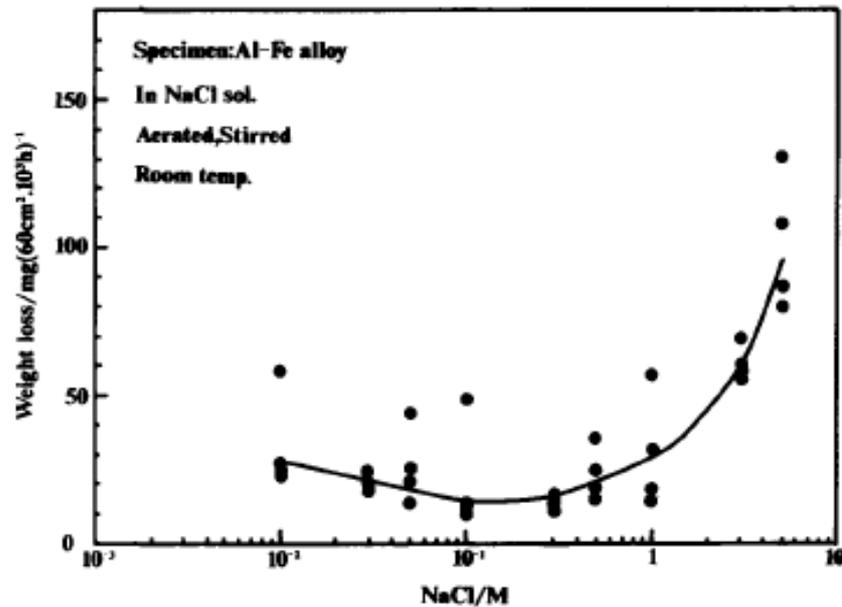


Figure II-18 : Evolution de la perte de masse d'échantillons Al-1,4 Fe en fonction de la concentration en ions chlorures dans une solution aqueuse de chlorure de sodium [40]

Si la solution considérée est diluée, la réaction de réduction de l'oxygène ne contrôle pas le mécanisme de corrosion ; c'est la présence des produits de corrosion $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Fe}(\text{OH})_2$ ou $\text{Fe}(\text{OH})_3$ qui va limiter la cinétique de la réaction anodique. On observe, dans ce cas, la formation de piqûres occluses par les produits de corrosion. Les ions chlorures migrent en fond de piqûres pour maintenir l'électro-neutralité. La baisse du pH et l'augmentation de la concentration en ions chlorures stimulent la dissolution des précipités Al_3Fe présents dans le matériau et généralement considérés comme des sites cathodiques. Les ions ferreux se déposent en fond de piqûres ce qui conduit à la formation d'un dépôt de fer métallique qui peut devenir le siège de la réduction de l'hydrogène. Ainsi, il a été montré que la dissolution préférentielle de la matrice d'aluminium mais aussi du fer contenu dans les précipités Al_3Fe pouvait se produire dans les solutions diluées [40]. Ces observations ont été confirmées par d'autres auteurs [35, 38].

Si la solution considérée est plus concentrée, la réduction de l'oxygène contrôle l'ensemble du processus de corrosion car l'adhésion des produits de corrosion est faible. Ce mécanisme avait déjà été mis en évidence par W. Hüber et G. Wranglén [39].

La **Figure II-19** reprend schématiquement ces deux mécanismes.

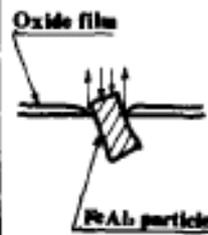
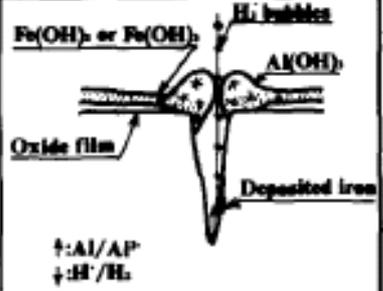
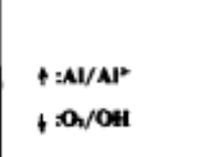
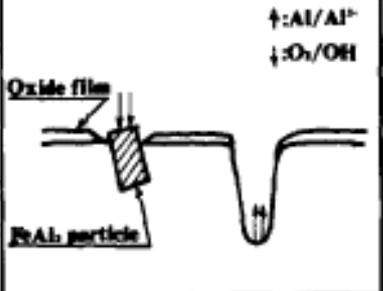
		Corrosion process		Remarks
		in early state	in steady state	
Solution	dil. NaCl			<0.1M NaCl sol. Autocatalytic nature
	conc. NaCl			>3.0M NaCl sol. by G. Wrangén

Figure II-19 : Schéma des mécanismes de corrosion affectant un alliage Al-Fe selon la concentration en ions Cl^- de la solution aqueuse de NaCl [40]

Les résultats présentés ci-dessus attestent donc de l'influence majeure des précipités Al_3Fe sur le comportement en corrosion des alliages de la série 1xxx. C'est en ce sens-là qu'il nous a semblé possible de nous référer aux résultats obtenus pour d'autres alliages contenant les mêmes précipités pour comprendre le comportement en corrosion des alliages de la série 1xxx. Nous avons déjà adopté cette démarche dans le paragraphe 3.2.1. Nous la reprenons ici avec une autre étude qui concerne l'influence de la concentration en ions chlorures sur le comportement en corrosion de l'alliage d'aluminium AA 6061, Pour ce matériau, les piqûres de corrosion sont très souvent associées à la présence de ces intermétalliques riches en fer et les auteurs montrent qu'une augmentation de la teneur en ions chlorures conduit à un déplacement des potentiels dits « de piqûres » vers des potentiels plus cathodiques et à une augmentation de la densité de courant anodique sur les courbes potentiocinétiques globales [41]. Ainsi, l'augmentation de la teneur en agents agressifs favorise la germination des piqûres et augmente ainsi la sensibilité du matériau à la corrosion par piqûres (*Figure II-20 a et b*).

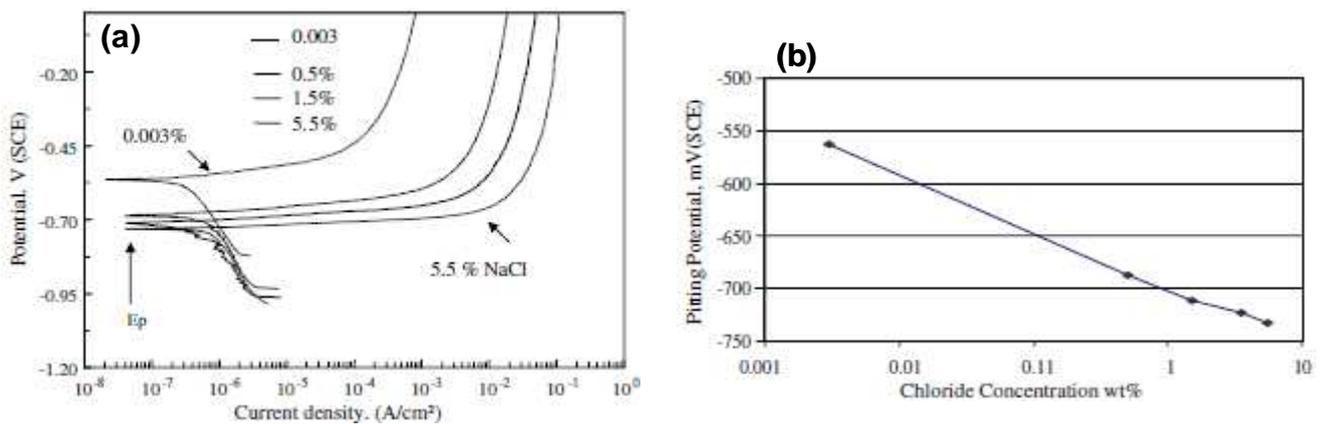


Figure II-20 : Influence de la concentration en ions Cl^- sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6061 (a) Courbe de polarisation de l'alliage AA 6061 dans des solutions contenant des ions chlorures à différentes concentrations à $pH = 6$ (b) Evolution du potentiel de corrosion de l'alliage en fonction de la teneur en ions chlorures [41]

La réactivité des intermétalliques Al_3Fe a été étudiée en présence d'autres ions que les ions chlorures, par exemple les ions sulfates [35]. Ainsi, des éprouvettes en alliage d'aluminium AA 6061 ont été immergées en milieu Na_2SO_4 0,6M pendant 400 minutes. Les micrographies AFM de la surface d'un échantillon ne montrent aucune trace de corrosion à la surface du matériau après immersion dans ce milieu (**Figure II-21 a et b**). Ces essais semblent donc montrer que la réactivité des intermétalliques Al_3Fe est considérablement réduite en présence d'ions sulfates. Par ailleurs, K. Nisancioglu a étudié le comportement électrochimique des intermétalliques Al_3Fe dans une solution de $NaOH$ à 0,1M [42]. Au cours du processus de corrosion, l'aluminium contenu dans le précipité se dissout préférentiellement. Par conséquent, le précipité s'enrichit en fer. Cet auteur affirme que le fer s'oxyde et crée une couche protectrice Fe_3O_4 qui inhibe la dissolution de la matrice d'aluminium adjacente.

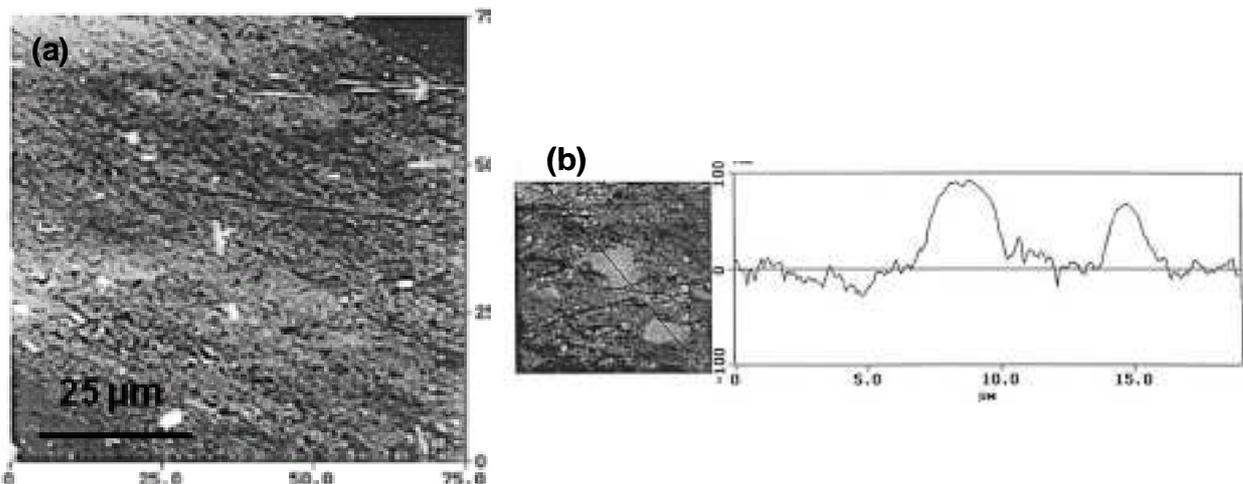


Figure II-21 : Comportement en corrosion de l'alliage AA 6061 en milieu Na_2SO_4 (a) Image en mode AFM de l'état de surface de l'échantillon après immersion dans le milieu pendant 400 minutes (b) Profil topographique caractéristique des précipités visibles sur la micrographie AFM après immersion pendant 400 minutes en milieu Na_2SO_4 [35]

- *Influence du pH.*

Différents auteurs ont travaillé sur l'influence du pH sur le comportement en corrosion des alliages d'aluminium contenant des précipités Al_3Fe [35, 38]. Par exemple, des mesures de résistance de polarisation R_p ont été réalisées pour l'alliage AA 6061 immergé en milieu NaCl à 2,5% massique pour des pH ajustés à des valeurs acides et basiques (**Figure II-22**) [41]. Les résultats révèlent clairement une sensibilité à la corrosion du matériau en relation avec les précipités Al_3Fe quel que soit le pH de la solution. Cet essai est à mettre en relation avec les mesures de perte de masse effectuées suite à des essais d'immersion. Ainsi, les intermétalliques Al_3Fe peuvent être à l'origine de phénomènes de corrosion dans les milieux acides comme dans les milieux alcalins.

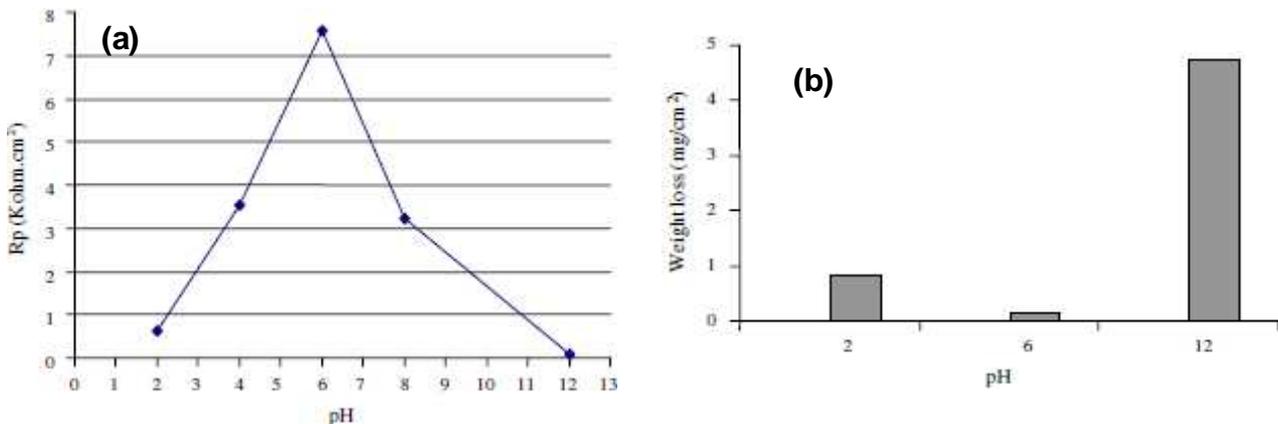


Figure II-22 : Influence du pH sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6061 au cours d'essais d'immersion de 450 minutes en milieu NaCl à 2,5% massique (a) Variation de la résistance de polarisation dans une solution contenant des ions chlorures à 2,5% massique à différents pH (b) Mesures de perte de masse dans une solution contenant des ions chlorures à 2,5% massique à différents pH [41]

Par ailleurs, au cours d'essais d'immersion de 450 minutes réalisés sur l'alliage d'aluminium AA 6061, en solution saline de 0.6M, J.O. Park a évalué l'influence du pH initial de la solution d'étude [35]. Trois valeurs de pH ont été testées :

- une solution tampon à 5,5
- deux solutions de pH initial égal respectivement à 6,3 et 11,5.

Les résultats obtenus sont les suivants (**Figure II-23**):

- aucune dissolution à proximité des intermétalliques n'a été observée sur l'échantillon immergé dans la solution tampon au contraire des échantillons immergés dans les solutions dont le pH est libre d'évoluer ;
- la solution tampon inhibe le mécanisme de dissolution autour des précipités Al_3Fe mais favorise le phénomène de corrosion caverneuse entre l'interface métal-époxy utilisé pour l'enrobage de l'échantillon.

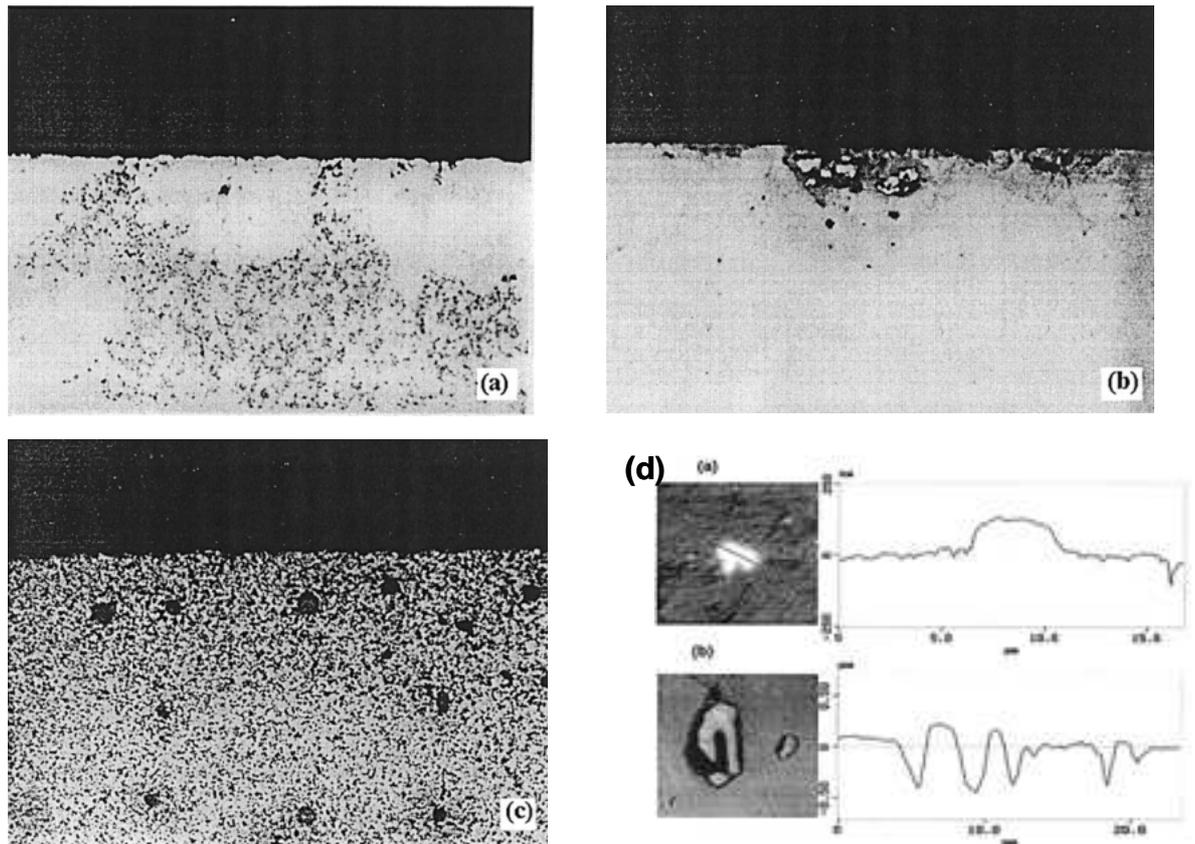


Figure II-23 : Influence du pH sur le comportement en corrosion des alliages contenant des intermétalliques Al_3Fe lors d'immersion en milieu $NaCl$ 0,6M (échelle non spécifiée par l'auteur) (a) pH initial 6,3 (b) Solution tampon à 5,5 (c) pH initial 11,5 (d) Micrographie AFM : a) tampon et b) pH = 6,3 [35]

Enfin, R. Ambat *et al.* ont étudié le comportement en corrosion d'alliages binaires aluminium-fer dans une solution saline à 0,6M et de pH 11,5. Ces auteurs ont remarqué que la morphologie de la corrosion est identique à celle décrite précédemment dans une solution saline à 0,85M et de pH 3 [38]. Ainsi, il n'y aurait pas, selon ces auteurs, d'influence du pH sur la morphologie de la corrosion.

3.3. Rôle des particules intermétalliques grossières des alliages de la série 6xxx.

L'alliage 6101 étudié dans le cadre de ces travaux est, selon son état métallurgique, sensible à la corrosion par piqûres. De manière générale, la corrosion par piqûres est une forme d'attaque localisée pouvant progresser rapidement en profondeur. Le métal se dissout en certains sites discrets de la surface, le reste de l'alliage n'étant pas sensiblement attaqué. Ce type de corrosion se traduit souvent par un trou de faible dimension à la surface du matériau, mais de profondeur pouvant être importante. Dans de nombreux cas, l'état de surface résultant de l'attaque n'est donc pas représentatif de la géométrie de la piqûre ni de l'endommagement réel de la structure ; la corrosion par piqûres est ainsi considérée comme un mode de corrosion très critique car elle peut effectivement conduire rapidement à la perte des propriétés mécaniques de la structure. La corrosion par piqûres ne se produit que dans certaines conditions particulières dépendant de la nature de l'électrolyte et de la concentration en agents agressifs notamment. Ce type de corrosion est souvent lié aux hétérogénéités du film passif et

à la nature du métal et est conditionné par l'historique de fabrication. Z. Szklarska-Smialowska considère, pour les alliages d'aluminium, que [43]:

- le film passif d'alumine est fragilisé par les ions chlorures, augmentant ainsi la sensibilité à la corrosion par piqûres ;
- les intermétalliques sont des sites préférentiels pour la germination des piqûres ;
- l'adsorption des ions chlorures est favorisée par la présence d'hétérogénéités de surface ;
- les propriétés électroniques du film passif influencent la sensibilité à la corrosion par piqûres. Un alliage, dont le film d'oxyde est homogène et présente peu de défauts, est plus résistant à la corrosion par piqûres.

La corrosion par piqûres se déroule en deux étapes distinctes, à savoir la germination et la propagation des piqûres. La rupture de la couche protectrice d'alumine est nécessaire pour conduire à l'amorçage de la piqûre et peut avoir pour origine des causes chimiques, mécaniques... La description suivante concerne la corrosion par piqûres en milieu contenant des ions chlorures, milieu représentatif de ce type de corrosion. Le scénario type de la germination et de la propagation des piqûres est le suivant (**Figure II-24**) :

- adsorption des ions Cl^- sur le film d'oxyde entraînant l'apparition des ruptures localisées du film ;
- oxydation de l'aluminium au niveau des ruptures et formation d'un complexe chloruré intermédiaire AlCl_4^-
- propagation des piqûres initiées grâce à deux réactions d'oxydation et de réduction conduisant à la consommation d'ions H^+ et la formation d'ions HO^- et à une modification du pH vers un pH alcalin
- dissolution de l'aluminium sous forme d'ions Al^{3+} et transport d'ions Cl^- en fond de piqûres suivi de la formation de chlorures d'aluminium
- hydrolyse des chlorures d'aluminium conduisant à une acidification du milieu dans les piqûres ($\text{pH} < 3$) à l'origine de l'auto-propagation des piqûres.

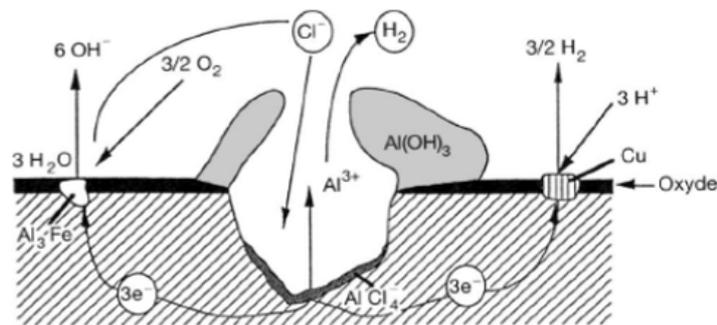


Figure II-24 : Mécanisme général de corrosion par piqûres de l'aluminium [1]

Comme mentionné par Szklarska-Smialowska [43], les intermétalliques jouent souvent le rôle de sites préférentiels de germination des piqûres. Pour ce qui concerne l'alliage d'aluminium AA 6101, les précipités grossiers de type Al-Fe-Si et Mg_2Si constituent des zones critiques.

3.3.1. Rôle des précipités Al-Fe-Si.

F. Eckermann *et al.* ont montré, dans leurs travaux concernant l'alliage AA 6111, qu'au cours des 30 premières minutes d'immersion en milieu NaCl 1M contenant 10 mM de CeCl_3 , les intermétalliques contenant du fer n'étaient pas activés cathodiquement [44]. La

dissolution de la matrice à proximité de ces précipités n'est effectivement pas visible avant 30 minutes d'immersion dans le milieu. L'ajout de cérium, qui complexe lorsque le pH est supérieur à 8-9, limite à partir de laquelle la couche d'alumine est instable, confirme ces observations [44]. En effet, une analyse EPMA a montré un dépôt de complexe de cérium uniquement sur les précipités Mg_2Si mais non sur les phases Al-Fe-Si avant 30 minutes d'immersion. Ceci prouverait qu'aucune augmentation locale du pH due à une activité cathodique des intermétalliques riches en fer ne s'est produite.

Ainsi, les phases Al-Fe-Si ne sont activées cathodiquement qu'après 30 minutes d'immersion. Ces intermétalliques étant le siège de la réaction de réduction de l'oxygène qui conduit à la formation d'ion hydroxyle HO^- [34], une augmentation locale du pH est observée au niveau de ces précipités. Le film d'oxyde étant stable pour un pH compris entre 4 et 9 [37], le film protecteur est dissous à proximité des phases Al-Fe-Si. Il s'en suit alors une dissolution de la matrice d'aluminium. Les cations vont s'hydrolyser en fond de piqûres acidifiant ainsi le milieu localement, ce qui permet d'entretenir la dissolution anodique. Ainsi, les précipités Al-Fe-Si constituent des sites d'initiation de la corrosion par piqûres.

3.3.2. Rôle des précipités Mg_2Si .

Différents auteurs ont mis en évidence le comportement anodique des précipités riches en Mg et Si, qui se dissolvent lors des premiers instants de l'exposition des échantillons d'alliage d'aluminium de la série 6xxx dans le milieu agressif [44-45]. En effet, F. Eckermann *et al.* ont montré une dissolution de ces précipités Mg_2Si présents dans l'alliage AA 6111 en milieu contenant des ions chlorures. Des résultats similaires ont été observés en milieu contenant des ions sulfates par C. Blanc, Y. Roques et G. Mankowski pour un alliage 6056 [45].

Cependant, l'interprétation du rôle de ces précipités sur la propagation de la corrosion par piqûres diverge selon les auteurs. Ainsi, F. Eckermann considère que ces phases ne peuvent pas constituer des sites permettant la propagation [44]. Selon lui, le magnésium contenu dans les précipités Mg_2Si est dissout préférentiellement dès le début de l'immersion. Il en résulte des précipités riches en silicium qui ne constituent pas des sites pouvant contribuer au phénomène de propagation de la corrosion par piqûres. Ces précipités ne sont pas des sites anodiques actifs. Cependant, on peut noter que ces précipités riches en Si peuvent être activés cathodiquement et entraîner une dissolution de la matrice adjacente.

Ces résultats sont en désaccord avec ceux obtenus en milieu contenant des ions sulfates par C. Blanc *et al.* [45], qui considèrent que les précipités riches en magnésium et silicium peuvent constituer des sites d'initiation de la corrosion par piqûres. En effet, la corrosion s'initie du fait de la dissolution du précipité et se propage par dissolution de la matrice adjacente. L'endommagement en corrosion peut alors conduire à un mécanisme de corrosion intergranulaire. V. Guillaumin et G. Mankowski ont obtenu des résultats similaires en milieu contenant des ions chlorures [46].

3.4. Corrosion intergranulaire des alliages de la série 6xxx.

Bien que présentant globalement une bonne tenue à la corrosion, les alliages Al-Mg-Si peuvent être sujets à la corrosion intergranulaire. Cette forme de corrosion correspond à une attaque préférentielle des joints de grains qui se définissent par leur propre structure et

composition chimique. Elle peut se produire en présence ou non de précipités intergranulaires, et son mécanisme se base sur la différence de potentiel entre le joint de grains et la matrice (création d'une micro-pile électrochimique). Ce type de corrosion est critique pour les structures car elle peut mener à une décohésion locale du matériau.

Le but de ce paragraphe est de faire un bilan des principales connaissances portant sur le comportement en corrosion intergranulaire des alliages de la série 6xxx en se focalisant plus particulièrement sur l'influence des éléments d'alliage et des traitements thermomécaniques imposés au cours de la mise en forme du matériau.

3.4.1. Influence de la composition des alliages.

Certains auteurs considèrent que les alliages Al-Mg-Si sont sensibles à la corrosion intergranulaire si la teneur en cuivre est d'au moins 0,1% massique, ce qui permet la précipitation aux joints de grain des phases Q, $Al_4Mg_8Si_7Cu_2$ [47-48]. Ces phases qui se forment au cours des traitements thermiques spécifiques peuvent sensibiliser le matériau à la corrosion intergranulaire. Ces auteurs considèrent que ces précipités riches en cuivre jouent le rôle de cathodes locales [47-48]. Ainsi, dans ce cas particulier, la corrosion intergranulaire se propage par dissolution de la matrice adjacente aux joints de grains. G.Svenningsen *et al.* [46] ont montré de même que l'absence de cuivre dans la composition de l'alliage le rendait insensible à la corrosion intergranulaire [48-50]. Cette information est importante pour le travail engagé car le matériau d'étude, dont la composition a été donnée précédemment, présente une faible teneur en cuivre ne permettant pas la précipitation des phases Q.

Cependant, une autre étude menée sur un alliage de la série 6xxx ne contenant pas de cuivre (Al : base ; Mg : 0,4%, Si : 1,0% ; % massique ou atomique non précisé par l'auteur), a révélé la sensibilité de cette nuance à la corrosion intergranulaire [51]. Dans cette étude, le matériau a été exposé durant 48 heures à une solution de NaCl 1M, en présence d'eau oxygénée H_2O_2 . Les observations montrent clairement un endommagement par corrosion intergranulaire due à une précipitation des phases Mg_2Si ou (Si) aux joints de grains, précipitation qui favoriserait la propagation de la corrosion intergranulaire (**Figure II-25**). Ces résultats ont été confirmés par K. Yamaguchi et K. Thoma qui considèrent que la corrosion intergranulaire des alliages Al-Mg-Si-Cu est due à une dissolution préférentielle des précipités moins nobles Mg_2Si qui jouent le rôle d'anodes locales [52]. Différents auteurs ont aussi montré le rôle des précipités Mg_2Si dans la corrosion intergranulaire des alliages de la série 6xxx [53-56].

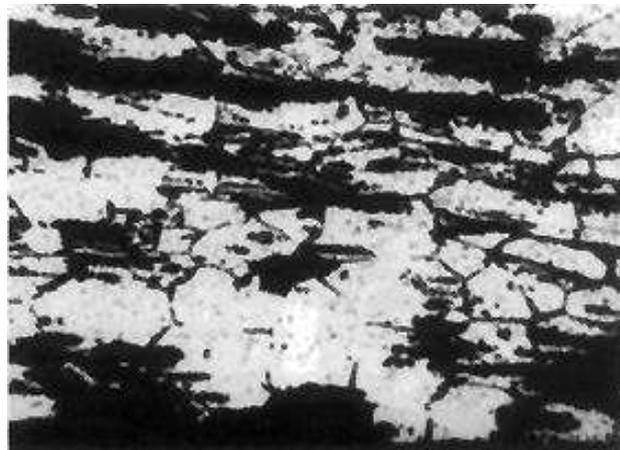


Figure II-25 : Corrosion intergranulaire de l'alliage (Al : base ; Mg : 0,4%, Si : 1,0% ; % massique ou atomique non précisé par l'auteur) en milieu contenant des ions chlorures (échelle non spécifiée par l'auteur) [51]

Deux mécanismes de corrosion intergranulaire peuvent être ainsi envisagés pour les alliages de la série 6xxx selon la nature des composés intergranulaires considérés, en l'absence de cuivre [53]:

- les précipités intergranulaires sont les composés Mg_2Si . R.G. Buccheit a montré dans une étude que le potentiel de corrosion de la phase Mg_2Si est de l'ordre de -1600 mV/ECS dans une solution de $NaCl 10^{-3} M$ tandis que le potentiel de corrosion de la matrice d'aluminium est de -700 mV/ECS dans ce même milieu [57]. Ainsi, ces précipités constituent des sites anodiques qui sont dissous en présence d'un milieu agressif, conduisant à la propagation de la corrosion.
- les précipités intergranulaires sont uniquement constitués de silicium (Si) et constituent des sites cathodiques [57]. La précipitation de ces phases conduit à la formation d'une zone appauvrie (Precipitate Free Zone : PFZ) en silicium de part et d'autre des joints de grains. Cette zone a un comportement anodique vis-à-vis des précipités riches en silicium mais aussi par rapport à la matrice, ce qui conduit à la dissolution de cette zone adjacente aux joints. Ce mécanisme confirme l'hypothèse se basant sur l'augmentation de la sensibilité à la corrosion intergranulaire des alliages Al-Mg-Si riches en Si.

L'excès de silicium dans la composition favorise la précipitation des composés Mg_2Si , ce qui augmente la sensibilité à ce type de corrosion. L'ajout de chrome dans la composition chimique conduit à l'effet inverse, comme le montre l'étude d'A.K. Bhattamishra et al [51].

3.4.2. Influence des traitements thermomécaniques.

- *Influence du vieillissement des matériaux.*

D'après les travaux d'A.K. Bhattamishra *et al.* [51], les traitements de revenu favoriseraient la sensibilité à la corrosion intergranulaire des alliages de la série 6xxx. Dans cette étude, un traitement à 175°C a été imposé à l'alliage de la série 6xxx ne contenant pas de cuivre (Al : base ; Mg : 0,4%, Si : 1,0% ; % massique ou atomique non précisé par l'auteur) afin d'évaluer l'influence de la durée de revenu sur la corrosion intergranulaire. Il a été montré que la sensibilité du matériau augmentait avec la durée du revenu. Ces résultats sont à mettre en relation avec l'étude sur la microstructure de l'alliage d'aluminium AA 6101. En effet, le traitement de revenu favorise la précipitation aux joints de grains des précipités Mg_2Si , augmentant ainsi la sensibilité à la corrosion intergranulaire. Ainsi, les alliages à l'état métallurgique T6 seraient donc plus sensibles à ce type de corrosion que ceux à l'état métallurgique T4. En effet, le traitement thermique T6 impose un vieillissement artificiel à des températures voisines de 175°C, ce qui accélère la précipitation des phases Mg_2Si , tandis que le traitement thermique T4 est un vieillissement naturel à température ambiante.

Différents auteurs traitent de l'influence bénéfique des sur-revenus sur la tenue à la corrosion intergranulaire [47, 50, 58]. En effet, le traitement de sur-revenu conduit à la formation de précipités dans l'ensemble de la matrice. Par conséquent, les sites critiques plus uniformément répartis ne se retrouvent plus uniquement localisés au niveau des joints de grains, ce qui réduit l'intensité de l'attaque intergranulaire. Parallèlement, la précipitation des composés Mg_2Si dans l'ensemble de la matrice conduit à un appauvrissement de celle-ci en silicium. Ainsi, la différence de potentiel entre la PFZ et la matrice est réduite. Le couplage galvanique issu de cette micro pile électrochimique s'en trouvant donc moins fort, la sensibilité à la corrosion intergranulaire diminue. Cependant, ce résultat se doit d'être modéré

par une probable augmentation de la corrosion par piqûres en contrepartie, du fait de l'augmentation de la densité des sites anodiques dans la matrice d'aluminium.

- *Influence de la vitesse de refroidissement.*

La vitesse de refroidissement après une mise en solution à 540°C influence également la tenue à la corrosion intergranulaire. Ainsi, un refroidissement à l'air favorise la précipitation de différents intermétalliques aux joints de grains, ce qui augmente la sensibilité à la corrosion intergranulaire. G. Svenningsen *et al.* ont montré qu'une trempe à l'eau après une mise en solution à 540°C, suivie d'un revenu à 185°C pendant 24 heures, limitait la dégradation d'alliage de la série 6xxx (Al : base ; Mg : 0,55%, Si : 0,6%, Fe : 0,2%, Mn : 0,15%, Cu : 0,17% ; % massique [47-48]. Un traitement de mise en solution, suivi d'un refroidissement rapide par trempe à l'eau, permet une homogénéisation microstructurale du matériau qui semble réduire la sensibilité à la corrosion intergranulaire (**Figure II-26**). De façon générale, une trempe à l'eau est préconisée afin de limiter les gradients de diffusion des éléments d'alliage et ainsi la précipitation intergranulaire, limitant alors la sensibilité à la corrosion intergranulaire.

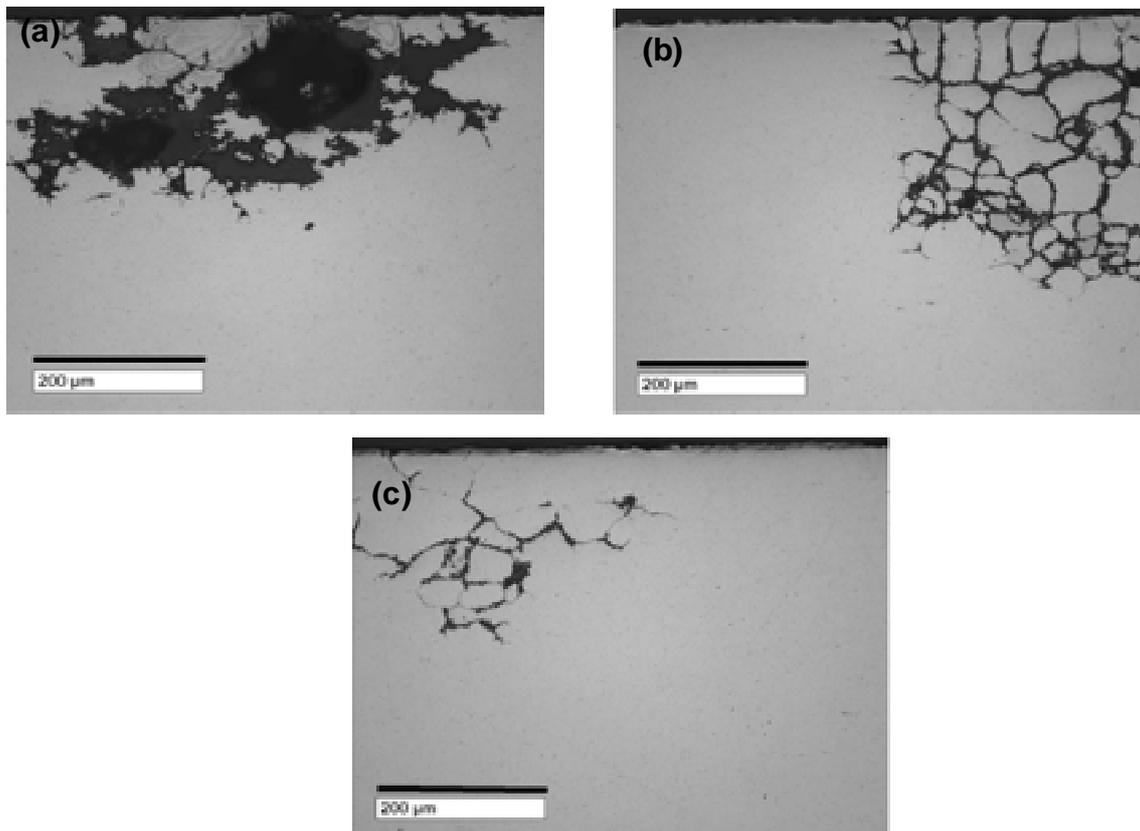


Figure II-26 : Influence de la mise en solution et de la vitesse de refroidissement (a) mise en forme à 575°C + refroidissement lent à l'air (b) mise en forme à 575°C + refroidissement lent à l'air + mise en solution à 540°C pendant 30 minutes suivie par un refroidissement lent à l'air (c) mise en forme à 575°C + refroidissement lent à l'air + mise en solution à 540°C pendant 30 minutes suivie par une trempe. Avant les essais de corrosion, les échantillons ont subi un traitement de revenu à 185°C pendant 24 heures [47]

- *Influence de la mise en forme.*

G. Svenningsen *et al.* [47] ont aussi étudié l'influence de la déformation plastique sur la sensibilité à la corrosion intergranulaire. Les essais ont été réalisés sur des échantillons qui ont subi un traitement mécanique de filage avant les différents traitements thermiques imposés. La déformation mécanique semble favoriser la précipitation, du fait de l'augmentation de la densité de dislocations. La dégradation observée se développe dans les zones recristallisées. Ces résultats sont en accord avec les résultats obtenus précédemment par T. Minoda et H. Yoshida [59].

3.4.3. Conclusion.

La corrosion intergranulaire est un mécanisme d'endommagement à envisager pour l'alliage d'aluminium AA 6101. Ce phénomène peut entraîner une décohésion locale du matériau et une perte des propriétés mécaniques. Dans le cas des alliages de la famille Al-Mg-Si, ce mécanisme est dépendant de l'état microstructural de l'alliage et plus particulièrement de la précipitation aux joints de grains mais également des possibles couplages galvaniques entre les précipités, la PFZ si elle existe et la matrice. Les différences de potentiel observées entre ces différentes zones conduisent à la formation d'une micro-pile et entraînent la dissolution des précipités anodiques ou de la zone appauvrie. Les alliages Al-Mg-Si semblent toutefois beaucoup moins sujets à la corrosion intergranulaire que les alliages de la série 2xxx par exemple. Les profondeurs d'attaques sont nettement inférieures à celles mesurées pour les alliages Al-Cu.

Toutefois, ces mécanismes de corrosion peuvent être très sensibles aux contraintes mécaniques externes vues par les fils d'alliage d'aluminium telles que les vibrations de la voiture et du moteur en fonctionnement entre autres.

L'objet du prochain paragraphe est donc de s'intéresser à l'influence de sollicitations mécaniques externes, qu'elles soient statiques ou cycliques, sur le comportement en corrosion des alliages de la série 6xxx.

4. Comportement des alliages d'aluminium en fatigue-corrosion.

4.1. Généralités sur les notions de fatigue et de fatigue-corrosion.

La fatigue est un endommagement structural, progressif et localisé qui intervient lorsque qu'un matériau est sollicité mécaniquement de manière cyclique dans un domaine de chargement inférieur à sa résistance maximale en statique.

La notion de fatigue-corrosion, quant à elle, est valable lorsqu'un matériau est soumis aux actions conjointes d'une sollicitation mécanique cyclique et d'un environnement agressif conduisant à une rupture prématurée dont le mode peut se différencier de celui observé uniquement en fatigue. La probabilité que l'environnement aqueux corrosif puisse jouer un rôle est plus grande durant la phase très lente d'amorçage plutôt que celle plus rapide de propagation.

L'évolution d'une fissure de fatigue ou de fatigue-corrosion peut se diviser en deux grandes étapes. La première étape est celle d'amorçage c'est-à-dire une phase durant laquelle

apparaissent les premiers défauts microscopiques irréversibles dus à la sollicitation cyclique et/ou à l'environnement corrosif.

Une seconde étape, appelée phase de propagation, est elle-même divisée en trois stades.

- le stade I, proche du seuil de propagation, durant lequel les défauts microscopiques coalescent pour former une fissure principale se propageant si lentement qu'elle en est indétectable expérimentalement ($<10^{-10}$ ou 10^{-11} m/cycle).
- le stade II, prénommé domaine de Paris, correspond à la propagation stable de la fissure principale pour laquelle les lois de la mécanique de la rupture s'appliquent.
- le stade III, pour lequel les vitesses de fissuration sont très supérieures à celles prévues par la loi de Paris, correspond à la propagation instable de la fissure se produisant juste avant la rupture brutale de la pièce.

Il existe deux approches classiques afin d'appréhender l'endommagement de fatigue :

- une approche basée sur la notion de durée de vie totale, c'est-à-dire la somme du nombre de cycles nécessaires à l'amorçage d'une fissure et du nombre de cycles nécessaires pour atteindre la rupture. On réalise alors des essais dits d'endurance qui permettent d'étudier plus spécifiquement le comportement des matériaux vis-à-vis de l'amorçage.
- une approche basée sur le principe de tolérance aux dommages qui considère la préexistence d'une fissure principale dans la structure et qui ne s'attache à considérer uniquement que sa propagation. Cette approche s'étudie grâce à des essais de fissuration et de mesures de vitesses de propagation de fissures.

Ces travaux de thèse ont abordé la problématique de la fatigue-corrosion selon la notion de durée de vie totale et se sont focalisés sur les mécanismes d'amorçage. De plus, les comportements en fatigue-corrosion des différents états métallurgiques générés par le procédé de mise en forme pour les deux alliages d'aluminium sélectionnés ont été comparés ainsi que les abattements en durée de vie respectifs. Les paragraphes suivants vont donc particulièrement se focaliser sur les mécanismes d'amorçage en fatigue et fatigue-corrosion.

4.2. Amorçage des fissures de fatigue et fatigue-corrosion.

4.2.1. Généralités.

Afin d'étudier l'amorçage de fissures, des essais d'endurance sont réalisés sur des éprouvettes lisses. Cela correspond à solliciter les éprouvettes à un certain niveau de chargement, pour un rapport de charge donné et une fréquence préalablement fixée. On mesure alors le nombre de cycles nécessaires pour obtenir la rupture de l'éprouvette.

Ces résultats sont généralement présentés sous la forme d'une courbe semi-logarithmique appelée courbe de Wöhlher (*Figure II-27*). Trois domaines peuvent y être distingués [60] :

- un domaine de fatigue oligocyclique où, sous de fortes contraintes, la rupture intervient après un nombre réduit de cycles. Ces forts niveaux de contrainte sont généralement associés à une déformation plastique importante.

- un domaine de fatigue ou d'endurance limitée où la rupture est atteinte pour un nombre limité de cycles. Cependant, ce nombre augmente lorsque la contrainte imposée diminue.
- un domaine d'endurance illimitée observée sous faibles contraintes, où la rupture intervient après un nombre de cycle supérieur à la durée de vie envisagée pour la structure à concevoir.

Dans certains cas, il est possible de tracer une asymptote horizontale définissant une valeur limite de contrainte appelée σ_D en dessous de laquelle la probabilité de rupture est quasi-nulle. Cette valeur est appelée limite de fatigue ou d'endurance. Elle est particulièrement difficile à déterminer expérimentalement en raison du grand nombre d'essais à faible niveau de chargement qu'elle requière et la faible reproductibilité des essais de rupture en fatigue. Cette dispersion n'a pas qu'une origine stochastique due à un mauvais contrôle des conditions d'essais. Elle est plutôt liée au comportement intrinsèque de chaque matériau. En effet, comme cela sera présenté plus précisément ultérieurement, les mécanismes d'amorçage de fissures sont étroitement liés aux imperfections et défauts présents dans le matériau qui, par essence, incorporent tous les éléments peu maîtrisés de la structure fine du matériau. Ce sont donc essentiellement les dispersions sur les durées d'amorçage qui sont responsables des dispersions observées sur les durées de vie, la phase de propagation étant quant à elle beaucoup mieux contrôlée et stable.

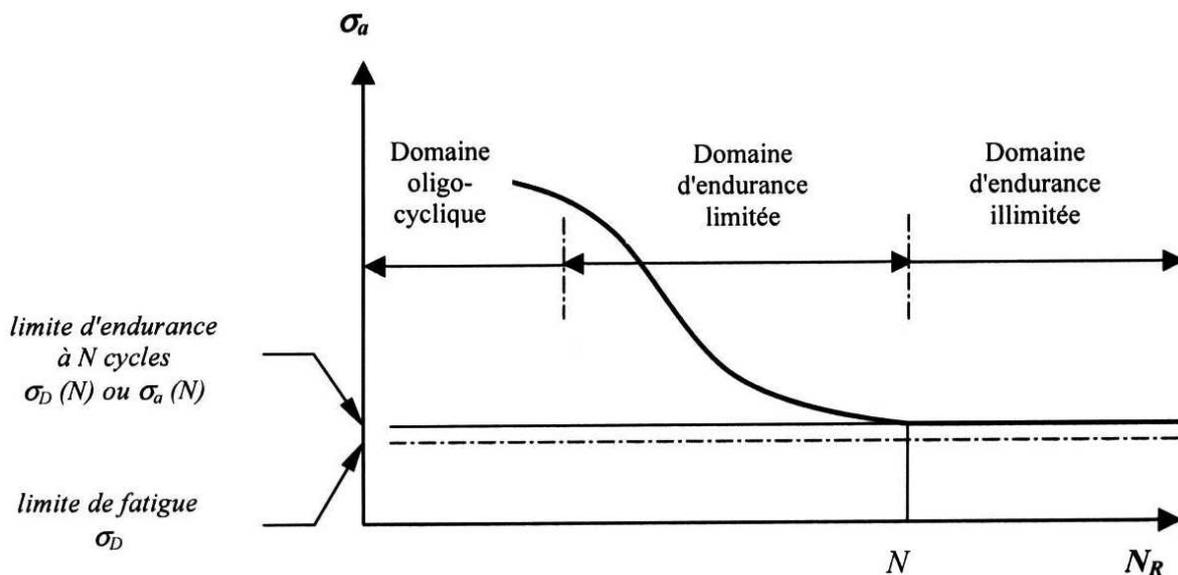


Figure II-27 : Courbe de Wöhler avec les différents domaines de fatigue [60]

Des essais d'endurance réalisés en milieu corrosif se caractérisent par des courbes de Wöhler sensiblement différentes de celles obtenues à l'air. Il peut y être observé un retard à la rupture pour les niveaux de chargement les plus élevés, une disparition de la limite d'endurance ou bien un décalage de l'intégralité de la courbe vers des valeurs plus faibles du nombre de cycles à rupture, témoignage d'une baisse de la résistance à la fatigue en milieu corrosif.

4.2.2. Mécanismes d'amorçage des fissures de fatigue

Les mécanismes à l'origine de la formation de défauts microscopiques en fatigue sont multiples, seuls les plus fréquemment observés sont présentés ci-après :

- l'observation d'éprouvettes soumises à une sollicitation de fatigue montre que l'endommagement apparaît essentiellement à la surface. Même si l'amplitude de sollicitation est inférieure à la limite d'élasticité conventionnelle, des sources de dislocations peuvent être activées dans les grains les plus favorablement orientés pour le glissement. La déformation est concentrée dans des bandes ; la surface ne reste pas plane. Des marches irréversibles appelées intrusions-extrusions se forment dans les bandes de glissement persistantes (BGP) et surtout à leur périphérie. L'amorçage des microfissures est généralement l'étape qui suit la formation des intrusions-extrusions. En effet, celles-ci agissent comme une micro-entaille et jouent le rôle de concentrateur de contraintes en fond de relief provoquant alors l'amorçage d'une fissure.
- l'amorçage peut se produire soit au niveau d'interfaces telles que les interfaces matrice/bandes de glissement en raison de la localisation de la déformation, soit au niveau des joints de grains à cause d'incompatibilités de déformation entre grains ou bien à l'intersection des bandes de glissement permanentes et des joints de grains.
- des phénomènes de chimisorption d'espèces fragilisantes sur les rugosités de surface peuvent jouer également sur l'amorçage. La déformation plastique cyclique facilite ensuite les phénomènes de transport de ces espèces fragilisantes le long des BGP.
- les fissures peuvent s'initier sur des défauts de surface tels les inclusions, pores, criques, ou les défauts liés à l'usinage.

4.2.3. Influence de la microstructure.

Les bandes de glissement ne sont pas les seuls sites possibles d'amorçage des fissures. Par ailleurs, lorsqu'il y a formation de bandes de déformation, il arrive que des fissures s'amorcent concurremment dans des joints de grains. Les inclusions et hétérogénéités de surface sont également des sites d'amorçage des fissures, du fait des concentrations de contraintes qu'elles entraînent, des phénomènes de clivage qui s'y développent, ou des décohésions matrice – inclusion qu'elles provoquent. L'amorçage des fissures dépend de la quantité, de la taille, de la nature et de la répartition des inclusions, ainsi que de leur forme par rapport à la direction des efforts.

4.2.4. Influence d'un milieu corrosif.

De nombreuses études se sont attachées à caractériser l'effet d'un pré-endommagement de corrosion sur les durées de vie en fatigue et le rôle des défauts de corrosion localisée sur l'amorçage de fissures de fatigue. Ainsi, dans la littérature, la quasi-totalité des travaux a été réalisée pour les alliages d'aluminium de la série 2xxx et 7xxx et s'est intéressée à l'amorçage de fissures à partir de piqûres [61-71]. Tous ces auteurs ont mis en évidence un amorçage de fissure extrêmement rapide voire immédiat sur les piqûres qui jouent le rôle de concentrateurs de contraintes ce qui se traduit évidemment au final par un fort abattement des durées de vie en fatigue.

Les dimensions des piqûres semblent être un facteur du premier ordre (*Figure II-28*) [64]. En effet, des calculs 2D réalisés sous AFGROW prédisent avec succès les durées de vie en fatigue d'éprouvettes pré-corrodées en utilisant dans l'analyse les paramètres géométriques des piqûres générées, à savoir leur profondeur et leur largeur moyenne, comme taille de

fissure initiale. Dolley *et al.* ont observé que la durée de vie en fatigue diminuait fortement quand la durée de pré-corrosion augmente puis saturait pour les plus longues durées d'immersion [71]. De plus, l'abatement des durées de vie en fatigue se fait plus sentir pour les faibles niveaux de chargement [69].

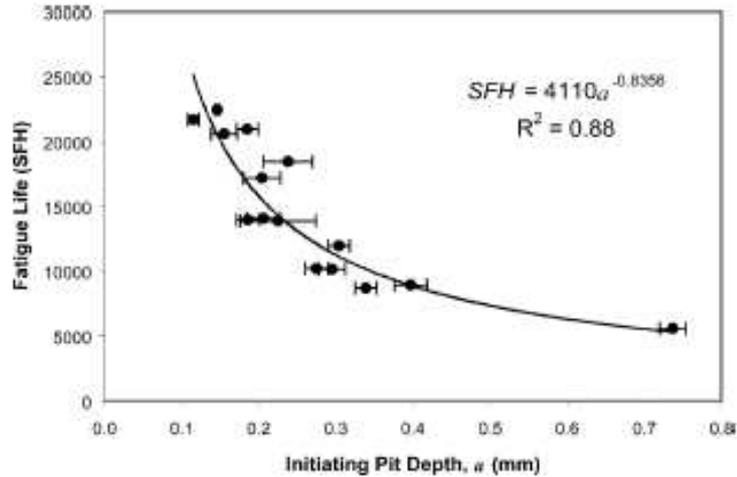


Figure II-28 : Influence de la profondeur initiale des piqûres sur la durée de vie en fatigue de l'alliage AA 7075 T6511 [64]

Toutes les études citées précédemment ont mis de côté l'existence d'un possible couplage entre les endommagements de fatigue et de corrosion. Très peu de travaux d'ailleurs se sont intéressés aux interactions fatigue-corrosion des alliages d'aluminium. K. Mutombo et M. du Toit [72] ont montré l'influence des ions chlorures sur le comportement en fatigue-corrosion de l'alliage d'aluminium AA 6061 T651 lors d'essais de fatigue en milieu NaCl à 3,5% massique (**Figure II-29**). L'abatement des propriétés est lié à l'amorçage des fissures au niveau des défauts de corrosion localisée. En effet, K. Mutombo et M. du Toit [72] ont mis en évidence un amorçage de fissures de fatigue au niveau des piqûres de corrosion (**Figure II-30**).

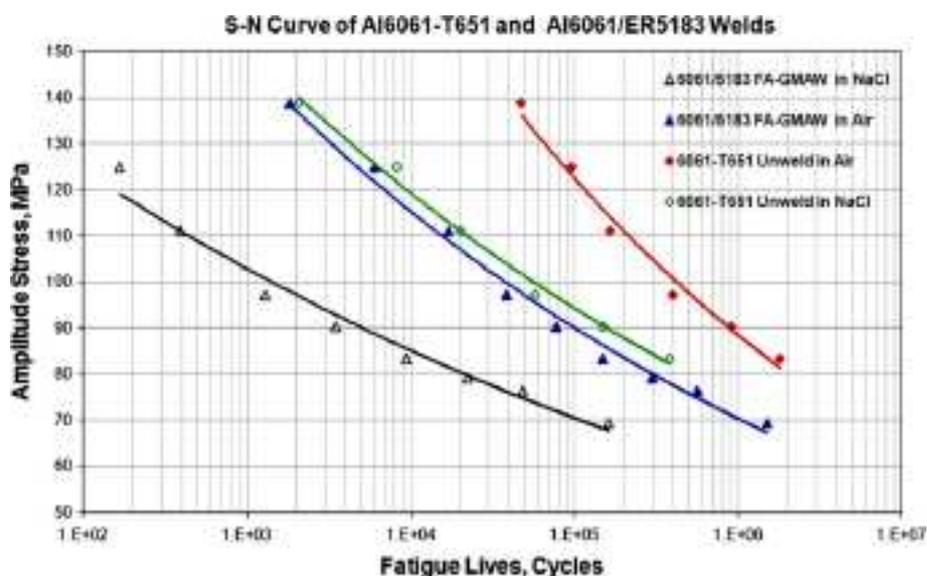


Figure II-29 : Comparaison de la durée de vie d'un alliage AA 6061 T651 et de joints soudés 6061/ER5183 lors d'essais de fatigue réalisés à l'air ambiant et en milieu NaCl à 3,5% massique [72]

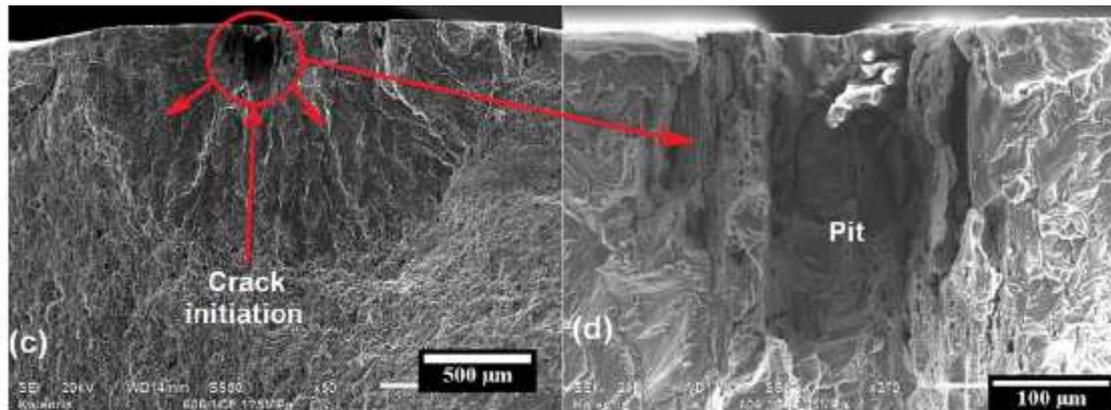


Figure II-30 : Observation au MEB du faciès de rupture de l'alliage AA 6061 T651 au cours d'essais de fatigue-corrosion en milieu NaCl à 3,5% massique [72]

L'un des seuls travaux ayant étudié l'amorçage de fissure de fatigue à partir de défauts de corrosion intergranulaire est celui de N. Pauze pour l'alliage 2024 T351 [73]. Elle a montré que les défauts de corrosion intergranulaire constituaient des sites privilégiés d'amorçage. Ainsi l'application d'une sollicitation cyclique avait pour effet soit la coalescence de ces défauts intergranulaires de forme semi-elliptique, soit la coalescence des fissures semi-elliptiques amorcées sur les défauts de corrosion intergranulaire.

Lors d'essais de fatigue-corrosion, les fissures peuvent aussi s'initier en raison de la formation d'une couche d'oxyde sur les marches de glissement formées. La présence d'oxygène augmenterait l'irréversibilité du glissement et la rugosité de surface.

4.3. Transition entre amorçage et propagation

La plupart des études concernant la fatigue-corrosion se sont intéressées à la transition entre les piqûres de corrosion et les fissures de fatigue. Deux principaux modèles se basant sur les notions de cinétiques de corrosion localisée et de propagation de fissures de fatigue ont été proposés :

- un premier modèle est basé sur la succession d'étapes de corrosion par piqûres/fissuration associée à l'existence d'une profondeur critique de piqûre. M. Muller considère qu'une fissure de fatigue-corrosion ne peut s'amorcer au niveau d'une piqûre que lorsque celle-ci atteint une profondeur critique, permettant la propagation de la fissure [74]. Cependant, ce modèle ne tient pas compte des possibles effets de synergie entre les contraintes environnementales et mécaniques. En effet, dans ce modèle, l'amorçage est uniquement contrôlé par la corrosion et la propagation uniquement par la fatigue ce qui nécessiterait d'être démontré.
- un second modèle basé sur la compétition entre les piqûres de corrosion et la propagation des fissures existe également. Y. Kondo considère que la fissure de fatigue-corrosion s'amorce à partir d'une piqûre lorsque la vitesse de propagation par fatigue devient supérieure à celle de croissance du défaut de corrosion [75]. Ce modèle considère que l'endommagement en corrosion est indépendant du niveau de contrainte et que la piqûre n'évolue plus après l'amorçage d'une fissure de fatigue. Ainsi, dans ce modèle, il est considéré que la vitesse de propagation en milieu corrosif est égale à celle des essais à l'air.

N. Pauze a réussi dans ses travaux à estimer la valeur de ΔK (soit $1\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ à $\sigma=250\text{MPa}$) associée aux fissures courtes amorcées à partir de défauts de corrosion intergranulaires pour laquelle apparaissait la transition entre mécanismes de fatigue-corrosion intergranulaire et transgranulaire [73]. Un fort effet de la cristallographie a été révélé, surtout à l'air où la moitié des défauts ne se propage pas contre seulement 10% dans le milieu corrosif (NaCl 0,5M).

Pour conclure, il semblerait donc que l'amorçage sur les défauts de corrosion localisés ne soit pas, pour les alliages d'aluminium, une étape limitante de l'endommagement par fatigue-corrosion dès lors que ces défauts ont la possibilité de se former ce qui dépend évidemment des conditions de corrosion et du matériau considéré.

4.4. Propagation des fissures de fatigue et de fatigue-corrosion.

4.4.1. Généralités sur la propagation des fissures à l'air.

Ce travail de thèse ne s'étant intéressé qu'à l'impact que pouvait avoir la fatigue-corrosion sur l'abatement des durées de vie et aux phénomènes essentiellement d'amorçage, seules des généralités sur la propagation de fissures par fatigue et fatigue-corrosion seront présentées dans ce paragraphe.

De très nombreuses études se sont penchées sur le comportement en fatigue à l'air des alliages d'aluminium. Pour ces matériaux, la propagation de fissures de fatigue dans des conditions de sollicitation données est gouvernée par le facteur d'intensité K qui dépend de la géométrie de la pièce fissurée, de la longueur de la fissure et du chargement appliqué (*Equation II-1*). Ce critère est pertinent tant que la taille de la zone plastique en pointe de fissure reste négligeable devant les dimensions des matériaux. On parle alors de plasticité confinée.

$$K = \alpha \cdot \sigma \cdot \sqrt{(\pi \cdot a)}$$

$\left\{ \begin{array}{l} \alpha = \text{Facteur de correction} \\ \sigma = \text{contrainte} \\ a = \text{longueur de fissure} \end{array} \right.$

Equation II-1 : Facteur d'intensité de contraintes

Lors de la sollicitation d'une éprouvette fissurée, le facteur d'intensité de contraintes varie entre une valeur minimale et maximale, dépendant de la contrainte appliquée. La variation du facteur d'intensité de contraintes ΔK rend compte de l'état de plasticité en pointe de fissure. Les régimes de propagation des fissures sont représentés par un diagramme bi-logarithmique représentant la vitesse de propagation mesurée da/dN en fonction de ΔK (*Figure II-31*). Ces courbes de vitesse de propagation présentent généralement trois stades de propagation.

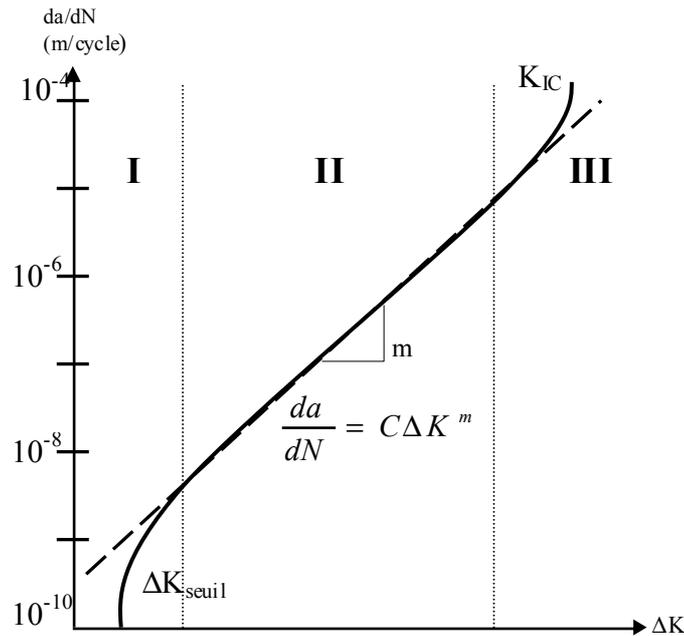


Figure II-31 : Représentation schématique des différents régimes de propagation de fatigue [76]

Le domaine I est très dépendant de la microstructure de l'alliage, de l'environnement considéré et de la contrainte moyenne appliquée. Une forte diminution des vitesses de propagation de fissures est observée lorsque ΔK approche de la valeur du seuil de non propagation (ΔK_{seuil}). En dessous de ce seuil, il est impossible de détecter une avancée de fissures et on considère qu'il n'y a pas de propagation de fissure.

Le stade II, dit domaine des vitesses intermédiaires, se caractérise par une propagation de fissures contrôlée par la contrainte en pointe de fissure. La courbe est linéaire et suit la loi empirique de Paris $da/dN = C \cdot \Delta K^m$ avec C et m des constantes liées au matériau [77]. Dans le régime de Paris, les surfaces de rupture présentent un mode de rupture transgranulaire par clivage (rivières, chevrons) et comportent souvent des zones avec des stries caractéristiques. L'espace entre chaque strie correspond à l'avancée de fissure microscopique pour chaque cycle, ce qui permet de reconstituer l'historique de chargement d'une pièce rompue par fatigue. Ces stries apparaissent plutôt pour les fortes valeurs de ΔK étant donné qu'à faible vitesse, la propagation se fait plutôt par à-coups. Un certain nombre d'auteurs ont proposé des mécanismes de formation de ces stries. On citera les deux plus connus, à savoir les mécanismes de Pelloux [78] et celui de Laird et Smith [79] qui sont basés sur l'irréversibilité du glissement et sur les phénomènes d'émoussement successifs à l'extrémité de la fissure qui se produisent lors des phases d'ouverture de la fissure.

Borrego *et al.* [80] ont montré que la propagation transgranulaire se faisait bien également par pseudo-clivage pour un alliage appartenant au système Al-Mg-Si à l'état métallurgique T6 (**Figure II-32**). Moreira *et al.* [81] ont observé des stries de fatigue pour l'alliage 2024 à l'état métallurgique T3 (**Figure II-33**).

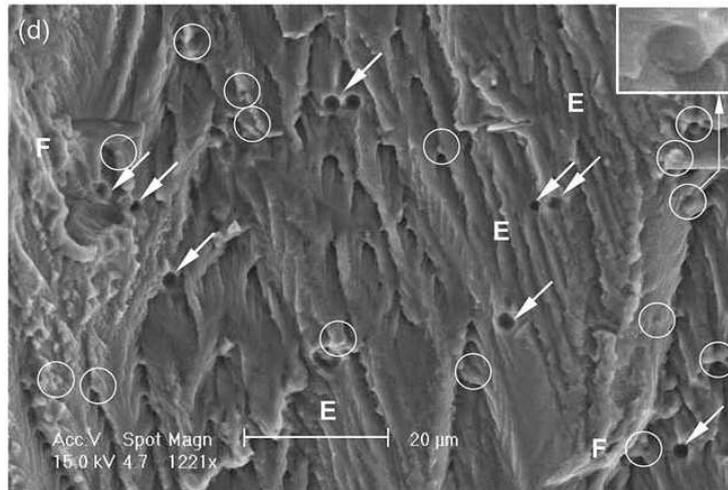


Figure II-32 : Propagation transgranulaire par pseudo-clivage dans un alliage Al-Mg-Si T6 [80]

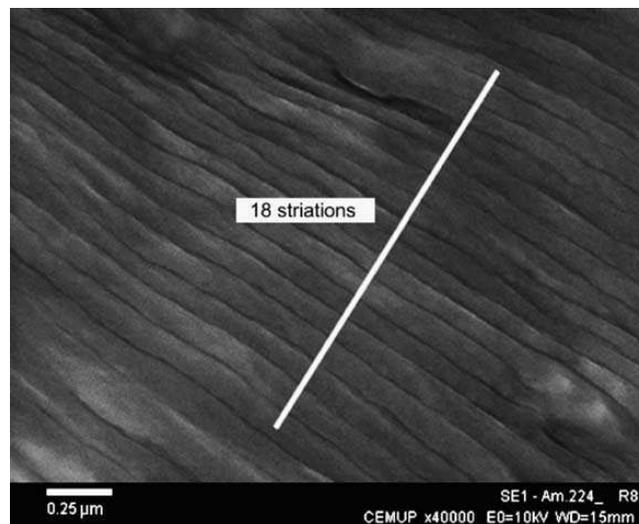


Figure II-33 : Strie de fatigue dans l'alliage 2024 T3 [81]

Le stade III, domaine proscrit dans le dimensionnement, mène à la propagation très instable de la fissure principale. Lorsque la valeur de K_{\max} approche de celle de la ténacité du matériau K_{Ic} , la vitesse de propagation augmente brutalement et entraîne la rupture soudaine de la pièce. Pour les alliages d'aluminium, la rupture finale se traduit par un mode de rupture ductile caractérisé par la présence de cupules liées à la décohésion de l'interface matrice-précipités. Ce mode d'endommagement a été mis en évidence par Bron *et al.* pour l'alliage 2024 [82] (**Figure II-34**).

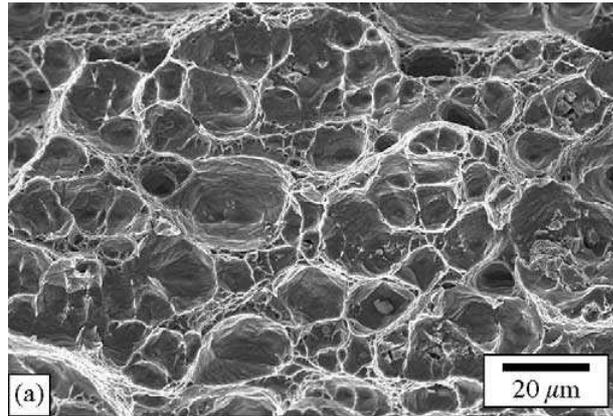


Figure II-34 : Rupture finale ductile avec cupules d'un alliage d'aluminium 2024 [82]

4.4.2. Influence de la microstructure sur la propagation de fissure en fatigue.

La microstructure conditionne le mouvement des dislocations et donc la déformation plastique résultante. Ce paramètre intrinsèque influence donc directement la propagation des fissures de fatigue.

De manière générale, les précipités durcissants présents dans les grains peuvent influencer les mécanismes de propagation des fissures. En effet, la nature des interfaces matrice-précipités conditionne le cheminement des dislocations au sein du matériau. De plus, la difficulté pour les dislocations de cisailer les précipités augmente avec la diminution de la cohérence des phases durcissantes. Ainsi, certains précipités incohérents sont contournés par les dislocations selon le mécanisme d'Orowan [83]. La durée du traitement de revenu influence aussi les vitesses de propagation de fissures. L'augmentation de la durée de revenu conduit à un phénomène de sur-vieillessement qui s'explique par la croissance, la coalescence et la perte de cohérence des précipités durcissants. L'augmentation de la taille joue un rôle car au-dessus d'une taille critique de précipités d_c , le mécanisme de contournement est observé aussi pour les précipités durcissants cohérents.

4.4.3. Influence de la taille de grains sur la propagation de fissure en fatigue.

Pour une valeur de rapport de charge R ($R = K_{\min}/K_{\max}$) donnée, l'augmentation de la taille de grains conduit à une augmentation des phénomènes de fermeture de fissures et conduit ainsi à une augmentation de la valeur de ΔK_{seuil} . Ces mécanismes s'expliquent soit par une augmentation de la rugosité des surfaces produites lors de la propagation de la fissure lorsque la taille de grains augmente, soit par une influence de la taille de grains sur la limite d'élasticité du matériau [84]. En effet, si la limite d'élasticité est régie par une loi de type Hall-Petch, l'augmentation de la taille de grains conduit à une diminution de la limite d'élasticité, ce qui augmente les phénomènes de fermeture.

4.4.4. Influence de la texture sur la propagation de fissure en fatigue.

La texture influence les vitesses de propagation des fissures au sein des alliages d'aluminium. Ainsi V.W.C. Kuo et E.A. Starke ont montré que, pour des grains faiblement désorientés les uns par rapport aux autres, les dislocations passeraient plus facilement d'un grain à l'autre, tandis que, pour des grains fortement désorientés, les joints de grains agissent comme une barrière face aux dislocations [85]. Ainsi, une texture cristallographique peut

annihiler l'effet barrière des joints de grains et favoriser la propagation de la fissure de fatigue au sein du matériau.

4.4.5. Influence de l'environnement

- *En milieux gazeux.*

Beaucoup d'études se sont penchées sur l'effet d'un environnement gazeux sur la propagation de fissures par fatigue. Un certain nombre de résultats marquants reviennent régulièrement à savoir :

- effet de l'environnement plus marqué pour les faibles vitesses de propagation, avec possibilité de fortes interactions microstructure/environnement.
- effet néfaste de la teneur en vapeur d'eau quand celle-ci augmente.
- influence directe possible de l'environnement sur les modes de rupture.
- inversement, rôle du rapport de charge et de la nature du glissement sur un possible effet de l'environnement.

De façon générale, l'augmentation des vitesses de propagation sous environnement gazeux (l'air par exemple) s'explique par l'existence de deux mécanismes séquentiels à savoir l'adsorption de vapeur d'eau et la fragilisation par l'hydrogène. Sous air, l'adsorption en vapeur d'eau se traduit par une translation des courbes $da/dN-\Delta K$ et la fragilisation par l'hydrogène par une rupture de pente caractéristique sur ces courbes.

