

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne démocratique et Populaire

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Mohamed Khider-Biskra

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département : Génie Mécanique

Réf. :



جامعة محمد خيضر – بسكرة

كلية العلوم و التكنولوجيا

قسم: الهندسة الميكانيكية

المرجع:

Thèse

Présentée pour l'obtention du diplôme de

Doctorat en Sciences en : Génie Mécanique

Spécialité : Métallurgie

Option: Matériaux et Matériaux métalliques

Présentée publiquement par

M^r Lahcene FELLAH

**L'effet de tréfilage et de recuit sur les fils
électriques de cuivre**

Soutenue le : Mercredi 03 Juin 2015

Devant le jury composé de:

Pr Mohamed Nadir Amrane	Professeur	Président	U. Mohamed Khider- Biskra
Pr Zakaria Boumerzoug	Professeur	Rapporteur	U. Mohamed Khider- Biskra
Pr Mabrouk Bouabdallah	Professeur	Examineur	E.N.P. -Alger
Pr Aissa Belkacem Bouzida	Professeur	Examineur	U. El-Hadj Lakhdar- Batna
Pr Djamel Bradai	Professeur	Examineur	U.S.T.H.B. -Alger
Pr Abdelouahad Chala	Professeur	Examineur	U. Mohamed Khider- Biskra

Année universitaire : 2014-2015

DEDICACE

A mes chers parents

A ma chère épouse

A mes Frères et Sœurs

A mes enfants

A tous mes professeurs.

A mes amis

Remerciements

Merci à Dieu le tout puissant de m'avoir aidé à accomplir ce modeste travail.

*Mes remerciements très particuliers s'adressent à mon directeur de thèse, monsieur **Boumerzoug Zakaria**, éminent professeur en transformation de phases, à l'université de Biskra, qui a assuré la direction de mon travail à travers ses orientations et son aide dans la réalisation de ce travail.*

*Je remercie le Pr. **Matteo Leoni** à l'université de Trento, Italie, pour nous avoir fourni gracieusement le logiciel PM2k.*

*Je remercie le président de jury Pr. **Mohamed Nadir Amrane**, professeur à l'université Mohamed Khider de Biskra, d'avoir accepté de présider le jury d'examination.*

*Je remercie Pr. **Chala Abdelouahad**, professeur et Vice-Recteur chargé de la formation supérieure en graduation, la formation continue et les diplômés à l'université Mohamed Khider de Biskra, d'avoir accepté être membre du jury.*

*Je remercie Pr. **Djamel Bradai**, professeur à l'université des sciences et technologies Houari Boumediène, d'avoir accepté être membre du jury. Je le remercie encore de m'avoir enseigné au cours de ma post-graduation, et d'avoir organisé les workshops sur « Initiation aux logiciels d'analyse des matériaux par diffraction des rayons X et des électrons », à la faculté de physique (USTHB- Bab Ezzouar à Alger). Une partie de cette thèse est le fruit de ces workshops.*

*Je remercie Pr. **Mabrouk Bouabdallah**, professeur à l'École Nationale Polytechnique « ENP » El-Harrach à Alger, d'avoir accepté être membre du jury, et pour l'honneur qu'il m'a fait en m'enseignant la sagesse, la simplicité, la noblesse, et les sciences.*

*Je remercie Pr. **Aissa Belkacem Bouzida**, professeur à l'université El-Hadj Lakhdar- Batna, d'avoir accepté être membre du jury d'examination.*

*Je remercie M^{er} **Lahcene Ben Idiri**, Ingénieur de laboratoire au département du génie des procédés à l'université Mira Abderrahmane de Bejaïa, pour ses précieux conseils et son aide dans la réalisation des diffractogrammes.*

*Je remercie Dr **Abdelali Hayoune**, Docteur chercheur permanent au Centre de Recherche Nucléaire de Birine « CRNB » à Ain-oussara, pour m'avoir réalisé les analyses thermiques par DSC.*

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

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1.	Des valeurs indicatives de densité de dislocations.	11
Tableau I.2.	Les systèmes de glissement des différentes structures.	14
Tableau I.3.	Les systèmes de maillage pour différentes structures.	17
Tableau I.4.	Proposition pour le Contrôle de la vitesse des mécanismes de restauration.	32
Tableau II.1.	Valeurs des paramètres de la formule de Siebel relative à l'effort de traction unitaire à la sortie de la filière	66
Tableau III.1.	Composition massique en pourcentage en impuretés (ppm).	84
Tableau III.2.	Caractéristiques du cuivre ETP utilisé à ENICAB.	84
Tableau III.3.	Réactifs d'attaque pour les observations métallographiques du cuivre et ses alliages	87
Tableau III.4.	Les valeurs des charges disponibles	91
Tableau IV.1	Résultats de mesures des diagonales d'indentation.	132
Tableau IV.2	Récapitulation des valeurs des critères de validité des mesures.	132
Tableau IV.3	Résultats des mesures de microdureté.	142
Tableau IV.4	Energie apparente d'activation E_a [$kJ.mol^{-1}$] pour chaque matériau.	148
Tableau IV.5	Paramètres de l'équation JMKA déterminés expérimentalement pour le fil de cuivre tréfilé à différents taux de déformation, et pour quatre températures de recuit isotherme.	151
Tableau IV.6	Déplacement des 5 premiers pics du diffractogramme du cuivre, après tréfilage à froid, pour différents taux de déformation.	159
Tableau IV.7 (part.1)	Détermination du mode de réseau du cuivre tréfilé à différents taux de déformation. Les valeurs de d_m et Q_m ont été calculés à partir des diffractogrammes mesurés avec $Cu_{K\alpha}$.	160
Tableau IV.7 (part.2)	Détermination du mode de réseau du cuivre tréfilé à différents taux de déformation. Les valeurs de d_m et Q_m ont été calculés à partir des diffractogrammes mesurés avec $Cu_{K\alpha}$.	161
Tableau IV.8	Suite des $S_i = h^2 + k^2 + l^2$ pour les trois modes du réseau cubique et la structure diamant	162
Tableau IV.9	Résultats du calcul PM2K (échantillon A)	168
Tableau IV.10	Résultats du calcul PM2K (échantillon C)	169
Tableau IV.11	Résultats du calcul PM2K (échantillon D)	170
Tableau IV.12	Résultats du calcul PM2K (échantillon E)	171
Tableau IV.13	Résultats du calcul PM2K (échantillon F)	172
Tableau IV.14	Résultats du calcul PM2K (échantillon G)	173
Tableau IV.15	Résultats du calcul PM2K (échantillon H)	174
Tableau IV.16	Résultats du calcul PM2K (échantillon I)	175
Tableau IV.17	Résultats du calcul PM2K (échantillon J)	176
Tableau IV.18	Ensemble des résultats du calcul PM2K (part.1).	178
Tableau IV.18	Ensemble des résultats du calcul PM2K (part.2).	178
Tableau IV.19	Résultats de l'analyse des profils de diffractions pour les pics (111) et (200).	183
Tableau IV.20	Résultats de l'analyse des profils de diffractions pour les pics (220) et (311).	184
Tableau IV.21	Résultats de l'analyse des profils de diffractions pour le pic (222).	185

Tableau IV.22	Résultats de calcul de l'énergie stockée.	188
Tableau IV.23	Résultats du calcul PM2k sur les diffractogrammes des fils en cuivre tréfilés à froid à un taux de $\varepsilon = 43,75\%$, et recuits pendant des temps différents, à $T=200^{\circ}\text{C}$.	193
Tableau IV.24	Résultats du calcul PM2k sur les diffractogrammes des fils en cuivre tréfilés à froid à un taux de $\varepsilon = 43,75\%$, et recuits pendant des temps différents, à $T=300^{\circ}\text{C}$.	193
Tableau IV.25	Résultats du calcul PM2k sur les diffractogrammes des fils en cuivre tréfilés à froid à un taux de $\varepsilon = 43,75\%$, et recuits pendant des temps différents, à $T=400^{\circ}\text{C}$.	198
Tableau IV.26	Résultats du calcul PM2k sur les diffractogrammes des fils en cuivre tréfilés à froid à un taux de $\varepsilon = 43,75\%$, et recuits pendant des temps différents, à $T=500^{\circ}\text{C}$.	198
Tableau IV.27	Résultats du calcul PM2k sur les diffractogrammes des fils en cuivre tréfilés à froid à un taux de $\varepsilon = 87,75\%$, et recuits pendant des temps différents, à $T=200^{\circ}\text{C}$.	203
Tableau IV.28	Résultats du calcul PM2k sur les diffractogrammes des fils en cuivre tréfilés à froid à un taux de $\varepsilon = 87,75\%$, et recuits pendant des temps différents, à $T=300^{\circ}\text{C}$.	203
Tableau IV.29	Résultats du calcul PM2k sur les diffractogrammes des fils en cuivre tréfilés à froid à un taux de $\varepsilon = 87,75\%$, et recuits pendant des temps différents, à $T=400^{\circ}\text{C}$.	208
Tableau IV.30	Résultats du calcul PM2k sur les diffractogrammes des fils en cuivre tréfilés à froid à un taux de $\varepsilon = 87,75\%$, et recuits pendant des temps différents, à $T=500^{\circ}\text{C}$.	208
Tableau IV.31	Températures de restauration en ($^{\circ}\text{C}$).	218
Tableau IV.32	Températures de recristallisation en ($^{\circ}\text{C}$).	218
Tableau IV.33	Résultats obtenus par Jakani pour des fils en cuivre à différents taux d'impuretés.	218
Tableau IV.34	La probabilité nette de défaut d'empilement α .	223
Tableau IV.35	Résultats cinétiques des analyses DSC obtenus sur les fils machine et tréfilés à différents taux de déformation.	237

LISTE DES FIGURES

Figure I.1.	Réseau cristallin parfait.	10
Figure I.2.	Différents types de défauts ponctuels. (1) lacune, (2) auto-interstitiel, (3-4) substitutionnels étrangers, (5) interstitiel étranger.	10
Figure I.3.	Montée d'une dislocation-coin	12
Figure I.4.	Glissement-déviée dans un métal cubique à faces centrées.	13
Figure I.5.	Modification de la forme d'un grain sous l'effet du glissement.	14
Figure I.6.	Schéma illustrant la loi Schmid.	15
Figure I.7.	Maclage dans les cristaux c.f.c.	17
Figure I.8.	Blocs de cellules et murs denses de dislocations.	19
Figure I.9.	Hierarchie microstructurale de déformation.	19
Figure I.10.	Structure cellulaire dans le cuivre déformé par laminage à froid, à 25%.	20
Figure I.11.	Les détails d'une structure cellulaire.	20
Figure I.12.	Aluminium déformé à froid, à 5%.	21
Figure I.13.	Aluminium déformé à froid, à 30%.	21
Figure I.14.	Aluminium déformé à froid, à 50%.	21
Figure I.15.	Laiton 70:30, compressé à 12%, présentant des bandes de déformations.	22
Figure I.16.	Bandes de déformation (B) dans le grain (A), de l'alliage Al-1%Mg.	22
Figure I.17.	Polygonisation d'un cristal courbé contenant des dislocations coins.	32
Figure I.18.	Différents stades de restauration d'un matériau ayant subi une déformation plastique.	33
Figure I.19.	Modèle de migration induite par déformation	36
Figure I.20.	La séquence montre la germination d'un grain recristallisé débutant à partir d'un sous-grain	38
Figure I.21.	Coalescence de deux sous-grains par la rotation de l'un d'eux. (a) Structure originelle des sous-grains avant la coalescence, (b) L'un des sous-grains en rotation, (c) structure du sous-grain juste après la coalescence, (d) structure du sous-grain après une petite migration des sous-joints	39
Figure I.22.	Représentation schématique d'un grain recristallisé. (a) Structure du sous-grain avant la germination, (b) Coalescence des sous-grains A/ B d'une part, et de C/ D d'autre part, (c) Il s'en suit la coalescence des sous-grains B/C, (d) Grain recristallisé (R) provenant d'un groupe sous-grains de coalisées.	40
Figure I.23.	Vitesse de croissance de grains de recristallisation à 615°C dans un cristal d'Aluminium écroui en fonction de leur désorientation θ autour de $\langle 111 \rangle$ par rapport à la matrice	42
Figure I.24.	L'effet de la désorientation sur la mobilité du joint de grains à faible angle. Les données ont été fittés par une équation en loi de puissance empirique	42
Figure I.25.	Mesure des mobilités et l'énergie relative des joints de grains dans des feuilles d'Aluminium à partir de jonctions triple.	43
Figure I.26.	Mesure de l'énergie relative des joints de grains dans des feuilles d'Aluminium à partir de jonctions triple.	43
Figure I.27.	Effet des impuretés (Cu et Mg) sur la vitesse de croissance de nouveaux grains dans l'Aluminium déformé.	44
Figure I.28.	Vitesse de migration des joints de grains dans le Plomb à 300°C en fonction de la teneur en Etain(Sn).	44

Figure II.1.	Illustration des différentes techniques de tréfilage. Tirée du manuscrit « De la pirothechnia » de Vannoccio Biringuccio, Livre IX, Chapitre 8, Venise, 1540.	53
Figure II.2.	Schéma d'un banc à tréfiler	56
Figure II.3.	Coupe de la filière.	57
Figure II.4.	Principe de tréfilage, réduction de la section.	59
Figure II.5.	Travail redondant dans une filière.	60
Figure II.6.	Optimisation des conditions de tréfilage. La variation de σ_{xf}/σ_0 en fonction de l'angle α du demi-cône de filière, pour différents taux de déformation ε % et un même coefficient de frottement.	64
Figure II.7.	Les principales contraintes agissant sur le fil au cours de l'opération de tréfilage σ_{xf} . La contrainte de tréfilage. σ_{xb} . La contrainte de contre-action.	68
Figure II.8.	La variation de la contrainte relative σ_{xf}/σ_0 en fonction de l'angle α du demi-cône de la filière, pour différentes valeurs du coefficient de frottement μ .	69
Figure II.9.	Bourrage d'une filière générant la rayure du fil.	74
Figure II.10.	Criques de surface appelées pattes de corbeaux.	74
Figure II.11.	Rupture en <i>cup and cone</i> d'un fil.	75
Figure II.12.	Evolution de la rhéologie du savon lors d'une opération de tréfilage élémentaire.	76
Figure II.13.	Boite à savon (savonnier).	80
Figure III.1.	Image par le MEB, de la zone ayant subi une microanalyse EDAX.	85
Figure III.2.	Le spectre EDAX du fil machine en Cu pure.	86
Figure III.3.	Four tubulaire programmable pour traitements thermiques.	88
Figure III.4.	Microscope optique HUND T100-WETZLAR.	89
Figure III.5.	Un MEB de type JEOL.	90
Figure III.6.	Microduromètre statique de marque HVS-1000Z « Digital Micro Vickers Hardness Tester ».	93
Figure III.6-a.	Vue agrandie du porte échantillon et pénétrateur	93
Figure III.6-b.	Rajustement des lignes de mire à l'aide des barilletts.	93
Figure III.7.a.	Appareil de mesure DSC, type NETZSCH DSC 204 HP.	95
Figure III.7.b.	Schéma de principe d'un appareil DSC.	95
Figure III.8.a.	Mesure de l'énergie de réaction par le calcul de l'aire sous le pic.	96
Figure III.8.b.	Calcul de la fraction transformée à partir d'un thermogramme.	96
Figure III.9.	Diffractomètre Panalytical X'Pert PRO.	99
Figure III.10.	Le volume irradié.	99
Figure IV.1.	Evolution de la microstructure d'un fil en cuivre durant le tréfilage. (a) fil machine ; (b) $\varepsilon = 21,23\%$; (c) $\varepsilon = 43,75\%$; (h) $\varepsilon = 87,75\%$; (i) $\varepsilon = 91,37\%$; (j) $\varepsilon = 96,48\%$.	102-103
Figure IV.2.	Microstructure du fil en cuivre tréfilé, réduit à $\varepsilon = 43,75\%$ de sa section, recuit à $T = 200^\circ\text{C}$, pendant: (a) 1 min, (b) 2 min, (c) 4 min, (d) 8 min ; (e) 16 min ; (f) 32 min ; (g) 64 min ; (h) 128 min.	106

Figure IV.3.	Microstructure du fil en cuivre tréfilé, réduit à $\epsilon = 43,75\%$ de sa section, recuit à $T=300^{\circ}\text{C}$, pendant: (a)1 min, (b) 2 min, (c)4 min, (d) 8 min ;(e)16 min ;(f) 32 min ; (g) 64 min ; (h) 128 min.	107
Figure IV.4.	Microstructure du fil en cuivre tréfilé, réduit à $\epsilon = 43,75\%$ de sa section, recuit à $T=400^{\circ}\text{C}$, pendant: (a)1 min, (b) 2 min, (c)4 min, (d) 8 min ;(e)16 min ;(f) 32 min ; (g) 64 min ; (h) 128 min.	108
Figure IV.5.	Microstructure du fil en cuivre tréfilé, réduit à $\epsilon = 43,75\%$ de sa section, recuit à $T=500^{\circ}\text{C}$, pendant: (a)1 min, (b) 2 min, (c)4 min, (d) 8 min ;(e)16 min ;(f) 32 min ; (g) 64 min ; (h) 128 min.	109
Figure IV.6.	Microstructure du fil en cuivre tréfilé, réduit à $\epsilon = 87,75\%$ de sa section, recuit à $T=200^{\circ}\text{C}$, pendant: (a)1 min, (b) 2 min, (c)4 min, (d) 8 min ;(e)16 min ;(f) 32 min ; (g) 64 min ; (h) 128 min.	111
Figure IV.7.	Microstructure du fil en cuivre tréfilé, réduit à $\epsilon = 87,75\%$ de sa section, recuit à $T=300^{\circ}\text{C}$, pendant: (a)1 min, (b) 2 min, (c)4 min, (d) 8 min ;(e)16 min ;(f) 32 min ; (g) 64 min ; (h) 128 min.	112
Figure IV.8.	Microstructure du fil en cuivre tréfilé, réduit à $\epsilon = 87,75\%$ de sa section, recuit à $T=400^{\circ}\text{C}$, pendant: (a)1 min, (b) 2 min, (c)4 min, (d) 8 min ;(e)16 min ;(f) 32 min ; (g) 64 min ; (h) 128 min.	113
Figure IV.9.	Microstructure du fil en cuivre tréfilé, réduit à $\epsilon = 87,75\%$ de sa section, recuit à $T=500^{\circ}\text{C}$, pendant. (a)1min, (b) 2min, (c)4min, (d) 8min ;(e)16min ;(f) 32min ; (g) 64min ; (h) 128min	114
Figure IV.10.	Fil tréfilé à 47,75%, recuit pendant 1 min : (a)200°C, (b)300°C, (c)400°C, et (d)500°C.	115
Figure IV.11.	Fil tréfilé à 47,75%, recuit pendant 2 min : (a)200°C, (b)300°C, (c)400°C, et (d)500°C.	116
Figure IV.12.	Fil tréfilé à 47,75%, recuit pendant 4 min : (a)200°C, (b)300°C, (c)400°C, et (d)500°C.	116
Figure IV.13.	Fil tréfilé à 47,75%, recuit pendant 16 min: (a)200°C, (b)300°C, (c)400°C, et (d)500°C.	117
Figure IV.14.	Fil tréfilé à 47,75%, recuit pendant 128 min : (a)200°C, (b)300°C, (c)400°C, et (d)500°C.	117
Figure IV.15.	Fil tréfilé à $\epsilon = 87,75\%$ recuit pendant 1 min: (a)200°C, (b)300°C, (c)400°C, et (d)500°C.	118
Figure IV.16.	Fil tréfilé à $\epsilon = 87,75\%$ recuit pendant 2 min: (a)200°C, (b)300°C, (c)400°C, et (d)500°C.	119
Figure IV.17.	Fil tréfilé à $\epsilon = 87,75\%$ recuit pendant 4 min: (a)200°C, (b)300°C, (c)400°C, et (d)500°C	119
Figure IV.18.	Fil tréfilé à $\epsilon = 87,75\%$ recuit pendant 128 min: (a)200°C, (b)300°C, (c)400°C, et (d)500°C	120
Figure IV.19.	Comparaison de la microstructure de deux fils tréfilés, en cuivre, réduit à deux différents taux, et recuits sous vide primaire à $T=200^{\circ}\text{C}$, pendant différents temps	121
Figure IV.20.	Comparaison de la microstructure de deux fils tréfilés, en cuivre, réduit à deux différents taux, est recuits sous vide primaire à $T=300^{\circ}\text{C}$, pendant différents temps .	122
Figure IV.21.	Comparaison de la microstructure de deux fils tréfilés, en cuivre, réduit à deux différents taux, est recuits sous vide primaire à $T=400^{\circ}\text{C}$, pendant différents temps .	123
Figure IV.22.	Comparaison de la microstructure de deux fils tréfilés, en cuivre, réduit à deux différents taux, est recuits sous vide primaire à $T=500^{\circ}\text{C}$, pendant différents temps .	124
Figure IV.23.	Microstructure MEB du fil machine, en cuivre (coupe longitudinale) $\times 400$.	125
Figure IV.24.	Microstructure MEB du fil machine, en cuivre (coupe transversale) $\times 400$.	125
Figure IV.25.	Microstructure MEB du fil machine, en cuivre (coupe transversale) $\times 3000$.	126
Figure IV.26.	Microstructure du fil en cuivre tréfilé à froid à un taux de déformation de $\epsilon = 58,56\%$ (coupe longitudinale).	127
Figure IV.27.	Microstructure du fil en cuivre tréfilé à froid à un taux de déformation de $\epsilon = 58,56\%$ (coupe transversale).	127

Figure IV.28.	Microstructure du fil en cuivre tréfilé à froid à un taux de déformation de $\varepsilon = 77,44\%$ (coupe longitudinale).	128
Figure IV.29.	Microstructure du fil en cuivre tréfilé à froid	128
Figure IV.30.	Microstructure du fil en cuivre tréfilé à froid à un taux de déformation de $\varepsilon = 77,44\%$ (coupe transversale).	129
Figure IV.31.	Schéma de la formation de bandes de glissement.	130
Figure IV.32.	Evolution de la microdureté Vickers HV au cours de tréfilage des fils en cuivre.	133
Figure IV.33.	Evolution de la microdureté Vickers HV en fonction du temps pour un taux de déformation de $\varepsilon=43,75\%$, au cours de recuits isothermes.	136
Figure IV.34.	Evolution de la microdureté Vickers HV en fonction du temps pour un taux de déformation de $\varepsilon=69,75\%$, au cours de recuits isothermes.	136
Figure IV.35.	Evolution de la microdureté Vickers HV en fonction du temps pour un taux de déformation de $\varepsilon=87,75\%$, au cours de recuits isothermes.	137
Figure IV.36.	Evolution de la microdureté Vickers HV en fonction du temps pour un taux de déformation de $\varepsilon=96,48\%$, au cours de recuits isothermes.	137
Figure IV.37.	Evolution de la microdureté Vickers HV en fonction du temps durant un recuit isotherme à $T=200^{\circ}\text{C}$, pour différents taux de déformation.	139
Figure IV.38.	Evolution de la microdureté Vickers HV en fonction du temps durant un recuit isotherme à $T=300^{\circ}\text{C}$, pour différents taux de déformation.	139
Figure IV.39.	Evolution de la microdureté Vickers HV en fonction du temps durant un recuit isotherme à $T=400^{\circ}\text{C}$, pour différents taux de déformation.	140
Figure IV.40.	Evolution de la microdureté Vickers HV en fonction du temps durant un recuit isotherme à $T=500^{\circ}\text{C}$, pour différents taux de déformation.	140
Figure IV.41.	Evolution de la microdureté Vickers HV en fonction du taux de déformation, pour un temps et une température de recuit définis ($T=200^{\circ}\text{C}$).	143
Figure IV.42.	Evolution de la microdureté Vickers HV en fonction du taux de déformation, pour un temps et une température de recuit définis ($T=300^{\circ}\text{C}$).	143
Figure IV.43.	Evolution de la microdureté Vickers HV en fonction du taux de déformation, pour un temps et une température de recuit définis ($T=400^{\circ}\text{C}$).	144
Figure IV.44.	Evolution de la microdureté Vickers HV en fonction du taux de déformation, pour un temps et une température de recuit définis ($T=500^{\circ}\text{C}$).	144
Figure IV.45.	Evolution de la fraction transformée X au cours du recuit à $T=200^{\circ}\text{C}$, des fils en cuivre tréfilé, à différentes taux de réductions.	146
Figure IV.46.	Evolution de la fraction transformée X au cours du recuit à $T=300^{\circ}\text{C}$, des fils en cuivre tréfilé, à différentes taux de réductions.	146
Figure IV.47.	Evolution de la fraction transformée X au cours du recuit à $T=400^{\circ}\text{C}$, des fils en cuivre tréfilé, à différentes taux de réductions.	147
Figure IV.48.	Evolution de la fraction transformée X au cours du recuit à $T=500^{\circ}\text{C}$, des fils en cuivre tréfilé, à différentes taux de réductions.	147
Figure IV.49.	Graphe d'Arrhenius de $\ln(t_R)$ en fonction de $\frac{10^3}{T_R}$ pour des fils en cuivre tréfilé et recuit à différentes températures constantes.	149
Figure IV.50.	Energie d'activation de recristallisation, calculées à partir de la droite de type Arrhenius, basée les courbes de Microdureté Vickers (HV).	149
Figure IV.51.	Tracés JMKA de la recristallisation isotherme pour les fils tréfilés en cuivre : (a) 200°C , (B) 300°C , (c) 400°C , et (d) 500°C .	151
Figure IV.52.	Tracés JMKA de la recristallisation isotherme sous quatre températures de recuit, les fils en cuivre tréfilés à : (a) $43,75\%$, (B) $69,75\%$, (c) $87,75\%$, et (d) $96,48\%$.	152

Figure IV.53.	Evolution de la constante de vitesse K en fonction de la température de recuit, pour les différents taux de déformation.	153
Figure IV.54.	Le déplacement du pic (111) vers les grands angles au cours de tréfilage.	158
Figure IV.55.	Le déplacement du pic (200) vers les grands angles au cours de tréfilage.	158
Figure IV.56.	Le déplacement du pic (311) vers les grands angles au cours de tréfilage.	158
Figure IV.57.	Illustration schématique de l'effet des distorsions sur la forme et la position des pics selon l'état de déformation du matériau.	158
Figure IV.58.a	Diffractogramme de rayons X du fil machine en cuivre, non recuit.	168
Figure IV.58.b	Vue agrandie du 2 ^{ème} pic du diffractogramme du fil machine non recuit.	168
Figure IV.58.c	Distribution log-normale de la taille des domaines cohérents de diffraction pour le fil machine en cuivre, non recuit.	168
Figure IV.59.a	Diffractogramme de rayons X du fil machine en cuivre déformé à $\varepsilon = 43,75\%$, non recuit.	169
Figure IV.59.b	Vue agrandie du 4 ^{ème} pic du Diffractogramme de rayons X du fil en cuivre déformé à $\varepsilon = 43,75\%$, non recuit.	169
Figure IV.59.c	Distribution log-normale de la taille des domaines cohérents de diffraction pour le fil en cuivre tréfilé à $\varepsilon = 43,75\%$, non recuit.	169
Figure IV.60.a	Diffractogramme de rayons X du fil machine en cuivre déformé à $\varepsilon = 58.56\%$, non recuit.	170
Figure IV.60.b	Vue agrandie du 1 ^{er} pic du Diffractogramme de rayons X du fil machine en cuivre déformé à $\varepsilon = 58.56\%$, non recuit.	170
Figure IV.61.a	Diffractogramme de rayons X du fil machine en cuivre déformé à $\varepsilon = 69.75\%$, non recuit.	171
Figure IV.61.b	Vue agrandie du 1 ^{er} pic du Diffractogramme de rayons X du fil machine en cuivre déformé à $\varepsilon = 69.75\%$, non recuit.	171
Figure IV.61.c	Distribution log-normale de la taille des domaines cohérents de diffraction pour le fil en cuivre tréfilé à $\varepsilon = 69,75\%$, non recuit.	171
Figure IV.62.a	Diffractogramme de rayons X du fil machine en cuivre déformé à $\varepsilon = 77.44\%$, non recuit.	172
Figure IV.62.b	Vue agrandie du 4 ^{ème} pic du Diffractogramme de rayons X du fil machine en cuivre déformé à $\varepsilon = 77.44\%$, non recuit.	172
Figure IV.63.a	Diffractogramme de rayons X du fil machine en cuivre déformé à $\varepsilon = 83.50\%$, non recuit.	173
Figure IV.63.b	Vue agrandie du 4 ^{ème} pic du Diffractogramme de rayons X du fil machine en cuivre déformé à $\varepsilon = 83.50\%$, non recuit.	173
Figure IV.64.a	Diffractogramme de rayons X du fil machine en cuivre déformé à $\varepsilon = 87.75\%$, non recuit.	174
Figure IV.64.b	Vue agrandie du 4 ^{ème} pic du Diffractogramme de rayons X du fil machine en cuivre déformé à $\varepsilon = 87.75\%$, non recuit.	174
Figure IV.65.a	Diffractogramme de rayons X du fil machine en cuivre déformé à $\varepsilon = 91.37\%$, non recuit.	175
Figure IV.65.b	Vue agrandie du 4 ^{ème} pic du Diffractogramme de rayons X du fil machine en cuivre déformé à $\varepsilon = 91.37\%$, non recuit.	175
Figure IV.66.a	Diffractogramme de rayons X du fil machine en cuivre déformé à $\varepsilon = 96.48\%$, non recuit.	176
Figure IV.66.b	Vue agrandie du 4 ^{ème} pic du Diffractogramme de rayons X du fil machine en cuivre déformé à $\varepsilon = 96.48\%$, non recuit.	176
Figure IV.66.c	Distribution log-normale de la taille des domaines cohérents de diffraction pour le fil en cuivre tréfilé à $\varepsilon = 96,48\%$, non recuit.	176

Figure IV.67	Diffractogrammes du fil machine et des fils tréfilés à froid, vues ensemble en perspective.	180
Figure IV.68	Comparaison du 1 ^{er} pic de diffraction (111), des fils de cuivre tréfilés à différents taux de déformation. Les pics sont tracés par rapport à l'axe vertical passant par leurs sommets.	180
Figure IV.69.a	Comparaison entre les pics (200), et entre les pics (220) des diffractogrammes correspondants aux fils de cuivre tréfilés à différents taux de déformation. Les pics sont tracés par rapport à un axe vertical passant par leurs sommets.	181
Figure IV.69.b	Comparaison entre les pics (311), et entre les pics (222) des diffractogrammes correspondants aux fils de cuivre tréfilés à différents taux de déformation. Les pics sont tracés par rapport à un axe vertical passant par leurs sommets.	182
Figure IV.70	Diffractogramme de rayons X du fil machine en cuivre déformé à $\epsilon = 43,75\%$, et recuit à la température constante $T=200^{\circ}\text{C}$, pendant : 1, 2, et 64 min respectivement, affinés par le PM2K. La courbe mesurée (en noir), la courbe calculée (la ligne rouge continue) et le résidu différentiel (la ligne grise d'en bas).	191
Figure IV.71	Diffractogramme de rayons X du fil machine en cuivre déformé à $\epsilon = 43,75\%$, et recuit à la température constante $T=300^{\circ}\text{C}$, pendant : 1, 2, et 64 min respectivement, affinés par le PM2K. La courbe mesurée (en noir), la courbe calculée (la ligne rouge continue) et le résidu différentiel (la ligne grise d'en bas).	192
Figure IV.72	Diffractogramme de rayons X du fil machine en cuivre déformé à $\epsilon = 43,75\%$, et recuit à la température constante $T=400^{\circ}\text{C}$, pendant : 1, 2, et 64 min respectivement, affinés par le PM2K. La courbe mesurée (en noir), la courbe calculée (la ligne rouge continue) et le résidu différentiel (la ligne grise d'en bas).	196
Figure IV.73	Diffractogramme de rayons X du fil machine en cuivre déformé à $\epsilon = 43,75\%$, et recuit à la température constante $T=500^{\circ}\text{C}$, pendant : 1, 2, et 64 min respectivement, affinés par le PM2K. La courbe mesurée (en noir), la courbe calculée (la ligne rouge continue) et le résidu différentiel (la ligne grise d'en bas).	197
Figure IV.74	Diffractogramme de rayons X du fil machine en cuivre déformé à $\epsilon = 87,75\%$, et recuit à la température constante $T=200^{\circ}\text{C}$, pendant : 1, 2, et 64 min respectivement, affinés par le PM2K. La courbe mesurée (en noir), la courbe calculée (la ligne rouge continue) et le résidu différentiel (la ligne grise d'en bas).	201
Figure IV.75	Diffractogramme de rayons X du fil machine en cuivre déformé à $\epsilon = 87,75\%$, et recuit à la température constante $T=300^{\circ}\text{C}$, pendant : 1, 2, et 64 min, respectivement, affinés par le PM2K. La courbe mesurée (en noir), la courbe calculée (la ligne rouge continue) et le résidu différentiel (la ligne grise d'en bas).	202
Figure IV.76	Diffractogramme de rayons X du fil machine en cuivre déformé à $\epsilon = 87,75\%$, et recuit à la température constante $T=400^{\circ}\text{C}$, pendant : 1, 2, et 64 min, respectivement, affinés par le PM2K. La courbe mesurée (en noir), la courbe calculée (la ligne rouge continue) et le résidu différentiel (la ligne grise d'en bas).	206
Figure IV.77	Diffractogramme de rayons X du fil machine en cuivre déformé à $\epsilon = 87,75\%$, et recuit à la température constante $T=500^{\circ}\text{C}$, pendant : 1, 2, et 64 min, respectivement, affinés par le PM2K. La courbe mesurée (en noir), la courbe calculée (la ligne rouge continue) et le résidu différentiel (la ligne grise d'en bas).	207
Figure IV.78	Représentation schématique des configurations des dislocations dans le matériau déformé et le profil de déformation pour les petites et les grandes valeurs du paramètre de Wilkens M.	209
Figure IV.79	Variation de la résistivité électrique des fils en cuivre en fonction du taux de déformation (ϵ) par tréfilage à froid.	211
Figure IV.80	Variation de la résistivité électrique des fils en cuivre en fonction du taux de déformation (ϵ) par tréfilage après recuit.	212
Figure IV.81	Thermogrammes du fil machine en cuivre tréfilé, obtenus par chauffage continu à différentes vitesses de chauffage.	215
Figure IV.82	Thermogrammes du fil de cuivre tréfilé, réduit à $\epsilon = 69,75\%$ de sa section, obtenus par chauffage continu à différentes vitesses de chauffage.	215

Figure IV.83	Thermogrammes du fil de cuivre tréfilé, réduit à $\varepsilon = 87,75\%$ de sa section, obtenus par chauffage continu à différentes vitesses de chauffage.	216
Figure IV.84	Thermogrammes du fil de cuivre tréfilé, réduit à $\varepsilon = 96,48\%$ de sa section, obtenus par chauffage continu à différentes vitesses de chauffage.	216
Figure IV.85	Evolution de la température de restauration en fonction du taux de déformation, pour les différentes vitesses de chauffage.	219
Figure IV.86	Evolution de la température de recristallisation en fonction du taux de déformation, pour les différentes vitesses de chauffage.	219
Figure IV.87	Estimation de l'énergie stockée par le calcul de l'aire sous un pic exothermique.	220
Figure IV.88	Evolution de l'énergie stockée mesurée à partir du pic exothermique de restauration en fonction du taux de déformation, pour les différentes vitesses de chauffage.	222
Figure IV.89	Evolution de l'énergie stockée mesurée à partir du pic exothermique de recristallisation en fonction du taux de déformation, pour les différentes vitesses de chauffage.	222
Figure IV.90	Evolution de l'énergie de défaut d'empilement γ_{SFE} en fonction du taux de déformation, pour les différentes vitesses de chauffage, calculées à partir du pic de recristallisation.	223
Figure IV.91	L'aire partielle située entre la courbe DSC sous le pic et la ligne de base, est associée à l'énergie partielle libérée à l'instant (t_j) et à la température (T_j) ; le rapport de celle-ci avec l'aire totale exprime la fraction recristallisée $X(t_j)$ ou $X(T_j)$.	225
Figure IV.92	Fraction transformée en fonction de la température $X = f(T)$, au cours de la recristallisation du fil machine en cuivre, pour quatre vitesses de chauffage.	226
Figure IV.93	Fraction transformée en fonction de la température $X = f(T)$, au cours de la recristallisation du fil en cuivre tréfilé à un taux de $\varepsilon = 69,75\%$, pour quatre vitesses de chauffage.	226
Figure IV.94	Fraction transformée en fonction de la température $X = f(T)$, au cours de la recristallisation du fil en cuivre tréfilé à un taux de $\varepsilon = 87,75\%$, pour quatre vitesses de chauffage.	227
Figure IV.95	Fraction transformée en fonction de la température $X = f(T)$, au cours de la recristallisation du fil en cuivre tréfilé à un taux de $\varepsilon = 96,48\%$, pour quatre vitesses de chauffage.	227
Figure IV.96	Fraction transformée en fonction du temps $X = f(t)$, au cours de la recristallisation du fil machine en cuivre, pour quatre vitesses de chauffage.	228
Figure IV.97	Fraction transformée en fonction du temps $X = f(t)$, au cours de la recristallisation du fil en cuivre tréfilé à un taux de $\varepsilon = 69,75\%$, pour quatre vitesses de chauffage.	228
Figure IV.98	Fraction transformée en fonction du temps $X = f(t)$, au cours de la recristallisation du fil en cuivre tréfilé à un taux de $\varepsilon = 87,75\%$, pour quatre vitesses de chauffage.	229
Figure IV.99	Fraction transformée en fonction du temps $X = f(t)$, au cours de la recristallisation du fil en cuivre tréfilé à un taux de $\varepsilon = 96,48\%$, pour quatre vitesses de chauffage.	229
Figure IV.100	Fraction transformée décrit les étapes d'une réaction de restauration ou de recristallisation (comme ici dans ce cas-ci).	230
Figure IV.101	Les fractions transformées en fonction du temps $X = f(t)$ et en fonction de la température $X = f(T)$, sous forme sigmoïdale, en correspondance avec le pic de réaction.	230
Figure IV.102	Fraction recristallisée X en fonction de $\ln(\alpha)$, pour différentes vitesses de chauffage, pour un échantillon de fils en cuivre tréfilé froid à $\varepsilon = 69,75\%$.	232

Figure IV.103	Droites Y en fonction de $10^3/T$: $Y = \ln(\alpha)$ pour Méthode Ozawa, $Y = \ln(\alpha/T_p)$ pour Boswell, $Y = \ln(\alpha/T_p^2)$ pour Kissinger, et $Y = -\ln(\alpha/T_p^{1.92})$ pour Starink (pour la restauration). le fil machine en cuivre, (b) $\varepsilon = 69,75\%$, (c) $\varepsilon = 87,75\%$, (d) $\varepsilon = 96,48\%$	234
Figure IV.104	Droites Y en fonction de $10^3/T$: $Y = \ln(\alpha)$ pour Méthode Ozawa, $Y = \ln(\alpha/T_p)$ pour Boswell, $Y = \ln(\alpha/T_p^2)$ pour Kissinger, et $Y = -\ln(\alpha/T_p^{1.92})$ pour Starink (pour la recristallisation) : (a) le fil machine en cuivre, (b) $\varepsilon = 69,75\%$, (c) $\varepsilon = 87,75\%$, (d) $\varepsilon = 96,48\%$	235
Figure IV.105	Le tracé d'Arrhenius $\ln(t_R)$ en fonctions de $10^{+3}/T_R$ pour : (a) fil machine en Cu, et fils en Cu tréfilés à (b) $\varepsilon = 69,75\%$, (c) $\varepsilon = 87,75\%$, (c) $\varepsilon = 96,48\%$	236
Figure IV.106	Energie d'activation de restauration, calculées par les méthodes de Kissinger, Ozawa, Boswell, et Starink.	237
Figure IV.107	Energie d'activation de recristallisation, calculées par différentes méthodes : 1 ^{er} méthode de Kissinger, Ozawa, Boswell, et Starink ; 2 ^{ème} méthode Droite d'Arrhenius à partir des courbes DSC.	237

SOMMAIRE

Introduction générale	1
CHAPITRE I : Déformation plastique et Recristallisation	6
Introduction	6
I.1. Théories de la déformation et des dislocations	7
I.2. Mécanismes de la déformation plastique	9
I.2.1. Déformation plastique par glissement	12
I.2.2. Activation des systèmes de glissement	15
I.2.3. Déformation plastique par maclage	16
I.2.4. Microstructure de déformation	18
I.3. Liens entre énergie stockées et déformation plastique	23
I.4. Etapes de restauration et de recristallisation	27
I.4.1. Théories de la restauration et de la recristallisation	27
I.4.2. Etape de restauration et de recristallisation statiques	31
I.4.2.1. Mécanisme de la restauration	31
I.4.2.2. Mécanisme de la recristallisation	33
I.4.2.2.a. Sites et Critères de la Germination	34
I.4.2.2.b. Mécanismes de la Germination	36
I.4.2.2.b.1. Migration des joints de grain à grand angle préexistants	36
I.4.2.2.b.2. Germination par migration de joint de grain à faible angle	37
I.4.2.2.b.3. Germination par rotation et coalescence des sous-grains	39
I.4.2.2.c. Etape de la croissance des grains	41
I.5. Lois de la recristallisation	45
<i>Références bibliographiques</i>	46
CHAPITRE II : Le procédé de tréfilage du cuivre.	52
Introduction	52
II.1. Définition de tréfilage (historique)	54
II.2. Principe du tréfilage	55
II.3.1. Machine simple ou machine monopasse.	55
II.3.2. Machine multiple ou machine multi passe.	56
II.3. Paramètres de tréfilage	58
II.3.1. La déformation équivalente	58
II.3.2. Le travail redondant et la déformation redondante	60
II.3.3. L'effort de tréfilage	62
II.3.4. Le coefficient de frottement μ	67
II.3.5. L'angle d'ouverture de la filière	70
II.3.6. Température d'interface et échauffement du fil	71
II.4. Les incidents au cours de tréfilage	74
II.4.1. La rayure	74
II.4.2. Les cassures	75
II.5. Lubrification	75
II.5.1. Fonctions du lubrifiant	77
II.5.1.1. Fonctions du lubrifiant durant la mise en forme	77
II.5.1.2. Fonctions du lubrifiant après la mise en forme	78
II.5.2. Principales catégories des lubrifiants	78
II.5.2.1. Les lubrifiants à base d'eau	78
II.5.2.2. Les huiles légères	79
II.5.2.3. Les lubrifiants de forte consistance	79
II.6. Traitements thermiques des fils tréfilés	81
<i>Références bibliographiques</i>	82

CHAPITRE III : Matériaux et Méthodes d'analyses utilisées	84
Introduction	84
III.1. Caractérisation du fil machine en Cu pure à l'état initial.	85
Analyse par EDAX (Energy Dispersive X-ray analysis)	85
III.2. Préparation des échantillons pour l'analyse micrographique	86
III.3. Traitements thermiques	88
III.4. Microscopie optique	89
III.5. Microscope Electronique à Balayage (MEB).	90
III.6. Essais de microdureté	91
III.6.1. Principe de mesure	91
III.6.2. Méthode de détermination de la fraction recristallisée	92
III.7. Analyse différentielle calorimétrique	93
III.7.1. Méthode de détermination de l'énergie de réaction	95
III.7.2. Méthode de détermination de la fraction transformée	96
III.7.3. Calcul des paramètres cinétiques	97
III.8. Diffraction aux rayons X	97
Références bibliographiques	100
CHAPITRE IV : Les résultats et leurs interprétations	101
Introduction	101
IV.1. Etude métallographique par la microscopie optique.	102
IV.1.1. Le suivie par la Microscopie Optique des fils de cuivre tréfilés à froid.	102
IV.1.2. Le suivie par la Microscopie Optique des fils de cuivre tréfilés à froid et recuits	104
IV.1.2.1. Effet du temps	105
IV.1.2.1. Effet de la température	115
IV.1.2.3. Effet du taux de déformation	120
IV.2. Observations de la microstructure des fils de cuivre tréfilés par le MEB	125
IV.3. Investigation par la mesure de la microdureté HV.	131
IV.3.1. Analyse de la validité de résultats de mesure.	131
IV.3.2. Etude de l'évolution de la microdureté HV des fils de cuivre tréfilés à froid.	133
IV.3.3. Evolution de la microdureté HV des fils de cuivre tréfilés à froid et recuits.	134
IV.3.3.1. Influence du facteur « la température de recuit » sur la microdureté HV	134
IV.3.3.2. Influence du facteur « taux de déformation » sur la microdureté HV	138
IV.3.3.3. Influence du facteur « temps » sur la microdureté HV	141
IV.3.3. Cinétique de recristallisation par la microdureté HV.	145
IV.3.3.1. Détermination de la fraction transformée	145
IV.3.3.2. Détermination de l'énergie apparente d'activation.	148
IV.3.3.3. Calcul des paramètres cinétiques par le modèle JMKA.	150
IV.4. Etude par diffraction des rayons X	156
IV.4.1. Etude par diffraction des rayons X des fils de cuivre tréfilés à froid	156
IV.4.2. Base théorique de l'analyse du profil de la courbe DRX	163
IV.4.2.1. Intensité diffractée par le matériau déformé	164
IV.4.2.2. Taille des cristallites	165
IV.4.2.3. Défauts linéaires et plans	166
IV.4.3. Analyse des profils de diffraction pour les fils en cuivre tréfilés à froid	168
IV.4.4. Analyse des profils des raies de diffraction.	179
IV.4.5. Calcul de l'énergie stockée par analyse des profils de diffraction.	187
IV.4.6. Analyse des profils de diffraction pour les fils en cuivre tréfilés et recuits.	189

Discussion :	208
IV.5. Mesure de la résistivité électrique	211
IV.6. Analyse calorimétrique différentielle (DSC) :	214
IV.6.1. Analyse des thermogrammes.	214
Présentation des tableaux des températures de Restauration et de recristallisation.	217
IV.6.2. Calcul de l'énergie stockée par la DSC	220
IV.6.3. Evaluation de l'énergie de défauts d'empilement par la DSC	223
IV.6.4. Cinétique de la transformation de recristallisation.	224
Présentation des courbes de la fraction recristallisée avec la température : $X(\%) = f(T)$.	225
Présentation des courbes de la fraction recristallisée avec le temps : $X(\%) = f(t)$.	228
IV.6.5. Calcul des paramètres cinétiques n et K	232
IV.6.6. Calcul de l'énergie apparente d'activation	233
Méthodes isoconversionnelles intégrales : Relation vitesse α et température de recuit T	233
Exploitation des courbes d'Arrhenius : $\ln t_R = f(10^3/T_R)$	236
Conclusion générale	238
Perspectives	240
Références bibliographiques	241
Annexe -I- E384-10-2 ASTM-	
Annexe -II- Fiche ASTM du Cuivre- N° 00-004-0836	
Annexe -III- Algorithme d'analyse PM2k_ de l'échantillon standard- SRM640d-4IP	
Annexe -IV- Algorithme d'analyse PM2k_ des échantillons du Cuivre étudié.	
Annexe -V- Protocol d'utilisation et quelques explications « tutorial ».	

Introduction
Générale

INTRODUCTION GENERALE

Le cuivre est le métal de l'histoire et des civilisations. Il est essentiel pour la vie moderne. Il fournit de l'électricité et de l'eau potable dans nos maisons et nos villes. Le cuivre est intimement lié à l'histoire de l'homme, au progrès de l'humanité.

Le cuivre est le métal le plus ancien connu par l'homme, il a été découvert et utilisé depuis plus de 10 mille années. Les gens de l'époque avaient appris à façonner des objets tels que des coutelas, des haches, et d'autres outils de travail et de guerre. Des pendentifs en cuivre datant d'environ 8 mille années avant J.C., ont été découverts en Mésopotamie, dans le nord de l'Iraq actuel. Vers les 5 milles avant J.C., la métallurgie était née, la science qui englobe les techniques et le savoir-faire de l'extraction des métaux à partir de minerais bruts, dont on a cité l'apparition de la technique de la fonte (la fonte et la purification des métaux pour en créer des objets utiles), en ces temps reculés, le cuivre était peut-être le seul métal connu par l'homme primitif ! Près de 3000 ans avant J.C., le bronze, l'alliage du cuivre et de l'étain, prenait le trône de l'ingénierie ! Les forgerons de l'époque avaient appris qu'ils pouvaient mélanger les différents métaux pour en créer de nouveaux alliages, donc de nouveaux qui étaient plus forts ou plus léger ou plus facile à travailler. L'un des premiers et des plus utiles de ces alliages, fabriqués à partir de cuivre et d'étain, avait été appelé bronze. Ce nouveau matériau est si important que les historiens se réfèrent maintenant à sa période de temps : « âge du bronze ».

D'autres métaux tels que l'or, l'argent, le plomb et l'étain sont entrés en usage. Plus tard, aux alentours de 500 avant J.C., le cuivre avait été allié avec du zinc pour donner naissance à un nouveau alliage « laiton ».

Les grecques nommaient le cuivre : *chalkos* (χαλκός). Dans l'antiquité, le cuivre était une source importante de richesse, de prospérité et de puissance pour les romains et les grecques, et pour d'autres peuples l'Asie majeure et l'Asie mineure. À l'époque romaine, il était connu sous le nom de « *aes Cyprium* » [littéralement « métal de Chypre »]. Au fil des années, le terme était simplifié en « *cuprum* », d'où le nom anglais « *copper* ».

En 1913, la conductibilité électrique du cuivre a été prise comme référence par la Commission Électrotechnique Internationale « C.E.I » dont le siège est à Genève, et on avait pris comme étalon du « *cuivre pure à l'état recuit* », dont la résistivité a une valeur mesurée qui vaut $\rho_{ref} = 17,241 \text{ n}\Omega.m$.

Aujourd'hui, le cuivre est l'un des métaux les plus utilisés dans le monde, après le fer et l'aluminium. Il est utilisé avec ses plus des quatre cents alliages dans différents domaines en partant de la micro-technologie jusqu'à l'industrie lourde. Sa vaste utilisation est due à ses qualités spéciales. Le cuivre est un matériau caractérisé par sa conductivité calorifique et électrique très élevées. Il est utilisé dans la fabrication des fils électriques pour le transport d'énergie électrique, dans la fabrication des chaudières. Le cuivre est malléable et ductile. Il est apte à être martelé, étiré, tréfilé ou laminé.

En voyageant dans le passé proche ou lointain, on découvre que la plupart des objets et pièces ont été fabriquées à partir de cuivre ou des alliages. Les bijoux, les ornements, les œuvres d'art et les pots et les casseroles étaient faites en cuivre ou cuivre allié.

Vers la fin du 18^{ème} siècle, à l'aube de la révolution industrielle, les premières machines étaient entrées en service, le laiton était le principal alliage métallique utilisé. On fabriquait les pièces avec du laiton, en partant des petits vis à engrenage dans l'horlogerie, jusqu'aux bielles et chaudières des machines à vapeur.

Le cuivre avait également conquis le domaine de l'architecture et la réalisation de gros œuvres et monuments.

Durant, les sept dernières décennies, la plupart de l'eau que nous buvons a voyagé à travers un tuyau de cuivre. Il est si bien adapté pour la plomberie que quelques million de mètres longueur sont installés à travers tous les pays dans le monde.

La rigidité du fil de cuivre et la fiabilité des contacts électriques qu'il permet d'obtenir sont les raisons essentielles de l'emploi généralisé du cuivre dans toute l'industrie de la construction électrique, dans la distribution de l'énergie électrique, ainsi que dans la fabrication de matériels électriques et de composants électroniques. A titre d'exemple, ~ 95% des fils conducteurs d'un avion sont en cuivre.

Aujourd'hui, les usages du cuivre sont étendus pour inclure le chauffage, la climatisation, la réfrigération, le câblage électrique, l'électronique, l'industrie automobile, la production et transport de l'énergie.

L'industrie mécanique repose sur la fabrication de toutes sortes de pièces mécaniques, dont le procédé le plus utilisé est la mise en forme par la déformation plastique à froid ou bien à chaud, telle que l'estompage, le laminage ou le tréfilage. Mais la mise en forme par déformation plastique des métaux et des alliages métalliques, provoque la dégradation des propriétés physiques, mécaniques, et électriques de ces matériaux.

À l'heure actuelle, le besoin majeur dans l'industrie est de trouver des procédés et mécaniques afin d'obtenir les pièces voulues sans pour autant perdre les qualités du matériau. Il est bon de fabriquer des fils électriques en cuivre par tréfilage tout en

conservant une bonne conductivité électrique, une malléabilité convenable. Il serait meilleure d'obtenir les résultats souhaités sans gaspiller trop d'argent ni d'énergie. Le problème qui se pose alors, est le suivant : Comment trouver un optimum qualité-coût-temps ? Quelle est la température optimale la restauration et/ ou la recristallisation du cuivre ? Quel est la durée suffisante pour un bon recuit ? Nous sommes motivés par le défi, que posent toutes ces questions.

La recherche d'une solution peut être faite par différentes approches: par des calculs numériques en élaborant des modèles physiques et quantitatifs numériques de simulations, ou en étudiant et contrôlant les paramètres de tréfilage sur la production dans une usine, ou bien adopter une démarche d'investigation purement fondamentale c'est-à-dire s'approcher du problème d'un point de vue métallographique. Nous sommes motivés par l'observation et la compréhension de l'évolution de la microstructure du cuivre au cours de la déformation par tréfilage à froid, les effets du recuit sur les mécanismes de restauration, de la recristallisation qui se produisent dans le cuivre.

Nous nous sommes posés pour objectifs de travail les points suivants :

- Etudier l'effet de la déformation plastique par tréfilage à froid sur la microstructure des fils électriques en cuivre de pureté industrielle.
- Etudier l'effet du recuit sur la microstructure déformée par le tréfilage.
- Comprendre l'effet de température sur les processus de restauration et de recristallisation et leurs cinétiques.
- Comprendre l'effet du taux de déformation sur les processus de restauration et de recristallisation, et leurs cinétiques.
- Faire un bilan sur l'effet des défauts (les dislocations) sur les déformations et les phénomènes de transformations activés thermiquement.

Les matériaux sur lesquels notre étude a porté sont : les fils électriques en cuivre industriel pur à ~99,97%, recueillis au niveau de l'Entreprise Nationale de l'Industrie de Câblerie de Biskra (ENICAB). Les échantillons de fil machine pris des rouleaux avant le tréfilage, et les échantillons de fils tréfilés ont été collectés à la sortie de chaque filière, sur le banc de fabrication. On doit signaler que ce matériau a fait l'objet de plusieurs travaux, notre contribution est l'étude de ce matériau en nous basant sur :

- Une composition chimique différente (teneur différente en solutés).
- Etendre la gamme des températures utilisées de 200°C jusqu'à 500°C.