- *En milieu aqueux corrosif*

Quasiment aucune donnée n'est disponible sur la propagation de fissure par fatigue-corrosion pour les alliages d'aluminium de la série 6xxx. Pour les alliages des séries 2xxx et 7xxx, l'influence de la corrosion aqueuse se traduit généralement par deux effets [86]. Le premier est dû à l'action des espèces agressives sur l'endommagement généré par déformation cyclique en pointe de fissure, conduisant à un décalage des courbes $da/dN-\Delta K$ vers des vitesses plus élevées. Le second effet est la superposition au dommage de fatigue d'un endommagement de type CSC qui, lui, se traduit par l'apparition d'un plateau sur les courbes $da/dN-\Delta K$. Il est fréquent que ces deux effets soient simultanés.

Il a également été montré que la fréquence de sollicitation avait une forte influence sur les vitesses de corrosion [87]. Apparemment, pour une faible fréquence de 0,1Hz, un alliage d'aluminium AA 2618, immergé dans une solution de NaCl à 3,5%, voit ses vitesses de propagation de fissures augmenter d'un demi ordre de grandeur.

N. Pauze a également montré de nombreuses interactions entre fréquence, niveau de contrainte, caractéristiques des défauts de corrosion localisée sur la nature du dommage observé et les vitesses de propagation [73].

4.4.6. Mécanismes d'endommagement assistés par l'environnement

Trois mécanismes de rupture assistée par l'environnement sont généralement invoqués pour retranscrire un éventuel effet de l'environnement sur la fissuration en fatigue :

- un mécanisme basé sur la dissolution anodique du métal lorsque l'environnement est aqueux et corrosif. La sollicitation mécanique cyclique favorise la rupture du

film d'oxyde par un effet de concentration de contrainte en pointe de fissure, par formation de marches de glissement ou par frottement des lèvres de la fissure. La propagation de la fissure se fait par dissolution de la surface exposée à chaque cycle. Ce mécanisme favorise la propagation en volume et diminue l'effet barrière des interfaces.

- un mécanisme de fragilisation par hydrogène basé sur le principe de la diminution de la contrainte de cohésion. Ici l'hydrogène est produit soit par réduction des ions H^+ durant les mécanismes de corrosion ou bien se retrouve dans la vapeur d'eau contenue dans l'air ambiant. L'adsorption puis la diffusion ou le transport d'atomes d'hydrogène dans le réseau de l'alliage et plus particulièrement dans la zone plastique en pointe de fissure, diminuerait la force d'attraction interatomique. Pour une teneur critique en hydrogène, la décohésion produirait une microfissure se propageant dans les zones enrichies en hydrogène. Ce phénomène conduirait à la propagation de la fissure suivant les plans de clivage, les joints de grains et les interfaces entre précipités/dispersoïdes/matrice [88-89]. Un second mécanisme dénommé HELP est également proposé [90-93]. Il est basé sur les interactions hydrogène-dislocations. L'hydrogène augmenterait la densité et la mobilité des dislocations et par là même la déformation au voisinage de la surface de rupture et favoriserait le franchissement des obstacles par les dislocations ce qui aurait pour effet d'augmenter le nombre de cupules sur les faciès de rupture.
- un mécanisme concerne la formation d'une couche d'oxyde qui peut conduire à une augmentation de la vitesse de propagation en augmentant l'irréversibilité du glissement. Toutefois, il a été montré que la formation d'une couche d'oxyde épaisse peut favoriser l'effet de fermeture des fissures et ainsi diminuer leur vitesse de propagation.

5. Conclusion générale de l'étude bibliographique

Cette synthèse bibliographique a montré que très peu de travaux existaient sur le comportement en fatigue-corrosion des deux alliages sélectionnés pour cette étude, aussi bien d'un point de vue amorçage que propagation. Ainsi, cette synthèse a du être élargie à d'autres familles d'alliages d'aluminium pour lesquelles une bibliographie plus riche existe. Il est évident que les résultats obtenus dans ces travaux de thèse risquent d'être sensiblement différents de ceux obtenus pour d'autres matériaux, cependant certains mécanismes d'amorçage ou de propagation restent valables en grande partie quelle que soit la famille d'alliages d'aluminium considérée.

En revanche, la littérature est beaucoup plus riche quant à l'analyse de la microstructure complexe des deux alliages d'aluminium. L'alliage non allié 1310 devrait présenter une matrice d'aluminium contenant des précipités grossiers Al-Fe jouant le rôle de cathodes locales et entraînant à leur proximité la dissolution de la matrice lorsque le matériau est exposé à un milieu corrosif. L'influence de la composition et celle des paramètres expérimentaux sur le comportement en corrosion des alliages Al-Fe ont été aussi présentées dans cette synthèse bibliographique.

Les alliages d'aluminium appartenant au système Al-Mg-Si-Fe tel que l'alliage 6101 sont des alliages à durcissement structural dont les précipités durcissants sont les phases β'' et β' , phases métastables du précipité β -Mg₂Si. De plus, la matrice peut présenter de nombreux précipités ternaires ou quaternaires riches en fer. Les microstructures héritées après traitement

de mise en forme par tréfilage seront très dépendantes des caractéristiques de chacune des étapes thermomécaniques successives constitutives de ce procédé et seront primordiales sur les comportements en corrosion et fatigue-corrosion.

De nombreux articles décrivent également le comportement en corrosion des alliages de la série 6xxx en lien avec leur état métallurgique. Ces alliages peuvent être sensibles à différents types de corrosion localisée comme la corrosion intergranulaire et la corrosion par piqûres. Des couplages entre l'endommagement en corrosion et la sollicitation cyclique peuvent être envisagés.

Au travers de cette synthèse, il apparaît clairement que les alliages d'aluminium AA 6101 et AA 1310 possèdent de bons atouts vis-à-vis des différentes contraintes imposées au cours de la durée de vie d'un faisceau électrique automobile. Il reste donc à confirmer les microstructures décrites dans la littérature et surtout à caractériser l'impact du procédé de mise en forme sur les caractéristiques microstructurales puisque ce sont elles qui conditionneront le comportement en corrosion et fatigue-corrosion de l'alliage.

Références.

- [1] C. Vargel : Corrosion de l'aluminium, 1999.
- [2] R. Develay : Propriétés de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés. *Dans les Techniques de l'Ingénieur*. Editions T.I, 1992.
- [3] B. Dubost et P.Sainfort : Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium corroyés. *Dans les Techniques de l'Ingénieur*. Editions T.I, 1991.
- [4] Norme EN 573. Aluminium et alliages d'aluminium. Composition chimique et forme des produits corroyés.
- [5] L.F. Mondolfo: Aluminium Alloys: Structure and Properties, Butterworths & Co. Ltd, London, 1976.
- [6] H.W.L. Phillips: Annotated Equilibrium Diagrams of Some aluminium Alloys Systems, 1959.
- [7] M.E. Drits, E.S. Kadaner, E.M. Padezhnova, L.L. Rokhlin, Z.A. Sviderskaya and N.I. Turkina: Phase Diagrams of Aluminium- and Magnesium-Based Systems, 1977.
- [8] N.A. Belov, D.G. Eskin and A.A. Aksenov, Iron in Aluminium Alloys: impurity and Alloying Element, 2002a.
- [9] N.A. Belov, D.G. Eskin and A.A. Aksenov: Multicomponent Phase Diagrams: Applications for Commercial Aluminium Alloys, first edition, Elsevier Ltd, Oxford, 2005.
- [10] B. Sundmam, I. Ohnuma, N.Dupin, U.R. Kattner and S.G. Fries, An assessment of the entire Al-Fe system including D03 ordering, *Acta Materialia*, **57**, 2896-2908, 2009.
- [11] Fiche technique Rio Tinto Alcan 1310.
- [12] C. D. Marioara, S. J. Andersen, J. Jansen and H. W. Zandbergen, Atomic model for GP-zones in a 6082 Al-Mg-Si system, *Acta Materialia*, **49**, 2, 321-328, 2001.
- [13] W.F. Smith, The effect of reversion treatments on precipitation mechanisms in an Al-1.35 atomique pourcentage Mg₂Si alloy, *Metallurgical and Materials Transactions B*, **4**, 2435, 1973.
- [14] K. Matsuda, H. Gamada, K. Fuji, Y. Uteni, T. Sato, A. Kamis and S. Ikeno, High-Resolution Electron Microscopy on the Structure of Guinier-Preston Zones in an Al-1.6 Mass Pourcentage Mg₂Si Alloy. *Metallurgical And Materials Transactions*, **29A**, 1161-1167, 1998.
- [15] A. Lutts, Pre-precipitation in Al-Mg-Ge and Al-Mg-Si, *Acta Metallurgica*, **9**, 6, 577-586, 1961.
- [16] A. Guinier et H. Lambot, *Revue de Metallurgie*, **47**, 709, 1950.
- [17] G. Thomas, *Journal Institute Metals*, **90**, 57, 1961-1962.
- [18] D. W. Pashley, J. W. Rhodes and A. Sendorek, *Journal Institute Metals*, **94**, 41, 1966.
- [19] T. V. Schegoleva, *Physics of Metals and Metallography*, **25**, 56, 1968.
- [20] K. Matsuda, T. Naoi, K. Fujii, Y. Uetani, T. Sato, A. Kamio and S. Ikeno, *Crystal structure of the β'' phase in an Al-1.0mass% Mg₂Si-0.4mass% Si alloy*. *Journal of Materials Science*, **35**, 179, 2000.
- [21] H.S. Hasting, A.G. Froseth, S.J. Andersen, R. Vissers, J.C. Walmsey, C.D. Mariora, F Danoix, W.Lefebvre and R. Holmestad, Composition of β'' precipitates in Al-Mg-Si alloys by atom probe tomography and first principles calculations, *Journal of Applied Physics*, **62**, 2009
- [22] M. H. Jacobs, The structure of the metastable precipitates formed during ageing of an Al-Mg-Si alloy. *Philosophical Magazine*, **26**, 1, 1 – 13, 1972.
- [23] K. Matsuda, Y. Sakaguchi, Y. Miyata, Y. Uteni, T. Sato, A. Kamio and S. Ikeno, *Precipitation sequence of various kinds of metastable phases in Al-1.0mass% Mg₂Si-0.4mass% Si alloy*. *Journal of Materials Science*, **35**, 179, 2000.
- [24] J. P. Lynch, L. M. Brown and M. H. Jacobs, Microanalysis of age-hardening precipitates in aluminium alloys, *Acta metallurgica*, **30**, 1389-1395, 1982.

- [25] G.A. Edwards, K. Stiller, G.L. Dunlop and M.J. Couper, The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys, *Acta Materialia*, **46**, 11, 3893–3904, 1998.
- [26] A.K. Gupta, D.J. Lloyd and S.A. Court, Precipitation hardening processes in an Al-0.4%Mg-1.3%Si-0.25%Fe Aluminium alloy, *Materials Science and Engineering*, **A301**, 140-146, 2001.
- [27] S. D. Dumolt, D. E. Laughlin and J. C. Williams, Formation of a modified β' phase in aluminium alloy 6061, *Scripta Metallurgica*, **18**, 1347, 1984.
- [28] Y.L. Liu, S.B. Kang and H.W. Kim, The complex microstructures in an as-cast Al-Mg-Si alloy, *Materials Letters*, **41**, 267-272, 1999.
- [29] Y.L. Liu and S.B. Kang, The solidification process of Al-Mg-Si alloys, *Journal of Materials Science*, **32**, 1443-1447, 1997.
- [30] S. Karabay, M. Yilmaz and M.Zeren, Investigation of extrusion ratio effect on mechanical behaviour of extruded alloy AA-6101 from the billets homogenised-rapid quenched and as-cast conditions, *Journal of Materials Processing Technology*, **160**, 138–147, 2005.
- [31] G. Mrowka-Nowotnik and J. Sieniawski, Influence of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of 6005 and 6082 aluminium alloys, *Journal of Materials Processing Technology*, **162–163**, 367–372, 2005.
- [32] A.K. Gupta, D.J. Lloyd and S.A. Court, Precipitation hardening in an Al-Mg-Si alloys with and without excess Si, *Materials Science and Engineering*, **A316**, 11-17, 2001.
- [33] E. Deltombe and M. Pourbaix, Comportement électrochimique de l'aluminium, diagramme d'équilibre tension pH du système Al-H₂O à 25°C, Cebelor, rapport technique n°42, décembre 1956.
- [34] H. Ezuber, A. El-Houd and F. El-Shawesh, A study on the corrosion behavior of aluminum alloys in seawater, *Materials and Design*, **29**, 801-805, 2008.
- [35] J.O. Park, C.H. Paik, Y.H. Huang and R.C. Alkire, Influence of Fe-Rich Intermetallic Inclusions on Pit Initiation on Aluminum Alloys in Aerated NaCl, *Journal of the Electrochemical Society*, **146**, 517-523, 1999.
- [36] J.O. Park, C.H. Paik and R.C. Alkire, Scanning Microsensors for Measurement of Local pH Distributions at the Microscale, *Journal of the Electrochemical Society*, **143**, L174-L176, 1996.
- [37] W.C. Moshier, G.D. Davis and J.S. Ahearn, The corrosion and passivity of aluminum exposed to dilute sodium sulfate solutions, *Corrosion Science*, **27**, 785-801, 1987.
- [38] R. Ambat, A.J. Davenport, G.M. Scamans and A. Afseth, Effect of iron-containing intermetallic particles on the corrosion behaviour of aluminium, *Corrosion Science*, **48**, 3455-3471, 2006.
- [39] W. Hüber and G. Wranglén, Current Corrosion Research in Scandinavia, Kskusiitto, Helsinki, p.59, 1965.
- [40] O. Seri, The effect of NaCl concentration on the corrosion behavior of aluminum containing iron, *Corrosion Science*, **36**, 1789-1803, 1994.
- [41] B. Zaid, D. Saidi, A. benzaid and S. Hadji, Effects of pH and chloride concentration on pitting corrosion of AA6061 aluminum alloy, *Corrosion Science*, **50**, 1841-1847, 2008.
- [42] K. Nisancioglu, Electrochemical Behavior of Aluminum-Base Intermetallics Containing Iron, *Journal of the Electrochemical Society*, **137**, 69-77, 1990.
- [43] Z. Szklarska-Smialowska, Pitting corrosion of aluminum, *Corrosion Science*, **41**, 1743-1767, 1999.
- [44] F. Eckermann, T. Suter, P.J. Uggowitzer, A. Afseth and P. Schmutz, The influence of MgSi particle reactivity and dissolution processes on corrosion in Al-Mg-Si alloys, *Electrochimica Acta*, **54**, 844–855, 2008.

- [45] C. Blanc, Y. Roques and G. Mankowski, Application of phase shifting interferometric microscopy to studies of the behaviour of coarse intermetallic particles in 6056 aluminium alloy, *Corrosion Science*, **40**, 1019-1035, 1998.
- [46] V. Guillaumin and G. Mankowski, Localized corrosion of 6056-T6 aluminium alloy in chloride media, *Corrosion Science*, **42**, 105-125, 2000.
- [47] G. Svenningsen, M.H. Larsen, J.H. Nordlien and K. Nisancioglu, Effect of thermomechanical history on intergranular corrosion of extruded AlMgSi(Cu) model alloy, *Corrosion Science*, **48**, 3969-3987, 2006.
- [48] G. Svenningsen, J.E. Lein, A. Bjorgum, Y. Yu and K. Nisancioglu, Effect of low copper content and heat treatment on intergranular corrosion of model AlMgSi alloys, *Corrosion Science*, **48**, 226-242, 2006.
- [49] G. Svenningsen, M.H. Larsen, J.H. Nordlien and K. Nisancioglu, Effect of high temperature heat treatment on intergranular corrosion of AlMgSi(Cu) model alloy, *Corrosion Science*, **48**, 258-272, 2006.
- [50] G. Svenningsen, M.H. Larsen, J.C. Walmsley, J.H. Nordlien and K. Nisancioglu, Effect of artificial aging on intergranular corrosion of extruded AlMgSi alloy with small Cu content, *Corrosion Science*, **48**, 1528-1543, 2006.
- [51] A.K. Bhattamishra and K. Lal, Microstructural studies on the effect of Si and Cr on the intergranular corrosion, *Materials & Design*, **18**, 25-28, 1997.
- [52] K. Yamaguchi and K. Tohma, The effect of Cu content on susceptibility to intergranular corrosion of Al-Mg-Si alloy, *Journal of the Japan Institute of Light Metals*, **47**, 285-291, 1997.
- [53] D.O. Sprowls and R.H. Brown, Stress corrosion mechanisms for aluminium alloys, in: Proceedings of Fundamental Aspects of Stress Corrosion Cracking, The Ohio State University, 466-506, 1967.
- [54] A. Saulnier, Etude des alliages aluminium-magnésium, *Revue de Métallurgie*, **53** (4), 285, 1956.
- [55] G.W. Akimow, A.S. Oleshko, An investigation of structural corrosion of aluminium alloys 1. Electrode potentials of the structural constituents of aluminium alloys, *Journal of the Institute of Metals*, **53**, 632, 1933.
- [56] T. Onda, Y. Hirano and T. Doko, Effect of magnesium and silicon addition on the intergranular corrosion of aluminum alloy, in: Proceedings of the 6th Automotive Corrosion & Prevention Conference, Society of Automotive Engineers, Inc., PA, 217-232, 1993.
- [57] R.G. Buccheit, A Compilation of Corrosion potentials reported for Intermetallic Phases in Aluminium Alloys, *Journal of the Electrochemical Society*, **142**, 3994-3996, 1995.
- [58] V. Guillaumin and G. Mankowski, Influence of overaging treatment on localized corrosion of Al 6056, *Corrosion*, **56** (1), 12, 2000.
- [59] T. Minoda and H. Yoshida, Effect of grain boundary characteristics on intergranular corrosion resistance of 6061 aluminum alloy extrusion, *Metallurgical and Materials Transactions A*, **33A**, 2891-2898, 2002.
- [60] M. Jabbado : Fatigue polycyclique des structures métalliques : durée de vie sous chargements variables. *Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique*, 2006.
- [61] G.S. Chen, K.C. Wan, M. Gao, R.P. Wei and T.H. Flournoy, Transition from pitting to fatigue crack growth-modeling of corrosion fatigue crack nucleation in a 2024-T3 aluminum alloy, *Materials Science Engineering A*, **219**, 126-132, 1996.
- [62] U. Zupanc and J. Grum, Effect of pitting corrosion on fatigue performance of shot-peened aluminium alloy 7075-T651, *Journal of Materials Processing Technology*, **210**, 1197-1202, 2010.

- [63] Q.Y. Wang, N. Kawagoishi and Q. Chen, Effect of pitting corrosion on very high cycle fatigue behaviour, *Scripta Materialia*, **49**, 711-716, 2003.
- [64] D.L. DuQuesnay, P.R. Underhill and H.J. Britt, Fatigue crack growth from corrosion damage in 7075-T6511 aluminium alloy under aircraft loading, *International Journal of Fatigue*, **25**, 371-377, 2003.
- [65] S. Kim, J.T. Burns and R. P. Gangloff, Fatigue crack formation and growth from localized corrosion in Al-Zn-Mg-Cu, *Engineering Fracture Mechanics*, **76**, 651-667, 2009
- [66] S.I. Roklin, J.-Y. Kim, H. Nagy and B. Zoofan, Effect of pitting corrosion on fatigue crack initiation and fatigue life, *Engineering Fracture Mechanics*, **62**, 425-444, 1999
- [67] K. Van der Walde and B.M. Hillberry, Initiation and shape development of corrosion nucleated fatigue cracking, *International Journal of Fatigue*, **29**, 1269-1281, 2007
- [68] A. T. Kermanidis, P. V. Petroyiannis and S. G. Pantelakis, Fatigue and damage tolerance behaviour of corroded 2024 T351 aircraft aluminum alloy, *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, **43**, 121-132, 2005.
- [69] K. M. Gruenberg, B. A. Craig, B. M. Hillberry, R. J. Bucci and A. J. Hinkle, Predicting fatigue life of pre-corroded 2024-T3 aluminum, *International Journal of Fatigue*, **26**, 629-640, 2004.
- [70] P. Shi and S. Mahadevan, Corrosion fatigue and multiple site damage reliability analysis, *International Journal of Fatigue*, **25**, 457-469, 2003.
- [71] E. J. Dolley, B. Lee and R.P. Wei, The effect of pitting corrosion on fatigue life, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, **23**, 555-560, 2000.
- [72] K. Mutombo and M. du Toit, Corrosion fatigue of aluminium alloy 6061-T651 welded using fully automatic gas metal arc welding and ER5183 filler alloy, *International Journal of Fatigue*, **33**, 1539-1547, 2011.
- [73] N. Pauze : Fatigue corrosion dans le sens travers court de tôles d'aluminium 2024-T351 présentant des défauts de corrosion localisée, *Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne*, 2008.
- [74] M. Muller, Theoretical considerations on corrosion fatigue crack initiation, *Metallurgical Transactions A*, **13A**, 649-655, 1982.
- [75] Y. Kondo, Prediction of fatigue crack initiation life based on pit growth, *Corrosion*, **45**, 7-11, 1989.
- [76] G. Odemer : Tolérance au dommage avec prise en compte des interactions fatigue-fluage de l'alliage d'aluminium 2650 T6, *Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aéronautique*, 2005.
- [77] P.C. Paris, F. Erdogan, A critical analysis of crack propagation laws, *Journal of Basic Engineering*, **85**, 528-535, 1963.
- [78] R.M.N. Pelloux, Mechanisms of formation of ductile fatigue striations, *Transactions of ASM*, **62**, 281-285, 1969.
- [79] C. Laird and G.C. Smith, *Philosophical Magazine*, **7**, 847-857, 1962.
- [80] L.P. Borrego, J.M. Costa and J.M. Ferreira, Microstructure dependent fatigue crack growth in aged hardened aluminium alloys, *International Journal of Fatigue*, **26**, 291-295, 2004.
- [81] M.G.P. Moreira, P. de Matos and P. de Castro, Fatigue striation spacing and equivalent initial flaw size Al 2024-T3 riveted specimens, *Finite Element Analysis and Design*, **41**, 989-1007.
- [82] F. Bron, J. Besson and A. Pineau, Ductile rupture in thin sheets of two grades of 2024 aluminum alloy, *Materials Science and Engineering*, **A380**, 356-364, 2004.
- [83] E. Orowan, Symposium on Internal Stress in Metals and Alloys. London : The Institute of Metals, 451, 1947.

- [84] G. Henaff et F. Morel, *Fatigue des structures*, 1^{ère} édition Ellipses, 2005.
- [85] V.W.C. Kuo and E.A. Starke, The development of 2 texture variants and their effect on the mechanical-behavior of a high-strength P/M aluminium-alloy, X7091, *Metallurgical Transaction a-Physical Metallurgy and Materials Science*, **16**, 1089-1103, 1985.
- [86] J. Petit, G. Hénaff and C. Sarrazin-Baudoux, Environmentally assisted fatigue in the gaseous atmosphere, in *Comprehensive structural Integrity*. I. Milne, D. Ritchie and B. Karimhallo, Editors, 211-280, 2003
- [87] D. Rhodes, J.K. Musuva, and J.C. Radon, The significance of stress corrosion fatigue crack growth studies, *Engineering Fracture Mechanics*, **15**, 407-419, 1981.
- [88] A.R. Troiano, The Role of Hydrogen and Other Interstitials in the Mechanical Behavior of Metals, *Transactions ASM*, **52**, 54-80, 1960.
- [89] R.A. Oriani, *Berichte Bunsengesellschaft für physikalische chemie*, **76**, 848-857, 1972.
- [90] C.D. Beachem, A new model for hydrogen-assisted cracking (hydrogen "embrittlement"), *Metallurgical Transaction*, **3**, 437-451, 1972.
- [91] H.K. Birnbaum and P. Sofronis, Hydrogen-enhanced localized plasticity a mechanism for hydrogen-related fracture, *Materials Science and Engineering*, **A176**, 191-202, 1994.
- [92] I.M. Robertson and D. Teter, Microscopic Studies on Hydrogen Effects on Mechanical Properties, *Journal of Metals*, 55-60, 1996.
- [93] I.M. Robertson, The effect of hydrogen on dislocation dynamics, *Engineering Fracture Mechanics*, **68**, 671-692, 2001.

Liste des figures, tableaux et équations.

Figure II-1 : Solubilité du fer dans l'aluminium [10]	46
Figure II-2 : Procédé de mise en forme des fils fins d'aluminium	46
Figure II-3 : Influence du tréfilage et du recuit intermédiaire [11]	47
Figure II-4 : Influence du recuit sur les propriétés mécaniques et électriques des fils fins en aluminium 1310 [11]	47
Figure II-5 : Influence du vieillissement sur la proportion des différents précipités [23].....	50
Figure II-6 : Dureté Brinell de l'alliage AA 6061 pour différentes conditions de vieillissement [25]	51
Figure II-7 : Dureté Vickers de l'alliage Al - 0,4% Mg - 1,3% Si - 0,25% Fe pour différentes conditions de vieillissement [26].....	51
Figure II-8 : Influence de la teneur en Mg_2Si et de la durée du vieillissement sur la tenue mécanique des alliages Al-Mg-Si-Fe sans excès de Si (% Mg_2Si : a = 0,63 %, b = 0,95%, c = 1.26%) [32].....	52
Figure II-9 : Influence du traitement thermique et de la teneur en excès de silicium sur la tenue mécanique d'alliage d'aluminium de la série 6xxx [32]	52
Figure II-10 : Isothermes du diagramme Al-Mg-Si-Fe, (a) 0,2% Fe, 200°C (b) 0,2% Fe, 450°C, (c) 0,2% Fe, 550°C, (d) 0,5% Si, 400°C, (e) 1% Si, 550°C [9]	55
Figure II-11 : Micrographies au MEB : (a) phase $\beta-Al_5FeSi$; (b) phase $\beta-Mg_2Si$ et (Si) [28]	56
Figure II-12 : Influence du revenu sur les propriétés mécaniques et électriques des fils fins en AA 6101 [2].....	57
Figure II-13 : Micrographie MEB de la microstructure de l'alliage AA 6005 après filage à chaud [31].....	58
Figure II-14 : Diagramme de Pourbaix de l'aluminium dans l'eau à 25°C [33].....	59
Figure II-15 : Couche naturelle d'oxyde d'aluminium [1]	60
Figure II-16 : Mesure du pH à proximité des précipités Al_3Fe dans un alliage AA 6061[35]..	61
Figure II-17 : Micrographies au MEB des états de surface suite à une polarisation anodique en milieu NaCl 5% massique (a) alliage Al-0,11Fe en massique (b) alliage Al-0,42Fe en massique (c) alliage Al-0,11Fe en massique (MEB-FEG) [38].....	62
Figure II-18 : Evolution de la perte de masse d'échantillons Al-1,4 Fe en fonction de la concentration en ions chlorures dans une solution aqueuse de chlorure de sodium [40].....	63
Figure II-19 : Schéma des mécanismes de corrosion affectant un alliage Al-Fe selon la concentration en ions Cl^- de la solution aqueuse de NaCl [40].....	64
Figure II-20 : Influence de la concentration en ions Cl^- sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6061 (a) Courbe de polarisation de l'alliage AA 6061 dans des solutions contenant des ions chlorures à différentes concentrations à pH = 6 (b) Evolution du potentiel de corrosion de l'alliage en fonction de la teneur en ions chlorures [41]	65
Figure II-21 : Comportement en corrosion de l'alliage AA 6061 en milieu Na_2SO_4 (a) Image en mode AFM de l'état de surface de l'échantillon après immersion dans le milieu pendant 400 minutes (b) Profil topographique caractéristique des précipités visibles sur la micrographie AFM après immersion pendant 400 minutes en milieu Na_2SO_4 [35]	65
Figure II-22 : Influence du pH sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6061 au cours d'essais d'immersion de 450 minutes en milieu NaCl à 2,5% massique (a) Variation de la résistance de polarisation dans une solution contenant des ions chlorures à 2,5% massique à différents pH (b) Mesures de perte de masse dans une solution contenant des ions chlorures à 2,5% massique à différents pH [41].....	66
Figure II-23 : Influence du pH sur le comportement en corrosion des alliages contenant des intermétalliques Al_3Fe lors d'immersion en milieu NaCl 0,6M (échelle non spécifiée par	

l'auteur) (a) pH initial 6,3 (b) Solution tampon à 5,5 (c) pH initial 11,5 (d) Micrographie AFM : a) tampon et b) pH =6,3 [35].....	67
Figure II-24 : Mécanisme général de corrosion par piqûres de l'aluminium [1]	68
Figure II-25 : Corrosion intergranulaire de l'alliage (Al : base ; Mg : 0,4%, Si : 1,0% ; % massique ou atomique non précisé par l'auteur) en milieu contenant des ions chlorures (échelle non spécifiée par l'auteur) [51].....	70
Figure II-26 : Influence de la mise en solution et de la vitesse de refroidissement (a) mise en forme à 575°C + refroidissement lent à l'air (b) mise en forme à 575°C + refroidissement lent à l'air + mise en solution à 540°C pendant 30 minutes suivie par un refroidissement lent à l'air (c) mise en forme à 575°C + refroidissement lent à l'air + mise en solution à 540°C pendant 30 minutes suivie par une trempe. Avant les essais de corrosion, les échantillons ont subi un traitement de revenu à 185°C pendant 24 heures [47]	72
Figure II-27 : Courbe de Wölher avec les différents domaines de fatigue [60]	75
Figure II-28 : Influence de la profondeur initiale des piqûres sur la durée de vie en fatigue de l'alliage AA 7075 T6511 [64].....	77
Figure II-29 : Comparaison de la durée de vie d'un alliage AA 6101 T651 et de joints soudés 6061/ER5183 lors d'essais de fatigue réalisés à l'air ambiant et en milieu NaCl à 3,5% massique [72]	77
Figure II-30 : Observation au MEB du faciès de rupture de l'alliage AA 6061 T651 au cours d'essais de fatigue-corrosion en milieu NaCl à 3,5% massique [72].....	78
Figure II-31 : Représentation schématique des différents régimes de propagation de fatigue [76]	80
Figure II-32 : Propagation transgranulaire par pseudo-clivage dans un alliage Al-Mg-Si T6 [80]	81
Figure II-33 : Strie de fatigue dans l'alliage 2024 T3 [81]	81
Figure II-34 : Rupture finale ductile avec cupules d'un alliage d'aluminium 2024 [82]	82
Tableau II-1 : Les différentes familles d'alliages d'aluminium [1]	43
Tableau II-2 : Traitements thermiques des alliages d'aluminium.....	44
Tableau II-3 : Propriétés mécaniques et électriques de l'aluminium 1310 à l'état F brut de fabrication [11]. * Allongement à rupture mesuré sur une éprouvette de longueur utile de 200 mm	46
Tableau II-4 : Fractions volumiques maximales des phases contenant du Fe dans les alliages de la série 6xxx [9]	54
Tableau II-5 : Propriétés mécaniques et électriques de l'alliage 6101 dans différents états métallurgiques	56
Tableau II-6 : Formes allotropiques de l'alumine [1]	60
Equation II-1 : Facteur d'intensité de contraintes	79

Chapitre III : Matériaux, méthodes et conditions expérimentales

Chapitre III : Matériaux, méthodes et conditions expérimentales

1.	Présentation des matériaux	95
1.1.	Présentation des procédés de mise en forme.....	95
1.2.	L'alliage d'aluminium 6101.....	96
1.3.	L'alliage d'aluminium 1310.....	97
2.	Techniques, méthodes et conditions expérimentales.....	97
2.1.	Techniques de microscopie et de caractérisation microstructurale.....	97
2.1.1.	La microscopie optique (MO).....	98
2.1.2.	La microscopie électronique à balayage (MEB).....	99
	• <i>Principe de fonctionnement du MEB.</i>	99
	• <i>Analyse chimique à sélection d'énergie.</i>	99
2.1.3.	La microscopie électronique en transmission (MET).....	99
2.1.4.	L'analyse thermique différentielle (ATD).....	100
2.2.	Techniques expérimentales de caractérisation du comportement électrochimique.....	101
2.2.1.	La chronopotentiométrie.....	102
2.2.2.	La voltampérométrie.....	102
2.3.	Techniques de caractérisation du comportement mécanique.....	102
2.4.	Techniques expérimentales de caractérisation du comportement en fatigue- corrosion et corrosion sous contrainte.....	103
2.4.1.	Développement expérimental.....	104
	• <i>Définition du cahier des charges.</i>	104
	• <i>Description du banc d'essais de fatigue-corrosion.</i>	104
	• <i>Présentation du système de circulation de l'électrolyte.</i>	105
	• <i>Présentation des mors et des éprouvettes.</i>	107
2.4.2.	Conditions d'essais.....	108
2.4.3.	Essais de corrosion sous contrainte (CSC).....	109
	Références.....	110
	Liste des figures, tableaux et équations.....	111

L'objet de ce chapitre est de présenter, dans une première partie, le procédé de mise en forme des fils tréfilés fournis par la société SASA Tréfil'Alu et de lister l'ensemble des états métallurgiques considérés au cours de ces travaux de thèse. Il faut rappeler ici que l'étude porte sur le produit élémentaire à savoir le monobrin en alliages d'aluminium.

La seconde partie est consacrée à la description des techniques expérimentales mises en œuvre afin de caractériser les comportements en corrosion sans et avec sollicitations mécaniques externes des deux matériaux de l'étude.

1. Présentation des matériaux.

Dans le cadre de ce travail, deux alliages d'aluminium ont donc été sélectionnés, à savoir les nuances AA 6101 et AA 1310. Dans la synthèse bibliographique faite préalablement, ces matériaux ont été présentés de façon relativement générale. Les paragraphes suivants vont apporter des précisions sur les caractéristiques de ces deux nuances.

1.1. Présentation des procédés de mise en forme.

Dans le premier chapitre de ce manuscrit, le cycle de vie caractéristique des conducteurs électriques utilisés dans les faisceaux électriques automobiles a été présenté. Le procédé de mise en forme des fils fins constitue une étape importante de ce cycle de vie car il conditionne les propriétés finales des matériaux constitutifs de l'âme du câble.

Pour les deux alliages sélectionnés, le procédé de mise en forme est similaire et consiste en une succession d'étapes de tréfilage et de traitements thermiques nécessaires pour atteindre les diamètres fins de 0,51 mm de diamètre. Les températures et les durées des traitements thermiques dépendent du type de l'alliage et des diamètres souhaités.

Pour l'alliage AA 6101, un traitement de revenu de 185°C pendant 10 heures est réalisé après une première étape de tréfilage permettant le passage d'une ébauche initiale de 9,5 mm de diamètre à un fil fin de diamètre 1,34 mm. Suite à ce traitement de revenu, une seconde étape de tréfilage est réalisée pour obtenir les diamètres finaux souhaités (0,51 mm, 0,3 mm, 0,2 mm) (*Figure III-1*).

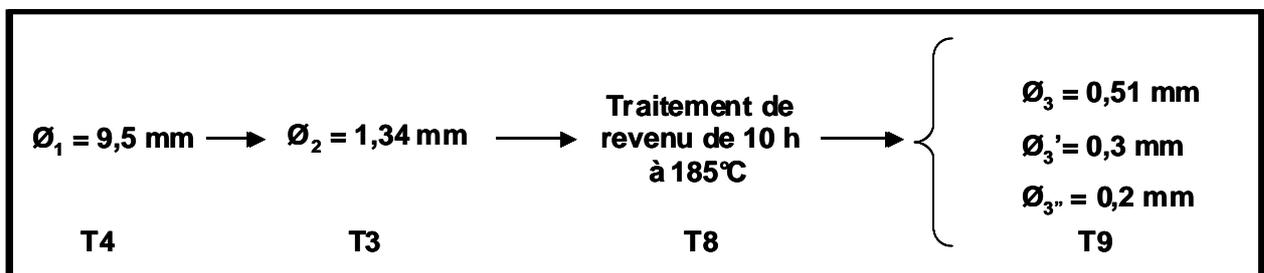


Figure III-1 : Procédé de mise en forme des fils fins en alliage d'aluminium AA 6101

Pour l'alliage AA 1310, une unique étape de tréfilage est nécessaire afin de passer d'une ébauche de 9,5 mm à un fil fin de diamètre 0,51 mm. Si un diamètre final plus petit que 0,51 mm est souhaité, le procédé de mise en forme consiste en une première étape de tréfilage, conduisant à une réduction de diamètre de 9,5 mm à 1,34 mm, suivi d'un traitement de recuit à 340°C pendant 4 heures puis d'un second tréfilage jusqu'au diamètre final souhaité.

1.3. L'alliage d'aluminium 1310.

L'alliage d'aluminium 1310 a été fourni par Rio Tinto Alcan à l'état brut F sous forme de bobines de fil de 9,5 mm de diamètre ; le fil est issu de la coulée M2031. Il s'agit d'un aluminium dont les impuretés majoritaires sont Fe et Mg. Le *Tableau III-2* présente sa composition chimique [2].

Eléments	Al	Fe	Mg	Si	Cu	Mn	B
1310 F	balance	0,6	0,13	0,04	0,0036	0,0019	< 0,015

Tableau III-2 : Composition chimique (% massique) de la nuance d'aluminium 1310 F provenant de la coulée M2031 [2]

Au contraire de la démarche scientifique menée pour l'alliage AA 6101, seulement un état microstructural est considéré dans cette étude, à savoir l'ébauche à l'état de livraison correspondant à l'état métallurgique F. En effet, pour ces travaux de thèse, il a été décidé de se focaliser principalement sur l'alliage 6101 à durcissement structural, l'alliage d'aluminium AA 1310 étant considéré comme un matériau de référence.

2. Techniques, méthodes et conditions expérimentales.

L'objectif de cette seconde partie est de présenter les différentes techniques et conditions expérimentales utilisées dans cette étude afin de caractériser les deux matériaux se trouvant sous différents états métallurgiques.

Le premier paragraphe porte sur les techniques de microscopie mises en œuvre pour la caractérisation microstructurale et l'observation des défauts de corrosion et faciès de rupture. L'étude du comportement électrochimique des matériaux et des mécanismes de corrosion localisée s'appuie sur diverses techniques électrochimiques qui sont décrites dans le second paragraphe. Un travail de développement expérimental spécifique a été réalisé au sein du CIRIMAT dans le but de caractériser le comportement en fatigue et fatigue-corrosion des alliages aux différents états métallurgiques. Le banc d'essais de fatigue-corrosion développé est présenté dans le dernier paragraphe de ce chapitre.

Pour les ébauches de 9,5 mm, les essais ont été réalisés sur des échantillons prélevés selon différents plans. Ainsi des échantillons ont été prélevés selon un plan perpendiculaire à la génératrice du cylindre (plan transverse) et d'autres selon un plan parallèle à la génératrice du cylindre (plan longitudinal).

2.1. Techniques de microscopie et de caractérisation microstructurale.

La synthèse bibliographique a mis en évidence l'importance du rôle joué par les précipités au cours des phénomènes de corrosion et notamment de corrosion localisée. Ainsi, il semble nécessaire de connaître avec précision l'état microstructural des deux alliages d'étude. De façon à en obtenir une description précise, trois techniques de microscopie ont été utilisées :

- la microscopie optique (MO)
- la microscopie électronique à balayage (MEB)
- la microscopie électronique en transmission (MET)

Par ailleurs, microscopie optique et microscopie électronique à balayage ont été utilisées pour caractériser les défauts de corrosion développés suite aux différents essais de corrosion.

2.1.1. La microscopie optique (MO).

La microscopie optique a été utilisée dans ce travail comme première technique d'observation des différents échantillons avant et après essais de corrosion, en particulier pour caractériser les différents défauts de corrosion localisée telles que les piqûres. Dans ce cas précis, les échantillons sont polis jusqu'à l'obtention d'une surface dite « polie miroir » avant les essais de corrosion. Ils sont d'abord polis mécaniquement à l'aide de papiers de carbure de silicium (SiC) de grades décroissants (taille de grains de SiC : 14 μm , 8 μm et 5 μm). Ensuite, un polissage à la pâte diamantée 3 μm et 1 μm sur draps durs permet d'obtenir les surfaces polies miroir. Le lubrifiant à toutes les étapes du polissage est l'eau. Bien entendu, après les essais de corrosion, aucune préparation de surface n'est réalisée avant l'observation des échantillons.

Le microscope optique a permis également d'observer les grains et, associée au logiciel d'analyse d'images Image J, d'en déterminer la taille. Dans ce cas-là, préalablement à l'observation, une attaque chimique est réalisée afin de révéler la microstructure de l'alliage sur l'ensemble de l'échantillon. Cette attaque métallographique est réalisée sur des surfaces dites « polies miroir » obtenues en suivant la même gamme de polissage que celle décrite précédemment à ceci près que la finition de surface est obtenue ici en polissant les échantillons à l'OPS (solution colloïdale d'oxyde de silicium). Pour ce qui concerne l'alliage AA 6101, les conditions de l'attaque métallographique dépendent de l'état métallurgique dans lequel se trouve l'alliage d'aluminium. Dans le cas des échantillons revenus pendant 10 heures à 185°C, l'attaque a consisté à immerger l'échantillon pendant une minute dans le réactif de Keller (2,5 ml d'acide nitrique à 68%, 1,5 ml d'acide chlorhydrique à 35%, 1 ml d'acide fluorhydrique à 40% et 95 ml d'eau distillée) ou bien dans une solution d'acide fluorhydrique à 5% en volume. Pour ce qui concerne l'alliage à l'état thermique T4, une oxydation anodique est nécessaire pour révéler les grains. L'opération consiste alors à immerger l'échantillon dans une solution de HBF_4 (H_2O 965 mL et HBF_4 35 mL), à deux reprises pendant 40 secondes en appliquant un potentiel de 20 V. Dans tous les cas, l'échantillon doit être ensuite nettoyé avec précaution et séché. Pour ce qui concerne l'alliage AA 1310, aucune des attaques citées ici n'a permis de révéler la taille de grains ; cette information a été obtenue grâce aux observations réalisées au MET.

Deux microscopes optiques ont été utilisés dans le cadre de cette étude :

- un microscope métallographique Olympus PMG3, muni d'une caméra Allied Marlin F-146C qui permet de réaliser des micrographies de la surface de l'échantillon
- un microscope binoculaire, modèle Stermi 2000C de marque Zeiss.

Ces deux microscopes sont associés au logiciel d'acquisition et d'analyse Aphélon. L'observation des grains en microscopie optique après oxydation anodique se fait en lumière polarisée.

2.1.2. La microscopie électronique à balayage (MEB).

La microscopie électronique à balayage est une technique permettant de réaliser différents types d'observations et de caractérisations selon la nature des interactions électrons-matière considérées. Le MEB utilisé dans ces travaux de thèse est un appareil de type LEO-435-VP. Il est équipé d'un système de microanalyse chimique EDS (Energy Dispersion Spectroscopy) muni d'un détecteur à sélection d'énergie au germanium de résolution 113 eV de marque PGT ce qui a permis l'analyse de la composition des précipités les plus grossiers des différents matériaux d'étude. Le MEB a été aussi utilisé pour l'observation détaillée des faciès de rupture et/ou des défauts de corrosion.

- *Principe de fonctionnement du MEB.*

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

- les électrons secondaires sont éjectés des couches superficielles jusqu'à 50 Angströms. Ils permettent d'obtenir des images très détaillées de la topographie des échantillons.
- les électrons rétrodiffusés sont issus du faisceau incident et peuvent donner des informations sur les couches supérieures de la surface de l'échantillon jusqu'à 100 nm. Les électrons primaires interagissent effectivement avec les atomes de l'alliage d'étude et leur taux de rétrodiffusion dépend du numéro atomique des éléments constitutifs de l'alliage étudié. Ceci permet de mettre en évidence des différences de composition chimique dans les échantillons. Il est notamment possible de révéler les différentes phases du matériau étudié.

- *Analyse chimique à sélection d'énergie.*

L'analyse chimique semi-quantitative ou quantitative des différentes phases présentes dans les matériaux d'étude nécessite des conditions particulières de travail :

- la tension d'accélération doit être de 15 keV
- la distance de travail de 19 mm
- le temps d'analyse dure 100 secondes

Les résultats sont obtenus sous forme de spectres dont les raies dépendent du numéro atomique des éléments présents dans les échantillons permettant ainsi l'identification voire la quantification de ces éléments.

2.1.3. La microscopie électronique en transmission (MET).

La microscopie électronique en transmission est une technique de caractérisation des matériaux permettant l'observation, par exemple, des précipités durcissants, non observables au MEB, ou bien des défauts de structure telles les dislocations. Elle a été utilisée ici pour compléter la caractérisation microstructurale des alliages étudiés, pour ce qui concerne en particulier les précipités intragranulaires et intergranulaires. Pour ce qui concerne l'alliage AA 1310, elle a aussi donné des informations sur la taille de grains de ce matériau, cette information n'ayant pas pu être obtenue en microscopie optique.

Le microscope électronique en transmission utilisé ici est un modèle JEOL-JEM-2010 situé au service TEMSCAN dans les locaux de l'Université Paul Sabatier de Toulouse. Il est équipé d'un détecteur EDS permettant de réaliser l'analyse chimique des précipités contenus dans le matériau d'étude.

Pour être observables en microscopie électronique en transmission, les échantillons des différents alliages étudiés doivent être transparents aux électrons. La méthode de préparation appliquée comprend deux étapes. La première conduit à l'obtention d'un échantillon de taille adéquate pour être introduit dans le MET sur la base du protocole suivant :

- polissage mécanique sur des papiers SiC, allant jusqu'au grade 4000 (taille de grains de SiC de 5 μm) permettant d'obtenir des échantillons d'une épaisseur finale de 100 μm .
- découpe, à l'aide d'un emporte-pièce, de l'échantillon sous forme de disques de 3 mm de diamètre.

Cette première étape est directement réalisable pour les ébauches à l'état revenu ou non. Cependant, pour les fils de diamètre 1,34 et 0,51 mm, une étape supplémentaire est nécessaire pour réaliser des lames MET qui soient sous forme de disques de 3 mm de diamètre. En effet, pour des raisons de taille, les fils fins doivent être insérés et collés dans un tube en laiton permettant de donner une tenue mécanique au montage et à la future lame. Pour les fils de diamètre 0,51 mm, seuls fils étudiés ici, trois brins de 1 cm de long sont collés entre eux puis des échantillons d'une longueur de 3 mm sont finalement prélevés (*Figure III-3*).

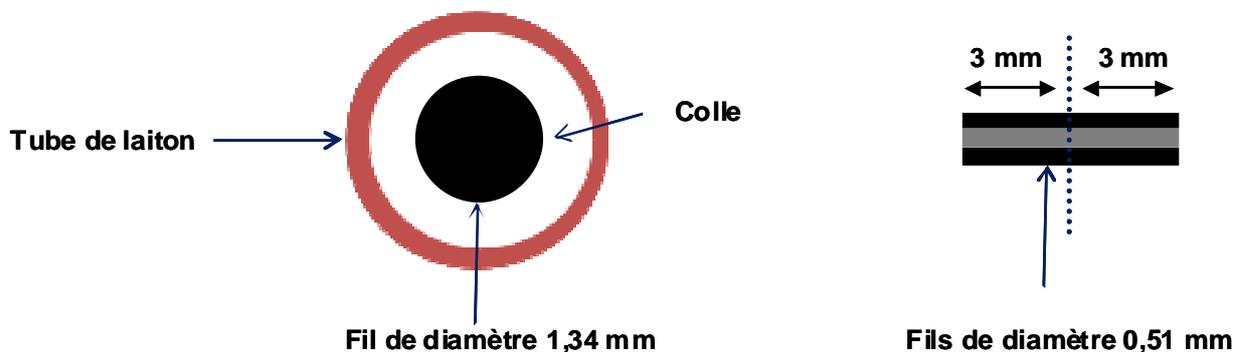


Figure III-3 : Préparation des lames minces pour les fils fins

La seconde étape de la préparation permet d'obtenir la transparence. Les échantillons, sous forme de disques de 3 mm de diamètre, sont cuvetés afin d'obtenir une épaisseur inférieure à 40 μm ; l'opération est réalisée dans un liquide de polissage correspondant à une suspension diamantée de 1 μm . L'appareil de cuvetage concave utilisé est de marque South Bay Technology. Dès lors, les échantillons sont amincis ioniquement à l'aide d'un PIPS (Precision Ion Polishing Systems). Les échantillons préparés par cette méthode ne sont pas pollués chimiquement à l'inverse de ceux obtenus par polissage électrolytique.

2.1.4. L'analyse thermique différentielle (ATD).

L'Analyse Thermique Différentielle (ATD) est une technique de caractérisation des matériaux permettant d'étudier les transformations de phase au cours d'un traitement thermique (chauffage et refroidissement). Le principe de l'ATD est d'étudier les écarts de température entre un échantillon dit d'étude et un échantillon dit de référence qui ne subit pas

de transformation de phase, les deux échantillons étant placés dans un four sous atmosphère contrôlée. Le corps de référence considéré est de la poudre d'alumine.

La mesure de la différence de température entre l'échantillon et le corps de référence est effectuée par des thermocouples montés en opposition, situés sous les creusets contenant respectivement l'échantillon et la référence. La différence de température entre l'échantillon et la référence ainsi que la température de l'échantillon en fonction du temps sont enregistrées au cours de l'essai. Lorsque l'échantillon ne subit aucun changement de phases, le signal différentiel est pratiquement constant. Ce signal est appelé ligne de base. Lorsqu'une transformation de phase se produit au sein du matériau, elle donne lieu à un dégagement de chaleur ou à une adsorption de chaleur qui se traduit par un pic exothermique ou endothermique.

Des analyses ATD ont été réalisées pour l'alliage AA 6101 dans les états métallurgiques T4, T4 + 185°C-10h, T3 et T8 pour compléter les analyses microstructurales réalisées. Les essais ont été réalisés en utilisant un appareil de la société SETARAM INSTRUMENTATION modèle SETSYS 1700°C. La loi de variation de température imposée au four est linéaire en fonction du temps. La vitesse de chauffe considérée est de 5°C.min⁻¹. La température atteinte en fin de cycle est de 615°C. Aucune préparation particulière n'est requise pour ces analyses ; il suffit simplement d'adapter la taille des échantillons à celle du creuset.

2.2. Techniques expérimentales de caractérisation du comportement électrochimique.

L'étude de la sensibilité à la corrosion localisée des matériaux sélectionnés et la compréhension des mécanismes de corrosion de ces matériaux sont basées sur la mise en œuvre de techniques électrochimiques stationnaires conventionnelles. Deux techniques ont été utilisées afin d'évaluer le comportement électrochimique des deux alliages d'aluminium considérés :

- la chronopotentiométrie
- la voltampérométrie

Les techniques électrochimiques décrites ci-dessous nécessitent l'utilisation d'un montage à trois électrodes, à savoir une contre-électrode de platine, une électrode de référence au calomel saturée et enfin une électrode de travail c'est-à-dire l'échantillon d'étude, toutes trois reliées à un potentiostat. L'appareil utilisé est un potentiostat Autolab PGSTAT12 relié à un système d'acquisition de données. Les données enregistrées sont traitées grâce au logiciel GPES. Tous les essais de chronopotentiométrie et de voltampérométrie ont été réalisés sur des électrodes de travail préalablement polies dans les conditions décrites dans le paragraphe §2.1.1. L'ensemble des essais de caractérisation du comportement électrochimique a été réalisé à température ambiante (21°C), la température ayant été contrôlée. Un seul électrolyte a été considéré pour cette étude. Il s'agit d'une solution de NaCl à 0,5 M. Les solutions sont préparées à partir de chlorure de sodium solide Normapur de pureté 99,9% (VWR). Pendant toute la durée des essais, la solution est agitée au moyen d'un agitateur magnétique.

2.2.1. La chronopotentiométrie.

La chronopotentiométrie ou mesure d'OCP (Open Circuit Potential) est une technique électrochimique simple qui consiste à mesurer le potentiel libre de l'électrode au cours du temps d'immersion dans l'électrolyte sans courant imposé. Le potentiel tend à se stabiliser vers une valeur notée E_{corr} correspondant au potentiel de corrosion du matériau, à ne pas confondre avec la valeur de E_{corr} que l'on peut obtenir à partir du tracé des courbes $E = f(i)$ (voir voltampérométrie). Dans le cadre de ces travaux, des mesures d'OCP d'une durée de deux heures ont été réalisées.

2.2.2. La voltampérométrie.

La voltampérométrie est une technique électrochimique dont le principe consiste à appliquer une rampe de potentiel à l'électrode de travail et à mesurer sa réponse en courant pour finalement aboutir au tracé de courbes de polarisation potentiocinétique ($I = f(E)$).

La vitesse de balayage en potentiel doit être suffisamment lente pour obtenir un état quasi-stationnaire. Dans le cadre de ce travail, la vitesse choisie a été de 500 mV.h^{-1} et la plage de potentiels considérée de -1100 mV/ECS à -600 mV/ECS . Les expériences ont été réalisées avec un balayage en potentiel du domaine cathodique vers le domaine anodique, directement après immersion de l'électrode.

Le tracé de courbes de polarisation permet de mesurer certains paramètres cinétiques et thermodynamiques comme le potentiel et la densité de courant de corrosion ou bien encore d'observer d'éventuels potentiels de rupture caractéristiques du comportement électrochimique du matériau. Cette technique permet aussi d'identifier des phénomènes de passivation et d'activité des matériaux.

2.3. Techniques de caractérisation du comportement mécanique.

Les propriétés mécaniques des alliages sélectionnés ont été caractérisées en réalisant des essais de microdureté Vickers sous une charge de 100 grammes ($HV_{0,1}$) et des essais de traction.

Les essais de traction ont été réalisés grâce à une machine électromécanique MTS Insight[®] équipée d'un capteur de force de 30 kN sur des éprouvettes cylindriques à une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} . La géométrie des éprouvettes de traction testées est donnée sur la **Figure III-4**.

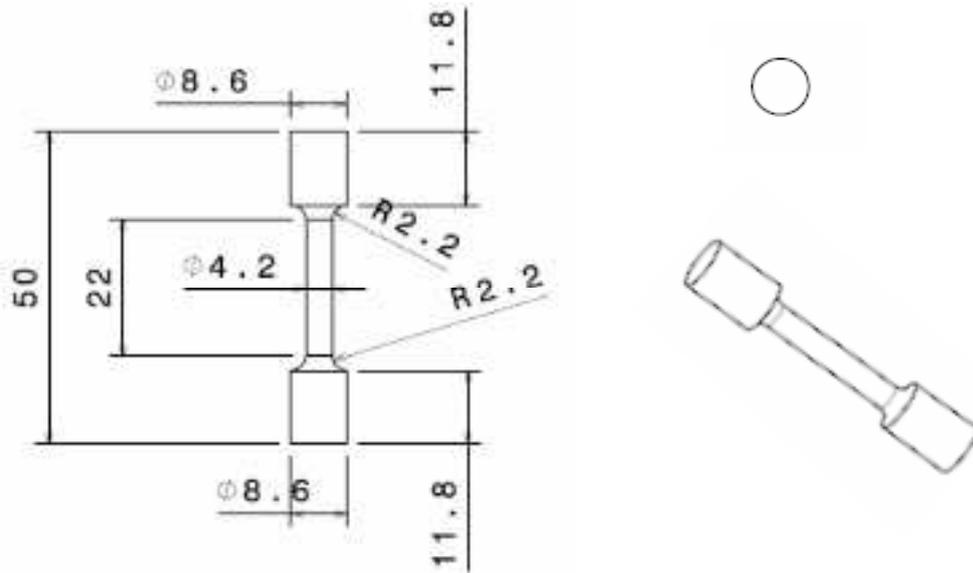


Figure III-4 : Plan des éprouvettes de traction – Dimensions en mm

2.4. Techniques expérimentales de caractérisation du comportement en fatigue-corrosion et corrosion sous contrainte.

Dans le cadre de l'analyse des sollicitations imposées en service aux faisceaux électriques automobiles, il a été mis en évidence l'existence de sollicitations mécaniques de type fatigue vibratoire pouvant engendrer une rupture prématurée des câbles. En parallèle, la présence d'agents agressifs au sein de l'environnement automobile engendre des phénomènes de corrosion pouvant eux-mêmes interagir avec ceux de fatigue. Il a donc été entrepris d'étudier l'influence de tels cycles de fatigue sur le comportement en corrosion des alliages d'aluminium sélectionnés préalablement. Des essais de fatigue sur éprouvettes pré-corrodées et des essais de fatigue-corrosion ont donc été réalisés. En parallèle, des essais de corrosion sous contrainte sur éprouvettes de traction ont été réalisés afin d'identifier si la nature même des sollicitations mécaniques externes, c'est-à-dire qu'elles soient statiques ou bien cycliques, pouvaient avoir un rôle sur les mécanismes d'endommagement observés.

Ainsi, dans cette partie du chapitre, le banc d'essais de fatigue-corrosion développé spécifiquement pour cette étude sera présenté dans un premier temps. La conception et l'installation complète du banc d'essai ont été réalisées au sein du CIRIMAT en grande partie grâce au travail d'Athie Frantao, stagiaire IDIM, que je tiens particulièrement à remercier. Dans un second temps, les conditions expérimentales des essais de fatigue et de fatigue-corrosion seront détaillées. Finalement, la présentation des essais de corrosion sous contrainte clôturera ce chapitre.

2.4.1. Développement expérimental.

L'objet de ce paragraphe est de présenter les éléments constitutifs du banc d'essais et de décrire le système de circulation de l'électrolyte associé.

- *Définition du cahier des charges.*

Le banc d'essais de fatigue-corrosion doit permettre :

- d'appliquer un chargement mécanique cyclique avec un pilotage précis des contraintes appliquées
- d'assurer un suivi électrochimique
- de réguler la température de l'électrolyte
- d'assurer une mise en circulation continue de l'électrolyte
- d'assurer une étanchéité absolue de la cellule de corrosion durant les essais de fatigue.

- *Description du banc d'essais de fatigue-corrosion.*

Le banc d'essais de fatigue-corrosion combine les appareils suivants (*Figure III-5*) :

- une machine de fatigue BOSE ElectroForce 3330[®] reliée au logiciel Wintest[®]
- un potentiostat Autolab PGSTAT12[®] relié au logiciel GPES[®]
- une cellule de corrosion
- un thermostat-cryostat JULABO[®]
- un échangeur Pyrex A VITECV[®]
- une pompe péristaltique à eau HEIDOLPH[®] permettant la circulation de l'électrolyte.

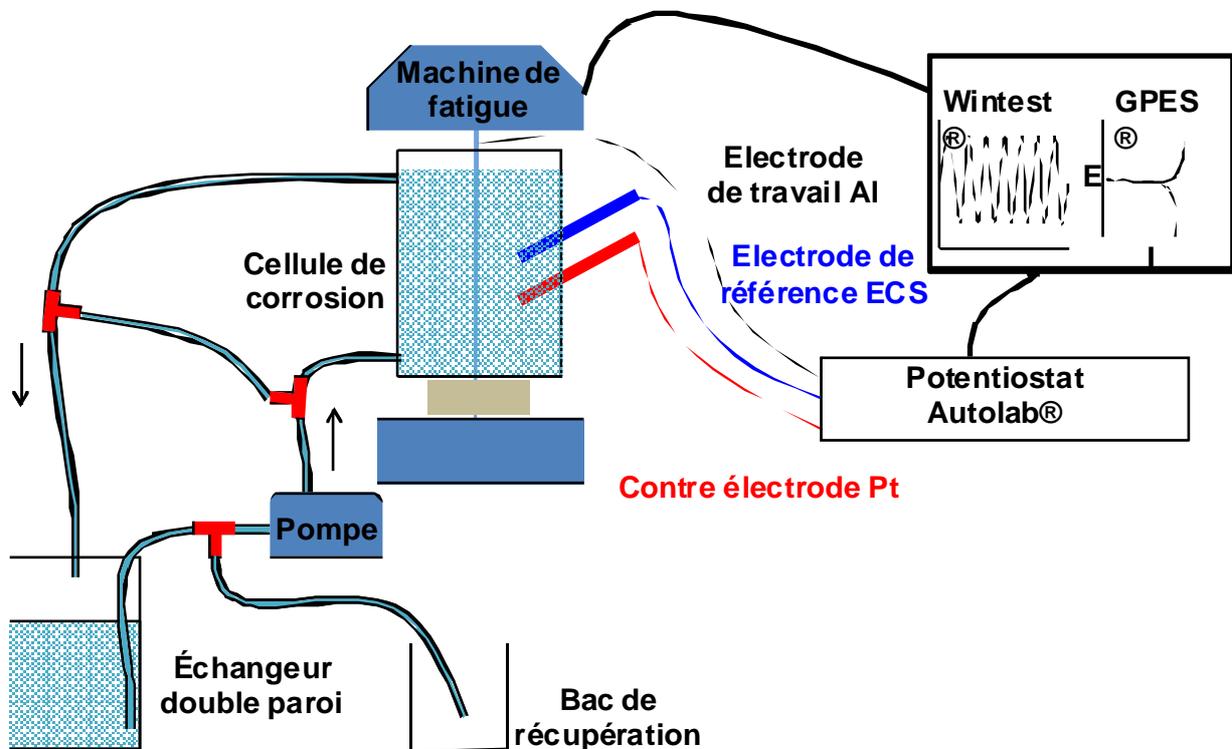


Figure III-5 : Schéma de principe du banc d'essai de fatigue-corrosion

L'application des contraintes mécaniques cycliques est assurée par une machine de fatigue BOSE ElectroForce[®] 3330 équipée d'une cellule de force de capacité 3 kN lors d'un

chargement cyclique. Les fréquences d'utilisation de la machine peuvent varier de 10^{-5} Hz à 100 Hz. Les données enregistrées au cours d'un essai sont traitées grâce au logiciel WinTest®.

Afin de réaliser des essais de fatigue sur des éprouvettes immergées dans l'électrolyte corrosif, une cellule de corrosion, dont les plans ont été conçus par Jean-Claude Salabura, a été développée au sein du CIRIMAT. Le matériau de l'enceinte est du PMMA (polyméthacrylate de méthyle), ce qui lui permet de résister à la corrosion. La cellule permet le passage et l'installation des 3 électrodes nécessaires au suivi électrochimique. Sa capacité totale est de 2,8L.

La régulation de la température repose sur l'utilisation d'appareils ou de matériels supplémentaires, à savoir un thermostat-cryostat JULABO® capable de réguler la température d'un liquide à des valeurs comprises entre -30°C et $+100^{\circ}\text{C}$, mais aussi d'un échangeur Pyrex AVITECV®. En effet, les matériaux de la cuve et celui de la pompe du thermostat/cryostat n'étant pas adaptés pour recevoir un liquide corrosif, il est nécessaire d'utiliser un échangeur comme réservoir intermédiaire entre la cellule de corrosion et le thermostat-cryostat. Cet échangeur consiste en une enceinte à double paroi (*Figure III-6*). La paroi « externe » permet la circulation de l'eau régulée en température par le Julabo®. La paroi « interne » contient l'électrolyte qui est chauffé par conduction thermique à travers la paroi commune.

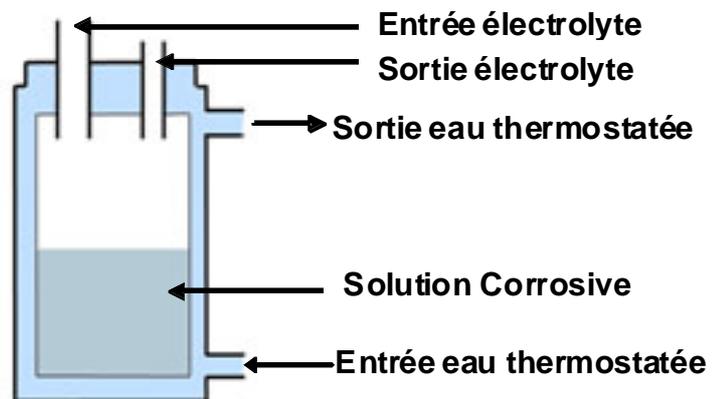


Figure III-6 : L'échangeur double paroi et son schéma de principe

- *Présentation du système de circulation de l'électrolyte.*

Afin d'éviter la stagnation du milieu corrosif dans la cellule, le banc d'essai est muni d'un système de circulation de l'électrolyte dont l'élément principal est une pompe péristaltique. La *Figure III-7* présente le schéma de principe de ce système. Avant un essai, la solution doit d'abord être régulée en température. Pendant l'essai, les vannes sont positionnées de façon à faire circuler l'électrolyte dans la cellule de corrosion (*Figure III-8*). Celle-ci se remplit par le fond et le trop-plein est évacué par le haut pour finalement revenir dans l'échangeur. A la fin de l'essai, la vidange s'effectue par le bas en faisant fonctionner la pompe péristaltique dans le sens inverse. La vidange peut s'effectuer soit dans le bac de récupération soit dans l'échangeur.

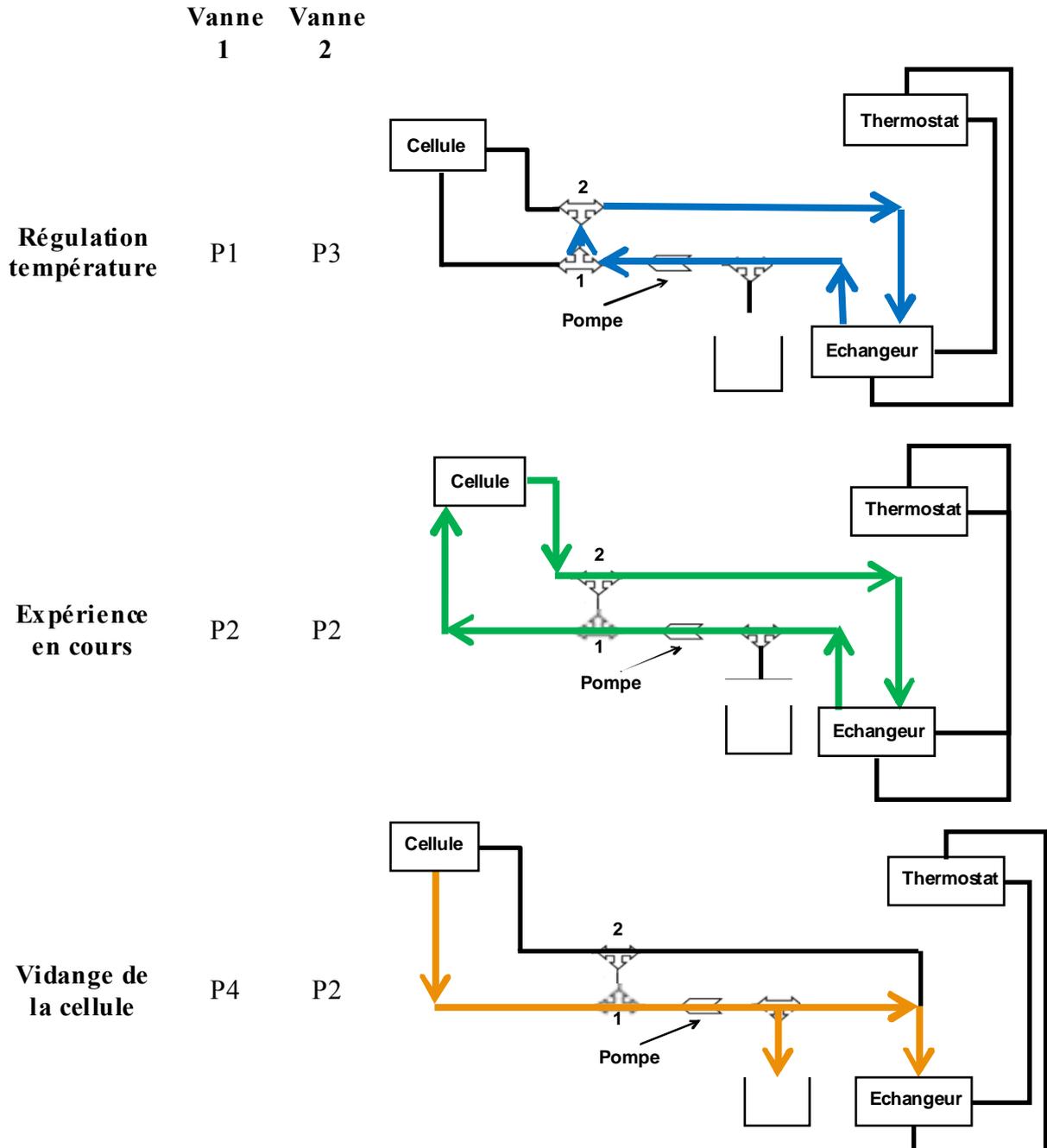


Figure III-7 : Schéma de principe de fonctionnement du système de circulation de l'électrolyte

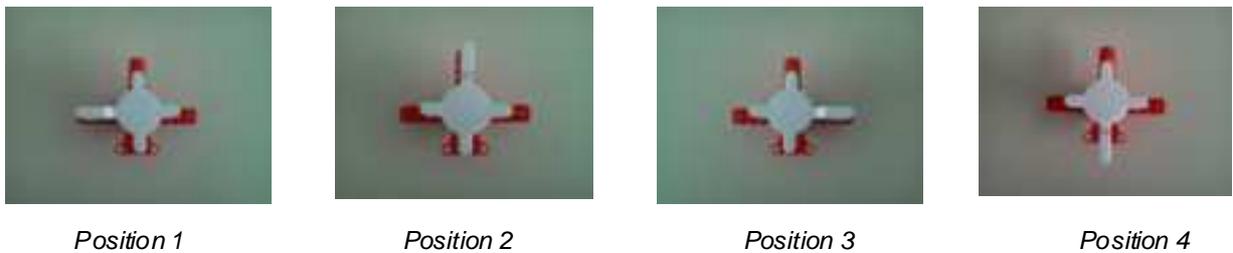


Figure III-8 : Principe d'utilisation des vannes

- *Présentation des mors et des éprouvettes.*

Afin de réaliser les essais de fatigue et de fatigue-corrosion, différents jeux de mors ont été conçus au CIRIMAT pour s'adapter à la géométrie des éprouvettes testées.

Pour les fils fins d'un diamètre de 0,51 mm, les essais de fatigue et de fatigue-corrosion sont réalisés directement sur les fils ; des mors en plexiglas avec un système de poulie limitant les frottements et permettant de ne pas réduire la section des têtes des éprouvettes ont donc été développés (**Figure III-9**). Le plexiglas a été choisi pour éviter d'éventuels problèmes de couplage galvanique au cours des essais de fatigue-corrosion. Ces mors ont aussi été utilisés pour réaliser des essais de traction sur des fils fins avec une vitesse de déformation fixée à 10^{-3} s^{-1} .

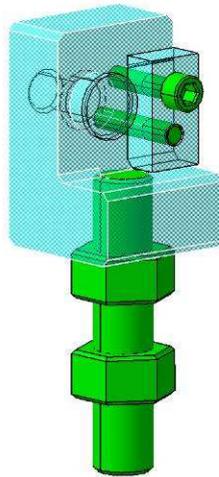


Figure III-9 : Mors avec un système de poulie pour les fils fins

Pour caractériser le comportement en fatigue et en fatigue-corrosion de l'ébauche, des éprouvettes cylindriques lisses avec têtes filetées ont été usinées. Pour ce type d'éprouvettes, il a également été nécessaire de développer des mors spécifiques en titane avec un système d'écrou et de contre-écrou en alumine directement vissé sur les têtes filetées afin d'éviter les problèmes de couplage galvanique entre les éprouvettes en alliage d'aluminium et les composants des mors en titane au cours des essais de fatigue-corrosion. La **Figure III-10** présente les schémas correspondant à cette géométrie d'éprouvettes et aux mors utilisés. Le capteur de force de la machine limité à 3 kN impose un diamètre maximal pour les éprouvettes. Les calculs permettant de déterminer ce rayon maximal de la zone utile a été réalisé en se basant sur les propriétés mécaniques de l'alliage AA 6101 à l'état revenu qui a une résistance à rupture de l'ordre de 250 MPa. Pour le calcul, une marge de sécurité de 300 N a été intégrée. On obtient donc un rayon de 1,75 mm soit un diamètre de zone utile de 3,5 mm.

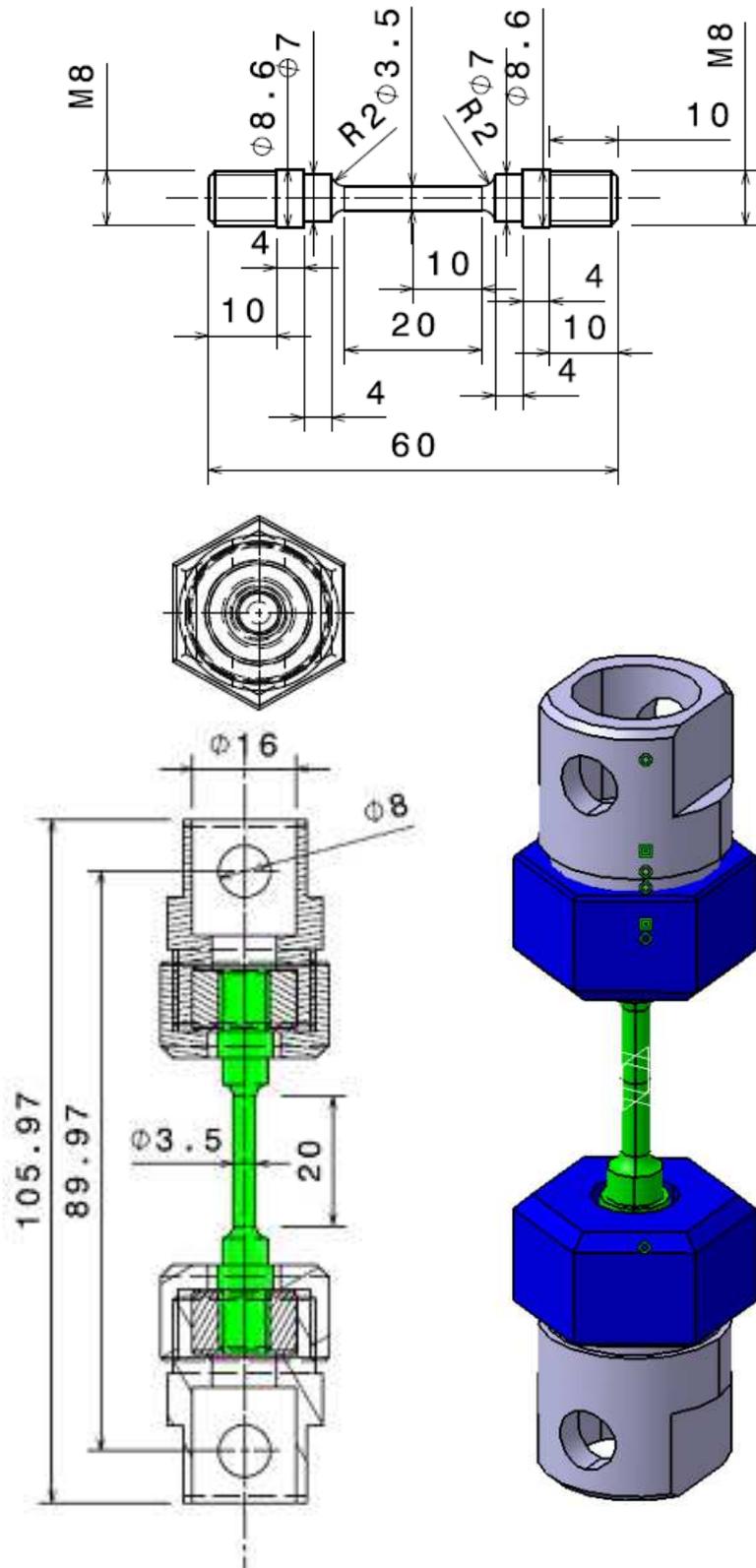


Figure III-10 : Plan des éprouvettes cylindriques à têtes filetées et des mors de fatigue-corrosion - dimensions en mm

2.4.2. Conditions d'essais.

La caractérisation du comportement en fatigue et en fatigue-corrosion est basée sur le tracé de courbes d'endurance de type Wöhler pour un rapport de charge $R = 0,1$ et une

fréquence $f = 50$ Hz. Ces courbes représentent le nombre de cycles nécessaire à la rupture de l'éprouvette testée pour un niveau de chargement donné (exprimé par la contrainte maximale ou l'amplitude de la contrainte).