- Etendre l'étude à plusieurs taux de déformation en même temps.
- Evaluer quelques paramètres microstructuraux, tel que la densité de dislocation, par une nouvelle technique d'analyse basée sur la WPPM (Whole Powder Pattern Modeling), utilisant le logiciel PM2k.

Plans de la thèse :

Nous avons organisé cette thèse comme suit : Cette thèse débute par une introduction générale, dans laquelle nous avons fait une brève historique sur le cuivre, et nous avons montré nos objectifs, et à la fin nous avons établi une conclusion, et un résumé.

Cette thèse comporte quatre chapitres :

- Le premier chapitre :

Ce chapitre rassemble les généralités sur la théorie de la mise en forme des métaux par déformation plastique, analyse les différents types de déformations et les mécanismes qui les régissent ; Nous avons discuté la relation entre la déformation plastique et les dislocations. Nous avons aussi expliqué l'influence de la déformation sur la microstructure (microstructure de déformation), et les effets du recuit sur la restauration et la recristallisation du matériau déformé à froid.

- Le second chapitre :

Dans le second chapitre, nous avons donné un bref aperçu sur la théorie et le principe de base sur l'un des modes de mise en forme par déformation plastique, le tréfilage à froid. Ensuite nous avons passé en revue les principaux paramètres qui influent sur le tréfilage, et discuté quelques-uns des problèmes et incidents qui surviennent régulièrement au cours de tréfilage. Enfin une partie est consacrée à la lubrification.

- Le troisième chapitre :

Le troisième chapitre est dédié aux techniques expérimentales utilisées dans ce travail de recherche. En premier lieu, nous avons fait une description du matériau que nous avons étudié et sa composition chimique, et de la préparation des échantillons à analyser. En second lieu, nous avons décrit les appareils utilisées pour les mesures. Finalement, nous avons expliqué les techniques d'analyse que nous avons utilisées dans notre travail de recherche:

- 1) La microscopie optique.
- 2) Microscope Electronique à Balayage (MEB).
- 3) Les essais de microdureté.

- 4) Analyse calorimétrique différentielle (DSC).
- 5) Analyse par la diffraction de rayon-X.

- Le quatrième chapitre :

Ce chapitre rassemble les résultats expérimentaux obtenus, les discussions de ces résultats et leurs interprétations. Nous avons commencé par discuter les observations métallographiques réalisées grâce à deux méthodes, la première méthode classique i.e. la microscopie optique, et la deuxième les micrographies obtenues par le MEB, puis nous avons entamé l'analyse des résultats de la microdureté, ensuite avons analysé les diffractogrammes par une technique très récente la WPPM en utilisant le logiciel PM2k, ensuite nous avons présenté les mesures de la résistivité électrique.

Finalement, nous avons terminé ce chapitre par la présentation de l'étude et l'interprétation des analyses thermiques réalisées par calorimétrie différentielle.

Des annexes ont été ajoutées à la fin du manuscrit.

Nous avons donné les abréviations suivantes pour les différents échantillons:

Nomenclature

- A :** Fil machine.
- B :** Fil réduit à $\varepsilon = 21,23\%$.
- C :** Fil réduit à $\varepsilon = 43,75\%$.
- D :** Fil réduit à $\varepsilon = 58.56\%$.
- E :** Fil réduit à $\varepsilon = 69.75\%$.
- F :** Fil réduit à $\varepsilon = 77.44\%$.
- G :** Fil réduit à $\varepsilon = 83.50\%$.
- H :** Fil réduit à $\varepsilon = 87.75\%$.
- I :** Fil réduit à $\varepsilon = 91.37\%$.
- J :** Fil réduit à $\varepsilon = 96.48\%$.
- K :** Fil réduit à $\varepsilon = 97.36\%$.

CHAPITRE I

Déformation plastique et Recristallisation

CHAPITRE I : Déformation plastique et Recristallisation

Introduction

Dans la science des matériaux et en mécanique, la connaissance profonde et la maîtrise de la déformation plastique sont reconnues comme enjeux d'une importance primordiale. Ils sont fondamentales afin de pouvoir interpréter et décrire le comportement du matériau durant les opérations de la mise en forme par déformation plastique (tréfilage, laminage, emboutissage,...), ou comprendre l'évolution temporelle de pièces sollicitées mécaniquement, ou d'avantage faire des prédictions sur le comportement énergétique au cours d'un choc (cas d'une tôle de voiture ou les carlingues d'avion ou de navire), en estimant les énergies absorbée et dégagée. Observer, étudier et comprendre les différents mécanismes liés à la déformation plastique est d'une importance vitale pour tous les secteurs de l'industrie de la fabrication mécanique : de la métallurgie, industrie automobile, industrie navale, l'aérospatiale, ...

Les besoins du marché en termes de sécurité, de hautes performances, de durabilité, nécessitent une maîtrise quasi parfaite des phénomènes régissant la plasticité, cela implique de gros investissements dans le domaine de la recherche et des technologies avancées. L'acquisition de connaissances nécessaires, et l'aboutissement à une compréhension meilleure des phénomènes et des liens qui relient les propriétés microscopiques d'un matériau à son comportement macroscopique, est à tout égard fondamentale. L'apparition de la nanotechnologie et les avancées récentes dans le domaine de la miniaturisation, rendent compte du besoin pressant d'une description plus approfondie des micro-mécanismes qui régissent et façonnent la déformation plastique, et dont découlent les différentes propriétés (physique, mécanique, électrique,...) du matériau.

L'aptitude des métaux à être déformables (la malléabilité) sans rupture sous l'effet de sollicitations mécaniques plus ou moins intenses, leurs confère une position privilégiée dans les domaines cités plus haut. Beaucoup de facteurs influent sur l'aptitude des métaux à se déformer plastiquement, d'où la nécessité de connaître ces facteurs et de les étudier afin de pouvoir les contrôler au cours des opérations de mise en forme à chaud ou à froid des pièces, et la maîtrise des calculs.

La déformation plastique à froid conduit à un durcissement plastique du matériau désigné communément par le terme « écrouissage ». L'écrouissage du matériau dépend de sa teneur en différentes espèces chimiques (impuretés ou additives), du taux de déformation appliquée et des conditions de déformation (température, vitesse et mode de déformation). En effet, la déformation plastique entraîne une augmentation conséquente de la densité de dislocations, et ce qui se traduit par l'accroissement de l'énergie élastique stockée dans le matériau. D'autre part, après une déformation plastique, le matériau acquiert une nouvelle microstructure, une nouvelle texture cristallographique, et un nouvel état énergétique, dites de « déformations ».

I.1. Théories de la déformation et des dislocations

Dans l'industrie, on utilise généralement les métaux et leurs alliages sous formes polycristallins. L'analyse des propriétés mécaniques de ces matériaux, nécessite la connaissance du comportement individuel de chaque grain et la description de l'agrégat polycristallin en même temps. Une description passant en revue la texture cristallographique, l'anisotropie de forme des grains, et des joints de grains, ainsi que leurs constitutions. Toutefois, le comportement réel d'une cristallite dans l'agrégat est différent de celui qu'on observe dans le monocristal en raison, notamment, des possibilités de blocage des dislocations aux joints de grains. D'autre part, les interactions de chaque cristallite avec ses voisins, influent et modifient ses conditions aux limites, ce qui complique l'émission d'une théorie et l'obtention d'un modèle permettant de décrire correctement les propriétés mécaniques des matériaux polycristallins. Certains paramètres mécaniques sont particulièrement utiles pour l'utilisation industrielle des métaux et alliages, telles que la densité de dislocations, la limite élastique, microdéformations plastiques, contraintes,...

Ces problèmes ont été abordés dans le cas où la déformation procède par glissement cristallographique grâce à des plusieurs approches et divers modèles basées sur différentes approximations.

Les théories concernant la déformation plastique des matériaux polycristallins sont toujours en cours de développement, elles sont principalement fondées sur les hypothèses émises dans les décennies des années 1920,1930, et 1950 par Frenkel [1-3], Sachs [4, 5], Taylor [6-10], et autres.

En 1926 [2], au cours de ses recherches sur la théorie moléculaire de l'état condensé que Yacov Frenkel introduisit la notion de lacune électronique. Le défaut de *Frenkel* est devenu un concept central de la physique des solides et des liquides. Ses recherches se tournèrent plus spécifiquement sur la théorie de la plasticité et le calcul théorique de résistance au cisaillement. Sa théorie, connue sous le nom de modèle de « *Frenkel–Kontorova–Tomlinson* », joue un rôle considérable dans l'étude des dislocations. Il s'attaqua en 1938, à la construction d'un modèle statistique inspiré de l'effet *Schottky*, pour modéliser plus finement des résultats de Poole [1, 3].

La théorie de Sachs (1928), l'approche de Sachs considère un comportement plastique du polycristal, et suppose par hypothèse que les grains au sein du polycristal sont assujettis à un état de contrainte proportionnel à la contrainte macroscopique, et que chaque grain se déforme indépendamment de ses grains voisins. C'est ainsi, que Sachs a déterminé une relation entre Σ_{33} , limite élastique en traction du polycristal et τ la cission critique nécessaire pour activer un système de glissement dans l'hypothèse où le polycristal est constitué par un ensemble de cristaux parallèles et sans interaction. Dans ce modèle, il est admis que la déformation dans la direction de traction est identique pour tous les grains, tandis que les autres éléments du tenseur de déformation varient d'une cristallite à l'autre. Vers l'année 1959, Köchendorfer [5], a utilisé ce modèle pour décrire la courbe de traction du polycristal, mais Crans l'avait étendu au cas d'un polycristal avec texture [4].

Autour de l'année (1929), U. Dehlinger a postulé ce que l'on appelle « *Verhakungen* » (enchevêtrements), comme des défauts de réseau qui devaient servir de médiateur de la déformation plastique [11].

Le modèle de Taylor (1934) - ce modèle est très utilisé dans le domaine simulation afin d'étudier le développement de la texture de déformation, il insiste sur la nécessaire compatibilité des déformations dans chaque grain : chaque grain se déforme de manière homogène et homothétique à l'éprouvette. Le glissement multiple est ainsi rendu possible pour chaque grain, par l'activation de 5 systèmes de glissements pour chaque grain.

La théorie de Taylor décrit qualitativement, et de manière plus réussie la texture de déformation des matériaux à structure cubique. En particulier, elle permet de décrire la formation et l'évolution de la texture de déformation par laminage à froid de type Cuivre. Taylor a proposé une généralisation de la démarche de Schmid.

L'approche théorique d'Orowan (1934), dans le cadre d'une vision traditionnelle de la plasticité proche de celle d'un fluide visqueux, l'écoulement des dislocations dans un cristal était supposé se faire de manière homogène. Orowan établit une équation qui illustre ce principe, cette équation relie directement la vitesse de déformation macroscopique du matériau à des quantités moyennes de la population des dislocations, densité et vitesse de dislocations mobiles. Dans une approche d'un comportement homogène des dislocations, la connaissance des caractéristiques comportementales individuelles d'une dislocation peut être généralisée à l'ensemble de la population. Ainsi, il est possible de retrouver un comportement global d'un matériau, à partir d'une opération de « moyennisation » sur les propriétés de ses dislocations. Enfin, une différence frappante entre les prédictions et l'expérience a été comptabilisée de façon indépendante par Orowan, Polanyi et Taylor en 1934 par la présence de dislocations, ils ont posé « le postulat des dislocations-coïns » [12].

En 1939, Johannes Martinus Burgers publia une contribution fondamentale à la théorie des plans de glissement dans les solides cristallins. Dans cet essai, il pose le « Postulat des dislocations-vis » et évoque le vecteur décrivant la direction d'une dislocation, appelé depuis *vecteur de Burgers*.

Mécanismes de multiplication de Franck-Read (1950) [13] - Le processus de croissance de tout cristal s'accompagne de la création de dislocations en son sein. Des dislocations peuvent aussi être créées sous certaines conditions de déformation. Des dislocations peuvent pénétrer un matériau lors de sa déformation à partir de ses surfaces ou y être créées en volume par l'intermédiaire de divers mécanismes. Le plus connu des mécanismes de création en volume est la source de Frank-Read. Ils posèrent les bases de la théorie qui explique la création ou naissance des dislocations, les mécanismes de leur multiplication.

En 1956, les premières observations directes de dislocations, par la microscopie électronique en transmission par Hirsch ; l'étude des dislocations s'est réellement développée sur le plan théorique et expérimental, on a pu calculer directement la densité de dislocations, et déterminer la vitesse de déplacement de ceux-ci [14-16].

I.2.Mécanismes de la déformation plastique

La déformation plastique des métaux et des alliages polycristallins, leurs cause des changements dans les propriétés physiques, mécaniques, et structurales, telle que l'augmentation de la résistivité électrique [17, 18].

Ces changements sont dus à l'introduction d'un excès de défauts supplémentaires dans leurs réseaux cristallins. Les défauts nés au cours de cette déformation sont les lacunes (défauts ponctuels), les dislocations (défauts linéaires) [19], et enfin les défauts surfaciques (défauts plans) tels que défauts d'empilements, joints de grains, macles, et joints de macles [20].

Les lacunes contribuent à la résistivité électrique du matériau, et sont acteurs dans le phénomène de diffusion par lequel s'effectuent de nombreux processus physiques et mécaniques, ils jouent un rôle primordial dans la mobilité des dislocations, le mouvement des joints de grains ou autres types d'interfaces dans les solides.

Les deux figures (Fig. I.1 et Fig.I.2), montrent une comparaison entre un réseau parfait et un autre réseau imparfait, contenant quelques types de défauts ponctuels usuels dans les matériaux cristallins et polycristallins.

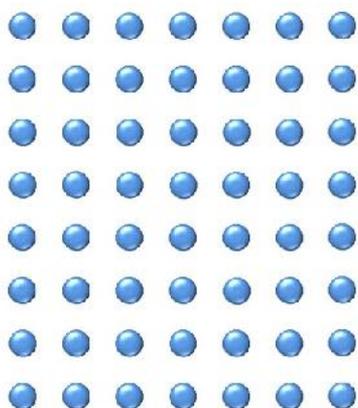


Figure I.1. Réseau cristallin parfait.

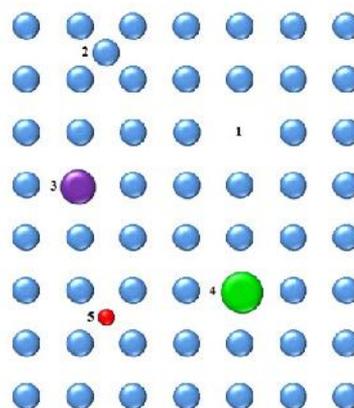


Figure I.2. Différents types de défauts ponctuels: (1) lacune, (2) auto-interstitiel, (3-4) substitutionnels étrangers, (5) interstitiel étranger.

Pour de faibles taux de déformation, des enchevêtrements de dislocations sont observés, parfois associés avec les plans de glissement. Pour des taux de déformation plus importants (dès 5%), les enchevêtrements s'organisent pour former des cellules, avec des "parois" non-cristallographiques, de dislocations. Ces cellules correspondent à des régions faiblement désorientées ($<2^\circ$).

Le durcissement d'écrouissage est fondé sur le principe : « Tout ce qui empêche le mouvement des dislocations se traduit par une diminution de la déformation plastique et donc un effet durcissant ». Ainsi pour diminuer la mobilité des dislocations, on doit accumuler les obstacles dans le matériau. Les dislocations contribuent aussi à l'augmentation de la résistivité électrique du matériau de manière non négligeable au même ordre que les lacunes et les défauts d'empilements [21].

Le matériau écroui présente une densité ρ de dislocations très élevée, de l'ordre de : $\rho \approx 10^{14} \text{cm}^{-2}$ [22]. Le tableau (I.1.) donne quelques valeurs indicatives, de densité de dislocations pour certains métaux déformés. Pour chaque densité de dislocations correspond une énergie élastique stockée E_S par unité de volume, exprimée par la relation suivante :

$$E_S = 0,5. \rho. \mu. b^2 \dots\dots\dots(\text{Eq.I.1})$$

L'état écroui est plutôt stable mécaniquement, car à part le retour élastique de certaines dislocations, lors de la décharge, les dislocations sont, dans l'ensemble, épinglées et enchevêtrées. Cette situation persiste du moment que les dislocations demeurent dans leurs plans de glissement.

Tableau I.1. Des valeurs indicatives de densité de dislocations [23].		
Métal (pureté)	Déformation	Densité de dislocation ($m.m^{-3}$)
Ag (99,99 %)	32% -Tension	$6,8 \times 10^{+14}$
Ni (99,98 %)	10% -Compression	$1,3 \times 10^{+14}$
Cu (99,999 %)	30% -Tension	$5,7 \times 10^{+14}$
Cu (99,98 %)	33% -Tension	$4,8 \times 10^{+14}$
Al (99,99 %)	75% -Compression	$8,0 \times 10^{+14}$

Cependant, le système est dans un état thermodynamiquement instable, et dès que le système est chauffé, les dislocations deviennent mobiles, se réarrangent et s'annihilent en libérant de l'énergie, c'est la restauration (voir § I.4.2). Si on soumet un matériau polycristallin à une contrainte mécanique extérieure, alors une déformation plastique se produit. La déformation plastique peut être engendrée par différents processus mécaniques, le glissement des dislocations, ou le maclage.

Ces mécanismes se produisent par des déplacements relatifs des atomes sous l'effet des contraintes externes selon la nature du matériau, sa composition, et les conditions sous lesquelles, on réalise cette déformation [24, 25]. Le déclenchement d'un mécanisme ou de l'autre dépend de l'énergie de défaut d'empilement γ_{SFE} du matériau [26].

Ces deux derniers, étant les deux principaux mécanismes de déformation plastique à froid, auxquels s'ajoute pour certains matériaux, la transformation martensitique, qui résulte d'une modification de structure cristalline sous contrainte mécanique ou thermique.

I.2.1. Déformation plastique par glissement

Toutes les dislocations existantes dans un matériau déformé ne sont pas mobiles. D'une part, l'étude microscopique d'échantillons déformés montre que bien que les glissements des dislocations se produisent généralement dans des plans bien déterminés de la maille cristalline. En fait, le mode de déformation par glissement des dislocations est activé sur des plans de plus forte densité atomique, et selon les directions cristallographiques distance interatomique la plus courte. Le tableau I.2 présente quelques-uns des principaux systèmes de glissement observés. D'autre part, la présence des défauts dans le réseau privilégie aussi ce mode de déformation. Les défauts sont de natures diverses :

- Défauts d'origine purement cristallographiques où il y a absence d'atomes dans certains sites (lacunes), des domaines complets peuvent être vacants.
- Défauts induits par des impuretés (inclusions) ou atomique (solution solide) [27].

Le mouvement des dislocations à travers le réseau cristallin du matériau déformé, se produit par un glissement des dislocations (glide). Les dislocations-coins se déplacent par un mécanisme dit « la montée » (climb), par contre les dislocations-vis se propagent par un mécanisme dit « glissement-dévié » (cross-slip) [28, 29].

La montée (climb) d'une dislocation est l'opération qui consiste à déplacer une dislocation en dehors de son plan de glissement. La montée d'une dislocation s'effectue par déplacement de crans le long de sa ligne, par absorption ou émission de lacunes. De fait, la montée est un processus thermiquement activé. Elle est principalement active lors de sollicitations à chaud lorsque la diffusion est importante (voir la figure I.3).

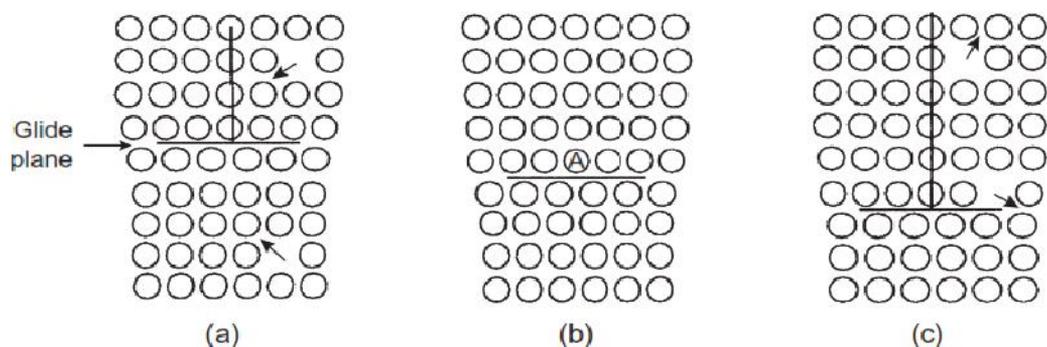


Figure I.3. Montée positive et négative d'une dislocation-coin. Les flèches indiquent le sens du mouvement des lacunes. En (b) la dislocation est centrée sur une colonne d'atomes A normale au plan de la figure. Si les lacunes dans le cristal diffusent vers la dislocation en A, la dislocation doit monter dans le sens positif comme dans (a). Si les lacunes sont générées dans la ligne de dislocation et diffusent loin alors la dislocation doit monter dans le sens négatif en (c) [28] .

Dans les métaux cubiques à faces centrées (tel que le cuivre) les dislocations-vis se déplacent dans les plans de famille $\{111\}$, mais peuvent passer d'un plan de type $\{111\}$ à un autre si celui-ci contient la direction du vecteur de Burgers \vec{b} . Ce processus est connu sous nom de glissement dévié (cross-slip), est illustré sur la figure (Fig. I.4.) Cette figure illustre les séquences des évènements (a), (b), (c) au cours d'un glissement dévié. La direction $[\bar{1}01]$ est commune au paquet des proches plans (111) et $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$. Une dislocation-vis est libre de glisser en (S), dans ces deux plans. Un glissement-déviée produit une surface de glissement, non plane. Un double glissement-déviée est montré sur la séquence (d) [28].

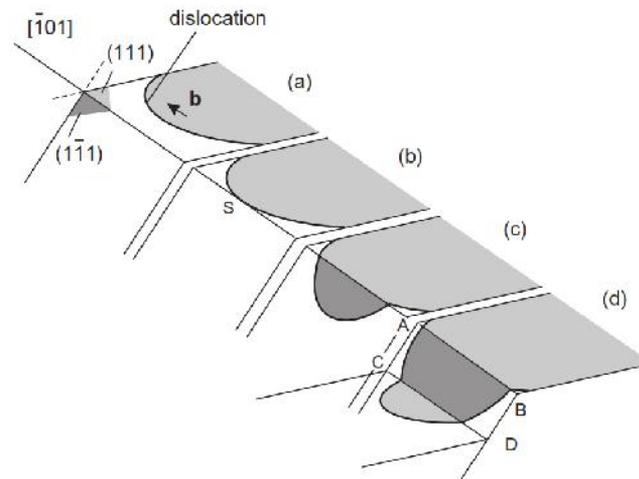


Figure I.4. Glissement-déviée dans un métal cubique à faces centrées [28].

Généralement les matériaux métalliques et les alliages sont polycristallins. Dans ce type de matériaux, les grains s'ajustent exactement mais leurs orientations cristallines sont distribuées de manière aléatoire dans tous les sens. Selon la loi de Schmid (Eq. I.2), chaque grain subit donc une déformation différente de celles des grains avoisinants. Il se crée alors des incompatibilités de déformation entre grains. Par ailleurs, comme les systèmes de glissement entre grains adjacents ne concordent pas entre eux, le mouvement des dislocations est le plus souvent bloqué aux joints de grains. Et souvent, il en résulte l'écrouissage de ces matériaux polycristallins: alors pour d'obtenir une déformation donnée, il faut appliquer un effort plus grand. D'une manière plus générale, les dislocations vont interagir avec tous les défauts présents au sein du cristal, contribuant par la sorte à l'écrouissage du matériau. Ces défauts ou obstacles peuvent être des atomes de solutés, d'autres dislocations ou encore des joints de grains, voire des joints de mâcles.

Tableau I.2. Les systèmes de glissement des différentes structures [30].

Structure cristallographique	Direction de glissement	Plan de glissement	Nombre de système de glissement	Exemples de métaux
c.f.c.	$\langle 110 \rangle$	$\{111\}$	12	Cu, Al, Fe- γ , Ni, Ag, Au
c.c.	$\langle 111 \rangle$	$\{110\}, \{112\}, \{123\}$	48	Fe- α , Mo, W, Nb
h.c.	$\langle 0001 \rangle$	$\{11\bar{2}0\}, \{11\bar{2}3\}$	9	Ti, Mg, Be, Zr- α , Zn

A l'échelle microscopique, la déformation plastique à froid est due essentiellement au mouvement de dislocations. Ce mode de déformation conduit à une modification de la forme des grains qui génèrent une structure fibreuse (voir Fig. I.5) [31].

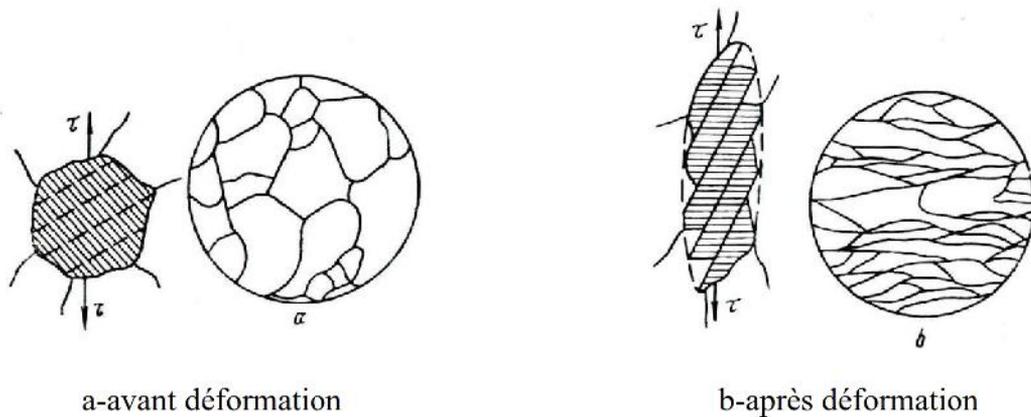


Figure I.5. Modification de la forme d'un grain sous l'effet du glissement (le pointillé visualise le joint de grain déformé qui semble régulier par des dimensions infimes des paquets de glissement) [31].

Dans les matériaux de structure cubique centré, et qui possèdent une forte et moyenne énergie de défaut d'empilement (Al : $\gamma_{\text{SFE}} \approx 170 \text{mJ} \cdot \text{m}^{-2}$, Cu : $\gamma_{\text{SFE}} \approx 80 \text{mJ} \cdot \text{m}^{-2}$), la déformation par glissement est la plus prépondérante. Par contre, pour les matériaux à faible énergie de défaut d'empilement, comme l'Argent ($\gamma_{\text{SFE}} \approx 22 \text{mJ} \cdot \text{m}^{-2}$), le maillage mécanique sur les plans $\{111\}$ juxtaposés (à basse température), et le glissement des dislocations partielles sont compétitives avec le glissement des dislocations parfaites [32, 33].

I.2.2. Activation des systèmes de glissement

La déformation plastique s'effectue donc suivant un nombre discret de modes de déformation. Quand on soumet un échantillon monocristallin à une force \vec{F} en traction ou compression simples, seule la composante projetée sur un système de glissement activable peut induire une déformation plastique. Considérons la composante tangentielle τ au plan de glissement et dans la direction de glissement. Avec les notations de la figure (Fig. I.6.), on obtient une expression pour cette cission résolue τ :

$$\tau = \frac{F}{S_0} \cdot \cos\theta \cdot \cos\chi \dots\dots\dots(\text{Eq. I.2})$$

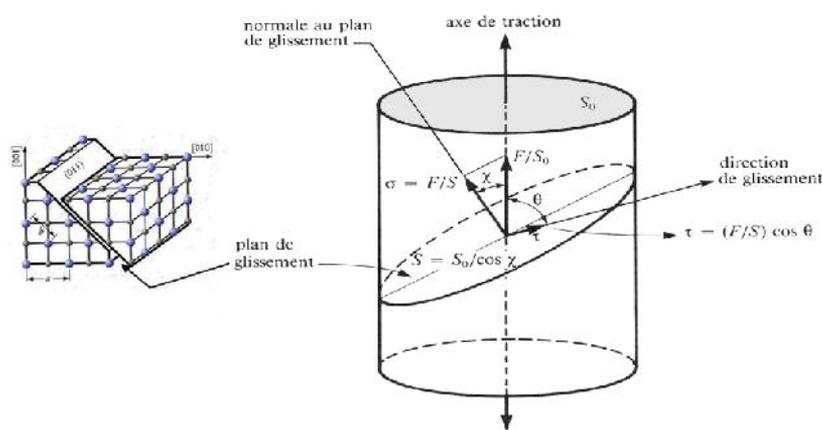


Figure I.6. Schéma illustrant la loi Schmid [28].

La contrainte macroscopique fondamentale pour l'activation d'un système considéré en fonction de la direction d'application, pourra être calculée grâce au terme $(\cos\theta \cdot \cos\chi)$ appelé « facteur de Schmid » pour ce système de glissement.

Il est cité dans la littérature également que, sauf cas très particuliers, le mouvement par glissement ne sera pas colinéaire à l'effort appliqué. Ces constatations montrent que la déformation plastique est, par nature, anisotrope [28]. Chaque système de glissement est caractérisé par sa valeur propre de Schmid. Cette valeur est maximale pour : $\theta = \chi = 45^\circ$. Dans ce cas, la limite élastique mesurée dans l'essai de traction est deux fois la contrainte de cisaillement nécessaire pour activer le système de glissement. Généralement la valeur du facteur de Schmid est comprise dans l'intervalle $[0 - 0,5]$. Si le système de glissement est orienté d'une manière non-optimale, la limite élastique est encore plus grande [13].

Finalement, Il faut noter que « Le système de glissement activé est celui qui possède le facteur de Schmid le plus élevé ».

I.2.3. Déformation plastique par maclage

Dans les métaux de structure cubique, les deux modes de déformations les plus répandus sont le glissement et le maclage mécanique. La valeur de l'énergie de défaut d'empilement γ_{SFE} est le paramètre qui détermine le choix du mode de déformation. Dans les métaux à faibles valeurs de γ_{SFE} , la difficulté pour les dislocations de se déplacer par le processus de glissement-déviée (cross-slip), réduit la capacité d'un matériau à changer sa forme durant la déformation plastique, uniquement par des glissement, cela exige alors la production de maclage. Le maclage est un mode de déformation beaucoup plus compliqué que le glissement.

Certains matériaux polycristallins réagissent au cisaillement auquel ils sont soumis par un mécanisme particulier nommé « le maclage », il ne repose pas sur le glissement des dislocations. Dans le macle, les atomes du matériau se déplacent de telle manière que le réseau non transformé et le réseau maclé deviennent symétriques par rapport à un plan, dit « plan de macle ». Ce mécanisme requiert d'importantes concentrations de contrainte. Le glissement et le mâclage sont les deux principaux mécanismes permettant d'accommoder la déformation plastique, mais alors que le glissement produit des déplacements qui sont des multiples entiers de la distance interatomique, lors du mâclage, les atomes se déplacent de moins d'une distance interatomique. Le déplacement coordonné des atomes induit une désorientation cristallographique de la région mâclée par rapport au reste du cristal.

Toutefois, le mécanisme de mâclage peut aussi s'interpréter à partir du mouvement des dislocations, en considérant le déplacement de dislocations partielles. En changeant localement l'orientation du cristal, le mâclage selon un plan, peut activer de nouveaux systèmes de glissement, si des conditions sont favorables. Le tableau (I.3) résume les principaux systèmes de maclage pour différentes structures.

Par conséquent, l'importance du mâclage sur la déformation totale est particulièrement marquée dans les matériaux où le nombre de systèmes de glissement est réduit, comme ceux de structure hexagonale compacte [32].

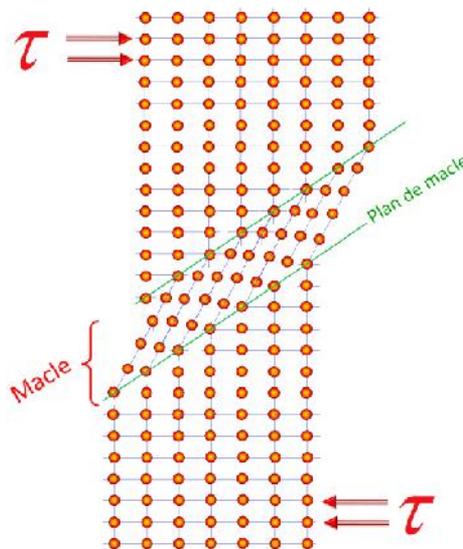


Figure I.7. Maclage dans les cristaux C.F.C [34].

Dans certains cas, les macles apparaissent comme un mode de déformation complémentaire de glissement et ce mode existe fréquemment dans les métaux cubiques centrés (c.c.), à température inférieure à la température ordinaire, tel que Fe_{α} (Fer alpha), et dans les métaux (c.f.c). Une température assez basse, et des déformations plastiques à fortes vitesses favorisent aussi la déformation par maclage mécanique. Il est à noter qu'une énergie de défaut d'empilement γ_{SFE} faibles est un facteur en faveur pour ce mode de déformation, cela a été observé pour les métaux comme l'Argent : $\gamma_{SFE} \approx 22 \text{mJ} \cdot \text{m}^{-2}$, et pour les alliages tel que le laiton (70:30 brass) ou l'acier304 (acier austénique) : $\gamma_{SFE} \approx 20 \text{mJ} \cdot \text{m}^{-2}$.

Tableau I.3. Les systèmes de maclage pour différentes structures [35].		
<i>Structure cristallographique</i>	<i>Direction de macle</i>	<i>Plan de macle</i>
c.f.c.	$\langle 110 \rangle$	$\{111\}$
c.c.	$\langle 111 \rangle$	$\{112\}$
h.c.	$\langle 10\bar{1} \rangle$	$\{10\bar{1}2\}$

Le mécanisme de maclage de déformations peut être actif pour les matériaux à forte valeur de l'énergie de défaut d'empilement, comme le cuivre pur, mais pour des taux de déformations très élevés ou basses températures [33, 36].

Il paraît qu'il contribue plutôt au relâchement des contraintes engendrées par les hétérogénéités des déformations plastiques. Il peut aussi contribuer à une rotation du cristal qui permet au glissement facile de se poursuivre [37].

I.2.4. Microstructure de déformation

Puisque les germes de recristallisation se forment généralement dans les hétérogénéités de déformation, la caractérisation de microstructure de déformation est de première importance dans l'étude de l'évolution microstructurale post-déformation, avec ou sans activation thermique, afin de mieux étudier certaines propriétés du matériau, propriétés mécaniques (malléabilité, dureté, résistance à la rupture, plasticité, ...), propriétés physiques (résistivité électrique, conductivité thermique,...), et métallurgique (texture de recristallisation, résistance à la corrosion,...). Les hétérogénéités sont nécessaires car elles possèdent les variations locales de la densité de dislocations et elles sont souvent ancrées par les joints de grains à grands angles (High Angle Grain Boundary).

Pour de faibles taux de déformations, des structures cellulaires de dislocations se développent souvent avec des sous-joints orientés parallèlement au plan de glissement [38]. En étudiant le cuivre à l'aide d'un microscope électronique à transmission (MET), Hatherly et Malin (1979) [38] avaient établi qu'à un taux de déformation de 5%, la configuration des dislocations consistait en petits faisceaux primaires de dislocations, et qui seraient remplacés par des structures cellulaires (sous-grains), sensiblement équiaxiales, dont la taille diminue avec l'augmentation de la déformation. La structure cellulaire se développe mieux au-delà d'une déformation de 1% , et une désorientation travers les sous-joints de 0,5° jusqu'à 1°. Gil-Sevillano et al. [39] avaient trouvé que la taille des cellules diminue rapidement en premier lieu avec l'augmentation de la déformation mais avec une diminution de la vitesse de déformation, et que les désorientations entre les cellules avoisinantes croissent faiblement. Les structures de sous-grains « blocs de cellules » ainsi définis sont typiquement dans les matériaux ayant une haute énergie de défauts d'empilement comme l'Aluminium, dans lequel les dislocations doivent s'arranger dans des configurations de basses énergies. Le cuivre et ses alliages, produisent moins de structures de sous-grains« blocs de cellules », dans lesquelles les murs des sous-grains sont formés de denses enchevêtrements de dislocations « murs denses de dislocations ».

La déformation plastique d'un matériau métallique ou alliages polycristallins, entraîne l'apparition de différents éléments microstructuraux, et il est judicieux de classer ces microstructures par ordre hiérarchique, selon l'échelle d'hétérogénéité.

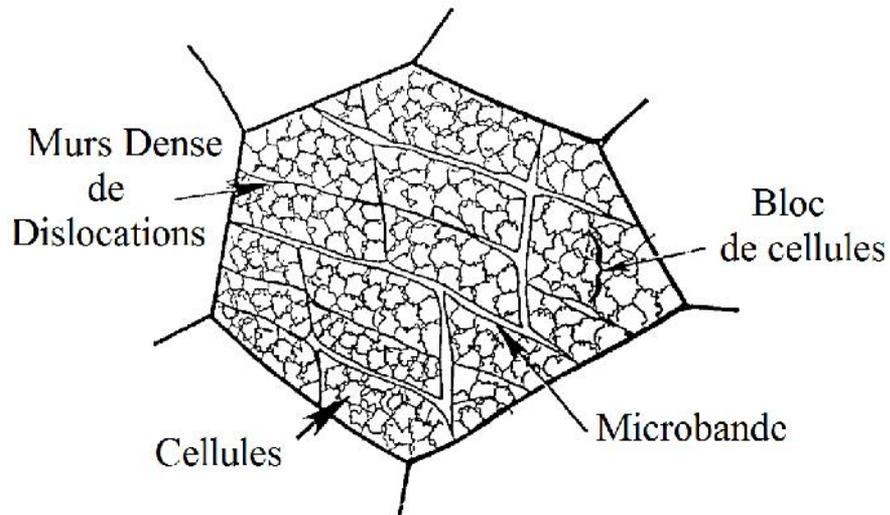


Figure I.8. Blocs de cellules et murs denses de dislocations [40].

Sur la figure (I.9), On présente la hiérarchie de la microstructure dans un métal polycristallin déformé par glissement. Les différents éléments sont montrés sur une échelle de taille croissante : (a) Dislocations, (b) Bandes de dislocations, (c) Bandes de déformation et de transition avec le grain, (d) L'échantillon et les bandes de cisaillement à l'échelle granulaire.

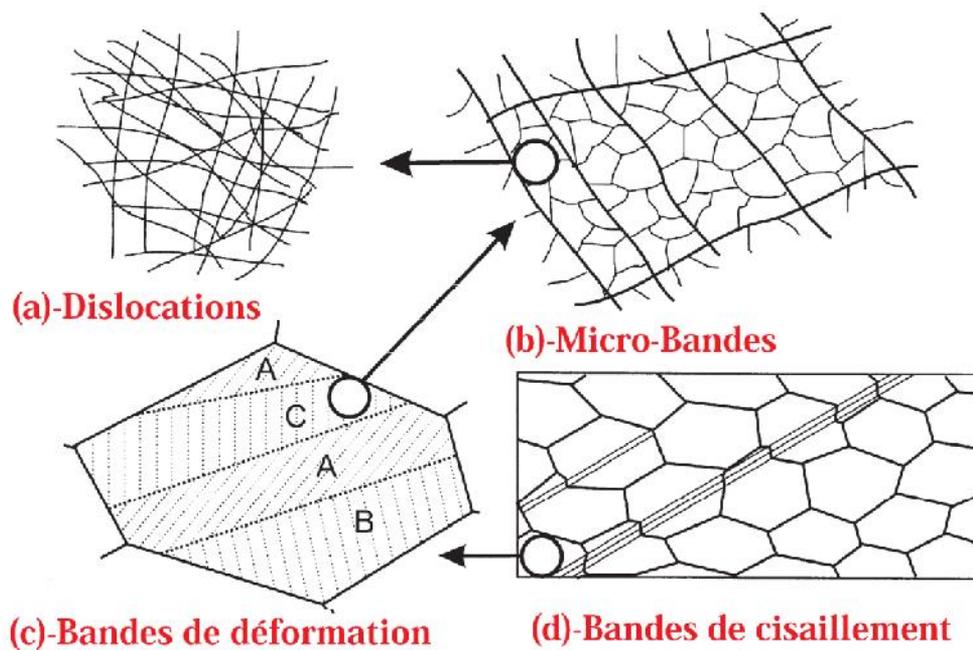


Figure I.9. Hiérarchie microstructurale de déformation [33].

Les dislocations peuvent exister sous forme « enchevêtrements » ou « forets » (Fig.I.9.a), ou former des structures aléatoires libres, plus particulièrement après faible déformations. Dans les métaux, dans lesquels ne se forment pas des cellules.

L'addition de 3-5% de Mg à l'Aluminium en solution solide, empêche la restauration dynamique et prévient la formation des structures cellulaires de dislocations et autre joints de dislocation [41, 42]. On avait trouvé beaucoup de dislocations arrangées dans des configurations géométriques diffuses selon les plans de glissement $\{111\}$, qui définissent : « Le réseau de Taylor »[43]. Les régions adjacentes au réseau de Taylor étaient désorientées de $0,5-1^\circ$, et étaient séparées par des joints diffuses (joints de domaines).

Luiggi et al. [44] avaient étudié expérimentalement l'interaction entre le processus de recristallisation et le processus de précipitation dans l'alliage commercial de l'Aluminium AA8011, au cours du laminage, par la microscopie électronique à transmission. Ils avaient conclu que le laminage introduit une certaine densité de dislocations, qui augmente avec le taux de déformation. Pour de bas vitesses de déformation, les dislocations sont distribués de manière hétérogène et désordonnée, formant des enchevêtrements, cependant pour de hautes valeurs de déformations, la distribution des dislocations tend montrer un certain ordre.

Cellule et sous-grains : Dans la plus part des métaux, la majorité des dislocations produites lors du processus de déformation forment des joints de cellules ou sous-grains (Fig.I.9.b), ce sont des plus petits volumes dans la microstructure déformé. Les figures (I.10. et I.11.) montrent des micrographies de cellules de dislocations dans le Cuivre déformé, obtenues par microscopie électronique à transmission. Certains murs de dislocations peuvent être alignés ou avoir différentes désorientations.

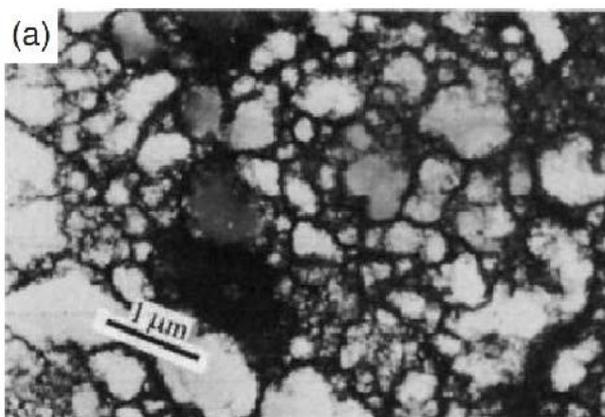


Figure I.10. Structure cellulaire dans le cuivre déformé par laminage à froid, à 25% [33].

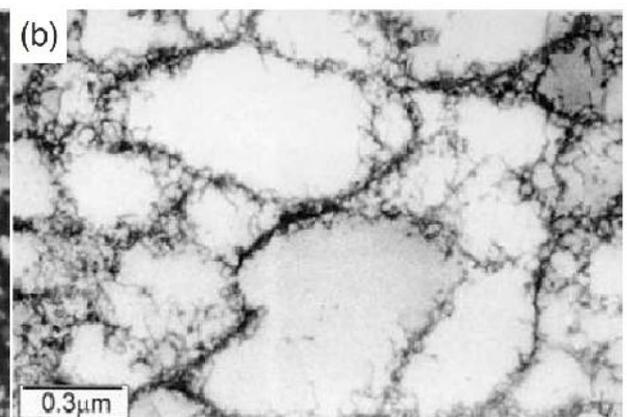


Figure I.11. Les détails d'une structure cellulaire [33].

Dans la figure I.12. , on observe la microstructure de déformation de l'Aluminium déformé à froid, à 5%. Le nombre de dislocations augmente avec l'augmentation de la déformation. Le plus grand nombre de dislocations participent à la formation des enchevêtrements, Ces derniers forment graduellement des murs de dislocations, qui diviseront par la suite le volume en cellules de dislocations, dont l'intérieur est exempt de dislocations. Le terme de structure cellulaire est de avoir été adopté en métallurgie physique pour ce type de structure de déformation en analogie avec le terme de structure cellulaire utilisé pour les plantes en Botanique.

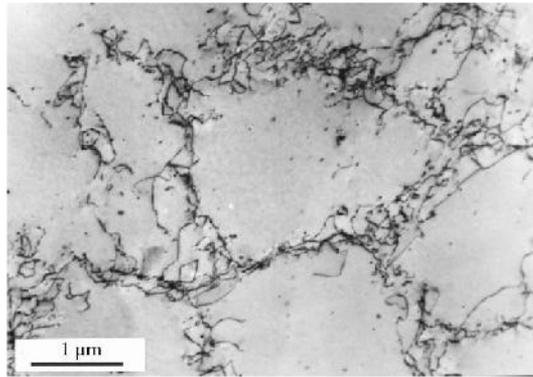


Figure I.12. Aluminium déformé à froid, à 5% [45].

Dans la figure I.13., on observe la microstructure de déformation de l'Aluminium déformé à froid, à 30%. Avec l'augmentation de la valeur de déformation, le nombre de dislocations dans les murs cellulaires augmente aussi et la taille de ces cellules diminue, mais l'intérieur des cellules demeure exempt des dislocations.

Dans la figure I.14., on observe la microstructure de déformation de l'Aluminium déformé à froid, à 50%. Après des déformations de valeurs supérieures à 50%, on constate un affinement des cellules [45].

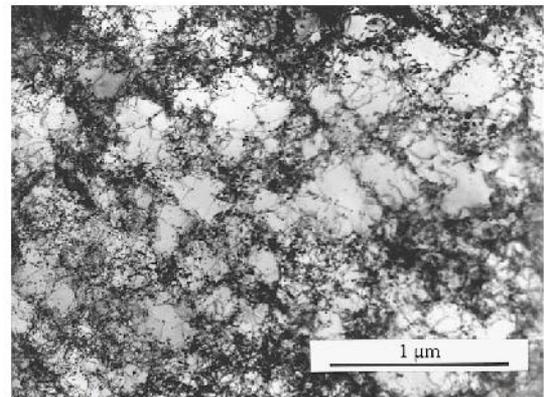
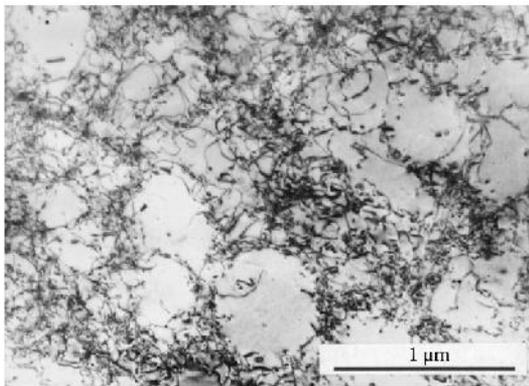


Figure I.13. Aluminium déformé à froid, à 30% [45]. **Figure I.14.** Aluminium déformé à froid, à 50% [45].

Bandes de déformation et Bandes de transition : Il a été trouvé que des grains individuels dans l'échantillon, particulièrement dans les matériaux à gros (coarse grain) grains, se subdivise sur une large échelle durant la déformation en petites régions de différentes orientations (voir Fig. I.9.-c-), cette subdivision est une conséquence de contraintes inhomogènes transmises aux grains avoisinants, ou de l'instabilité intrinsèque du grain durant la déformation plastique. Les **bandes de déformations** résultantes, se déforment selon les différents systèmes de glissement et doivent en l'occurrence développer des orientations largement divergentes. Les régions étroites entre les bandes de déformations, qui pourraient être aussi bien diffuses que pointues (exiguës), sont appelées les **bandes de transition** [46-50]. Les bandes de transition sont donc, constituées par un ensemble de microbandes, séparant des zones adjacentes fortement désorientées d'un même grain. Elles sont souvent parallèles à la direction de déformation principale et accommodent des désorientations supérieures à 20° sur des épaisseurs allant de 1 à $2\ \mu\text{m}$. Des exemples de bandes de déformation sont illustrés par les micrographies des figures (I.15 et I.16).



Figure I.15. Laiton 70:30, comprimé à 12%, présentant des bandes de déformations [51].

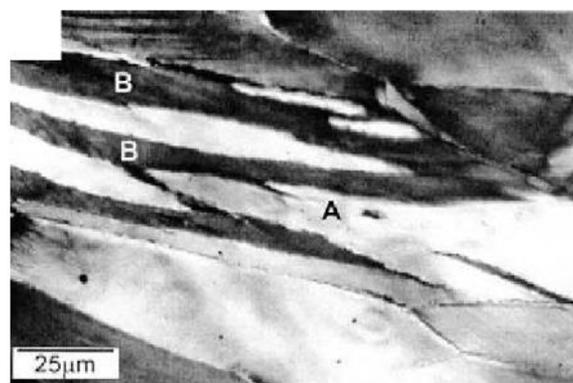


Figure I.16. Bandes de déformation (B) dans le grain (A), de l'alliage Al-1%Mg [51].

Les bandes de cisaillement : En plus des bandes de déformation et les bandes de transition qui leurs liées, les bandes de cisaillement sont aussi d'importants produits d'une déformation plastique, car ils jouent le rôle de sites notoires de germination. Hu et al.[52] avaient étudié les bandes cisaillement dans le cuivre et ils avaient trouvé qu'à des déformations plus grandes que 0,7, les bandes de cisaillement apparaissent. Ces bandes correspondent à des zones étroites d'intense cisaillement et qu'ils se produisent indépendamment de la structure du grain et indépendamment aussi considérations cristallographiques habituelles.

Dans les matériaux laminés, les bandes de cisaillement se produisent à des angles autour de 35° du plan de laminage et parallèle à la direction transversale.

Dans les matériaux à faible énergie de défaut d'empilement γ_{SFE} , les bandes de cisaillements peuvent accumulé plus de 70% du volume de l'échantillon. Dans les matériaux à haute énergie de défauts d'empilement, ces bandes sont plus étroites et prennent un volume plus réduit de la structure déformé. Mathur et Backofen (1973) [53]avaient modélisé les bandes de cisaillement dans le Fer, en se basant sur l'hypothèse d'un cisaillement produit selon certains plans préférentiellement orientés, jusqu'à ce que le taux de durcissement par écrouissage devienne trop faible pour supporter suffisamment un glissement cristallographique. Cette hypothèse était réconfortée par le travail de recherche de Ridha et Hutchinson (1982) [54], sur l'investigation des mécanismes de la recristallisation et l'origine de la texture Cube pour deux lots de d'échantillons en cuivre laminé contenant différents taux d'impureté(Oxygène). Ils avaient trouvé qu'à partir d'une déformation de 70% , le cuivre ayant un faible taux d'impureté en oxygène produit des bandes de cisaillement par contre le cuivre avec un taux élevé d'oxygène n'en produit pas.

Enfin des processus de transformation qui accompagnent simultanément la déformation plastique, telle que la restauration dynamique ($T \geq 0,2.T_f$) ou des traitements thermiques tels que le recuit post-déformation, permettent d'éliminer une quantité importante des défauts (lacunes, interstitiels, et dislocations) créés lors de la déformation du matériau.

I.3.Liens entre énergie stockées et déformation plastique

L'énergie stockée dans un matériau, après une déformation plastique, est la quantité d'énergie mécanique retenue dans ce matériau, on l'estime aux environs de $\sim 1\%$ de l'énergie totale produite lors de ce processus mécanique de mise en forme. La partie la plus importante de l'énergie produite est dissipée sous forme de chaleur. Chaque matériau déformé emmagasine une quantité d'énergie, selon un certain nombre de paramètres intrinsèques liés à la nature même du matériau (type du matériau, impuretés,...), et/ou des paramètres extrinsèques qui se rapportent aux conditions de déformation, tels que le mode, la vitesse, et le taux de déformation, ainsi que la température du travail.

L'énergie stockée, est due aux défauts produits lors de la déformation plastique, défauts ponctuels (lacunes, auto-interstitiels), défauts linéaires (les dislocations), et défauts plans (défauts d'empilements). Cependant, la mobilité des lacunes et des interstitiels est tellement grande, qu'à l'exception du cas spécial de déformation à de très basses températures, les défauts ponctuels ne contribuent pas de manière significative à l'énergie stockée de déformation.

Dans les cas usuels de déformation à température ambiante, la totalité de l'énergie stockée est dérivée de l'accumulation de dislocations soit dans la matrice, soit dans les joints, et la différence essentielle entre l'état déformé et l'état recuit, est liée à la densité de dislocations et leurs arrangements. A cause de ceci, que les discussions sur la signification et l'interprétation de la microstructure de déformation durant la restauration et de recristallisation doivent être basées sur les notions de densité, distributions, et arrangements de dislocations.

L'augmentation de la densité de dislocation est due au piégeage continu des dislocations mobiles nouvellement créées par les dislocations existant déjà, et leur incorporation dans divers éléments microstructuraux caractérisant l'état déformé. L'un des plus simples de ces éléments microstructuraux, est la forme du grain. Lors de déformation, les grains du métal polycristallin changent leurs formes de manière qui correspond au changement de forme macroscopique. Il en résulte l'augmentation de la surface de joint de grain.

Si on considère par exemple le cas de grains ayant une forme cubique déformé par un procédé de laminage. Après une réduction de 50%, la surface du grain varie de $\sim +16\%$; après une réduction de 90% la surface augmentera de $+270\%$, et après 99% de réduction, alors l'augmentation en surface sera de 3267% . L'augmentation de la surface de joint de grains durant la déformation, se fait par l'incorporation continue de dislocations créées lors de cette déformation [33]. L'énergie associée à l'augmentation de la surface de joint de grain représente une part significative de l'énergie stockée due à la déformation plastique à froid, et il est clair que cette énergie soit d'autant plus grande que les grains sont petits et la déformation est grande.

Divers approches pour évaluer l'énergie stockée avaient été appliquées par différents auteurs. De manière générale, ils sont en accord que la valeur de cette énergie est approximativement donnée par les composantes liées aux sous-joints des grains et à la densité des dislocations.

$$E_{\text{stockée}} = E_D + E_{SG} \dots\dots\dots(\text{Eq.I.3})$$

Pour la partie de l'énergie stockée associée aux microstructures cellulaires ou sous-grains, cette part d'énergie peut être estimée à partir du diamètre du sous-grain (D) et l'énergie spécifique (γ_s) des sous-joints de grains à faible angle qui délimitent les murs des sous-grains.