Dans le cadre des essais réalisés dans ce travail, le trajet de chargement est de type sinusoïdal. Seuls trois niveaux de contraintes ont été considérés pour chaque état métallurgique.

Pour ce qui concerne l'alliage d'aluminium AA 6101, trois états microstructuraux ont été considérés, à savoir les ébauches aux états métallurgiques T4 et T4 +185°C-10h, afin d'évaluer l'influence du traitement de revenu sur la tenue du matériau en fatigue et fatigue-corrosion, mais aussi le produit élémentaire final c'est-à-dire le fil fin de diamètre final 0,51 mm à l'état métallurgique T9.

Afin d'évaluer l'influence de la corrosion sur l'abatement des propriétés de vie en fatigue et de relever une éventuelle sensibilité à la fatigue-corrosion, trois types d'essais ont été réalisés :

- des essais de fatigue à l'air sur des éprouvettes non corrodées. Les résultats obtenus servent de référence.
- des essais de fatigue à l'air sur des éprouvettes pré-corrodées en milieu NaCl 0,5M pendant 24 heures et 72 heures.
- des essais de fatigue-corrosion : les éprouvettes sont immergées en milieu NaCl 0,5M pendant les essais de fatigue (éprouvettes dites « éprouvettes immergées »).

2.4.3. Essais de corrosion sous contrainte (CSC).

Des essais de corrosion sous contrainte ont été également réalisés sur la machine de fatigue BOSE ElectroForce 3330® qui peut aussi fonctionner avec application d'une contrainte statique. Dans ce cas, la cellule de force est limitée à 2,1 kN. Pour ces essais, les vitesses de déformation ont été choisies afin que la durée des essais de CSC soit identique à la durée moyenne des essais de fatigue-corrosion. Trois durées d'essais ont donc été considérées à savoir 1h30, 2h et 4h pour respectivement des vitesses de déformation de $6,5 \cdot 10^{-5} \text{s}^{-1}$, $4,85 \cdot 10^{-5} \text{s}^{-1}$ et $2,4 \cdot 10^{-5} \text{s}^{-1}$. Les vitesses ont été choisies afin de laisser du temps à la corrosion de s'initier et de se propager. Un essai supplémentaire de CSC à déplacement imposé pour une sollicitation à 89% de la R_m a été réalisé en milieu NaCl 0,5M. La durée de l'essai est de 5 jours. Le but de ces essais est avant tout de comparer les faciès de rupture de CSC et de fatigue-corrosion pour évaluer l'influence de la nature du chargement sur la morphologie de l'endommagement observé. Ces derniers essais n'ont donc été réalisés que sur l'alliage AA 6101 à l'état métallurgique T4.

Références.

- [1] Fiche technique Rio Tinto Alcan 6101.
- [2] Certificat de Contrôle Qualité Rio Tinto Alcan.

Liste des figures, tableaux et équations.

Figure III-1 : Procédé de mise en forme des fils fins en alliage d'aluminium AA 6101	95
Figure III-2 : Procédé de mise en forme des fils fins en alliage d'aluminium AA 1310	96
Figure III-3 : Préparation des lames minces pour les fils fins	100
Figure III-4 : Plan des éprouvettes de traction – Dimensions en mm	103
Figure III-5 : Schéma de principe du banc d'essai de fatigue-corrosion	104
Figure III-6 : L'échangeur double paroi et son schéma de principe	105
Figure III-7 : Schéma de principe de fonctionnement du système de circulation de l'électrolyte	106
Figure III-8 : Principe d'utilisation des vannes	106
Figure III-9 : Mors avec un système de poulie pour les fils fins	107
Figure III-10 : Plan des éprouvettes cylindriques à têtes filetées et des mors de fatigue-corrosion– dimensions en mm	108
Tableau III-1 : Composition chimique (% massique) de la nuance d'aluminium 6101 T4 provenant de la coulée M2149 [2]	96
Tableau III-2 : Composition chimique (% massique) de la nuance d'aluminium 1310 F provenant de la coulée M2031 [2]	97

**Chapitre IV : Comportement en corrosion de
l'alliage AA 6101 T4**

Chapitre IV : Comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 T4

1. Microstructure et propriétés mécaniques.....	115
1.1. Evaluation de la taille et de la morphologie des grains.....	115
1.2. Microstructure et précipités.....	116
1.3. Propriétés mécaniques.....	118
2. Etude du comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 T4 en milieu NaCl 0,5M...	119
2.1. Mesure du potentiel libre en milieu NaCl 0,5M.....	119
2.2. Essais de polarisation potentiocinétique en milieu NaCl 0,5M.....	120
2.3. Influence de la teneur en ions chlorures sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 T4.....	129
2.4. Influence de l'agitation sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 T4.....	133
3. Conclusions.....	136
Références.....	138
Liste des figures, tableaux et équations.....	139

L'objectif de ce chapitre est de caractériser l'alliage AA 6101 à l'état métallurgique T4 tant d'un point de vue microstructural, que pour ce qui concerne ses propriétés mécaniques et son comportement en corrosion. L'idée est de constituer une base de résultats permettant de mieux appréhender dans la suite de cette étude l'évolution des différentes propriétés du matériau en fonction des diverses étapes du procédé de mise en forme. Dans tout ce chapitre, les propriétés de l'alliage AA 6101 T4 sont comparées à celles de l'alliage AA 1310 F, autre candidat potentiel pour les câbles qui sert ici de référence.

1. Microstructure et propriétés mécaniques.

1.1. Evaluation de la taille et de la morphologie des grains.

L'alliage AA 6101 T4 étudié a été laminé au cours du procédé de coulée continue, ce qui peut induire une anisotropie des grains tant au niveau de leur forme que de leur taille. Les observations au MO en lumière polarisée d'échantillons de cet alliage après oxydation anodique révèlent des grains d'une taille moyenne de 80-100 μm dans le plan transverse (*Figure IV-1 a*). Dans le plan longitudinal, la taille des grains est de l'ordre de 200 μm en peau du fil machine (*Figure IV-1 b*) et de l'ordre de 130 μm au cœur du matériau (*Figure IV-1 c*). A titre de comparaison, l'alliage AA 1310 F également étudié a été livré sous forme d'ébauche de 9,5 mm de diamètre avec une taille moyenne de grains de l'ordre de 1-2 μm .

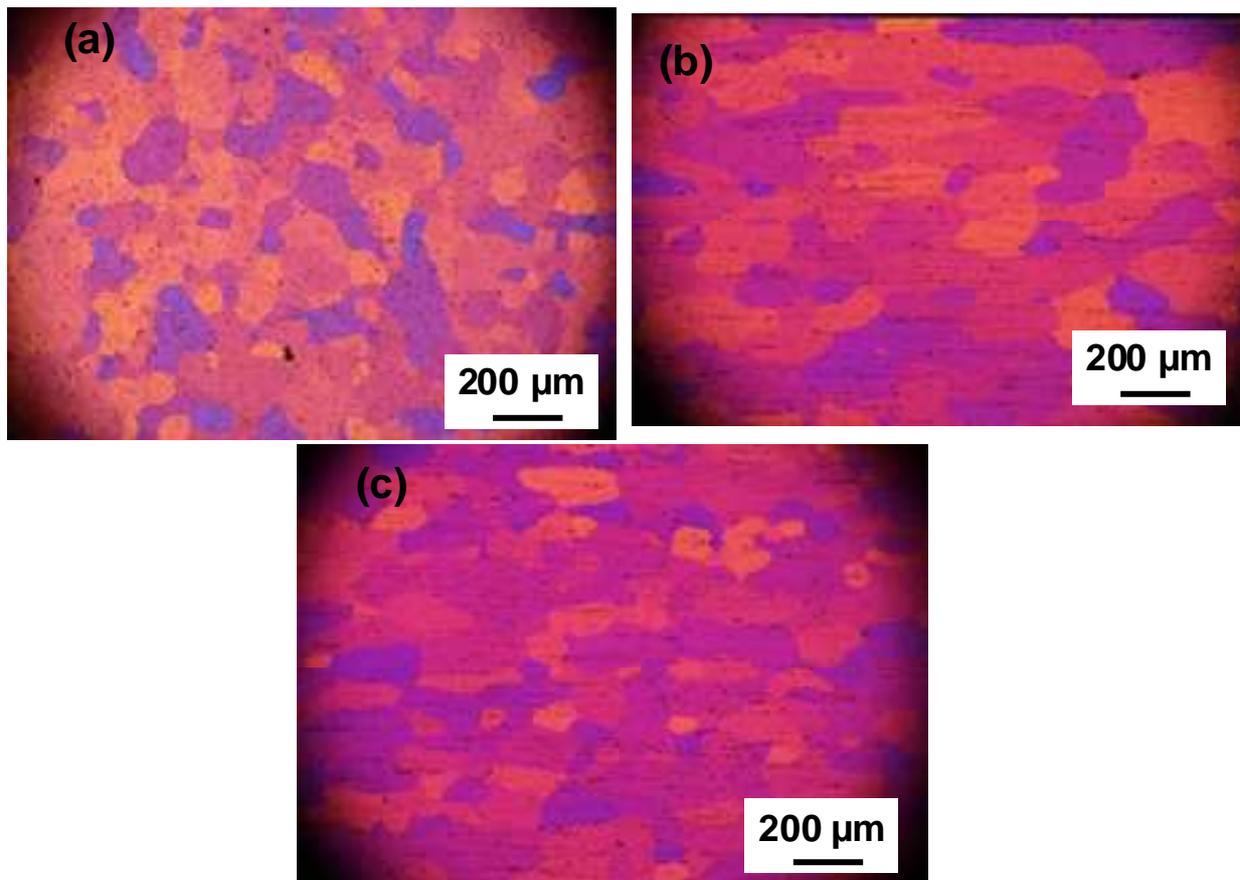


Figure IV-1 : Observations au MO en lumière polarisée de l'alliage AA 6101 T4 (a) plan transverse (b) plan longitudinal en peau de l'ébauche (c) plan longitudinal au cœur de l'ébauche

1.2. Microstructure et précipités.

L'oxydation anodique a aussi permis de révéler la présence de nombreux intermétalliques, déjà observables au MO en lumière polarisée. Des observations complémentaires au MEB ont permis de définir avec précision leur morphologie. Ces précipités se présentent sous forme de bâtonnets (dimension : 4-5 μm x 1 μm) ou sous forme plus globulaire (diamètre moyen de 3-4 μm) (**Figure IV-2 a**). Dans le plan longitudinal, les précipités sont alignés selon la direction de laminage (**Figure IV-2 b**), comme cela a été observé dans une autre étude [1]. Les analyses EDS ont permis d'identifier ces précipités comme des phases Al-Fe-Si (**Figure IV-2 c**).

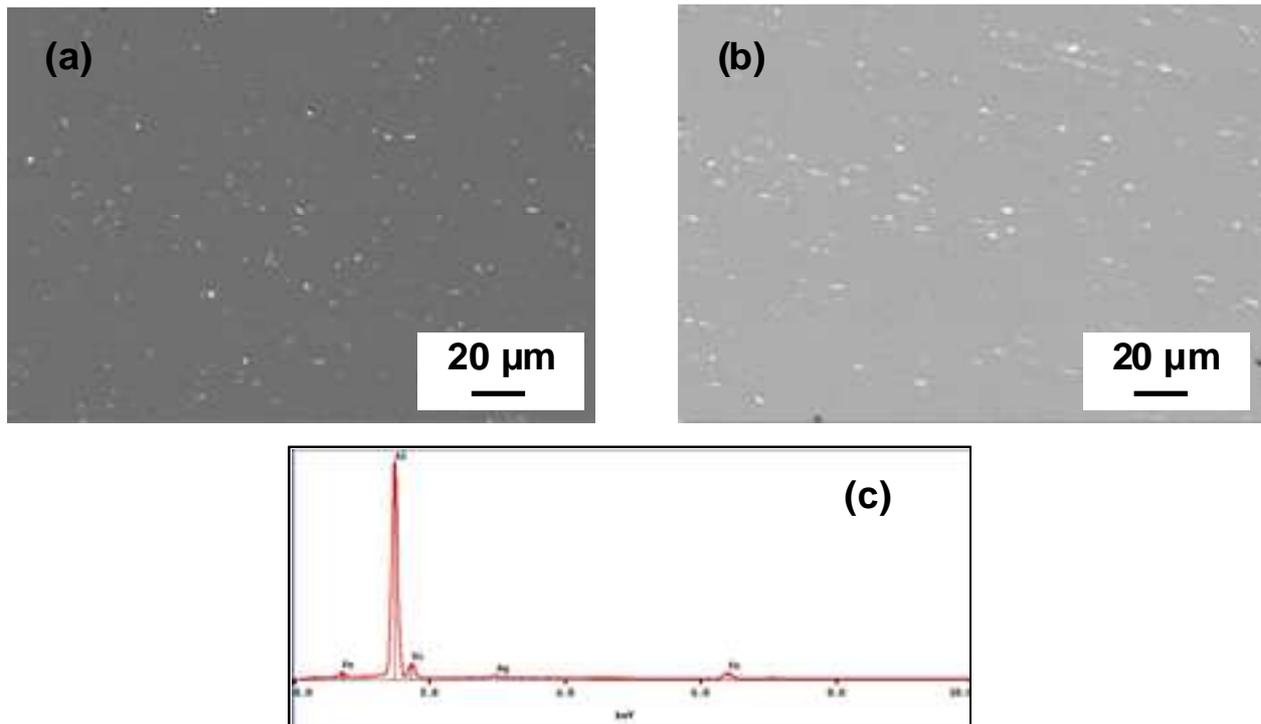


Figure IV-2 : Observations au MEB en électrons rétrodiffusés de la microstructure de l'alliage AA 6101 T4 (a) plan transverse (b) plan longitudinal (c) Analyse EDS des composés intermétalliques observables sur les figures 2(a) et 2(b).

L'observation au MET de l'alliage à l'état T4 a permis une caractérisation précise de cette précipitation intragranulaire grossière. Les **Figure IV-3 a, c et e** présentent trois types de précipités Al-Fe-Si présents dans la matrice : le premier type de précipités avec un ratio Fe/Si égal à 1 et les deux autres avec un ratio égal à 2. La **Figure IV-3 b** correspond à un diagramme de diffraction expérimental, indexé selon l'axe de zone [011], associé au précipité grossier de rapport Fe/Si égal à 1. Les distances inter-réticulaires mesurées correspondent au composé tétragonal $\text{Al}_9\text{Fe}_2\text{Si}_2$ de paramètres de maille $a = b = 6,15 \text{ \AA}$, $c = 20,8 \text{ \AA}$ [2]. Il correspond au composé $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ répertorié par N. Belov [3]. La **Figure IV-3 d** correspond à un premier type de précipité ayant un ratio Fe/Si égal à 2. L'analyse du diagramme de diffraction, indexé selon l'axe de zone [001], révèle qu'il s'agit du précipité $\text{Al}_{17}(\text{Fe},\text{Mn})_4\text{Si}_2$ (cubique, $a = 12,56 \text{ \AA}$) [2]. L'analyse du diagramme de diffraction indexé selon l'axe de zone [4-2-23] permet de conclure que le second type de précipité ayant un ratio Fe/Si égal à 2 est le composé $\text{Al}_7\text{Fe}_2\text{Si}$ (hexagonal, $a = b = 12,40 \text{ \AA}$, $c = 26,34 \text{ \AA}$, $\gamma = 120^\circ$). Il correspond à la phase $\alpha\text{-Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$ déjà observée par N. Belov [3]. Pour comparaison, l'alliage AA 1310 F présente lui aussi de nombreux précipités riches en fer et identifiés au MET comme étant des

composés Al_3Fe (monoclinique $a = 15,49 \text{ \AA}$, $b = 8,083 \text{ \AA}$, $c = 12,47 \text{ \AA}$ et $\beta = 107,72^\circ$) et $\text{Al}_{17}(\text{Fe,Mn})_4\text{Si}_2$ (cubique, $a = 12,56 \text{ \AA}$) [2].

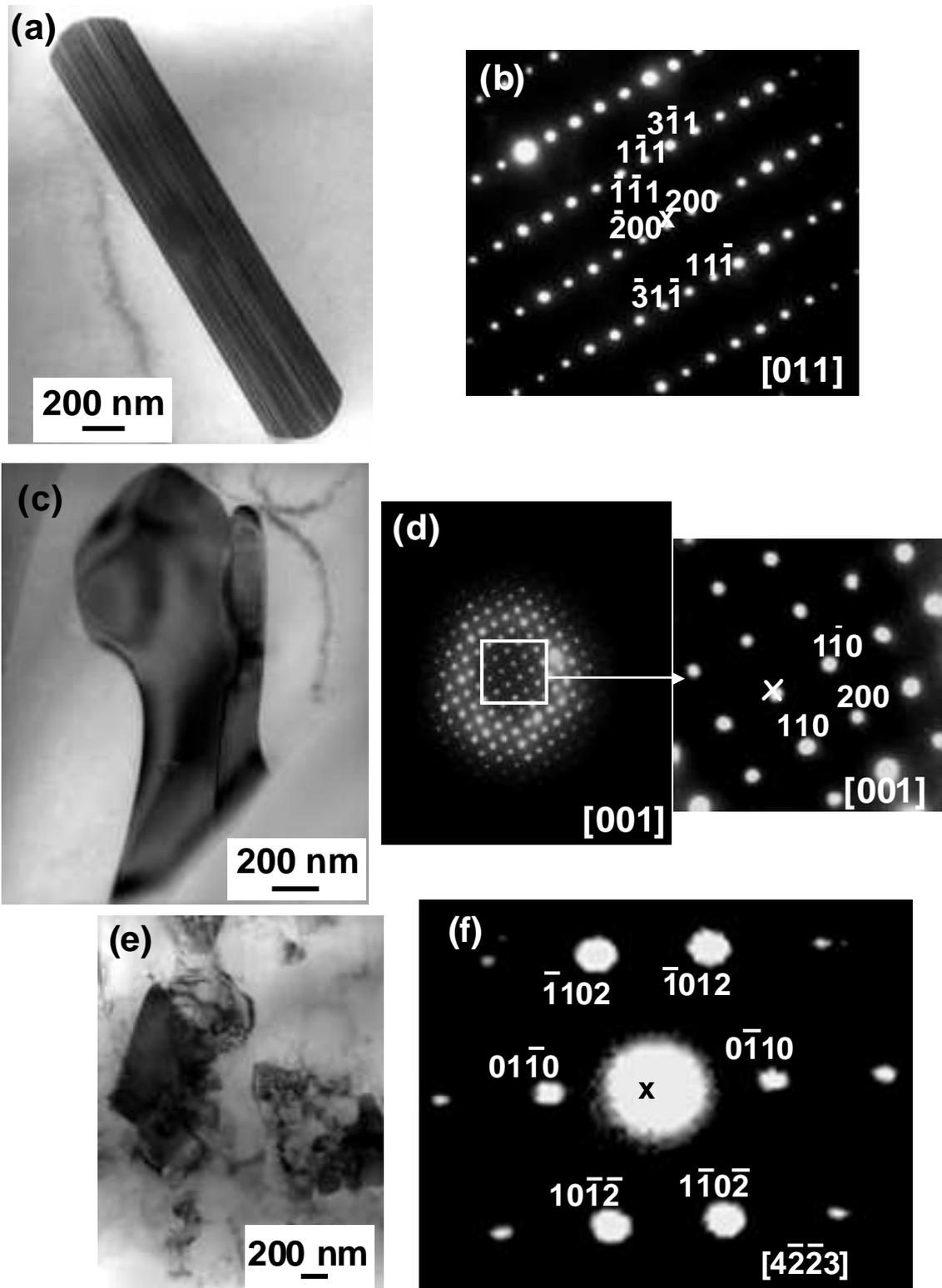


Figure IV-3 : Observations au MET de la microstructure de l'alliage AA 6101 T4 (a) composé $\text{Al}_9\text{Fe}_2\text{Si}_2$ (b) diagramme de diffraction du composé $\text{Al}_9\text{Fe}_2\text{Si}_2$ (c) composé $\text{Al}_{17}(\text{Fe,Mn})_4\text{Si}_2$ (d) diagramme de diffraction du composé $\text{Al}_{17}(\text{Fe,Mn})_4\text{Si}_2$ (e) composé $\text{Al}_7\text{Fe}_2\text{Si}$ (f) diagramme de diffraction du composé $\text{Al}_7\text{Fe}_2\text{Si}$

1.3. Propriétés mécaniques.

Afin de prévoir approximativement les niveaux de chargement à appliquer pour les essais de fatigue-corrosion qui seront présentés dans le chapitre VI, une caractérisation préalable des propriétés mécaniques statiques du matériau est nécessaire. Le **Tableau IV-1** récapitule les valeurs de la limite d'élasticité ($R_{p0,2}$), de la résistance à rupture (R_m), de l'allongement à rupture (A%) et de la dureté Vickers sous 100g ($HV_{0,1}$) de l'alliage AA 6101 T4. Ces valeurs moyennées ont été extraites de trois courbes de traction tracées pour ces matériaux.

	$R_{p0,2}$	R_m	A%	$HV_{0,1}$
AA 6101 T4	90 ± 3	187 ± 4	36 ± 2	61 ± 3
AA 1310 F	85 ± 3	110 ± 2	29 ± 1	38 ± 1

Tableau IV-1 : Caractéristiques mécaniques de l'alliage AA 6101 T4

La **Figure IV-4** présente une courbe de traction représentative du comportement mécanique en traction des matériaux étudiés. Un phénomène de striction est observable sur les courbes, ce qui est vérifié sur les éprouvettes après rupture. En effet, des réductions de section de l'ordre de 45% et 55% sont mesurées après rupture respectivement pour les alliages AA 6101 T4 et 1310 F. Pour l'alliage AA 6101 T4, le faciès de rupture est de type ductile (**Figure IV-5**). Ce type de faciès, caractérisé par la présence de cupules, est dû à la présence des précipités intermétalliques grossiers de type Al-Fe-Si. Le faciès caractéristique de l'alliage AA 1310 F est identique.

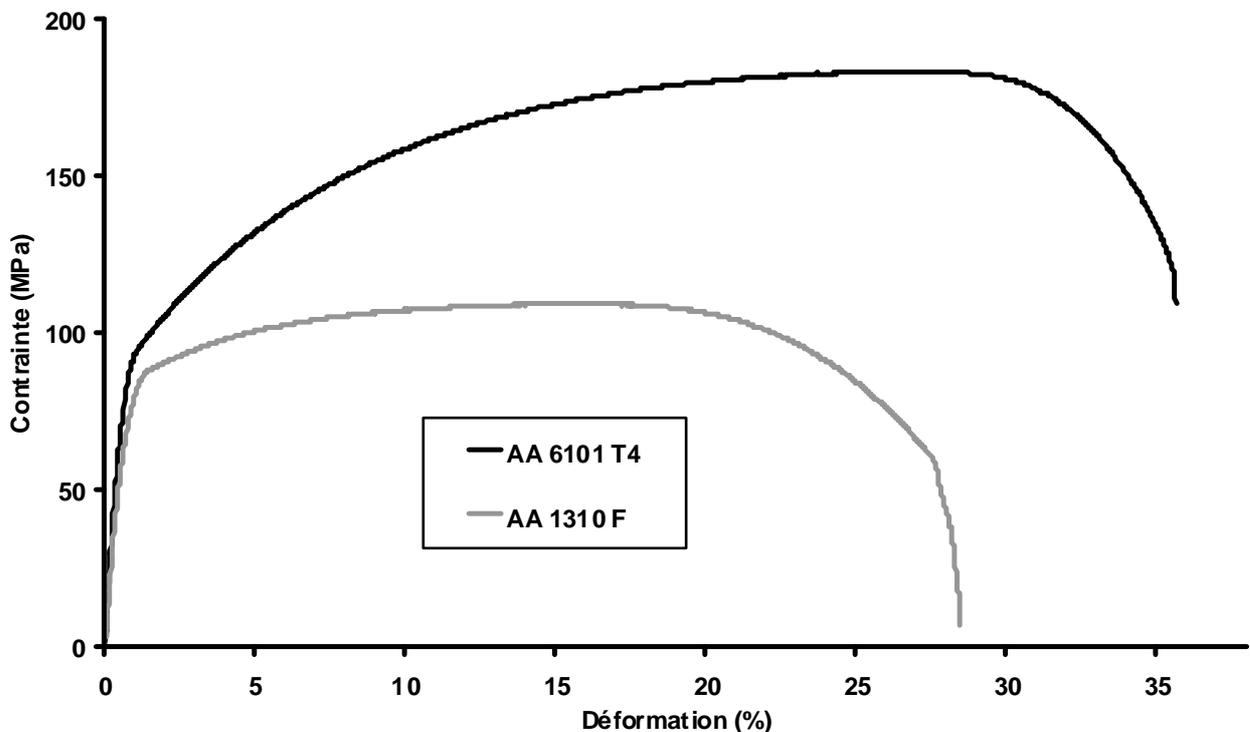


Figure IV-4 : Courbes de traction caractéristiques des alliages AA 6101 T4 et AA 1310 F.

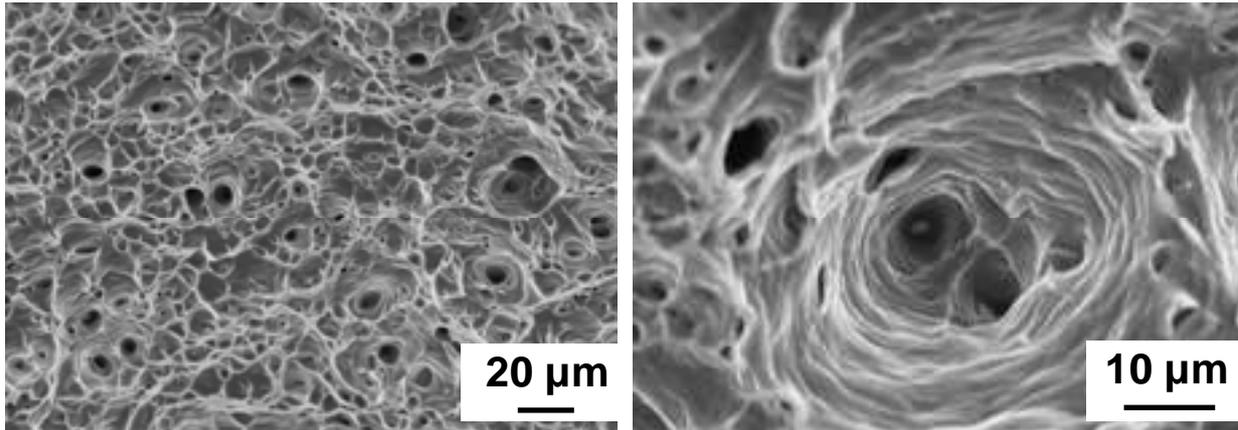


Figure IV-5 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture caractéristique de l'alliage AA 6101 T4

2. Etude du comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 T4 en milieu NaCl 0,5M.

2.1. Mesure du potentiel libre en milieu NaCl 0,5M.

Des mesures de potentiel libre d'une durée de deux heures, en milieu NaCl 0,5M, ont été réalisées pour déterminer le potentiel de corrosion de l'alliage AA 6101 T4 (*Figure IV-6*). Les résultats obtenus pour l'alliage AA 1310 F sont reportés sur cette figure à titre de comparaison. Une seule courbe est donnée pour chaque nuance d'alliage étant donné la reproductibilité des résultats. Le potentiel de corrosion de l'alliage AA 6101 est voisin de -790 mV/ECS en milieu NaCl 0,5M ; il est plus cathodique que celui de l'alliage AA1310F, proche de -760 mV/ECS. Les observations des électrodes suite aux essais électrochimiques mettent en évidence une dissolution de la matrice autour des précipités riches en fer pour les deux alliages (*Figure IV-7*).

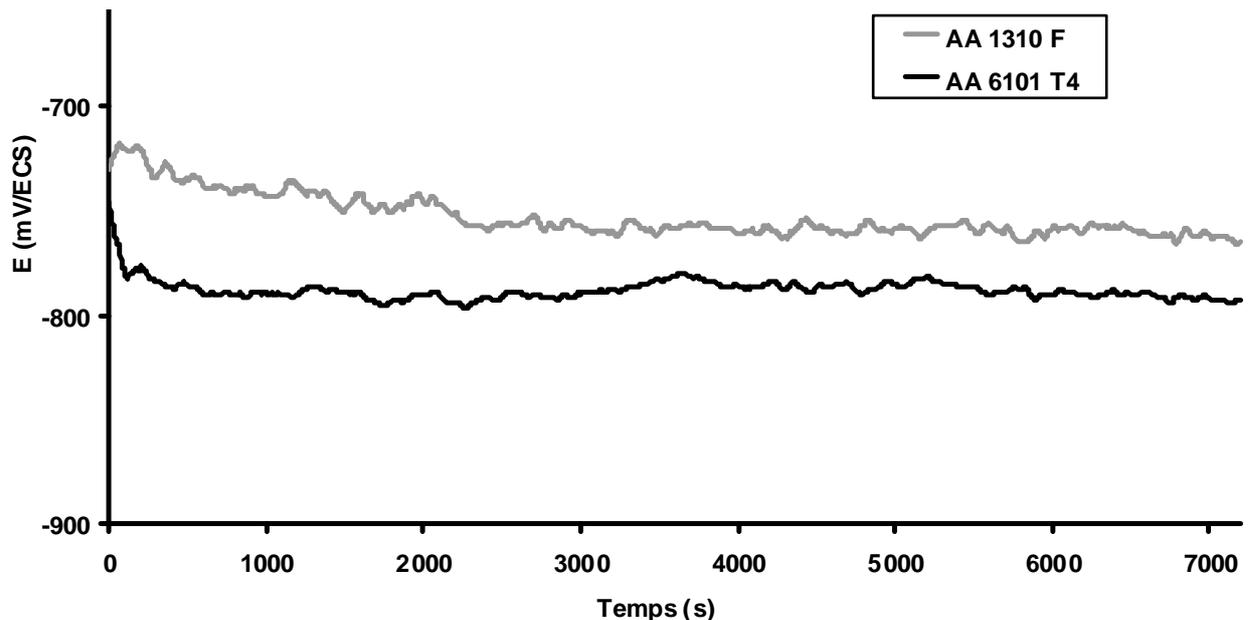


Figure IV-6 : Mesures de potentiels libres réalisées sur les alliages d'aluminium AA 1310 F et AA 6101 T4 en milieu NaCl 0,5M

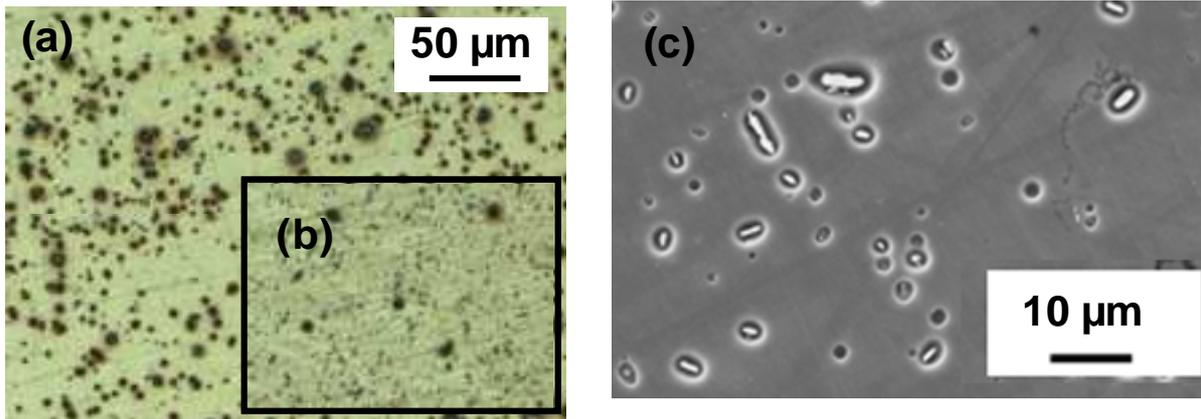


Figure IV-7 : Etat de surface des électrodes après les mesures d'OCP en milieu NaCl 0,5M
(a) AA 6101 T4 (b) AA 1310 F (même échelle) (c) AA 6101 T4 (MEB : électrons secondaires)

2.2. Essais de polarisation potentiocinétique en milieu NaCl 0,5M.

La **Figure IV-8** montre une courbe de polarisation potentiocinétique obtenue en milieu NaCl 0,5M pour l'alliage AA 1310 F. Un seul potentiel de rupture est observé. Il s'agit du potentiel de corrosion qui est voisin de -710 mV/ECS dans ce milieu.

La courbe intensité-potential peut être décrite de la façon suivante. Dans le domaine cathodique, elle est caractérisée, pour les potentiels les plus cathodiques, par un plateau correspondant à la réaction de réduction de l'oxygène avec une valeur de densité de courant cathodique égale à la densité de courant limite de diffusion de l'oxygène proche de $8 \cdot 10^{-5}$ A.cm⁻² (en valeur absolue). Ce plateau est suivi d'une droite de Tafel correspondant toujours à la réaction de réduction de l'oxygène. Après le potentiel de rupture qui correspond donc au potentiel de corrosion, la densité de courant anodique augmente rapidement jusqu'à des valeurs voisines de $2 \cdot 10^{-2}$ A.cm⁻². Ces essais montrent, qu'au potentiel de corrosion, l'alliage AA 1310 F est sensible à la corrosion localisée.

Après les essais de polarisation potentiocinétique, les électrodes de test ont été observées au microscope optique. La **Figure IV-9** montre :

- une dissolution de la matrice autour des intermétalliques grossiers de type Al₃Fe et Al-Fe-Si
- des piqûres actives qui s'initient au niveau des précipités Al₃Fe et Al-Fe-Si
- des filaments de corrosion qui partent des piqûres.

Cet endommagement en corrosion est identique à celui observé par différents auteurs dans leurs travaux sur le comportement en corrosion, en milieu NaCl, d'alliages d'aluminium contenant des précipités grossiers Al-Fe et Al-Fe-Si [4-5]. Ces phases constituent des zones privilégiées de fragilisation de la couche protectrice d'oxyde qui est fine ou inexistante au niveau de ces intermétalliques. Ces sites cathodiques sont donc le siège de la réaction de réduction de l'oxygène qui conduit à la formation d'ions hydroxyle HO⁻ [6]. Localement, le pH devient supérieur à 9,5 à proximité des précipités [5, 7]. Le film passif étant stable pour un pH compris entre 4 et 9 [8], celui-ci va être dissous à proximité des phases riches en fer. Cette forme de corrosion se caractérise par une dissolution de la matrice autour des précipités grossiers. Cette dissolution de l'aluminium va conduire à la formation d'une zone occluse à l'interface matrice/précipités au sein de laquelle des variations locales de la composition

chimique de la solution vont être observées. En effet, la dissolution de l'aluminium va s'accompagner d'un phénomène d'hydrolyse des cations Al^{3+} selon la réaction suivante :

- $\text{Al} \longrightarrow \text{Al}^{3+} + 3\text{e}^-$
- $\text{Al}^{3+} + 3\text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{Al}(\text{OH})_3 + 3\text{H}^+$
- $2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \longrightarrow \text{H}_2$

Cette hydrolyse entraîne une acidification dans la zone occluse à l'interface favorisant la dissolution locale de la matrice d'aluminium. Ce phénomène peut aussi entraîner un dégagement d'hydrogène gazeux, témoignage de la présence de piqûres actives participant à la propagation de la corrosion.

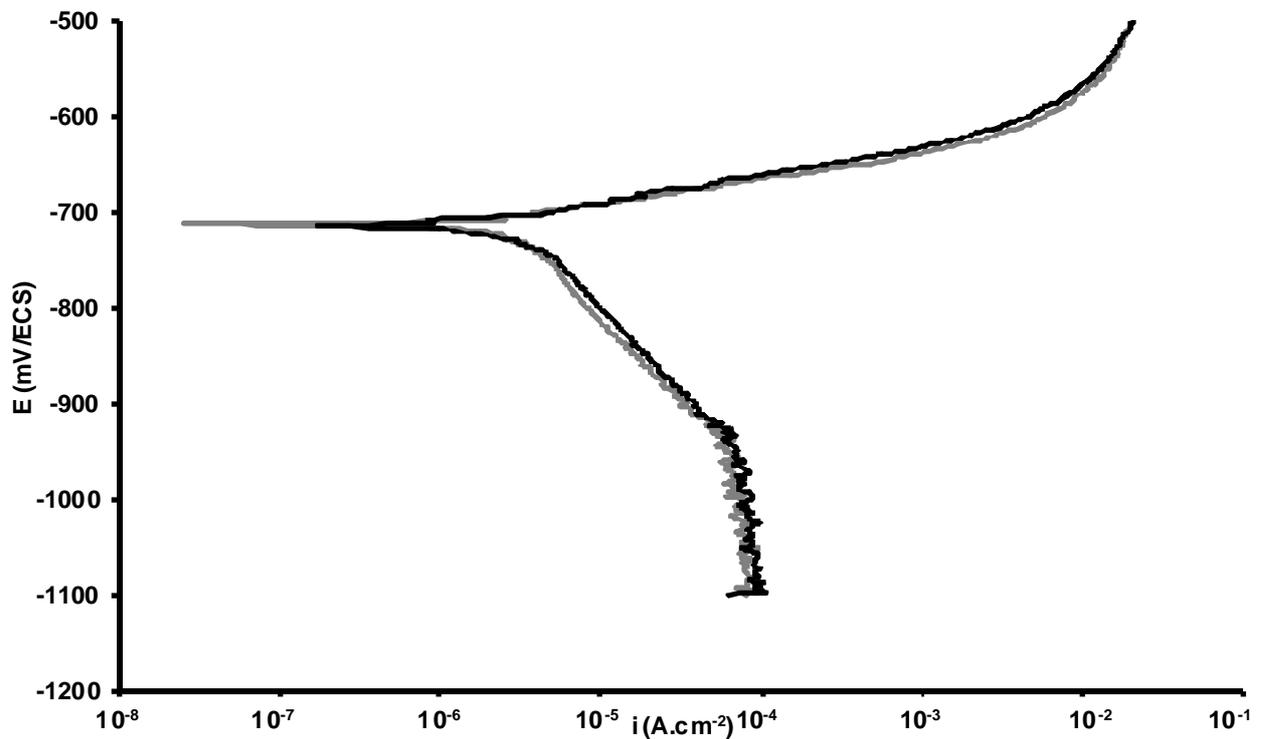


Figure IV-8 : Courbe de polarisation potentiocinétique de l'alliage AA 1310 F en milieu NaCl 0,5M. Vitesse de balayage en potentiel = 500 mV.h⁻¹

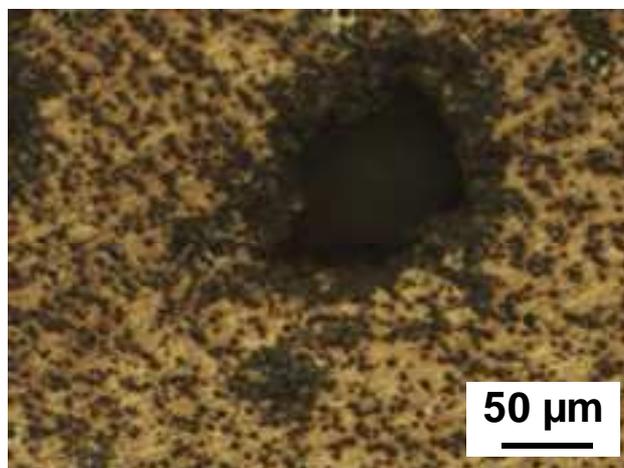


Figure IV-9 : Etat de surface de l'alliage AA 1310 F après les essais de polarisation potentiocinétique

L'étude du comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 T4 est plus complexe. En effet, contrairement à ce qui a été observé pour les courbes de polarisation potentiocinétique obtenues pour l'alliage AA 1310 F, deux types de courbes peuvent être observés pour l'alliage AA 6101 T4 lorsque les électrodes sont prélevées dans le sens transverse. Ainsi un (cas n°1) ou deux (cas n°2) potentiels de rupture ont été observés sur les courbes globales obtenues pour l'alliage AA 6101 T4 dans les mêmes conditions expérimentales (température, nature et concentration de l'électrolyte et préparation de surface de l'électrode) (*Figure IV-10*).

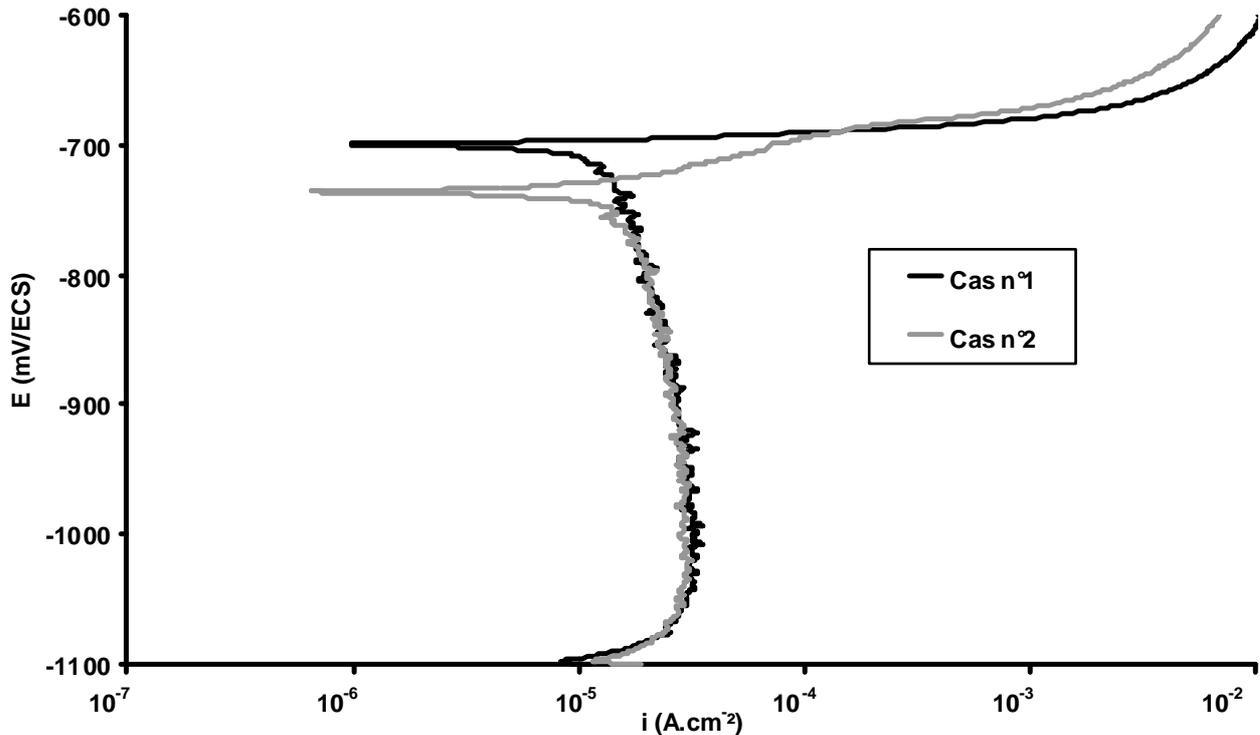


Figure IV-10 : Courbes de polarisation potentiocinétique caractéristiques de l'alliage AA 6101 T4 en milieu NaCl 0,5M. Vitesse de balayage en potentiel = 500 mV.h⁻¹

Pour ce qui concerne le cas n°1, la courbe globale présente un seul potentiel de rupture correspondant au potentiel de corrosion à -700 mV/ECS. Le domaine cathodique est caractérisé par un plateau de réduction de l'oxygène avec des valeurs de densité de courant cathodique égales à la densité de courant limite de l'oxygène et proches de $3 \cdot 10^{-5}$ A.cm⁻² (en valeur absolue). Après le potentiel de rupture, la densité de courant anodique augmente rapidement jusqu'à des valeurs voisines de $3 \cdot 10^{-2}$ A.cm⁻². Ces essais montrent, qu'au potentiel de corrosion, l'alliage AA 6101 T4 est sensible à la corrosion localisée en milieu NaCl 0,5M. Pour ce qui concerne le cas n°2, la courbe potentiocinétique globale présente deux potentiels de rupture. Le premier correspond au potentiel de corrosion et est voisin -725 mV/ECS. Après le potentiel de corrosion, le domaine anodique est caractérisé par un pseudo-palier de passivation correspondant à des valeurs de densité de courant anodique comprises entre 10^{-5} et 10^{-4} A.cm⁻². Ensuite, la courbe anodique présente un point d'inflexion correspondant au second potentiel de rupture à une valeur proche de -685 mV/ECS. Ce second potentiel de rupture correspond à une augmentation rapide de la densité de courant anodique jusqu'à des valeurs voisines de $3 \cdot 10^{-2}$ A.cm⁻². Comme cela a été observé dans le cas n°1, le domaine cathodique est caractérisé par un plateau de réduction de l'oxygène avec des valeurs de densité de courant cathodique comparables.

Les observations au MO et au MEB des électrodes après les essais de polarisation potentiocinétique révèlent que l'endommagement en corrosion est identique pour les deux cas de figure et mettent en évidence une dissolution de la matrice autour des précipités Al-Fe-Si ainsi que des piqûres actives reliées par des filaments de corrosion (**Figure IV-11 a et b**). La dissolution de la matrice semble s'effectuer selon certains plans cristallins de l'aluminium. Cette morphologie de corrosion a été déjà observée par R. Ambat *et al* [5]. Aucune trace de corrosion intergranulaire n'a été observée après les essais électrochimiques. Ces résultats sont en accord avec les observations au MET des joints de grains de l'alliage AA 6101 T4 qui ne révèlent ni la présence de précipités intergranulaires Mg_2Si ni l'existence d'une zone appauvrie (PFZ) autour des joints de grains (**Figure IV-12**), ces précipités et cette PFZ étant considérés comme responsables de la sensibilité à la corrosion intergranulaire des alliages de la série 6xxx sans cuivre [9-10].

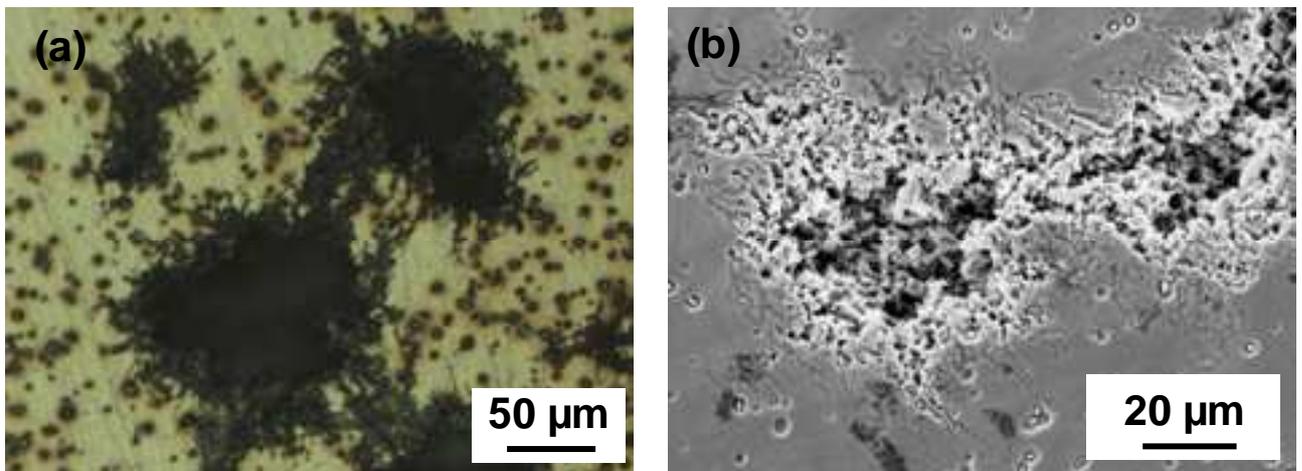


Figure IV-11 : Etat de surface de l'alliage AA 6101 T4 après les essais de polarisation potentiocinétique en milieu NaCl 0,5M (a) observation au MO (b) observation au MEB en électrons secondaires

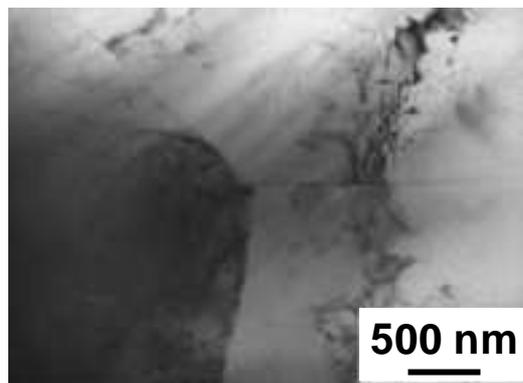


Figure IV-12 : Observation au MET d'un joint de grains de l'alliage AA 6101 T4

Ainsi, il peut être obtenu deux types de courbes de polarisation potentiocinétique pour l'alliage AA 6101 T4. Compte-tenu du fait que l'endommagement en corrosion présente deux morphologies distinctes (dissolution de la matrice autour des précipités et piqûres de corrosion), il est possible d'imaginer que les deux potentiels de rupture observés sur certaines courbes globales correspondent chacun à une forme de corrosion. Ainsi, il est possible de considérer que la courbe anodique élémentaire de l'alliage AA 6101 T4 présente toujours deux potentiels de rupture en milieu NaCl 0,5M et que chaque potentiel de rupture corresponde au potentiel d'initiation de l'une de ces deux formes de corrosion. Il resterait

ensuite à comprendre pourquoi ces deux potentiels de rupture ne sont pas toujours visibles sur les courbes globales.

Afin de valider ces hypothèses, des essais complémentaires ont été réalisés pour tenter de lier chaque potentiel de rupture de la courbe anodique élémentaire à un phénomène de corrosion. Ainsi, différents essais interrompus à des potentiels choisis, ont été réalisés dans des conditions opératoires identiques. Une analyse préalable de la distribution des potentiels de rupture a permis de déterminer ces potentiels d'arrêts (**Figure IV-13**). Les résultats montrent que dans le cas n°1, l'unique potentiel de rupture visible sur la courbe globale est compris entre des potentiels de -715 mV/ECS et -695 mV/ECS. Dans le cas n°2, le premier potentiel de rupture est observé pour des potentiels compris entre -745 mV/ECS et -715 mV/ECS et le second entre -695 mV/ECS et -685 mV/ECS. Ainsi, les potentiels d'arrêt choisis pour les essais interrompus sont :

- un potentiel de -755 mV/ECS correspondant à une valeur inférieure à tous les potentiels de rupture mesurés.
- un potentiel de -715 mV/ECS. Cette valeur est inférieure ou égale au seul potentiel de rupture de la courbe globale dans le cas n°1 mais aussi inclus dans la plage de potentiels du pseudo-palier de passivité dans le cas n°2.
- un potentiel de -700 mV/ECS qui correspond à une valeur légèrement inférieure au second potentiel de rupture dans le cas n°2.
- un potentiel de -620 mV/ECS, supérieur aux deux potentiels de rupture.

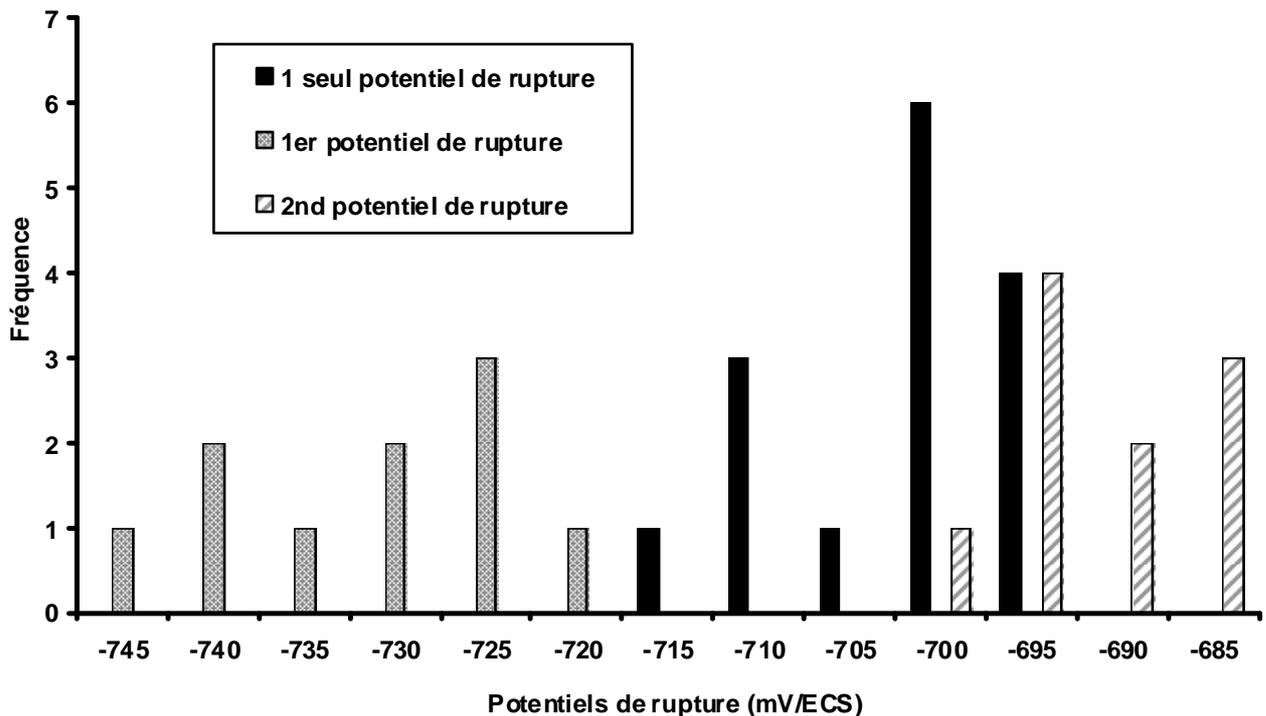


Figure IV-13 : Distribution des potentiels de rupture lors d'essais de polarisation potentiocinétique de l'alliage AA 6101 T4 en milieu NaCl 0,5M

Des observations au MO ont été réalisées après chaque essai de polarisation interrompu (**Figure IV-14 b-e**). Pour faciliter la compréhension des résultats obtenus, les potentiels d'arrêt choisis ont été indiqués sur une courbe de polarisation potentiocinétique présentant deux potentiels de rupture (**Figure IV-14 a**). Pour des potentiels inférieurs à -700 mV/ECS (**Figure IV-14 b-d**), l'endommagement en corrosion se caractérise uniquement par

la dissolution de la matrice autour des précipités Al-Fe-Si. Pour des potentiels supérieurs (*Figure IV-14 e*), de nombreuses piqûres liées par des filaments de corrosion ont été observées sur les électrodes. Ces résultats confirment que la courbe anodique élémentaire présente deux potentiels de rupture. Le premier est lié à l'activité des précipités Al-Fe-Si qui se traduit par une dissolution de la matrice adjacente et le second est lié à la croissance des piqûres et des filaments de corrosion.

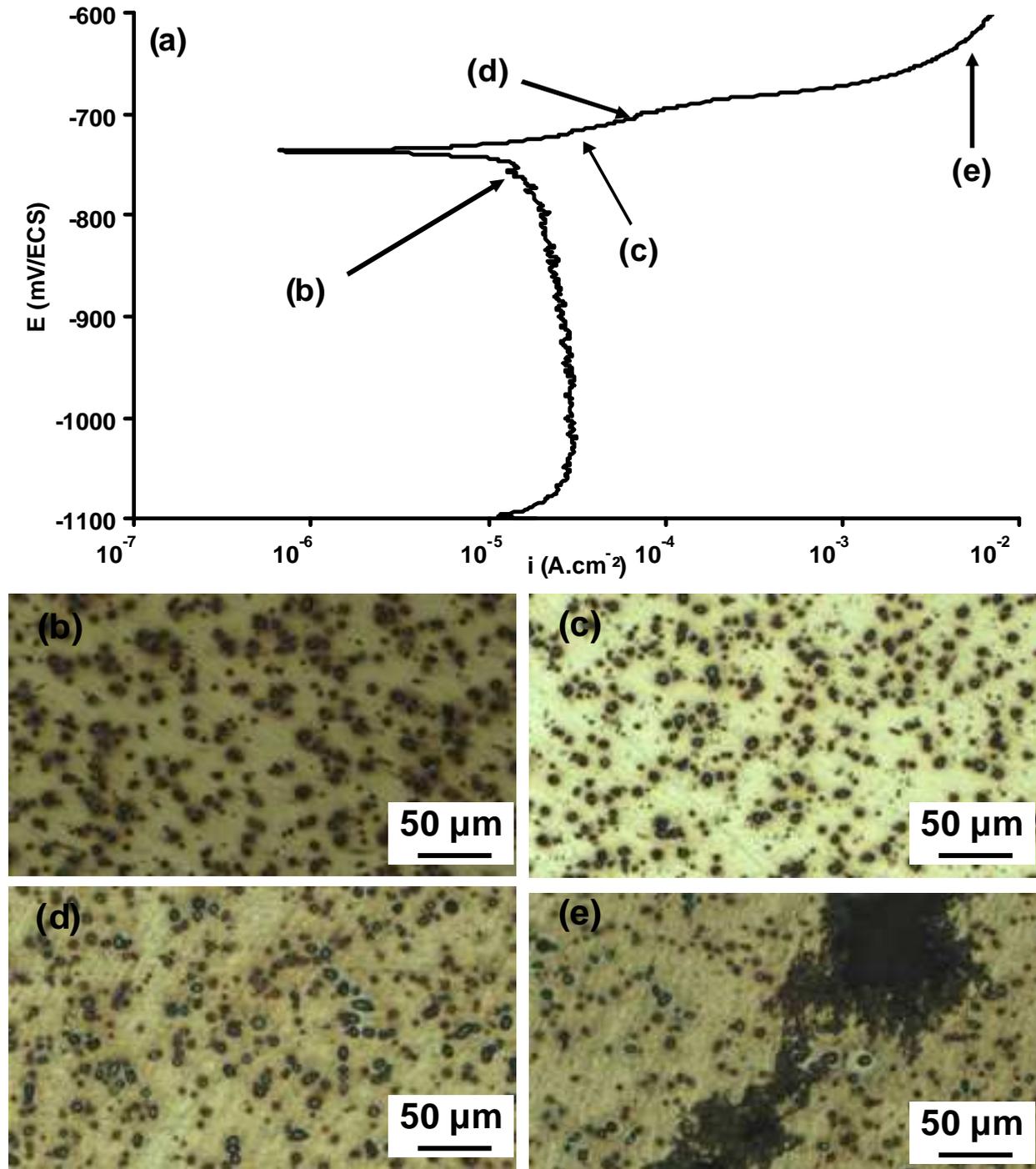


Figure IV-14 : Surfaces des électrodes de l'alliage AA 6101 T4 après les essais de polarisation potentiocinétique interrompue en milieu NaCl 0,5M (a) courbe de polarisation potentiocinétique avec deux potentiels de rupture ; les potentiels d'arrêt choisis sont indiqués sur la courbe en utilisant la référence de la micrographie correspondante (de b à e) (b) arrêt à -755 mV/ECS (c) arrêt à -715 mV/ECS (d) arrêt à -700 mV/ECS (e) arrêt à -620 mV/ECS

Le premier potentiel de rupture est donc lié à l'activité des précipités grossiers Al-Fe-Si et à la dissolution de la matrice avoisinante. Ce phénomène de corrosion est corrélé à un courant anodique et il est raisonnable de supposer que la densité de courant anodique soit liée à la densité surfacique des précipités Al-Fe-Si. Des essais de polarisation potentiocinétique complémentaires, interrompus à un potentiel de -715 mV/ECS (*i.e.* une valeur supérieure au premier potentiel de rupture dans le cas n°2) ont été menés pour confirmer cette hypothèse. Des observations au MO des électrodes après les essais électrochimiques, combinées avec une analyse, en utilisant le logiciel Image J, de la surface corrodée ont été réalisées. Un nombre important d'images a été analysé jusqu'à une stabilisation des valeurs du ratio surface corrodée/surface totale. Ensuite, les valeurs du ratio ont été considérées comme représentatives. Cette analyse a permis de déterminer la surface recouverte par les phases Al-Fe-Si, et ainsi d'estimer leur densité surfacique, en considérant que la surface corrodée est sensiblement la même que celle couverte par les précipités Al-Fe-Si. Ces résultats ont permis de corréler ces valeurs de densité surfacique avec le type de courbe de polarisation globale obtenue, *i.e.*, une courbe avec un ou deux potentiels de rupture. La **Figure IV-15** illustre les résultats obtenus et confirme qu'il y a bien une corrélation entre la densité surfacique de précipités Al-Fe-Si dans l'alliage AA 6101 T4 et le type de courbe de polarisation potentiocinétique obtenue. Le cas n°2 correspond à une densité surfacique de précipité Al-Fe-Si supérieure (environ 16%) que pour le cas n°1 (environ 13%). Ces résultats peuvent donc s'expliquer par une hétérogénéité dans la distribution des intermétalliques dans le plan parallèle à la génératrice du cylindre au sein de l'alliage.

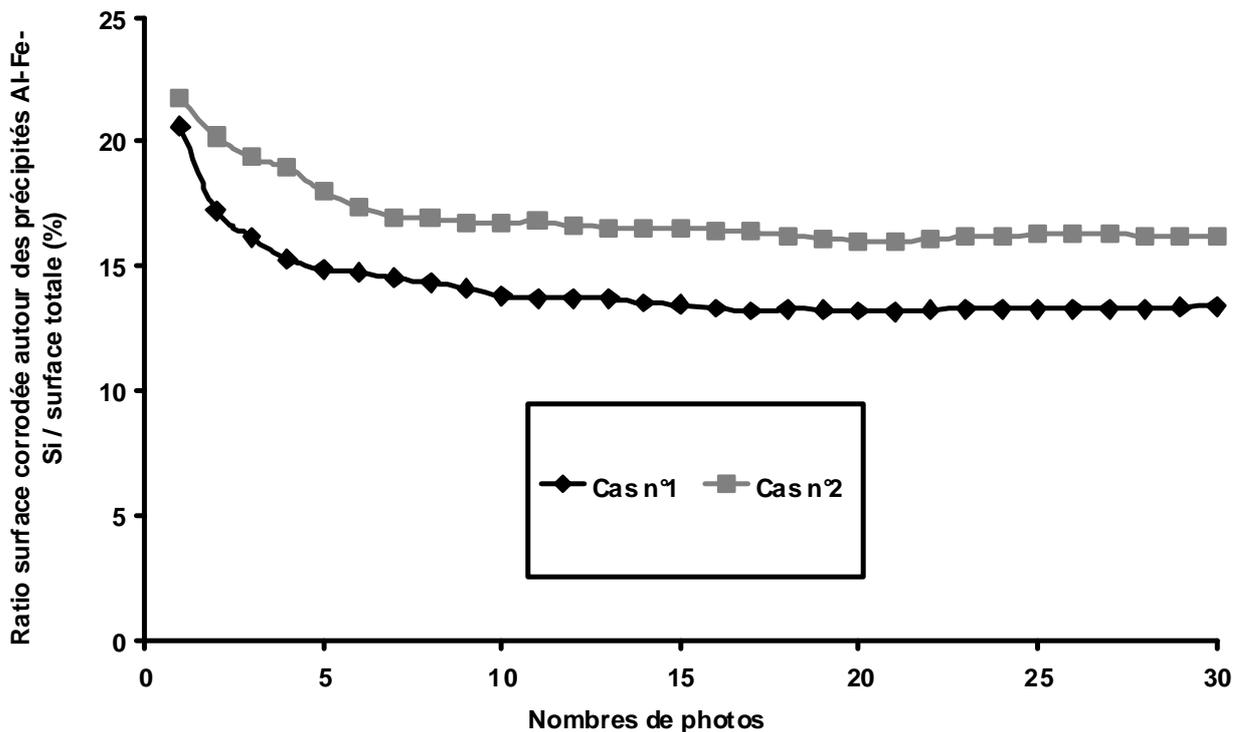


Figure IV-15 : Influence de la densité surfacique de précipités Al-Fe-Si sur le nombre de potentiels de rupture sur les courbes de polarisation potentiocinétique de l'alliage AA 6101 T4 en milieu NaCl 0,5M

Grâce à ces différents résultats, il est possible de proposer une représentation schématique des courbes de polarisation potentiocinétique de l'alliage AA 6101 T4 en milieu NaCl 0,5M (**Figure IV-16**). La courbe de polarisation potentiocinétique globale résulte de l'addition des courants cathodique (courbe cathodique élémentaire) et anodique (courbe

anodique élémentaire). Ainsi, la courbe globale résultante dépend des positions relatives des courbes élémentaires. La courbe cathodique élémentaire (représentée en bleu), reliée à la réduction de l'oxygène en solution, est représentée de façon classique par un palier de diffusion. Les courbes vertes correspondent à la courbe anodique élémentaire et les deux cas de figure sont considérés. La courbe globale est représentée en rouge. Etant donné que deux cas sont considérés pour la courbe anodique élémentaire, deux courbes globales sont aussi tracées. Les traits en pointillés représente le cas n°1 et les traits pleins le cas n°2. Dans les deux cas, la courbe anodique élémentaire présente d'abord un palier lié à la passivité de l'alliage. Ensuite, un premier potentiel de rupture est observé correspondant à une augmentation de la densité de courant anodique élémentaire lié à la réactivité des particules Al-Fe-Si et à la dissolution de la matrice autour de ces particules. Ces phénomènes de corrosion se traduisent par un palier de courant anodique (pseudo plateau de passivité). Pour ce qui concerne le cas n°1 (traits en pointillés), la densité de courant anodique élémentaire n'augmente que légèrement et reste inférieure à la densité de courant cathodique élémentaire car la densité surfacique de précipités Al-Fe-Si est faible. Dès lors, le premier potentiel de rupture et le pseudo-plateau de passivité présent sur la courbe anodique élémentaire ne sont pas visibles sur la courbe de polarisation globale. Un seul potentiel de rupture est donc observé ; il correspond à la croissance des piqûres et des filaments de corrosion qui génère un courant anodique suffisamment important pour devenir prépondérant par rapport au courant de réduction de l'oxygène. Pour ce qui concerne le cas n°2, la densité de courant anodique élémentaire correspondant à la réactivité des intermétalliques Al-Fe-Si augmente suffisamment pour devenir supérieure à la densité de courant cathodique élémentaire car la densité surfacique de précipités Al-Fe-Si est plus importante que dans le cas n°1. Ainsi, la courbe de polarisation potentiocinétique globale présente deux potentiels de rupture et le pseudo-palier de passivation. En effet, le second potentiel de rupture qui correspond à la croissance de piqûres et de filaments se traduit toujours par une densité de courant anodique élémentaire supérieure à la densité de courant cathodique élémentaire et donc ce second potentiel de rupture est toujours visible sur la courbe globale.

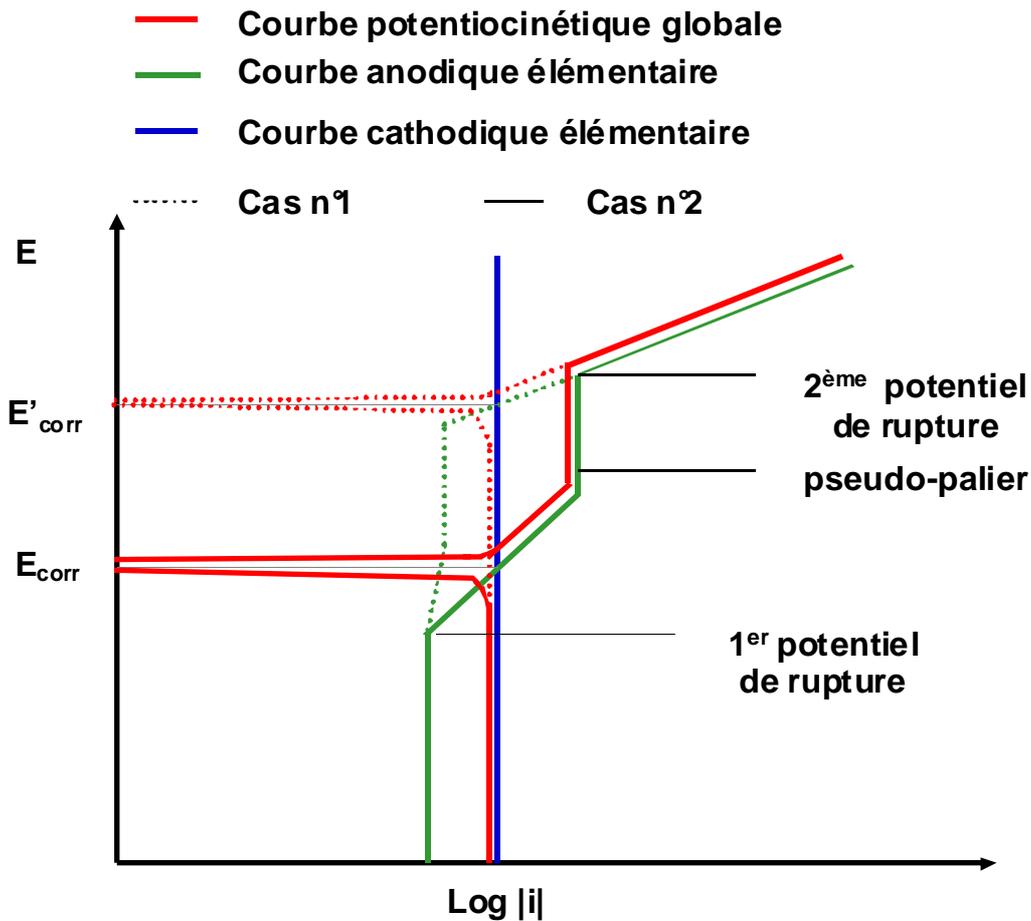


Figure IV-16 : Schéma présentant l'effet de la densité surfacique de précipités actifs sur l'allure des courbes de polarisation potentiocinétique de l'alliage AA 6101 T4 en milieu NaCl 0,5M

Des mesures de potentiel libre et des essais de polarisation potentiocinétique ont aussi été réalisés en milieu NaCl 0,5M sur des électrodes d'alliage AA 6101 T4 prélevées dans le plan longitudinal de l'ébauche. Concernant les mesures d'OCP, aucune différence n'a été observée par rapport aux résultats obtenus sur les électrodes prélevées dans le sens transverse. La valeur du potentiel de corrosion est de -790 mV/ECS et les observations de l'endommagement en corrosion révèlent uniquement de la dissolution de la matrice autour des précipités Al-Fe-Si. En revanche, les courbes de polarisation potentiocinétique obtenues pour le plan longitudinal présentent toujours un seul potentiel de rupture et sont similaires à celles obtenues dans le plan transverse pour le cas n°1. Le domaine cathodique est caractérisé par un plateau de réduction de l'oxygène avec des valeurs de densité de courant cathodique proches de $3 \cdot 10^{-5}$ A.cm⁻² (en valeur absolue). Après le potentiel de rupture (-700 mV/ECS), la densité de courant anodique augmente rapidement jusqu'à des valeurs voisines de $3 \cdot 10^{-2}$ A.cm⁻². Les morphologies de corrosion sont identiques à celles observées dans le plan transverse de l'ébauche : dissolution de la matrice autour des précipités Al-Fe-Si et corrosion par piqûres. Des essais interrompus à -715 mV/ECS ont été réalisés afin de valider les résultats précédents concernant l'influence de la densité surfacique de précipités actifs sur le nombre de potentiels de rupture visibles sur la courbe potentiocinétique globale. Une analyse de la surface recouverte par les précipités Al-Fe-Si a été réalisée en utilisant le logiciel Image J. Comme précédemment, le ratio surface corrodée/surface totale a été déterminé en utilisant un nombre important d'images ; il a été considéré que ce ratio est une bonne estimation de la densité surfacique des précipités Al-Fe-Si. La **Figure IV-17** illustre les résultats obtenus pour les

deux plans considérés avec, pour le plan transverse, les deux cas, *i.e.*, un ou deux potentiels de rupture sur la courbe $I=f(E)$ globale. Il apparaît que, pour le plan longitudinal, la densité surfacique de précipités actifs est égale à la densité mesurée pour le plan transverse dans le cas n°1. Ces résultats confirment que le nombre de potentiels de rupture observés sur la courbe de polarisation globale est lié à la densité surfacique de précipités grossiers Al-Fe-Si.