La surface des joints de grains à faible angle par unité de volume est $\sim \frac{3}{D}$ et c'est pour cela que l'énergie par unité de volume (E_{SG}) est approximativement donnée par :

$$E_{SG} \approx \frac{3\gamma_s}{D} \approx \frac{\alpha \cdot \gamma_s}{R} \dots\dots\dots(\text{Eq.I.4})$$

Où α un facteur géométrique $\approx 1,5$.

D : diamètre du sous – grain.

R : le rayon du sous – grain.

L'énergie des sous-joints de grains dépend de l'orientation de ceux-ci par rapport aux sous-grains qui leurs sont voisins, elle est estimée par l'équation donnée Read-Shockley.

$$\gamma_s = \gamma_m \cdot \left(\frac{\theta}{\theta_m}\right) \cdot \left[1 - \ln\left(\frac{\theta}{\theta_m}\right)\right] \dots\dots\dots(\text{Eq.I.5})$$

Où γ_m et θ_m : sont l'énergie de joint de grain et l'angle de désorientation maximale pour un joint à faible angle ($\theta_m \leq 15^\circ$) respectivement.

Pour la partie de l'énergie stockée associée à la densité de dislocations. Si l'énergie de noyau de dislocation est négligé, et si on suppose que une élasticité isotopique, alors l'énergie de dislocation E_{dis} par unité de longueur de dislocation-ligne est donnée par [55]:

$$E_{dis} = \frac{\mu \cdot b^2 \cdot f(v)}{4\pi} \cdot \ln\left(\frac{R}{R_0}\right) \dots\dots\dots(\text{Eq.I.6})$$

Où : R est le plus grand rayon de coupure (usuellement, pris comme la distance de séparation entre dislocations estimé par $\rho^{-\frac{1}{2}}$)

R_0 est la valeur la plus basse de rayon de coupure (dont la valeur, généralement, est prise entre b et $5b$), b est le module du vecteur de Burgers.

$f(v)$ est une fonction de Poisson du rapport(v), qui pour une population de dislocations- coins et dislocations- vis, elle est donnée par $\sim \frac{1-v}{1-v^2}$.

Pour une densité de dislocations ρ , l'énergie stockée est donnée par :

$$E_D = \rho \cdot E_{dis} \dots\dots\dots(\text{Eq.I.7})$$

Finalement, l'expression de l'énergie stockée peut être écrite comme suit :

$$E_{\text{Stockée}} = \frac{\mu \cdot b^2 \cdot f(v) \cdot \rho}{4\pi} \cdot \ln\left(\frac{R}{R_0}\right) + \frac{\alpha}{R} \cdot \gamma_m \cdot \left(\frac{\theta}{\theta_m}\right) \cdot \left[1 - \ln\left(\frac{\theta}{\theta_m}\right)\right] \dots\dots\dots(\text{Eq.I.8})$$

Dans la plus part des cas, lorsqu'on calcule l'énergie stockée, la composante de l'énergie due aux dislocations est simplifiée par la forme suivante :

$$E_S = E_D = c \cdot \mu \cdot b^2 \cdot \rho \dots\dots\dots(\text{Eq.I.9})$$

c : Constante sans dimension dépendant du type de dislocations posée $\approx 0,5$.

En étudiant les liens entre hétérogénéités de déformation et les mécanismes de recristallisation, dans le cuivre et ses alliages, Gerber[56], avaient calculé l'énergie stockée par la méthode d'analyse des profils de DRX, avaient montré que celle-ci dépendait du taux de déformation, de l'orientation cristalline, et des types de texture globales et locales des. Dans sa thèse de doctorat, Jakani avait essayé de comprendre l'influence de la présence des impuretés en faibles quantités (de 1 à 10ppm en poids de S et de Pb), sur la cinétique de recristallisation dans les fils de cuivre industriel, et comment ces impuretés altèreraient leurs comportements au recuit, il avait conclu que l'énergie stockée lors du tréfilage augment avec la teneur en impuretés, et qu'elle est plus élevée dans les cristallites appartenant à la fibre $\langle 111 \rangle // \text{DN}$ et que dans ceux appartenant à la fibre $\langle 001 \rangle // \text{DN}$, mais la différence d'énergie entre ces deux fibres s'amenuise quand le taux d'impuretés augmente[57].

L'énergie associée à cette augmentation de surface de joint de grains, représente une part significative de l'énergie stockée de la déformation à froid, et il est évident que cette part devient importante pour de grains fins et pour de grands taux de déformation.

Gil-Sevillano et al.[39], avaient considéré le cas d'un métal sévèrement comprimé ($\epsilon = 5$, i.e. réduction en épaisseur de $\sim 99,3\%$), avec des grains de forme cubique et une taille de grain de $10\mu\text{m}$. Il a été assumé que l'énergie de joint de grain demeure constante à une valeur de $0,7 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$. Dans ces conditions, L'énergie stockée dans les joints de grains est estimée aux alentours de $\sim 10^6 \text{ J} \cdot \text{m}^{-3}$, i.e. $\sim 71 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1}$ pour le cuivre pur.

I.4. Etapes de restauration et de recristallisation

I.4.1. Théories de la restauration et de la recristallisation

La déformation plastique des matériaux métalliques a été pratiquée pendant des millénaires. Comme exemple, des peuples qui vivaient durant les cinq milles ans, dans les régions avoisinantes le Golf Arabe, la Mésopotamie, avaient utilisé la déformation plastique pour mettre en forme l'Argent, l'Or, et le Cuivre (qui n'a pas entendu parler du Damascène). Aux pays de l'Inde, et à l'extrême Orient aux abords de la mer Jaune, en Chine, et au Japon, on perfectionnait déjà le travail des alliages de fer pour la fabrication des armes de guerres notamment les sabres. C'est pour cela que du savoir concernant le durcissement par écrouissage et adoucissement par recuit ou par déformation à chaud existaient déjà en ces temps-là. Les connaissances disponibles autrefois, sur ses phénomènes, avaient été collectées et résumées vers 1540, par Biringuccio dans son classique intitulé De La Pirothechnia :

« Toute déformation sur l'Or et l'Argent comme sur le Cuivre peut être travaillé à chaud comme à froid, seulement vous devez être conscient pour recuire l'objet travaillé, à chaque martelage ou bien si besoin »

En Allemagne, en 1881, Kalisher [58], en travaillant avec des lamelles en Zinc, suggérait que la déformation plastique « détruit la cristallinité » du Zinc, cependant le recuit à une température définie, causait la régénération de sa structure cristalline. C'est ainsi que le terme « recristallisation » naquit.

Le texte original est le suivant :

« Der Vorgang kann demnach so gedacht werden, dass das Zink seine krystallinische Struktur, die es beim Erstarren annimmt, durch das Walzen verliert und wenn es auf eine Temperatur erwaermt wird, welche diejenige, die es beim Walzen erhaelt, überschreitet, die krystallinische Struktur wiedergewinnt. »

Avec l'utilisation de la microscopie optique par Sorby [59, 60] (1886-1887), dans le but de faire des observations de la microstructure de l'acier, c'est à dire la naissance de la métallographie. La métallographie est peut-être le plus important évènement dans le XIX^{ème} siècle ; le microscope optique avait été largement employé dans les études de recristallisation. Plus tard, Stead [61] (1898) affirme que la recristallisation débute par la germination et se poursuit par la croissance, c'était un pas important vers la compréhension de cette transformation à l'état solide.

Dans leurs travaux publiés en 1899 et 1900, Ewing et Rosenhain [62-64] affirmèrent que les polygones (polyèdres, en 3D), qui ont été observés sur les surfaces polies et attaquées, des échantillons, sont des cristaux. Entre autres choses, ils conclurent que les métaux se déforment plastiquement par glissement de leurs plans cristallins et ne perdent pas leurs cristallinité durant la déformation. Cependant, seulement en 1911-1912, que Von Laue [65] découvrit la diffraction des rayons X sur les cristaux, cette technique puissante a été largement utilisée plus tard, pour confirmer la cristallinité des métaux et autres matériaux. Parallèlement au progrès dans le domaine expérimental, la théorie de la cristallographie était en train de se construire. C'est Ainsi que le livre intitulé « le traité sur la cristallographie », qui a été édité à Cambridge (en 1839), par Miller [66], avait trouvé une terre fertile pour se développer et se propager grâce à la diffraction des rayons X. En 1914, apparut le premier livre dans ce domaine nouveau de connaissance, fut nommé « métallurgie physique » et qu'aux années 60, sera transformé en « science des matériaux » [67].

Dès lors, les recherches sur la recristallisation avaient déjà débuté ; dans les premières revues [68, 69], des années 1920, on avait traité ce phénomène et lui consacré un chapitre de livre [70] (volume) complet, vue la quantité, l'importance, et la valeur des résultats obtenus. Au début de cette décennie, Alterthum [71] publia un travail, très important du point de vue conceptionnel, dont lequel il affirme que la recristallisation et la croissance du grain possédaient des forces motrices distinctes.

En 1924, Wever [72] publia les premières figures de pole de métaux laminés à froid tel que l'Aluminium et le Fer. Puis Burgers et Louwse [73] suggéraient que, la texture de recristallisation de l'Aluminium monocristallin, résultait d'une germination orientée (« théorie de la germination orientée »). La « théorie de croissance orientée des grains » n'avait gagné le terrain qu'au début des années 1950, défendue alors par Beck et ses collaborateurs [74].

En 1934, Orowan [75], Taylor [8], et Polanyi [76] présentaient, indépendamment, le nouveau concept de dislocation. Le chemin fut ouvert pour la compréhension du durcissement par écrouissage, et les phénomènes qui se produisent lors du recuit des matériaux durcis par écrouissage, cependant, les outils expérimentaux qui permettaient de fournir des preuves microstructurales incontestables demeuraient insuffisants.

Les recherches sur la cinétique de recristallisation, étaient effectuées de façon presque indépendante, à partir des travaux de recherches sur les mécanismes de la recristallisation. En 1940, on savait déjà, que la cinétique de la recristallisation suivait une loi connue sous le nom

de « la relation KJMA », qui exprimait la fraction volumique recristallisée en fonction du temps, pour un recuit isotherme. Cette relation fut établie auparavant, indépendamment par Kolmogorov [77], Avrami [78-80], et par Johnson-Mehl [81]. En 1941, Le fameux livre W.G.Burgers a été publié, probablement le premier livre qui traite le phénomène de recristallisation, il est considéré comme un classique de référence pendant plusieurs décades [82].

En 1949, R. W. Cahn publia dans le Journal de l'Institut des Métaux (Journal of the Institute of Metals), comme étudiant membre, son classique : un travail sur la polygonisation durant le recuit des matériaux monocristallins déformés plastiquement par courbement (pliage). Cahn était le premier pionnier, à avoir utilisé les concepts de dislocation et avoir présenté les preuves expérimentales obtenues par la microscopie optique des réarrangements de dislocations au cours d'un traitement thermique de recuit des matériaux cristallins déformés. En 1949, Heidenreich, avait aussi observé pour la première fois, à l'aide d'un microscope à transmission (TEM), les sous-grains dans l'Aluminium [83]. Depuis ce temps-là, les modèles de « la germination de la recristallisation » par la croissance de sous-grains, proposés par Beck [84] et Cahn [85], et par Migration de joints de grains Induite par Déformation (SIBM), proposé Beck et Sperry [86] ont été introduit. Les deux modèles ont été suggérés sur la base des observations effectuées par microscopie optique.

Burke et Turnbull, en 1952, recueillirent les connaissances disponibles jusqu'au début de 1950, de manière pratique et objective sous la forme simple nommée les 7 « lois de recristallisation ». Il est intéressant de remarquer que des concepts fondamentaux tels dislocations, germination, croissance, et texture cristallographique, n'ont pas été mentionnées dans les « lois de recristallisation » [87].

Avec les avancées dans le domaine de la microscopie par transmission et les améliorations performées dans la théorie de dislocation, la connaissance de la sous-structure de déformation, et de son évolution au cours du recuit doivent être étudiées avec plus de détails. Dès les débuts des années 60, Swann [88] avait étudié l'arrangement des dislocations dans métaux et les alliages métalliques à structure CFC. Keh et Weismann [89] avaient réalisé le même travail pour les métaux et les alliages métalliques à structure cubique centrée (C.C). On peut citer particulièrement des articles importants, comme ceux écrits par Hu [90, 91], dans lesquels, il suggère une germination de recristallisation à travers la coalescence des sous-grains par rotation ; et les travaux de Bailey et Hirsch [16], ayant observé en détail la migration des

jointes de grains induite par déformation (SIBM) durant un traitement de recuit. Dans les deux cas, la microscopie électronique par transmission était le principal outil d'observation des sous-structures et des défauts cristallins.

Vers la fin des années 1950, Lücke et Detert [92] avaient proposé la première théorie quantitative sur l'interaction des solutés et des joints de grains mobiles. Aux débuts de 1960, Doherty et Martin [93] montrèrent que les dispersions de précipités peuvent aussi bien accélérer (gros précipités dispersés) ou retarder (dispersion fine ; petits précipités rapprochés) la recristallisation.

Très tôt aux débuts des années 1970, un groupe de chercheurs de l'Université de Sussex, dirigé par R. W. Cahn et R. D. Doherty, avaient commencé une série d'études expérimentales [48, 49, 94-96] sur l'influence des hétérogénéités de déformation sur la recristallisation et la modélisation qui en découle [97, 98]. Aussi en 1970, Haeflner organisa à Stuttgart des séries de présentations sur différents aspects de la recristallisation, exposés par des douzaines de spécialistes invités à ces occasions. Ces présentations ont été publiées sous la forme d'un livre en 1971, puis sera réédité plus tard en 1978 [99], ce livre a considérablement contribué à l'organisation des connaissances, la nomenclature et la terminologie dans ce domaine.

Les années 1980 ont vu des avancées importantes pour deux techniques expérimentales, devenues plus puissantes encore dans le domaine de recherche sur la recristallisation et les phénomènes qui lui sont reliés. On peut citer le progrès acquis dans les techniques de la détermination des relations entre les orientations locales (à l'échelle du micromètre) dans les matériaux cristallins, particulièrement de la technique de la diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron BackScattered Diffraction –EBSD), utilisant les lignes de Kikuchi produites dans un microscope électronique à balayage [100, 101]. Avec l'aide de la technique EBSD, il est devenu possible de déterminer avec une précision acceptable et dans un temps relativement court, l'orientation d'un grand nombre de microrégions de dimensions de l'ordre de $0,3\mu\text{m}$. On peut augmenter la résolution, avancer dans le domaine submicronique (en dessous de $0,3\mu\text{m}$) ; Cette technique (FEG-SEM) permet d'obtenir la distribution des orientations (macrostructure et microstructure), et la distribution des caractères des joints de grains (méso-texture) aussi bien dans les matériaux déformés que dans ceux recristallisés, comme il est possible d'avoir des informations détaillées sur les types des joints de grains [102, 103]. Enfin, on doit souligner le progrès notable acquis dans la technique de détermination des mobilités (vitesses) des joints de grains et ceux des interfaces dans les solides [104].

Actuellement, on peut mesurer de façon continue, la vitesse de migration des joints de grains dans l'Aluminium aux hautes températures, avec une précision allant 0,5 jusqu'à 2%.

Finalement, il est intéressant de citer que le grand progrès qui s'est produit, ces dernières années dans le domaine de la recristallisation paraît être dû aux avancées dans les techniques expérimentales : développement de la métallographie 3-D avec l'utilisation des rayons X, issus des faisceaux rayonnements synchrotron dans des investigations In-situ à temps réel [105-107]. Azzeddine et al. [108], avaient réalisé une étude in-situ, sur les cinétiques de la précipitation dans l'alliage Cu-Ni-Si, sévèrement déformé, en utilisant la diffraction des rayons-X synchrotron.

I.4.2. Etape de restauration et de recristallisation statiques

I.4.2.1. Mécanisme de la restauration

Thermodynamiquement, un état déformé représente une instabilité énergétique, due à l'accumulation de défauts, lacunes, interstitiels et dislocations, au sein de la microstructure du matériau écroui. Un traitement thermique permet le retour continu (*restauration*) ou discontinu (*recristallisation*) à l'équilibre.

D'un point de vue énergétique, la restauration est définie comme étant tous les processus de relaxation de l'énergie stockée sans provoquer le mouvement des joints de grains « mobiles » (joints de grains dont les désorientations sont supérieures à 15°). Le terme de restauration se réfère à des changements dans un matériau déformé qui se produisent avant la recristallisation, et dont les propriétés retrouvent partiellement leurs valeurs d'avant la déformation. On sait maintenant que la restauration est principalement due à des changements dans la structure de dislocation du matériau, et en discutant la restauration, il est plus pratique de se concentrer sur les aspects microstructuraux.

On distingue deux types de restaurations : la restauration est dite « *dynamique* » si elle s'effectue au cours de la déformation, ou bien « *statique* » dans le cas où elle s'effectue après la déformation avec apport de chaleur (chauffage de recuit). Durant la restauration, l'énergie stockée du matériau est abaissée par un mouvement de dislocations. Cet abaissement de l'énergie se fait en plusieurs étapes : par la réduction de la densité de dislocations en éliminant les dipôles, et suppression des dislocations de signes opposées (annihilation), par un réarrangement des dislocations en configurations de plus basse énergie, et enfin la réduction du nombre de ces configurations, c'est la *polygonisation* (figure I.17) [109, 110].

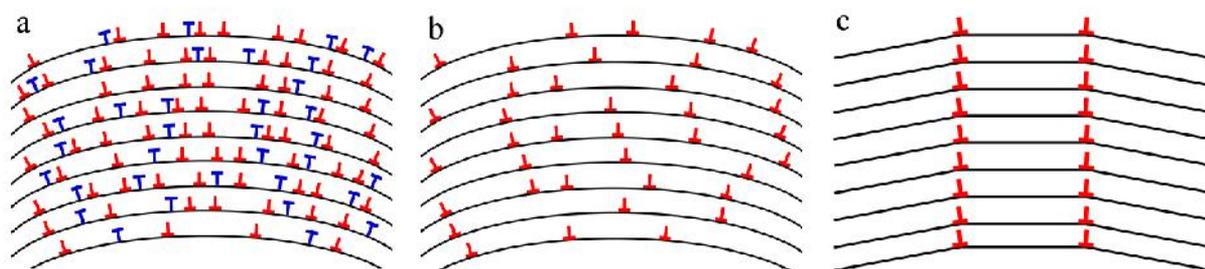


Figure I.17. Polygonisation d'un cristal courbé contenant des dislocations coins. a- déformé, b- après annihilation des dislocations, c- formation de joints inclinés [33].

Ces processus sont atteints par des mouvements de dislocations à travers le réseau cristallin du matériau, comme nous l'avons noté plus haut(§ I.2.1), les dislocations se meuvent par un glissement simple (glide), ou par un mécanisme dit « la montée » (*climb*) pour les dislocations-coins , et/ou par un mécanisme dit « glissement-dévié »(*cross-slip*) pour les dislocations-vis [28, 29].

Le tableau I.4 résume les mécanismes de contrôle de la vitesse des mécanismes du processus de restauration, proposés par différents auteurs.

Tableau I.4. Proposition pour le Contrôle de la vitesse des mécanismes de restauration.		
Articles sources	Mécanismes de contrôle de la vitesse	Matériaux étudiés
Kuhlmann(1947,1951)	Glissement	Al pur, les alliages Al-Mg
Cottrell /Aytakin [111, 112]	Glissement dévié	Zn pur, Mono et polycristallin.
Friedel (1964)	Glissement dévié	Al, Cu, Ag
Prinz et al. (1982)	Montée	Monocristaux de Cu et Ni
Nes (1995)	Glissement ou (solute drag)	Fe, Al, les alliages Al-Mg

Lors de restauration, une partie de l'énergie stockée est consommée dans la réorganisation des sous-structures de dislocations au sein de la matrice déformée.

D'un point de vue microstructural, on assiste, dans un premier temps, à une réorganisation de la sous-structure de dislocations par la formation de cellules denses. En activant thermiquement le mouvement des dislocations par élévation de la température de recuit, on diminue la densité totale de dislocations dans les cellules par annihilation, et par conséquent la microstructure évolue vers la formation des sous-grains. Chaque grain présente donc une sous-structure constituée de cellules ou de sous-grains désorientés de quelques degrés

par rapport à l'orientation initiale du grain. Puis, ces sous-grains évoluent par mouvement des sous-joints pour atteindre une structure minimisant l'énergie stockée, il en résulte la croissance de ces sous-grains (figure I.18)[33].

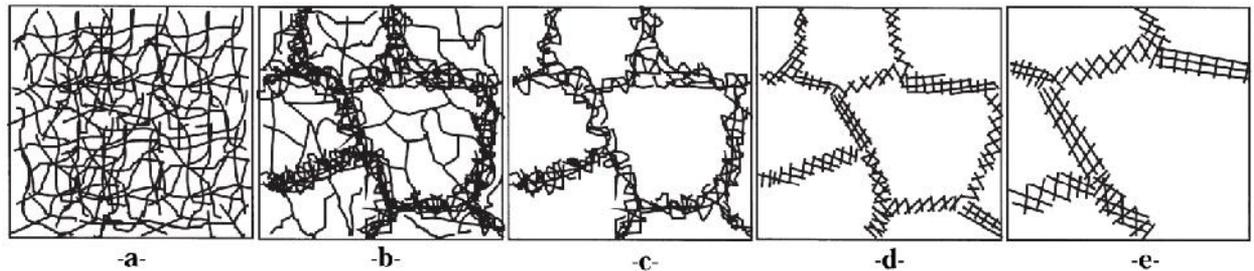


Figure I.18. Différents stades de restauration d'un matériau ayant subi une déformation plastique. (a) enchevêtrement des dislocations, (b) formation des cellules, (c) annihilation des dislocations dans les cellules, (d) formation des sous-grains, (e) croissance des sous-grains[33].

Le processus de la restauration peut être influencé par certains facteurs de transformation (tels que le taux de déformation, la température de recuit) et des facteurs microstructuraux relatifs au matériau (énergie de défaut d'empilement, éléments en solution solide et précipités).

Une énergie stockée élevée, accélère le processus de la restauration même à des basses températures. L'énergie stockée dans le matériau augmente avec le taux de déformation et dépend de l'orientation des grains de celui-ci. La restauration n'influe pas d'une manière appréciable sur la texture développée pendant la déformation.

Dans la littérature, tous les auteurs conviennent de dire que les processus de restauration et de recristallisation sont deux transformations compétitives, et dépendantes de l'énergie stockée.

1.4.2.2. Mécanisme de la recristallisation

Le processus de recristallisation, dynamique ou statique, dans les métaux et les alliages métalliques plastiquement déformés, permet de recouvrer la ductilité et de contrôler la structure granulaire des matériaux métalliques. Selon Doherty et al. [113, 114], la recristallisation est la manière unique pour la création d'une nouvelle microstructure de taille et morphologie granulaire originales, et de texture cristallographique différente ; Ils l'ont défini comme l'ensemble des processus de formation et de migration des joints de grains mobiles sous l'influence de l'énergie stockée.

1.4.2.2.a. Sites et Critères de la Germination

Le terme de «germination » est souvent adopté dans la littérature pour indiquer le début de la recristallisation. La germination de la recristallisation englobe tous les processus conduisant à la génération des joints de grains mobiles. Les mécanismes de réarrangements de dislocations dans le but de former une région à faible densité de dislocations associée à un joint de grain à grand angle avec une grande mobilité et donc, capable d'une migration rapide à travers la matrice déformée et restaurée, seront définis comme germination ou début de recristallisation. Le germe est défini comme étant une cristallite de faible énergie interne croissant au sein du matériau déformé, séparé de ce dernier par un joint de grain mobile [33]. Le germe se forme dans des sites potentiels prédéterminés à cette fonction, par déformation ou par composition chimique du matériau, en particulier les caractéristiques microstructurales décrites (§1.2.4) :

- *Anciens joints de grains :*
- *Bandes de transitions :*
- *Microbandes :*
- *Bandes de déformation :*
- *Bandes de cisaillement :*
- *Particules de seconde phase,*

L'amorçage d'une croissance rapide par un germe, est susceptible d'être régit par trois critères fondamentaux, ces critères nommés « critères d'instabilité » [115].

Premier critère : Critère d'instabilité thermodynamique, poser l'hypothèse que le germe soit capable de croître si et seulement si un gain d'énergie libre résulte de son expansion. Le germe doit être thermodynamiquement stable, durant toutes les étapes de son développement. La variation de l'énergie libre par unité de volume, ΔG , pour former un nouveau grain à partir d'une matrice déformée implique la variation à la fois de l'énergie libre de volume et l'énergie libre de surface associé au nouveau joint de grain, et est donnée par :

$$\Delta G = \Delta G_V + \Delta G_S \dots\dots\dots (Eq.I.10)$$

Où ΔG_V est la variation d'énergie libre associée au volume et ΔG_S la variation d'énergie libre de surface due à la formation d'un nouveau joint de grain.

La variation de l'énergie libre de volume est sensiblement identique à la libération de l'énergie élastique stockée en raison des défauts introduits lors de la déformation plastique.

La différentielle de l'énergie libre du matériau mono ou polycristallin, est donnée par la formule simplifiée :

$$dG = -E_s \cdot dV + \gamma_{dr} \cdot dA \dots\dots\dots(\text{Eq.I.11})$$

Où : E_s représente l'énergie stockée de déformation en $[J.mol^{-1}]$, γ_{dr} est l'énergie de joint de grain $[J.m^{-2}]$, V et A sont respectivement le volume et la surface spécifique du germe considéré. La croissance aura lieu si et seulement si la condition est satisfaite : $dG \leq 0$.

Ce critère revient considérer un rayon critique $R_{crit.}$ du germe, pour lequel le processus de croissance peut prendre naissance :

$$R_{crit.} = \frac{2\gamma_{dr}}{E_s} \dots\dots\dots(\text{Eq.I.12})$$

Doherty et al. [116], avaient estimé la valeur du rayon critique aux alentours de $1 \mu m$ contenant environ 10^{10} atomes ; soit un nombre d'atomes de 10^{18} qui forment des germes potentiels dans un volume de $1 cm^3$, alors que Park Y.B. et al.[117], ont estimé qu'une valeur typique doit être encadrée comme : $1 \mu m \leq R_{crit.} \leq 10 \mu m$.

Deuxième critère : Critère d'instabilité mécanique, représenté par un déséquilibre des forces motrices de part et d'autre du joint de grain. La densité de dislocations relative au germe doit être inférieure à la densité moyenne de dislocations de la matrice environnante. Ce critère revient à considérer l'énergie stockée lors de la déformation plastique.

Troisième critère : Critère d'instabilité cinétique, relié à la mobilité des joints de grains, basse pour de faibles angles *LAGBs*, mais ayant tendance à augmenter rapidement pour les joints de grains de forts angles *HAGBs* (supérieurs à 15°). Pour le premier type de joints de grains, le processus de germination peut avoir lieu, à condition que le germe ait une désorientation *intragranulaire* suffisante lui assurant une certaine mobilité.

Conclusion : Pour qu'un germe potentiel donne naissance à un grain au cours d'un processus de recristallisation, il doit remplir un certain nombre de conditions nécessaires et vitales. Il doit présenter un avantage énergétique, une forte mobilité, de fortes désorientations, et une taille suffisante (rayon critique). La vitesse de migration du joint qui sépare le germe potentiel en cours de croissance, de la matrice écrouie dépend fortement de :

- La température.
- Taux de déformation.
- La désorientation du grain en croissance avec la matrice.
- La pureté du métal.

I.4.2.2.b. Mécanismes de la Germination

I.4.2.2.b.1. Migration des joints de grain à grand angle préexistants

En travaillant sur les phénomènes de la restauration et de la recristallisation dans l'Aluminium déformé de haute pureté, Beck et Sperry (1950), avaient remarqué, à l'aide d'un microscope optique, un nouveau mécanisme de germination, qui s'est produit aux joints de grains préexistants (appelée plus tard mécanisme SIBM¹) [86]. Plus tard, d'autres auteurs Bailey (1960,1963), Bailey et Hirsch (1962), utilisant la microscopie électronique à Transmission, avaient observé ce processus de germination, dans différents métaux déformés, tels que Cu, Ni, et Al.

La condition pour que ce processus se produit est un équilibre favorable de l'énergie, entre la diminution de l'énergie stockée due à l'élimination des défauts (notamment les dislocations) causée par le passage du joint de grain et l'augmentation de la surface total du joint de grain en provoquée par le gonflement. Le joint de grain consomme à son passage les dislocations, en absorbant leurs énergies potentielles élastiques, créant ainsi des zones de faibles densités de dislocations pouvant croître lors de la recristallisation.

Bailey et Hirsch (1962), étaient les premiers, qui avoir analysé la cinétique de ce processus. Sur la figure (I.19.), si les énergies stockées par les grains déformés (Grain1) et (Grain2), sont E_1 et E_2 avec $E_2 > E_1$, alors la force motrice est donnée par la différence

$$P = \Delta E = E_2 - E_1 \dots\dots\dots(\text{Eq.I.13})$$

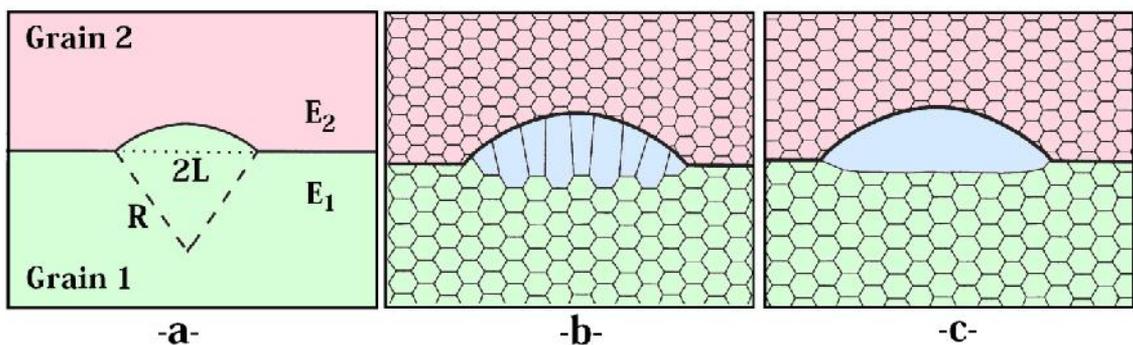


Figure I.19. a) Modèle de migration induite par déformation ($E_1 > E_2$), b) Schéma de la SIBM impliquant le développement coopératif de plusieurs sous-grains, c) Le joint de grain migrant est vide de toute structure de dislocations [33].

¹ SIBM: Strain Induced Boundary Migration.

Si le gonflement du front de joint de grain est de forme sphérique et de rayon R , et si l'énergie spécifique du joint de grain est : γ_b , alors l'énergie interfaciale de la région gonflée du joint de grain est donnée par :

$$E_{\text{Gonf.}} = 4\pi R^2 \gamma_b \dots\dots\dots(\text{Eq.I.14})$$

$$\frac{dE_{\text{Gonf.}}}{dR} = 8\pi R \gamma_b \dots\dots\dots(\text{Eq.I.15})$$

$$\frac{dE}{dR} = 4\pi R^2 \Delta E \dots\dots\dots(\text{Eq.I.16})$$

Pour que le volume du gonflement augmente il faut que :

$$\frac{dE}{dR} > \frac{dE_{\text{Gonf.}}}{dR} \dots\dots\dots(\text{Eq.I.17})$$

Il en résulte la condition suivante :

$$R > \frac{2\gamma_b}{\Delta E} \dots\dots\dots(\text{Eq.I.18})$$

Cette condition atteint la limite critique quand le gonflement du joint de grain devient un hémisphère, c'est à dire pour $R = R_{\text{crit.}} = L$, et alors :

$$L > \frac{2\gamma_b}{\Delta E} \dots\dots\dots(\text{Eq.I.19})$$

Cette inégalité conditionne la migration d'un joint de grain sous l'influence d'une pression émanant d'une différence entre les énergies stockées, c'est-à-dire la différence de densité de dislocations, soit suffisante pour que la migration du joint se produise. Wang et al. [118], en étudiant l'influence de l'énergie stockée sur la formation des macles lors de recristallisation primaire par la technique de l'EBSD, avaient calculé l'énergie de joint de grain pour le Nickel pur $\gamma_b = 1,63\text{J.m}^{-2}$.

1.4.2.2.b.2. Germination par migration de joint de grain à faible angle (sous-joints de grains) (Sub-grains coarsening)

Beck [84] et Cahn [85], avaient indépendamment, suggéré ce modèle, et plus tard des améliorations lui avait été ajoutées par Cottrell [111]. Dans la littérature, on attribue, généralement, ce modèle à Cahn-Cottrell. Ce modèle est basé sur le phénomène de polygonisation, où les régions à densité de dislocations sont entourées par des sous-joints de grains. Une fois que le sous-grain est formé, il doit être capable de croître par expansion au

détriment de ses voisins immédiats par migration des sous-joints de grains thermiquement activée. L'énergie stockée doit diminuer durant le recuit par disparition et réarrangement des défauts microstructuraux.

Le sous-joint en mouvement absorbe les dislocations, augmentant sa différence d'orientation, son énergie, et sa mobilité, jusqu'à ce qu'il se transforme en un joint de grain à grand angle, et ainsi caractérisant la germination.

Sandström et collaborateurs (1978) [119] avaient observé que le sous-grain croît dans l'Aluminium pur à une température de 300 à 400°C [0,6 et 0,7. T_f] respectivement, et montré que tel est le mécanisme opérant aux hautes températures. La Figure I.20 illustre schématiquement le mécanisme au début de recristallisation par migration de sous-joints de grains.

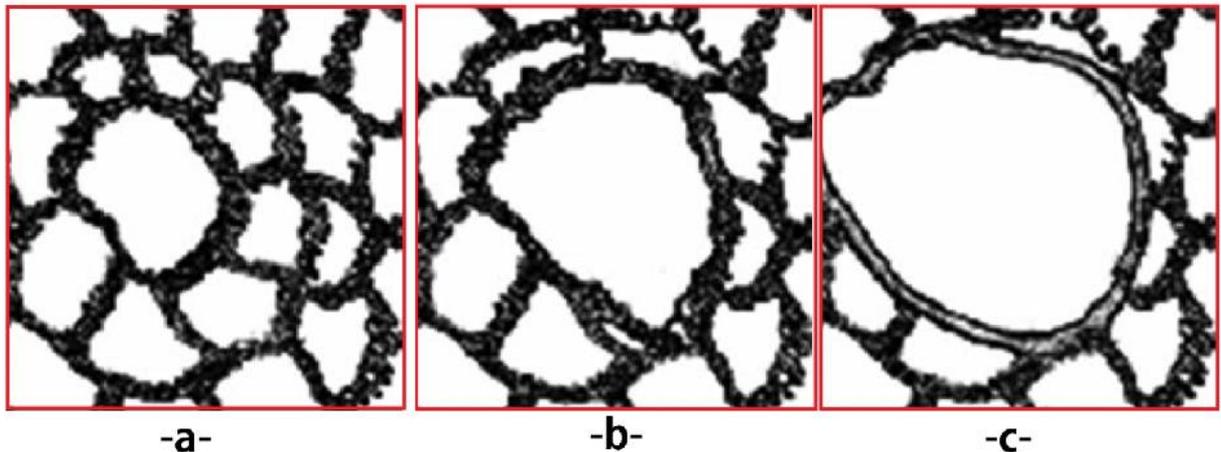


Figure I.20. La séquence montre la germination d'un grain recristallisé débutant à partir d'un sous-grain : (a) microstructure initiale, (b) le plus gros sous-grain (celui du milieu) croît au détriment des autres (les plus petits), (c) une zone libre de défauts associée à un joint de grain à grand angle vient de se former.

En 1963, Walter et Koch [120], avaient observé le mécanisme de germination par migration des sous-joints au niveau des bandes de transition, dans l'alliage Fe-3%Si en utilisant un microscope électronique à transmission. Plus tard, Varma et Willits [121](1984), avaient également observé le même processus. Plusieurs preuves expérimentales récentes sur la migration des joints de grains à faible angle pendant la déformation à chaud, ont été observées dans l'Aluminium pur et dans l'alliage Al-5%Mg.

1.4.2.2.b.3. Germination par rotation et coalescence des sous-grains (Nucleation by subgrains coalescence)

En 1948, Smith [122] avait élaboré le modèle de la germination par « coalescence des sous-grains ». Ce mécanisme a été étudié dans l'alliage Fe-3%Si, par Hu (1962,1963) [90, 91], en utilisant la microscopie électronique. Li (1963) [123] avait analysé le processus d'un point de vue cinétique et thermodynamique, sur une éventuelle possibilité de rotation du sous-grain durant la recristallisation, et il a conclu que ce processus est lent (sluggish process). Plus tard, Doherty et Szpunar (1984) [124], avaient démontré que la coalescence des sous-grains à une température T plus basse que $0,65.T_f$, [c'est à dire $T < 0,65.T_f$], devrait être un processus cinétiquement possible. Les observations au microscope électronique à transmission effectuées par Jones (1979) [125, 126], avaient montré la coalescence de deux sous-grains voisins dans l'Aluminium, le mécanisme observé, était basé sur la coalescence de deux sous-grains adjacents (ayant une paroi commune) et qui est équivalent à une rotation relative, faisant coïncider les réseaux cristallins.

La Figure I.21. Illustre le mécanisme de coalescence par une rotation relative d'un sous-grain par rapport à un sous-grain voisin.

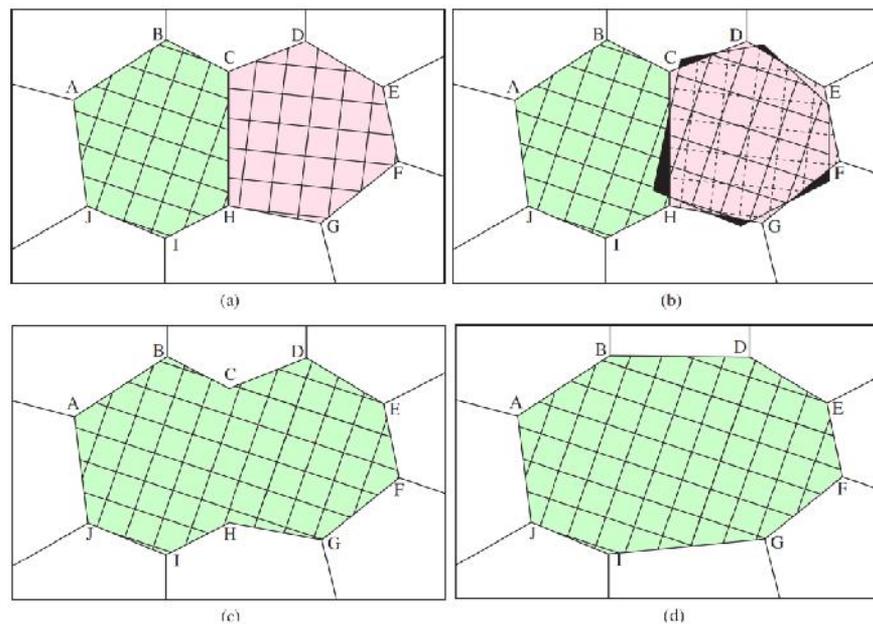


Figure I.21. Coalescence de deux sous-grains par la rotation de l'un d'eux. (a) Structure originelle des sous-grains avant la coalescence, (b) L'un des sous-grains en rotation, (c) structure du sous-grain juste après la coalescence, (d) structure du sous-grain après une petite migration des sous-joints [127].

On peut encore, citer comme exemples, les études de Sandström et ses co-auteurs [119], Ils avaient observé la coalescence des sous-grains pour des températures de $0,4.T_f$ et $0,5.T_f$, en faisant usage de la microscopie électronique à transmission. C'est ainsi que les preuves expérimentales suggéraient que la coalescence des sous-grains, comparée à la migration du sous-joint, est favorisée pour de basses températures de recuit.

La coalescence est un mécanisme qui encourage la croissance des sous-grains, la disparition des sous-joints de grains (par la consommation de l'énergie stockée dans la microstructure déformée) et diminuer les différences d'orientation entre un groupe et les sous-grains lui avoisinant. L'augmentation dans la différence d'orientation mène vers l'apparition de joint de grain à grand angle capable de migrer très rapidement, formant un germe de recristallisation. Il est impératif de souligner que la balance énergétique globale, qui prend en compte la disparition des sous-joints avec l'augmentation dans la différence d'orientation et l'énergie des autres, est favorable, c'est-à-dire qu'elle se dirige vers une décroissance de l'énergie libre totale de Gibbs du système considéré. La figure I.22., illustre la séquence de formation d'un germe de recristallisation par la coalescence de sous-grains.

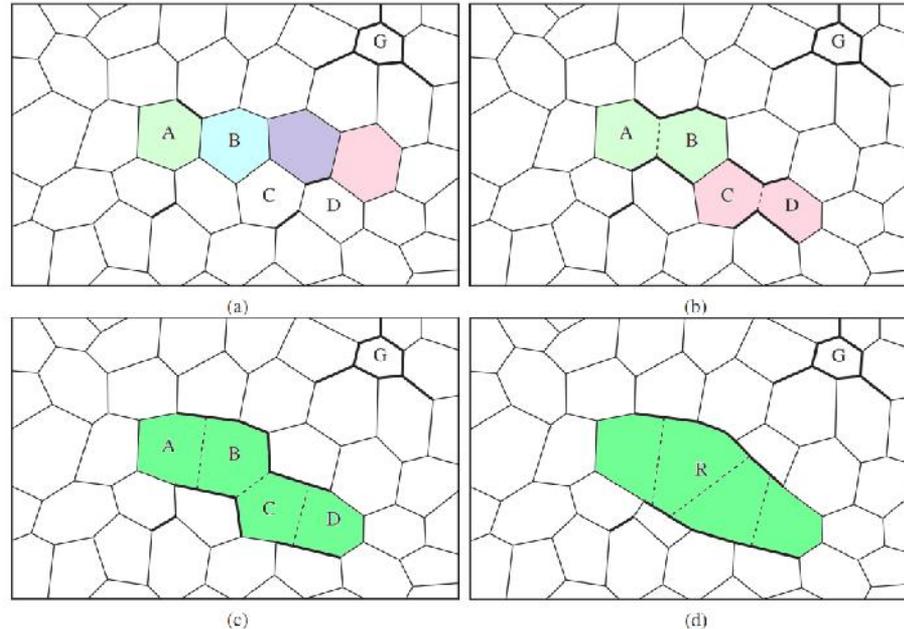


Figure I.22. Représentation schématique d'un grain recrystallisé. (a) Structure du sous-grain avant la germination, (b) Coalescence des sous-grains A/ B d'une part, et de C/ D d'autre part, (c) Il s'en suit la coalescence des sous-grains B/C, (d) Grain recrystallisé (R) provenant d'un groupe sous-grains de coalisés. La ligne grasse représente un joint de grain à grand angle [127].

1.4.2.2.c. Etape de la croissance des grains

Lorsqu'un germe est formé, et ayant atteint sa taille critique d'une part, et qu'il soit suffisamment désorienté par rapport à son voisinage d'autre part, alors le processus de recristallisation se poursuit. Le joint de grain migre alors au travers la matrice déformée, ce mécanisme est alimenté par l'énergie libre volumique (balayée lors du déplacement du joint) et l'énergie de ce joint de grain. Dans le mode statique, la croissance des grains est thermiquement activée.

Dans le cuivre pur déformé par torsion sous haute pression (HPT), l'énergie d'activation pour la croissance des grains au cours de recristallisation, a été estimée par Oberdorfer et al., [128], en utilisant la méthode de Kissinger à partir des données collectées par DSC et par la dilatométrie, ils avaient trouvé des valeurs $(0,96 \pm 0,06)$ eV et $(0,99 \pm 0,11)$ eV respectivement.

Le joint de grain avance dans la matrice écrouie avec une vitesse de déplacement v , proportionnelle à sa mobilité M , et à la pression hydrostatique P , exercée sur toute la surface du joint de grain migrant. Cette vitesse est estimée par la relation suivante :

$$v = M \cdot P \dots\dots\dots(\text{Eq.I.20})$$

Au cours de son avancée, le joint de grain absorbe les dislocations, c'est ainsi que la force motrice (c'est-à-dire la pression sur le joint de grain) puise la majeure partie de son énergie.

La mobilité du joint de grain, dépend d'un certain nombre de paramètres :

- **de la température** : la mobilité est une caractéristique intrinsèque du joint de grain, elle est thermo-activée, le déplacement du joint se produit par diffusion des atomes de la région déformée (à forte densité de dislocations) vers la région recristallisée (à faible densité de dislocations), il en résulte l'annihilation des dislocations au cours de cette migration. La mobilité du joint de grain est approchée par l'expression suivante :

$$M = M_0 \cdot e^{-\frac{E_a}{k_B \cdot T}} \dots\dots\dots(\text{Eq.I.21})$$

Où M_0 est une mobilité indépendante de la température, E_a l'énergie d'activation, k_B la constante de Boltzmann, et T la température à laquelle le phénomène se produit.

- *de la désorientation du grain* en croissance avec la matrice, c'est à dire la désorientation du front de joint de grain. On distingue principaux cas :

Cas des Joints de grains à grand angle (HAGBs), le transfert des atomes des grains rétrécissant vers les grains en croissance, se fait par un mécanisme de diffusion massive des atomes. En 1950, Liebmann [127, 129, 130], avait trouvé que vitesse de migration varie considérablement avec l'angle de désorientation (différence d'orientation entre deux grains) (voir Figure I.23.). Des travaux récents montrent que parmi un large éventail de variation d'orientation que présentent les joints de grains, quelques degrés (valeurs) distincts dans la mobilité pourraient être observés. Pour de petites différences de quelques degrés (par exemple, les sous-grains), la mobilité serait très petite, mais pourrait augmenter ou diminuer pour une différence d'orientation, selon que pour des joints de grains mixtes ou des joints de grains inclinés purs respectivement [131]. Commencant à partir de la valeur $\approx 1^\circ$ de la différence d'orientation, la mobilité augmente avec l'angle θ comme il est illustré sur la figure I.24. Les joints de grains à grand angle, à l'exception des joints (se présentant comme des macles), présentent une très grande mobilité, de grandeur assez éloignée de la mobilité des joints de grains à faible angle.

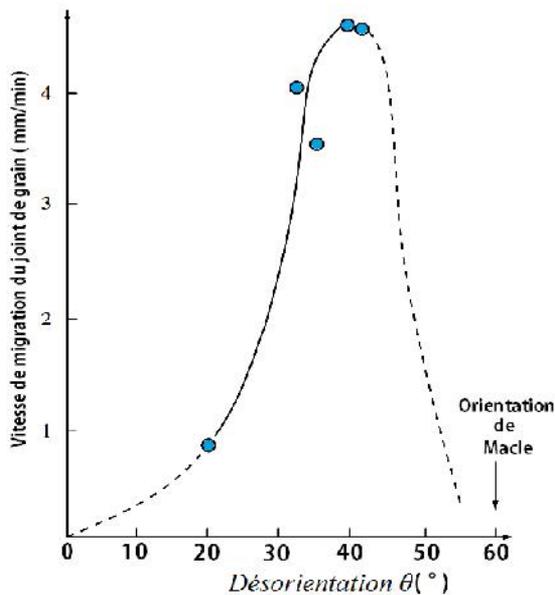


Figure I.23. Vitesse de croissance de grains de recristallisation à 615°C dans un cristal d'Aluminium écroui en fonction de leur désorientation θ autour de $\langle 111 \rangle$ par rapport à la matrice [132].

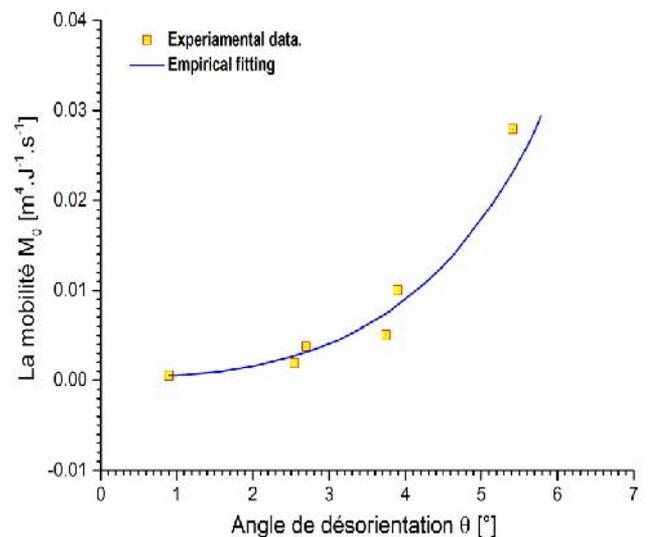


Figure I.24. L'effet de la désorientation sur la mobilité du joint de grains à faible angle. Les données ont été fittées par une équation en loi de puissance empirique (Eq.I.22) [132].

Cas des joints des grains à faibles angle (LAGBs), le transfert des lacunes entre deux ensembles de dislocations voisins (adjacents), se fait par mécanisme de diffusion de joint de grains, donc la mobilité des joints de grains à faibles angles est dominée par le mécanisme de montée (climb) des dislocations formant le joint.

Huang et Humphreys [133], avaient étudié la cinétique de croissance des structures de sous-grains et la mobilité de joint de grain à faible angle dans les monocristaux déformés d'aluminium d'orientation {110}<001>. Ils ont pu déterminer la mobilité des joint de grains à faibles angles ($2,6 < \theta < 5,6$) aux températures 250°C et 400°C respectivement, et calculer la valeur moyenne de l'énergie d'activation pour la migration (134kJ/mol.). La dépendance de la mobilité avec la désorientation a été fittée par une loi en puissance, du type :

$$M_0 = k \cdot \theta^\alpha \dots\dots\dots(\text{Eq.I.22})$$

Avec $k = 3 \times 10^{-6} \text{ m}^4 \cdot \text{J}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$, et $\alpha \approx 5,18$

Ils avaient montré que les données recueillies sont en accord avec le processus de montée des dislocations, contrôlée par la diffusion du soluté dans le réseau cristallin.

Yang et al. [134], avaient montré aussi que la mobilité (et l'énergie) de joint de grain à faible angle dans l'Aluminium, sont fortement dépendant de la désorientation, les joints de grains basés aux axes de rotations [001] doivent avoir une plus basse mobilité par rapport aux autres axes [110], [111]. Les figures I.25. et I.26., résumant les résultats obtenus par Yang et ses collaborateurs.

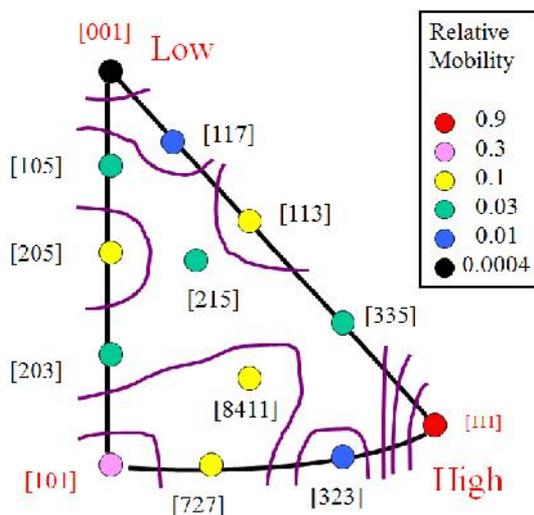


Figure I.25. Mesure des mobilités et l'énergie relative des joints de grains dans des feuilles d'Aluminium à partir de jonctions triple [134].

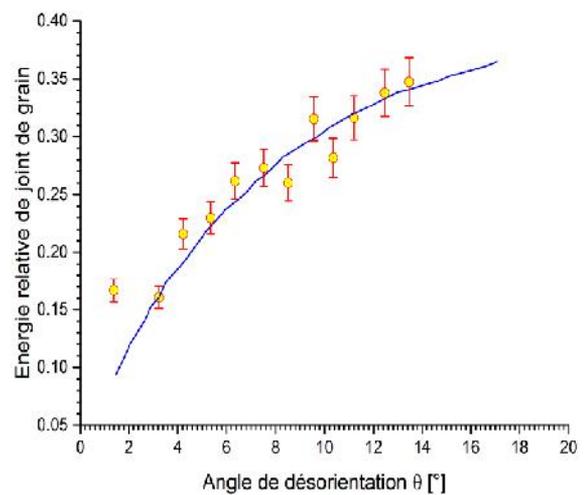


Figure I.26. Mesure de l'énergie relative des joints de grains dans des feuilles d'Aluminium à partir de jonctions triple [134].

- **de la pureté du métal** : La présence d'éléments chimiques en soluté a un énorme effet sur la migration des joint de grains et une petite quantité d'impuretés peut réduire la valeur de mobilité de manière considérable. A cause de l'effet important des solutés, même en quantité infimes mesurées en (ppm), sur la mobilité des joints de grains, il est difficile d'affirmer que les mobilités mesurées actuellement pour certains métaux « purs », représentent réellement le comportement intrinsèque des joints de grains. [135].

Les impuretés agissent à de très faibles concentrations (\approx dizaines de ppm), et cette action est plus remarquable sur les joints de désorientation quelconques que sur des joints « spéciaux ». Puisque les joints spéciaux dont la structure est moins désordonnée (moins chaotique), semblent être moins sensible à l'égard de ces impuretés, ceux-ci ne peuvent que se ségréger à l'intérieur des joints de grains (voir Fig.I.28)[136, 137].

Sur la figure I.27, on voit bien qu'il y a une relation de cause à effet entre la mobilité et la concentration du soluté en présence dans le matériau, et on remarque aussi qu'il y a deux régimes distincts séparés par une certaine zone de transition :

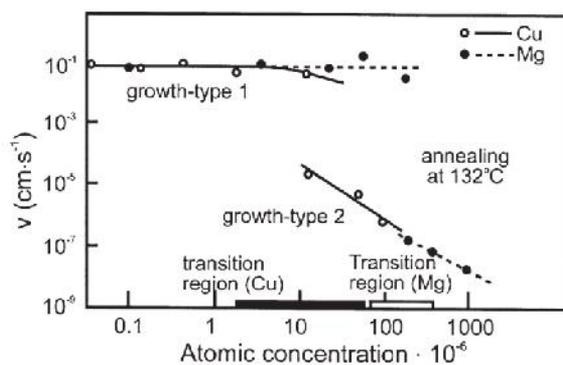


Figure I.27. Effet des impuretés (Cu et Mg) sur la vitesse de croissance de nouveaux grains dans l'Aluminium déformé [135].