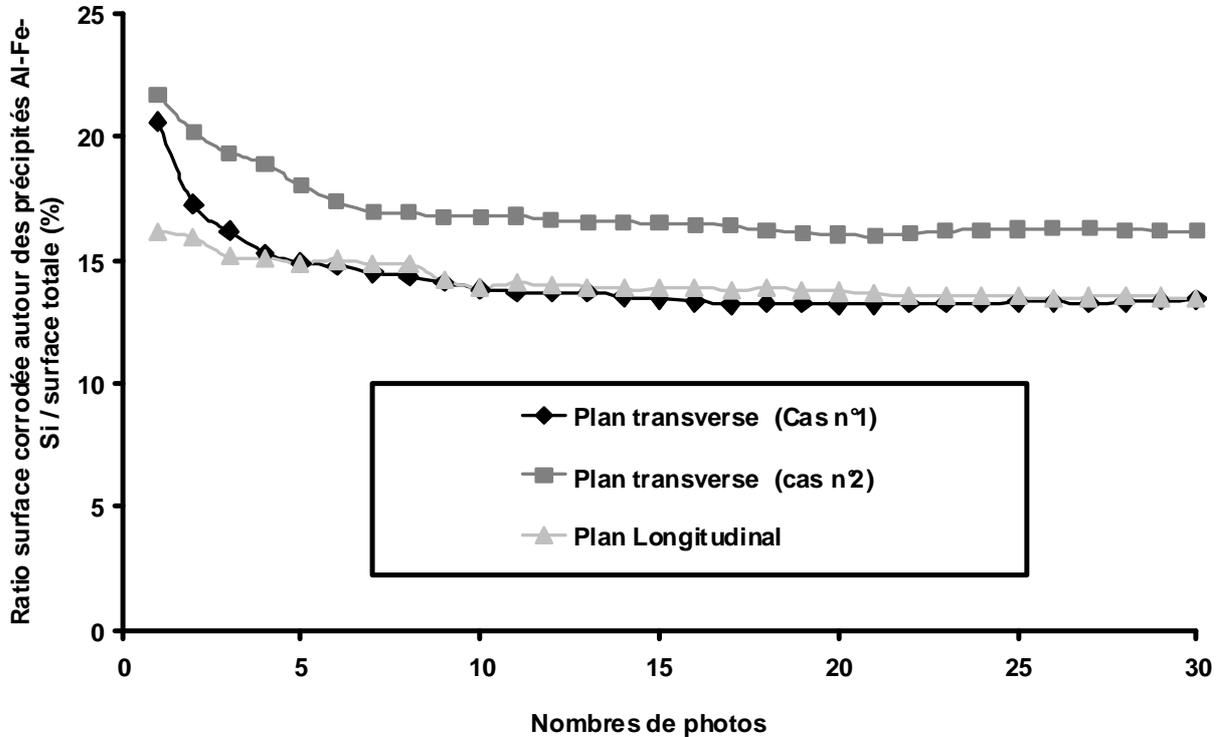


Figure IV-17 : Influence du sens de prélèvement sur la densité surfacique de précipités Al-Fe-Si et sur le nombre de potentiels de rupture sur les courbes de polarisation de l'alliage AA 6101 T4 en milieu NaCl 0,5M

Les résultats obtenus ont donc montré que le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 T4 est très fortement influencé par sa microstructure et en particulier par la distribution des précipités intermétalliques Al-Fe-Si. La synthèse bibliographique a montré que d'autres paramètres expérimentaux pouvaient aussi influencer le comportement en corrosion des alliages d'aluminium. Ainsi, deux paramètres supplémentaires ont été considérés dans cette étude à savoir la teneur en ions chlorures du milieu et la vitesse d'agitation de la solution d'étude.

2.3. Influence de la teneur en ions chlorures sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 T4.

Afin d'étudier l'influence de la concentration en ions chlorures sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 T4, des essais électrochimiques complémentaires ont été réalisés dans des solutions de NaCl 1M et 3M dans les mêmes conditions que celles testées précédemment. Pour les deux concentrations supplémentaires considérées, des mesures de potentiel libre ont été réalisées (*Figure IV-18*) ; les résultats obtenus en milieu NaCl 0,5M sont reportés pour comparaison. Les courbes montrent que l'augmentation de la concentration en ions chlorures conduit à un déplacement du potentiel libre vers des potentiels plus cathodiques. Les valeurs des potentiels libres mesurés sont listées dans le *Tableau IV-2*. Ces valeurs sont des moyennes calculées pour deux essais reproductibles. Ces résultats ont été

observés par différents auteurs [5, 11]. Ce déplacement du potentiel libre de l'alliage vers des potentiels moins nobles quand la concentration en ions chlorures augmente peut s'expliquer par l'agressivité des ions chlorures vis-à-vis de l'alliage AA 6101 T4.

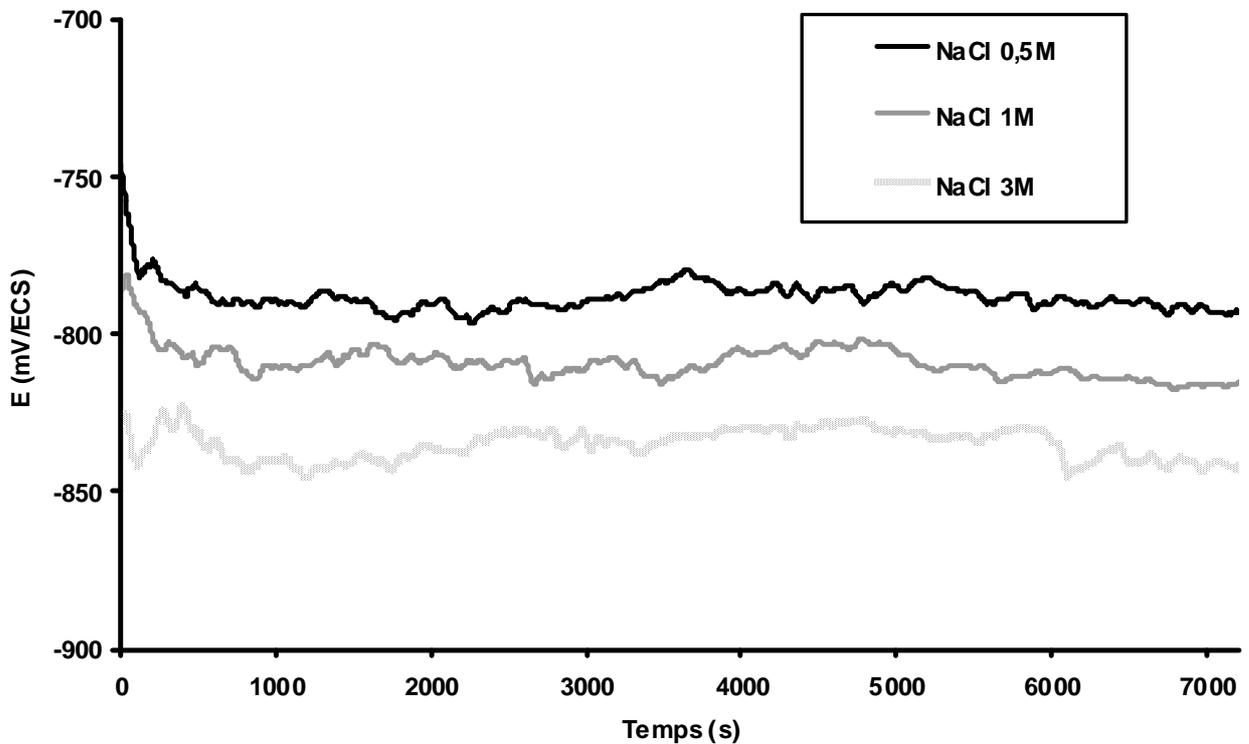


Figure IV-18 : Influence de la teneur en ions chlorures sur les valeurs de potentiel libre de l'alliage AA 6101 T4

Concentration en ions chlorures	OCP (mV/ECS)
0,5M	-790
1M	-815
3M	-840

Tableau IV-2 : Influence de la teneur en ions chlorures sur les mesures de potentiel libre de l'alliage AA 6101 T4

Les électrodes exposées aux différentes solutions d'étude ont été observées au microscope optique suite à ces essais de chronopotentiométrie. Les observations révèlent une dissolution de la matrice autour des précipités Al-Fe-Si, quelle que soit la concentration en ions chlorures considérée. Cependant, une analyse des surfaces corrodées, en utilisant le logiciel Image J, a été réalisée et montre clairement que la densité de surface corrodée augmente clairement avec la concentration en ions chlorures de la solution (**Figure IV-19**). Il faut noter ici que la notion de surface corrodée englobe non seulement la surface couverte par les précipités Al-Fe-Si mais également la surface correspondant à la matrice environnante corrodée ; il est impossible de distinguer les deux contributions. Quoiqu'il en soit, cette étude confirme l'agressivité des ions chlorures vis-à-vis de l'alliage AA 6101 T4.

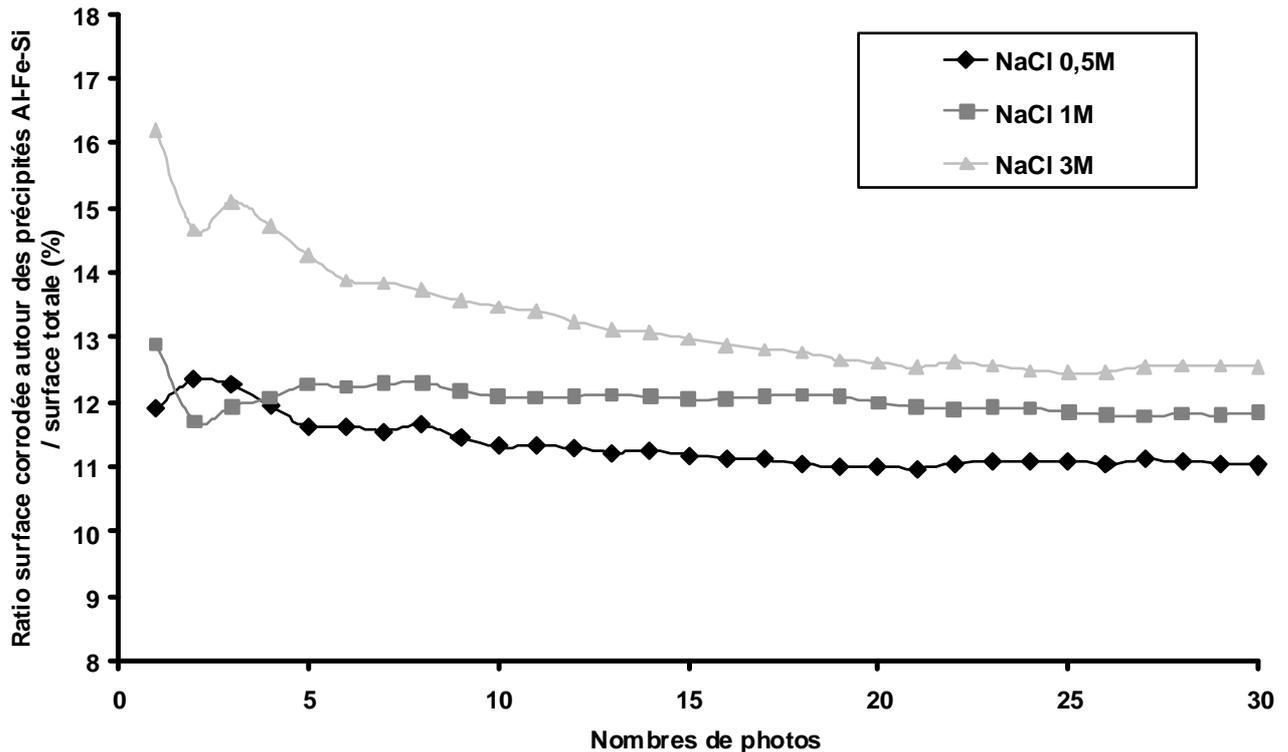


Figure IV-19 : Influence de la teneur en ions chlorures sur le ratio surface corrodée/surface totale après des mesures d'OCP de deux heures pour l'alliage AA 6101 T4

La **Figure IV-20** présente les courbes de polarisation potentiocinétique globales obtenues pour l'alliage AA 6101 T4 pour les trois concentrations en ions chlorures étudiées. Pour les essais de polarisation potentiocinétique réalisés en milieu NaCl 1M, les deux cas décrits précédemment (1 ou 2 potentiels de rupture sur la courbe globale $E=f(I)$) ont été obtenus alors qu'en milieu NaCl 3M, seules des courbes présentant un seul potentiel de rupture, égal au potentiel de corrosion, ont été obtenues. Pour la suite de l'étude, quelle que soit la concentration de la solution, seul le cas n°1 est considéré (un seul potentiel de rupture sur la courbe globale). Les courbes montrent clairement que l'augmentation de la teneur en ions chlorures conduit à une modification des densités de courant cathodique et anodique, ainsi qu'à un déplacement des potentiels de rupture vers des potentiels plus cathodiques ce qui corrobore les mesures de potentiel libre (**Tableau IV-3**). De plus, la densité de courant anodique augmente nettement avec la teneur en ions chlorures. Ces résultats, déjà observés [12], peuvent s'expliquer par l'influence des ions chlorures sur la sensibilité à la corrosion localisée de l'alliage AA 6101 T4.

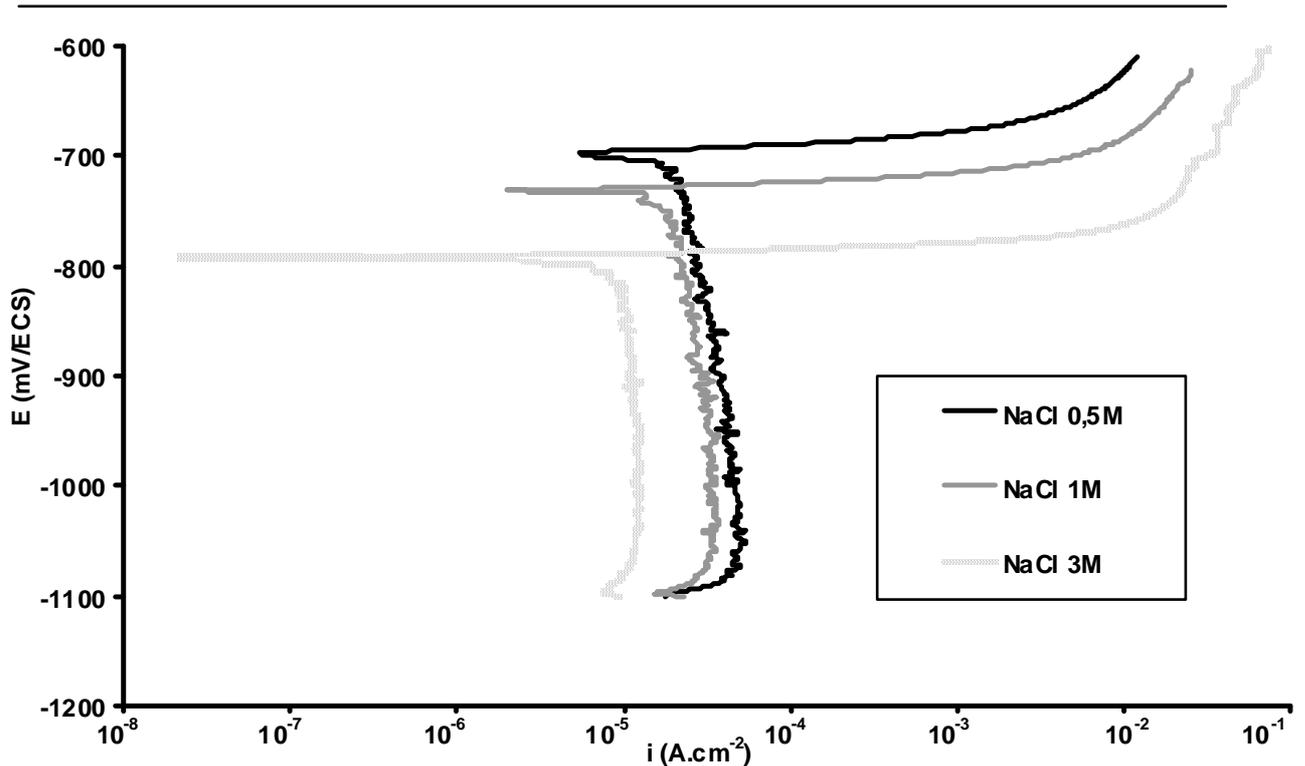


Figure IV-20 : Influence de la teneur en ions chlorures sur les courbes de polarisation de l'alliage AA 6101 T4
Vitesse de balayage en potentiel = 500 mV.h⁻¹

Concentration en ions chlorures	Potentiels de rupture (mV/ECS)
0,5M	-700
1M	-730
3M	-790

Tableau IV-3 : Influence de la teneur en ions chlorures sur les potentiels de rupture de l'alliage AA 6101 T4.

La densité de courant cathodique (en valeur absolue) diminue d'une valeur de $3 \cdot 10^{-5}$ A.cm⁻² à $1 \cdot 10^{-5}$ A.cm⁻², respectivement pour une concentration de NaCl de 0,5 et 3M. C. Augustin a déjà montré cette diminution de densité de courant cathodique pour l'alliage AA 2024 T351 en milieu NaCl [13-14]. Comme cela a été dit précédemment, la partie cathodique est contrôlée par la réaction de réduction de l'oxygène. La diminution de la densité de courant cathodique a été attribuée à la diminution de la solubilité de l'oxygène en solution lorsque la concentration en ions chlorures augmente. Effectivement, la solubilité de l'oxygène est égale à 223, 195 et 110 μmol/(kg.H₂O) respectivement dans des solutions de NaCl de 0,5, 1 et 3M. Or, le courant limite de diffusion est dépendant de la concentration de l'oxygène (**Equation IV-1**). On fait l'hypothèse que le courant cathodique est égal au courant limite de diffusion de l'oxygène et que l'épaisseur de la couche de diffusion δ est identique pour les trois concentrations considérées car l'agitation de la solution est identique pour l'ensemble des essais. On observe donc une diminution de la concentration d'oxygène dissous dans la solution d'étude lorsque la concentration en ions chlorures augmente ce qui conduit à une diminution de la réaction de réduction de l'oxygène localisée au niveau des précipités grossiers Al-Fe-Si, ce qui implique une diminution de la densité de courant cathodique. En revanche, même si la cinétique de réduction de l'oxygène est réduite au niveau des précipités

Al-Fe-Si, la quantité de précipités Al-Fe-Si actifs est plus importante quand la concentration en ions chlorures augmente comme cela a été montré précédemment (*Figure IV-19*).

$$I_l = \frac{n \cdot F \cdot D \cdot S \cdot [O_2]}{\delta}$$

n = nombre d'électrons échangés
 D = Coefficient de diffusion
 δ = Epaisseur couche de diffusion
 F = Constante de Faraday
 S = surface d'échange

Equation IV-1 : Intensité limite de diffusion

Ces résultats pourraient expliquer le comportement en corrosion observé en milieu NaCl 3M pour l'alliage AA 6101 T4. En effet, le premier potentiel de rupture observé sur la branche anodique élémentaire a été attribué à la réactivité associée aux intermétalliques Al-Fe-Si. Une baisse de l'activité des précipités grossiers Al-Fe-Si, associée à une diminution de la cinétique de réduction de l'oxygène au niveau de ces précipités, conduit à une diminution de la production des ions hydroxyde HO^- , et par conséquent à une plus faible alcanisation locale du milieu. La cinétique de dissolution de la matrice à proximité des précipités Al-Fe-Si diminue donc quand la concentration en ions chlorures augmente même si le nombre de précipités actifs est plus grand. La densité de courant anodique liée à l'activité des précipités grossiers n'augmente ainsi que faiblement après le premier potentiel de rupture et reste inférieure à la densité de courant cathodique élémentaire liée à la réduction de l'oxygène, bien que celle-ci soit plus faible que dans un milieu moins concentré en ions chlorures. Ainsi, le premier potentiel de rupture ne peut pas être visible sur les courbes de polarisation potentiocinétique globales tracées en milieu NaCl 3M et seul le potentiel de rupture lié à la croissance des piqûres est observé. C'est d'ailleurs ce dernier phénomène de corrosion qui explique l'accroissement des densités de courant anodique observé quand la concentration en ions chlorures augmente. En effet, les observations au microscope optique des électrodes après les essais de polarisation potentiocinétique ne révèlent pas d'influence de la teneur en ions chlorures sur la morphologie de corrosion. Une dissolution de la matrice autour des phases Al-Fe-Si et de nombreuses piqûres reliées par des filaments de corrosion sont observées quelle que soit la concentration en ions chlorures. En revanche, on observe que la densité surfacique de piqûres augmente avec la concentration en ions chlorures (analyse Image J).

2.4. Influence de l'agitation sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 T4.

Un second paramètre a été étudié dans le cadre de cette étude consacrée au comportement en corrosion de l'alliage d'aluminium AA 6101 T4 en milieu contenant des ions chlorures. Il s'agit de l'agitation de la solution, qui influence la cinétique de la réaction de réduction de l'oxygène. Ainsi, des essais ont été réalisés en milieu NaCl 0,5M dans différentes conditions d'agitation du milieu :

- une agitation standard qui correspond à l'ensemble des essais décrits précédemment
- une agitation nulle
- une agitation forte

La **Figure IV-21** présente les courbes de polarisation potentiocinétique globales obtenues pour l'alliage AA 6101 T4 en milieu NaCl 0,5M pour les trois conditions d'agitation considérées. Seules des courbes globales $E = f(I)$ ne présentant qu'un seul potentiel de rupture ont été représentées. Cependant, il est nécessaire de préciser que les deux cas décrits précédemment, ont été obtenus pour les trois conditions d'essais.

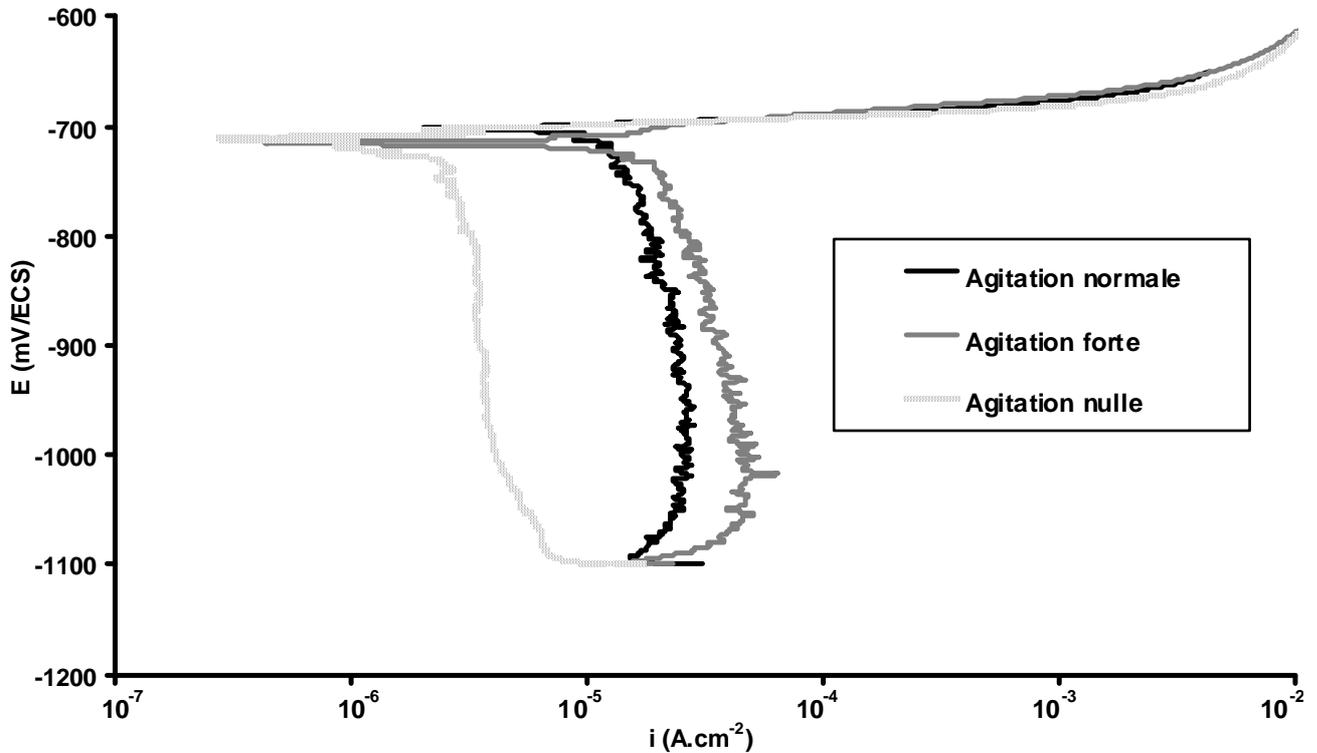


Figure IV-21 : Influence de l'agitation du milieu sur les courbes de polarisation potentiocinétique de l'alliage AA 6101 T4 en milieu NaCl 0,5M. Vitesse de balayage en potentiel = 500 mV.h^{-1}

Les résultats montrent que les conditions d'agitation de la solution n'ont pas d'influence sur la valeur du potentiel de rupture et sur la branche anodique de la courbe potentiocinétique globale. Au contraire, la densité de courant cathodique augmente avec l'agitation. Le **Tableau IV-4** présente les densités de courant cathodique mesurées pour les trois conditions d'essais.

Agitation	Nulle	Moyenne	Forte
Densité de courant cathodique (A.cm^{-2})	$3,5 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-5}$	$4,5 \cdot 10^{-5}$

Tableau IV-4 : Influence de l'agitation sur la densité de courant cathodique lors des essais de polarisation potentiocinétique de l'alliage AA 6101 T4 en milieu NaCl 0,5M

Le domaine cathodique correspond à la réaction de réduction de l'oxygène dont les différentes étapes sont représentées schématiquement (**Figure IV-22**).

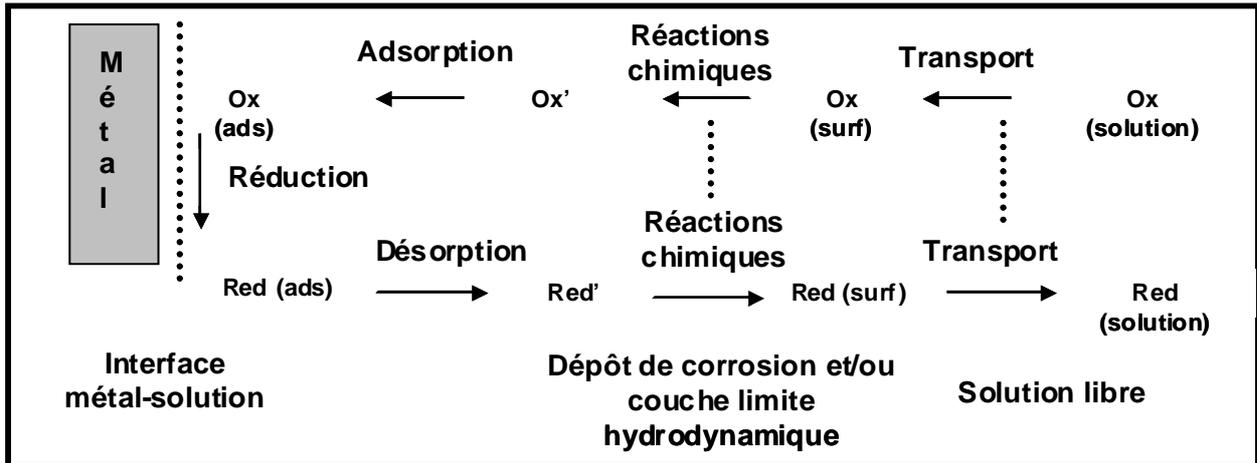


Figure IV-22 : Etapes de la réaction de réduction de l'oxygène

L'étape limitante de la réaction de réduction peut être le transport de l'oxygène jusqu'à la surface de l'électrode de travail. L'agitation de la solution provoque une circulation du fluide et favorise le transport de l'oxygène. Les profils de vitesse au voisinage de l'électrode peuvent être obtenus à partir des modèles de la mécanique des fluides. Pour cette étude, on fait l'hypothèse que le nombre de Reynolds est inférieur à 10^4 et que le régime de circulation est laminaire. Le courant limite de diffusion est dépendant de l'épaisseur de la couche de diffusion (**Equation IV-1**). Dès 1942, B. Levich a montré que le transport de matière au voisinage de l'électrode était parfaitement stable et reproductible [15-16]. Il a alors établi les équations de transport correspondantes et notamment la définition de l'épaisseur de la couche de diffusion δ (**Equation IV-2**).

$$\delta = 1,61 \cdot D^{1/3} \cdot \nu^{1/6} \cdot \omega^{-1/2}$$

D = Coefficient de diffusion
 ν = viscosité cinématique
 ω = vitesse de rotation de l'électrode

Equation IV-2 : Couche limite de diffusion

En injectant cette expression dans l'**Equation IV-1**, l'intensité limite de diffusion est donnée par l'**Equation IV-3**. Pour les trois conditions d'agitation considérées, les essais ont été réalisés dans une solution de NaCl 0,5M. Ainsi, la concentration en oxygène dissous et la viscosité cinématique sont identiques. L'intensité limite de diffusion est donc uniquement dépendante de la vitesse de rotation ω . Dans le cadre de nos essais, nous n'avons pas utilisé d'électrodes tournantes. Toutefois, on peut supposer que la densité de courant cathodique doit augmenter lorsque l'agitation imposée est augmentée. Ce modèle n'est valable que pour des agitations non nulles.

$$I_l = 0,62 \cdot n \cdot F \cdot S \cdot [O_2] \cdot D^{1/3} \cdot \nu^{-1/6} \cdot \omega^{1/2}$$

Equation IV-3 : Intensité limite de diffusion

Des observations des électrodes ont été réalisées au microscope optique après les différents essais de polarisation décrits précédemment. D'un point de vue qualitatif,

l'endommagement des électrodes est identique. Les observations révèlent une dissolution de la matrice autour des précipités, la présence de piqûres et de filaments. Ces résultats sont cohérents avec le fait que les branches anodiques des courbes de polarisation potentiocinétique sont similaires.

Afin d'étudier l'influence de l'agitation sur l'endommagement, d'un point de vue plus quantitatif, des essais interrompus au potentiel de -715 mV/ECS ont été réalisés. Une analyse, à l'aide du logiciel Image J, montre que la densité de surface corrodée augmente avec l'agitation de la solution (**Figure IV-23**). Comme cela a été précisé précédemment, cette analyse surfacique englobe non seulement la surface couverte par les précipités Al-Fe-Si mais aussi par la matrice dissoute autour. Il est cohérent de supposer qu'à teneur en ions chlorures égale donc à concentration en oxygène équivalente, on augmente surtout la dissolution de la matrice autour des précipités en augmentant l'agitation du milieu plutôt que le nombre de précipités actifs. De plus, le fait que les densités de courant anodique soient similaires quelles que soient les conditions d'agitation du milieu montre que ce sont les densités de courant anodique liées à la croissance des piqûres et des filaments dans la matrice qui sont prépondérantes par rapport aux densités de courant anodique liées à l'activité électrochimique localisée sur et autour des précipités Al-Fe-Si.

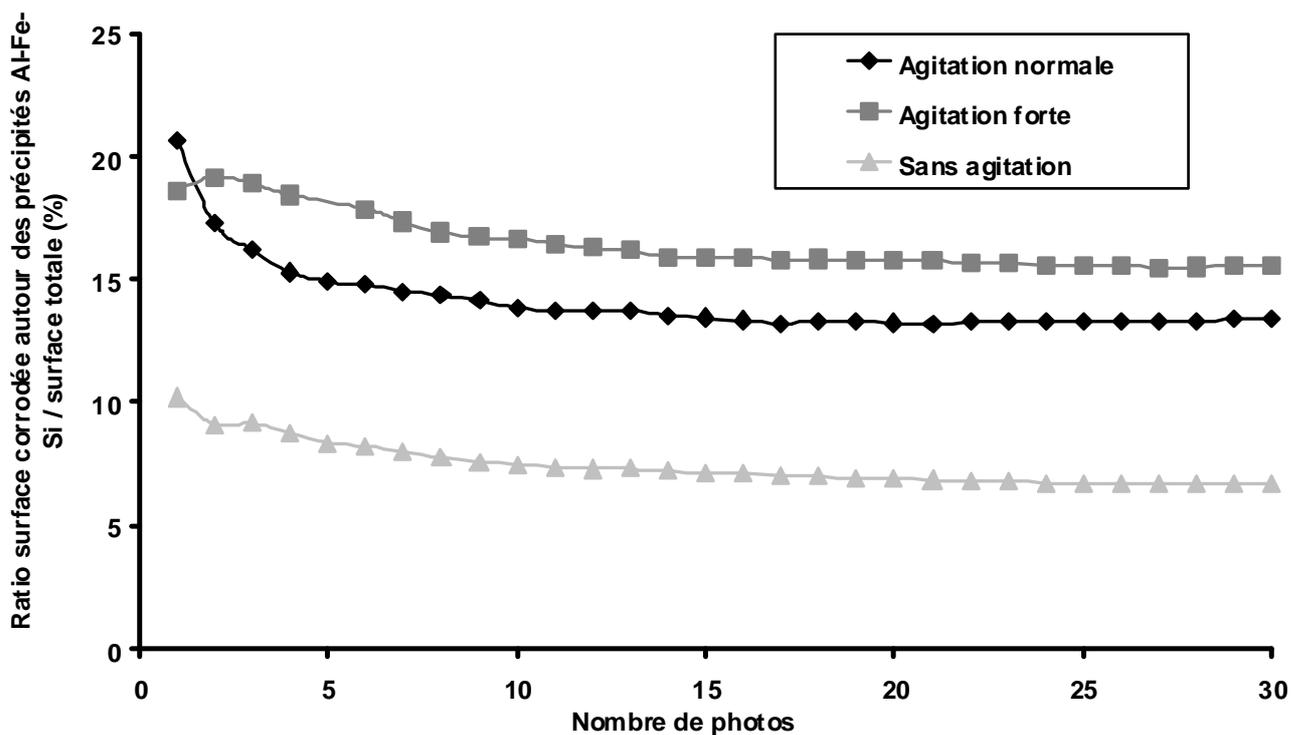


Figure IV-23 : Influence de l'agitation sur le ratio surface corrodée/surface totale après des essais de polarisation de l'alliage AA 6101 T4 en milieu NaCl 0,5M. Vitesse de balayage en potentiel = 500 mV.h⁻¹

3. Conclusions.

Le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 à l'état métallurgique T4 en milieu contenant des ions chlorures a été étudié. Les résultats montrent que les précipités Al-Fe-Si jouent un rôle prépondérant étant donné que des phénomènes de corrosion associés à ces précipités sont observés ; il s'agit de la dissolution de la matrice environnant ces précipités qui est observée lors d'un maintien de l'alliage au potentiel libre comme après des essais de

polarisation potentiocinétique vers des potentiels supérieurs au potentiel de corrosion. De plus, ces précipités influencent aussi fortement l'allure des courbes de polarisation potentiocinétique globale de l'alliage en milieu NaCl. Ces courbes $E=f(I)$ peuvent présenter un (cas n°1) ou deux (cas n°2) potentiels de rupture selon la fraction surfacique de précipités Al-Fe-Si sur l'électrode. Le premier potentiel de rupture est dû à l'activité des précipités Al-Fe-Si qui favorisent la dissolution de la matrice autour d'eux, et le second potentiel de rupture est lié à la croissance de piqûres actives. Bien entendu, d'autres paramètres caractéristiques du milieu influencent aussi le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 T4. Ainsi, l'augmentation de la concentration en ions chlorures conduit à un déplacement des potentiels de rupture vers des potentiels plus cathodiques. La courbe globale $E=f(I)$ présente un seul potentiel de rupture en milieu NaCl 3M. Ce résultat a pu être expliqué par une baisse de la cinétique de la dissolution de la matrice autour des précipités Al-Fe-Si due à une diminution de la solubilité de l'oxygène avec l'augmentation de la concentration en ions chlorures. De plus, une augmentation de la densité de piqûres a été observée quand la concentration en ions chlorures augmente. Les conditions d'agitation du milieu ont aussi une influence sur le comportement en corrosion de l'alliage en lien avec la réactivité des précipités Al-Fe-Si.

Références.

- [1] G. Mrowka-Nowotnik and J. Sieniawski, Influence of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of 6005 and 6082 aluminium alloys. *Journal of Materials Processing Technology*, **162–163**, 367–372, 2005.
- [2] P. Villars : Pearson's Handbook: Crystallographic Data for Intermetallics Phases, second edition, Materials Park, OH : ASM International, 1997.
- [3] N.A. Belov, D.G. Eskin and A.A. Aksenov: Multicomponent Phase Diagrams: Applications for Commercial Aluminium Alloys, 2005.
- [4] J.O. Park, C.H. Paik, Y.H. Huang and R.C. Alkire, Influence of Fe-Rich Intermetallic Inclusions on Pit Initiation on Aluminum Alloys in Aerated NaCl, *Journal of the Electrochemical Society*, **146**, 517-523, 1999.
- [5] R. Ambat, A.J. Davenport, G.M. Scamans and A. Afseth, Effect of iron-containing intermetallic particles on the corrosion behaviour of aluminium, *Corrosion Science*, **48**, 3455-3471, 2006.
- [6] H. Ezuber, A. El-Houd and F. El-Shawesh, A study on the corrosion behavior of aluminum alloys in seawater, *Materials and Design*, **29**, 801-805, 2008.
- [7] J.O. Park, C.H. Paik and R.C. Alkire, Scanning Microsensors for Measurement of Local pH Distributions at the Microscale, *Journal of the Electrochemical Society*, **143**, L174-L176, 1996.
- [8] W.C. Moshier, G.D. Davis and J.S. Ahearn, The corrosion and passivity of aluminum exposed to dilute sodium sulfate solutions, *Corrosion Science*, **27**, 785-801, 1987.
- [9] A.K. Bhattamishra and K. Lal, Microstructural studies on the effect of Si and Cr on the intergranular corrosion, *Materials & Design*, **18**, 25-28, 1997.
- [10] K. Yamaguchi and K. Tohma, The effect of Cu content on susceptibility to intergranular corrosion of Al–Mg–Si alloy, *Journal of the Japan Institute of Light Metals*, **47**, 285-291, 1997.
- [11] O. Seri, The effect of NaCl concentration on the corrosion behavior of aluminum containing iron, *Corrosion Science*, **36**, 1789-1803, 1994.
- [12] B. Zaid, D. Saidi, A. benzaid and S. Hadji, Effects of pH and chloride concentration on pitting corrosion of AA6061 aluminum alloy, *Corrosion Science*, **50**, 1841-1847, 2008.
- [13] C. Augustin, E. Andrieu, C. Blanc, J. Delfosse and G. Odemer, Empirical propagation laws of intergranular corrosion defects affecting 2024 T351 alloy in chloride solutions, *Journal of the Electrochemical Society*, **157**, C428-C436, 2010.
- [14] C. Augustin : Prédiction des cinétiques de propagation des défauts de corrosion affectant les structures en alliage d'aluminium 2024. *Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse*, 2008.
- [15] B. Levich and L. Landau, Dragging of a liquid by a moving plate, *Acta Physicochimica URSS*, **17**, 42-54, 1942.
- [16] B. Levich, Theory of concentration polarization – transition regime, *Acta Physicochimica URSS*, **19**, 133-138, 1942.

Liste des figures, tableaux et équations.

Figure IV-1 : Observations au MO en lumière polarisée de l'alliage AA 6101 T4 (a) plan transverse (b) plan longitudinal en peau de l'ébauche (c) plan longitudinal au cœur de l'ébauche	115
Figure IV-2 : Observations au MEB en électrons rétrodiffusés de la microstructure de l'alliage AA 6101 T4 (a) plan transverse (b) plan longitudinal (c) Analyse EDS des composés intermétalliques observables sur les figures 2(a) et 2(b).....	116
Figure IV-3 : Observations au MET de la microstructure de l'alliage AA 6101 T4 (a) composé $Al_9Fe_2Si_2$ (b) diagramme de diffraction du composé $Al_9Fe_2Si_2$ (c) composé $Al_{17}(Fe,Mn)_4Si_2$ (d) diagramme de diffraction du composé $Al_{17}(Fe,Mn)_4Si_2$ (e) composé Al_7Fe_2Si (f) diagramme de diffraction du composé Al_7Fe_2Si	117
Figure IV-4 : Courbes de traction caractéristiques des alliages AA 6101 T4 et AA 1310 F.....	118
Figure IV-5 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture caractéristique de l'alliage AA 6101 T4.....	119
Figure IV-6 : Mesures de potentiels libres réalisées sur les alliages d'aluminium AA 1310 F et AA 6101 T4 en milieu NaCl 0,5M	119
Figure IV-7 : Etat de surface des électrodes après les mesures d'OCP en milieu NaCl 0,5M	120
Figure IV-8 : Courbe de polarisation potentiocinétique de l'alliage AA 1310 F en milieu NaCl 0,5M	121
Figure IV-9 : Etat de surface de l'alliage AA 1310 F après les essais de polarisation potentiocinétique	121
Figure IV-10 : Courbes de polarisation potentiocinétique caractéristiques de l'alliage AA 6101 T4 en milieu NaCl 0,5M. Vitesse de balayage en potentiel = 500 mV.h^{-1}	122
Figure IV-11 : Etat de surface de l'alliage AA 6101 T4 après les essais de polarisation potentiocinétique en milieu NaCl 0,5M (a) observation au MO (b) observation au MEB en électrons secondaires	123
Figure IV-12 : Observation au MET d'un joint de grains de l'alliage AA 6101 T4.....	123
Figure IV-13 : Distribution des potentiels de rupture lors d'essais de polarisation potentiocinétique de l'alliage AA 6101 T4 en milieu NaCl 0,5M	124
Figure IV-14 : Surfaces des électrodes de l'alliage AA 6101 T4 après les essais de polarisation potentiocinétique interrompus en milieu NaCl 0,5M (a) courbe de polarisation potentiocinétique avec deux potentiels de rupture ; les potentiels d'arrêt choisis sont indiqués sur la courbe en utilisant la référence de la micrographie correspondante (de b à e) (b) arrêt à -755 mV/ECS (c) arrêt à -715 mV/ECS (d) arrêt à -700 mV/ECS (e) arrêt à -620 mV/ECS	125
Figure IV-15 : Influence de la densité surfacique de précipités Al-Fe-Si sur le nombre de potentiels de rupture sur les courbes de polarisation potentiocinétique de l'alliage AA 6101 T4 en milieu NaCl 0,5M	126
Figure IV-16 : Schéma présentant l'effet de la densité surfacique de précipités actifs sur l'allure des courbes de polarisation potentiocinétique de l'alliage AA 6101 T4 en milieu NaCl 0,5M	128
Figure IV-17 : Influence du sens de prélèvement sur la densité surfacique de précipités Al-Fe-Si et sur le nombre de potentiels de rupture sur les courbes de polarisation de l'alliage AA 6101 T4 en milieu NaCl 0,5M.....	129
Figure IV-18 : Influence de la teneur en ions chlorures sur les valeurs de potentiel libre de l'alliage AA 6101 T4	130
Figure IV-19 : Influence de la teneur en ions chlorures sur le ratio surface corrodée/surface totale après des mesures d'OCP de deux heures pour l'alliage AA 6101 T4	131

Figure IV-20 : Influence de la teneur en ions chlorures sur les courbes de polarisation de l'alliage AA 6101 T4 Vitesse de balayage en potentiel =500 mV.h ⁻¹	132
Figure IV-21 : Influence de l'agitation du milieu sur les courbes de polarisation potentiocinétique de l'alliage AA 6101 T4 en milieu NaCl 0,5M. Vitesse de balayage en potentiel =500 mV.h ⁻¹	134
Figure IV-22 : Etapes de la réaction de réduction de l'oxygène.....	135
Figure IV-23 : Influence de l'agitation sur le ratio surface corrodée/surface totale après des essais de polarisation de l'alliage AA 6101 T4 en milieu NaCl 0,5M. Vitesse de balayage en potentiel =500 mV.h ⁻¹	136
Tableau IV-1 : Caractéristiques mécaniques de l'alliage AA 6101 T4	118
Tableau IV-2 : Influence de la teneur en ions chlorures sur les mesures de potentiel libre de l'alliage AA 6101 T4	130
Tableau IV-3 : Influence de la teneur en ions chlorures sur les potentiels de rupture de l'alliage AA 6101 T4.....	132
Tableau IV-4 : Influence de l'agitation sur la densité de courant cathodique lors des essais de polarisation potentiocinétique de l'alliage AA 6101 T4 en milieu NaCl 0,5M	134
Equation IV-1 : Intensité limite de diffusion	133
Equation IV-2 : Couche limite de diffusion	135
Equation IV-3 : Intensité limite de diffusion	135

**Chapitre V : Influence de l'histoire
thermomécanique sur le comportement en
corrosion de l'alliage AA 6101**

Chapitre V : Influence de l'histoire thermomécanique sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101

1. Influence des traitements thermiques sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101.....	143
1.1. Traitement de revenu à 185°C pendant 10h.....	143
1.1.1. Microstructure et propriétés mécaniques.....	143
1.1.2. Comportement en corrosion.....	147
1.2. Influence des durées et des températures du traitement de revenu.....	149
1.2.1. Propriétés mécaniques.....	149
1.2.2. Comportement en corrosion.....	152
2. Influence de l'érouissage sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101.....	154
2.1. Etat métallurgique T3.....	154
2.1.1. Microstructure et propriétés mécaniques.....	154
2.1.2. Comportement en corrosion.....	155
2.2. Influence de la vitesse et du taux de déformation sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101.....	159
3. Influence du couplage des traitements thermomécaniques (érouissage / revenu) sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101.....	161
3.1. Etat métallurgique T8.....	161
3.1.1. Microstructure et propriétés mécaniques.....	161
3.1.2. Comportement en corrosion.....	166
3.2. Influence d'une modification des paramètres caractéristiques des opérations de tréfilage et de revenu sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 T8.....	169
3.2.1. Erouissage plus faible que celui induit par l'opération de tréfilage « standard » et revenu à 185°C pendant 10h.....	169
3.2.2. Influence des durées et des températures des traitements de revenu intermédiaires sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 T8.....	171
4. Conclusions.....	175
Références.....	177
Liste des figures, tableaux et équations.....	178

Au cours de la fabrication des câbles, et en particulier lors de la mise en forme des fils fins, la matière va subir de nombreuses transformations thermomécaniques qui vont modifier sa microstructure et par conséquent ses propriétés mécaniques et son comportement en corrosion. L'objet de ce chapitre est d'évaluer l'influence de ces traitements sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101. Dans ce but, les différents états microstructuraux obtenus au cours des étapes successives du procédé de mise en forme des fils fins, présenté dans le chapitre III, ont été caractérisés, tant du point de vue de la microstructure que des propriétés mécaniques et du comportement en corrosion résultants, pour mettre en évidence le couplage environnement-microstructure-état de contrainte. Pour faciliter la lecture de ce chapitre, le procédé de mise en forme des fils fins en alliage AA 6101 est rappelé ici (**Figure V-1**). Plusieurs états métallurgiques supplémentaires ont été aussi considérés afin (i) pour certains, de distinguer l'influence de l'écroutissage de celle du traitement thermique sur le comportement en corrosion de l'alliage AA6101 (ii) et pour d'autres, d'étudier l'influence, toujours sur la microstructure, les propriétés mécaniques et le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101, de différents paramètres caractéristiques des traitements thermomécaniques subis par le matériau à savoir la durée et la température du traitement de revenu, le taux d'écroutissage et la vitesse de déformation en relation avec l'étape de tréfilage. Tous les résultats présentés dans ce chapitre sont systématiquement comparés à ceux obtenus pour l'alliage AA 6101 à l'état métallurgique T4, caractéristique de l'ébauche, et présentés dans le chapitre IV.

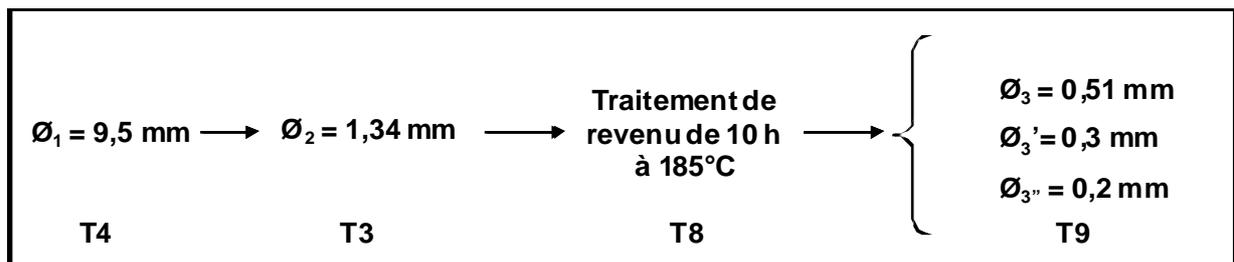


Figure V-1 : Procédé de mise en forme des fils fins en alliage d'aluminium AA 6101

1. Influence des traitements thermiques sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101.

Il s'agit ici de discuter de l'influence d'un traitement de revenu sur la microstructure, les propriétés mécaniques et le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101. Dans une première partie, le traitement de revenu à 185°C pendant 10 heures, utilisé par la société SASA Tréfil'Alu, est considéré. Dans une deuxième partie, des revenus réalisés pour des durées et/ou des températures différentes sont étudiés.

1.1. Traitement de revenu à 185°C pendant 10h.

1.1.1. Microstructure et propriétés mécaniques.

Des observations au MO, après attaque au réactif de Keller, ont été réalisées sur des échantillons d'alliage AA 6101 T4 revenus à 185°C pendant 10h. Les résultats obtenus révèlent que ce traitement thermique ne modifie pas la taille de grains par rapport à celle mesurée sur des échantillons du même alliage à l'état métallurgique T4.

De plus, des observations au MEB, complétées par des observations au MET, montrent que le traitement de revenu n'a aucune influence sur les particules intermétalliques grossières (**Figure V-2 a**). Notons d'emblée que ce résultat est vrai pour l'ensemble des états métallurgiques considérés dans ce manuscrit. Les observations au MET des échantillons revenus révèlent tout de même que le traitement de revenu conduit à une évolution de la microstructure de l'alliage AA 6101 par rapport à celle observée à l'état T4. En effet, après le traitement de revenu, de nombreux précipités durcissants, sous forme de baguettes, ont été observés dans les grains alors qu'aucun précipité durcissant n'avait été observé à l'état T4 (**Figure V-2 a**). Diverses tentatives pour obtenir un cliché de diffraction caractéristique de ces précipités ont été faites : les **Figure V-2 b, c et d** correspondent ainsi aux clichés de diffraction selon les axes de zone [001], [112] et [011]. Aucune tâche de surstructure n'est visible ce qui est aussi le cas sur les autres clichés de diffraction réalisés. Aucune analyse EDS, ni aucun diagramme de diffraction n'ayant pu être obtenus, la stœchiométrie de ces phases n'a pas pu être déterminée par le biais de ces analyses. Cependant, compte tenu de la composition de l'alliage, on peut supposer qu'il s'agit exclusivement de précipités durcissants de type β'' ou β' (séquence de précipitation du composé stable β -M₂Si) (**Figure V-2 a**).

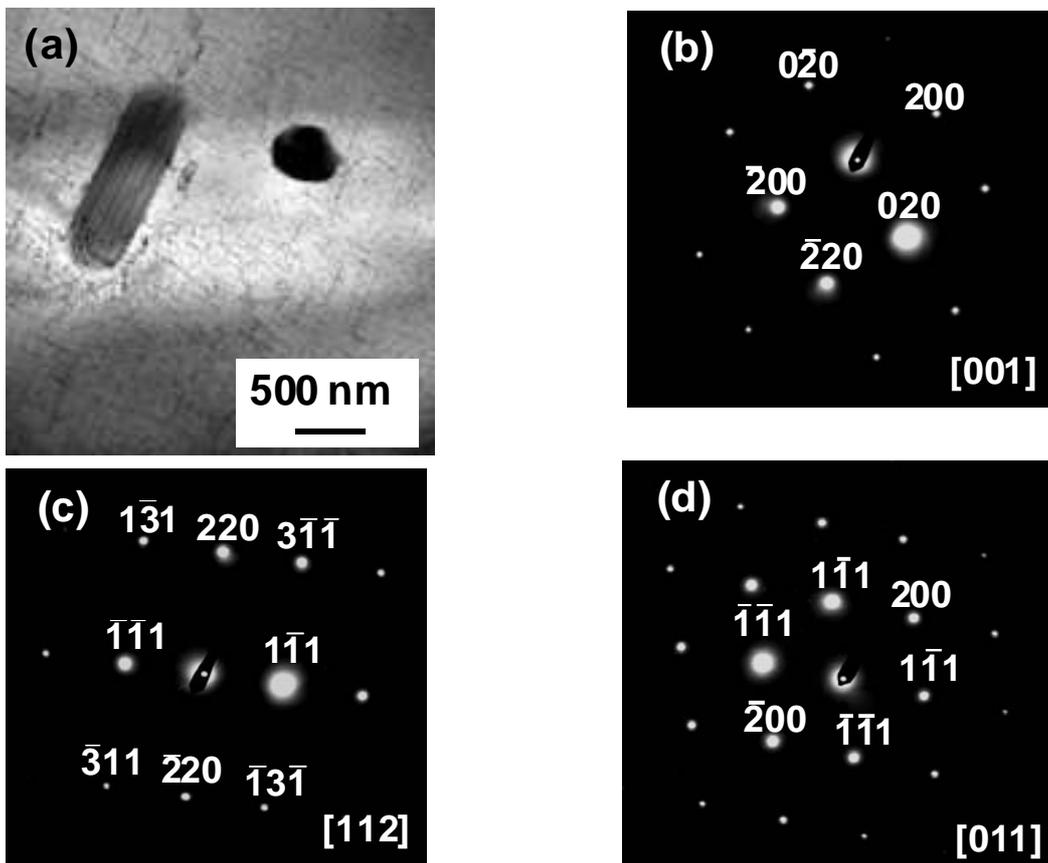


Figure V-2 : (a) Observation au MET de précipités durcissants β'' ou β' et de précipités grossiers Al-Fe-Si (b), (c) et (d) clichés de diffraction expérimentaux de la matrice respectivement selon les axes de zone [001], [112] et [011]

Pour compléter ces résultats, des analyses ATD ont été réalisées sur des échantillons dans les états métallurgiques T4 et T4 + 185°C-10h. Elles révèlent qu'un seul type de phase durcissante précipite au cours du vieillissement de l'alliage AA 6101 (**Figure V-3**). En effet, pour des échantillons dans l'état métallurgique T4, trois pics exothermiques sont observés à

275°C, 305°C et 425°C ; ils correspondent respectivement à la formation des phases β'' , β' et β -Mg₂Si qui ne sont donc pas présentes, ou peut-être en très faible quantité, dans l'état métallurgique T4 initial. Aucun précipité durcissant de type B ou C n'est observé. Pour l'état métallurgique T4 + 185°C-10h, seulement deux pics exothermiques à 305°C et 425°C sont observés ; ils correspondent respectivement à la formation des phases β' et β . Ce résultat montre que le vieillissement artificiel à 185°C pendant 10h a permis l'amorçage de la séquence de précipitation conduisant à la phase β -Mg₂Si, en favorisant l'évolution des zones GP en phases β'' . Ce sont donc ces dernières phases qui assurent principalement le durcissement de l'alliage AA 6101 T4 + 185°C-10h. L'existence des deux pics exothermiques, caractéristiques de la formation des phases β' et β montre, que suite à un vieillissement à 185°C pendant 10 heures, les transformations en β' et β sont effectivement incomplètes. Ces résultats ont été observés par Gupta *et al.* lors de mesures de DSC sur des alliages appartenant au système Al-Mg-Si-Fe [1].

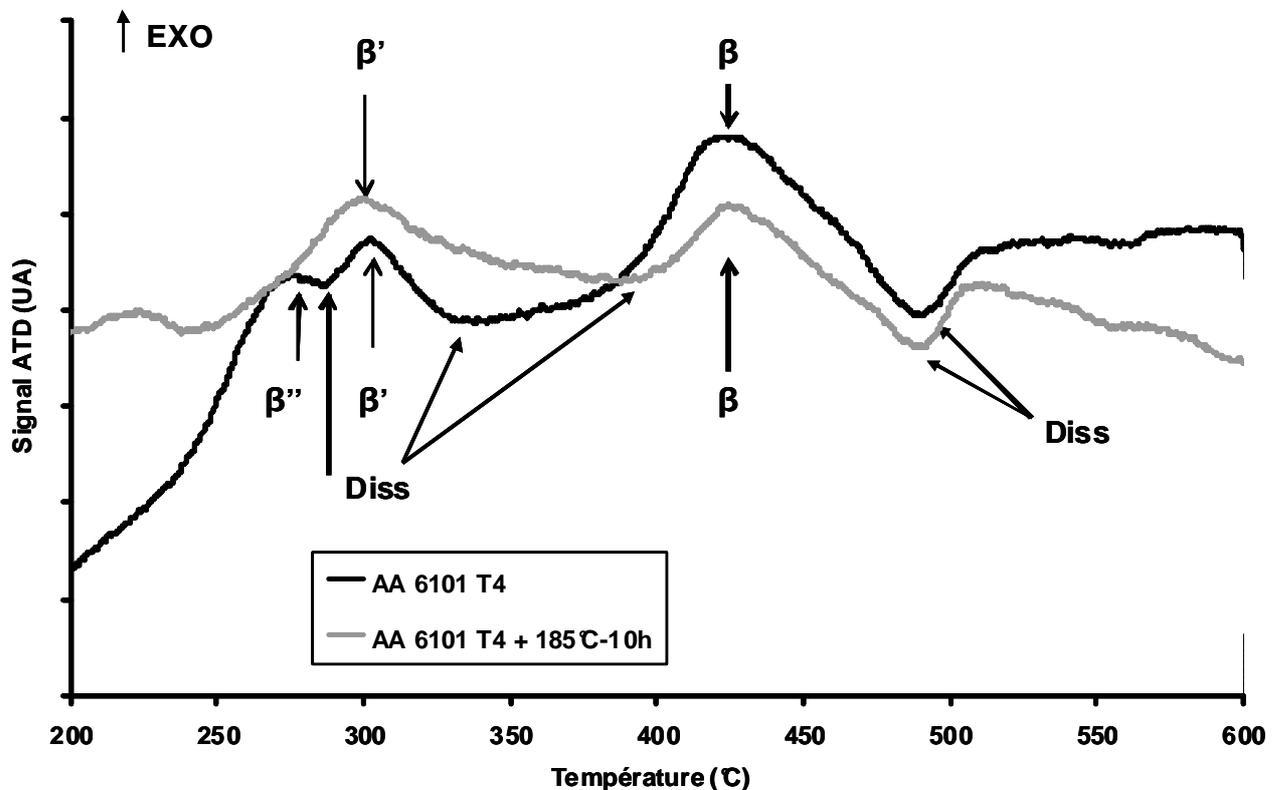


Figure V-3 : Analyses ATD réalisées sur des échantillons de l'alliage AA 6101 aux états métallurgiques T4 et T4 + 185°C-10h. Vitesse de chauffe de 5°C.min⁻¹. *Pas d'échelle en ordonnée car analyse strictement qualitative

Les observations au MET montrent aussi que de nombreux précipités sous forme de bâtonnets de dimensions moyennes 35 nm x 140 nm, ou plus globulaires, sont observés dans les joints de grains après le traitement de revenu à 185°C pendant 10h (*Figure V-4 a*). La présence d'une PFZ est aussi nettement visible sur les différentes micrographies (*Figure V-4 b*). En effet, les précipités durcissants, en l'occurrence principalement les phases β'' , ne peuvent être observés qu'à une distance des joints de grains de l'ordre de 100-120 nm. Cependant, une analyse locale par EDS de la composition chimique de cette zone n'a pas pu être réalisée. La *Figure V-4 c* présente le diagramme de diffraction électronique, obtenu selon l'axe de zone [011], d'un précipité intergranulaire, de composition chimique mesurée par analyse EDS (63 % Al, 25 % Mg, 12 % Si ; % atomique). Les distances inter-réticulaires mesurées sur le diagramme de diffraction expérimental correspondent au composé cubique

face centré Mg_2Si de paramètre de maille $a = 6,35 \text{ \AA}$ [1]. Rappelons ici qu'aucune précipitation intergranulaire n'avait été observée pour l'alliage AA 6101 T4. De même, aucune PFZ n'avait été observée pour cet état métallurgique.

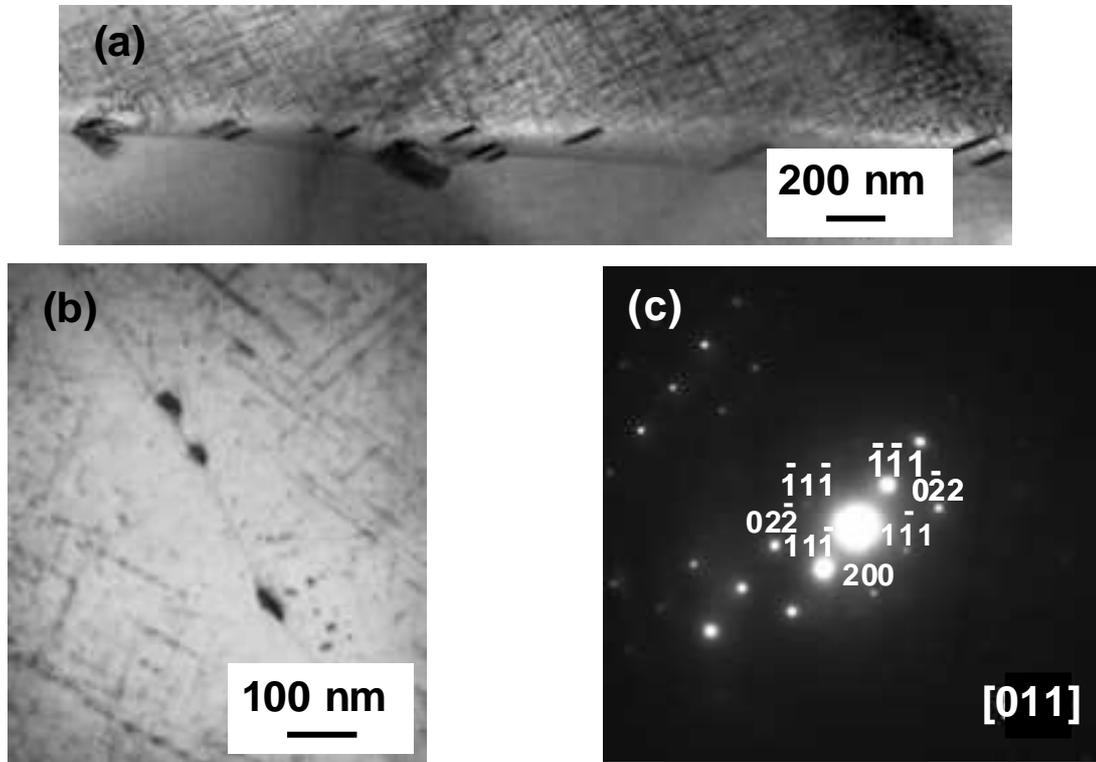


Figure V-4 : Observations au MET de joints de grains de l'alliage AA 6101 T4 + 185°C-10h. Mise en évidence (a) d'une précipitation intergranulaire dense et (b) d'une PFZ. (c) Diagramme de diffraction d'un précipité intergranulaire Mg_2Si

Pour étudier l'influence du traitement de revenu sur les propriétés mécaniques de l'alliage AA 6101, des essais de traction (moyenne sur trois essais) et de microdureté Vickers sous 100 grammes (moyenne sur vingt-cinq mesures) ont été réalisés sur des éprouvettes de cet alliage à l'état métallurgique T4 + 185°C-10h. Les résultats obtenus ont été comparés à ceux déjà décrits dans le chapitre IV pour l'alliage AA 6101 T4. Le **Tableau V-1** donne les valeurs de la limite d'élasticité ($R_{p0,2}$), de la résistance à rupture (R_m), de l'allongement à rupture (A%) et de la microdureté Vickers sous 100g ($HV_{0,1}$) pour l'alliage AA 6101 T4 + 185°C-10h. Pour rappel, les valeurs obtenues à l'état métallurgique T4 sont aussi reportées. Le traitement de revenu conduit à une nette augmentation des propriétés mécaniques de l'alliage AA 6101. En effet, une évolution significative de la contrainte maximale à rupture est mise en évidence suite au traitement de revenu à 185°C pendant 10 heures ; la valeur de R_m est ainsi multipliée par un facteur 1,3. De plus, la limite d'élasticité augmente de manière significative, passant de 90 MPa pour l'état de base (T4) à 215 MPa à l'état revenu. Ces évolutions traduisent un durcissement du matériau lié à une modification de la microstructure avec notamment la formation des précipités durcissants β'' lors du traitement de revenu. Cependant, ce durcissement réduit l'aptitude du matériau à l'érouissage en localisant la déformation, ce qui se traduit par une réduction très significative du rapport $R_m/R_{p0,2}$. Ce type de comportement se traduit par une diminution sévère de l'allongement à rupture. Ces résultats sont confirmés par différents auteurs travaillant sur l'influence des traitements thermiques sur l'évolution des propriétés mécaniques des alliages de la série 6xxx [2-3].

	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A %	HV _{0,1}
T4	90 ± 3	187 ± 4	36 ± 2	61 ± 3
T4 + 185°C-10h	215 ± 2	247 ± 2	20,5 ± 1	88 ± 3

Tableau V-1 : Influence du traitement de revenu de 10h à 185°C sur les propriétés mécaniques statiques de l'alliage AA 6101

L'analyse des faciès de rupture, obtenus après essais de traction sur des éprouvettes d'alliage AA 6101 T4 + 185°C-10h, met en évidence des zones ductiles, comparables à celles observées pour l'état métallurgique T4, et des zones de rupture intergranulaire non observées pour l'état métallurgique T4 (**Figure V-5 a**). Ces zones de rupture intergranulaire peuvent être associées à la précipitation intergranulaire et à la localisation de la déformation dans la PFZ qui a été révélée par les observations au MET pour l'alliage revenu. De plus, une observation plus précise de ces zones révèle la présence de micro-cupules qui tapissent les interfaces et qui sont associées à un mécanisme de rupture intergranulaire ductile (**Figure V-5 b**). Ainsi, pour l'alliage AA 6101 T4 + 185°C-10h, il est possible d'observer deux échelles de cupules : la première peut être mise en relation avec la présence de précipités grossiers Al-Fe-Si, comme pour l'alliage AA 6101 T4, et la seconde est caractéristique des précipités intergranulaires et n'est pas observée à l'état T4.

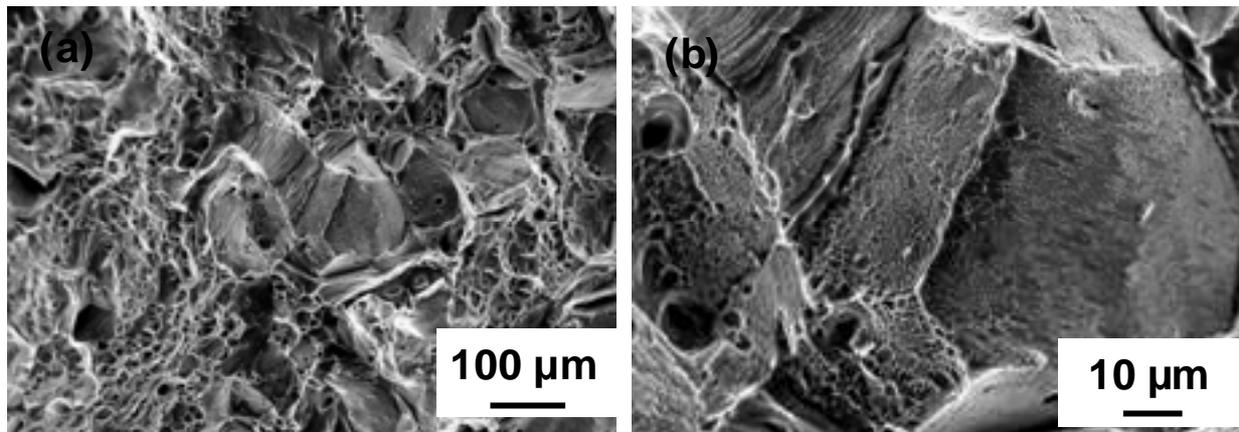


Figure V-5 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture caractéristique de l'alliage AA 6101 T4 + 185°C-10h (vue globale) (b) zoom sur les zones de rupture intergranulaire

1.1.2. Comportement en corrosion.

Le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 T4 + 185°C-10h a été étudié en suivant une démarche analogue à celle développée pour l'alliage AA 6101 T4. Le potentiel de corrosion de l'alliage AA 6101 T4 revenu a été déterminé au cours de mesures de potentiel libre d'une durée de deux heures en milieu NaCl 0,5M. Il est proche de -820 mV/ECS dans ce milieu. Pour rappel, le potentiel libre de l'alliage à l'état métallurgique T4 est égal à -790 mV/ECS dans la même solution. Le traitement de revenu conduit donc à un déplacement du potentiel libre vers des valeurs plus cathodiques ce qui peut être relié à la présence des précipités durcissants et intergranulaires qui constituent des sites anodiques au sein de la matrice. L'état métallurgique T4 est ainsi plus noble que l'état revenu. Les observations des électrodes suite aux essais électrochimiques mettent en évidence, pour l'alliage à l'état

revenu, une dissolution de la matrice autour des précipités Al-Fe-Si, comparable à ce qui avait été observé pour l'alliage AA 6101 T4. Ce type d'endommagement est d'ailleurs observé pour l'ensemble des états métallurgiques considérés dans ce manuscrit ce qui confirme les conclusions proposées dans le chapitre IV pour ce qui concerne le rôle des particules intermétalliques grossières sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101.

Des essais de polarisation potentiocinétique ont également été réalisés en milieu NaCl 0,5M pour l'alliage AA 6101 T4 + 185°C-10h. Les deux types de courbe $E=f(I)$, précédemment observés pour l'alliage AA 6101 T4, sont de nouveau mis en évidence. Pour simplifier, seule une courbe $E = f(I)$ représentative avec un seul potentiel de rupture (cas n°1) est présentée ici pour l'alliage revenu (**Figure V-6**). Pour rappel, le même type de courbe obtenue pour l'état de base (T4) est reporté. Les résultats montrent que, pour ce qui concerne l'allure générale des courbes, celles-ci sont similaires. Le domaine cathodique est caractérisé par un plateau de réduction de l'oxygène. La densité de courant anodique augmente rapidement après le potentiel de rupture, égal au potentiel de corrosion, ce qui montre que l'alliage AA 6101 est sensible à la corrosion localisée dans ces deux états métallurgiques. Il apparaît aussi que le traitement de revenu conduit à un déplacement du potentiel de rupture vers des potentiels plus cathodiques. Ces résultats sont en accord avec les mesures de potentiels libres.

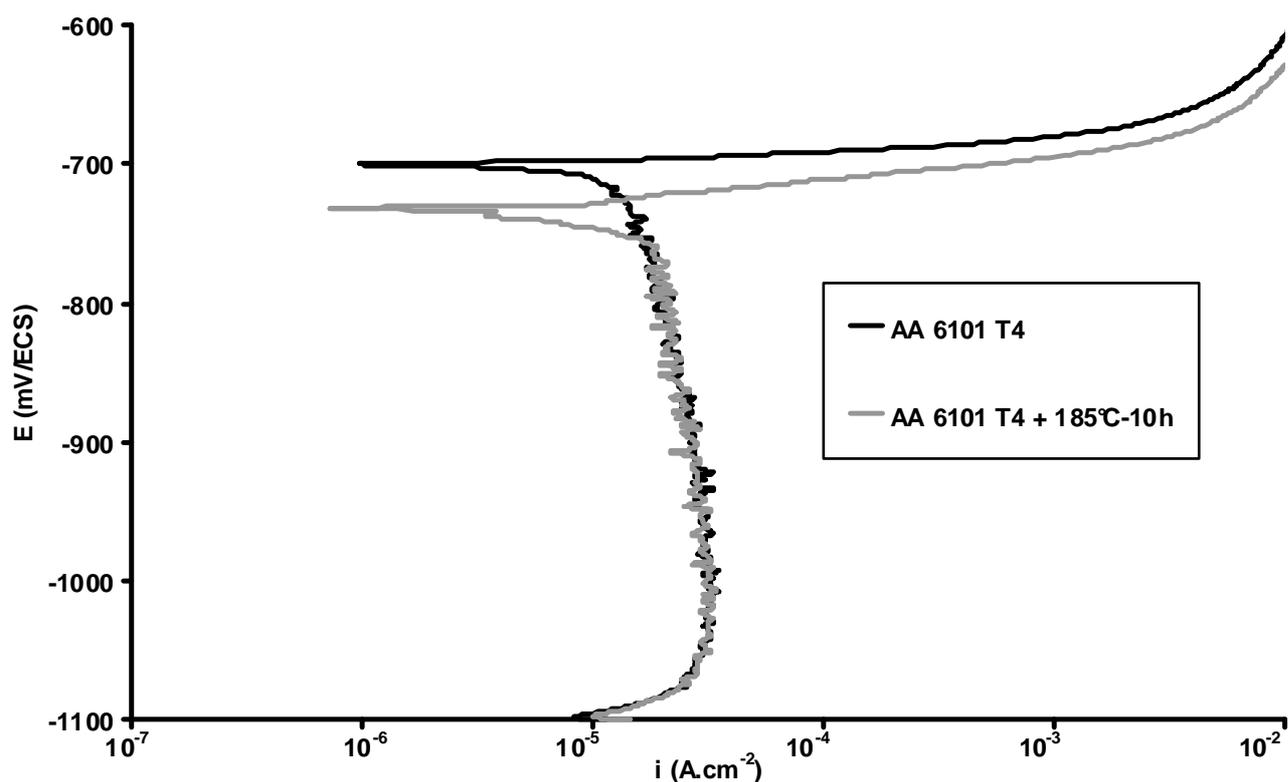


Figure V-6 : Influence du traitement de revenu à 185°C pendant 10 heures sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 en milieu NaCl 0,5M. Vitesse de balayage en potentiel = 500 mV.h⁻¹

Les observations au MO et au MEB des électrodes après les essais de polarisation mettent en évidence que de la corrosion intergranulaire est nettement visible pour les échantillons à l'état métallurgique T4 + 185°C-10h (**Figure V-7**). Ce mécanisme de corrosion différencie bien les comportements en corrosion de l'alliage AA 6101 à l'état T4 et à l'état revenu. Les analyses MET, présentées précédemment, ont révélé la présence de précipités

Mg₂Si aux joints de grains de l'alliage AA 6101 à l'état revenu. Ces précipités n'étaient pas visibles pour l'alliage à l'état T4. R.G. Bucheit a montré que le potentiel de corrosion de la phase Mg₂Si est de l'ordre de -1600 mV/ECS dans une solution de NaCl 10⁻³M tandis que le potentiel de corrosion de la matrice d'aluminium est de -700 mV/ECS dans ce même milieu [4]. Ces précipités constituent donc des sites anodiques au sein de la matrice d'aluminium. En présence d'agents agressifs, ils se dissolvent ce qui conduit à la propagation de la corrosion intergranulaire. Notons également qu'une PFZ a été observée dans le cas de l'alliage revenu. Le couplage galvanique entre la PFZ et les précipités d'une part, et entre la PFZ et la matrice d'autre part, doit également être pris en compte pour expliquer la propagation de la corrosion intergranulaire de l'alliage AA 6101 à l'état revenu. Par ailleurs, des filaments de corrosion qui se propagent en intragranulaire à partir des joints de grains sont aussi visibles.