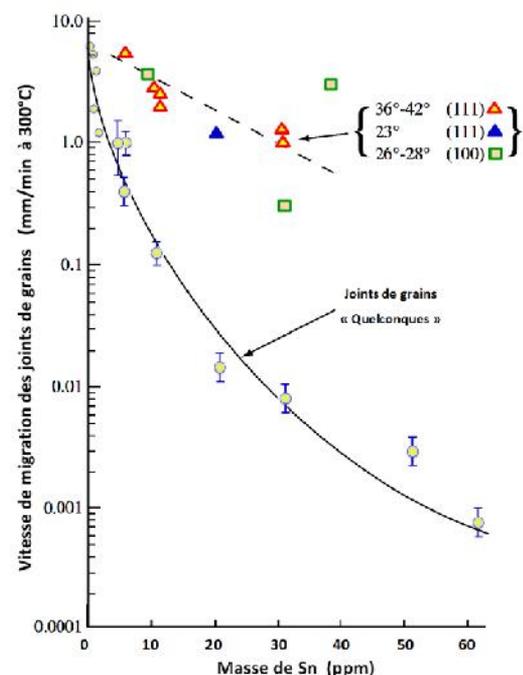


Figure I.28. Vitesse de migration des joints de grains dans le Plomb à 300°C en fonction de la teneur en Etain(Sn) [136, 137].

Pour des grandes valeurs de concentrations du soluté, la mobilité est petite, mais elle diminue plus encore avec l'augmentation de la concentration. La vitesse du joint de grain est contrôlée par la vitesse de diffusion des atomes d'impuretés.

Pour de faibles concentrations, la mobilité est plus grande (relativement), et le soluté n'a qu'une petite influence sur cette mobilité. Dans le régime où la mobilité est grande, la mobilité de joint de grain est faiblement affectée par le soluté et on pense que le lien entre soluté et joint est rompu.

I.5. Lois de la recristallisation

Le processus de recristallisation des matériaux obéit à certaines lois, rassemblées et énoncées par Burke et Turnbull, par la suite cette liste de lois a été rectifiée et étendue par certains auteurs. Les lois de recristallisation peuvent être citées comme suit [Benard et al. (1991)] :

- i. Pour qu'une recristallisation se produise, il faut qu'il y est un minimum de déformation, dite écrouissage critique.
- ii. Plus la déformation est faible, plus la température requise pour la recristallisation est élevée.
- iii. Pour une déformation donnée, l'augmentation du de recuit, implique la diminution de la température de recristallisation.
- iv. La taille finale des grains après recristallisation, décroît lorsque le taux de déformation augmente ou lorsque la température de recuit décroît. Généralement, la plus petite taille de grains est obtenue au cours du recuit à des faibles températures après des déformations plastiques sévères.
- v. Plus la taille des grains initiaux est grande, plus la déformation requise pour produire la recristallisation, dans des conditions de température et de temps données, est élevée.
- vi. Les nouveaux grains ne croissent pas aux dépens de grains déformés ayant des orientations identiques ou légèrement désorientés, ou proches des macles.
- vii. Les cinétiques de la recristallisation seront ralenties si la température de la déformation est élevée.
- viii. Plus le métal est pur, plus sa température de recristallisation plus basse.

Références bibliographiques

- [1] O. M. Braun, and Y. Kivshar, *The Frenkel-Kontorova Model: Concepts, Methods, and Applications*: Springer, 2004.
- [2] V. Frenkel, "Yakov (James) Il'ich Frenkel (1894–1952): Materials for his scientific biography," *Archive for History of Exact Sciences*, vol. 13, no. 1, pp. 1-26, 1974/03/01, 1974.
- [3] J. Frenkel, "On Pre-Breakdown Phenomena in Insulators and Electronic Semi-Conductors," *Physical Review*, vol. 54, no. 8, pp. 647-648, 10/15/, 1938.
- [4] M. Berveiller, P. Audit, and R. Baro, "Influence des interactions entre les grains sur la limite élastique des polycristaux métalliques cfc," *revue de Physique Appliquée*, vol. 7, pp. 283, 1972.
- [5] A. Köchendorfer, *Arch. Eisenhüttenw*, vol. 31, pp. 549, 1960.
- [6] G. I. Taylor, and C. F. Elam, "The Plastic Extension and Fracture of Aluminium Crystals." pp. 28-51.
- [7] C. F. Elam, and G. I. Taylor, "An Investigation of Some Banded Structures in Metal Crystals," *Proceedings of the Royal Society of London. Series A*, vol. 121, no. 787, pp. 237-247, November 1, 1928, 1928.
- [8] G. I. Taylor, "The mechanism of plastic deformation of crystals. Part I-Theoretical." pp. 312-387.
- [9] A. Taylor, and H. Sinclair, "On the determination of lattice parameters by the Debye-Scherrer method," *Proceedings of the Physical Society*, vol. 57, no. 2, pp. 126, 1945.
- [10] A. Taylor, and D. S. Laidler, "The Formation and Crystal Structure of Silicon Carbide," *British Journal of Applied Physics*, vol. 1, no. 7, pp. 174, 1950.
- [11] U. Dehlinger, "Zur Theorie der Rekristallisation reiner Metalle," *Annalen der Physik*, vol. 394, no. 7, pp. 749-793, 1929.
- [12] E. Orowan, "Problems of gliding," *Proc. Phys. Soc.*, vol. 52, pp. 8-22, 1940.
- [13] J. Rösler, H. Harders, and M. Bäker, *Mechanical Behaviour of Engineering Materials*, Germany: Teubner Verlag Wiesbaden, 2006.
- [14] P. B. Hirsch, R. W. Horne, and M. J. Whelan, *Philosophical Magazine A*, vol. 1, no. 677, pp. 677, 1956.
- [15] J. E. Bailey, and P. B. Hirsch, "The dislocation distribution, flow stress, and stored energy in cold-worked polycrystalline silver," *Philosophical Magazine*, vol. 5, no. 53, pp. 485-497, 1960/05/01, 1960.
- [16] J. E. Bailey, P. B. Hirsch, "The recrystallization process in some polycrystalline metals.," in *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Science*, pp.11-30, 1962, pp. 11-30.
- [17] H. G. van Eueren, "Relation between plastic strain and increase of electrical resistivity of metals," *Acta Metallurgica*, vol. 1, no. 5, pp. 607-609, 9//, 1953.
- [18] C. W. Berghout, "The relation between the electrical resistivity and the yield strength of deformed copper," *Acta Metallurgica*, vol. 4, no. 2, pp. 211-213, 3//, 1956.
- [19] T. Ungár, E. Schafler, P. Hanák, S. Bernstorff, and M. Zehetbauer, "Vacancy production during plastic deformation in copper determined by in situ X-ray diffraction," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 462, no. 1–2, pp. 398-401, 7/25/, 2007.
- [20] N. Hansen, and C. Y. Barlow, "17 - Plastic Deformation of Metals and Alloys," *Physical Metallurgy (Fifth Edition)*, D. E. Hono and Laughlin Kazuhiro, eds., pp. 1681-1764, Oxford: Elsevier, 2014.
- [21] A. Howie, "The electrical resistivity of stacking faults," 10/02/1959, 1959.
- [22] S. Guy, "Tréfilage de l'acier," *Techniques de l'ingénieur [Archives] Mise en forme des métaux et fonderie*, no. ref. article : m645, 1996.
- [23] A. Rohatgi, and K. S. Vecchio, "The variation of dislocation density as a function of the stacking fault energy in shock-deformed FCC materials," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 328, no. 1–2, pp. 256-266, 5//, 2002.
- [24] R. Penelle, "Chapter 5. Influence of the anisotropy on the yield strength and the deformation," *Metals and alloys working*, C. N. d. I. R. Scientifique, ed., pp. 75-76, France, 1976.

- [25] F. Moussy, P. Franciosi, B. Cordebois, and P. Sidoroff, *Physique et mécanique de la mise en forme des métaux*, Paris, France: C.N.R.S, 1990.
- [26] F. J. Humphreys, and M. Hatherly, "Chapter 2 - The Deformed State," *Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition)*, pp. 11-66, Oxford: Elsevier, 2004.
- [27] A. Roos, and B. Milet, *Précis De Métallurgie Appliquée*, Troisième ed., Paris: Technique et Documentation Lavoisier, 1982.
- [28] D. Hull, and D. J. Bacon, *Introduction to Dislocations* 5ed.: Pergamon Press, 2011.
- [29] J. P. Hirth, and J. Lothe, *Theory of Dislocations*: Krieger Publishing Company, 1982.
- [30] S. Suwas, and R. Ray, "Deformation Textures," *Crystallographic Texture of Materials*, Engineering Materials and Processes, pp. 95-141: Springer London, 2014.
- [31] I. Lakhtine, *Métallographie et traitements thermiques des métaux*, 3^{ème} Edition ed.: 3^{ème} Ed., Editions Mir, 1982.
- [32] G. Fontaine, "I.Contribution à l'étude de la propagation des fautes d'empilement dans les métaux cubiques à faces centrées," *J. Phys. France*, vol. 27, no. 3-4, pp. 201-209, 1966.
- [33] F. J. Humphreys, and M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Second ed., Oxford: Elsevier Pergamon Press, 2004.
- [34] G. Benchabane, "Les mécanismes de recristallisation et de croissance des grains dans les métaux et alliages métalliques légers," Thèse de Doctorat, Département de Sciences de la Matière, Université Mohamed Khider, Biskra, 2009.
- [35] J. Philibert, A. Vignes, Y. Bréchet, and P. Combrade, *Métallurgie : du minerai au matériau*, Second ed., Paris: Dunod, 2002.
- [36] J. Hirsch, K. Lücke, and M. Hatherly, "Overview No. 76: Mechanism of deformation and development of rolling textures in polycrystalline fcc Metals—III. The influence of slip inhomogeneities and twinning," *Acta Metallurgica*, vol. 36, no. 11, pp. 2905-2927, 1988.
- [37] M. Colombié, *Matériaux métalliques*, Paris: Dunod, 2008.
- [38] M. Hatherly, and A. S. Malin, "Deformation of copper and low stacking-fault energy, copper-base alloys," *Met. Tech.*, vol. 6, pp. 308-319, 1979.
- [39] J. Gil-Sevillano, P. van Houtte, and E. Aernoudt, "Large strain work hardening and textures," *Progress in Materials Science*, vol. 25, no. 2-4, pp. 69-134, //, 1980.
- [40] B. Bay, N. Hansen, D. A. Hughes, and D. Kuhlmann-Wilsdorf, "Overview no. 96 evolution of f.c.c. deformation structures in polyslip," *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 40, no. 2, pp. 205-219, 2//, 1992.
- [41] A. Korbel, J. D. Embury, M. Hatherly, P. L. Martin, and H. W. Erbsloh, "Microstructural aspects of strain localization in Al-Mg alloys," *Acta metal.*, vol. 34, pp. 1999-2009, 1986.
- [42] M. R. Drury, and F. J. Humphreys, "Microstructural shear criteria associated with grain-boundary sliding during ductile deformation," *Journal of Structural Geology*, vol. 10, no. 1, pp. 83-89, //, 1988.
- [43] D. Kuhlmann-Wilsdorf, "Theory of plastic deformation: - properties of low energy dislocation structures," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 113, no. 0, pp. 1-41, 7/1/, 1989.
- [44] N. J. Luiggi, M. Valera, J. P. Rodriguez, and J. Prin, "Experimental Study of the Interaction between Recrystallization and Precipitation Processes of an AA8011 Commercial Alloy," *Journal of Metallurgy*, vol. 2014, pp. 17, 2014.
- [45] G. Zlateva, and Z. Martinova, "Microstructure Of And Metals Alloys," *An Atlas of Transmission Electron Microscopy Images*, Taylor & Francis Group, LLC, 2008.
- [46] I. L. Dillamore, and H. Katoh, *J. Met. Sci.*, vol. 8, pp. 21, 1974.
- [47] I. L. Dillamore, P. L. Morris, C. J. E. Smith, and W. B. Hutchinson. p. 405.
- [48] P. Faivre, and R. D. Doherty, "Nucleation of recrystallization in compressed aluminium: studies by electron microscopy and Kikuchi diffraction," *Journal of Materials Science*, vol. 14, no. 4, pp. 897-919, 1979/04/01, 1979.
- [49] Y. Inokuti, and R. D. Doherty, "Transmission kossel study of the structure of compressed iron and its recrystallization behaviour," *Acta Metallurgica*, vol. 26, no. 1, pp. 61-80, 1//, 1978.

- [50] S. P. Bellier, and R. D. Doherty, "The texture of deformed Aluminium and its recrystallization- Investigations with transmission Kossel diffraction," *Acta Metall.*, vol. 25, pp. 521-538, 1977.
- [51] D. T. McDonald, F. J. Humphreys, and P. S. Bate, "Nucleation and texture development during dynamic recrystallization of copper," 14th International Conference on Textures of Materials, ICOTOM 14, 2005, pp. 1195-1200.
- [52] M. Y. Huh, Y. S. Cho, and O. Engler, "Effect of lubrication on the evolution of microstructure and texture during rolling and recrystallization of copper," *Materials Science and Engineering A*, vol. 247, pp. 152-164, 1998.
- [53] P. S. Mathur, and W. A. Backofen, *Met. Trans.*, vol. A4, pp. 643, 1973.
- [54] A. A. Ridha, and W. B. Hutchinson, "Recrystallisation mechanisms and the origin of cube texture in copper," *Acta Metallurgica*, vol. 30, no. 10, pp. 1929-1939, 10//, 1982.
- [55] V. Soleimanian, M. Mojtahedi, M. Goodarzi, and M. R. Aboutalebi, "Characterization of crystallite size, dislocation characteristics and stacking faults in nanostructured mechanically alloyed Cu-Fe system using an advanced X-ray diffraction analysis method," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 590, no. 0, pp. 565-571, 3/25/, 2014.
- [56] P. Gerber, "Etude des liens entre hétérogénéités de déformation et mécanismes de recristallisation. Application au cuivre et ses alliages," Doctorat, Université Paris 13, France, 2002.
- [57] S. Jakani, "Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé," Doctorat, UFR Scientifique d'Orsay, Université Paris Sud-Orsay, France, 2004.
- [58] S. Kalisher, "Ueber den Einfluss der Wärme auf die Molekularstruktur des Zinks " *Berichte d. Deut. chem. Gesellschaft*, vol. XIV, pp. 2727-2753, 1881.
- [59] H. C. Sorby, "The application of very high powers to the study of the microscopical structure of steel " *Journal of the Iron and Steel Institute*, vol. 30(1), pp. 140-145, 1886.
- [60] H. C. Sorby, " On the microscopical structure of iron and steel," *Journal of the Iron and Steel Institute* vol. 31(1), pp. 255-288, 1887.
- [61] J. E. Stead, "The crystalline structure of iron and steel.," *Journal of the Iron and Steel Institute*, vol. 53(1), pp. 145-205, 1989.
- [62] J. A. Ewing, and W. Rosenhain, "The crystalline structure of metals," *Proceedings of the Royal Society of London Series A*, vol. 64, pp. 85-90, 1989.
- [63] J. A. Ewing, and W. Rosenhain, "The crystalline structure of metals," *Philosophical Transactions of the Royal Society A*, vol. 193, pp. 353-372, 1900.
- [64] J. A. Ewing, and W. Rosenhain, "The crystalline structure of metals. ," *Philosophical Transactions of the Royal Society A*, vol. 195, pp. 279-301, 1900.
- [65] M. V. Laue, "Röntgenstrahlinterferenzen. ," *Zeitschrift für Physik*, vol. 14, pp. 1075-1079, 1913.
- [66] W. H. Miller, and J. J. Deighton, *A treatise on crystallography.*, Cambridge, 1839.
- [67] W. Rosenhain, *An introduction to physical metallurgy.* , London: Constable, 1914.
- [68] H. C. H. Carpenter, and C. Elam, "Crystal growth and recrystallization in metals. ," *Journal of the Institute of Metals.* , vol. 24, pp. 83-131, 1920.
- [69] J. Czochralski, "Geschichtlicher Beitrag zur Frage der Rekristallisation," *Zeitschrift für Metallkunde*, vol. 19, pp. 316-320, 1927.
- [70] Z. Jeffries, and R. S. Archer, "Grain growth and recrystallization " *The science of metals 5*, McGraw-Hill Book Company, Inc, 1924, pp. 86-114.
- [71] H. Alterthum, " Zur Theorie der Rekristallisation. ," *Zeitschrift für Metallkunde* vol. 14, pp. 417-424, 1922.
- [72] F. Wever, "Über die Walzstruktur kubisch kristallisierender Metalle," *Zeitschrift für Physik*, vol. 28, pp. 69-90, 1924.
- [73] W. G. Burgers, and P. C. Louwse, "Über den Zusammenhang zwischen Deformationsvorgang und Rekristallisationstextur bei Aluminium," *Zeitschrift für Physik* vol. 67, pp. 605-678, 1934.
- [74] P. A. Beck, P. R. Sperry, and H. Hu, "The Orientation Dependence of the Rate of Grain Boundary Migration," *J. Appl. Phys.*, vol. 21, pp. 420-425, 1950.

- [75] O. E., "Zur Kristallplastizität: iii. Über den Mechanismus des Gleitvorganges," *Zeitschrift für Physik*, vol. 89, pp. 634-659, 1934.
- [76] M. Polanyi, "Über eine Art Gitterstörung die einen Kristall plastisch machen könnte.," *Zeitschrift für Physik*, vol. 89, pp. 660-664, 1934.
- [77] A. Kolmogoroff, "Zur Statistik der Kristallisationsvorgänge in Metallen," *Izvestiya Rossiiskoi Akademii Nauk. Seriya Matematicheskaya*, vol. 1, no. 3, pp. 355-359, 1937.
- [78] M. Avrami, "Kinetics of Phase Change. I General Theory," *Journal of Chemical Physics*, vol. 7(12), pp. 1103-1112, 5/7/, 1939.
- [79] M. Avrami, "Kinetics of phase change II: transformation-time relations for random distribution of nuclei.," *Journal of Chemical Physics*, vol. 8(2), pp. 212, 1940.
- [80] M. Avrami, "Kinetics of phase change III," *Journal of Chemical Physics*, vol. 9(2), pp. 177-184, 1941.
- [81] W. A. Johnson, and R. F. Mehl, "Reaction kinetics in processes of nucleation and growth " *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, vol. 135, pp. 416-441, 1939.
- [82] B. WG., *Rekristallisation, verformter Zustand und Erholung*, Leipzig: Akademischer Verlagsgesellschaft, 1941.
- [83] R. D. Heidenreich, " Electron microscope and diffraction study of metal crystal textures by means of thin sections," *Journal of Applied Physics*, vol. 20(10), pp. 993-1010, 1949.
- [84] P. A. Beck, "The formation of recrystallization nuclei," *Journal of Applied Physics*, vol. 20(6), no. 6, pp. 633-634, 1949.
- [85] R. W. Cahn, "A New Theory of Recrystallization Nuclei," *Proceedings of the Physical Society. Section A*, vol. 63, no. 4, pp. 323, 1950.
- [86] P. A. Beck, and P. R. Sperry, "Strain Induced Grain Boundary Migration in High Purity Aluminum," *Journal of Applied Physics*, vol. 21(2), no. 2, pp. 150-152, 1950.
- [87] J. E. Burke, and D. Turnbull, "Recrystallization and grain growth," *Progress in Metal Physics*, vol. 3, no. 0, pp. 220-292, //, 1952.
- [88] P. R. Swan, *Dislocations arrangements in face centered cubic metals. Electron Microscopy and Strength of Crystals*, p.^pp. 131-181, New York : Interscience: Thomas G, Washburn J., 1963.
- [89] A. S. Keh, and S. Weissman, *Deformation structure in body-centered cubic metals. Electron Microscopy and Strength of Crystals*, p.^pp. 231-300, New York: Interscience: Thomas G, Washburn J., 1963.
- [90] H. Hu, "Direct observations on the annealing of Si-Fe crystals in the electron microscope. ," *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, vol. 224(1), no. 1, pp. 75-84, 1962.
- [91] H. Hu, *Recrystallization by subgrain coalescence. Electron Microscopy and Strength of Crystals. ,* p.^pp. 564-573, New York: Interscience: Thomas G, Washburn J., 1963.
- [92] K. Lücke, and K. Detert, "A quantitative theory of grain-boundary motion and recrystallization in metals in the presence of impurities," *Acta Metallurgica*, vol. 5(11), no. 11, pp. 628-637, 1957.
- [93] R. D. Doherty, and J. W. Martin, "The effect of a dispersed second phase on the recrystallization of aluminium-copper alloys," *Journal of the Institute of Metals*, vol. 91(3), no. 3, pp. 332-338, 1962.
- [94] G. L. Ferran, R. D. Doherty, and R. W. Cahn, "The kossel line determination of the orientation of new grains formed by recrystallisation of aluminium," *Acta Metallurgica*, vol. 19, no. 10, pp. 1019-1028, 10//, 1971.
- [95] R. D. Doherty, and R. W. Cahn, "Nucleation of new grains in recrystallization of cold-worked metals," *Journal of the Less Common Metals*, vol. 28, no. 2, pp. 279-296, 8//, 1972.
- [96] S. P. Bellier, and R. D. Doherty, "The structure of deformed aluminium and its recrystallization— investigations with transmission Kossel diffraction," *Acta Metallurgica*, vol. 25, no. 5, pp. 521-538, 5//, 1977.
- [97] A. D. Rollett, D. J. Srolovitz, R. D. Doherty, and M. P. Anderson, "Computer simulation of recrystallization in non-uniformly deformed metals," *Acta Metallurgica*, vol. 37, no. 2, pp. 627-639, 2//, 1989.

- [98] A. D. Rollett, D. J. Srolovitz, M. P. Anderson, and R. D. Doherty, "Computer simulation of recrystallization—III. Influence of a dispersion of fine particles," *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 40, no. 12, pp. 3475-3495, 12//, 1992.
- [99] F. Haeßner, *Recrystallization of metallic materials*, Stuttgart: Dr. Riederer-Verlag GmbH, 1978.
- [100] V. Randle, *Microtexture determination and its applications*, London: The Institute of Materials, 1992.
- [101] H.-P. Lin, T.-S. Ng, J.-C. Kuo, Y.-C. Chen, C.-L. Chen, and S.-X. Ding, "EBSD study on crystallographic texture and microstructure development of cold-rolled FePd alloy," *Materials Characterization*, vol. 93, no. 0, pp. 163-172, 7//, 2014.
- [102] V. Randle, "Application of electron backscatter diffraction to grain boundary characterisation," *International Materials Reviews*, vol. 49(1), no. 1, pp. 1-11, 2004.
- [103] F. J. Humphreys, and M. Ferry, "Applications of electron backscattered diffraction to studies of annealing of deformed metals," *Materials Science and Technology*, vol. 13(1), no. 1, pp. 85-90, 1997.
- [104] U. Czubyko, D. Molodov, B. C. Petersen, G. Gottstein, and L. S. Shvindlerman, "An X-ray device for continuous tracking of moving interfaces in crystalline solids," *Measurements Science and Technology*, vol. 6(7), no. 7, pp. 947-952, 1995.
- [105] S. Schmidt, S. F. Nielsen, C. Gundlach, L. Margulies, X. Huang, and D. Juul Jensen, "Watching the growth of bulk grains during recrystallization of deformed metals," *Science*, vol. 305(5681), pp. 229-232, 2004.
- [106] H. F. Poulsen, E. M. Lauridsen, S. Schmidt, L. Margulies, and J. H. Driver, "3D-characterisation of microstructure evolution during annealing of a deformed aluminum single crystal," *Acta Materialia*, vol. 51, no. 9, pp. 2517-2529, 5/23/, 2003.
- [107] H. Azzeddine, B. Mehdi, L. Hennet, D. Thiaudière, B. Alili, M. Kawasaki, D. Bradai, and T. G. Langdon, "An in situ synchrotron X-ray diffraction study of precipitation kinetics in a severely deformed Cu–Ni–Si alloy," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 597, no. 0, pp. 288-294, 3/12/, 2014.
- [108] H. Azzeddine, B. Mehdi, L. Hennet, D. Thiaudière, B. Alili, M. Kawasaki, D. Bradai, and T. G. Langdon, "An in situ synchrotron X-ray diffraction study of precipitation kinetics in a severely deformed Cu–Ni–Si alloy," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 597, pp. 288-294, 2014.
- [109] F. Hässner, *Recrystallization of Metallic Materials*, Second ed., Stuttgart: Dr. Riederer Verlag, 1978.
- [110] R. W. Cahn, "Internal strains and recrystallization," *Progress in Metal Physics*, vol. 2, no. 0, pp. 151-176, //, 1950.
- [111] A. H. Cottrell, "Theory of dislocations," *Progress in Metal Physics*, vol. 4, no. 0, pp. 205-264, //, 1953.
- [112] A. H. Cottrell, and V. Aytekin, *J. Inst. Metals*, vol. 77, no. 389, 1950.
- [113] R. D. Doherty, G. Gottstein, J. R. Hirsch, W. B. Hutchinson, K. Lücke, E. Nes, and P. J. Wilbrant, "Panel discussion on recrystallization texture."
- [114] R. D. Doherty, D. A. Hughes, F. J. Humphreys, J. J. Jonas, D. J. Jensen, M. E. Kassner, W. E. King, T. R. McNelley, H. J. McQueen, and A. D. Rollett, "Current issues in recrystallization: a review," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 238, no. 2, pp. 219-274, 11/15/, 1997.
- [115] M. H. Gottstein G, "Recrystallization.," *Preferred Orientation in Deformed Metals and Rocks: An Introduction to Modern Texture Analysis*, pp. 183-218: Academic Press, INC. Orlando., 1985.
- [116] I. Samajdar, R.D.Doherty, C. T. Necker, H. E. Vatne, and E. Nes, "Nucleation or recrystallization in cold and hot deformed metals,."
- [117] Y. Park, D. Lee, and G. Gottstein, "The evolution of recrystallization textures in body centred cubic metals," *Acta materialia*, vol. 46, no. 10, pp. 3371-3379, 1998.
- [118] W. Wang, F. Brisset, A. L. Helbert, D. Solas, I. Drouelle, M. H. Mathon, and T. Baudin, "Influence of stored energy on twin formation during primary recrystallization," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 589, no. 0, pp. 112-118, 1/1/, 2014.