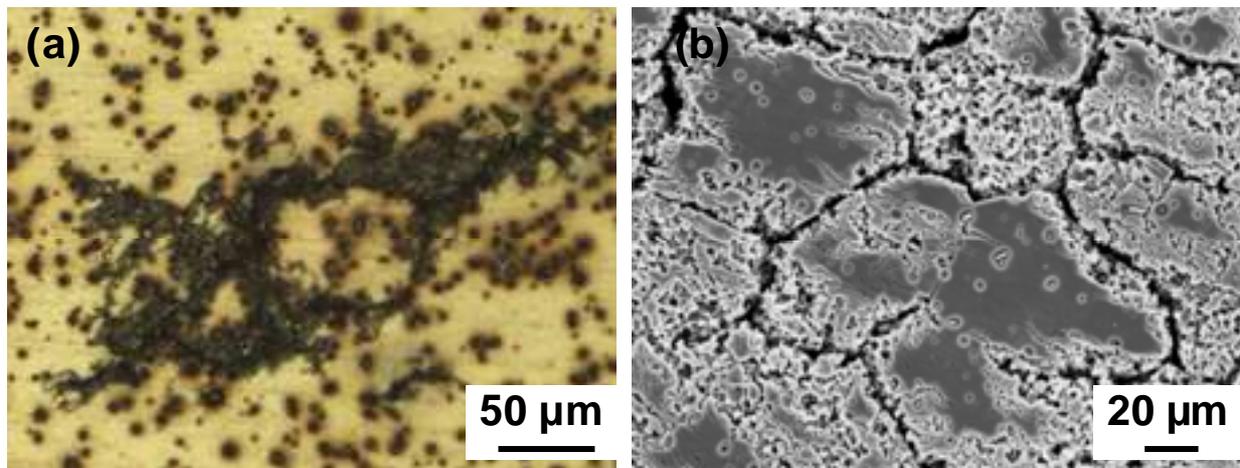


Figure V-7 : État de surface de l'alliage AA 6101 T4 + 185°C-10h après les essais de polarisation en milieu NaCl 0,5M (a) observation au MO (b) observation au MEB en électrons secondaires

1.2. Influence des durées et des températures du traitement de revenu.

Différents auteurs ont montré que les durées et les températures des traitements thermiques avaient une influence sur les propriétés mécaniques des matériaux [3] et sur les morphologies de corrosion développée à leur surface [5]. Or, les procédés de mise en forme des brins utilisés dans le câblage électrique automobile peuvent varier d'un fournisseur à l'autre avec des durées et des températures de revenu qui peuvent être différentes. Il apparaît donc important de prendre en compte ces variations. Ainsi, en réponse à ces problématiques industrielles, des traitements thermiques à 125°C, 185°C et 200°C pour des durées de 4h, 7h, 10h et 13h ont été réalisés sur des échantillons à l'état métallurgique T4.

1.2.1. Propriétés mécaniques.

L'étude de l'influence des traitements de revenu sur les propriétés mécaniques est basée dans un premier temps sur des essais de microdureté Vickers (HV_{0,1}) (moyenne sur vingt-cinq mesures). Le **Tableau V-2** présente l'ensemble des résultats obtenus et la **Figure V-8** donne les courbes d'évolution de la microdureté Vickers (HV_{0,1}) de l'alliage AA 6101 en fonction des traitements de revenu. Il faut noter ici que des traitements supplémentaires d'une durée de 1h et 2h30 à 200°C ont été réalisés afin de mettre en évidence le pic de dureté pour des revenus à 200°C.

Durées de revenu (h)	Températures de revenu (°C)		
	125	185	200
1	-	-	71±3
2,5	-	-	81±3
4	65±3	76±3	84±3
7	67±3	84±3	85±3
10	70±3	88±3	84±3
13	71±3	86±3	78±3

Tableau V-2 : Influence des traitements de revenu sur la dureté de l'alliage d'aluminium AA 6101

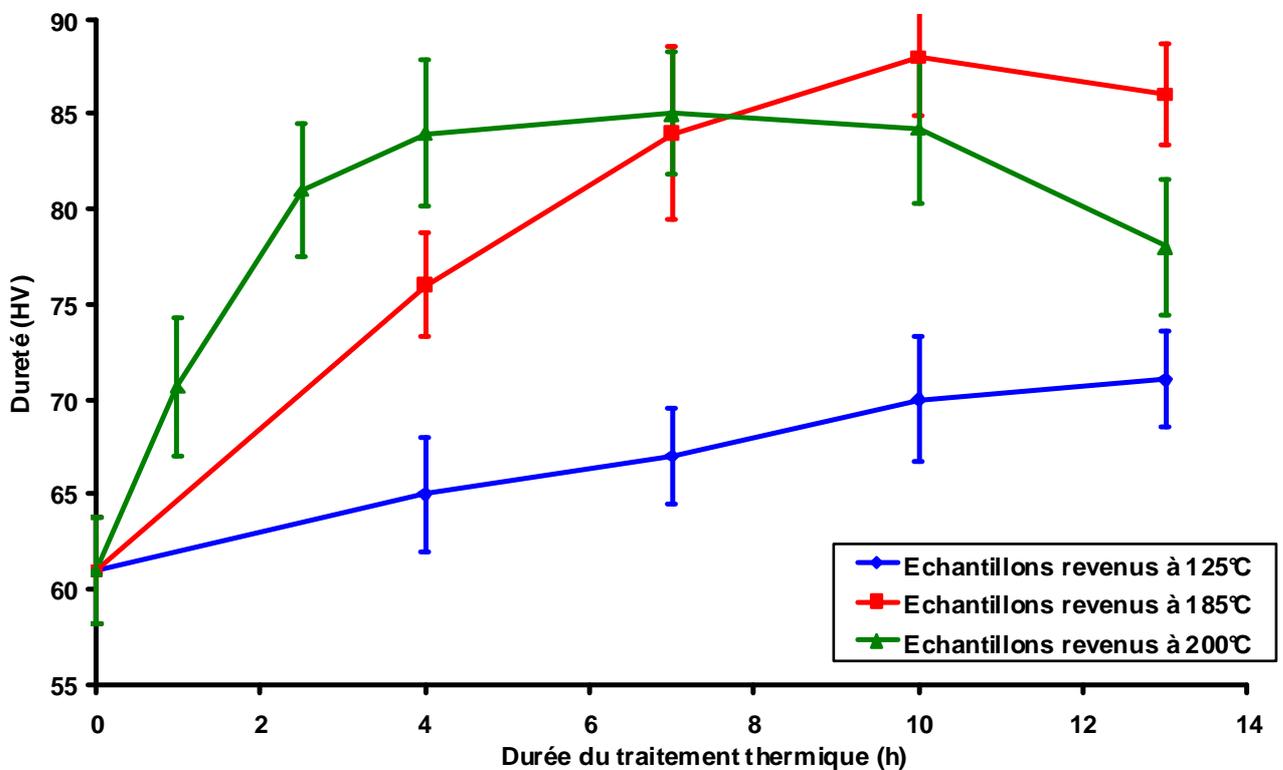


Figure V-8 : Influence des traitements de revenu sur la dureté de l'alliage d'aluminium AA 6101

Les courbes montrent que la dureté de l'alliage AA 6101 augmente rapidement, suite au traitement de revenu à 185°C et 200°C, et commence à décroître légèrement pour des durées de traitements supérieures à 10 heures. A 200°C, le pic de dureté est atteint pour une durée de 4 heures tandis que ce pic est atteint après 10 heures de revenu à 185°C. Cette augmentation des propriétés est liée à la précipitation des phases durcissantes β'' et β' , comme cela a pu être mis en évidence par les analyses ATD. Le phénomène de survieillissement qui se traduit par une diminution des propriétés mécaniques du matériau peut être associé à la poursuite de la séquence de précipitation β'' , β' puis β jusqu'à la coalescence des phases β , en particulier à 200°C. En revanche, à 125°C, le pic de dureté n'est toujours pas atteint pour une durée de traitement de 13 heures.

Des essais de traction ont aussi été réalisés sur des éprouvettes ayant subi différents traitements de revenu. Pour chaque traitement de revenu considéré, une éprouvette a été testée. Le **Tableau V-3** présente les résultats obtenus pour des traitements à 125°C. Le traitement de revenu conduit à une faible augmentation des propriétés mécaniques de l'alliage AA 6101 pour ce qui concerne la résistance à la rupture et la limite d'élasticité tandis que l'allongement à rupture n'est quasiment pas modifié. L'observation des faciès de rupture, qui sont de type ductile et se caractérisent par la présence de grosses cupules liées à la présence des précipités grossiers Al-Fe-Si, est en accord avec ces résultats. Cependant, une observation précise des faciès révèle de petites zones d'amorçage de rupture intergranulaire par coalescence de cupules (ovale en rouge sur la **Figure V-9**). Ces observations témoignent d'un début de formation des phases Mg_2Si aux joints de grains de l'alliage.

	R_{p0,2} (MPa)	R_m (MPa)	A %	HV_{0,1}
T4	90±3	187±4	36±2	61±3
T4 + 125°C-4h	110±4	209±2	37±3	65±3
T4 + 125°C-10h	110±3	217±2	37	70±3

Tableau V-3 : Influence du traitement de revenu à 125°C sur les propriétés mécaniques de l'alliage AA 6101

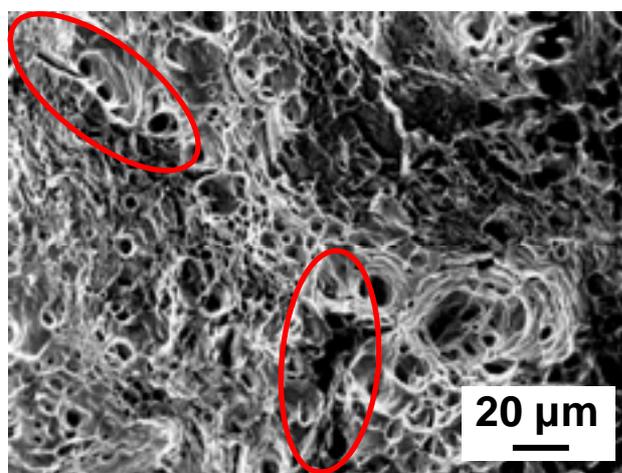


Figure V-9 : Observation au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture caractéristique de l'alliage AA 6101 T4 + 125°C-10h

Pour ce qui concerne les revenus à 185°C, la durée du traitement a assez peu d'influence sur les propriétés mécaniques de l'alliage AA 6101. En effet, la résistance à rupture est du même ordre de grandeur pour l'ensemble des durées considérées. Cependant, il est observé que la limite d'élasticité de l'alliage augmente légèrement et que son allongement à rupture diminue quand la durée du traitement augmente (**Tableau V-4**). Les observations au MEB des faciès de rupture, associées à une analyse quantitative de ces faciès en utilisant le logiciel Image J, montrent que la densité surfacique de rupture intergranulaire augmente significativement avec la durée du traitement de revenu (**Tableau V-5**). Ce résultat est lié à une augmentation de la densité de précipités intergranulaires Mg_2Si qui favorisent la rupture intergranulaire à caractère ductile. Ainsi, la perte de l'aptitude du matériau à supporter la déformation serait due à une augmentation de la densité de phases intergranulaires.

	Rp_{0,2} (MPa)	Rm (MPa)	A %	HV_{0,1}
T4	90±3	187±4	36±2	61±3
T4+ 185°C-4h	200±4	244±3	27±2	76±3
T4 + 185°C-7h	210±3	245±2	25±3	84±3
T4 + 185°C-10h	215±4	244±4	21±3	88±3
T4 + 185°C-13h	225±3	247±3	19±4	86±3

Tableau V-4 : Influence de la durée du traitement de revenu à 185°C sur les propriétés mécaniques de l'alliage

	T4 + 185°C-4h	T4 + 185°C-13h
Densité surfacique de zones de rupture intergranulaire ductile (%)	28±2	38±3

Tableau V-5 : Influence de la durée du traitement de revenu à 185°C sur la densité surfacique de zones de rupture intergranulaire ductile

1.2.2. Comportement en corrosion.

G. Svenningsen *et al.* ont mis en évidence une évolution des morphologies de corrosion lors de la caractérisation du comportement en corrosion d'alliages de la série 6xxx riches en cuivre en fonction de durées de traitement de revenu de ces alliages [5]. Les premiers résultats obtenus ici ont montré qu'un traitement de revenu à 185°C pendant 10 heures conduit à une sensibilisation de l'alliage à la corrosion intergranulaire, alors qu'à l'état T4 seule de la corrosion par piqûres est observée. L'objet de cette étude est de préciser les frontières (température/temps) du domaine de transition entre le phénomène de corrosion par piqûres et celui de corrosion intergranulaire. Ainsi, des essais de polarisation potentiocinétique ont été réalisés sur différents états métallurgiques (T4 + 185°C-4h, T4 + 200°C-1h, T4 + 125°C-4h et T4 + 125°C-10h). Par souci de synthèse, ces courbes de polarisation ne sont pas présentées dans ce manuscrit. Après les essais de polarisation, les électrodes ont été observées en MO.

Pour les états métallurgiques T4 + 185°C-4h et T4 + 200°C-1h, les observations au MO des électrodes révèlent uniquement de la corrosion intergranulaire. Ainsi, pour des températures de 185°C et de 200°C, les domaines de transition entre les deux modes de corrosion n'ont pas été mis en évidence. Effectivement, ces traitements de revenu engendrent très rapidement une dense précipitation de Mg₂Si aux joints de grains qui favorise la prédominance du phénomène de corrosion intergranulaire aux dépens de la corrosion par piqûres. Ces résultats sont à mettre en relation avec les observations au MEB des faciès de rupture des éprouvettes traitées à 185 et 200°C qui révèlent de nombreuses zones de rupture intergranulaire dues à la présence de précipités intergranulaires Mg₂Si.

Pour les états métallurgiques T4 + 125°C-4h et T4 + 125°C-10h, les observations au MO et au MEB des électrodes mettent en évidence les deux phénomènes de corrosion : la corrosion par piqûres et la corrosion intergranulaire, avec toutefois une faible proportion de joints de grains corrodés (**Figure V-10**). Le traitement de revenu à 125°C n'engendre qu'une faible densité de précipités aux joints de grains. Ainsi, l'alliage AA 6101 traité à 125°C est peu sensible à la corrosion intergranulaire. Ces résultats sont en accord avec l'observation des faciès de rupture suite aux essais de traction sur des éprouvettes traitées à 125°C qui ne révèlent que peu de zones de rupture intergranulaire dues à la présence des phases Mg_2Si aux joints de grains.

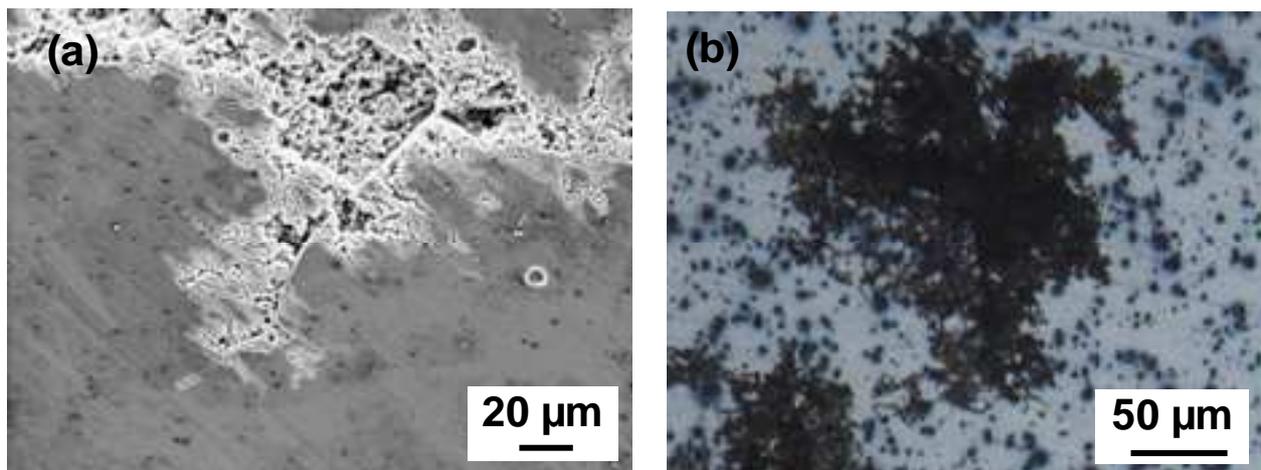


Figure V-10 : Etat de surface de l'alliage AA 6101 T4 + 125°C-xh après les essais de polarisation en milieu NaCl 0,5M (a) observation au MEB en électrons secondaires de l'alliage AA 6101 T4 + 125°C-4h (b) observation au MO de l'alliage AA 6101 T4 + 125°C-10h

La **Figure V-11** synthétise les résultats obtenus pour ce qui concerne l'influence des traitements de revenu sur les propriétés mécaniques et le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101. Ainsi, une évolution du comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 a été observée en fonction de la température du revenu imposé. Les revenus à 185°C et à 200°C conduisent, même pour des durées de traitement très courtes, à une sensibilisation du matériau à la corrosion intergranulaire, phénomène qui prédomine par rapport à la corrosion par piqûres. Pour les échantillons traités à 125°C, les deux formes de corrosion sont observées mais la corrosion par piqûres prédomine même si la quantité de joints de grains corrodés augmente avec la durée du revenu.

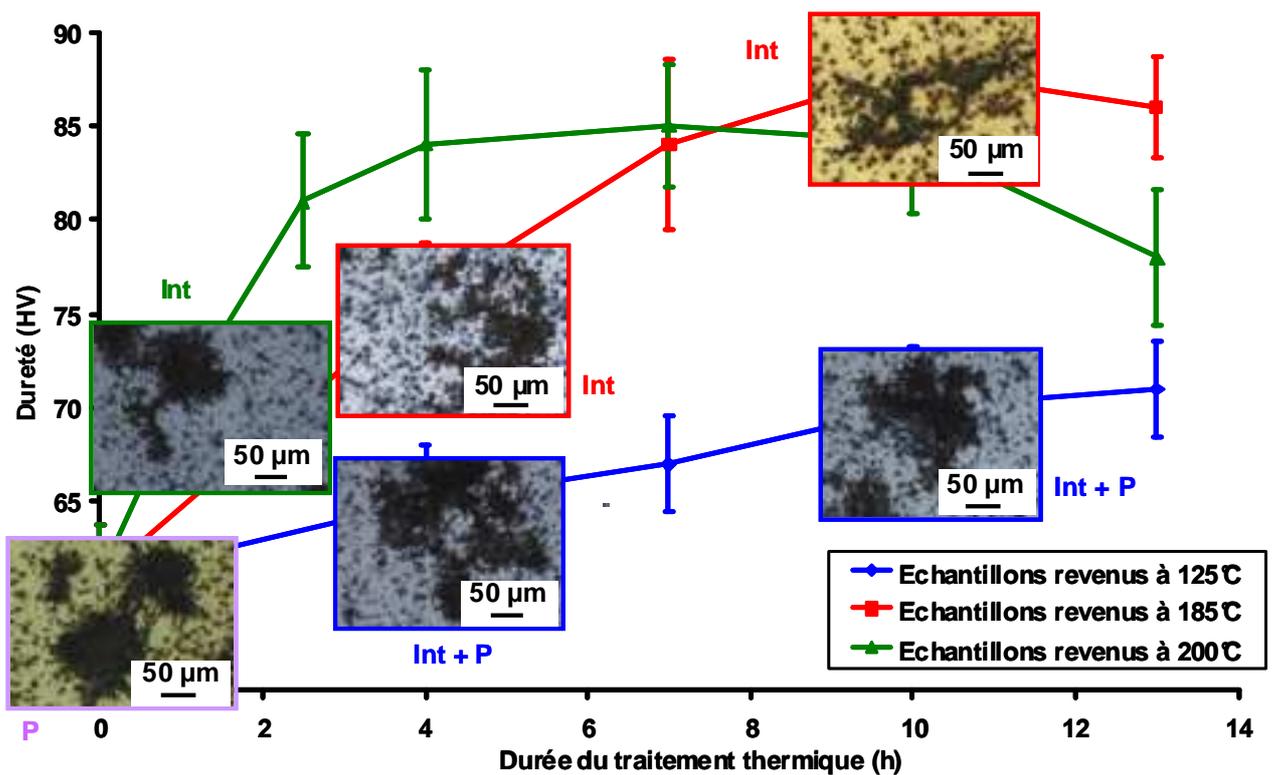


Figure V-11 : Influence des traitements de revenu sur les propriétés mécaniques et le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101. P = corrosion par piqûres. Int = corrosion intergranulaire

Ainsi, les résultats décrits dans la première partie de ce chapitre permettent d'évaluer l'influence d'un traitement de revenu sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101. Cependant, l'un des objectifs de la thèse est de comprendre le comportement en corrosion du matériau pour les différents états métallurgiques correspondant aux différentes étapes de transformation de la matière. Dès lors, il apparaît important d'étudier également l'influence de l'opération de tréfilage sur le comportement en corrosion de l'alliage. Il s'agit alors de prendre en compte, dans un premier temps, l'influence de l'érouissage seul, dû au tréfilage, qui entraîne une réduction de section de l'ébauche, et d'étudier, dans un second temps, l'influence des traitements combinés réalisés au cours de ce procédé de mise en forme c'est-à-dire tréfilage + revenu. Ces deux études comparées permettront de distinguer l'influence de l'érouissage de celle du traitement thermique, mais aussi d'étudier l'influence des traitements combinés sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101.

2. Influence de l'érouissage sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101.

2.1. Etat métallurgique T3.

2.1.1. Microstructure et propriétés mécaniques.

L'état métallurgique T3 est obtenu après une première étape de tréfilage permettant d'obtenir, à partir de l'ébauche à l'état métallurgique T4 et de diamètre 9,5 mm, un fil fin d'un diamètre de 1,34 mm. Les observations au MO et au MEB de l'alliage AA 6101 T3 n'ont pas permis de mesurer la taille de grains, que les échantillons étudiés aient ou non subi une

attaque métallographique. Ces mêmes outils d'observation ont permis en revanche de retrouver les particules intermétalliques grossières déjà identifiées pour les autres états métallurgiques. Ce sont des observations au MET qui ont réellement permis de mettre en évidence l'influence de l'érouissage sur la microstructure du matériau. Ainsi, le tréfilage, caractérisé par un taux de déformation de 4900 % et une vitesse de déformation rapide puisque la vitesse du brin en sortie de filière est de l'ordre de 100 km.h^{-1} , conduit à la formation d'une nano-structure du matériau. Effectivement, les observations au MET, dans le plan transverse, révèlent des grains ayant une taille moyenne de l'ordre de 100-500 nm (**Figure V-12 a**). Bien entendu, ces grains ont un fort rapport d'élongement avec une taille bien plus importante dans la direction de tréfilage. De plus, de nombreuses dislocations sont observées dans l'ensemble des grains (**Figure V-12 a** ; cercle blanc). Aucun précipité durcissant et aucun précipité intergranulaire n'ont été observés (**Figure V-12 b**). Des essais de microdureté Vickers sous 100 grammes ont été réalisés et révèlent que l'érouissage imposé au cours de cette première étape de tréfilage conduit à un durcissement de la structure, en accord avec la forte densité de dislocations observée (**Tableau V-6**). Pour comparaison, les mesures réalisées sur l'ébauche à l'état métallurgique T4 sont reportées dans le **Tableau V-6**.

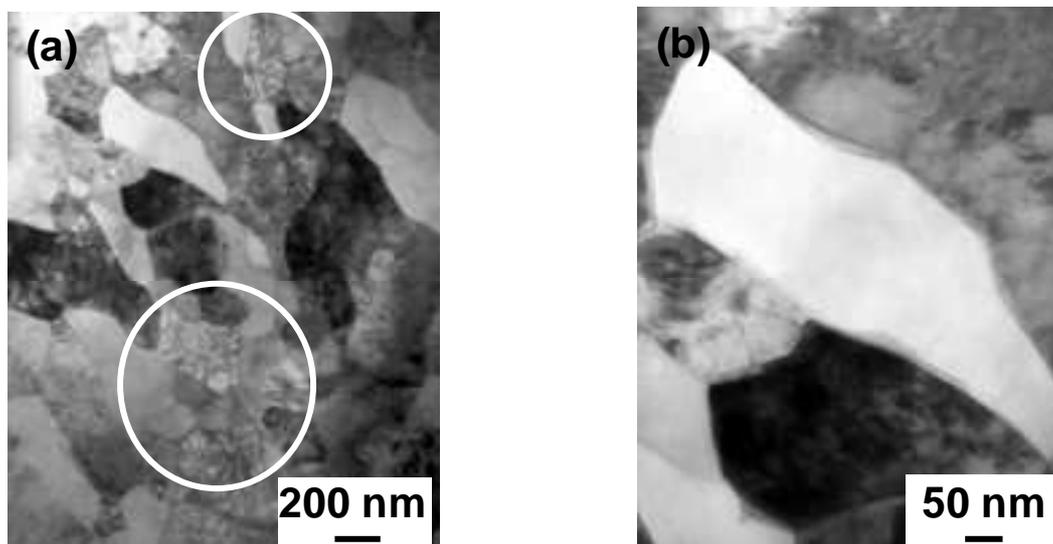


Figure V-12 : Observation au MET de la microstructure de l'alliage AA 6101 T3 (a) vue globale (b) zoom sur quelques grains

	T4	T3
HV _{0,1}	61±3	103±4

Tableau V-6 : Influence de l'érouissage sur les propriétés mécaniques de l'alliage AA 6101

2.1.2. Comportement en corrosion.

Des essais de polarisation potentiocinétique ont été réalisés en milieu NaCl 0,5M sur des fils tréfilés de diamètre 1,34 mm à l'état métallurgique T3. Les deux types de courbe $E=f(I)$, caractérisés respectivement par la présence d'un ou deux potentiels de rupture, ont été obtenus. Pour simplifier, seule une courbe représentative avec un seul potentiel de rupture (cas n°1) est présentée (**Figure V-13**). Pour faciliter la comparaison avec le comportement en

corrosion de l'ébauche, la courbe obtenue pour l'état métallurgique T4 est reportée sur la **Figure V-13**. La courbe intensité-potentiel caractéristique de l'état métallurgique T3 présente une allure générale tout à fait comparable à celle obtenue pour l'état T4. Dans le domaine cathodique, elle est caractérisée par un plateau de réduction de l'oxygène avec des valeurs de densité de courant cathodique proches de 5.10^{-5} A.cm⁻². Après le potentiel de rupture, qui correspond au potentiel de corrosion, la densité de courant anodique augmente rapidement. Ces essais montrent qu'au potentiel de corrosion, l'alliage AA 6101, à l'état métallurgique T3, est sensible à la corrosion localisée, comme l'alliage AA 6101 T4.

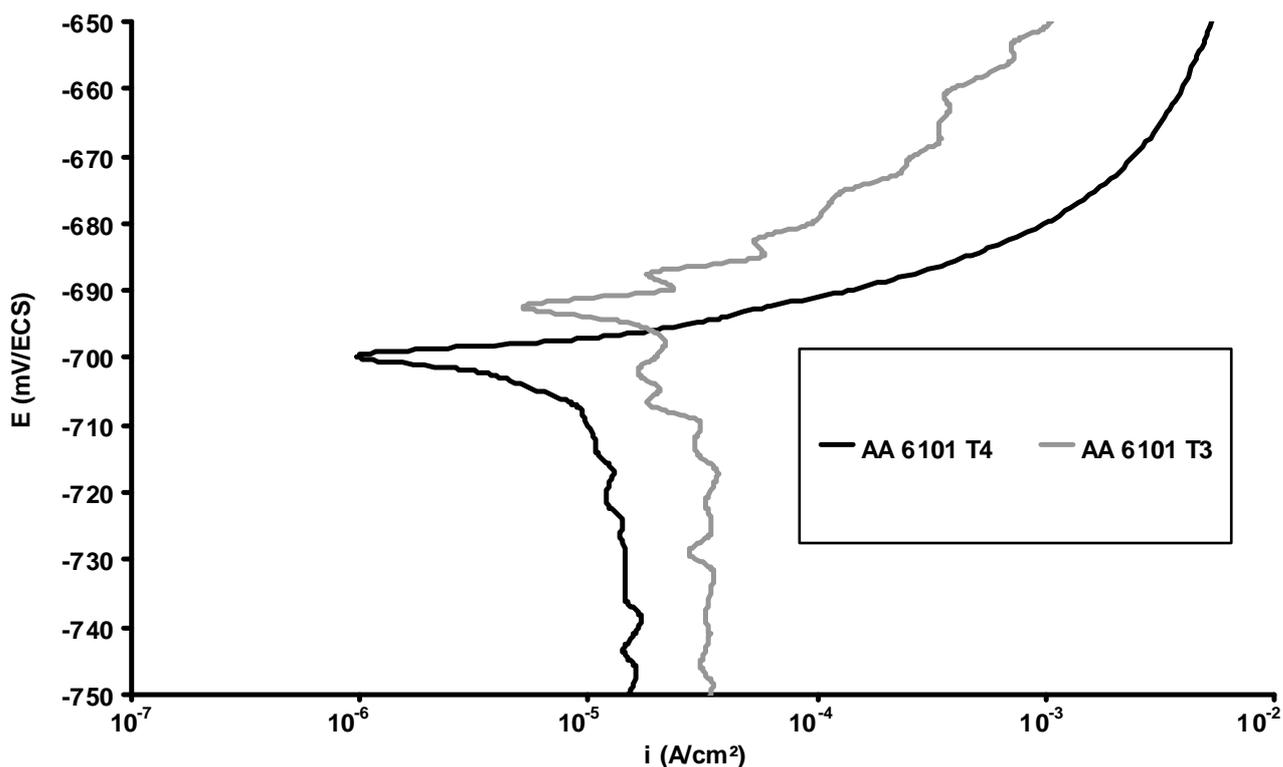


Figure V-13 : Influence de l'érouissage sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 en milieu NaCl 0,5M. Vitesse de balayage en potentiel = 500 mV.h⁻¹

Effectivement, l'observation au MO des électrodes après les essais de polarisation montre un endommagement en corrosion de l'alliage AA 6101 à l'état métallurgique T3 qui se caractérise par deux phénomènes de corrosion : une dissolution de la matrice autour des précipités grossiers Al-Fe-Si et la formation de réseaux de piqûres (**Figure V-14**). En revanche, aucune trace de corrosion intergranulaire n'est observée. Ces essais confirment ainsi le rôle de la précipitation fine de l'alliage AA 6101. En effet, les observations au MET ont révélé l'absence de précipités intergranulaires Mg₂Si dans l'alliage AA 6101 T3 ce qui est en accord avec l'absence de sensibilité de cet état métallurgique à la corrosion intergranulaire et corrobore le rôle majeur de ces précipités vis-à-vis de la sensibilité du matériau à cette forme de corrosion.

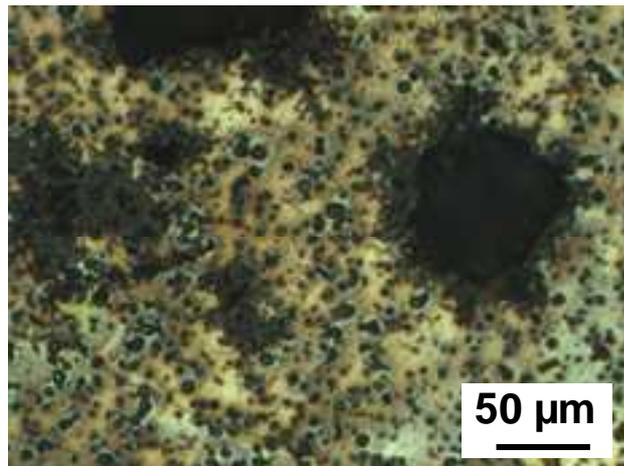


Figure V-14 : Etat de surface de l'alliage AA 6101 T3 après les essais de polarisation potentiocinétique en milieu NaCl 0,5M

Par ailleurs, la comparaison des courbes $E = f(I)$ obtenues pour les états métallurgiques T4 et T3 montre que l'érouissage imposé au cours du tréfilage conduit à un léger anoblissement du matériau. En effet, l'érouissage conduit à un déplacement du potentiel de corrosion, correspondant au potentiel de rupture, vers des potentiels plus anodiques. Il faut noter que ce résultat est en plein accord avec les mesures de potentiel libre réalisées. Cependant, la différence de potentiel de corrosion mesurée sur les courbes $E = f(I)$, qui est égale à 10 mV/ECS en milieu NaCl 0,5M, paraît très faible. Aussi, afin de confirmer le rôle de l'érouissage sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101, des essais de polarisation en milieu $\text{Na}_2\text{SO}_4 10^{-1}\text{M} + \text{NaCl } 10^{-3}\text{M}$, solution moins agressive vis-à-vis de l'alliage AA 6101 que la solution NaCl 0,5M, ont été réalisés. La **Figure V-15** présente les courbes de polarisation potentiocinétique obtenues pour les états métallurgiques T4 et T3. L'allure des courbes est identique. Dans le domaine cathodique, elles sont caractérisées, pour les potentiels les plus cathodiques, par un plateau correspondant à la réaction de réduction de l'oxygène. Ce plateau est suivi d'une droite de Tafel correspondant toujours à la réaction de réduction de l'oxygène. Pour les deux états métallurgiques, la courbe potentiocinétique globale présente deux potentiels de rupture. Le premier correspond au potentiel de corrosion. Après ce potentiel, le domaine anodique est caractérisé par un palier de passivation, ce qui montre qu'au potentiel de corrosion, le matériau se passive ce qui limite l'endommagement en corrosion. Effectivement, compte tenu de la vitesse de balayage, il est possible d'imaginer que si l'on réalise une mesure de potentiel libre sur un temps très long, un endommagement en corrosion puisse être observé ; toutefois, celui-ci ne devrait pas être très étendu. Après ce palier de passivité, la courbe anodique présente un point d'inflexion correspondant au second potentiel de rupture qui correspond à une augmentation rapide de la densité de courant anodique. L'allure des courbes est donc, comme cela a été dit précédemment, identique mais ces essais réalisés en milieu contenant des ions sulfates et chlorures montrent que l'érouissage du matériau (état métallurgique T3) conduit à un fort déplacement des potentiels de rupture vers le domaine anodique (**Tableau V-7**). Cela confirme donc les résultats obtenus en milieu contenant uniquement des ions chlorures. De plus, l'érouissage favorise la stabilité de la couche protectrice de l'alliage AA 6101. En effet, le domaine de potentiels correspondant à la stabilité de la couche d'alumine est plus étendu et les densités de courant de passivité sont plus faibles pour l'état métallurgique T3 comparativement à ce qui est mesuré pour l'état T4 (**Tableau V-7**). Ainsi, l'érouissage favorise la résistance à la corrosion de l'alliage 6101 en conduisant à la formation d'une couche de passivité plus protectrice et dont

le domaine de stabilité est étendu. Ces différences pourraient être liées à la fois à la composition chimique et à la microstructure du film de passivité développé à la surface de l'alliage AA 6101 selon qu'il est à l'état métallurgique T4 ou T3. Effectivement, les observations au MET ont montré une très forte densité de dislocations à l'état T3 ; ces dislocations pourraient être à l'origine d'une redistribution des éléments d'alliage dans le grain à l'état T3 ce qui pourrait se traduire par une chimie différente de la couche de passivité. Par ailleurs, lors de l'étape de tréfilage, une fragmentation des phases Al-Fe-Si est envisageable conduisant à un recouvrement des zones d'influence propres à chaque phase et par là-même à une redistribution peut-être plus homogène des potentiels électrochimiques [6]. Compte-tenu du fait que les phases Al-Fe-Si ont un comportement cathodique par rapport à la matrice, le potentiel de corrosion du matériau augmenterait logiquement. Ces hypothèses seront ré-abordées plus loin dans ce chapitre.

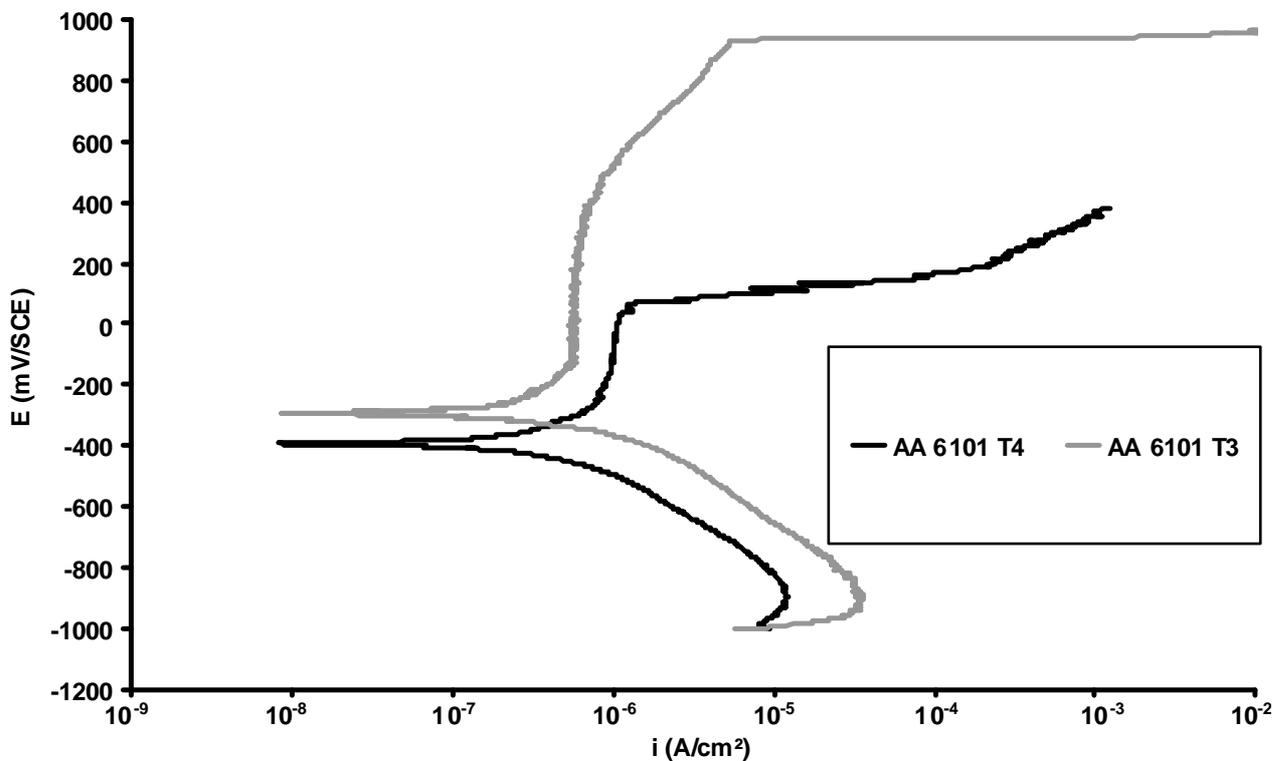


Figure V-15 : Influence de l'érouissage sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 en milieu $\text{Na}_2\text{SO}_4 10^{-1} \text{ M} + \text{NaCl } 10^{-3} \text{ M}$. Vitesse de balayage en potentiel = 500 mV.h^{-1}

	T4	T3
1^{er} potentiel de rupture	-390 mV/ECS	-295 mV/ECS
2^{ème} potentiel de rupture	70 mV/ECS	difficile à déterminer*
Densité de courant de passivité	$7,5 \cdot 10^{-7} - 1,3 \cdot 10^{-6} \text{ A.cm}^{-2}$	$5 \cdot 10^{-7} - 7,2 \cdot 10^{-7} \text{ A.cm}^{-2}$

Tableau V-7 : Influence de l'érouissage sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 en milieu $\text{Na}_2\text{SO}_4 10^{-1} \text{ M}$ et $\text{NaCl } 10^{-3} \text{ M}$. *La courbe présentant un point d'inflexion au niveau du palier de passivité vers 500 mV/ECS, il est difficile de dire si le 2ème potentiel de rupture correspond à ce point d'inflexion ou bien à l'augmentation nettement visible du courant anodique vers 930 mV/ECS.

Les études menées pour caractériser l'influence des traitements thermomécaniques sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 mettent ainsi en évidence un effet antagoniste entre l'érouissage, dû au procédé de tréfilage, et les traitements de revenu. Cet « antagonisme » se traduit, d'une part, sur le déplacement des potentiels de rupture et, d'autre part, sur la sensibilité de l'alliage à la corrosion intergranulaire. Ces différences de comportement semblent s'expliquer en prenant en compte les précipitations fines intragranulaire et intergranulaire.

2.2. Influence de la vitesse et du taux de déformation sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101.

Afin de mieux comprendre l'influence de l'érouissage sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101, avec notamment le rôle des dislocations sur la redistribution des éléments d'alliage, des taux d'érouissage plus faibles que celui correspondant au tréfilage de l'ébauche ont été imposés à des échantillons à l'état métallurgique T4 en utilisant les moyens disponibles au sein du CIRIMAT. Ainsi, des taux érouissages de 10% et 20% ont été imposés à des éprouvettes de traction à l'état métallurgique T4. Ces nouveaux états métallurgiques sont désignés T4 + e = 10% et T4 + e = 20%. Ces taux d'érouissage ont été obtenus en réalisant des essais de traction interrompus, à une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} . Cette vitesse de déformation est, bien entendu, sensiblement plus faible que celle imposée au cours d'une étape de tréfilage réalisée par la société SASA Tréfil'Alu pour obtenir l'état métallurgique T3. L'exploitation des résultats obtenus pour les états à 10 et 20% d'érouissage sera donc menée en gardant cette remarque à l'esprit.

Les observations au MO, en lumière polarisée, des échantillons après oxydation anodique, révèlent des grains d'une taille moyenne de 80-100 μm pour l'état T4 + e = 10% et de 70-100 μm pour l'état T4 + e = 20% dans le plan transverse. Aucune différence significative avec l'état métallurgique T4 a été observée. D'ores et déjà, il faut noter que ces états métallurgiques sont bien éloignés de la nano-structure observée pour l'état T3.

Des essais de polarisation potentiocinétique ont été réalisés en milieu NaCl 0,5M sur les états métallurgiques T4 + e = 10% et T4 + e = 20% (**Figure V-16**). Une fois de plus, les deux types de courbe E=f(I) ont été obtenus mais, pour simplifier, seules celles présentant un seul potentiel de rupture sont présentées ici. Pour faciliter la comparaison, les courbes obtenues pour les états métallurgiques T4 et T3 sont reportées sur la **Figure V-16**. De plus, les valeurs de potentiel de corrosion mesurées (le potentiel de corrosion correspond au potentiel de rupture sur une courbe E=f(I)) pour chaque état métallurgique sont reportées sur une échelle de potentiels (**Figure V-17**). Il apparaît que, plus le taux d'érouissage est important, plus le potentiel de corrosion du matériau est décalé vers des potentiels anodiques. Bien entendu, le décalage observé est faible mais, vu les résultats obtenus en milieu sulfates + chlorures et commentés précédemment, les écarts observés sont considérés comme ayant du sens. Cela confirme ainsi que l'érouissage conduit à un léger anoblissement du matériau.

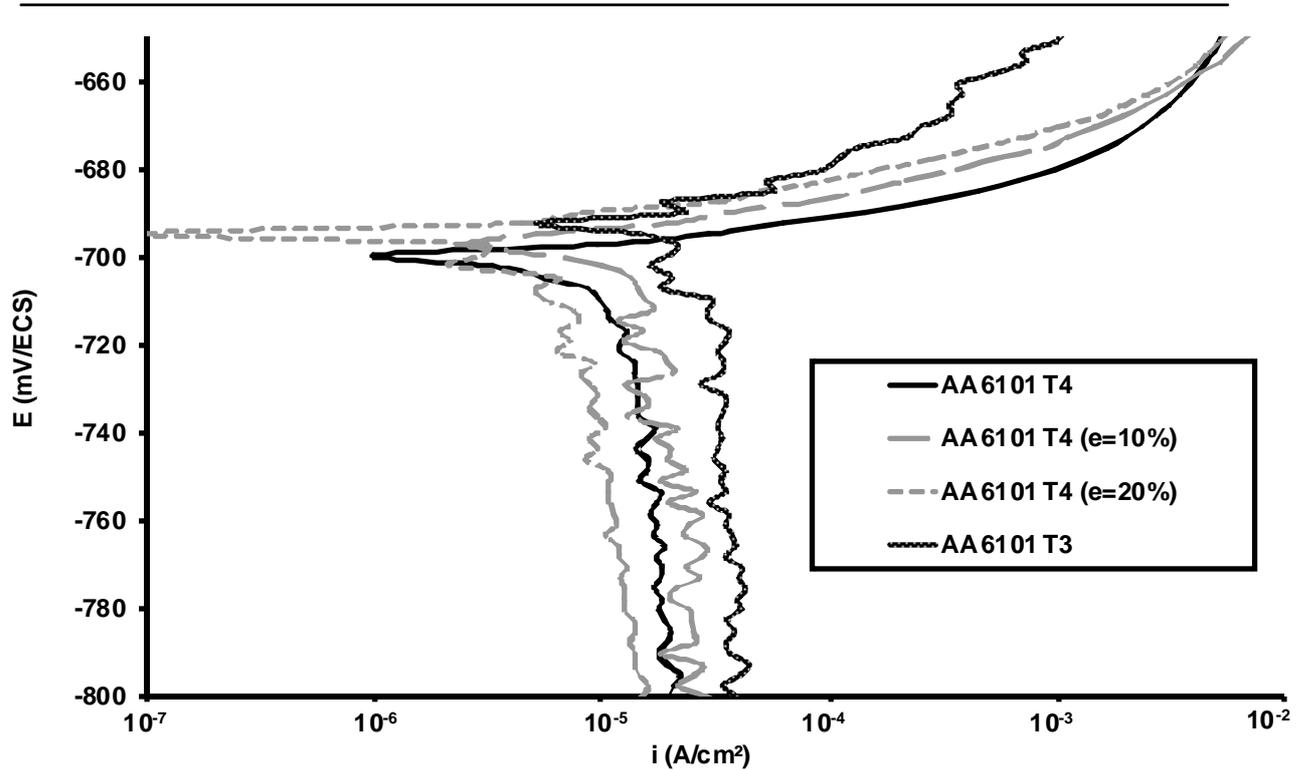


Figure V-16 : Influence de l'érouissage sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 en milieu NaCl 0,5M. Vitesse de balayage en potentiel = 500 mV.h⁻¹

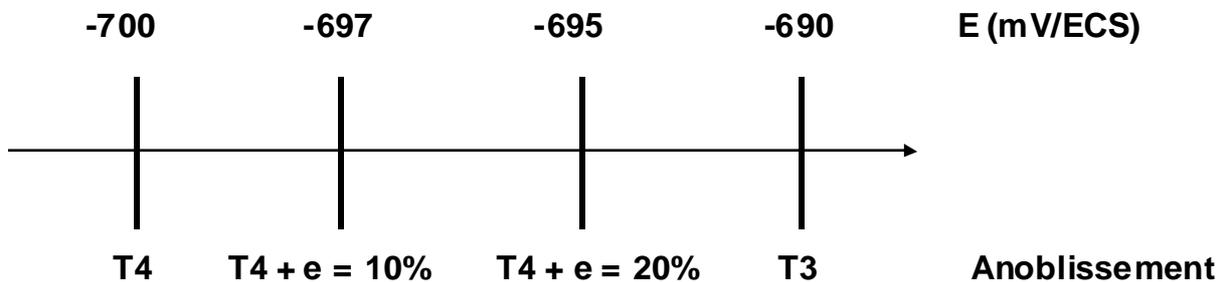


Figure V-17 : Influence de l'érouissage sur le potentiel de corrosion de l'alliage AA 6101 en milieu NaCl 0,5M

Après les essais de polarisation potentiocinétique, les électrodes ont été observées au MO pour les états métallurgiques T4 + e = 10% et T4 + e = 20% (**Figure V-18**). L'endommagement en corrosion observé correspond à une dissolution de la matrice autour des précipités et à la formation de réseaux de piqûres reliées par des filaments de corrosion. Aucune trace de corrosion intergranulaire n'est observée. Ces résultats sont cohérents avec ceux obtenus pour les états métallurgiques T4 et T3. En effet, les états métallurgiques T4 + e = 10% et T4 + e = 20%, obtenus par érouissage de l'ébauche à l'état métallurgique T4, ne présentent pas, logiquement, de phases Mg₂Si aux joints de grains, précipités à l'origine de la sensibilité à la corrosion intergranulaire.

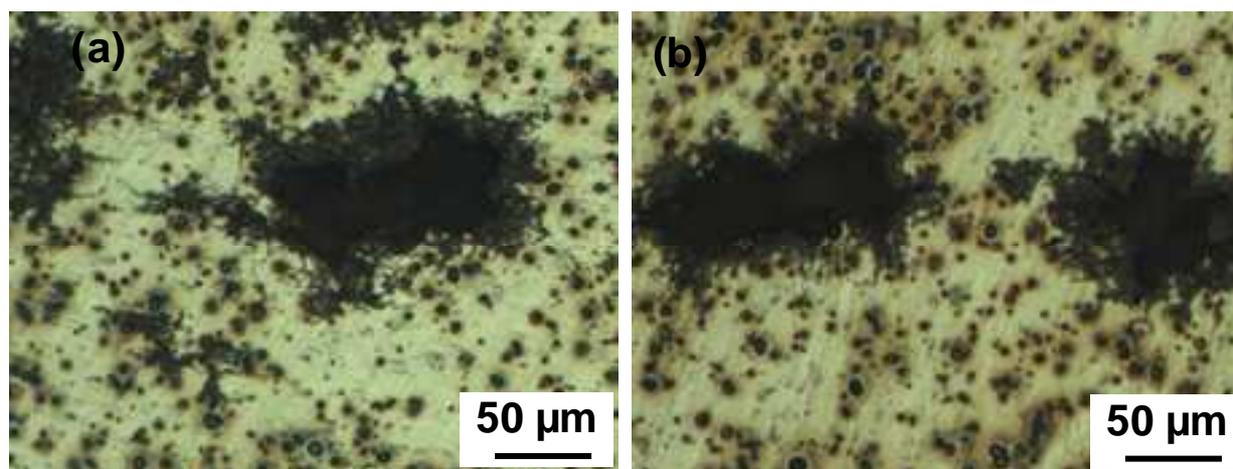


Figure V-18 : Etat de surface de l'alliage AA 6101 après les essais de polarisation potentiocinétique en milieu NaCl 0,5M (a) T4 + e = 10% (b) T4 + e = 20%

Les études précédentes ont mis en évidence un effet antagoniste des traitements de revenu et de l'érouissage sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 en milieu contenant des ions chlorures. En effet, les traitements de revenu conduisent à un déplacement des potentiels de rupture vers des potentiels plus cathodiques tandis que l'érouissage conduit à un léger anoblissement du matériau ce que les derniers résultats présentés ont confirmé. De plus, le matériau éroui n'est sensible qu'à la corrosion par piqûres alors que le matériau revenu est sensible à la corrosion intergranulaire. Une question se pose : comment évolue le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 suite aux traitements thermomécaniques combinés c'est-à-dire quand le tréfilage (érouissage) est suivi d'un revenu ?

3. Influence du couplage des traitements thermomécaniques (érouissage / revenu) sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101.

3.1. Etat métallurgique T8.

3.1.1. Microstructure et propriétés mécaniques.

Pour rappel, l'état métallurgique T8 est obtenu après une première étape de tréfilage suivie d'un traitement de revenu à 185°C pendant 10 heures. Les observations au MO en lumière polarisée des échantillons montrent une forte hétérogénéité de taille de grains. Ainsi, certains grains d'une taille moyenne de l'ordre de quelques micromètres ont pu être révélés en MO tandis que les observations au MET ont montré la présence de très petits grains de taille proche de 100 nm. Au final, la taille moyenne des grains du matériau à l'état métallurgique T8 est nettement supérieure à celle mesurée pour l'état métallurgique T3, pour lequel la taille moyenne des grains est comprise entre 100 et 500 nm. Ainsi, le traitement de revenu à 185°C pendant 10 heures, imposé à la nano-structure, résultat de la première étape de tréfilage (état T3), conduit à la croissance hétérogène des grains et/ou à un début de recristallisation. On constate donc une recristallisation partielle de la microstructure qui s'accompagne d'un adoucissement du matériau mis en évidence grâce aux résultats de microdureté Vickers à 100 grammes (**Tableau V-8**). Pour rappel, les valeurs mesurées pour les états métallurgiques T4 et T3 sont reportées dans le **Tableau V-8**. Les résultats montrent que l'érouissage dû au

tréfilage conduit à une augmentation des propriétés mécaniques tandis que le traitement de revenu à 185°C pendant 10 heures, imposé au fil fin de diamètre 1,34 mm, conduit à un adoucissement.

	T4	T3	T8	T4 + 185°C-10h
HV _{0,1}	61 ± 3	103 ± 4	82 ± 1	88 ± 1

Tableau V-8 : Influence des traitements thermomécaniques sur les propriétés mécaniques de l'alliage AA 6101

Par ailleurs, les observations au MET réalisées sur les échantillons à l'état métallurgique T8 mettent en évidence deux résultats très surprenants (**Figure V-19**). En effet, ni précipités durcissants de type β'' , β' ou β -Mg₂Si ni précipités intergranulaires n'ont été observés malgré le traitement de revenu à 185°C pendant 10 heures après l'étape de tréfilage. Les observations ont été réalisées sur trois échantillons et des résultats identiques ont été obtenus. Des observations au MET en haute résolution ont été réalisées pour compléter ces observations. La **Figure V-20 a** montre ainsi une image haute résolution d'un grain orienté selon l'axe de zone [001] ne présentant aucun défaut ; la **Figure V-20 b** correspond à la transformée de Fourier de l'image précédente tandis que la **Figure V-20 c** correspond au diagramme de diffraction expérimental. De nouveau, aucune tâche de surstructure, témoin de la présence de précipités, n'est visible. La **Figure V-20 d** permet d'évaluer la distance inter-réticulaire. Les valeurs mesurées selon le plan (200) sont de 2,09 Å. Cette valeur est proche de la distance inter-réticulaire théorique de l'aluminium qui est de 2,024 Å. L'absence des précipités durcissants suggère fortement que la séquence de précipitation classique et la croissance des phases habituellement formées sont modifiées par le fort écrouissage induit au cours du procédé de mise en forme des fils fins. Après écrouissage, le traitement de revenu ne parvient pas à déclencher les séquences classiques de précipitation qui avaient en revanche été observées lorsque ce même traitement de revenu avait été appliqué à l'ébauche à l'état métallurgique T4. Ces résultats sont d'autant plus surprenants que l'écrouissage génère de nombreuses dislocations qui devraient constituer des sites de germination des phases durcissantes au sein de la nano-structure.

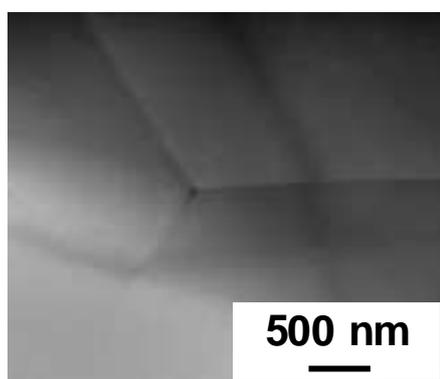


Figure V-19 : Observation au MET d'un joint triple de l'alliage AA 6101 T8

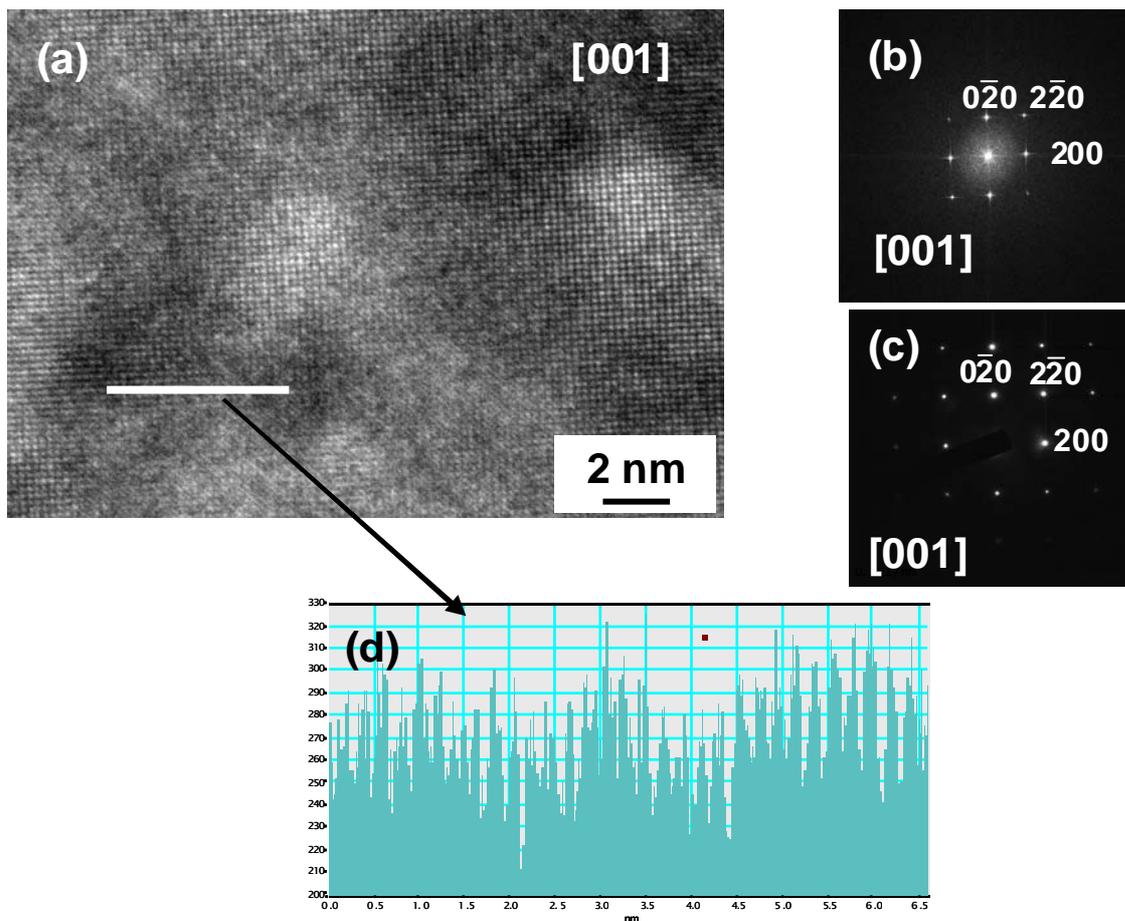


Figure V-20 : Observations au MET haute résolution de la microstructure de l'alliage AA 6101 T8 (a) micrographie haute résolution d'un grain selon l'axe de zone [001] (b) transformée de Fourier correspondante selon l'axe de zone [001] (c) cliché de diffraction selon l'axe de zone [001] (d) mesure des distances inter-réticulaires

Pour compléter ces observations, des analyses ATD ont été réalisées sur les états métallurgiques T3 et T8 afin de mettre en évidence l'influence de l'érouissage sur la précipitation des phases durcissantes (**Figure V-21**). L'exploitation des mesures étant strictement qualitative, le signal correspondant à l'état métallurgique T8 a été décalé selon l'axe des ordonnées pour faciliter la lecture. Pour l'état métallurgique T3, un premier pic exothermique à 245°C, correspondant à la transformation des zones GP en précipités métastables β'' , est observé. En revanche, contrairement aux résultats obtenus pour l'état métallurgique T4, aucun pic exothermique réellement défini dû à la précipitation des phases β' et β n'est observé pour l'état métallurgique T3. En effet, bien qu'un signal supérieur à la ligne de base soit observé à 325°C, il est difficile de savoir si ce signal est dû à la précipitation des phases β' et β . Pour ce qui concerne le premier pic, associé à la formation des phases β'' , son analyse semble sans équivoque du fait du pic endothermique à 485°C, témoin de la dissolution de ces phases. De plus, les observations au MET de l'état métallurgique T3 ont mis en évidence une forte densité de dislocations au sein de la nano-structure. Ces dislocations sont distribuées de manière relativement homogène. Cette nano-structure est liée à une recristallisation dynamique qui s'est produite lors d'une étape du tréfilage. Cette étape-là a certainement été suivie d'une passe finale qui a plastifié la nano-structure ce qui expliquerait la densité de dislocations observée. Lors de la recristallisation, les zones GP sont effacées par le mouvement des interfaces et se reforment par la suite. Il est donc possible de

supposer que la recristallisation comme les dislocations, générées lors de la dernière passe de tréfilage, ont contribué à redistribuer de manière homogène les éléments d'alliage au sein de la matrice et, par là même, induit une distribution homogène des zones GP, présentes à l'état T3. Ainsi, lors de l'essai d'ATD, suite à la transition des zones GP en phases β'' (premier pic), la matrice peut être considérée comme stable car caractérisée par une distribution volumique homogène des phases β'' au sein de la matrice. Cette homogénéité, associée à une plus grande proximité des phases durcissantes pourrait limiter voire supprimer les zones encore sursaturées. De plus, la composition des phases β'' est Mg_5Si_6 . Ces phases métastables présentent donc un excès de silicium par rapport aux phases stables β - Mg_2Si . Une diffusion du magnésium au sein de la matrice d'aluminium est donc nécessaire pour observer la formation des composés β' et β . Compte-tenu du fait que la matrice est supposée stabilisée par la distribution volumique homogène des phases β'' , il n'existerait pas d'enrichissement ou d'appauvrissement local de la matrice en élément magnésium, phénomène moteur de la diffusion du magnésium au sein de la matrice. Ainsi, la formation des phases β' et β ne serait pas possible.

On peut considérer alors que le traitement de revenu à 185°C pendant 10 heures génère une recristallisation statique hétérogène de la nano-structure dans la mesure où le taux de déformation introduit lors de la passe finale est inférieur au taux de déformation critique pour une recristallisation totale. Cette hypothèse est en accord avec la taille de grains hétérogène observée à l'état T8. Le traitement de revenu est suffisant pour induire la précipitation de la phase β'' à partir des zones GP régénérées. Toutefois, l'homogénéité initiale de l'alliage, en terme de distribution des éléments d'alliage, n'est pas affectée pour autant et il n'est donc pas possible de déclencher la précipitation des phases β' et donc β . Ainsi, pour l'état métallurgique T8, le premier pic exothermique à 245°C n'est plus observé dans la mesure où le traitement de vieillissement artificiel a déjà favorisé l'évolution des zones GP en phases β'' . Ce processus-là est donc achevé. Comme pour l'état T3, on n'observe pas les pics caractéristiques de β' et β . Ce sont ces mêmes processus de recristallisation et d'homogénéisation qui permettraient d'expliquer l'absence de précipitation intergranulaire.

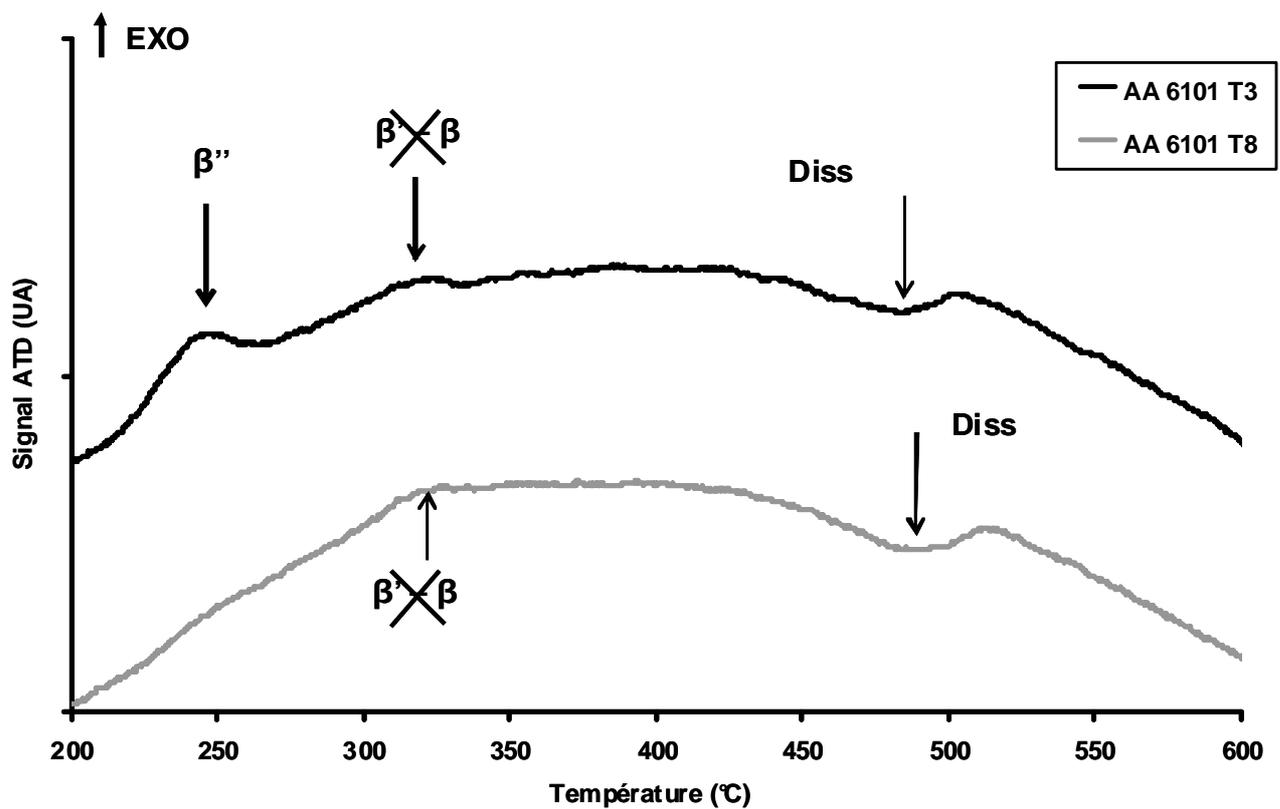


Figure V-21 : Analyses ATD réalisées sur des échantillons de l'alliage AA 6101 pour les états métallurgiques T3 et T8. Vitesse de chauffe de $5^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$. *Pas d'échelle en ordonnée car analyse strictement qualitative

Suite à ces premiers essais, un deuxième cycle de montée en température et des mesures ATD ont été réalisés sur les mêmes échantillons aux états métallurgiques T3 et T8. Au cours du premier cycle de mesure, une température de 610°C a été atteinte. On peut donc considérer que les échantillons ont été soumis à une remise en solution au cours du premier cycle de mesure. Ainsi, les matériaux ont été restaurés avant le deuxième cycle de montée en température. La **Figure V-22** présente les courbes ATD des deux cycles de montée en température pour les états métallurgiques T3 et T8. Les signaux ont de nouveau été décalés, l'exploitation des données étant strictement qualitative. Après la mise en solution des matériaux, le processus normal de précipitation est de nouveau observé. En effet, pour les états métallurgiques T3 et T8, les trois pics exothermiques témoins de la formation des phases β'' , β' et $\beta\text{-Mg}_2\text{Si}$ sont observés.

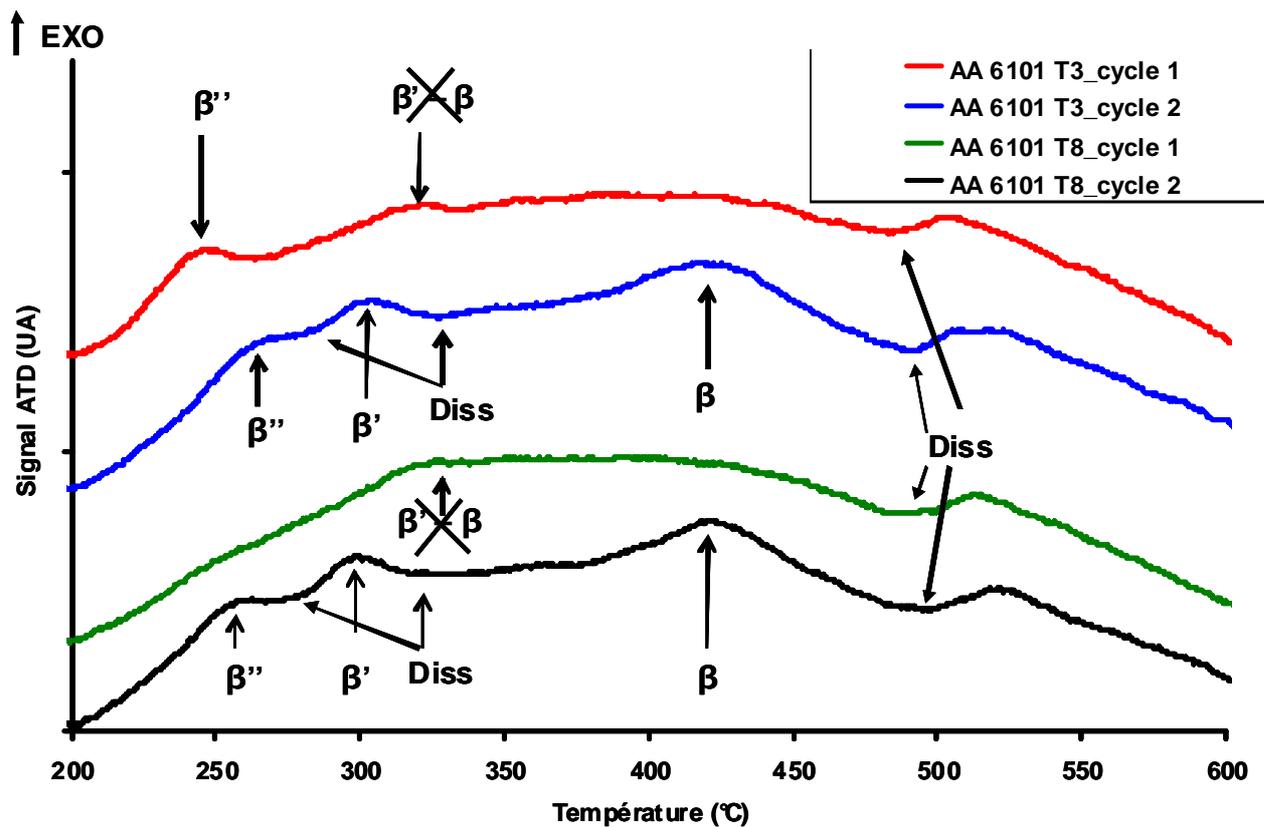


Figure V-22 : Analyses ATD réalisées sur des échantillons de l'alliage AA 6101 pour les états métallurgiques T3 et T8. Vitesse de chauffe de $5^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$. *Pas d'échelle en ordonnée car analyse strictement qualitative

3.1.2. Comportement en corrosion.

La **Figure V-23** présente une courbe de polarisation potentiocinétique représentative du comportement électrochimique de l'alliage AA 6101 T8 en milieu NaCl 0,5M. Parmi les nombreuses courbes $E=f(I)$ obtenues, certaines présentaient un potentiel de rupture et d'autres deux. La courbe représentée ici correspond au cas n°1 avec un seul potentiel de rupture. Les courbes obtenues pour les états T4, T3 et T4 + $185^{\circ}\text{C}-10\text{h}$ sont reportées pour faciliter la comparaison ; bien entendu, pour ces états métallurgiques aussi, les courbes $E=f(I)$ sélectionnées ne présentent qu'un potentiel de rupture. La courbe obtenue pour l'état métallurgique T8 peut être décrite de façon similaire à celles tracées pour les autres états métallurgiques. Le domaine cathodique est caractérisé par un plateau de réduction de l'oxygène avec des valeurs de densité de courant cathodique proches de $5 \cdot 10^{-5} \text{ A}\cdot\text{cm}^{-2}$. La densité de courant anodique augmente rapidement après le potentiel de rupture, qui correspond au potentiel de corrosion, ce qui montre qu'au potentiel de corrosion, l'alliage AA 6101 dans l'état métallurgique T8 présente de la corrosion localisée. La comparaison des courbes $E=f(I)$ tracées pour les quatre états métallurgiques confirme que le traitement de revenu conduit à un déplacement des potentiels vers des potentiels plus cathodiques, déplacement plus marqué pour l'état métallurgique T4 + $185^{\circ}\text{C}-10\text{h}$ que pour l'alliage à l'état T8. Les analyses ATD ont montré que le traitement de revenu à 185°C pendant 10 heures, qu'il soit appliqué après la première étape de tréfilage ou sur un état T4, favorise la précipitation des phases β'' de façon homogène au sein de la matrice d'aluminium alors que ces précipités ne sont pas présents dans la matrice de l'alliage AA 6101 pour les états métallurgiques T4 et T3. De par leur composition chimique, ces phases constituent des zones

anodiques au sein de la matrice. Elles induisent donc un déplacement des potentiels de rupture vers des potentiels plus cathodiques. Le plus faible décalage des potentiels de rupture observé pour l'alliage à l'état T8, par comparaison à ce qui est observé pour l'alliage T4 + 185°C-10h, pourrait s'expliquer, comme cela a été fait précédemment pour l'alliage à l'état T3, par une fragmentation des précipités grossiers Al-Fe-Si, dont le potentiel de corrosion est anodique par rapport à celui de la matrice. De plus, il paraît pertinent également de faire de nouveau référence aux résultats des essais d'ATD. Pour l'alliage AA 6101 T4 + 185°C-10h, il est probable qu'une faible fraction de précipités durcissants correspondent à des phases β' voire β , plus riches en magnésium et donc avec un potentiel plus cathodique. Par ailleurs, pour ce qui concerne l'alliage à l'état T3, outre la fragmentation des précipités Al-Fe-Si, il est possible d'envisager que la redistribution au sein de la matrice des éléments d'alliage, du fait du fort taux d'écroutissage et donc de la grande densité de dislocations, explique l'anoblissement des potentiels de rupture et les bonnes propriétés du film de passivité observées précédemment. C'est d'ailleurs cette même redistribution des éléments d'alliage qui explique le ralentissement ou le blocage de la séquence de précipitation pour l'alliage à l'état T8, comme l'ont montré les résultats d'ATD, d'où les commentaires précédents sur les valeurs comparées des potentiels de rupture pour les états T8 et T4 + 185°C-10h. Ces résultats mettent donc de nouveau en évidence le rôle majeur de la précipitation fine sur le comportement en corrosion, et indirectement le rôle primordial de l'écroutissage qui peut modifier significativement les séquences de précipitation.

Par ailleurs, des essais de polarisation ont été réalisés sur des fils fins de diamètre 0,51 mm à l'état métallurgique T9, résultant de la seconde étape de tréfilage. Les résultats mettent en évidence un nouveau déplacement du potentiel de corrosion vers des valeurs plus anodiques comparativement à ce qui est mesuré pour l'état T8. Cet anoblissement pourrait être imputable à une dissolution des précipités β'' lors du tréfilage associée à une redistribution des éléments d'alliage comme pour l'état T3. D'ailleurs, les valeurs de dureté mesurées sur des échantillons à l'état T8 et T9 sont tout à fait comparables ce qui confirmerait cette hypothèse. De plus, l'augmentation de la densité de dislocations pourrait également contribuer à ce décalage des potentiels (**Figure V-23**).

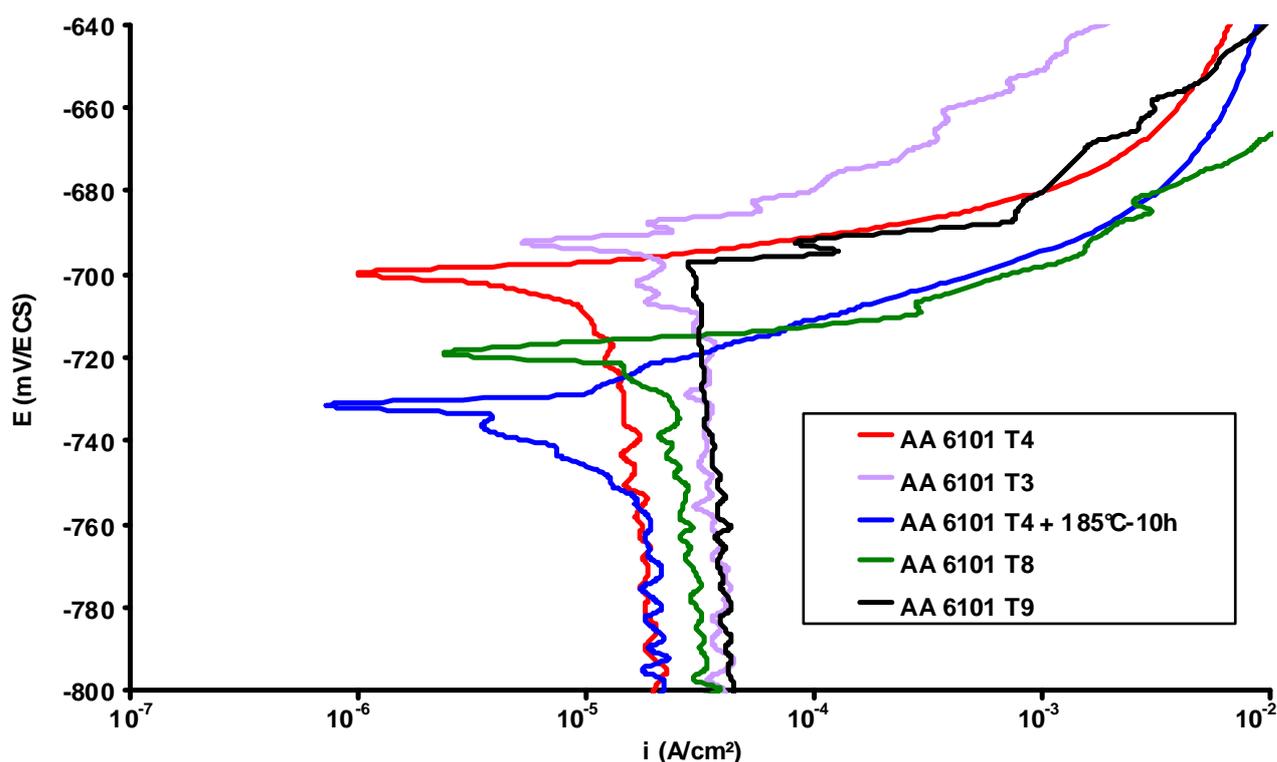


Figure V-23 : Influence des traitements thermomécaniques sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101. Vitesse de balayage en potentiel = 500 mV.h⁻¹

Pour l'état métallurgique T8, l'endommagement en corrosion observé après les essais de polarisation se caractérise par une dissolution de la matrice autour des précipités grossiers et la formation de réseaux de piqûres reliées par des filaments de corrosion (**Figure V-24**). Aucun endommagement par corrosion intergranulaire n'est visible pour cet état métallurgique, contrairement à l'état T4 + 185°C-10h, et en accord avec les observations au MET et les commentaires des résultats d'ATD. Ces résultats permettent de confirmer l'hypothèse de l'effet antagoniste entre l'érouissage et le traitement de revenu vis-à-vis de la précipitation de phases intergranulaires Mg₂Si et donc par conséquent de la sensibilité à la corrosion intergranulaire.

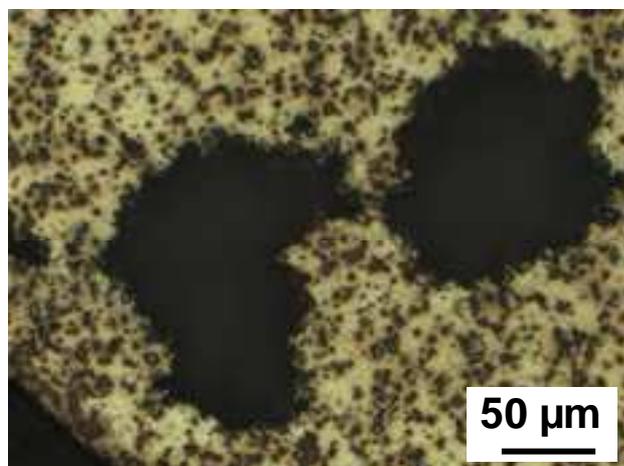


Figure V-24 : Etat de surface de l'alliage AA 6101 T8 après les essais de polarisation potentiocinétique en milieu NaCl 0,5M

3.2. Influence d'une modification des paramètres caractéristiques des opérations de tréfilage et de revenu sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 T8.

Les résultats précédents ont mis en évidence l'influence de l'érouissage sur la sensibilité de l'alliage AA 6101 à la corrosion et en particulier sur les formes de corrosion développées. En effet, le matériau éroui et revenu n'est sensible qu'à la corrosion par piqûres alors que, lorsqu'il est revenu sans érouissage préalable, une forte sensibilité à la corrosion intergranulaire est mise en évidence. Une première question se pose donc, toujours en relation avec les problématiques industrielles de maintien des conditions opératoires relatives aux procédés de mise en forme. Cette question peut être formulée ainsi : comment évoluera la sensibilité à la corrosion de l'alliage 6101 si le taux d'érouissage est plus faible pour un état T8 ? Des éléments de réponse sont apportés dans le paragraphe ci-dessous. Le paragraphe §3.2.2 vise à répondre à une deuxième question : quelle sera la sensibilité à la corrosion intergranulaire de l'alliage AA 6101 si les durées ou les températures de revenu sont modifiées ?

3.2.1. Erouissage plus faible que celui induit par l'opération de tréfilage « standard » et revenu à 185°C pendant 10h.

Pour répondre à la question posée ci-dessus, certains échantillons dans les états métallurgiques T4 + e = 10% et T4 + e = 20% ont été soumis à un traitement de revenu à 185°C pendant 10 heures. Ces échantillons sont nommés T4 + e = 10% + 185°C-10h et T4 + e = 20% + 185°C-10h.

La **Figure V-25** présente les courbes de polarisation potentiocinétique obtenues pour ces deux états métallurgiques. Pour comparaison, les courbes tracées pour les états T4, T4 + 185°C 10h et T8 sont également reportées. En tenant compte des remarques habituelles (seules les courbes avec un potentiel de rupture sont sélectionnées ici), il apparaît que toutes les courbes $E=f(I)$ ont la même allure. Il ne s'agit donc pas de revenir sur la description de ces courbes mais de relever simplement que ces essais permettent de confirmer deux résultats énoncés précédemment :

- le traitement de revenu conduit à un déplacement du potentiel de corrosion de l'alliage AA 6101 vers des potentiels plus cathodiques
- l'érouissage conduit, au contraire, à un léger anoblissement du matériau.

Ces deux résultats sont clairement mis en évidence sur l'échelle de potentiels (**Figure V-26**) sur laquelle sont reportées les valeurs de potentiel de corrosion de l'alliage AA 6101 relevées sur les courbes $E=f(I)$ pour chaque état métallurgique.

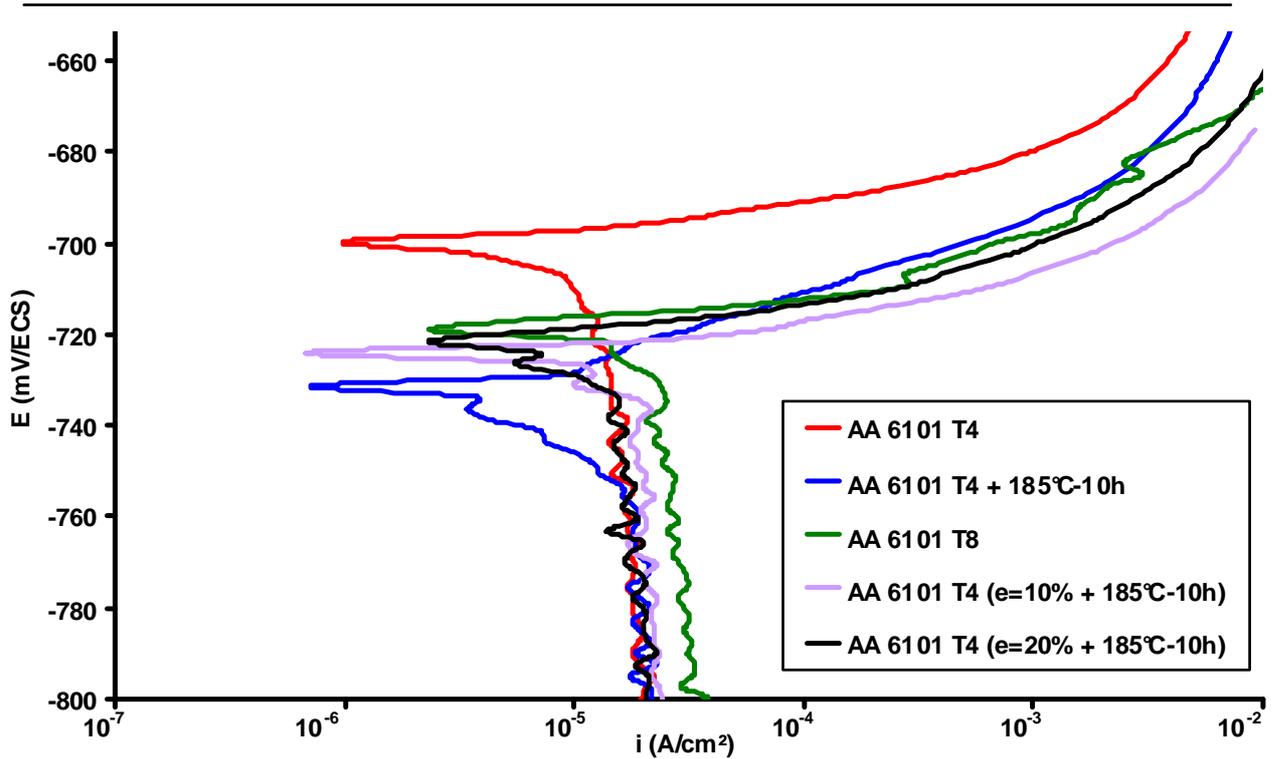


Figure V-25 : Influence des traitements combinés sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101.
Vitesse de balayage en potentiel = 500 mV.h^{-1}

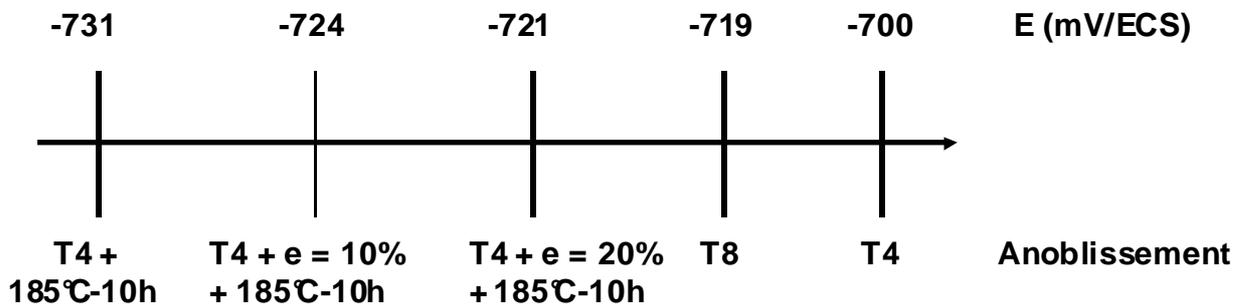


Figure V-26 : Influence des traitements combinés sur le potentiel de corrosion de l'alliage AA 6101 en milieu NaCl 0,5M.

De plus, après les essais de polarisation potentiocinétique, les observations au MO des électrodes corrodées montrent que l'alliage AA 6101, dans les états T4 + e = 10% + 185°C-10h et T4 + e = 20% + 185°C-10h, est sensible à la corrosion intergranulaire (**Figure V-27**). Ainsi, si le taux d'écroutissage précédant le traitement thermique est plus faible que celui correspondant à l'état métallurgique T8, alors l'alliage AA 6101 reste sensible à la corrosion intergranulaire. Seul un fort taux d'écroutissage, de l'ordre de 98% correspondant à l'état métallurgique T8, semble contrarier la sensibilité à la corrosion intergranulaire induite par le traitement de revenu seul. Ceci est probablement lié à une modification de la précipitation intergranulaire qui dépendrait du taux d'écroutissage appliqué durant le tréfilage précédant le revenu. Les observations au MET de l'état métallurgique T4 + e = 20% + 185°C-10h mettent en évidence, aux joints de grains, la présence de précipités Mg_2Si qui sont à l'origine de la sensibilité de l'alliage à la corrosion intergranulaire (**Figure V-28**). De plus, de nombreux précipités durcissants sont observés. Ces résultats confirment donc que l'écroutissage influence fortement la précipitation des phases durcissantes et/ou intergranulaires. En effet,

une déformation sévère de la structure perturbe la cascade de métastabilité allant de β'' à β et la germination des précipités intergranulaires Mg_2Si au cours du traitement de revenu, désensibilisant par là-même l'alliage à la corrosion intergranulaire. Toutefois, il faut rappeler à ce stade que les états faiblement déformés l'ont été à de faibles vitesses de déformation contrairement à l'état T8. Avec les résultats dont nous disposons, il nous est impossible de distinguer le rôle du taux de déformation de celui de la vitesse de déformation vis-à-vis de la désensibilisation de l'alliage AA 6101 à la corrosion intergranulaire.

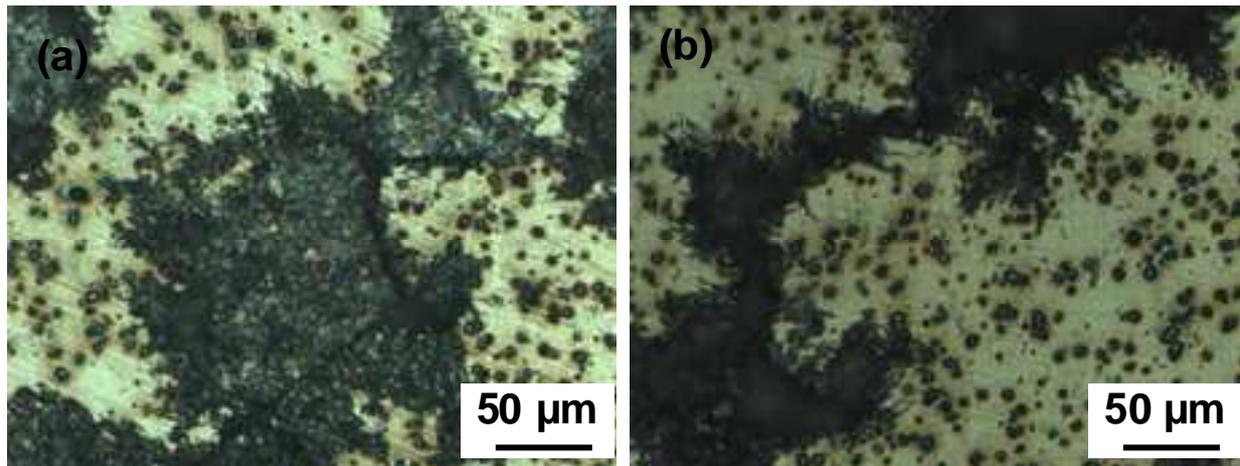


Figure V-27 : Etat de surface de l'alliage AA 6101 après les essais de polarisation en milieu NaCl 0,5M
(a) T4 + e = 10% + 185°C-10h (b) T4 + e = 20% + 185°C-10h



Figure V-28 : Observation au MET d'un joint de grain de l'alliage AA 6101 + e = 20% + 185°C-10h

3.2.2. Influence des durées et des températures des traitements de revenu intermédiaires sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 T8.

Le traitement de revenu à 185°C pendant 10 heures génère la recristallisation de la nano-structure issue de la première étape de tréfilage. Les analyses ATD réalisées sur les états métallurgiques T3 et T8 ont montré que le traitement de revenu favorisait la transition entre les zones G.P et les phases durcissantes β'' mais ne permettait pas la précipitation des phases β' et β - Mg_2Si . En effet, les zones GP sont effacées par le mouvement des interfaces lors de la recristallisation et se reforment par la suite. Le traitement de revenu est suffisant pour induire la précipitation de la phase β'' à partir des zones GP régénérées. De plus, il a été

mis en évidence qu'une mise en solution et donc une recristallisation de la structure, au préalable du traitement de revenu, permettait d'observer de nouveau trois pics exothermiques au cours des analyses ATD, témoins d'un processus normal de précipitation permettant la formation des précipités durcissants β -Mg₂Si. Ainsi, on peut se demander comment évoluera la sensibilité à la corrosion de l'alliage 6101 si la durée du traitement thermique est plus longue pour un état T8 ?

Pour répondre à cette question, des échantillons dans l'état métallurgique T8 ont été maintenus à 185°C pendant des durées différentes (10h, 24h, 72h et 150h) de façon à prolonger la durée du revenu intermédiaire. Il est clair que l'on néglige ici l'influence du passage à température ambiante entre le premier revenu et le second. Ce traitement thermique supplémentaire a pour but de continuer le processus de recristallisation et de favoriser la formation d'une précipitation fine intragranulaire et/ou intergranulaire. Ces états métallurgiques sont nommés respectivement T8 + 185°C-10h, T8 + 185°C-24h, T8 + 185°C-72h et T8 + 185°C-150h.

Des essais de microdureté Vickers sous 100 grammes ont d'abord été réalisés sur ces échantillons pour caractériser l'influence de la durée de traitement de revenu sur les propriétés mécaniques de l'alliage. Le **Tableau V-9** présente l'ensemble des résultats des mesures de microdureté pour les états métallurgiques considérés. Pour rappel, les résultats obtenus pour les états métallurgiques T3 et T8 sont reportés. L'ensemble des mesures montre que les traitements de revenu favorisent l'adoucissement de la structure. En effet, l'augmentation de la durée du traitement de revenu conduit à une diminution des propriétés mécaniques du matériau tréfilé.

Etat métallurgique	HV _{0,1}
T3	103±4
T8	82±1
T8 + 185°C-10h	72±1
T8 + 185°C-24h	62±1
T8 + 185°C-72h	53±1
T8 + 185°C-150h	49±1

Tableau V-9 : Influence de la durée du revenu à 185°C sur les propriétés mécaniques de fil fin de diamètre 1,34 mm

Des observations au MET de ces différents échantillons ont ensuite été réalisées. Pour ce qui concerne l'état métallurgique T8 + 185°C-150h, la taille des grains observés dans le plan transverse est très hétérogène. En effet, certains grains sont très petits avec une taille inférieure à 500 nm ; ces grains sont riches en dislocations (**Figure V-29 a**). D'autres, au contraire, ont une taille de l'ordre de 3 µm ; la densité de dislocations dans ces grains est plus faible que celle observée dans les petits grains. Ces observations sont comparables à celles réalisées pour l'état métallurgique T8 et s'expliquent par une recristallisation statique hétérogène de la nano-structure lors du revenu à 185°C. On peut considérer alors que l'adoucissement de la structure peut être due à la croissance de certains grains, mais aussi à la réorganisation de l'enchevêtrement des dislocations. La principale différence entre l'état T8 et

l'état T8 + 185°C-150h réside dans le fait que, dans l'état métallurgique T8 + 185°C-150h, certains grains recristallisés présentent quelques précipités durcissants visibles au MET ce qui n'était pas le cas de l'alliage à l'état T8 (**Figure V-29 b**). Ces précipités sont de forme aciculaire avec des dimensions voisines de 12 à 15 nm dans la plus petite direction et de 150 à 200 nm dans l'autre direction. En revanche, dans l'ensemble des petits grains riches en dislocations, ces précipités durcissants n'ont pas été mis en évidence. Par ailleurs, des observations au MET en haute résolution ont permis de montrer la présence de précipités durcissants localisés sur les sous-joints de grains (**Figure V-29 c et d**). Par analogie avec les phénomènes de précipitation observés pour les alliages de la série 2xxx, il est possible de supposer que ces précipités sont des précipités β' . Les précipités aciculaires, plus gros, pourraient être identifiés alors comme des précipités β' en cours de croissance sans que l'on puisse exclure la possibilité que ce soient des précipités β . Malheureusement, comme précédemment, aucun diagramme de diffraction n'a pu être obtenu. La progression dans la cascade de métastabilité, depuis les précipités β'' , identifiés sur l'alliage à l'état T8, jusqu'aux précipités β' voire β pour l'alliage revenu à 185°C pendant 150h serait cohérente avec la baisse des propriétés mécaniques observées quand la durée de revenu augmente. De plus, il ne faut pas négliger le grossissement de grains et la diminution de la densité de dislocations lorsque la durée du revenu augmente, ces deux phénomènes participant également à l'adoucissement du matériau. Ainsi, l'augmentation de la durée du traitement de revenu favorise la précipitation des phases durcissantes. En revanche, les observations au MET des joints de grains pour l'alliage à l'état métallurgique T8 + 185°C-150h n'ont pas révélé la présence de précipités intergranulaires $M_{g_2}Si$ (**Figure V-29 e**).

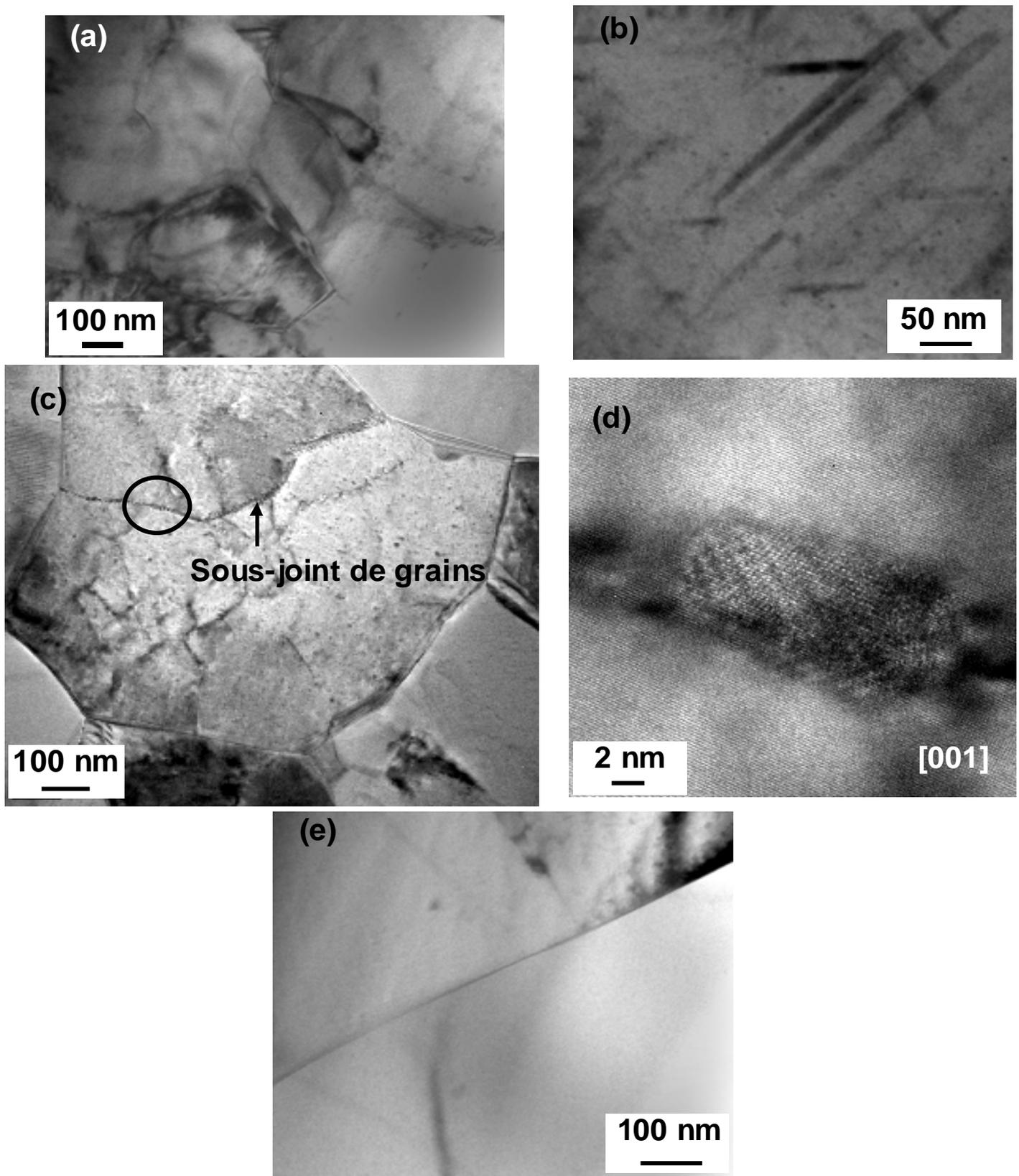
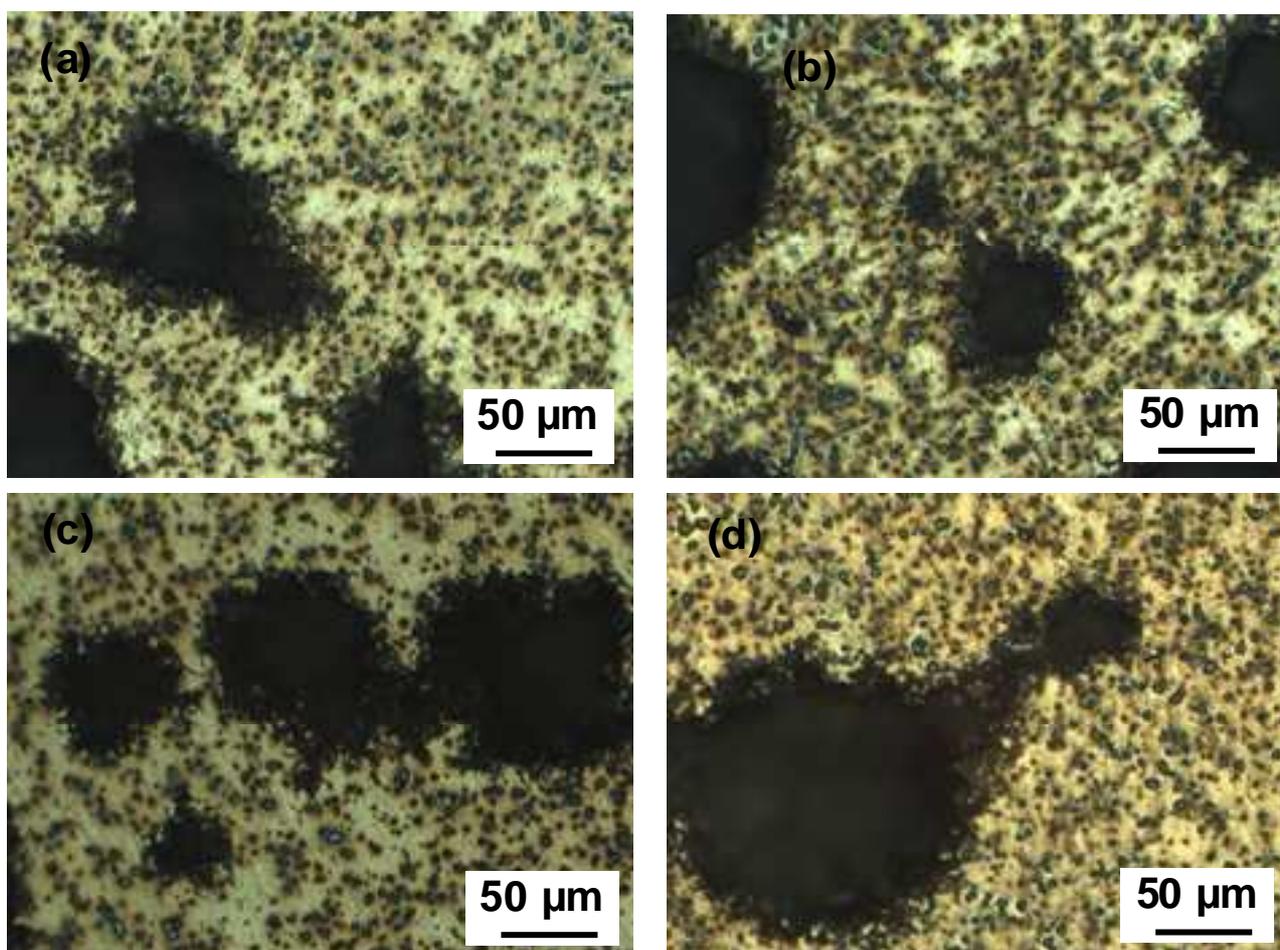


Figure V-29 : Observation au MET haute résolution de l'alliage AA 6101 T8 + 185°C-150h (a) grains de taille inférieure à 500 nm riches en dislocations (b) précipités durcissants au sein des grains recristallisés (c) mise en évidence d'un précipité durcissant localisé sur un sous-joint de grains (d) micrographie haute résolution de ce précipité selon l'axe de zone [001] (e) observation d'un joint de grains

Des essais de polarisation potentiocinétique ont complété l'étude réalisée pour les états métallurgiques T8 + 185°C-10h, T8 + 185°C-24h, T8 + 185°C-72h et T8 + 185°C-150h pour évaluer l'influence de la durée du traitement de revenu sur l'endommagement en corrosion. Les observations au MO des électrodes après les essais électrochimiques ne mettent en évidence que de la dissolution de la matrice autour des précipités grossiers Al-Fe-Si et des piqûres reliées par des filaments de corrosion (*Figure V-30*). Aucun endommagement par corrosion intergranulaire n'a été observé pour l'ensemble des états métallurgiques considérés. Par conséquent, malgré l'augmentation de la durée du revenu à 185°C, l'alliage AA 6101 écroui reste insensible à la corrosion intergranulaire. Ces résultats sont en parfaite adéquation avec les observations au MET et, en particulier, l'absence de précipités intergranulaires.



*Figure V-30 : Etat de surface de l'alliage AA 6101 après les essais de polarisation en milieu NaCl 0,5M
(a) T8 + 185°C-10h (b) T8 + 185°C-24h (c) T8 + 185°C-72h (d) T8 + 185°C-150h*

4. Conclusions.

L'influence des traitements thermomécaniques, caractéristiques du procédé de mise en forme des fils fins constitutifs des câbles électriques pour l'automobile, sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 a été étudiée en milieu contenant des ions chlorures. Les résultats montrent que ces traitements n'ont pas d'influence sur les précipités grossiers Al-Fe-Si présents au sein de l'alliage AA 6101, mais modifient fortement la taille et la morphologie des grains d'une part, et la précipitation fine intragranulaire ou intergranulaire d'autre part.

Cette précipitation fine joue un rôle majeur sur les propriétés du matériau, notamment les propriétés en corrosion. En effet, la présence des précipités durcissants de type β -Mg₂Si et des précipités intergranulaires Mg₂Si conduit à un déplacement des potentiels de rupture vers des potentiels plus cathodiques. De plus, la présence de ces précipités aux joints de grains sensibilise l'alliage AA 6101 à la corrosion intergranulaire. Dans ce cadre-là, les résultats ont mis en évidence un effet antagoniste entre les traitements de revenu et l'écrouissage. En effet, un fort taux d'écrouissage précédent un traitement de revenu semble ralentir significativement la formation de précipités durcissants et contrarier très fortement la formation des précipités aux joints de grains par rapport à ce qui est observé sur un échantillon simplement soumis à un revenu. Cela a pour conséquence d'augmenter la tenue à la corrosion intergranulaire de l'alliage AA 6101 tel qu'il est mis en forme pour obtenir des fils fins.

Références.

- [1] A.K. Gupta, D.J. Lloyd and S.A. Court, Precipitation hardening in an Al-Mg-Si alloys with and without excess Si, *Materials Science and Engineering*, **A316**, 11-17, 2001.
- [2] G.A. Edwards, K. Stiller, G.L. Dunlop and M.J. Couper, The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys; *Acta Materialia*, **46**, 11, 3893-3904, 1998.
- [3] A.K. Gupta, D.J. Lloyd and S.A. Court, Precipitation hardening processes in an Al-0.4%Mg-1.3%Si-0.25%Fe aluminum alloy, *Materials Science and Engineering*, **A301**, 140-146, 2001.
- [4] R.G. Buchheit, A Compilation of Corrosion potentials reported for Intermetallic Phases in Aluminium Alloys, *Journal of the Electrochemical Society*, **142**, 3994-3996, 1995.
- [5] G. Svehningsen, M.H. Larsen, J.C. Walmsley, J.H. Nordlien and K. Nisancioglu Effect of artificial aging on intergranular corrosion of extruded AlMgSi alloy with small Cu content, *Corrosion Science*, **48**, 1528-1543, 2006.
- [6] B. Adamczyk-Cieslak, J. Mizera and K. J. Kurzydowski, Microstructures in the 6060 aluminium alloy after various severe plastic deformation treatments, *Materials Characterization*, **62**, 25-28, 2011.

Liste des figures, tableaux et équations.

Figure V-1 : Procédé de mise en forme des fils fins en alliage d'aluminium AA 6101	143
Figure V-2 : (a) Observation au MET de précipités durcissants β'' ou β' et de précipités grossiers Al-Fe-Si (b), (c) et (d) clichés de diffraction expérimentaux de la matrice respectivement selon les axes de zone [001], [112] et [011].....	144
Figure V-3 : Analyses ATD réalisées sur des échantillons de l'alliage AA 6101 aux états métallurgiques T4 et T4 + 185°C-10h. Vitesse de chauffe de 5°C.min ⁻¹ . *Pas d'échelle en ordonnée car analyse strictement qualitative.....	145
Figure V-4 : Observations au MET de joints de grains de l'alliage AA 6101 T4 + 185°C-10h. Mise en évidence (a) d'une précipitation intergranulaire dense et (b) d'une PFZ. (c) Diagramme de diffraction d'un précipité intergranulaire Mg_2Si	146
Figure V-5 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture caractéristique de l'alliage AA 6101 T4 + 185°C-10h (vue globale) (b) zoom sur les zones de rupture intergranulaire	147
Figure V-6 : Influence du traitement de revenu à 185°C pendant 10 heures sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 en milieu NaCl 0,5M. Vitesse de balayage en potentiel =500 mV.h ⁻¹	148
Figure V-7 : Etat de surface de l'alliage AA 6101 T4 + 185°C-10h après les essais de polarisation en milieu NaCl 0,5M (a) observation au MO (b) observation au MEB en électrons secondaires	149
Figure V-8 : Influence des traitements de revenu sur la dureté de l'alliage d'aluminium AA 6101	150
Figure V-9 : Observation au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture caractéristique de l'alliage AA 6101 T4 + 125°C-10h.....	151
Figure V-10 : Etat de surface de l'alliage AA 6101 T4 + 125°C-xh après les essais de polarisation en milieu NaCl 0,5M (a) observation au MEB en électrons secondaires de l'alliage AA 6101 T4 + 125°C-4h (b) observation au MO de l'alliage AA 6101 T4 + 125°C-10h	153
Figure V-11 : Influence des traitements de revenu sur les propriétés mécaniques et le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101. P = corrosion par piqûres. Int = corrosion intergranulaire	154
Figure V-12 : Observation au MET de la microstructure de l'alliage AA 6101 T3 (a) vue globale (b) zoom sur quelques grains	155
Figure V-13 : Influence de l'érouissage sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 en milieu NaCl 0,5M. Vitesse de balayage en potentiel =500 mV.h ⁻¹	156
Figure V-14 : Etat de surface de l'alliage AA 6101 T3 après les essais de polarisation potentiocinétique en milieu NaCl 0,5M	157
Figure V-15 : Influence de l'érouissage sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 en milieu	158
Figure V-16 : Influence de l'érouissage sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 en milieu NaCl 0,5M. Vitesse de balayage en potentiel =500 mV.h ⁻¹	160
Figure V-17 : Influence de l'érouissage sur le potentiel de corrosion de l'alliage AA 6101 en milieu NaCl 0,5M	160
Figure V-18 : Etat de surface de l'alliage AA 6101 après les essais de polarisation potentiocinétique en milieu NaCl 0,5M (a) T4 + e = 10% (b) T4 + e = 20%.....	161
Figure V-19 : Observation au MET d'un joint triple de l'alliage AA 6101 T8	162

Figure V-20 : Observations au MET haute résolution de la microstructure de l'alliage AA 6101 T8 (a) micrographie haute résolution d'un grain selon l'axe de zone [001] (b) transformée de Fourier correspondante selon l'axe de zone [001] (c) cliché de diffraction selon l'axe de zone [001] (d) mesure des distances inter-réticulaires	163
Figure V-21 : Analyses ATD réalisées sur des échantillons de l'alliage AA 6101 pour les états métallurgiques T3 et T8. Vitesse de chauffe de 5°C.min ⁻¹ . *Pas d'échelle en ordonnée car analyse strictement qualitative	165
Figure V-22 : Analyses ATD réalisées sur des échantillons de l'alliage AA 6101 pour les états métallurgiques T3 et T8. Vitesse de chauffe de 5°C.min ⁻¹ . *Pas d'échelle en ordonnée car analyse strictement qualitative	166
Figure V-23 : Influence des traitements thermomécaniques sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101. Vitesse de balayage en potentiel =500 mV.h ⁻¹	168
Figure V-24 : Etat de surface de l'alliage AA 6101 T8 après les essais de polarisation potentiocinétique en milieu NaCl 0,5M.....	168
Figure V-25 : Influence des traitements combinés sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101.....	170
Figure V-26 : Influence des traitements combinés sur le potentiel de corrosion de l'alliage AA 6101 en milieu NaCl 0,5M.....	170
Figure V-27 : Etat de surface de l'alliage AA 6101 après les essais de polarisation en milieu NaCl 0,5M.....	171
Figure V-28 : Observation au MET d'un joint de grain de l'alliage AA 6101 + e = 20% + 185°C-10h.....	171
Figure V-29 : Observation au MET haute résolution de l'alliage AA 6101 T8 + 185°C-150h (a) grains de taille inférieure à 500 nm riches en dislocations (b) précipités durcissants au sein des grains recristallisés (c) mise en évidence d'un précipité durcissant localisé sur un sous-joint de grains (d) micrographie haute résolution de ce précipité selon l'axe de zone [001] (e) observation d'un joint de grains	174
Figure V-30 : Etat de surface de l'alliage AA 6101 après les essais de polarisation en milieu NaCl 0,5M.....	175
Tableau V-1 : Influence du traitement de revenu de 10h à 185°C sur les propriétés mécaniques statiques de l'alliage AA 6101.....	147
Tableau V-2 : Influence des traitements de revenu sur la dureté de l'alliage d'aluminium AA 6101.....	150
Tableau V-3 : Influence du traitement de revenu à 125°C sur les propriétés mécaniques de l'alliage AA 6101.....	151
Tableau V-4 : Influence de la durée du traitement de revenu à 185°C sur les propriétés mécaniques de l'alliage	152
Tableau V-5 : Influence de la durée du traitement de revenu à 185°C sur la densité surfacique de zones de rupture intergranulaire ductile	152
Tableau V-6 : Influence de l'écrouissage sur les propriétés mécaniques de l'alliage AA 6101	155
Tableau V-7 : Influence de l'écrouissage sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 en milieu	158
Tableau V-8 : Influence des traitements thermomécaniques sur les propriétés mécaniques de l'alliage AA 6101.....	162
Tableau V-9 : Influence de la durée du revenu à 185°C sur les propriétés mécaniques de fil fin de diamètre 1,34 mm	172

**Chapitre VI : Etude du comportement en
fatigue-corrosion de l'alliage AA 6101**

Chapitre VI : Etude du comportement en fatigue-corrosion de l'alliage AA 6101

1. Influence du procédé de mise en forme sur le comportement en fatigue et fatigue-corrosion de l'alliage AA 6101.....	183
1.1. Comportement en fatigue à l'air.	183
1.1.1. Essais préliminaires sous sollicitation statique à l'air.	183
1.1.2. Courbes d'endurance à l'air.....	187
1.1.3. Observations des faciès de rupture après les essais d'endurance à l'air.	188
• <i>Etat métallurgique T4</i>	188
• <i>Etat métallurgique T4 + 185°C-10h</i>	191
• <i>Etat métallurgique T9</i>	193
1.2. Essais de fatigue sur des éprouvettes pré-corrodées en milieu NaCl 0,5M	197
1.2.1. Présentation des courbes d'endurance à l'air des éprouvettes pré-corrodées...	197
1.2.2. Observations des faciès de rupture des éprouvettes pré-corrodées.....	198
• <i>Etat métallurgique T4</i>	198
• <i>Etat métallurgique T4 + 185°C-10h</i>	199
• <i>Etat métallurgique T9</i>	201
1.3. Essais de fatigue-corrosion en milieu NaCl 0,5M	202
1.3.1. Présentation des courbes d'endurance en fatigue-corrosion.	202
1.3.2. Observations des faciès de rupture.....	203
• <i>Etat métallurgique T4</i>	204
• <i>Etat métallurgique T4 + 185°C-10h</i>	205
• <i>Etat métallurgique T9</i>	207
2. Discussion concernant l'effet de synergie entre les phénomènes de fatigue et de corrosion pour l'alliage AA 6101.....	207
2.1. Alliage AA 6101 T4.....	207
2.1.1. Comparatif des courbes d'endurance.	207
2.1.2. Mécanisme de fatigue-corrosion de l'alliage AA 6101 T4.....	209
2.2. Alliage AA 6101 T4 + 185°C-10h.....	213
2.3. Alliage AA 6101 T9.....	214
3. Conclusions.....	214
Références.....	215
Liste des figures, tableaux et équations.....	216

L'étude présentée dans le chapitre précédent concernait l'influence des traitements thermomécaniques sur la microstructure, les propriétés mécaniques statiques et le comportement en corrosion de l'alliage d'aluminium AA 6101. Les résultats ont mis en évidence un fort effet de l'érouissage, dû au tréfilage, et du traitement de revenu à 185°C pendant 10 heures sur les caractéristiques microstructurales du matériau. Le présent chapitre est consacré à l'analyse du comportement en fatigue-corrosion de l'alliage 6101. Le premier paragraphe de ce chapitre va se focaliser sur le comportement en fatigue et fatigue-corrosion de l'alliage pour différents états métallurgiques liés au procédé de mise en forme tandis que le second s'intéressera à l'effet de synergie entre les endommagements de fatigue et de corrosion sur les durées de vie et les modes de rupture mis en jeu.

1. Influence du procédé de mise en forme sur le comportement en fatigue et fatigue-corrosion de l'alliage AA 6101.

Seuls trois états métallurgiques sur les cinq précédemment étudiés ont été considérés pour l'étude du comportement en fatigue et fatigue-corrosion de l'alliage AA 6101, à savoir les états :

- T4 : état métallurgique de l'ébauche
- T4 + 185°C-10h : bien que cet état métallurgique ne corresponde pas à une étape du procédé de mise en forme des fils fins, les résultats du chapitre précédent ont mis en évidence une forte influence du traitement de revenu à 185°C pendant 10 heures sur les propriétés globales de l'alliage AA 6101. Ainsi, il semblait intéressant d'étudier les propriétés en fatigue et fatigue-corrosion de cet état métallurgique.
- T9 : état métallurgique du produit semi-fini, constitutif de l'âme du câble

Pour rappel, les essais d'endurance ont été réalisés sur des éprouvettes lisses cylindriques ou bien directement sur fils fins dans un milieu de référence, à savoir l'air, et un milieu corrosif NaCl 0,5M. Certaines éprouvettes ont été pré-corrodées en milieu NaCl 0,5M pendant 72 heures avant d'être soumises aux contraintes mécaniques cycliques.

1.1. Comportement en fatigue à l'air.

1.1.1. Essais préliminaires sous sollicitation statique à l'air.

Dans les chapitres IV et V, la microstructure et les propriétés mécaniques statiques des états métallurgiques T4 et T4 + 185°C-10h ont été présentées. La **Figure VI-1** montre la courbe de traction représentative du comportement mécanique en traction de l'état métallurgique T9 ainsi que celles déjà obtenues pour les états métallurgiques T4 et T4 + 185°C-10h. Le **Tableau VI-1** récapitule les valeurs moyennes de la limite d'élasticité ($R_{p0,2}$), de la résistance à rupture (R_m), de l'allongement à rupture (A%) des trois états métallurgiques. Ces valeurs ont été estimées à partir de trois courbes de traction. Les valeurs de dureté Vickers sous 100g ($HV_{0,1}$) sont également reportées dans le **Tableau VI-1**.

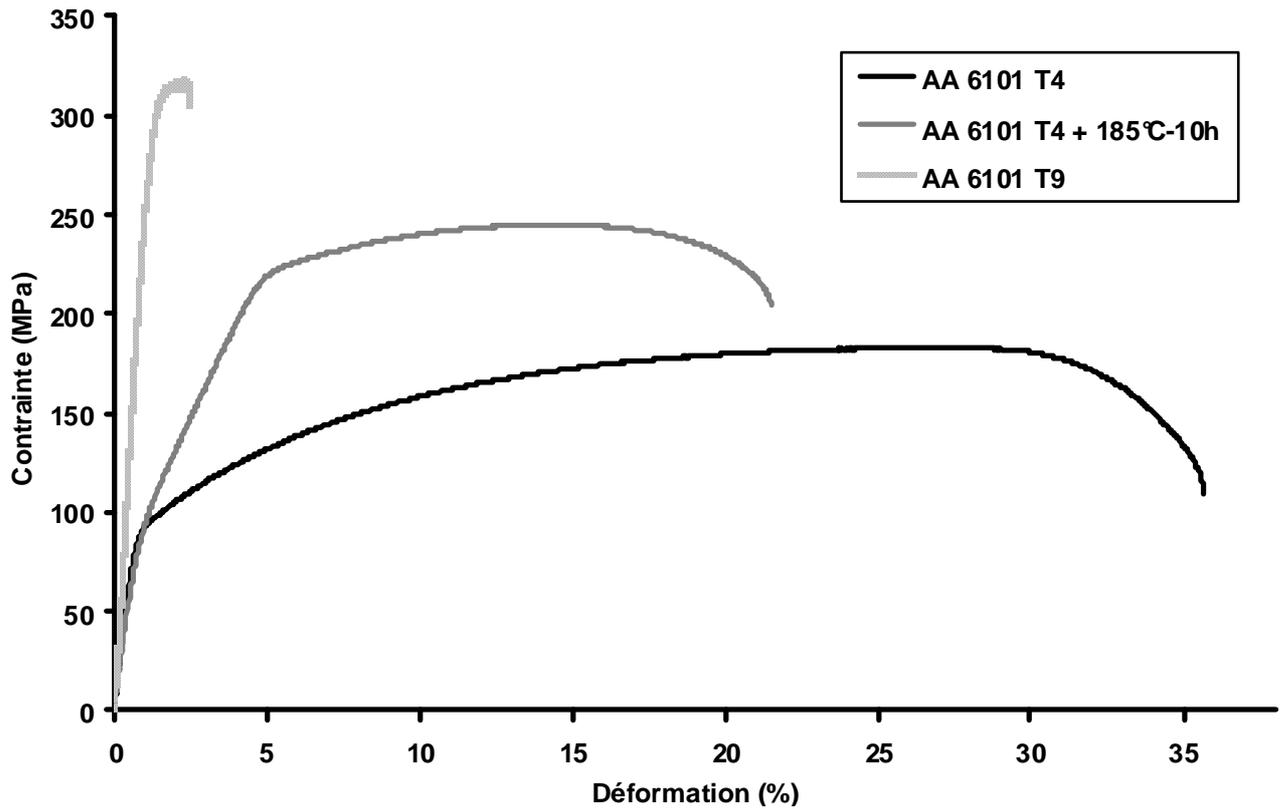


Figure VI-1 : Influence des traitements thermomécaniques sur les propriétés mécaniques de l'alliage AA 6101.

	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A %	HV _{0,1}
T4	90 ± 3	187 ± 4	36±2	61±3
T4 + 185°C-10h	215 ± 2	247 ± 2	20,5±1	88±3
T9	305 ± 3	315 ± 2	2,5±0,2	83±1

Tableau VI-1 : Influence des traitements thermomécaniques sur les propriétés mécaniques statiques de l'alliage AA 6101

Le procédé de mise en forme complet menant à l'obtention du fil fin à l'état métallurgique T9 conduit à une nette modification des propriétés mécaniques de l'alliage AA 6101. En effet, la contrainte maximale à rupture et la limite d'élasticité sont nettement augmentées tandis que l'allongement à rupture est significativement réduit par rapport aux propriétés mesurées pour les états T4 et T4 + 185°C-10h. Ce durcissement du matériau est évidemment lié aux modifications de la microstructure engendrées par le tréfilage et notamment à la forte diminution de la taille de grains. A l'état métallurgique T9, cette taille de grains n'a pas pu être estimée dans le sens transverse en raison du diamètre extrêmement faible des fils. Cependant, des observations au MET ont pu être réalisées dans le sens longitudinal. Celles-ci mettent en évidence des grains très allongés dans le sens du tréfilage, dont la taille dépasse les fenêtres d'observation mais pour lesquels une largeur maximale de

l'ordre de 500 nm a pu néanmoins être mesurée (**Figure VI-2 a et b**). Cette largeur doit correspondre sensiblement à la taille de grains moyenne dans le sens transverse.

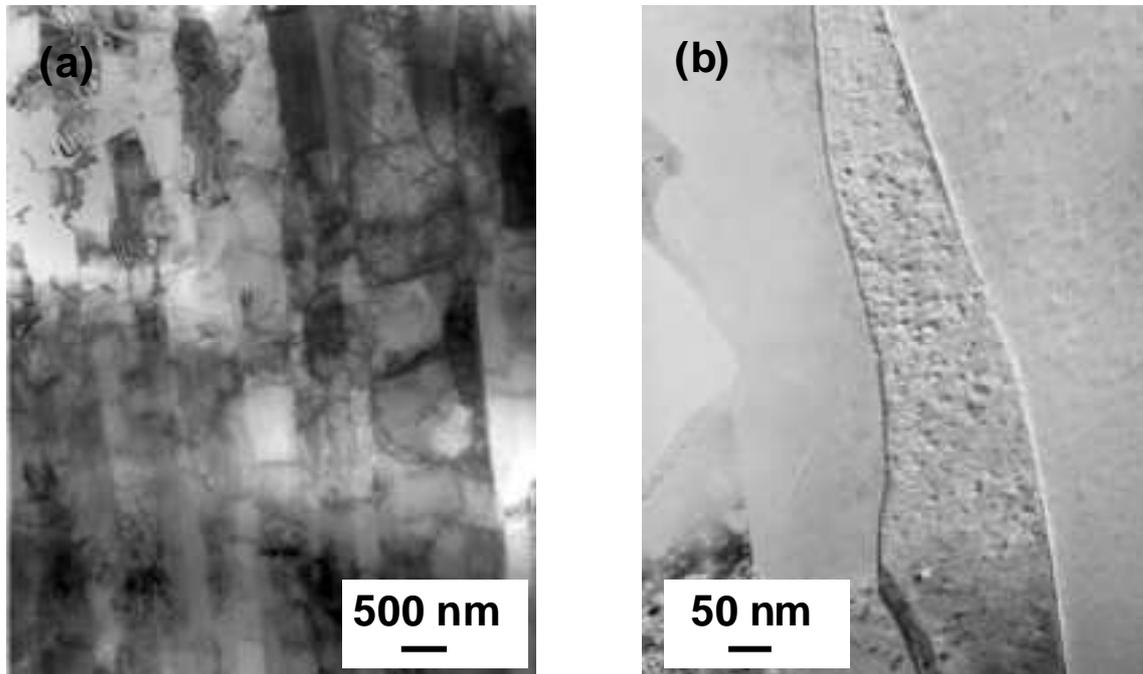


Figure VI-2 : Observations au MET de l'alliage AA 6101 T9 (a) vue générale (b) zoom sur quelques joints de grains

L'augmentation de la limite d'élasticité, lorsque l'on passe de l'état T4 à l'état T9, semble être en accord avec la loi de Hall-Petch qui indique que l'augmentation de la limite d'élasticité est inversement proportionnelle à la racine carrée de la taille de grains. Ce résultat n'est pas forcément trivial puisque l'on sait que cette loi ne s'applique en général que pour les tailles de grains intermédiaires. En effet, pour les tailles de grains très petites (une taille inférieure au micron est généralement la limite admise), les mécanismes de déformation se modifient considérablement et la contribution du glissement intergranulaire dans la déformation totale devient de plus en plus importante. Pour mieux appréhender cet aspect, il semble dès lors intéressant de se tourner vers les travaux sur le sujet issus de la littérature. Ceux-ci mettent souvent en évidence une très forte dispersion des résultats [1]. Il a été même observé une inversion de la loi de Hall-Petch pour des tailles de grains relativement petites [2]. Ces dispersions ont été mises sur le compte des procédés d'élaboration et de mise en forme qui influencent notablement la réponse mécanique, mais également reliées à la présence d'impuretés et surtout de micropores ou de microfissures. A cela, il faut ajouter les incertitudes sur la mesure de la limite d'élasticité, qui n'est souvent pas bien marquée, ou sur la détermination de la taille de grains.

Une grande partie des études menées ces dernières années semblent donc indiquer que des modifications interviennent dans la nature des mécanismes de dislocations mis en jeu aux petites tailles de grains, que ce soit pour des contraintes voisines de la limite d'élasticité ou surtout au cours de la déformation plastique [3]. La **Figure VI-3** distingue trois domaines où la microstructure et éventuellement le comportement pourraient différer en fonction de la taille des grains : celui des microcristaux (mc) de taille supérieure à 100 nm tels que ceux observés pour l'état T9, celui des polycristaux submicroniques (pcs), de tailles comprises entre 100 et 10 nm, et celui des nanocristaux (nc) de taille inférieure à 10 nm. Les

microcristaux semblent suivre les mécanismes relativement traditionnels, tels qu'on peut les observer aux grandes tailles de grains. Le volume est suffisamment grand pour que les sources de Frank-Read puissent fonctionner à l'intérieur des grains et pour que les dislocations puissent interagir et glisser.

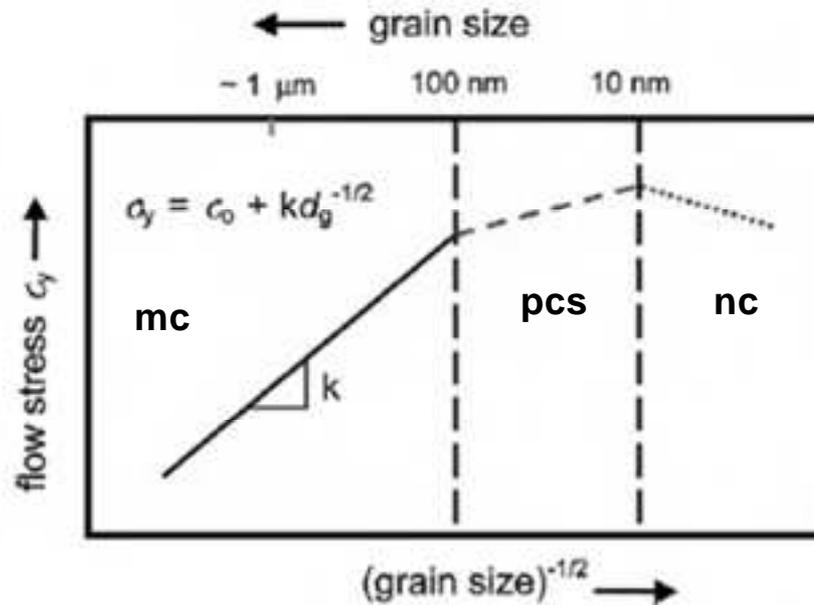


Figure VI-3 : Représentation schématique de l'évolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la taille de grains [3]

Ces résultats tendent donc à confirmer que, malgré la taille de grains très réduite, l'augmentation de la limite d'élasticité des fils fins à l'état T9 semble en accord avec une loi de type Hall et Petch. Cependant, le durcissement observé pourrait également s'expliquer par la très forte densité de dislocations déjà présentes au sein de la microstructure avant essai (**Figure VI-2 a**). On pourrait aussi penser à la présence d'agents durcissants. En effet, pour rappel, les analyses ATD réalisées pour caractériser la microstructure de l'état métallurgique T8, et présentées dans le chapitre précédent, ont mis en évidence la présence d'agents durcissants β'' . Cependant, même si l'on serait tenté de dire que ces précipités doivent être aussi présents à l'état métallurgique T9, les résultats des essais de corrosion ont suggéré que le tréfilage avait induit une re-dissolution des précipités durcissants β'' .

En marge de l'augmentation de la limite d'élasticité, il est intéressant de noter que la courbe de traction obtenue pour l'alliage AA 6101 à l'état T9 présente aussi un très faible plateau de plasticité avec un allongement à rupture de l'ordre de 2,5%. Les différentes étapes du procédé de mise en forme semblent en quelque sorte avoir « épuisé » petit à petit l'aptitude du matériau à se plastifier uniformément. Ceci est à mettre en regard avec la discussion menée précédemment et le fait que les glissements des dislocations en volume sont probablement plus difficiles en raison de la faible taille de grains et de la forte densité de dislocations initialement présentes avant essai. Une fois de plus, l'existence de phases durcissantes pourrait aussi être un argument mais les résultats des essais de corrosion ne vont pas dans ce sens.

Pour ce qui concerne le faciès de rupture de l'état T9, une rupture ductile à cupules est observée et s'explique par la présence des précipités grossiers intragranulaires Al-Fe-Si (**Figure VI-4**). L'absence de rupture intergranulaire est à relier aux observations au MET qui

n'ont pas mis en évidence la présence de précipités intergranulaires Mg_2Si , comme c'était le cas pour l'état métallurgique T4 + 185°C-10h (**Figure VI-2 b**).

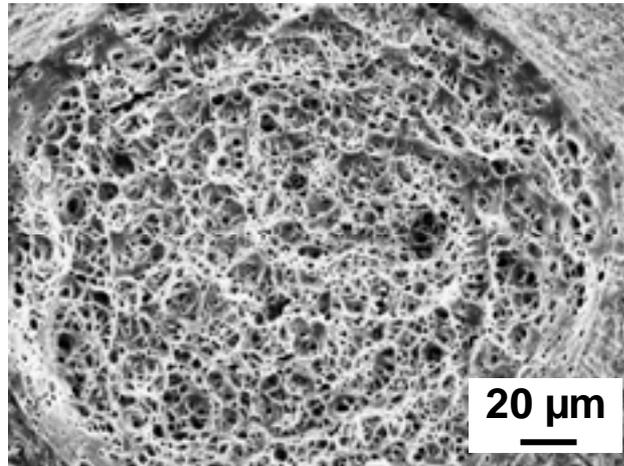


Figure VI-4 : Observation au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture caractéristique de l'alliage AA 6101 T9

1.1.2. Courbes d'endurance à l'air.

La **Figure VI-5** présente les courbes d'endurance obtenues à l'air pour les trois états métallurgiques considérés. Dans tous les cas, la fréquence est de 50 Hz et le rapport de charge de 0,1. Trois niveaux de chargement, correspondant à 95%, 89% et 82,5% de la contrainte maximale déterminée en traction pour chacun des états métallurgiques, ont été imposés pour les états T4 et T9, tandis que seuls les deux derniers niveaux de chargement ont été appliqués pour l'état T4 + 185°C-10h. En effet, dans ce dernier cas, le niveau de contrainte équivalent à 95% de la R_m n'a pas pu être testé du fait des limites de la cellule de force de la machine de fatigue BO SE.

Les résultats montrent clairement que le traitement de revenu à 185°C pendant 10h conduit à un fort abattement des durées de vie en fatigue de l'alliage AA 6101 par rapport à l'état T4 tandis que le produit semi-fini (AA 6101 T9) présente une meilleure tenue en fatigue que l'ébauche. La plus forte dispersion des résultats obtenue pour l'état métallurgique T9 est certainement due à la présence, sur le fil fin, de défauts superficiels difficiles à enlever par polissage avant essai. Il est d'ailleurs important de noter ici que la dispersion sur les durées de vie en fatigue est exprimée en donnant des valeurs d'écart-type calculées en considérant une distribution gaussienne des valeurs. Il est clair que cela ne correspond pas à la nature réelle des distributions des durées de vie. Néanmoins, on considèrera que cette approche, qui a le mérite d'être rapide, permet de donner une bonne approximation de la dispersion des résultats. Le **Tableau VI-2** récapitule les durées de vie à l'air des trois états métallurgiques.

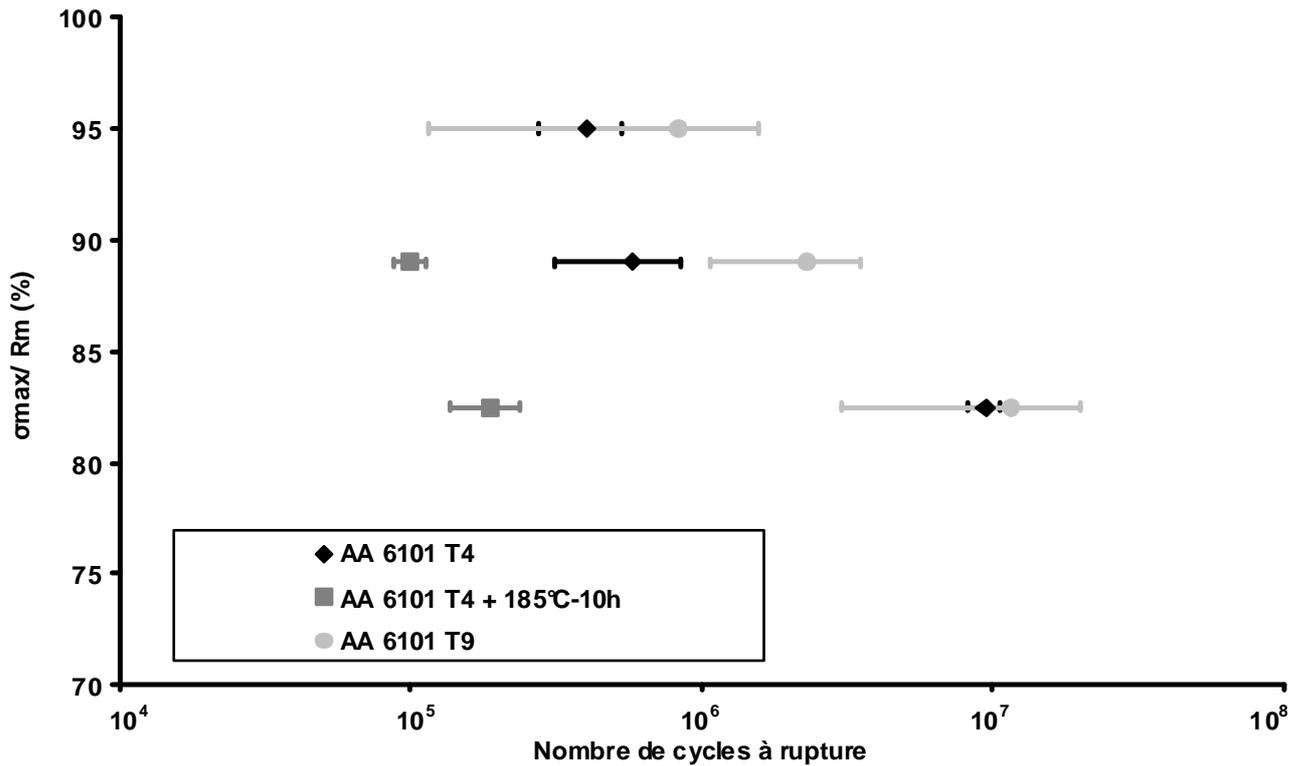


Figure VI-5 : Influence des traitements thermomécaniques sur la durée de vie en fatigue à l'air de l'alliage AA 6101. $f = 50\text{Hz}$; $R = 0,1$ * Les dispersions trop faibles sont non visibles pour l'état métallurgique T9

	T4	T4 + 185°C-10h	T9
$\sigma = 95\% R_m$	$400.10^3 \pm 130.10^3$	-	$836.10^3 \pm 721.10^3$
$\sigma = 89\% R_m$	$580.10^3 \pm 265.10^3$	$100.10^3 \pm 13.10^3$	$2295.10^3 \pm 1216.10^3$
$\sigma = 82,5\% R_m$	$9407.10^3 \pm 1185.10^3$	$164.10^3 \pm 58.10^3$	$11588.10^3 \pm 8572.10^3$

Tableau VI-2 : Influence des traitements thermomécaniques sur la durée de vie en fatigue à l'air de l'alliage AA 6101 (en nombre de cycles à rupture). $f = 50\text{Hz}$; $R = 0,1$

1.1.3. Observations des faciès de rupture après les essais d'endurance à l'air.

Les faciès de rupture ont été observés au MEB après les essais d'endurance à l'air pour les trois états métallurgiques. L'interprétation de ces observations a constitué la base de notre analyse sur les mécanismes de rupture mis en jeu durant ces essais.

- Etat métallurgique T4.

La **Figure VI-6** présente le faciès de rupture représentatif de l'alliage AA 6101 à l'état métallurgique T4 après un essai d'endurance à l'air pour un chargement à 89% de la R_m . Les faciès sont identiques pour les chargements à 95% et 82,5% et ne sont pas présentés ici par souci de lisibilité. Cette remarque est valable pour la suite du paragraphe pour les trois états

métallurgiques considérés et les trois niveaux de chargement appliqués. La **Figure VI-6 a** présente le faciès de rupture complet et met ainsi en évidence trois zones distinctes :

- la zone d'amorçage (flèche rouge)
- la zone de transition amorçage/rupture finale (flèche bleue)
- la zone d'arrachement final (flèche verte)

Pour l'état métallurgique T4, la zone d'amorçage présente un mode de rupture de type transgranulaire constitué de facettes cristallographiques lisses (**Figure VI-6 b et c**). Pour rappel, l'étude bibliographique a montré que, pour les alliages d'aluminium, l'amorçage en fatigue à l'air pouvait avoir deux origines principales :

- l'application d'une contrainte mécanique lors du chargement de fatigue entraîne le mouvement des dislocations sur les plans de glissement cristallographiques au sein des différents grains du matériau sous l'effet de la contrainte de cisaillement cyclique locale. Tant que ce glissement reste réversible, le comportement local du matériau reste élastique. Dans le cas particulier d'un grain débouchant à la surface, si le vecteur de Burgers du système actif pointe vers la surface, le glissement des dislocations dans ce grain va provoquer l'apparition de marches à la surface appelées intrusions/extrusions et constituant les bandes de glissement persistantes. Ce relief de surface joue alors le rôle de micro entaille et entraîne une concentration de contraintes en fond de défaut favorisant localement l'amorçage d'une fissure.
- l'amorçage peut se faire aussi sur les interfaces matrice/bandes de glissement permanentes à cause de la localisation de la déformation, ou bien au niveau des joints de grains lorsque la déformation plastique est importante en raison d'incompatibilités de déformation entre les grains, ou encore à l'intersection des bandes de glissement permanentes et des joints de grains.

Dans notre cas, il semblerait qu'il existe pour l'état T4 des grains plus favorablement orientés que d'autres par rapport au chargement mécanique et pour lesquels les phénomènes de glissement sont facilités. La sollicitation mécanique cyclique haute fréquence va entraîner un mouvement extrêmement rapide des dislocations dans certains grains favorablement orientés et ainsi une localisation de la plasticité dû au cisaillement des précipités et à l'effet barrière des joints de grains. Au vu des faciès de rupture observés de type transgranulaire pour l'état métallurgique T4, il semblerait que la localisation de la plasticité soit due avant tout au phénomène de cisaillement des précipités grossiers. Très rapidement, cette déformation plastique locale cumulée va devenir suffisamment intense pour engendrer une rupture selon certains plans de glissement privilégiés, probablement $\{111\}$, qui donnera naissance aux facettes cristallographiques lisses.

Des zones ductiles peu étendues sont également visibles dans la zone d'amorçage, entre les facettes cristallographiques (**Figure VI-6 c**). Elles sont associées à la rupture des ligaments séparant les zones de rupture par clivage.

La zone de transition est caractérisée par la présence de nombreuses petites fissures annexes et l'apparition des premières zones ductiles étendues (**Figure VI-6 d**), tandis que la zone de rupture finale est quant à elle entièrement ductile à cupules du fait de la présence des précipités grossiers intragranulaires Al-Fe-Si (**Figure VI-6 e**). Cette zone correspond à un arrachement final brutal très instable et se retrouve pour l'ensemble des conditions d'essais et des états métallurgiques.

Finalement, il est important de noter que l'observation du faciès n'a pas mis en évidence la présence de rivières ou de stries de fatigue qui sont les témoins d'une phase de propagation stable. Leur absence dénote du fait que la majeure partie de l'essai d'endurance, pour l'état métallurgique T4, est donc « consommée » pour amorcer un défaut ce qui, évidemment, est plutôt une bonne chose en termes de tenue à la fatigue.

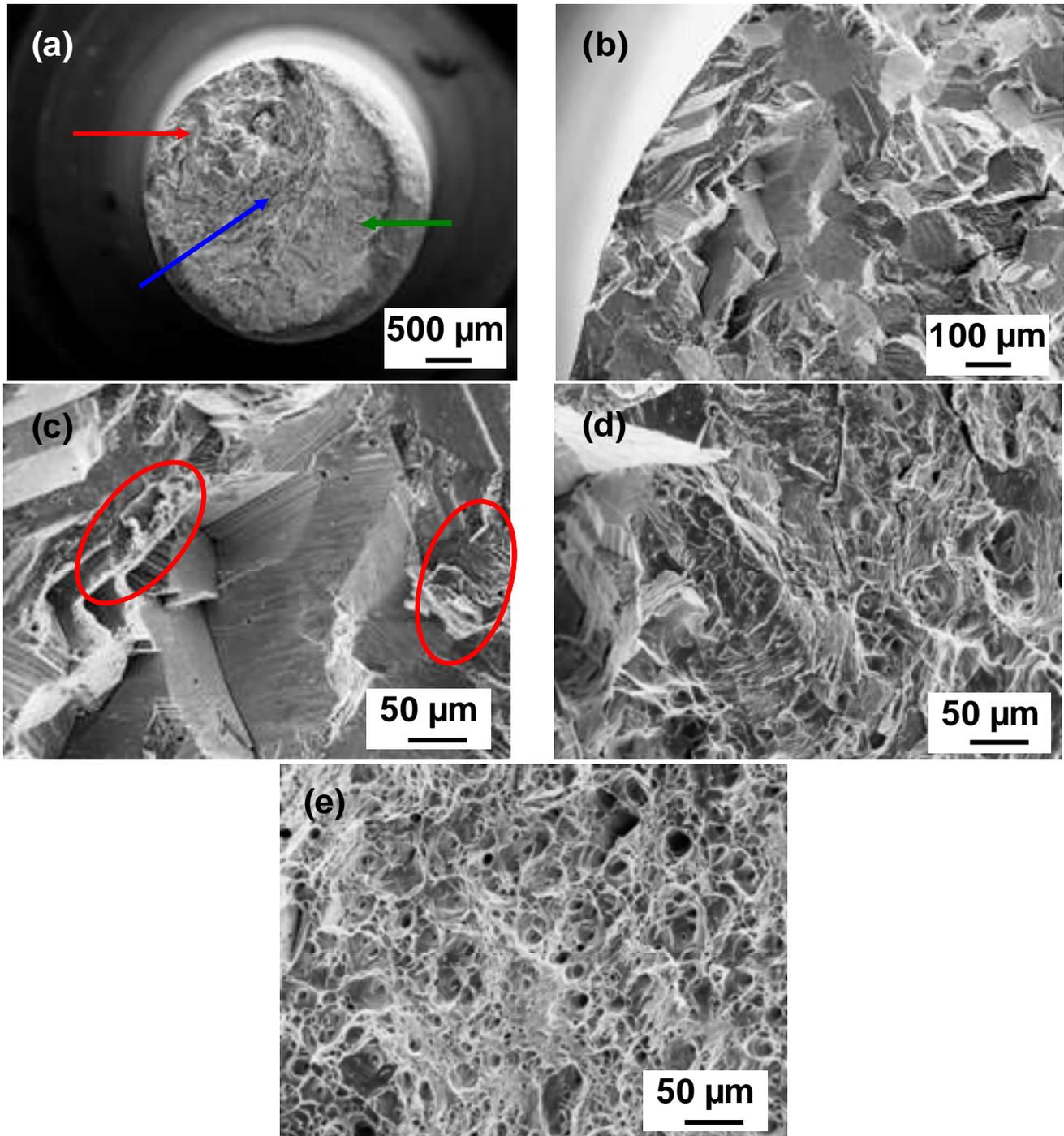


Figure VI-6 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture de l'alliage AA 6101 T4 après des essais de fatigue à l'air pour une sollicitation à 89% de la R_m (a) faciès de rupture complet (flèche rouge : zone d'amorçage ; flèche bleue : zone de transition ; flèche verte : zone d'arrachement final) (b) et (c) zone d'amorçage/propagation lente, (d) zone de transition propagation lente/rupture finale (e) zone d'arrachement final. $f = 50\text{Hz}$; $R = 0,1$

- *Etat métallurgique T4 + 185°C-10h.*

La **Figure VI-7** présente un faciès de rupture représentatif de l'alliage AA 6101 T4 + 185°C-10h après un essai d'endurance à l'air, pour un chargement à 89% de la R_m . La **Figure VI-7 a** présente le faciès de rupture dans sa globalité. Trois zones distinctes sont encore observées, à savoir la zone d'amorçage/propagation (flèche rouge), la zone de transition (flèche bleue) caractérisée par l'apparition des premières zones ductiles, et la zone de rupture finale (flèche verte)

La zone d'amorçage/propagation se différencie de celle observée pour l'état T4 par son caractère mixte. En effet, elle présente tout d'abord une zone de rupture purement intergranulaire (**Figure VI-7 b** ; cercle rouge) puis une zone de rupture mixte tout d'abord majoritairement intergranulaire puis essentiellement transgranulaire (**Figure VI-7 b** ; cercle bleu).

Les mesures des surfaces intergranulaires correspondent bien à la taille moyenne des grains dans le sens transverse pour l'état métallurgique T4 + 185°C-10h (**Figure VI-7 c**). Le traitement de revenu semble donc faire apparaître un nouveau mode de rupture dans la zone d'amorçage/propagation lors d'essais de fatigue à l'air. Cette rupture intergranulaire a probablement pour origine la microstructure particulière au niveau des joints de grains. Pour rappel, la principale différence microstructurale entre les états métallurgiques T4 et T4 + 185°C-10h consiste en la présence des précipités intergranulaires Mg_2Si et d'une PFZ, mis en évidence lors des observations au MET présentées dans le chapitre V. Le mécanisme actif ici est probablement le même que celui mis en jeu pour l'état métallurgique T4 à savoir une localisation de la déformation dans des bandes de glissement selon les plans cristallographiques $\{111\}$. En revanche, dans l'état métallurgique T4 + 185°C-10h, la présence de précipités intergranulaires incohérents a pour effet de provoquer le blocage des dislocations et des incompatibilités de déformation entre grains conduisant à la rupture intergranulaire observée dans la zone d'amorçage. Toutes ces fissures intergranulaires doivent alors donner naissance à une fissure principale tout d'abord courte (stade I) puis longue (stade II) qui se propage de façon stable selon un mécanisme de rupture classique de plastification en pointe de défaut.

La zone de propagation stable de l'état revenu présente un mode de rupture de type transgranulaire (**Figure VI-7 b** cercle rouge et **Figure VI-7 d**) néanmoins différent de celui observé pour l'état T4 dans la zone d'amorçage. Sur ces clichés, on y voit la présence de rivières et de nombreuses stries de fatigue, témoignant de l'existence d'une propagation stable. Pour rappel, les stries sont des reliefs marquant les positions successives du front de fissure. Elles constituent les phases d'arrêt de celle-ci. Les rivières, quant à elles, correspondent à des instabilités reliant les plans de rupture entre eux. Elles sont caractéristiques d'une rupture fragile intragranulaire très dépendante de la structure morphologique et cristallographique des grains. Les rivières tendent à converger et la convergence donne la direction locale de la propagation stable.

Finalement, la zone de rupture finale se caractérise par des zones ductiles, comparables à celles observées pour l'état métallurgique T4, mais aussi par des zones de rupture intergranulaire ductile (**Figure VI-7 e**). Ces deux modes de rupture combinés sont à mettre en relation avec la présence conjointe des précipités grossiers Al-Fe-Si et de précipités intergranulaires Mg_2Si . Les cupules se formant autour des précipités Mg_2Si sont responsables

de l'existence d'une rupture intergranulaire ductile. Ces cupules coalescent peu à peu par striction entraînant la rupture brutale de l'éprouvette. Pour rappel, ce mode de rupture mixte était également observé en traction.

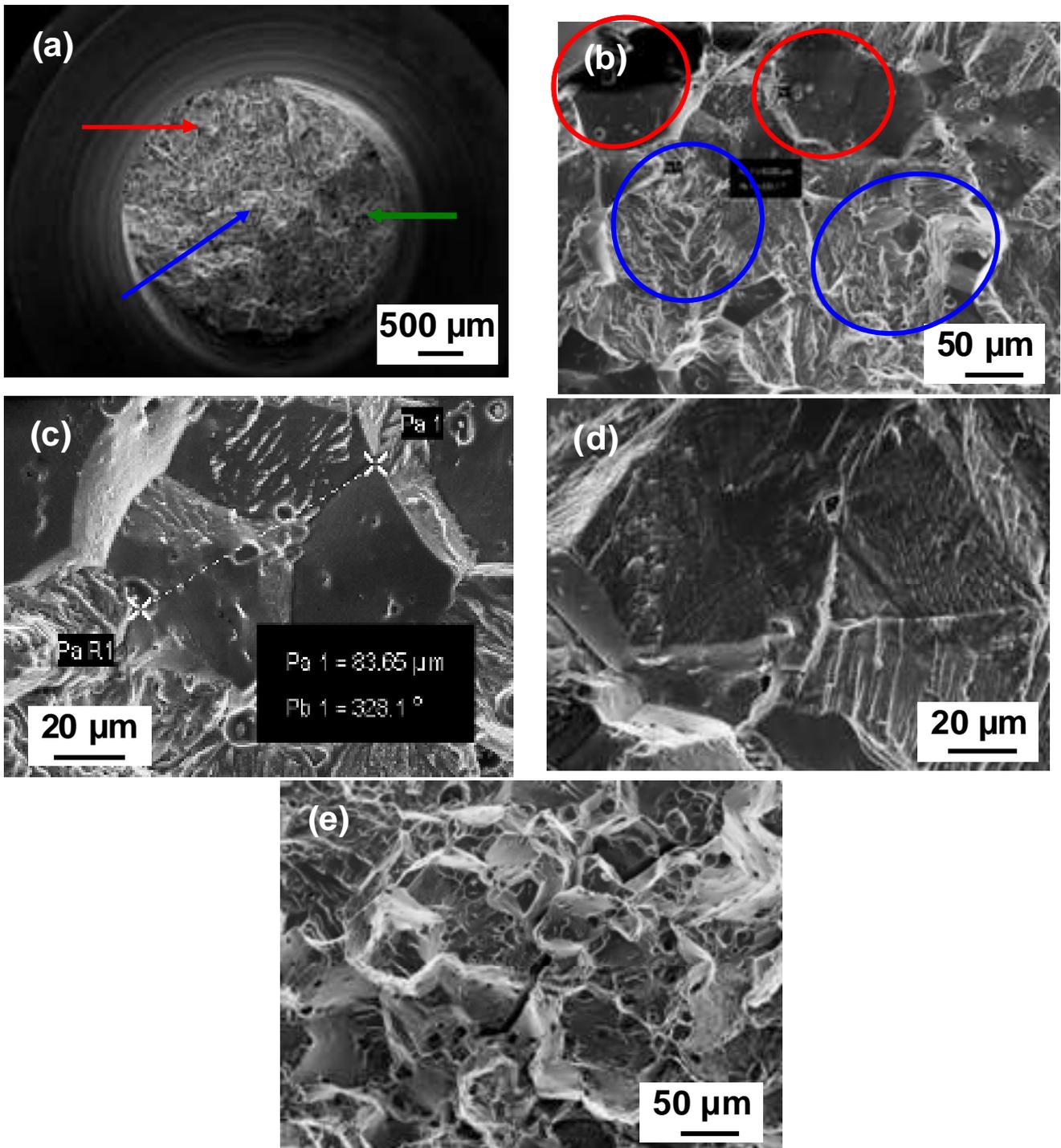


Figure VI-7 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture de l'alliage AA 6101 T4+185C-10h après des essais de fatigue à l'air pour une sollicitation à 89% de la R_m (a) faciès complet (flèche rouge : zone d'amorçage ; flèche bleue : zone de transition ; flèche verte : zone d'arrachement final) (b) zone d'amorçage (cercle rouge) et zone de transition entre un endommagement intergranulaire et transgranulaire (cercle bleu) (c) zoom sur une zone de rupture intergranulaire (d) stries de fatigue (e) zone de rupture finale. $f = 50\text{Hz}$; $R = 0,1$

A la vue des différents modes de rupture mis en jeu, il semblerait donc que l'amorçage ne soit pas une étape limitante dans le cas du matériau revenu à 185°C pendant 10 heures en raison de la présence aux joints de grains de précipités incohérents Mg_2Si . Ainsi, à la différence de l'état métallurgique T4, la durée de vie en fatigue de l'état revenu correspond principalement au temps de propagation de la fissure qui demeure une étape beaucoup plus rapide donc plus courte que celle d'amorçage d'où l'abattement notable sur les durées de vie.

- *Etat métallurgique T9.*

Les courbes d'endurance réalisées à l'air ont mis en évidence le rôle bénéfique du procédé de mise en forme des fils fins de diamètre 0,51 mm sur les durées de vie en fatigue de l'alliage AA 6101.

La **Figure VI-8** présente le faciès de rupture représentatif de l'alliage AA 6101 à l'état métallurgique T9, après un essai d'endurance à l'air, pour un chargement mécanique cyclique égal à 89% de la R_m . La **Figure VI-8 a** présente le faciès de rupture global et met en évidence trois zones distinctes :

- la zone d'amorçage (flèche rouge)
- la zone de transition (flèche bleue)
- la zone de rupture finale (flèche verte)

Les **Figure VI-8 b** et **c** présentent la zone d'amorçage de la fissure de fatigue. L'observation plus fine de cette zone s'est avérée délicate du fait de la taille de grains très faible de l'alliage AA 6101 T9 héritée des diverses étapes du procédé de mise en forme. De plus, il a été impossible d'identifier si une zone de propagation était présente ce qui pourrait être le cas sans toutefois que l'on puisse la distinguer si elle venait à présenter un mode de rupture relativement proche de celui observé dans la zone d'amorçage. Il semblerait donc que la zone d'amorçage mette en évidence plutôt un mode de rupture mixte. Le tout premier stade de l'amorçage à l'air doit se faire de façon transgranulaire puis se développe très rapidement en intergranulaire. Les dimensions des reliefs observés semblent correspondre d'ailleurs à la taille de grains mise en évidence lors de la caractérisation au MET de la microstructure de l'alliage AA 6101 T9.

Afin de confirmer qu'il s'agit bien d'une rupture intergranulaire, des fils fins de diamètre 0,51 mm ont été fragilisés au gallium avant d'être rompus manuellement. Le gallium est un métal liquide dont le point de fusion est d'environ 30°C et qui a pour particularité de fragiliser fortement l'aluminium et ses alliages. Une fois passé à l'état liquide, il pénètre dans l'aluminium par les joints de grains et forme un film fin de solution solide riche en gallium qui occasionne une décohésion intergranulaire. L'observation du faciès de rupture après ces essais de fragilisation par le gallium a mis en évidence que la rupture intergranulaire obtenue était très proche visuellement de celle observée après des essais de fatigue à l'air pour l'état métallurgique T9 (**Figure VI-9**) ; cela confirmerait que l'aspect très granuleux de la zone d'amorçage est bien rattaché à un mode de rupture intergranulaire.

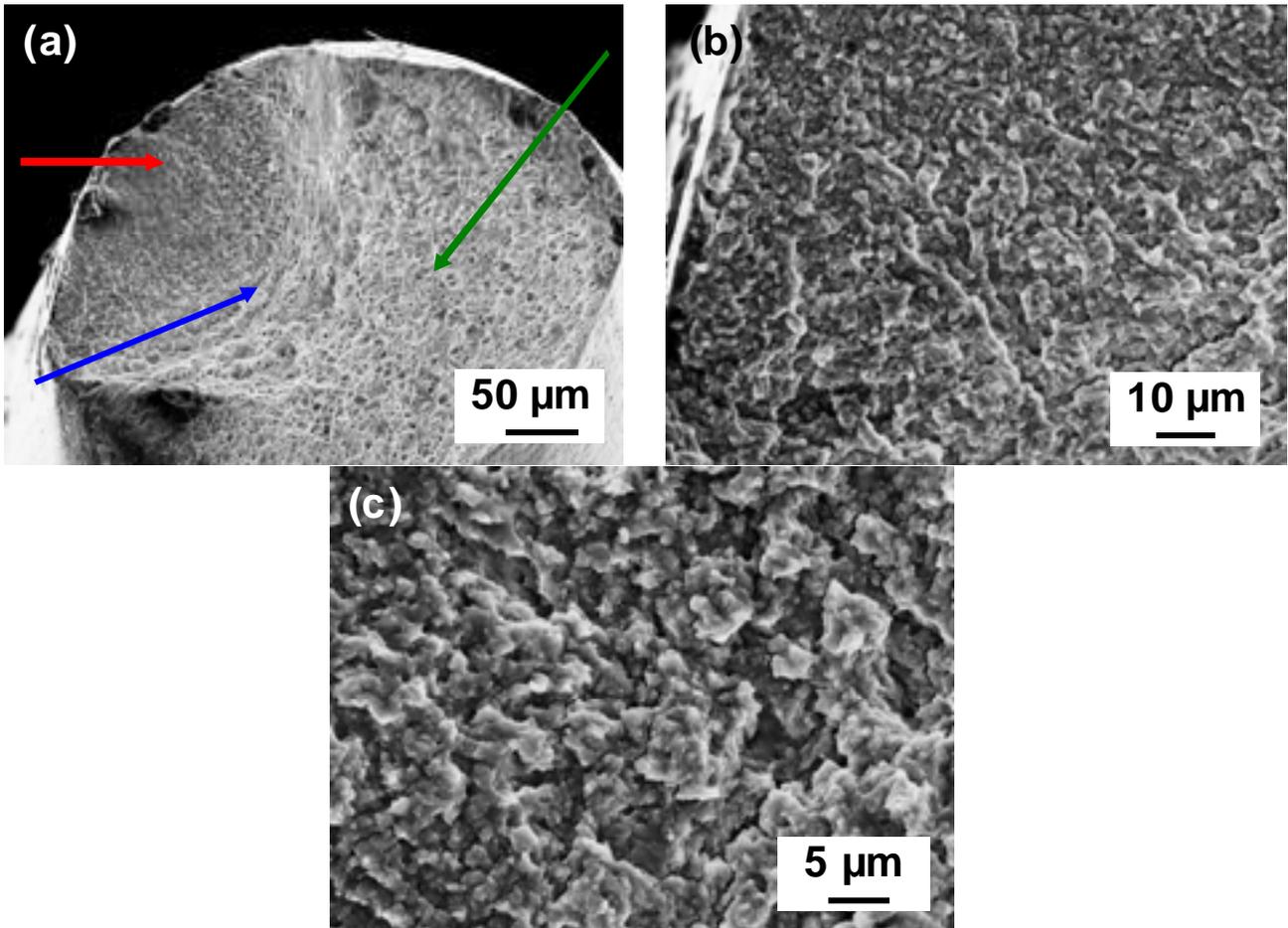


Figure VI-8 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture de l'alliage AA 6101 T9 après des essais de fatigue à l'air pour une sollicitation à 89% de la R_m (a) faciès complet (flèche rouge : zone d'amorçage ; flèche bleue : zone de transition ; flèche verte : zone d'arrachement final) (b) et (c) zone d'amorçage : zone de rupture mixte. $f = 50\text{Hz}$; $R = 0,1$

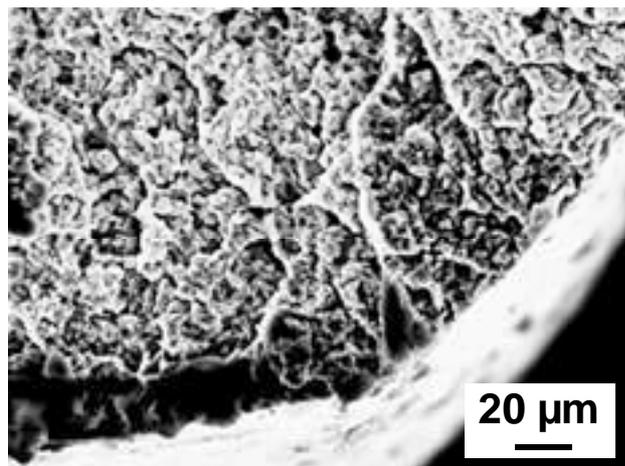


Figure VI-9 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture de l'alliage AA 6101 T9 après immersion dans du gallium et rupture manuelle.

L'effet bénéfique de la diminution de la taille de grains sur les durées de vie en fatigue est un résultat relativement classique. En effet, celle-ci peut avoir une influence aussi bien sur la phase d'amorçage que sur la phase de propagation. Ainsi, lorsque la taille de grains diminue, la résistance locale au passage des dislocations (effet Hall-Petch) est accrue. Durant la phase de propagation, en particulier dans le stade I, les joints de grains se comportent comme des barrières microstructurales fortes ayant pour effet de diminuer le libre parcours moyen des fissures comme ont pu le montrer un certain nombre d'auteurs pour différents alliages d'aluminium (**Figure VI-10**) [4-6]. Ainsi, plus la taille de grain est petite, plus ces barrières sont nombreuses et plus il est difficile à la fissure courte de se propager rapidement.

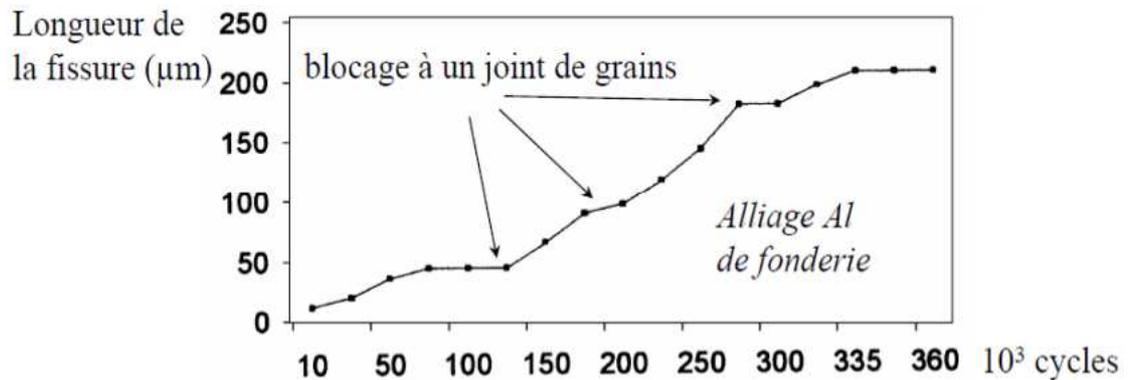


Figure VI-10 : Rôle barrière des joints de grains sur la propagation de fissure de fatigue en stade I [6].

Di Schino *et al.* ont également mis en évidence que la limite d'endurance augmentait lorsque la taille de grains diminuait au cours de leur étude sur l'influence de la taille de grains sur les durées de vie en fatigue d'un acier inoxydable [7-8].

Comme cela a déjà été discuté dans la partie présentant les essais statiques à l'air, le matériau à l'état T9 semble obéir à une loi de type Hall-Petch malgré la faible taille de grains dont il fait état. Rappelons également que le matériau présente une très forte densité de dislocations découlant du procédé de mise en forme et réparties aussi bien en position intragranulaire qu'intergranulaire. Les mécanismes de déformation actifs durant l'amorçage pour l'état métallurgique T4 semblent donc être, pour l'état T9, affectés par la très faible taille de grains et l'érouissage issu du procédé de mise en forme.

Un parallèle peut être fait avec les matériaux nanocristallins qui sont des agglomérats de nanocristaux jointifs, ou grains, avec des orientations différentes du réseau atomique. Dans ces conditions, les frontières entre les nanocristaux sont des barrières très efficaces à la propagation des dislocations. Pour que la déformation plastique s'étende dans un grain adjacent, une contrainte critique doit être atteinte au niveau du joint. C'est possible lorsque suffisamment de dislocations viennent s'empiler contre le joint des deux grains. La contrainte ainsi concentrée dans le réseau atomique du joint de grains est proportionnelle au nombre de dislocations dans l'empilement. Elle peut devenir alors suffisante pour provoquer le transfert ou l'apparition d'une dislocation dans le grain adjacent. Plus les grains sont grands, plus les dislocations exerçant la contrainte sont nombreuses, et plus il sera facile de propager la déformation d'un grain à l'autre, et inversement. Si la contrainte en tête d'empilement n'est pas suffisante, il sera nécessaire, pour déformer le matériau, d'apporter une contrainte externe supplémentaire, d'autant plus forte que les grains sont petits sous peine de fragiliser les joints de grains.

Dans notre cas, l'érouissage découlant des diverses étapes du procédé de mise en forme a conduit à une très forte densité de dislocations au sein de la microstructure du matériau à l'état T9 ce qui doit normalement favoriser d'un côté la formation des bandes de glissement persistantes donc l'amorçage transgranulaire mais aussi engendrer une relative fragilisation intergranulaire en raison d'une grande densité de dislocations aux joints de grains. A côté de cela, la très faible taille de grains doit rendre difficile le développement de la déformation de grains à grains ce qui doit induire aussi petit à petit une fragilisation des joints de grains en plus de celle générée par l'érouissage.

Afin de confirmer l'hypothèse d'un amorçage par rupture mixte transgranulaire puis intergranulaire du fait, en partie, d'un érouissage préliminaire important du matériau à l'état métallurgique T9, des essais de fatigue à l'air ont été réalisés sur des éprouvettes à l'état métallurgique T4 préalablement érouies par traction à un taux de 25%.

L'observation des faciès de rupture pour ces éprouvettes met en évidence que l'amorçage est majoritairement de type transgranulaire (*Figure VI-11 a*). Cependant, certaines zones de rupture intergranulaire sont aussi visibles (*Figure VI-11 b et c*).

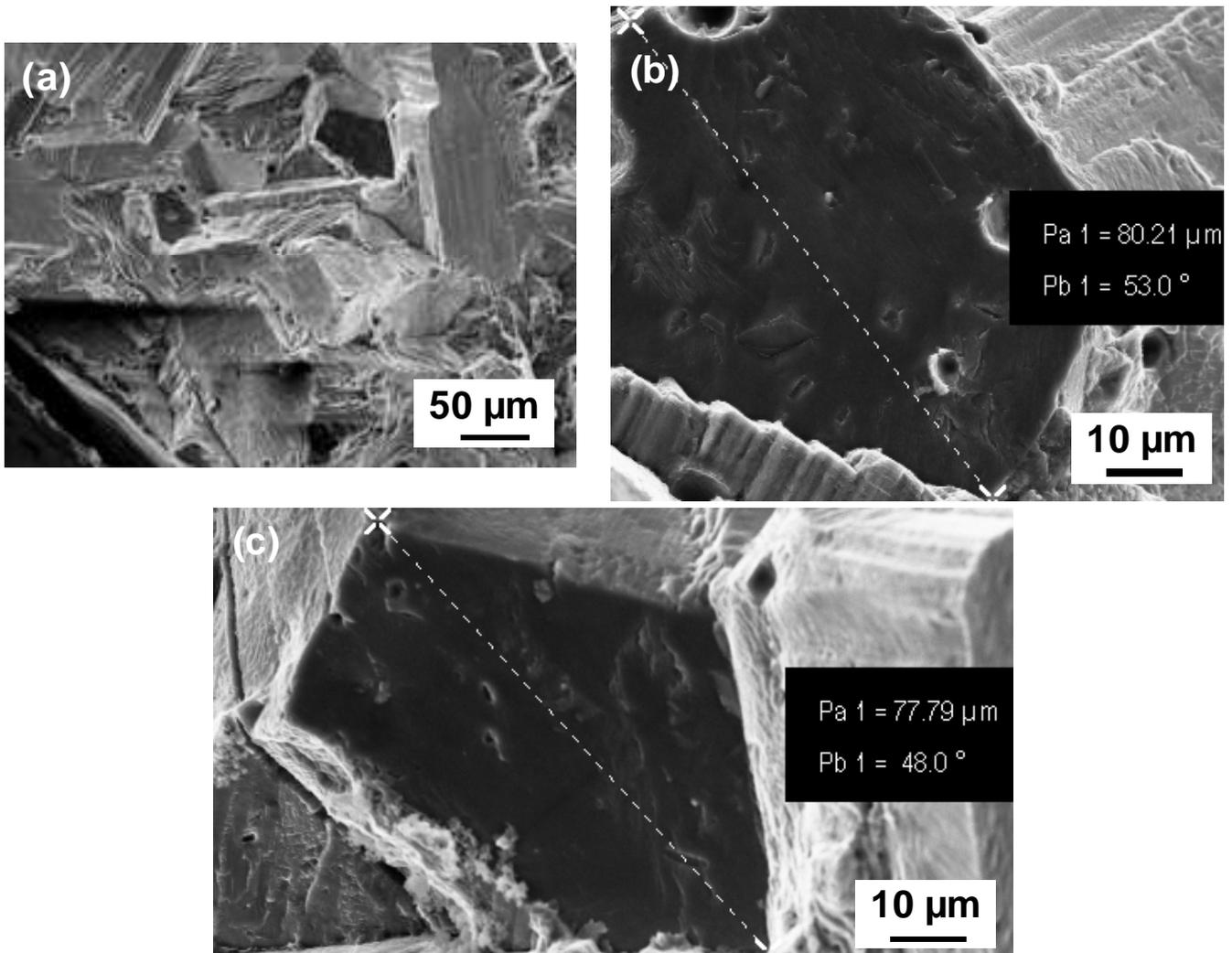


Figure VI-11 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture de l'alliage AA 6101 T4 + e = 25% après des essais de fatigue à l'air pour une sollicitation à 89% de la R_m (a) zone d'amorçage (b) et (c) zone de transition transgranulaire-intergranulaire. $f = 50\text{Hz}$; $R = 0,1$

Ces zones n'ont pas été observées sur les faciès de rupture de l'alliage AA 6101 T4. Ces essais montrent donc clairement que l'érouissage joue un rôle aussi, en plus de celui lié à l'effet taille de grains, sur l'apparition d'un mode de rupture de type intergranulaire durant l'amorçage pour l'alliage AA 6101 T9. La rupture transgranulaire est probablement également influencée par cet érouissage puisqu'il a déjà été montré dans la littérature que l'érouissage favorisait la formation des bandes de glissement persistantes donc l'amorçage transgranulaire. Cependant il n'est pas possible de statuer là-dessus en se limitant à comparer les faciès de rupture des états T4 et T4 + e = 25% puisque ces deux états présentent des amorçages transgranulaires très similaires.

1.2. Essais de fatigue sur des éprouvettes pré-corrodées en milieu NaCl 0,5M.

L'effet de la pré-corrosion sur les durées de vie en fatigue de l'alliage AA 6101 dans les trois états métallurgiques cités au début de ce chapitre a été étudié afin de découpler les effets des endommagements de corrosion et de fatigue. Pour cela, des éprouvettes ont été pré-corrodées en milieu NaCl 0,5M pendant 72 heures puis ont été sollicitées en fatigue à l'air dans des conditions analogues à celles du paragraphe précédent.

1.2.1. Présentation des courbes d'endurance à l'air des éprouvettes pré-corrodées.

La **Figure VI-12** présente les courbes d'endurance à l'air obtenues pour les éprouvettes pré-corrodées en milieu NaCl 0,5M pendant 72 heures. Des niveaux de chargement mécanique identiques aux essais sur éprouvettes non pré-corrodées ont été imposés c'est-à-dire 95%, 89% et 82,5% de la contrainte maximale du matériau non corrodé.

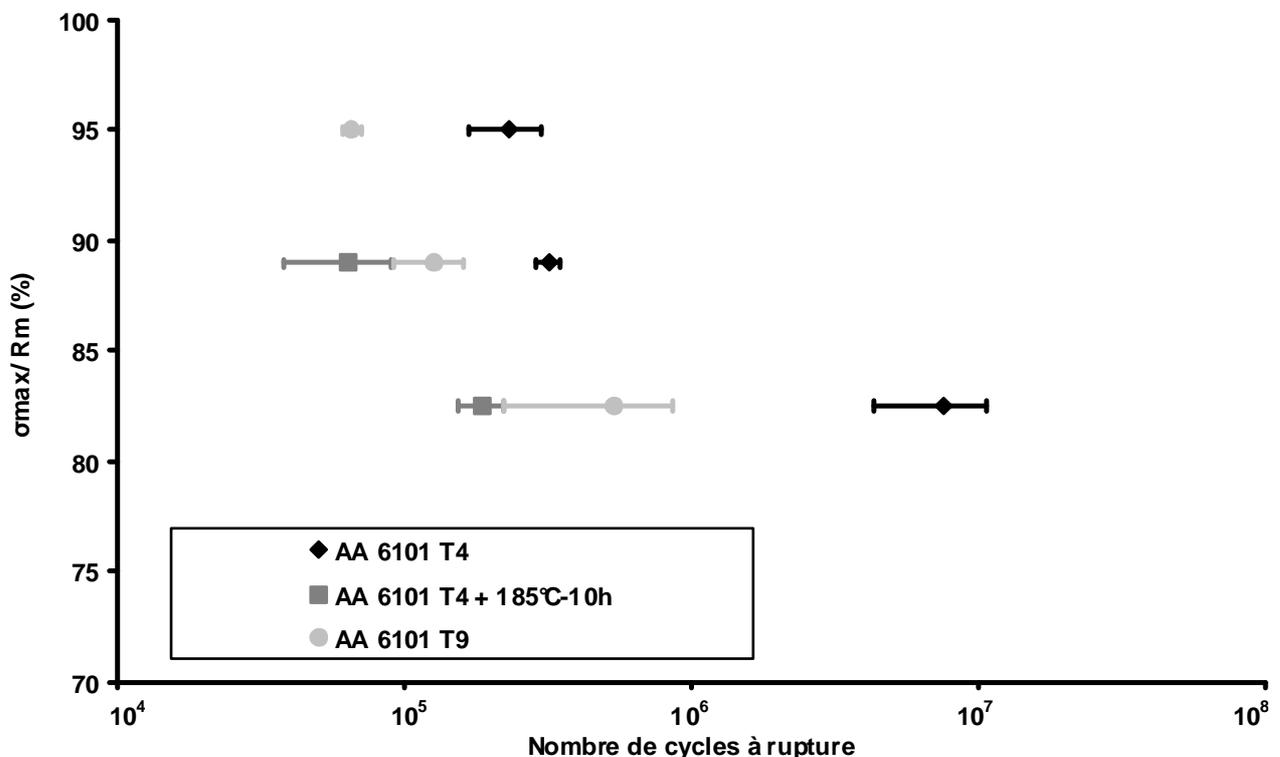


Figure VI-12 : Influence des traitements thermomécaniques sur la durée de vie en fatigue à l'air de l'alliage AA 6101. Eprouvettes pré-corrodées en milieu NaCl 0,5M pendant 72 heures. $f = 50\text{Hz}$; $R = 0,1$. * Les dispersions trop faibles sont non visibles pour l'état métallurgique T9

Le **Tableau VI-3** récapitule les durées de vie en fatigue à l'air des éprouvettes pré-corrodées pour les trois états métallurgiques ainsi que les durées de vie des éprouvettes saines. Les résultats mettent en évidence de façon générale l'effet néfaste de la pré-corrosion sur les durées de vie en fatigue. Des trois états métallurgiques considérés, il semblerait que ce soit l'état T9 qui soit le plus sensible au traitement de pré-corrosion précédent la sollicitation cyclique ; les états T4 et T4 + revenu le sont beaucoup moins. Les observations des faciès de rupture couplées aux caractérisations des comportements en corrosion de chacun des états métallurgiques présentées précédemment dans ce manuscrit, devraient permettre d'expliquer ces résultats.

		Sans corrosion	Pré-corrosion	Ratio Nf_{pc}/Nf_{sc} *
T4	$\sigma = 95\% R_m$	$400.10^3 \pm 130.10^3$	$233.10^3 \pm 67.10^3$	$0,7 \pm 0,3$
	$\sigma = 89\% R_m$	$580.10^3 \pm 265.10^3$	$317.10^3 \pm 31.10^3$	$0,7 \pm 0,3$
	$\sigma = 82,5\% R_m$	$9407.10^3 \pm 1185.10^3$	$7513.10^3 \pm 3238.10^3$	$0,8 \pm 0,2$
T4 + 185°C-10h	$\sigma = 95\% R_m$	-	-	-
	$\sigma = 89\% R_m$	$100.10^3 \pm 13.10^3$	$64.10^3 \pm 26.10^3$	$0,66 \pm 0,33$
	$\sigma = 82,5\% R_m$	$186.10^3 \pm 50.10^3$	$187.10^3 \pm 34.10^3$	$0,8 \pm 0,2$
T9	$\sigma = 95\% R_m$	$836.10^3 \pm 721.10^3$	$65.10^3 \pm 4.10^3$	$0,32 \pm 0,3$
	$\sigma = 89\% R_m$	$2295.10^3 \pm 1216.10^3$	$126.10^3 \pm 34.10^3$	$0,08 \pm 0,06$
	$\sigma = 82,5\% R_m$	$11588.10^3 \pm 8572.10^3$	$538.10^3 \pm 319.10^3$	$0,14 \pm 0,06$

Tableau VI-3 : Influence de la pré-corrosion sur la tenue en fatigue à l'air de l'alliage AA 6101 pour les états métallurgiques T4, T4 + 185°C-10h et T9 (en nombre de cycles à rupture). $f = 50\text{Hz}$; $R = 0,1$. * Nf_{pc} = nombre de cycle à rupture pour les éprouvettes pré-corrodées et Nf_{sc} = nombre de cycle à rupture pour les éprouvettes non-corrodées ; le ratio Nf_{pc}/Nf_{sc} a été obtenu en prenant en compte la dispersion

1.2.2. Observations des faciès de rupture des éprouvettes pré-corrodées.

Les faciès de rupture ont été observés au MEB après les essais de fatigue à l'air sur des éprouvettes pré-corrodées pour les trois états métallurgiques.

- Etat métallurgique T4.

La **Figure VI-13 a** présente le faciès de rupture d'une éprouvette pré-corrodée de l'alliage AA 6101 à l'état métallurgique T4 qui a été soumise à une sollicitation mécanique cyclique dont la contrainte maximale est égale à 89% de R_m pour un rapport de charge égal à 0,1. Trois zones sont de nouveau mises en évidence (flèche rouge : zone d'amorçage ; flèche bleue : zone de transition ; flèche verte : zone de rupture finale). L'observation de la zone d'amorçage met en évidence que la fissure s'initie au niveau d'un défaut de corrosion par piqûres (cadre rouge). Ce défaut de corrosion, pour l'alliage à l'état T4 en milieu NaCl 0,5M, s'apparente à une piqûre d'une vingtaine de microns de diamètre dans le plan d'observation ;

cette piqûre s'est formée, si l'on se réfère aux résultats du chapitre IV, par dissolution de la matrice autour d'un précipité grossier intragranulaire Al-Fe-Si (**Figure VI-13 b**). Le chapitre bibliographique a fait état d'un grand nombre de travaux portant sur l'amorçage de fissures de fatigue sur les défauts de corrosion localisée et en particulier les piqûres. Cependant, même si l'amorçage s'est préférentiellement localisé sur ce défaut de corrosion ici, il ne semble pas néanmoins que le temps nécessaire à l'apparition d'une fissure courte ait été drastiquement raccourci étant donné le faible abatement en durée de vie observé.

De plus, le pré-endommagement de corrosion n'a pas d'influence sur le mécanisme d'endommagement en lui-même. En effet, le mode de rupture demeure transgranulaire et présente toujours des facettes cristallographiques lisses entrecoupées de zones ductiles (**Figure VI-13 c**).

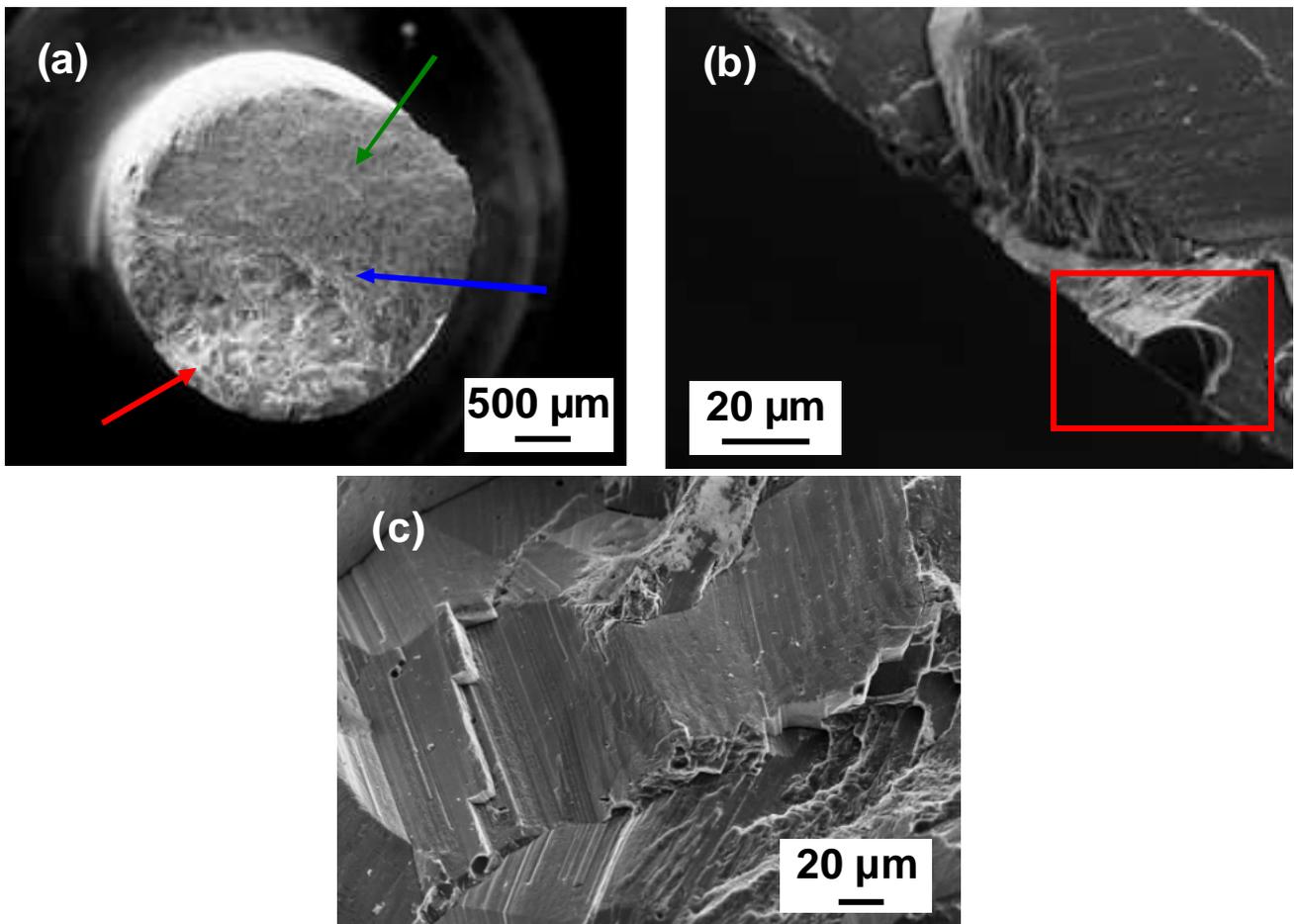


Figure VI-13 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture de l'alliage AA 6101 T4 après des essais de fatigue à l'air sur des éprouvettes pré-corrodées en milieu NaCl 0,5M pendant 72 heures pour une sollicitation à 89% de la R_m (a) faciès en entier (flèche rouge : zone d'amorçage ; flèche bleue : zone de transition ; flèche verte : zone de rupture finale) (b) zone d'amorçage : mise en évidence d'un défaut de corrosion (c) zone de rupture transgranulaire

- Etat métallurgique T4+ 185°C-10h.

Tout comme pour l'état métallurgique T4, il semblerait que la pré-corrosion n'ait que peu d'influence sur les durées de vie en fatigue de l'alliage AA 6101 à l'état revenu pré-corrodé (**Tableau VI-3**).

Pour rappel, les essais de fatigue à l'air sur éprouvettes non corrodées ont montré que, pour cet état métallurgique, l'amorçage se faisait selon un mode de rupture intergranulaire puis était suivi d'une phase de propagation stable présentant des stries et des rivières. La **Figure VI-14 a** présente le faciès de rupture global obtenu (flèche rouge : zone d'amorçage/propagation lente ; flèche bleue : zone de transition ; flèche verte : zone de rupture finale). Aucune différence majeure entre essais de fatigue sur éprouvettes saines et sur éprouvettes pré-corrodées n'est observable excepté évidemment dans la zone d'amorçage.

Il y est nettement visible que la fissure s'initie au niveau des défauts de corrosion intergranulaire dont la présence s'explique par la dissolution préférentielle des précipités anodiques M_2Si au niveau des joints de grains. Ces résultats sont en accord avec l'étude du comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 T4 +185°C-10h, présentée dans le chapitre V de ce manuscrit. En effet, le traitement de revenu à 185°C pendant 10 heures sensibilise l'alliage d'aluminium AA 6101 à la corrosion intergranulaire du fait de la précipitation de phases M_2Si aux joints de grains et de la formation d'une PFZ.

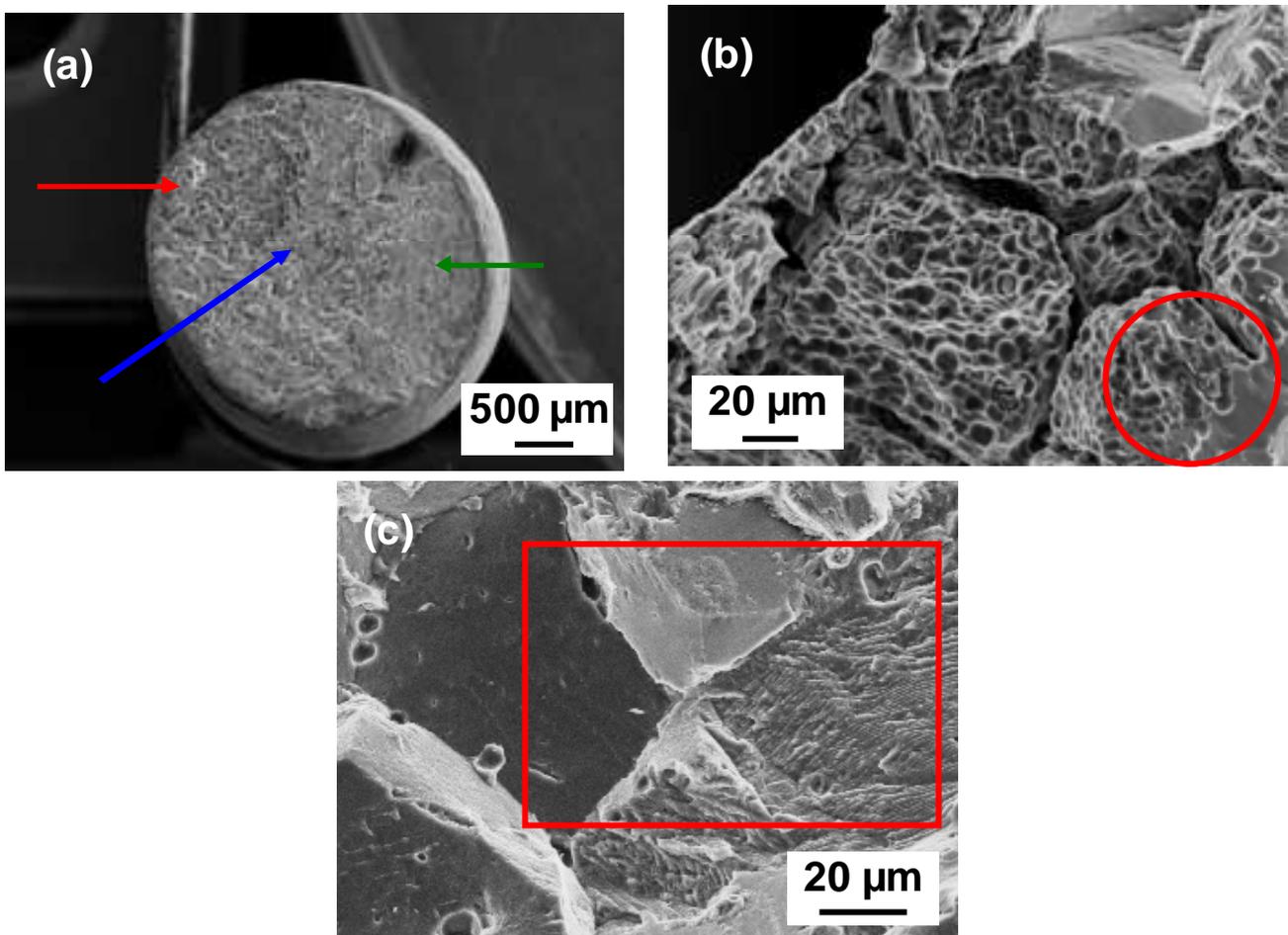


Figure VI-14 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture de l'alliage AA 6101 T4 + 185°C-10h après des essais de fatigue à l'air sur des éprouvettes pré-corrodées en milieu NaCl 0,5M pendant 72 heures pour une sollicitation à 89% de la R_m (a) faciès en entier (flèche rouge : zone d'amorçage ; flèche bleue : zone de transition ; flèche verte : zone d'arrachement final) (b) zone d'amorçage (c) zone de transition entre un endommagement intergranulaire et transgranulaire

La **Figure VI-14 b** met clairement en évidence la transition entre la zone d'amorçage sur les défauts de corrosion intergranulaire et le début de la propagation mixte intergranulaire

puis transgranulaire. Ainsi, la **Figure VI-14 c** montre la présence de rivières et de zones lisses présentant de nombreuses stries de fatigue.

Finalement, le léger abattement de la durée de vie en fatigue pour cet état métallurgique visible dans le **Tableau VI-3** est donc à mettre au crédit de cet amorçage localisé sur les défauts de corrosion intergranulaire. La fissure s'initie de manière sensiblement plus précoce qu'à l'air sans pré-corrosion.

- *Etat métallurgique T9.*

Cet état correspondant aux fils fins de 0,51mm est clairement l'état métallurgique le plus affecté par le traitement de pré-corrosion d'un point de vue tenue à la fatigue à l'air. En effet, le nombre de cycles à rupture diminue d'un ordre de grandeur après 72 heures d'immersion en milieu NaCl 0,5M (**Tableau VI-3**).

La **Figure VI-15** présente les observations des faciès de rupture obtenues pour les éprouvettes pré-corrodées et soumises à un chargement cyclique dont la contrainte maximale est égale à 89% de R_m . Il y est nettement visible que l'amorçage se fait au niveau de défauts de corrosion par piqûres (**Figure VI-15 a** ; cadre rouge). La pré-corrosion n'a en revanche pas d'effet sur les mécanismes de rupture qui demeurent inchangés pour les fils fins par rapport à ceux identifiés précédemment pendant les essais de fatigue à l'air sans pré-corrosion. On retrouve un mode de rupture mixte, tout d'abord transgranulaire puis très vite intergranulaire (**Figure VI-15 b**).

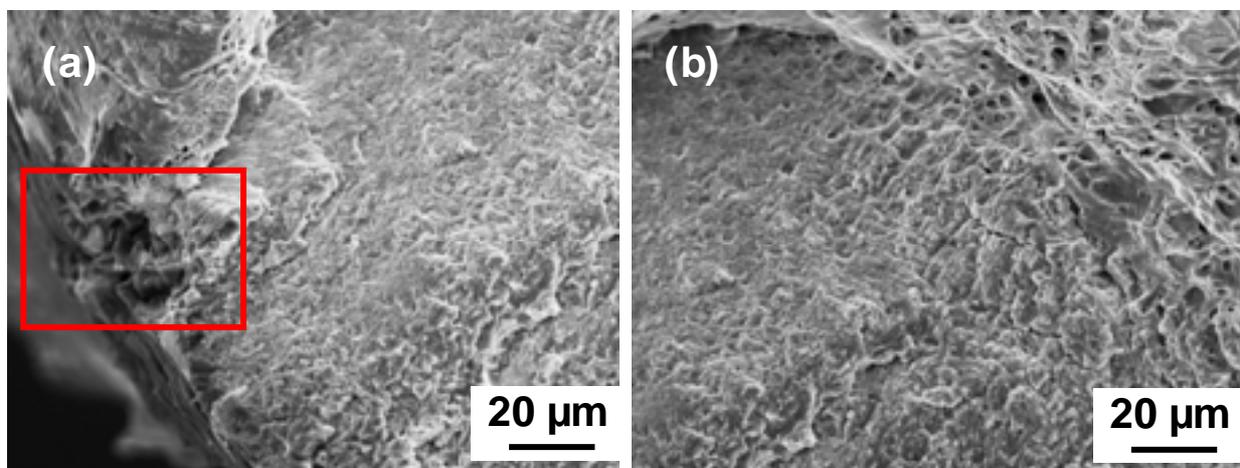


Figure VI-15 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture de l'alliage AA 6101 T9 après des essais de fatigue à l'air sur des éprouvettes pré-corrodées en milieu NaCl 0,5M pendant 72 heures pour une sollicitation à 89% de la R_m (a) zone d'amorçage : mise en évidence d'un défaut de corrosion (c) zone de rupture mixte transgranulaire-intergranulaire. $f = 50\text{Hz}$; $R = 0,1$

Par ailleurs, les résultats ont mis en évidence une inversion des tenues en fatigue pour les états métallurgiques T4 et T9 lorsque l'on passe d'éprouvettes saines à des éprouvettes pré-corrodées. L'étude du comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 pour les états métallurgiques T4 et T9 n'a pas révélé de différences majeures de morphologie de la corrosion. Il a été observé une dissolution de la matrice autour des précipités Al-Fe-Si et la création de petites piqûres au cours d'immersions en milieu NaCl 0,5M pendant 72 heures. Il est donc raisonnable de penser que la profondeur et la taille des défauts de corrosion sont très

proches pour ces deux états métallurgiques. Cependant, on peut facilement imaginer, en regard du ratio entre la profondeur du défaut et les diamètres des éprouvettes (diamètre de 3,5 mm pour l'état T4 et diamètre de 0,51 mm pour l'état T9) que ces défauts de corrosion vont être catastrophiques d'un point de la tenue à la fatigue dans le cas de l'état métallurgique T9.

1.3. Essais de fatigue-corrosion en milieu NaCl 0,5M.

Les essais réalisés à l'air sur des éprouvettes pré-corrodées ont mis en évidence l'influence de la pré-corrosion sur la tenue en fatigue de l'alliage AA 6101 et en particulier sur le stade d'amorçage de fissures de fatigue à partir de défauts de corrosion localisée. Afin maintenant d'identifier si les endommagements de fatigue et de corrosion peuvent interagir simultanément, des essais de fatigue en milieu corrosif ont été réalisés pour les trois états métallurgiques.

1.3.1. Présentation des courbes d'endurance en fatigue-corrosion.

La **Figure VI-16** présente les courbes d'endurance obtenues lors des essais de fatigue-corrosion pour les trois états métallurgiques considérés. Des niveaux de chargements mécaniques identiques aux essais à l'air sur éprouvettes non-corrodées ont été imposés pour ces essais.

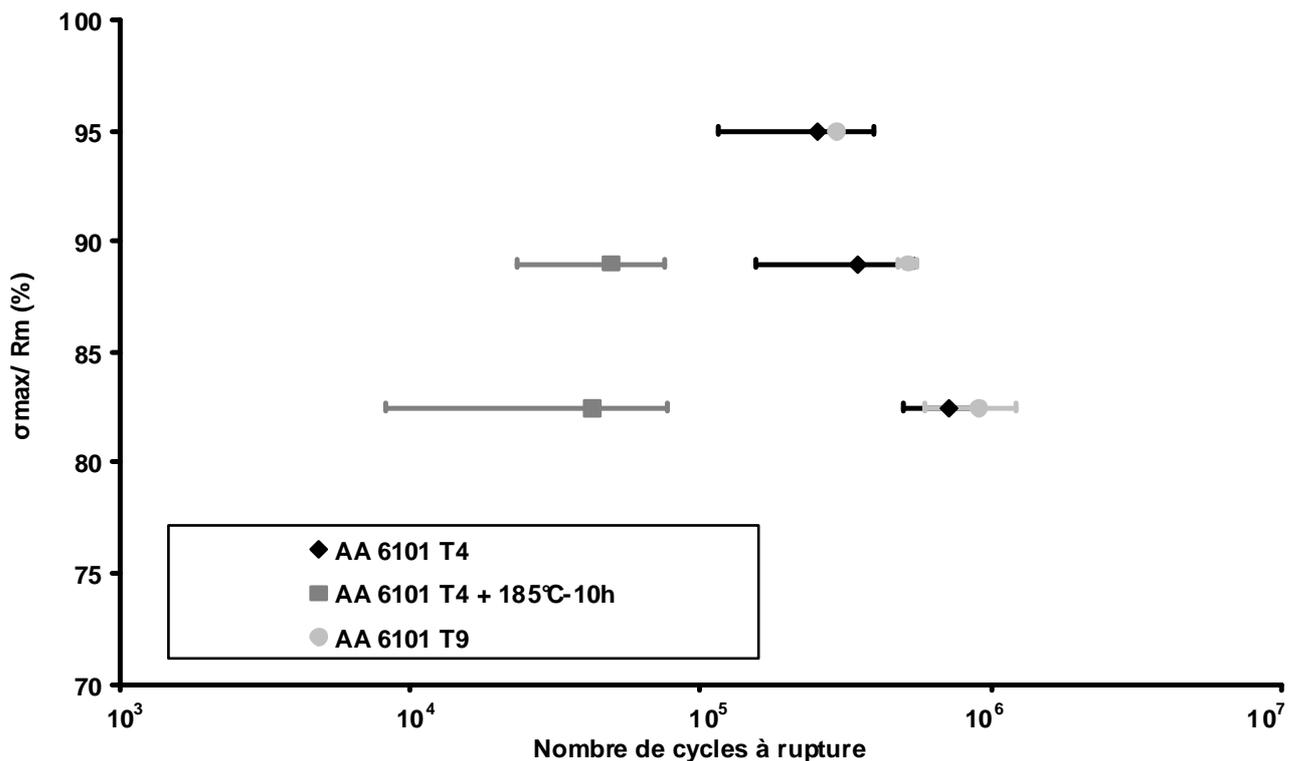


Figure VI-16 : Influence des traitements thermomécaniques sur la durée de vie en fatigue-corrosion de l'alliage AA 6101. Essais réalisés en milieu NaCl 0,5M. $f = 50\text{Hz}$; $R = 0,1$. * Les dispersions trop faibles sont non visibles pour l'état métallurgique T9

Le **Tableau VI-4** récapitule les nombres de cycle à rupture en fatigue à l'air pour des éprouvettes non corrodées et en fatigue-corrosion de l'alliage AA 6101 pour les trois états métallurgiques. Les rapports entre nombre de cycles à rupture pour une éprouvette pré-corrodée et une éprouvette saine sont reportés pour comparaison.

		A l'air	Fatigue-corrosion	Ratio N_{fc}/N_{sc} *	Ratio N_{pc}/N_{sc} *
T4	$\sigma = 95\% R_m$	$400.10^3 \pm 130.10^3$	$254.10^3 \pm 140.10^3$	$0,58 \pm 0,16$	$0,7 \pm 0,3$
	$\sigma = 89\% R_m$	$580.10^3 \pm 265.10^3$	$348.10^3 \pm 193.10^3$	$0,56 \pm 0,08$	$0,7 \pm 0,3$
	$\sigma = 82,5\% R_m$	$9407.10^3 \pm 1185.10^3$	$712.10^3 \pm 217.10^3$	$0,07 \pm 0,02$	$0,8 \pm 0,2$
T4 + 185°C-10h	$\sigma = 95\% R_m$	-	-	-	-
	$\sigma = 89\% R_m$	$100.10^3 \pm 13.10^3$	$49.10^3 \pm 10.10^3$	$0,48 \pm 0,04$	$0,66 \pm 0,33$
	$\sigma = 82,5\% R_m$	$186.10^3 \pm 50.10^3$	$43.10^3 \pm 6.10^3$	$0,24 \pm 0,03$	$0,8 \pm 0,2$
T9	$\sigma = 95\% R_m$	$836.10^3 \pm 721.10^3$	$295.10^3 \pm 40.10^3$	$0,35 \pm 0,06$	$0,32 \pm 0,3$
	$\sigma = 89\% R_m$	$2295.10^3 \pm 1216.10^3$	$516.10^3 \pm 126.10^3$	$0,27 \pm 0,09$	$0,08 \pm 0,06$
	$\sigma = 82,5\% R_m$	$11588.10^3 \pm 8572.10^3$	$912.10^3 \pm 87.10^3$	$0,16 \pm 0,11$	$0,14 \pm 0,06$

Tableau VI-4 : Durée de vie de l'alliage AA 6101 pour les états métallurgiques T4, T4 + 185°C-10h et T9 (en nombre de cycles à rupture) lors d'essais de fatigue à l'air et de fatigue-corrosion. $f = 50\text{Hz}$; $R = 0,1$. * N_{fc} = nombre de cycles à rupture pour les éprouvettes soumises à un essai de fatigue-corrosion, N_{pc} = nombre de cycles à rupture pour les éprouvettes pré-corrodées et N_{sc} = nombre de cycles à rupture pour les éprouvettes non-corrodées ; les ratios N_{pc}/N_{sc} et N_{fc}/N_{sc} ont été obtenus en prenant en compte la dispersion

Quels que soient les états métallurgiques considérés, le ratio entre nombre de cycles à rupture pour un essai de fatigue-corrosion et nombre de cycles à rupture pour une éprouvette saine testée à l'air diminue lorsque le niveau de chargement est abaissé. De plus, pour l'état métallurgique T4, on observe que l'abatement de la tenue en fatigue suite aux essais de fatigue-corrosion, et par comparaison aux essais de fatigue à l'air (ratio N_{fc}/N_{sc}), est plus important que l'abatement mesuré sur les éprouvettes pré-corrodées (ratio N_{pc}/N_{sc}). Cette observation est également vérifiée pour l'état T4 + revenu. En revanche, il est beaucoup plus difficile de conclure pour l'état T9. Ces résultats suggèrent un effet de synergie entre fatigue et corrosion au moins pour les états T4 et T4 + revenu.

1.3.2. Observations des faciès de rupture.

Les faciès de rupture ont été observés au MEB après les essais de fatigue-corrosion afin d'identifier d'éventuels changements de mécanismes de rupture dus aux interactions entre les phénomènes de fatigue et de corrosion.

- *Etat métallurgique T4.*

La **Figure VI-17** présente un faciès de rupture représentatif de l'alliage AA 6101 à l'état métallurgique T4 pour un chargement à 89% de la R_m . On y retrouve trois zones distinctes : la zone d'amorçage (flèche rouge), la zone de transition (flèche bleue) et la zone de rupture finale (flèche verte) (**Figure VI-17 a**).

Pour rappel, les essais de fatigue à l'air réalisés sur des éprouvettes pré-corrodées en milieu NaCl 0,5M pendant 72 heures ont mis en évidence une initiation de la fissuration sur les défauts de corrosion localisée conduisant à une durée d'amorçage raccourcie, le tout sans modification du mécanisme de rupture qui demeure transgranulaire comme pour les essais de fatigue à l'air sur éprouvettes saines. Les **Figure VI-17 b, c, d** et **e** présentent la zone d'amorçage de la fissure de fatigue-corrosion et mettent ainsi en évidence un mécanisme d'endommagement mixte de type transgranulaire et intergranulaire. La principale différence entre ces essais et ceux menés à l'air, sur éprouvettes saines et pré-corrodées, réside donc en l'apparition de surfaces intergranulaires qui correspondent bien aux tailles de grains dans le sens transverse de l'alliage AA 6101 T4 présentées dans le chapitre V de ce manuscrit (**Figure VI-17 e**).

Pour terminer la description du faciès de rupture, les observations ont montré que la zone de transition était de nouveau caractérisée par la présence de nombreuses fissures et l'apparition des premières zones ductiles et que la zone de rupture finale était de type ductile à cupules en lien avec la présence de précipités grossiers Al-Fe-Si.

Ainsi, l'action simultanée des sollicitations mécaniques cycliques et environnementales conduit à une modification du mode de rupture en fatigue-corrosion de l'alliage AA 6101 T4. Au contraire des essais de fatigue à l'air sur des éprouvettes pré-corrodées en milieu NaCl 0,5M pendant 72 heures, les essais réalisés in situ mettent en évidence des interactions fortes entre corrosion et fatigue. Cet effet de synergie entre les deux mécanismes d'endommagement sera expliqué dans la seconde partie de ce chapitre, ce paragraphe ne servant uniquement que de description préliminaire.

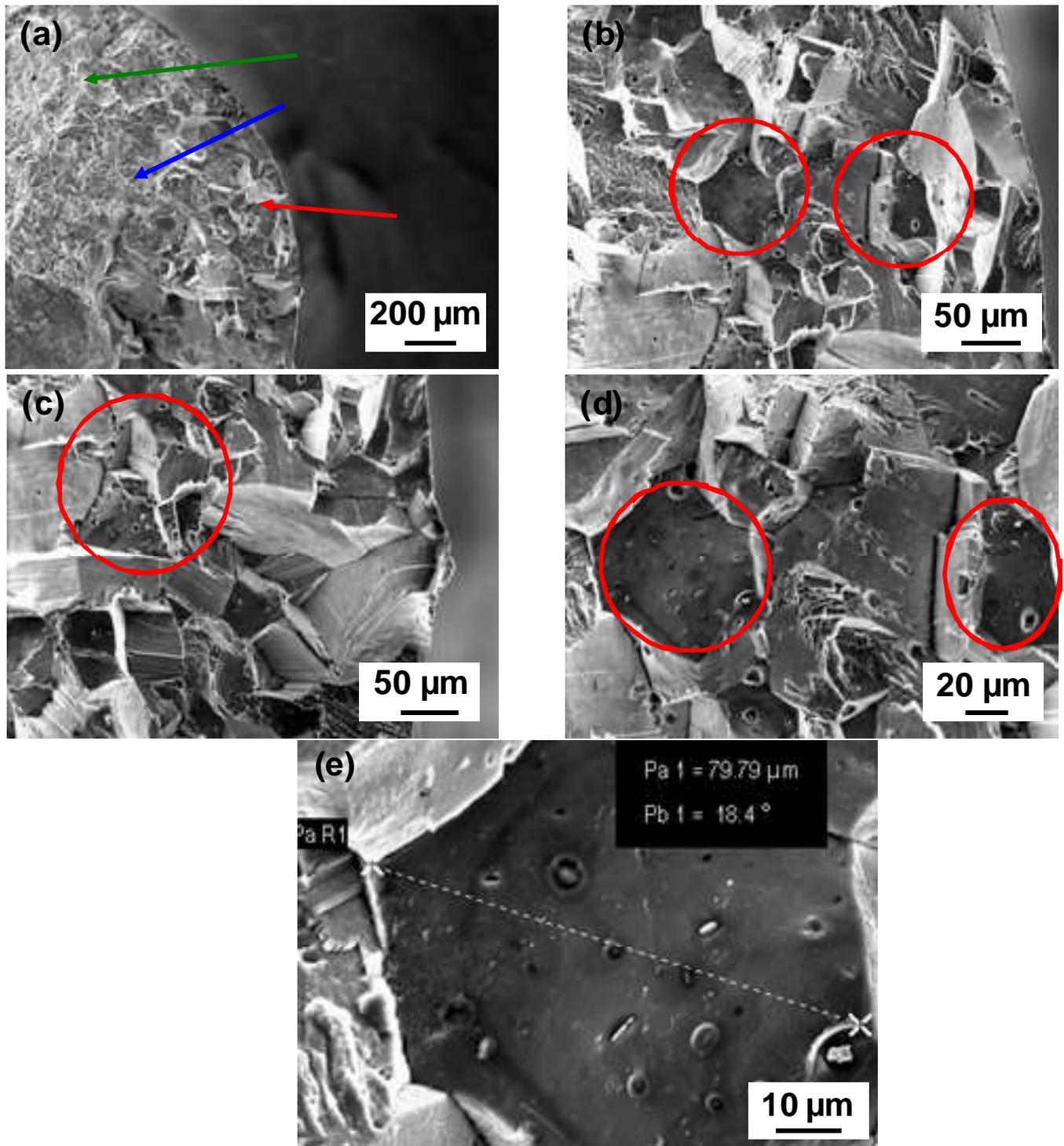


Figure VI-17 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture de l'alliage AA 6101 T4 après des essais de fatigue-corrosion en milieu NaCl 0,5M pour une sollicitation à 89% de la Rm (a) faciès globale (flèche rouge : zone d'amorçage ; flèche bleue : zone de transition ; flèche verte : zone d'arrachement final) (b), (c), (d) et (e) zone d'amorçage et zone de transition entre un endommagement transgranulaire et intergranulaire. $f = 50\text{Hz}$; $R = 0,1$

- Etat métallurgique T4 + 185°C-10h.

La **Figure VI-18 a** présente le faciès de rupture de l'alliage AA 6101 à l'état métallurgique T4 + 185°C obtenu après un essai de fatigue-corrosion pour un chargement à

89% de la R_m dans une solution de NaCl 0,5M. On retrouve de nouveau les trois zones décrites précédemment (flèche rouge : zone d'amorçage/propagation lente ; flèche bleue : zone de transition ; flèche verte : zone de rupture finale).

La **Figure VI-18 b** montre que le mode de rupture dans la zone d'amorçage est de type intergranulaire ductile. Cet amorçage est identique à celui observé lors des essais d'endurance à l'air sur des éprouvettes non corrodées. De plus, l'observation de la zone d'amorçage met en évidence une transition entre une rupture intergranulaire et une rupture transgranulaire lors des essais de fatigue-corrosion comme cela avait été observé pour les essais de fatigue à l'air **Figure VI-18 c** : cercle rouge). Cependant, la comparaison des faciès de rupture observés sur des éprouvettes non corrodées et testées en fatigue à l'air et ceux obtenus pour les essais de fatigue-corrosion montre clairement que la proportion de surfaces intergranulaires lors des essais de fatigue-corrosion est nettement supérieure à celle observée sur des éprouvettes non corrodées testées en fatigue à l'air. Il semblerait donc que l'environnement corrosif ait un impact direct sur l'endommagement de fatigue observé pour l'état revenu comme cela a été relevé précédemment pour l'état T4. Il faut noter par ailleurs que les zones de transition et de rupture finale, pour les éprouvettes testées en fatigue-corrosion, sont identiques à celles observées après essais de fatigue à l'air sur éprouvettes saines et pré-corrodées.

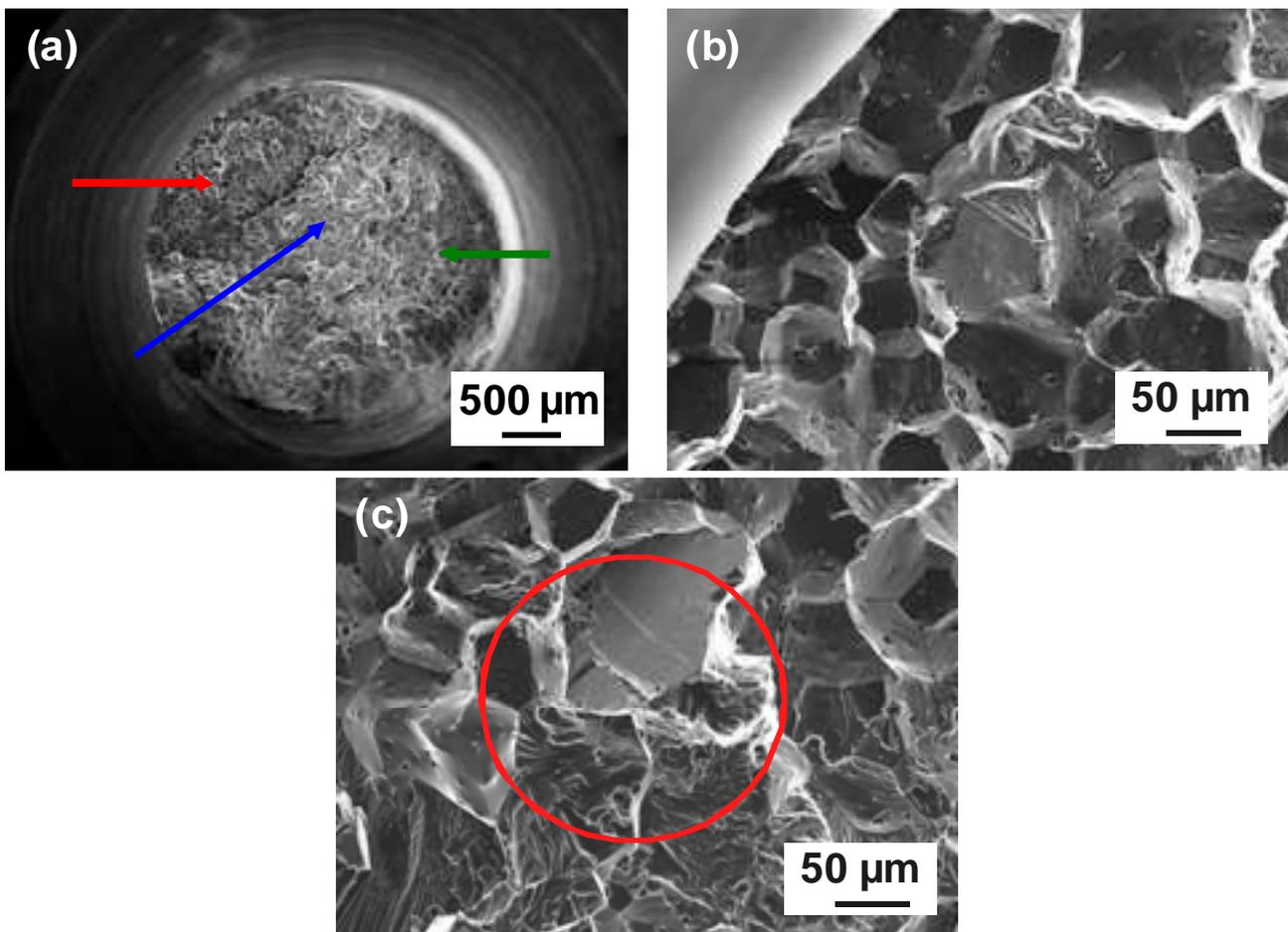


Figure VI-18 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture de l'alliage AA 6101 T4 + 185°C-10h après des essais de fatigue-corrosion en milieu NaCl 0,5M pour une sollicitation à 89% de la R_m (a) faciès en entier (flèche rouge : zone d'amorçage ; flèche bleue : zone de transition ; flèche verte : zone d'arrachement final) (b) zone d'amorçage (c) zone de transition entre un endommagement intergranulaire et transgranulaire. $f = 50\text{Hz}$; $R = 0,1$

- Etat métallurgique T9.

Les faciès de rupture de l'alliage AA 6101 T9 après essais de fatigue-corrosion en milieu NaCl 0,5M ont été observés au MEB. Le faciès présenté correspond à celui obtenu pour une sollicitation égale à 82,5% de la R_m . La **Figure VI-19 a** montre clairement un amorçage de la fissure au niveau d'un défaut de corrosion. La **Figure VI-19 b** met en évidence que l'endommagement est de type mixte transgranulaire-intergranulaire comme pour les essais de fatigue à l'air sur éprouvettes saines et corrodées.

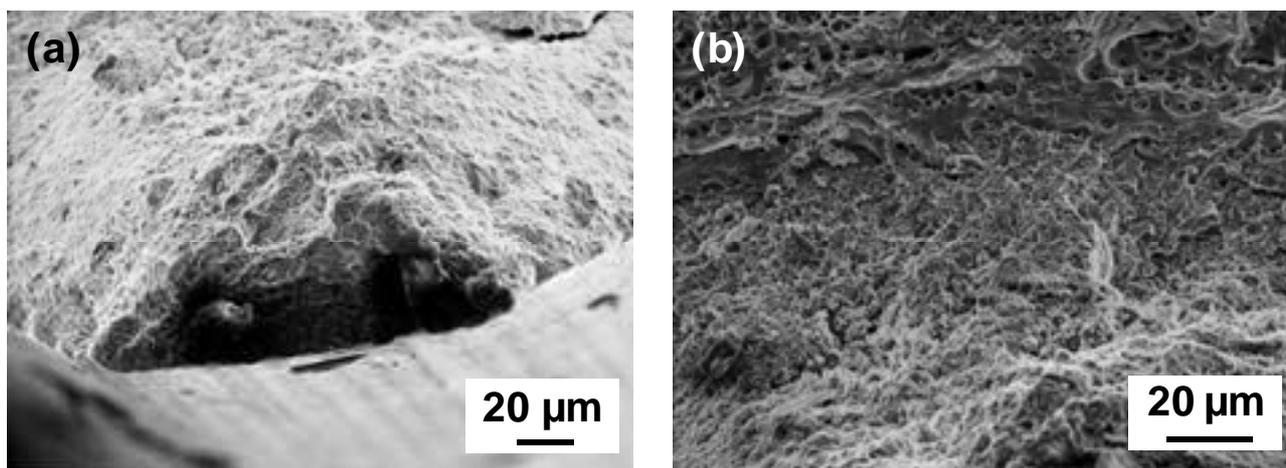


Figure VI-19 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture de l'alliage AA 6101 T9 après des essais de fatigue-corrosion en milieu NaCl 0,5M pour une sollicitation à 82,5% de la R_m (a) zone d'amorçage au niveau d'un défaut de corrosion (b) zone de rupture mixte transgranulaire-intergranulaire. $f = 50\text{Hz}$; $R = 0,1$

2. Discussion concernant l'effet de synergie entre les phénomènes de fatigue et de corrosion pour l'alliage AA 6101

Les essais de fatigue réalisés en milieu NaCl 0,5 M afin de caractériser le comportement en fatigue-corrosion de l'alliage AA 6101 pour les trois états métallurgiques considérés ont mis en évidence une influence du milieu sur les mécanismes de rupture pour les trois états métallurgiques. Il paraît donc intéressant maintenant de discuter plus spécifiquement l'effet de synergie entre corrosion et fatigue. Cette réflexion a été menée essentiellement pour l'alliage AA 6101 à l'état T4. Ce sont les résultats de ce travail d'analyse qui sont présentés ci-dessous. Ensuite, des débuts d'explications ont été proposés pour interpréter le comportement en fatigue-corrosion des deux autres états métallurgiques.

2.1. Alliage AA 6101 T4

2.1.1. Comparatif des courbes d'endurance.

La **Figure VI-20** rassemble les courbes d'endurance obtenues pour l'alliage AA 6101 T4, pour des essais de fatigue à l'air sur éprouvettes saines et pré-corrodées en milieu NaCl 0,5M, et pour des essais de fatigue-corrosion dans ce même milieu agressif.

Les résultats montrent clairement l'influence néfaste de la corrosion sur les durées de vie en fatigue aussi bien pour les essais sur éprouvettes pré-corrodées que pour les essais de fatigue-corrosion. Pour rappel, il a été montré que l'étape de pré-corrosion, consistant en 72 heures d'immersion en milieu NaCl 0,5M, engendrait de forts abattements en fatigue du fait de l'initiation plus rapide des fissures de fatigue au niveau des défauts de corrosion localisée (**Figure VI-13**).

Pour ce qui concerne les essais de fatigue réalisés dans le milieu agressif, un abattement des durées de vie est également observé, du même ordre de grandeur que celui obtenu pour les essais sur éprouvettes corrodées (sauf pour le plus faible niveau de chargement). Une simple comparaison des nombres de cycles à rupture obtenus pour des éprouvettes pré-corrodées d'une part et des éprouvettes immergées d'autre part, pourrait laisser penser qu'aucun couplage ne s'opère entre fatigue et corrosion pour des chargements à 95% et 89% de la R_m (**Tableau VI-5**). Cette analyse est néanmoins biaisée de par le fait que les durées d'immersion en milieu contenant des ions chlorures durant les essais de fatigue-corrosion sont très différentes d'un niveau de chargement à l'autre et sont bien inférieures aux 72h d'immersion continue appliquées pour le traitement de pré-corrosion. Il semblerait donc qu'il y ait bien des interactions fortes entre corrosion et fatigue durant les essais de fatigue-corrosion conduisant à un fort abattement des durées de vie en regard du temps passé dans le milieu corrosif. Pour confirmer cette hypothèse, il serait intéressant de pré-corroder nos échantillons en milieu NaCl 0,5M pendant une durée équivalente au temps moyen des essais de fatigue-corrosion puis de comparer les durées de vie en fatigue obtenues. Ces essais constituent des perspectives de travail de thèse et n'ont pu être réalisés par manque de temps.

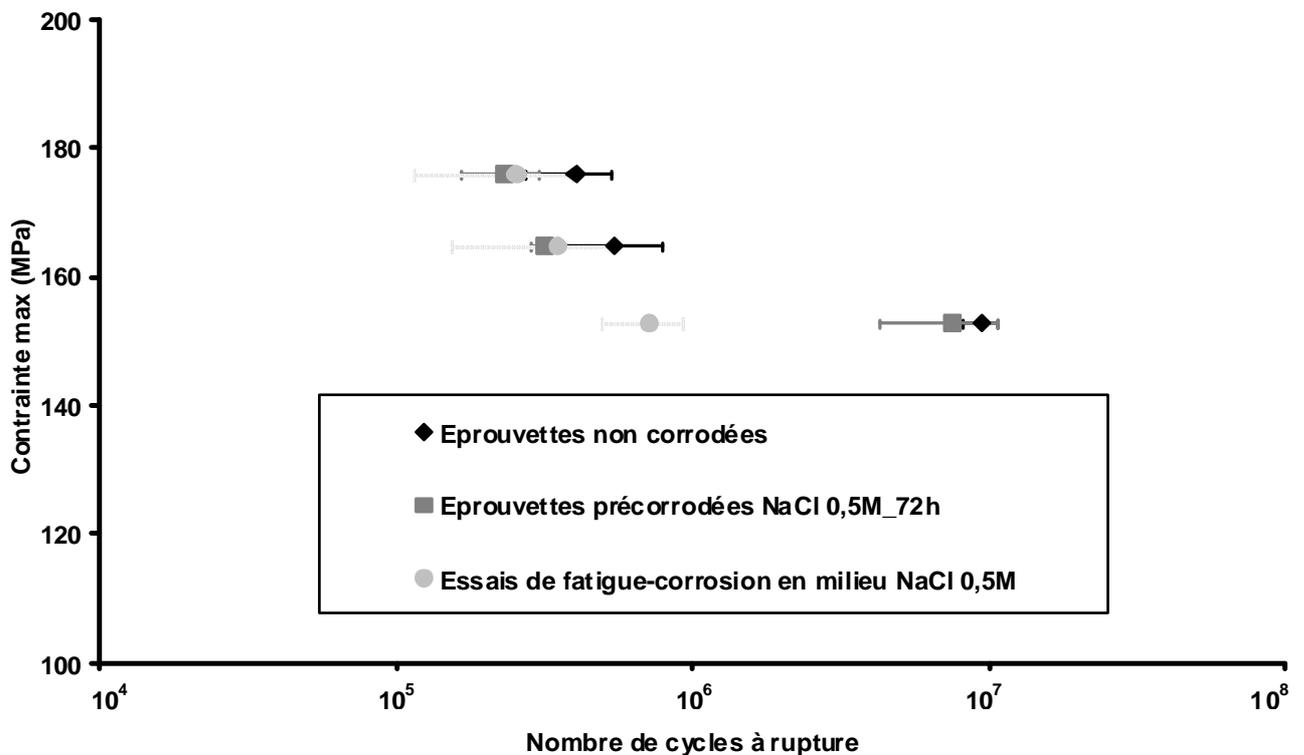


Figure VI-20 : Durée de vie en fatigue de l'alliage AA 6101 T4 pour des éprouvettes non corrodées, pré-corrodées pendant 72h et immergées en milieu NaCl 0,5M pendant l'essai de fatigue.

Cet effet de synergie entre fatigue et corrosion, que révèle la comparaison des durées de vie en fatigue pour différentes conditions d'essais, apparaît aussi à travers la modification du mode de rupture pour les essais de fatigue-corrosion en comparaison de ceux obtenus après des essais de fatigue à l'air sur éprouvettes saines et pré-corrodées en milieu NaCl 0,5M pendant 72 heures. Il semble donc intéressant d'analyser plus finement les mécanismes de fatigue-corrosion de l'alliage AA 6101 à l'état T4.

Contrainte Max (MPa)	Essais à l'air : éprouvettes non corrodées	Essais à l'air : éprouvettes pré-corrodées NaCl 0,5M pendant 72h d'immersion	Essais de fatigue-corrosion : NaCl 0,5M
$\sigma = 95\% R_m$	$400.10^3 \pm 130.10^3$	$233.10^3 \pm 67.10^3$	$254.10^3 \pm 140.10^3$ <i>durée d'essai = 1h30</i>
$\sigma = 89\% R_m$	$580.10^3 \pm 265.10^3$	$317.10^3 \pm 31.10^3$	$348.10^3 \pm 193.10^3$ <i>durée d'essai = 2h</i>
$\sigma = 82,5\% R_m$	$9407.10^3 \pm 1185.10^3$	$7513.10^3 \pm 3238.10^3$	$712.10^3 \pm 217.10^3$ <i>durée d'essai = 4h</i>

Tableau VI-5 : Durée de vie en fatigue de l'alliage AA 6101 T4 pour des éprouvettes non corrodées, pré-corrodées pendant 72h et immergées en milieu NaCl 0,5M pendant l'essai de fatigue.

2.1.2. Mécanisme de fatigue-corrosion de l'alliage AA 6101 T4.

Un mécanisme de rupture mixte transgranulaire-intergranulaire a été observé lors des essais de fatigue-corrosion menés pour l'alliage AA 6101 T4 et ce, quel que soit le niveau de chargement considéré, alors que, pour les autres essais de fatigue (à l'air, sur éprouvettes saines et pré-corrodées), seule de la rupture transgranulaire est observée. Les micrographies MEB obtenues pour un chargement mécanique à 89% de la R_m et présentées précédemment sont donc représentatives de l'endommagement en fatigue-corrosion en milieu NaCl 0,5M de l'alliage AA 6101 T4 (**Figure VI-17**). L'apparition d'un nouveau mode de rupture, à savoir intergranulaire, pourrait donc être imputable à des effets de synergie entre les mécanismes de fatigue et de corrosion.

Afin de confirmer cette éventuelle interaction entre les sollicitations mécaniques de fatigue et les phénomènes de corrosion et, en particulier de déterminer si le type même de sollicitations mécaniques appliquées, c'est-à-dire statiques ou cycliques, joue un rôle prépondérant, des essais de traction lente en milieu NaCl 0,5M ont été réalisés. Il s'agissait ici de caractériser le comportement en corrosion sous contrainte statique de l'alliage à l'état métallurgique T4. Le but est avant tout de comparer les faciès de rupture de CSC statique à ceux de fatigue-corrosion pour voir si l'apparition du mode de rupture intergranulaire est visible également en CSC statique. Pour ces essais, les vitesses de déformation ont été choisies afin que la durée des essais de CSC soit identique à la durée moyenne des essais de fatigue-corrosion. Trois durées d'essais ont donc été considérées à savoir 1h30, 2h et 4h pour respectivement des vitesses de déformation de $6,5.10^{-5}s^{-1}$, $4,85.10^{-5}s^{-1}$ et $2,4.10^{-5}s^{-1}$. Des essais préalables à l'air ont été réalisés pour déterminer si la valeur de la vitesse de déformation appliquée avait un effet sur le comportement en traction. La **Figure VI-21** présente les courbes caractéristiques de traction obtenues suite à ces essais à différentes vitesses de déformation. On y voit clairement que la vitesse de déformation n'a aucune

influence sur les propriétés mécaniques de l'alliage AA 6101 T4 ce qui est plutôt une bonne nouvelle en prévision des 3 essais de CSC statique, et cela même s'il faut pondérer ce résultat par le fait que les mécanismes actifs durant les essais de CSC peuvent être sensibles à la vitesse de déformation...

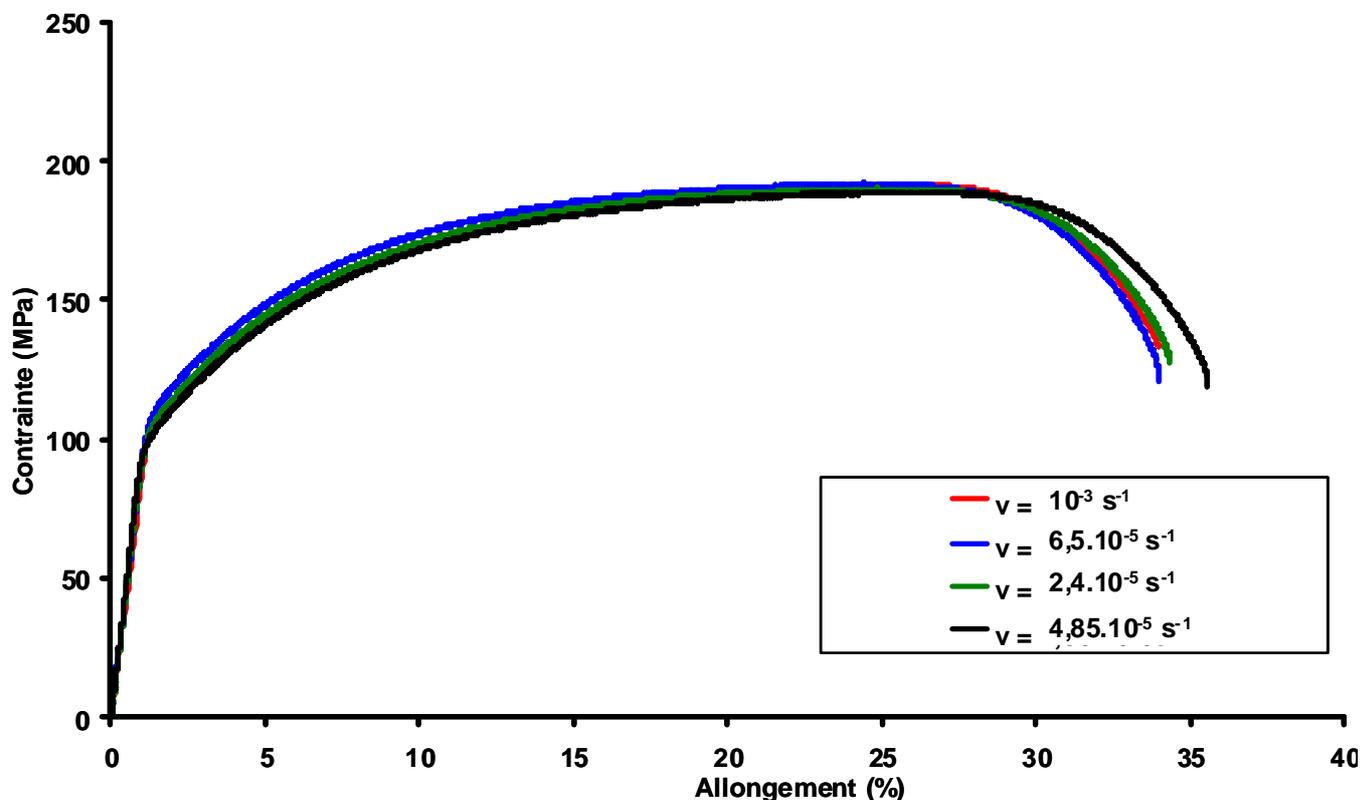


Figure VI-21 : Influence de la vitesse de déformation sur les propriétés mécaniques en traction de l'alliage AA 6101 T4

La **Figure VI-22** présente la comparaison des résultats des essais de CSC et de traction obtenus pour une vitesse de $2,4 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, soit pour une durée d'essai de 4 heures. Les deux autres essais de CSC aux deux autres vitesses de déformation ont conduit aux mêmes résultats et observations ; ils ne sont donc pas présentés ici par souci de lisibilité.

Ces résultats montrent que le milieu n'a pas d'influence sur les propriétés mécaniques du matériau pour les conditions d'essais appliquées. En effet, aucun abattement des propriétés mécaniques n'est mis en évidence lors d'un essai de CSC par rapport à un essai de traction à l'air. De plus, l'observation des faciès de rupture, obtenus après les essais de traction à l'air et de CSC pour une vitesse de déformation de $2,4 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, montre que l'interaction entre le milieu et une contrainte mécanique statique ne conduit pas à une modification du mode d'endommagement du matériau. En effet, pour les deux types d'essai, le faciès de rupture est de type ductile à cupules une fois de plus en lien avec les précipités intermétalliques grossiers de type Al-Fe-Si (**Figure VI-23 a** et **b**). Ainsi, l'alliage n'est pas sensible à un phénomène de corrosion sous contrainte pendant des essais de traction lente.

Un essai supplémentaire a été réalisé afin de confirmer que l'alliage AA 6101 T4 est insensible aux phénomènes de corrosion sous contrainte, du moins dans les conditions d'essais testées. Ainsi, un essai de CSC à déplacement imposé pour une sollicitation à 89% de

la R_m a été réalisé en milieu NaCl 0,5M pendant 5 jours ; l'essai a été arrêté sans qu'il n'y ait eu rupture de l'éprouvette. De plus, une observation détaillée de l'éprouvette n'a pas mis en évidence de fissures sur le fût de l'éprouvette. Ainsi, on peut considérer que, dans les conditions d'essais, l'alliage AA 6101 T4 est insensible aux phénomènes de corrosion sous contrainte sous chargement statique.

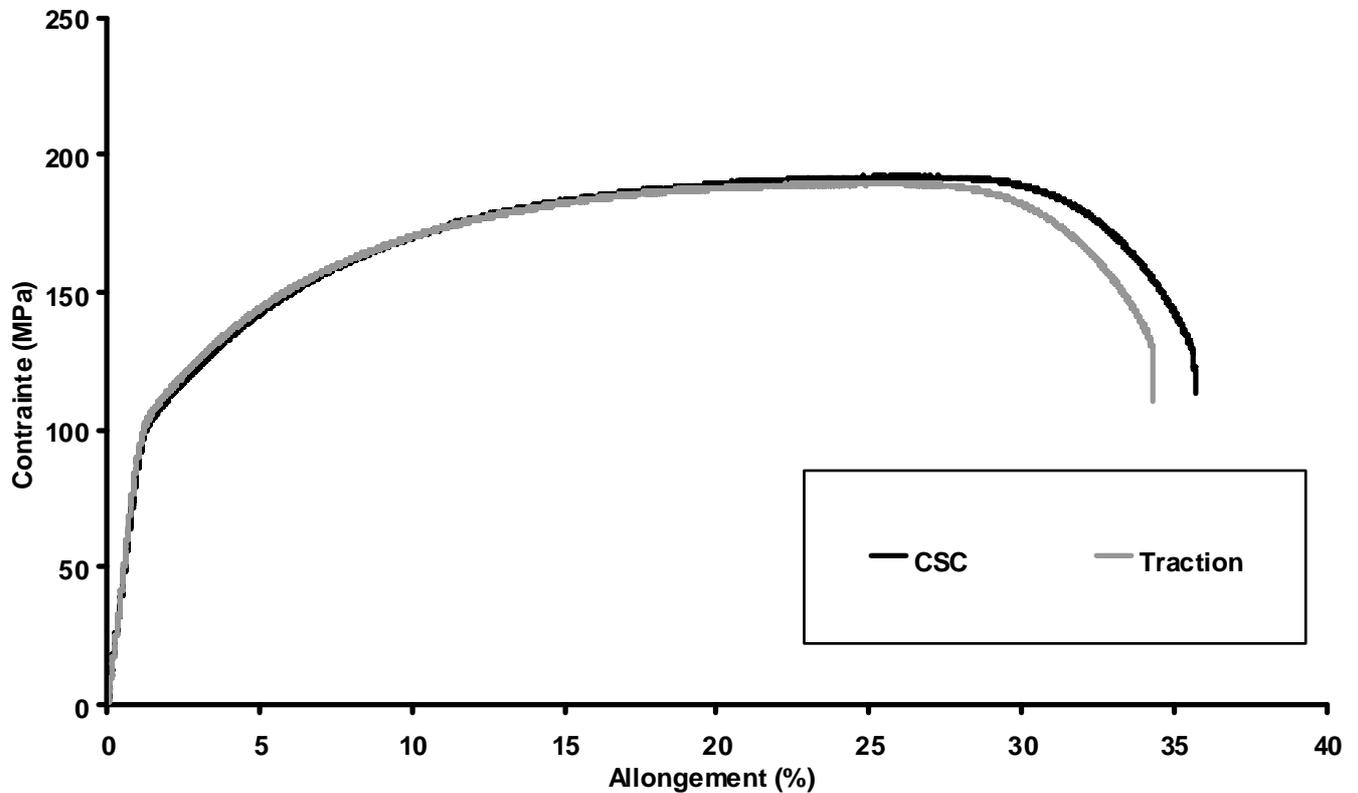


Figure VI-22 : Courbes de traction et de CSC caractéristiques de l'alliage AA 6101 T4.
Vitesse de déformation = $2,4 \cdot 10^{-3} s^{-1}$

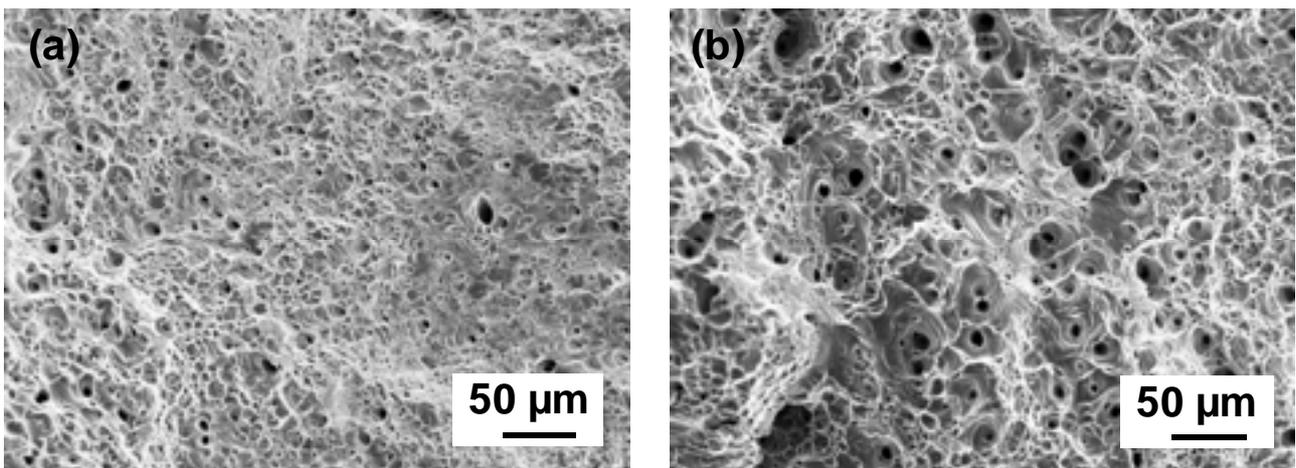


Figure VI-23 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture caractéristique de l'alliage AA 6101 T4 (a) essai de traction avec $v = 2,4 \cdot 10^5 s^{-1}$ (b) essai de CSC avec $2,4 \cdot 10^5 s^{-1}$

Sur la base de tous ces résultats, une discussion sur l'interaction entre phénomènes de fatigue et de corrosion peut maintenant être menée puisqu'il a été clairement mis en évidence

que pour l'état métallurgique T4, il y avait apparition d'un nouveau mode de rupture du fait de l'action simultanée de sollicitations cycliques, et non pas statiques, et de la corrosion.

L'apparition d'un mode de rupture intergranulaire suggère qu'il se produit par moment une diminution de l'énergie de cohésion des grains. De façon générale, plusieurs phénomènes d'origine aussi bien chimique que mécanique peuvent avoir un rôle sur l'énergie de cohésion des grains. Nous en ciblerons ici principalement deux à savoir la corrosion et la plasticité en pointe de défaut, tous deux étant évidemment étroitement liés aux propriétés microstructurales du matériau. Parmi les différentes formes de corrosion, la corrosion intergranulaire, comme son nom l'indique, est un type de corrosion qui se localise au niveau des joints de grains et qui engendre au final la décohésion des grains. Ce type de corrosion apparaît généralement pour les alliages d'aluminium présentant une forte précipitation intergranulaire couplée ou non à la présence d'une PFZ. Dans le cas de l'alliage 6101 à l'état T4, il a été montré dans le chapitre IV que celui-ci était justement insensible à ce genre de corrosion. D'un point de vue mécanique, la rupture intergranulaire peut avoir plusieurs origines. Ainsi elle peut être liée à la formation de cupules autour de particules intergranulaires, à des phénomènes de cavitation sous conditions de fluage, à l'abaissement de l'énergie de surface, aux désorientations des grains, aux contraintes internes... Elle peut également se produire lorsque les contraintes triaxiales présentes dans la zone plastique en pointe de défaut, typiquement une fissure de fatigue, atteignent un niveau critique. Cependant, si la rupture intergranulaire observée n'avait qu'une origine purement mécanique en lien avec la fatigue, il n'est pas logique qu'elle n'ait pas été observée sur les faciès de rupture des éprouvettes rompues par fatigue à l'air. Notons, pour finir, que la ségrégation d'espèces chimiques dans les joints de grains peut également engendrer de la rupture intergranulaire.

Ces résultats prouvent donc bien qu'il existe une synergie entre les phénomènes de corrosion et de fatigue durant les essais de fatigue-corrosion réalisés sur l'alliage 6101 à l'état T4. Parmi tous les mécanismes de fatigue-corrosion connus, celui qui pourrait expliquer l'apparition de cette rupture intergranulaire serait celui de la fragilisation par l'hydrogène. Dans le cas de la fatigue-corrosion aqueuse, l'hydrogène serait généré par les réactions de corrosion et irait préférentiellement se piéger dans la zone plastique en pointe de défaut. Il passerait ensuite en solution solide grâce aux lacunes et aux divers sites microstructuraux de piégeage pour enfin accroître le dommage de fatigue. Pour expliquer l'effet néfaste de l'hydrogène au sein de la zone plastique, deux principales familles de mécanismes sont généralement avancées : HEDE pour Hydrogen-Enhanced DEcohesion et HELP pour Hydrogen-Enhanced Localised Plasticity. Le mécanisme de décohésion HEDE suppose la diminution de la contrainte de cohésion du réseau due à l'hydrogène, théorie proposée tout d'abord par Troiano [9] puis reprise notamment par Oriani [10]. L'hydrogène en insertion dans la matrice et en pointe de fissure diminuerait la densité de charges électriques entre les atomes et donc la force d'attraction interatomique. Lorsque la concentration en hydrogène atteindrait une valeur seuil, la décohésion produirait une microfissure qui alors se propagerait. L'avancée de la fissure par ce mécanisme se produirait suivant les plans de clivage (très rare pour les CFC), aux interfaces précipités ou dispersoïdes/ matrice (pas de précipités intergranulaires pour l'état T4) ou bien au niveau des joints de grains. Le fait que, dans le cadre de nos essais, les décohésions intergranulaires n'apparaissent qu'à quelques endroits peut être expliqué par différentes hypothèses. La première est que la production d'hydrogène cathodique reste modérée ce qui, au vu de la durée des essais de fatigue-corrosion, ne serait pas très surprenant. La seconde pourrait être liée à un effet de l'orientation plus ou moins favorable des grains vis-à-vis de la sollicitation mécanique ce qui ne favoriserait pas

l'apparition d'une fragilisation intergranulaire. Finalement, il faut aussi rappeler l'absence de précipités intergranulaires qui sont probablement des sites privilégiés de piégeage donc de fragilisation intergranulaire potentielle.

Il apparaît donc raisonnable de supposer que le mécanisme de transition transgranulaire-intergranulaire résulte d'une interaction forte entre les contraintes mécaniques cycliques et la corrosion. Non seulement, la création d'une fissure modifie localement les champs de contraintes mais permet aussi la pénétration du milieu corrosif au sein du matériau, ce qui favorise la continuité des phénomènes de corrosion localisée. C. Augustin a mis en évidence des différences pour ce qui concerne le film de passivité entre la pointe et les parois latérales d'un défaut lors de son étude sur le comportement en corrosion sous contrainte de l'alliage AA 2024 T351 [11]. En effet, le film passif est très fin en pointe de défaut et, au contraire, très épais sur les parois latérales. De la même façon, on peut émettre l'hypothèse qu'au cours des essais de fatigue-corrosion réalisés en milieu NaCl 0,5M pour l'alliage AA 6101 T4, la pointe de fissure, métal actif, est un site anodique et les parois latérales passives, qui constituent une surface nettement plus grande, sont des sites cathodiques. La différence de surface entre les deux sites électrochimiques favorise la propagation du défaut par un phénomène de corrosion localisée. Ainsi, nous avons bien un couplage entre la corrosion et un champ de contrainte accru en pointe de fissure qui peut favoriser la décohésion intergranulaire de certains grains orientés favorablement du matériau à l'état métallurgique T4. En effet, on ne peut pas omettre l'effet de l'orientation des grains, étant donné que l'ensemble de la fissure ne se propage pas selon un mécanisme de rupture intergranulaire, comme cela a été dit précédemment. Le couplage entre les contraintes mécaniques et la corrosion favorise le mécanisme de transition transgranulaire-intergranulaire. De plus, on peut émettre l'hypothèse que l'hydrogène libéré lors des phénomènes de corrosion peut diffuser, s'accumuler dans la zone de déformation plastique en pointe de fissure, puis fragiliser le joint de grains en avant du défaut en abaissant son énergie de cohésion. Ces hypothèses pourraient ainsi expliquer l'effet de synergie entre la fatigue et la corrosion, et la forte sensibilité de l'alliage AA 6101 T4 à la fatigue-corrosion. Bien entendu, ces hypothèses mériteraient d'être vérifiées. Des méthodes d'analyse locale pourraient notamment être mises en œuvre pour essayer de détecter et de localiser l'hydrogène dans le matériau. Cela fait partie des perspectives de ce travail de thèse. On peut toutefois, avant de conclure, se poser la question de la validité de ces hypothèses pour les autres états métallurgiques.

2.2. Alliage AA 6101 T4 + 185°C-10h.

La comparaison des faciès de rupture de l'alliage AA 6101 T4 + 185°C-10h observés sur des éprouvettes non corrodées, testées lors d'essais de fatigue à l'air, et ceux obtenus pour les essais de fatigue-corrosion, ne met pas en évidence de modification du mécanisme d'endommagement. En effet, le mode de rupture dans la zone d'amorçage est de type intergranulaire ductile. De plus, l'observation précise de la zone d'amorçage met en évidence une transition entre une rupture intergranulaire et une rupture transgranulaire lors des essais de fatigue-corrosion comme cela avait été observé pour les essais de fatigue à l'air (**Figure VI-18 c** : cercle rouge). Cependant, une observation précise du faciès de rupture montre clairement que la proportion de zones de rupture intergranulaire, obtenue lors des essais de fatigue-corrosion, est nettement supérieure à celle observée sur des éprouvettes non corrodées testées en fatigue à l'air. Il semblerait donc que l'environnement corrosif ait un impact direct sur l'endommagement de fatigue observé pour l'état revenu comme cela a été relevé précédemment pour l'état T4. Ceci pourrait également s'expliquer par un mécanisme

analogue à celui discuté dans le paragraphe précédent pour l'état T4. Un couplage entre la fatigue et la corrosion engendrerait un phénomène de fragilisation par l'hydrogène localisé aux joints de grains, d'autant plus que, pour cet état métallurgique, une forte densité de précipités intergranulaires Mg_2Si et l'existence d'une PFZ ont été mises en évidence.

2.3. Alliage AA 6101 T9

L'alliage 6101 à l'état T9 semble être le seul état métallurgique pour lequel l'interaction entre les phénomènes de fatigue et de corrosion est absente ou du moins pas nettement visible. En effet, pour les fils fins, le moindre défaut de corrosion localisée surfacique va immédiatement provoquer l'amorçage et la rupture rapide des fils du fait de leur diamètre extrêmement faible comme le prouvent les *Figure VI-15* et *Figure VI-19*. Ce n'est donc pas la meilleure géométrie pour mettre en évidence des phénomènes de fatigue-corrosion.

3. Conclusions.

Le comportement en fatigue et fatigue-corrosion de l'alliage AA 6101 pour différents états métallurgiques représentatifs chacun d'un certain stade du procédé de mise en forme a été étudié.

Pour ce qui concerne le comportement en fatigue à l'air observé sur des éprouvettes saines, les résultats ont montré que le traitement de revenu conduit à un fort abattement des durées de vie en fatigue à l'air, du fait de la présence de précipités intergranulaires Mg_2Si et d'un PFZ, non observés pour l'état métallurgique T4. Ces précipités favorisent une rupture intergranulaire tandis que l'endommagement est transgranulaire pour l'état métallurgique T4. Le procédé de mise en forme complet qui conduit à l'obtention du produit semi-fini semble augmenter les propriétés en fatigue de l'alliage AA 6101 par un mécanisme de type Hall-Petch.

De manière générale, la pré-corrosion conduit à un abattement des durées de vie en fatigue de l'alliage AA 6101. Cet abattement est dû à l'amorçage préférentiel des fissures de fatigue au niveau des défauts de corrosion localisée mais sans modification majeure des modes de rupture. L'inversion des propriétés pour les états métallurgiques T4 et T9 peut s'expliquer par une notion de taille critique de défauts de corrosion rapportée aux dimensions de l'éprouvette.

Les essais in situ réalisés afin de caractériser le comportement en fatigue-corrosion en milieu contenant des ions chlorures de l'alliage AA 6101, en considérant les traitements thermomécaniques, ont mis en évidence une forte interaction entre les contraintes mécaniques cycliques et environnementales pour les états métallurgiques T4 et T4 + revenu. En effet, une modification du mécanisme d'endommagement a été observée lors des essais in situ pour l'alliage AA 6101 T4. Ainsi, un endommagement intergranulaire a été mis en évidence ; il pourrait être expliqué par un mécanisme de fragilisation par l'hydrogène découlant d'une interaction entre les sollicitations mécaniques cycliques et la corrosion, mécanisme classiquement évoqué dans la littérature pour expliquer le comportement en fatigue-corrosion des alliages d'aluminium. Pour l'état T4 + revenu, une augmentation de la fraction de zones de rupture intergranulaire a été observée ce qui suggère aussi un effet de synergie entre fatigue et corrosion. Pour l'état T9, en revanche, il est difficile de conclure compte-tenu de la dimension des éprouvettes.

Références.

- [1] A. Lasalmonie and J.L. Strudel, *Journal of Materials Sciences*, **21**, 1986.
- [2] A. Chokshi, A. Rosen and H. Gleiter, On the validity of the hall-petch relationship in nanocrystalline materials *Scripta Metallurgica*,. **23**, 1679-1683, 1989.
- [3] K.S. Kumar, H. Van Swygenhoven and S. Suresh, Mechanical behavior of nanocrystalline metals and alloys, *Acta Materialia*, **51**, 5743-5774, 2003.
- [4] J-Y. Buffière, S. Savelli, P.H. Jouneau, E. Maire, R. Fougères, Experimental study of porosity and its relation to fatigue mechanisms of model Al–Si7–Mg0.3 cast Al alloys, *Materials Science and Engineering*. **A316**, 115–126, 2001.
- [5] A. Zabet, A. Plumtree, Microstructural effects on the small fatigue crack behaviour of an aluminium alloy plate, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, **18**, 801–809, 1995
- [6] S. Savelli, Identification des mécanismes et approche quantitative de la fatigue d'alliages modèles d'aluminium de moulage, Thèse de Doctorat, Lyon : Insa Lyon, 2000
- [7] A. Di Schino and J.M. Kenny, Grain size dependence of the fatigue behaviour of a ultrafine-grained AISI 304 stainless steel. *Materials Letter*, **57**, 3182-3185, 2003.
- [8] A. Di Schino, M. Borteri and J.M. Kenny, Effects of grain size on the properties of a low nickel austenitic stainless steel, *Journal of Material Sciences*, **38**, 4725-4733, 2003.
- [9] A.R. Troiano, The Role of Hydrogen and Other Interstitials in the Mechanical Behavior of Metals, *Transactions ASM*, **52**, 54-80, 1960.
- [10] R.A. Oriani, *Berichte Bunsengesellschaft für physikalische chemie*, **76**, 848-857, 1972.
- [11] C. Augustin : Prévion des cinétiques de propagation des défauts de corrosion affectant les structures en alliage d'aluminium 2024. *Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse*, 2008.

Liste des figures, tableaux et équations.

Figure VI-1 : Influence des traitements thermomécaniques sur les propriétés mécaniques de l'alliage AA 6101.....	184
Figure VI-2 : Observations au MET de l'alliage AA 6101 T9 (a) vue générale (b) zoom sur quelques joints de grains	185
Figure VI-3 : Représentation schématique de l'évolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la taille de grains [3].....	186
Figure VI-4 : Observation au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture caractéristique de l'alliage AA 6101 T9.....	187
Figure VI-5 : Influence des traitements thermomécaniques sur la durée de vie en fatigue à l'air de l'alliage AA 6101. $f = 50\text{Hz}$; $R = 0,1$ * Les dispersions trop faibles sont non visibles pour l'état métallurgique T9.....	188
Figure VI-6 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture de l'alliage AA 6101 T4 après des essais de fatigue à l'air pour une sollicitation à 89% de la R_m (a) faciès de rupture complet (flèche rouge : zone d'amorçage ; flèche bleue : zone de transition ; flèche verte : zone d'arrachement final) (b) et (c) zone d'amorçage/propagation lente, (d) zone de transition propagation lente/rupture finale (e) zone d'arrachement final. $f = 50\text{Hz}$; $R = 0,1$	190
Figure VI-7 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture de l'alliage AA 6101 T4+ 185C-10h après des essais de fatigue à l'air pour une sollicitation à 89% de la R_m (a) faciès complet (flèche rouge : zone d'amorçage ; flèche bleue : zone de transition ; flèche verte : zone d'arrachement final) (b) zone d'amorçage (cercle rouge) et zone de transition entre un endommagement intergranulaire et transgranulaire (cercle bleu) (c) zoom sur une zone de rupture intergranulaire (d) stries de fatigue (e) zone de rupture finale. $f = 50\text{Hz}$; $R = 0,1$	192
Figure VI-8 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture de l'alliage AA 6101 T9 après des essais de fatigue à l'air pour une sollicitation à 89% de la R_m (a) faciès complet (flèche rouge : zone d'amorçage ; flèche bleue : zone de transition ; flèche verte : zone d'arrachement final) (b) et (c) zone d'amorçage : zone de rupture mixte. $f = 50\text{Hz}$; $R = 0,1$	194
Figure VI-9 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture de l'alliage AA 6101 T9 après immersion dans du gallium et rupture manuelle.....	194
Figure VI-10 : Rôle barrière des joints de grains sur la propagation de fissure de fatigue en stade I [6].....	195
Figure VI-11 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture de l'alliage AA 6101 T4 + e = 25% après des essais de fatigue à l'air pour une sollicitation à 89% de la R_m (a) zone d'amorçage (b) et (c) zone de transition transgranulaire-intergranulaire. $f = 50\text{Hz}$; $R = 0,1$	196
Figure VI-12 : Influence des traitements thermomécaniques sur la durée de vie en fatigue à l'air de l'alliage AA 6101. Eprouvettes pré-corrodées en milieu NaCl 0,5M pendant 72 heures. $f = 50\text{Hz}$; $R = 0,1$. * Les dispersions trop faibles sont non visibles pour l'état métallurgique T9.....	197
Figure VI-13 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture de l'alliage AA 6101 T4 après des essais de fatigue à l'air sur des échantillons pré-corrodés en milieu NaCl 0,5M pendant 72 heures pour une sollicitation à 89% de la R_m (a) faciès en entier (flèche rouge : zone d'amorçage ; flèche bleue : zone de transition ; flèche verte : zone de rupture finale) (b) zone d'amorçage : mise en évidence d'un défaut de corrosion (c) zone de rupture transgranulaire.....	199

Figure VI-14 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture de l'alliage AA 6101 T4+ 185°C-10h après des essais de fatigue à l'air sur des éprouvettes pré-corrodées en milieu NaCl 0,5M pendant 72 heures pour une sollicitation à 89% de la R _m (a) faciès en entier (flèche rouge : zone d'amorçage ; flèche bleue : zone de transition ; flèche verte : zone d'arrachement final) (b) zone d'amorçage (c) zone de transition entre un endommagement intergranulaire et transgranulaire.....	200
Figure VI-15 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture de l'alliage AA 6101 T9 après des essais de fatigue à l'air sur des éprouvettes pré-corrodées en milieu NaCl 0,5M pendant 72 heures pour une sollicitation à 89% de la R _m (a) zone d'amorçage : mise en évidence d'un défaut de corrosion (c) zone de rupture mixte transgranulaire-intergranulaire. f = 50Hz ; R = 0,1	201
Figure VI-16 : Influence des traitements thermomécaniques sur la durée de vie en fatigue-corrosion de l'alliage AA 6101. Essais réalisés en milieu NaCl 0,5M. f = 50Hz ; R = 0,1. * Les dispersions trop faibles sont non visibles pour l'état métallurgique T9	202
Figure VI-17 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture de l'alliage AA 6101 T4 après des essais de fatigue-corrosion en milieu NaCl 0,5M pour une sollicitation à 89% de la R _m (a) faciès globale (flèche rouge : zone d'amorçage ; flèche bleue : zone de transition ; flèche verte : zone d'arrachement final) (b), (c), (d) et (e) zone d'amorçage et zone de transition entre un endommagement transgranulaire et intergranulaire. f = 50Hz ; R = 0,1	205
Figure VI-18 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture de l'alliage AA 6101 T4+ 185°C-10h après des essais de fatigue-corrosion en milieu NaCl 0,5M pour une sollicitation à 89% de la R _m (a) faciès en entier (flèche rouge : zone d'amorçage ; flèche bleue : zone de transition ; flèche verte : zone d'arrachement final) (b) zone d'amorçage (c) zone de transition entre un endommagement intergranulaire et transgranulaire. f = 50Hz ; R = 0,1	206
Figure VI-19 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture de l'alliage AA 6101 T9 après des essais de fatigue-corrosion en milieu NaCl 0,5M pour une sollicitation à 82,5% de la R _m (a) zone d'amorçage au niveau d'un défaut de corrosion (b) zone de rupture mixte transgranulaire-intergranulaire. f = 50Hz ; R = 0,1.....	207
Figure VI-20 : Durée de vie en fatigue de l'alliage AA 6101 T4 pour des éprouvettes non corrodées, pré-corrodées pendant 72h et immergées en milieu NaCl 0,5M pendant l'essai de fatigue.	208
Figure VI-21 : Influence de la vitesse de déformation sur les propriétés mécaniques en traction de l'alliage AA 6101 T4.....	210
Figure VI-22 : Courbes de traction et de CSC caractéristiques de l'alliage AA 6101 T4.	211
Figure VI-23 : Observations au MEB en électrons secondaires du faciès de rupture caractéristique de l'alliage AA 6101 T4 (a) essai de traction avec $v = 2,4 \cdot 10^{-5} s^{-1}$ (b) essai de CSC avec $2,4 \cdot 10^{-5} s^{-1}$	211
Tableau VI-1 : Influence des traitements thermomécaniques sur les propriétés mécaniques statiques de l'alliage AA 6101	184
Tableau VI-2 : Influence des traitements thermomécaniques sur la durée de vie en fatigue à l'air de l'alliage AA 6101 (en nombre de cycles à rupture). f = 50Hz ; R = 0,1.....	188
Tableau VI-3 : Influence de la pré-corrosion sur la tenue en fatigue à l'air de l'alliage AA 6101 pour les états métallurgiques T4, T4 + 185°C-10h et T9 (en nombre de cycles à rupture). f = 50Hz ; R = 0,1. *Nf _{pc} = nombre de cycle à rupture pour les éprouvettes pré-corrodées et Nf _{sc} = nombre de cycle à rupture pour les éprouvettes non-corrodées ; le ratio Nf _{pc} / Nf _{sc} a été obtenu en prenant en compte la dispersion.....	198

Tableau VI-4 : Durée de vie de l'alliage AA 6101 pour les états métallurgiques T4, T4 + 185°C-10h et T9 (en nombre de cycles à rupture) lors d'essais de fatigue à l'air et de fatigue-corrosion. $f = 50\text{Hz}$; $R = 0,1$. * N_{fc} = nombre de cycles à rupture pour les éprouvettes soumises à un essai de fatigue-corrosion, N_{pc} = nombre de cycles à rupture pour les éprouvettes pré-corrodées et N_{sc} = nombre de cycles à rupture pour les éprouvettes non-corrodées ; les ratios N_{pc}/N_{sc} et N_{fc}/N_{sc} ont été obtenus en prenant en compte la dispersion203

Tableau VI-5 : Durée de vie en fatigue de l'alliage AA 6101 T4 pour des éprouvettes non corrodées, pré-corrodées pendant 72h et immergées en milieu NaCl 0,5M pendant l'essai de fatigue.209

Conclusions et perspectives

Conclusions et perspectives

Cette thèse s'est inscrite dans un programme de développement technologique de la société LEONI qui cherche à utiliser des produits en aluminium dans les faisceaux électriques automobiles, sachant que le cuivre est actuellement le matériau constitutif de l'âme des conducteurs électriques automobiles. Une étude préliminaire, basée sur la création d'une matrice multicritère réalisée en considérant l'ensemble des sollicitations en service des câbles électriques automobiles, a permis d'identifier les alliages d'aluminium AA 6101 et AA 1310 comme de possibles alternatives au cuivre. Cependant, cette matrice multicritère a été construite sans que ne soient pris en compte de nombreux paramètres microstructuraux liés notamment à la fabrication du produit semi-fini, dit « produit élémentaire », à savoir le monobrin. Effectivement, le procédé de mise en forme utilisé se définit comme une succession d'étapes de tréfilage entrecoupées de traitements de revenu intermédiaire, chacune de ces étapes influençant les propriétés finales du matériau. De plus, l'étude du cycle de vie du matériau a mis en évidence que le produit élémentaire était soumis à un environnement complexe couplant des contraintes environnementales et des contraintes mécaniques vibrationnelles pouvant induire des endommagements en corrosion et en fatigue-corrosion, et par conséquent réduire la durée de vie des produits. Ainsi le but de cette thèse était de s'intéresser à la durabilité du produit élémentaire ; l'étude s'est focalisée sur un alliage d'aluminium potentiellement utilisable à savoir l'alliage AA 6101, l'alliage AA 1310 servant principalement de référence. L'influence des traitements thermomécaniques, liés au procédé de mise en forme de ce produit élémentaire, sur la microstructure du matériau, ses propriétés mécaniques statiques et sous sollicitations cycliques, et son comportement en corrosion a été étudiée.

Ainsi, dans un premier temps, le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 à l'état métallurgique T4, état de base de l'ébauche utilisée pour fabriquer le monobrin, en milieu contenant des ions chlorures, a été caractérisé. Cela a permis de constituer une base de résultats utilisés par la suite pour identifier les effets du procédé de mise en forme des fils fins sur les propriétés de l'alliage. Les résultats ont montré que le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 T4 est très fortement influencé par sa microstructure et en particulier par les précipités intermétalliques Al-Fe-Si. Ces précipités jouent le rôle de cathodes locales au sein de la matrice d'aluminium et favorisent ainsi la dissolution de la matrice à leurs environs lorsque le matériau est maintenu à son potentiel libre. De plus, la distribution volumique de ces précipités grossiers influence fortement l'allure des courbes de polarisation potentiocinétique globale qui peuvent présenter un (cas n°1) ou deux (cas n°2) potentiels de rupture selon la fraction surfacique de précipités Al-Fe-Si sur l'électrode de travail.

L'étude de l'influence des traitements thermomécaniques, liés au procédé de mise en forme des fils fins, sur le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 en milieu NaCl a mis en évidence l'effet de chacune des étapes du procédé de mise en forme de ces fils sur les propriétés globales du matériau. En effet, les résultats ont montré que ces traitements, bien que n'ayant pas d'influence sur la précipitation grossière présente au sein de l'alliage AA 6101, modifient fortement la microstructure du matériau, à savoir sa taille de grains, la précipitation fine intragranulaire ou intergranulaire.

Ainsi, en accord avec la bibliographie réalisée sur les alliages de la série 6xxx, le traitement de revenu conduit à un durcissement structural du matériau, dû à la précipitation de

nombreuses phases durcissantes β'' , β' et β - Mg_2Si , ce qui se traduit par une forte augmentation des propriétés mécaniques de l'alliage AA 6101. Le traitement de revenu à 185°C pendant 10 heures conduit à un déplacement des potentiels de rupture vers des potentiels plus cathodiques et sensibilise le matériau à la corrosion intergranulaire, tandis que le matériau à l'état métallurgique T4 est uniquement sensible à la corrosion par piqûres. Effectivement, ce traitement de revenu conduit à la formation de précipités intergranulaire Mg_2Si et d'une PFZ. Ces phases intergranulaires constituent des zones anodiques au sein du joint de grains, se dissolvant en présence d'agents agressifs et favorisant ainsi la propagation de la corrosion intergranulaire.

Les résultats ont mis en évidence des effets antagonistes entre l'érouissage, dû à la première étape de tréfilage du procédé de mise en forme, et le traitement de revenu à 185°C pendant 10h, pour ce qui concerne le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101. L'érouissage conduit à un léger anoblissement du matériau contrairement à ce qui est observé pour les échantillons revenus. Ce résultat peut s'expliquer, en particulier, par la fragmentation des précipités grossiers Al-Fe-Si corrélée à une homogénéisation de leur distribution au sein de la matrice. Le second effet antagoniste mis en évidence concerne la sensibilisation du matériau à la corrosion intergranulaire. En effet, un fort taux d'érouissage précédant un traitement de revenu (état métallurgique T8) semble annihiler la formation de précipités Mg_2Si aux joints de grains et favorise ainsi la tenue à la corrosion intergranulaire de l'alliage AA 6101 qui reste cependant sensible à la corrosion par piqûres. La caractérisation du comportement en corrosion d'échantillons plus faiblement érouis, de l'ordre de 10 ou 20%, puis revenus, a montré que le taux d'érouissage imposé au cours du procédé de mise en forme est un paramètre essentiel qu'il est nécessaire de contrôler lors de la mise en forme du produit élémentaire afin de garantir une bonne tenue aux phénomènes de corrosion localisée.

L'étude de l'influence des traitements thermomécaniques sur la microstructure, les propriétés mécaniques et le comportement en corrosion de l'alliage AA 6101 a mis ainsi en évidence que certains verrous technologiques demeurent et doivent encore être étudiés afin de garantir la capacité de l'alliage d'aluminium AA 6101 à devenir une solution d'avenir pour la fabrication de câbles électriques. En effet, actuellement les procédés de mise en forme utilisés impliquent des vitesses en sortie de filière de l'ordre 20 m.s⁻¹. Les résultats ont mis en évidence que les paramètres taux d'érouissage et vitesse de déformation, imposés au cours de l'étape de tréfilage précédant le traitement de revenu, influencent clairement la microstructure finale du matériau. Ainsi, il serait intéressant de compléter cette étude en évaluant l'influence de la vitesse de déformation à taux d'érouissage fixe sur les propriétés globales du matériau.

Enfin, le comportement en fatigue de l'alliage AA 6101 a été caractérisé grâce au tracé de courbes d'endurance réalisées à l'air, sur des éprouvettes non corrodées. Lorsque l'alliage AA 6101 est à l'état métallurgique T4, le mode de rupture observé est de type intragranulaire. L'influence des traitements thermomécaniques et du milieu a été étudiée en réalisant des essais de fatigue sur des éprouvettes d'alliage AA 6101 dans différents états métallurgiques, d'abord sur des éprouvettes pré-corrodées en milieu NaCl 0,5M pendant 72 heures, puis in situ dans une solution corrosive de NaCl 0,5M. Les résultats ont montré que les traitements thermomécaniques influencent fortement les durées de vie et les mécanismes mis en jeu lors des phases d'amorçage et de propagation lente du matériau. Ainsi, pour les essais de fatigue à l'air, le traitement de revenu conduit à un fort abattement des propriétés en fatigue de l'alliage AA 6101, dû à la présence de phases intergranulaires Mg_2Si et d'une PFZ qui font apparaître une rupture intergranulaire. Le procédé de mise en forme complet qui conduit à l'obtention du

produit élémentaire, augmente les propriétés en fatigue de l'alliage AA 6101 et se traduit par une rupture majoritairement intergranulaire. Ce résultat s'explique en partie par la très faible taille de grains observable pour cet état et qui constitue un frein à la déformation plastique et à la propagation de fissures.

Pour les trois états métallurgiques considérés, la pré-corrosion en milieu NaCl 0,5M conduit à un abattement des propriétés en fatigue de l'alliage AA 6101 sans modification des mécanismes de rupture. Cet abattement est dû à un amorçage plus précoce des fissures de fatigue au niveau de défauts de corrosion localisée.

Les essais in situ réalisés afin de caractériser le comportement en fatigue-corrosion, en milieu contenant des ions chlorures, de l'alliage AA 6101 semblent montrer une interaction entre fatigue et corrosion pour l'état métallurgique T4 et T4 + revenu. En effet, un endommagement intergranulaire a été mis en évidence lors des essais de fatigue-corrosion en milieu NaCl 0,5M pour l'état métallurgique T4. Ces interactions entre les contraintes mécaniques cycliques et environnementales se traduisent par l'apparition ou bien le renforcement du mode de rupture de type intergranulaire ce qui peut être imputé à un mécanisme de rupture assistée par l'hydrogène.

Pour compléter cette étude, il serait intéressant de pouvoir évaluer le rôle du couplage entre les sollicitations mécaniques et environnementales sur les vitesses de propagation des fissures de fatigue-corrosion par le biais d'essais classiques de mécanique de la rupture sur des éprouvettes pré-entaillées. Bien entendu, ces essais ne pourraient être réalisés que sur l'ébauche revenu ou non, étant donné l'impossibilité d'usiner des éprouvettes dans le fil fin de diamètre 0,51 mm. Concernant l'effet de synergie entre fatigue et corrosion pour l'état métallurgique T4, il serait intéressant d'approfondir les recherches sur le rôle d'espèces fragilisantes telles que l'hydrogène et le rôle que peuvent avoir les reliefs d'extrusions/intrusions sur son adsorption. Des analyses plus locales seraient alors riches en enseignement en particulier si elles permettaient la localisation de l'hydrogène dans le matériau.

En bref, l'ensemble des résultats met en évidence un fort couplage environnement-microstructure-état de contraintes avec un rôle primordial des traitements thermomécaniques sur les microstructures et donc sur les propriétés mécaniques statiques et sous sollicitation cyclique et sur le comportement en corrosion du matériau.

L'objectif de la thèse était de s'intéresser au produit élémentaire, à savoir le fil fin constitutif de l'âme du câble. Ainsi, au cours de ces travaux, les enjeux techniques liés à l'assemblage des câbles et des pièces de connectiques n'ont pas été considérés. LEONI utilise actuellement deux procédés d'assemblage, à savoir le sertissage et le soudage par ultrason. Ces deux procédés d'assemblage induisent une déformation plastique permanente des brins d'aluminium et conduisent à un écrouissage local des matériaux. Dans le cas du soudage par ultrasons, une augmentation locale de la température est observée. On retrouve ainsi le problème lié à l'influence de l'écrouissage et des traitements combinés sur les propriétés finales du matériau. Il serait donc intéressant de comparer les résultats de nos travaux de thèse à des expertises complémentaires sur des pièces assemblées afin d'évaluer les durées de vie des produits finis.

Par ailleurs, deux autres problèmes peuvent se poser dans les cas des pièces assemblées. Le premier problème est le fait de l'utilisation actuelle de pièces de connectiques en cuivre capables d'engendrer des phénomènes de corrosion galvanique potentiellement néfaste sur les durées de vie des assemblages. De plus, les premières observations réalisées au laboratoire LEONI ont mis en évidence une forte hétérogénéité, sur l'ensemble de la pièce sertie ou soudée, concernant le taux d'écrasement des brins lors des procédés d'assemblage. Cette hétérogénéité se traduit par la présence de nombreuses porosités. Ainsi, la création de zones confinées pourrait amplifier les mécanismes de corrosion des assemblages. Il serait donc intéressant d'en évaluer les cinétiques de corrosion.

Annexes

Annexes

			Aluminium Pur		
Contraintes primaires	Propriétés du matériau	Cu ETP (standard) recuit	Etat recuit	Taux d'écroutissage 40%	Taux d'écroutissage 70%
température	Résistivité électrique ($\Omega\cdot m$)	$1,710.10^{-8}$	$2,655.10^{-8}$	La résistivité augmente légèrement avec l'écroutissage	
	Conductivité électrique (S/m)	$59,6.10^6$	$37,7.10^6$	La conductivité diminue légèrement avec l'écroutissage	
	Capacité calorifique (J/(K.kg))	385	900	Pas d'influence de l'écroutissage	
	Densité	8,89	2,7	Pas d'influence de l'écroutissage	
	Conductivité thermique (W/(K.m))	391	237	Pas d'information sur l'influence de l'écroutissage	
	Coefficient thermique (/K)	$3.93.10^{-3}$	$4.00.10^{-3}$	Pas d'information sur l'influence de l'écroutissage	
Corrosion	Tenue à la corrosion	Bonne tenue à la corrosion Aucune réaction avec l'eau Formation de couche d'oxyde CuO avec l'air	Bonne tenue à la corrosion pour pH compris entre 4 et 9 car stabilité de l'alumine	Pas d'information sur l'influence de l'écroutissage	
	Passivation				
	Stabilité de la couche d'oxyde	métal + noble que l'aluminium	métal - noble que le cuivre		
Mécanique	Résistance à la rupture R_m (MPa)	230	40 à 50	80 à 90	90 à 100
	Limite d'élasticité $R_{p0.2}$ (MPa)	60	15 à 20	50 à 60	65 à 75
	Allongement à rupture	45%	50 à 70%	15 à 20%	10 à 15%
	E (Module d'Young) (GPa)	120-125	66-69	pas d'information	
	Module de cisaillement (Gpa)	48	25-26	pas d'information	
	Dureté Vickers	50	120 à 140	220 à 240	260 à 280
Liaison électrique Soudabilité	Aptitude à être soudé	Très bonne	pas d'information	pas d'information	
	Point de fusion (°C)	1085	660	Pas d'influence de l'écroutissage	
	Apport de matière supplémentaire	pas d'apport de matière	pas d'information	pas d'information	

Annexe-1 : Propriétés intrinsèques Cu ETP et Al pur. La charge pour la dureté Vickers n'est pas précisée

		AA 1310	AA 1370	AA 1050	AA 1060
Contraintes primaires	Propriétés du matériau	F	H18	O	H18
température	Résistivité électrique (Ωm)	$2,9.10^{-8}$	$2,82.10^{-8}$	$2,81.10^{-8}$	$2,83.10^{-8}$
	Conductivité électrique (S/m)	$34,48.10^6$	$35,46.10^6$	$35,59.10^6$	$35,34.10^6$
	Capacité calorifique (J/(K.kg))	960	900	900	900
	Densité	2,71	2,705	2,705	2,705
	Conductivité thermique (W/(K.m))	230	234	231	230
	Coefficient thermique (1/K)	$4,00.10^{-3}$	$4,00.10^{-3}$	$4,00.10^{-3}$	$4,00.10^{-3}$
Corrosion	Générale	A	A	A	A
	Marine	A	B	B	A
	Sous contrainte	A	A	A	A
Mécanique	Résistance à la rupture R_m (MPa)	160	186	76	131
	Limite d'élasticité $R_{p0,2}$ (MPa)	95	165	28	124
	Allongement à rupture (%)	15	1,5	39	6
	E (Module d'Young) (GPa)	69	69	69	69
	Module de cisaillement (Gpa)	70	103	62	76
	Dureté Brinell	-	-	-	35
Liaison électrique Soudabilité	Aptitude à être soudé à l'arc	A	A	A	A
	par résistance	A	A	A	A
	par brasage	A	A	A	A
	Point de fusion (°C)	645 à 655	646 à 657	646 à 657	646 à 657
	Apport de matière	-	AA 1050 et AA 4043	AA 1050 et AA 4043	
Mise en forme	A	B	A	B	
Légende	A et B pas besoin de protection, C et D doivent être protégés				
Corrosion globale Corrosion sous contrainte	A = pas de rupture, B= rupture en laboratoire en TC, C=rupture en service en TC mais pas en TL, D= rupture en service en TL				
Soudage	A = très bonne aptitude au soudage, B= bonne aptitude au soudage, C=aptitude au soudage limité, D= alliage non soudable				
Mise en forme	A = très bon, B= bon, C=assez bien, D= mauvais à éviter				

Annexe-2 : Propriétés intrinsèques des alliages 1310 F, 1370 H18, 1050 O et 1060 H18. La charge pour la dureté Brinell n'est pas précisée

		AA 2017	AA 2117	AA 2014	AA 2219
Contraintes primaires	Propriétés du matériau	T4	T4	T3-T4	T37
température	Résistivité électrique (Ωm)	$5,1.10^{-8}$	$4,30.10^{-8}$	$5,10.10^{-8}$	$6,2.10^{-8}$
	Conductivité électrique (S/m)	$19,61.10^6$	$23,26.10^6$	$19,61.10^6$	$16,13.10^6$
	Capacité calorifique (J/(K.kg))	920	880	920	864
	Densité	2,79	2,75	2,8	2,84
	Conductivité thermique (W/(K.m))	134	155	134	114
	Coefficient thermique (K)	$4,00.10^{-3}$	$4,00.10^{-3}$	$4,00.10^{-3}$	$4,00.10^{-3}$
Corrosion	Générale	C	C	C	D
	Marine	D	C	D	D
	Sous contrainte	C	A	C	C
Mécanique	Résistance à la rupture Rm (MPa)	425	295	427	393
	Limite d'élasticité Rp0,2 (MPa)	275	165	290	317
	Allongement à rupture (%)	22	24	20	11
	E (Module d'Young) (GPa)	73	71	73	73
	Module de cisaillement (Gpa)	260	195	260	255
	Dureté Brinell	105	70	105	117
Liaison électrique Soudabilité	Aptitude à être soudé à l'arc	D	C	D	A
	par résistance	A	B	A	A
	par brasage	B	B	B	C
	Point de fusion (°C)	510 à 640	550 à 650	507 à 638	545 à 645
	Apport de matière	-	-	-	-
Mise en forme	C	B	C	C	
Légende	A et B pas besoin de protection, C et D doivent être protégés				
Corrosion globale Corrosion sous contrainte	A = pas de rupture, B= rupture en laboratoire en TC, C=rupture en service en TC mais pas en TL, D= rupture en service en TL				
Soudage	A = très bonne aptitude au soudage, B= bonne aptitude au soudage, C=aptitude au soudage limité, D= alliage non soudable				
Mise en forme	A = très bon, B= bon, C=assez bien, D= mauvais à éviter				

Annexe-3 : Propriétés intrinsèques des alliages 2017 T4, 2117 T4, 2014 T3-T4 et 2219 T37. La charge pour la dureté Brinell n'est pas précisée

		AA 3003	AA 5005	AA 5050	AA 5052
Contraintes primaires	Propriétés du matériau	H18	H18	H38	H38
température	Résistivité électrique (Ωm)	$4,3.10^{-8}$	$3,3.10^{-8}$	$3,4.10^{-8}$	$5,0.10^{-8}$
	Conductivité électrique (S/m)	$23,26.10^6$	$30,30.10^6$	$29,41.10^6$	$20,00.10^6$
	Capacité calorifique (J/(K.kg))	893	900	900	900
	Densité	2,73	2,7	2,69	2,68
	Conductivité thermique (W/(K.m))	155	201	193	138
	Coefficient thermique (1/K)	$4,00.10^{-3}$	$4,00.10^{-3}$	$4,00.10^{-3}$	$4,00.10^{-3}$
Corrosion	Générale	A	A	A	A
	Marine	B	B	B	B
	Sous contrainte	A	A	A	A
Mécanique	Résistance à la rupture Rm (MPa)	200	200	220	290
	Limite d'élasticité Rp0,2 (MPa)	185	193	200	255
	Allongement à rupture (%)	4	4	6	7
	E (Module d'Young) (GPa)	69	69	69	70
	Module de cisaillement (Gpa)	110	110	140	165
	Dureté Brinell	55	-	63	77
Liaison électrique Soudabilité	Aptitude à être soudé à l'arc	A	A	A	B
	par résistance	A	A	A	B
	par brasage	A	A	A	B
	Point de fusion (°C)	643 à 654	632 à 652	627 à 652	
	Apport de matière	AA 1050, AA 4043 et AA 5356	AA 1050, AA 4043 et AA 5356	AA 4043, AA 5356 et AA 5854	AA 4043, AA 5356 et AA 5854
Mise en forme	C	C	C	C	
Légende	A et B pas besoin de protection, C et D doivent être protégés				
Corrosion globale	A = pas de rupture, B= rupture en laboratoire en TC, C=rupture en service en TC mais pas en TL, D= rupture en service en TL				
Corrosion sous contrainte	A = pas de rupture, B= rupture en laboratoire en TC, C=rupture en service en TC mais pas en TL, D= rupture en service en TL				
Soudage	A = très bonne aptitude au soudage, B= bonne aptitude au soudage, C=aptitude au soudage limité, D= alliage non soudable				
Mise en forme	A = très bon, B= bon, C=assez bien, D= mauvais à éviter				

Annexe-4 : Propriétés intrinsèques des alliages 3003 H18, 5005 H18, 5050 H38 et 5052 H38. La charge pour la dureté Brinell n'est pas précisée

		AA 5154	AA 5254	AA 5456	AA 5056
Contraintes primaires	Propriétés du matériau	H38	H38	O	H38
température	Résistivité électrique (Ωm)	$5,3.10^{-8}$	$5,3.10^{-8}$	$5,9.10^{-8}$	$6,2.10^{-8}$
	Conductivité électrique (S/m)	$18,87.10^6$	$18,87.10^6$	$16,95.10^6$	$16,13.10^6$
	Capacité calorifique (J/(K.kg))	900	900	900	900
	Densité	2,66	2,66	2,66	2,64
	Conductivité thermique (W/(K.m))	126	126	117	109
	Coefficient thermique (K)	$4,00.10^{-3}$	$4,00.10^{-3}$	$4,00.10^{-3}$	$4,00.10^{-5}$
Corrosion	Générale	A	A	A	A
	Marine	A	A	A	A
	Sous contrainte	A	A	A	A
Mécanique	Résistance à la rupture Rm (MPa)	330	330	310	414
	Limite d'élasticité Rp0,2 (MPa)	269	269	159	345
	Allongement à rupture (%)	10	10	24	15
	E (Module d'Young) (GPa)	70	70	71	71
	Module de cisaillement (Gpa)	193	195	-	221
	Dureté Brinell	80	80	-	100
Liaison électrique Soudabilité	Aptitude à être soudé à l'arc	A	A	B	-
	par résistance	C	C	D	-
	par brasage	C	C	D	-
	Point de fusion (°C)	593 à 643	593 à 643	571 à 638	568 à 638
	Apport de matière	AA 4043, AA 5356 et AA 5854	AA 4043, AA 5356 et AA 5854	AA 1050, AA 4043 et AA 5356	AA 4043, AA 5356 et AA 5854
Mise en forme	C	C	A	C	
Légende	A et B pas besoin de protection, C et D doivent être protégés				
Corrosion globale Corrosion sous contrainte	A = pas de rupture, B= rupture en laboratoire en TC, C=rupture en service en TC mais pas en TL, D= rupture en service en TL				
Soudage	A = très bonne aptitude au soudage, B= bonne aptitude au soudage, C=aptitude au soudage limité, D= alliage non soudable				
Mise en forme	A = très bon, B= bon, C=assez bien, D= mauvais à éviter				

Annexe-5 : Propriétés intrinsèques des alliages 5154 H38, 5254 H38, 5456 O et 5056 H38. La charge pour la dureté Brinell n'est pas précisée

		AA 6101	AA 6060	AA 6063	AA 6061
Contraintes primaires	Propriétés du matériau	T4	T5	T6	O
température	Résistivité électrique (Ωm)	$3,4 \cdot 10^{-8}$	$3,3 \cdot 10^{-8}$	$3,2 \cdot 10^{-8}$	$3,7 \cdot 10^{-8}$
	Conductivité électrique (S/m)	$29,4 \cdot 10^6$	$30,3 \cdot 10^6$	$31,25 \cdot 10^6$	$27,02 \cdot 10^6$
	Capacité calorifique (J/(K.kg))	960	945	900	896
	Densité	2,69	2,7	2,69	2,7
	Conductivité thermique (W/(K.m))	220	200	201	180
	Coefficient thermique (K)	$4,00 \cdot 10^{-3}$	$4,00 \cdot 10^{-3}$	$4,00 \cdot 10^{-3}$	$4,00 \cdot 10^{-3}$
Corrosion	Générale	A	A	A	A
	Marine	A	B	B	B
	Sous contrainte	A	A	A	A
Mécanique	Résistance à la rupture Rm (MPa)	195	220	241	124
	Limite d'élasticité Rp0,2 (MPa)	95	190	214	55
	Allongement à rupture (16)	25	16	12	25
	E (Module d'Young) (GPa)	69	69	69	69
	Module de cisaillement (Gpa)	138	150	152	83
	Dureté Brinell	71	75	73	30
Liaison électrique Soudabilité	Aptitude à être soudé à l'arc	A	B	A	B
	par résistance	A	A	A	C
	par brasage	A	A	C	B
	Point de fusion (°C)	621 à 654	615 à 655	585 à 645	582 à 652
	Apport de matière	AA 4043 et AA 5356			
Mise en forme	A	C	C	A	
Légende	A et B pas besoin de protection, C et D doivent être protégés				
Corrosion globale	A = pas de rupture, B= rupture en laboratoire en TC, C=rupture en service en TC mais pas en TL, D= rupture en service en TL				
Corrosion sous contrainte	A = pas de rupture, B= rupture en laboratoire en TC, C=rupture en service en TC mais pas en TL, D= rupture en service en TL				
Soudage	A = très bonne aptitude au soudage, B= bonne aptitude au soudage, C=aptitude au soudage limité, D= alliage non soudable				
Mise en forme	A = très bon, B= bon, C=assez bien, D= mauvais à éviter				

Annexe-6 : Propriétés intrinsèques des alliages 6101 T4, 6060 T5, 6063 T6 et 6061 O. La charge pour la dureté Brinell n'est pas précisée

		AA 7050	AA 7175	AA 7475	AA 7075
Contraintes primaires	Propriétés du matériau	O	T6	T6	T6
température	Résistivité électrique (Ωm)	$3,67.10^{-8}$	$4,79.10^{-8}$	$5,22.10^{-8}$	$5,22.10^{-8}$
	Conductivité électrique (S/m)	$27,25.10^6$	$20,88.10^6$	$19,16.10^6$	$19,16.10^6$
	Capacité calorifique (J/(K.kg))	860	960	860	860
	Densité	2,83	2,8	2,83	2,83
	Conductivité thermique (W/(K.m))	180	142	130	130
	Coefficient thermique (1/K)	$4,00.10^{-3}$	$4,00.10^{-3}$	$4,00.10^{-3}$	$4,00.10^{-3}$
Corrosion	Générale	C	C	C	C
	Marine	C	C	D	D
	Sous contrainte	B	B	C	C
Mécanique	Résistance à la rupture Rm (MPa)	138	570	570	570
	Limite d'élasticité Rp0,2 (MPa)	117	460	460	460
	Allongement à rupture (%)	11	11	11	11
	E (Module d'Young) (GPa)	69	72	72	72
	Module de cisaillement (Gpa)	97	330	330	330
	Dureté Brinell	36	150	150	150
Liaison électrique Soudabilité	Aptitude à être soudé à l'arc	D	D	D	D
	par résistance	B	B	B	B
	par brasage	C	C	C	C
	Point de fusion (°C)	490 à 635	477 à 635	477 à 635	477 à 635
	Apport de matière	-	-	-	-
Mise en forme	D	D	D	D	
Légende	A et B pas besoin de protection, C et D doivent être protégés				
Corrosion globale Corrosion sous contrainte	A = pas de rupture, B= rupture en laboratoire en TC, C=rupture en service en TC mais pas en TL, D= rupture en service en TL				
Soudage	A = très bonne aptitude au soudage, B= bonne aptitude au soudage, C=aptitude au soudage limité, D= alliage non soudable				
Mise en forme	A = très bon, B= bon, C=assez bien, D= mauvais à éviter				

Annexe-7 : Propriétés intrinsèques des alliages 7050 T4, 7175 T5, 7475 T6 et 7075 T6. La charge pour la dureté Brinell n'est pas précisée