- [119] R. Sandström, B. Lehtinen, E. Hedman, I. Groza, and S. Karlsson, "Subgrain growth in Al and Al-1% Mn during annealing," *Journal of Materials Science*, vol. 13, no. 6, pp. 1229-1242, 1978/06/01, 1978.
- [120] J. L. Walter, and E. F. Koch, "Substructures and recrystallization of deformed (100) [001]-oriented crystals of high purity silicon-iron," *Acta Metallurgica*, vol. 11(8), no. 8, pp. 923-938, 1963.
- [121] K. Varma, and B. L. Willitis, "Subgrain growth in aluminum during static annealing," *Metallurgical Transactions A*, vol. 15(A), pp. 1502-1503, 1984.
- [122] C. S. Smith, "Discussion on paper by Mr J.S.Bowles and Dr.W.Boas "The effect of crystal arrangements on secondary recrystallization in metals," *Journal of the Institute of Metals*, vol. 74, pp. 742-758, 1947/1948.
- [123] J. C. M. Li, "Possibility of subgrain rotation during recrystallization," *Journal of Applied Physics*, vol. 33(10), no. 10, pp. 2958-2965, 1962.
- [124] R. D. Doherty, and J. A. Szpunar, "Kinetics of sub-grain coalescence—A reconsideration of the theory," *Acta Metallurgica*, vol. 32, no. 10, pp. 1789-1798, 10//, 1984.
- [125] A. Jones, B. Ralph, and N. Hansen, "Nucleation of recrystallization in aluminium containing dispersions of alumina," *Metal Science*, vol. 13, no. 3-4, pp. 149-154, 1979.
- [126] A. Jones, B. Ralph, and N. Hansen, "Subgrain coalescence and the nucleation of recrystallization at grain boundaries in aluminium," *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, pp. 345-357, 1979.
- [127] P. R. Rios, F. Siciliano Jr., H. R. Z. Sandim, R. L. Plaut, and A. F. Padilha, "Nucleation and Growth During Recrystallization," *Materials Research*, vol. 8, no. 3, pp. 225-238, 2005.
- [128] B. Oberdorfer, D. Setman, E.-M. Steyskal, A. Hohenwarter, W. Sprengel, M. Zehetbauer, R. Pippan, and R. Würschum, "Grain boundary excess volume and defect annealing of copper after high-pressure torsion," *Acta Materialia*, vol. 68, no. 0, pp. 189-195, 4/15/, 2014.
- [129] H. Yoshida, B. Liebmann, and K. Lücke, "Orientation of recrystallized grains in strained aluminum single crystals," *Acta Metallurgica*, vol. 7, no. 1, pp. 51-56, 1//, 1959.
- [130] S. Howe, B. Liebmann, and K. Lücke, "High temperature deformation of aluminum single crystals," *Acta Metallurgica*, vol. 9, no. 7, pp. 625-631, 7//, 1961.
- [131] J. W. Christian, *The theory of transformations in metals and alloys*, p.^pp. 710-742, London: Pergamon Press: Raynor GV, 1965.
- [132] B. Liebman, K. Lücke, and G. Masing, "Untersuchung über die Orientierungsabhängigkeit der Wachstumsgeschwindigkeit bei der primären Rekristallisation von Aluminium-Einkristallen," *Zeitschrift für Metallkunde*, vol. 47(2), no. 2, pp. 57-63, 1956.
- [133] Y. Huang, and F. J. Humphreys, "Subgrain growth and low angle boundary mobility in aluminium crystals of orientation {110} <001>," *Acta Materialia*, vol. 48, no. 8, pp. 2017-2030, 5/11/, 2000.
- [134] C. C. Yang, A. D. Rollett, and W. W. Mullins, "Measuring relative grain boundary energies and mobilities in an aluminum foil from triple junction geometry," *Scripta Materialia*, vol. 44, no. 12, pp. 2735-2740, 6/8/, 2001.
- [135] O. Dimitrov, R. Fromageau, and C. Dimitrov, *Recrystallization of Metallic Materials*, p.^pp. 137, Stuttgart: Haeßner, Dr. Riederer-Verlag GMBH, 1978.
- [136] K. T. Aust, and J. W. Rutter, "Grain boundary migration in high-purity lead and dilute lead-tin alloys," *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, vol. 215(1), pp. 119-127, 1959.
- [137] K. T. Aust, and J. W. Rutter, "Kinetics of grain boundary migration in high-purity lead containing very small additions of silver and of gold," *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, vol. 218(4), pp. 682-688, 1960.

CHAPITRE II

Le procédé de tréfilage

Du

Cuivre

CHAPITRE II : Le procédé de tréfilage du cuivre.

Introduction

Les opérations de déformation plastique à froid ou à chaud, tels que le laminage, l'estompage, ou le tréfilage, sont connues depuis longtemps. Au XVI^{ème} siècle, Vannoccio Biringuccio avait écrit un livre où il avait décrit les différentes techniques de tréfilage (voir figure II.1). Ces opérations constituent une part importante dans le processus industriel de la fabrication mécanique, automobile, aéronautique, navale, transport de l'énergie, etc. Plusieurs problèmes liés à la nature de la pratique, surgissent dans la vie quotidienne de l'industriel et l'ingénieur ; notons par exemple que ces opérations de déformation sont le plus souvent restreintes par la formabilité des matériaux métalliques ou leurs alliages, et que les propriétés physiques et mécaniques du matériau soumis à une mise en forme plastique, sont affectées par cette sollicitation.

Comprendre le phénomène de la déformation, étudier l'évolution de la microstructure du matériau déformé puis recuit, construire une base de connaissances et de données, sont les exigences pertinentes, permettant le contrôle des différents paramètres, et l'aboutissement à un produit répondant à nos exigences, et dont les caractéristiques sont conforme aux normes industrielles et commerciales. La recherche fondamentale et académique, d'une part, les essais et la modélisation d'autre part, sont les principaux moyens utilisés pour aboutir à but. Le comportement des matériaux métalliques lors de déformation plastique et leur aptitude à se déformer dépendent de beaucoup de facteurs intrinsèques et de facteurs extrinsèques, qu'il est nécessaire de connaître dans le but de contrôler les opérations de mise en forme c'est-à-dire le travail à froid ou à chaud des pièces, et/ou de calculer ces pièces et les structures dans lesquelles on cherche au contraire à éviter toute déformation plastique dans les conditions de service, fluage des câbles électriques dans le réseaux de distribution, fluage des pièces dans un réacteur turbo d'un avion, déformation ou rupture d'un arbre de moteur.

La recherche et le développement exigent l'investissement du capital et du temps. La compétitivité dans un monde est grande. Cette situation oblige les chercheurs et les économistes à trouver de nouvelles issues moins plus rentables.

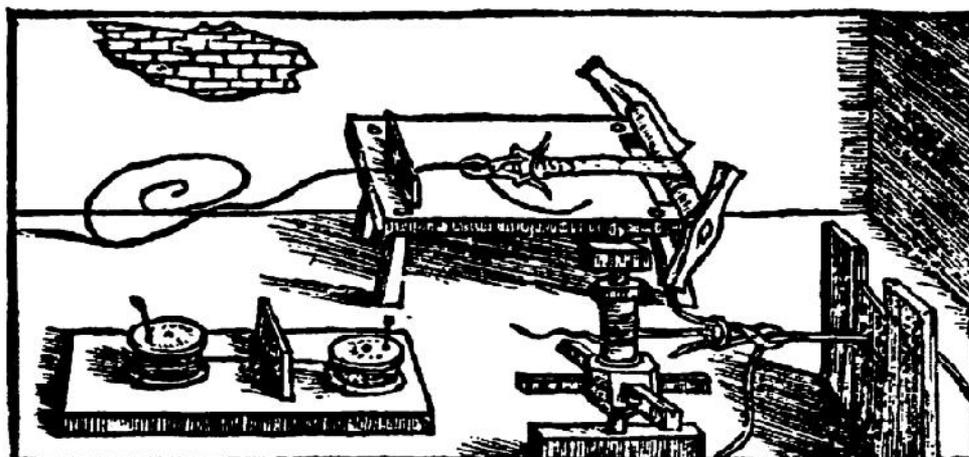


Figure II.1 : Illustration des différentes techniques de tréfilage. Tirée du manuscrit « De la pirothechnia » de Vannoccio Biringuccio, Livre IX, Chapitre 8, Venise, 1540.

L'industrie du tréfilage n'échappe pas à cette règle, et les tréfileurs travaillent d'arrache-pied afin de déterminer l'influence de tous les paramètres intervenant au cours de la mise en forme du fil, tels que l'effet des frottements, effet de chaleur, des lubrifiants, types des filières, vitesse de tréfilage, distances entre les filières, le taux de réduction optimal entre deux successives, etc....

Depuis plus d'un demi-siècle, des modèles simples ou complexes basés sur les théories de la plasticité ont permis de choisir pour un matériau donné, le meilleur optimum usure/débit d'une filière. Ainsi de nouvelles notions de seuil de déformabilité et critères de tolérance ont vu le jour, définissant ainsi des limites au-delà desquelles la rupture semble inéluctable, de sorte à figer les paramètres de tréfilage [1, 2].

II.1. Définition de tréfilage (historique)

Le tréfilage est une technique de mise en forme à froid des métaux qui permet de réduire la section d'un fil, par déformation plastique, en le tirant à travers l'orifice calibré d'une filière sous l'action d'une force de traction et en présence d'un lubrifiant. Cette technique permet d'obtenir des fils de diamètres inférieurs à 5 mm et de s'affranchir ainsi des limites technologiques et économiques d'un procédé de déformation à chaud, à savoir de respecter des tolérances serrées sur les diamètres et de conférer, éventuellement, des caractéristiques mécaniques adaptées par écrouissage [3]. Les matériaux les plus utilisés dans le cadre d'applications industrielles sont l'acier, le cuivre, l'aluminium et le tungstène. Les applications des produits mis en œuvre par cette technique (qui peuvent être utilisés en l'état, assemblés ou transformés) sont nombreuses : clôtures, armatures pour béton, électrode de soudage, câbles, agrafes, vis et boulons, ressorts, aiguilles, anneaux, boucles et crochets, armatures de pneumatiques [4].

Le tréfilage est un procédé de mise en forme largement utilisé pour la fabrication de fils métalliques. Les trois éléments-clés du tréfilage sont le fil, la filière et le lubrifiant.

- Le fil de départ, ou fil-machine provient du laminage à chaud et a subi une préparation de surface : il a ainsi été décapé et revêtu pour accentuer sa rugosité de surface et améliorer sa tréfilabilité.
- La filière assure la réduction, se compose d'un noyau en carbure de tungstène lié cobalt ou diamant et d'une frette en acier.
- Le lubrifiant joue le rôle de troisième corps : produit liquide ou pulvérulent suivant le procédé choisi, il s'intercale, sous forme d'un film mince, entre les deux antagonistes [5].

Ce chapitre a pour but de présenter les techniques propres au tréfilage des fils en cuivre et en alliages cuivreux. Les fils métalliques peuvent, en général, être classés en quatre catégories suivant leur diamètre : les fils machines, fils intermédiaires, fils fins, et fils ultrafins. Cette classification est purement technique, on peut citer, la classification de l'AWG (American Wire Gauge).

Les techniques de tréfilage (machine, outillage, conditions de tréfilage, etc...) diffèrent plus ou moins d'une catégorie à une autre. Le présent chapitre se limite à la présentation de l'état technique actuel du tréfilage des fils en cuivre et en alliages cuivreux revêtus ou non, essentiellement destinés aux applications électriques [6].

S'inscrivant dans le cadre du développement des réseaux électriques urbains et rurales, et dont l'impact économique et sociologique est considérable ; le développement des câbles électriques a été, ces dernières années, une des principales tendances dans l'évolution technologique de la liaison électrique. Les fils métalliques constituant l'âme conductrice et la couche de blindage secondaire de ces câbles sont en cuivre ou en alliages cuivreux ou en aluminium, matériau moins chère.

Cela a engendré le développement des techniques de tréfilage propres à ce genre de fils.

II.2. Principe du tréfilage

Le principe du tréfilage est basé sur l'utilisation de plasticité du matériau dans le but de réduire la section fil en forçant son passage à travers des orifices successifs calibrés, de diamètres décroissants, et qu'on appelle « **les filières** ». De ce fait, le matériau s'allonge et sa section se réduit : on dit qu'il file (figure II.2)

Le fil est astreint à passer à travers les filières par deux procédés différents : on lui impose un déplacement en lui appliquant une poussée sur la face arrière B(Back), c'est l'extrusion ; ou on le tire en lui appliquant une force de traction sur la face avant F (Front), c'est le tréfilage.

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

$$\varepsilon (\%) = \frac{D_i^2 - D_f^2}{D_i^2} \times 100 \dots\dots\dots \text{Eq.II.1}$$

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

On rencontre plusieurs types de tréfileuses dont on peut citer [6]:

II.3.1. Machine simple ou machine monopasse.

Elle ne comporte qu'une bobine et ne peut effectuer qu'une passe de tréfilage, c'est-à-dire une réduction de section de 35 % au maximum. À chacun des blocs sont associés un ensemble de dévidage et un dispositif de réception.

On distingue :

- les blocs simples, à axe de bobine vertical ;
- les bancs de couche, à axe de bobine horizontal.

II.3.2. Machine multiple ou machine multi passe.

Sur ces machines, des réductions de section importantes sont obtenues par des réductions successives effectuées sur le même appareil. Dans ce cas, le fil passe d'une bobine à une autre en traversant une filière, et il subit à chaque fois une réduction de section et un accroissement de vitesse (loi de conservation du débit de matière).

La figure II.2. représente un modèle de tréfileuse composée des éléments suivants :

- ❖ Le dévidoir : permettant le déroulement continu de la couronne de fil.
- ❖ La boîte à savon : permettant le logement de la porte filière et le logement du lubrifiant.
- ❖ La porte de filière : pour positionner la filière et refroidir celle-ci.
- ❖ La bobine : permettant d'enlever la couronne de fil de la bobine.
- ❖ La boîte à vitesse : afin de varier la vitesse de rotation de la bobine.
- ❖ La filière (passe) : constituée d'un noyau en carbure métallique fritté (souvent du carbure de Tungstène). Le noyau est ensuite fritté sur un corps cylindrique en acier appelé « monture ».

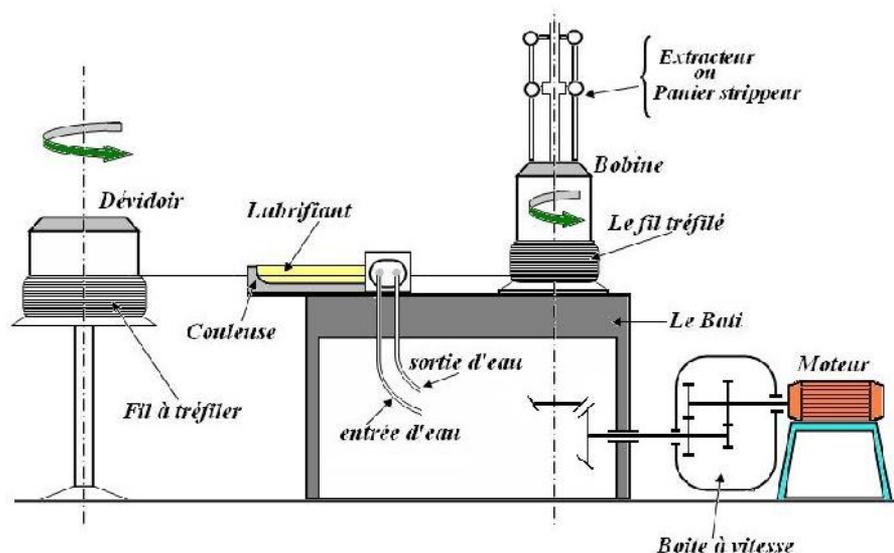


Figure II.2 : Schéma d'un banc à tréfiler

La filière constitue l'élément fondamental de l'opération de tréfilage. La forme qu'il convient de lui donner a fait l'objet de nombreux travaux théoriques ou expérimentaux [1, 7].

Elle est constituée d'un noyau dur, généralement en carbure de tungstène (lié au cobalt) ou en diamant, fretté dans une monture généralement en acier (figure II.3)

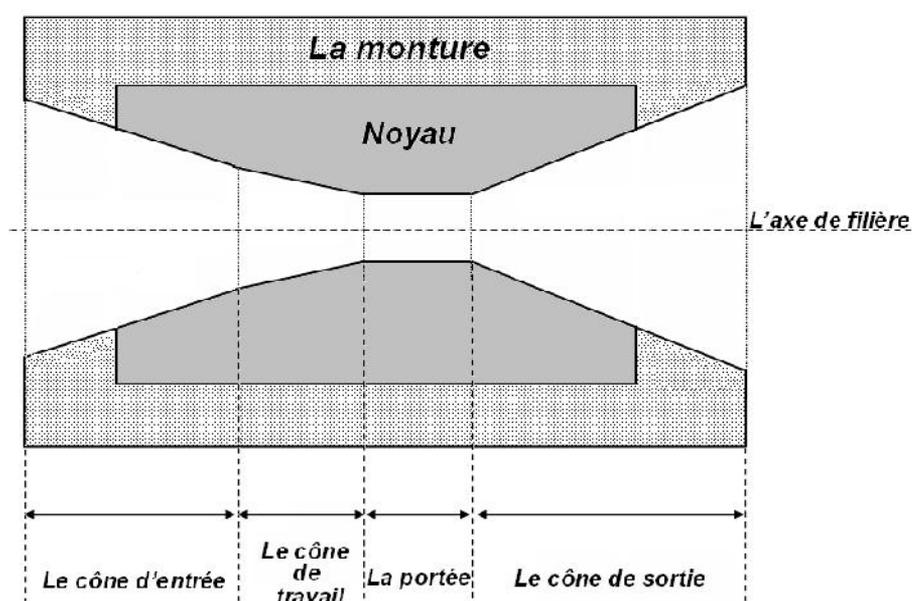


Figure II.3 : Coupe de la filière [8].

La surface intérieure est constituée d'une succession de formes de révolution à génératrices généralement rectilignes :

- Le cône d'entrée, permettant l'entraînement du lubrifiant ;
- Le cône de travail, partie essentielle dans laquelle le métal subit sa déformation par compression, et caractérisé par un angle au sommet 2α ;
- La portée cylindrique, dont la longueur est comprise entre $1/3$ et $1/2$ du diamètre à obtenir, elle guide le fil après avoir été déformé;
- Le cône de sortie ou chanfrein de dégagement.

La forme de la partie active de la filière composée du cône de travail (ou cône d'étrépage) peut varier suivant (figure II.3) :

- La nature et l'état du matériau;
- Le taux de réduction de section ;
- La recherche du minimum de perte d'énergie par frottement sur les parois ;
- La progressivité régulière de la déformation ;
- Le minimum d'usure recherchée dans la zone de calibrage du fil [9];
- Le type de lubrifiant.

II.3. Paramètres de tréfilage

Vu que le tréfilage est un procédé de mise en forme par déformation plastique, il est caractérisé par un certains nombres de paramètres, à savoir en premier lieu la nature, la structure, et la qualité du matériau à tréfiler; ensuite la vitesse et la température de tréfilage; la géométrie des filières, et les conditions de frottement [10].

II.3.1. La déformation équivalente

La déformation équivalente est la sommation de toutes les déformations locales induites par le tréfilage sous l'effet de l'effort de traction. Elle influe sur les caractéristiques mécaniques du fil [11].

La déformation équivalente totale d'une particule de matière au cours d'une passe de tréfilage s'exprime par :

$$\varepsilon_{\text{éq} | \text{particule}} = \frac{2}{\cos \alpha} \left[\sqrt{1 - \frac{11}{12} \cdot \sin^2 \alpha} \right] \cdot \ln \frac{D_i}{D_f} + (2\sqrt{3}) \tan \alpha \dots\dots\dots \text{Eq.II.2}$$

La déformation équivalente moyenne du fil $\varepsilon_{\text{éq}}$ est égale à :

$$\varepsilon_{\text{éq}} = 2 \cdot f(\alpha) \cdot \ln \left(\frac{D_i}{D_f} \right) + g(\alpha) \dots\dots\dots \text{Eq.II.3}$$

$f(\alpha)$ et $g(\alpha)$ sont des fonctions de demi-angle α de la filière [12].

$$f(\alpha) = \frac{1}{\sin^2 \alpha} \left\{ 1 - \cos \alpha \sqrt{\left(1 - \frac{11}{12} \cdot \sin^2 \alpha\right)} + \frac{1}{\sqrt{11 \times 12}} \cdot \ln \left[\frac{1 + \sqrt{\frac{11}{12}}}{\sqrt{\frac{11}{12}} \cdot \cos \alpha + \sqrt{\left(1 - \frac{11}{12} \cdot \sin^2 \alpha\right)}} \right] \right\} \dots\dots\dots \text{Eq.II.4}$$

Avec $g(\alpha)$ qui s'exprime par :

$$g(\alpha) = \frac{\frac{1}{\sqrt{3}} \left[\ln \left(\tan \left(\frac{\alpha}{2} + \frac{\pi}{4} \right) \right) - \sin \alpha \right]}{(1 - \cos \alpha)} \dots \text{Eq.II.5}$$

Au cours d'une passe de tréfilage, la vitesse de déformation équivalente moyenne a pour expression :

$$\dot{\epsilon}_{eq,m} = \frac{3 \cdot v_i \cdot D_i^3}{2 \cdot (D_i^2 - D_f^2)} \times \frac{\sin^3 \alpha \cdot f(\alpha)}{(1 - \cos \alpha)} \times \ln \left(\frac{D_i}{D_f} \right) \dots \text{Eq.II.6}$$

Où v_i : exprime la vitesse du fil à l'entrée de la filière.

α : demi-angle de la filière.

D_i et D_f : sont les diamètres initiale et finale du fil, à l'entrée et la sortie de la filière respectivement (voir figure II.4).

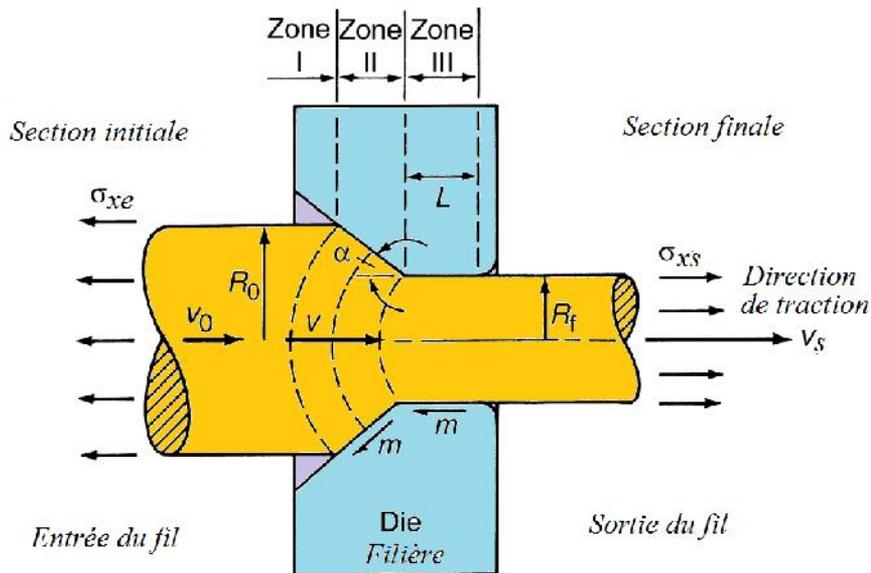


Figure II.4 : Principe de tréfilage, réduction de la section [13].

II.3.2. Le travail redondant et la déformation redondante

Dans le but de comprendre le concept de travail redondant en tréfilage, il est plus simple de considérer la géométrie de la zone de déformation à l'intérieur de la filière. Une forme conique, avec des parois internes convergentes, comme il est illustré sur la figure II.5.

La figure II.5 montre un exemple de comment un redondant ou excès, de travail est nécessaire pour réduire la section du fil au cours de tréfilage à travers une filière conique. En se rapprochant des parois de la filière de conversion(zone de travail), le volume élémentaire dV parcourt son chemin lors de la traversée de filière sur ligne droite parallèle à l'axe de tréfilage jusqu'à ce qu'au point A, il doit être dévié vers l'axe central, tout en étant charrié vers l'avant. Au point B, il est une fois encore dévié mais vers son parcours original.

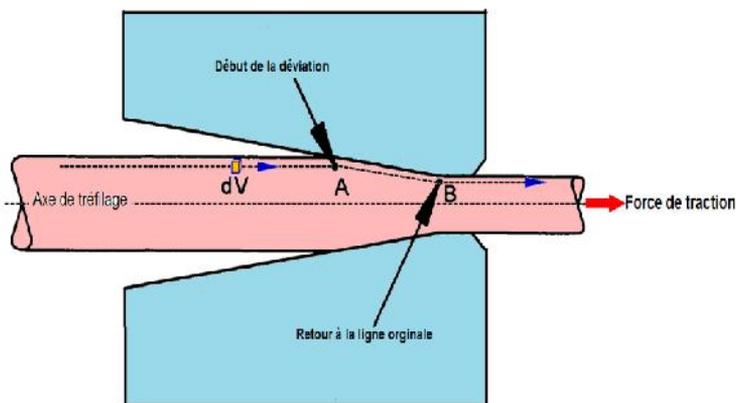


Figure II.5: Travail redondant dans une filière.

Ces déviations en A et B impliquent le cisaillement des couches de matériau juste au-delà du point de déviation au-devant des couches juste avant, dans une direction perpendiculaire à l'axe principal.

Le travail nécessaire pour effectuer ces déviations se nomme « travail redondant » ; qui est plus grand à proximité de la surface de la pièce, où plus "cisaillement" se produit. On peut voir sur la figure, que plus l'élément de volume est proche de l'axe de symétrie de la pièce, alors il va être faiblement « cisailé », au point que si l'élément de volume se trouve sur l'axe, il ne subira qu'une simple poussée vers l'avant, dans la direction de déplacement du fil. Si la filière a des angles de faible profondeur (superficiels), comme pourrait être le cas dans le tréfilage, les contributions du cisaillement radial sont minimales et l'énergie impliquée c'est à dire le travail redondant, est faible.

En d'autres termes, la différence entre cisaillement subi par un élément de volume à proximité de la surface du fil et un intérieur une est négligeable. Le travail redondant constitue ainsi l'excès de l'énergie de déformation introduite dans la pièce.

Le travail redondant constitue donc, l'excès d'énergie de déformation introduit dans une pièce transformée (travaillée), comme un fil déformé par tréfilage, mais sa valeur ne peut être déduite directement à partir de la quantité nette de déformation subie par le matériau (par considération simple de $\sigma \times \varepsilon$, par exemple).

Il peut être vu comme une sorte de catalyseur, qui est nécessaire pour achever la réaction de déformation (réaction étant définie comme la réduction de section transversale de A_e à A_s), mais ne peut pas être dérivée à partir du résultat de la réaction, à savoir, les dimensions finales de la pièce travaillée. Néanmoins, les couches externes de matériaux, i.e., ceux qui ont subi une plus grande quantité de cisaillements, présentent également un degré d'écroutissage plus élevé.

Dans un travail publié en 1947, Siebel [14], citant Körber et Eichinger [15, 16], avait présenté ce qu'il avait appelé (travail de cisaillement) pour décrire le travail redondant, et avait donné une description quantitative valable pour des pièces axisymétriques. Dans la pratique courante, il est d'usage de décrire le travail redondant avec le dit facteur redondant travail, Ψ , définie par:

$$\Psi = \frac{W_h + W_r}{W_h} \dots\dots\dots \text{Eq.II.7}$$

Où W_h est le travail homogène, c'est à dire le travail nécessaire pour déformer plastiquement une pièce (fil) à une réduction de ε , et W_r est le travail redondant.

Après avoir observé et étudié les données expérimentales obtenues par Wistreich [17], Wright [18] avait suggéré une approche pour déterminer le travail redondant, avec une bonne approximation. Elle est basée sur la géométrie de la zone de déformation et est donnée par :

$$\Psi \approx \frac{\Delta}{4.4} + 0.8 \dots\dots\dots \text{Eq.II.8}$$

Où Δ est le paramètre utilisé pour décrire la géométrie de la zone de déformation (zone de travail) et est défini par le rapport entre la hauteur moyenne et la longueur de la zone de déformation dans la filière. Pour une symétrie de révolution, comme dans le cas de tréfilage, la formule pour le calcul de Δ est :

$$\Delta = \frac{\alpha}{r} (1 + \sqrt{1-r})^2 \dots\dots\dots \text{Eq.II.9}$$

Où α est le demi-angle de filière(en radians) et r la réduction fractionnelle de l'aire, à savoir., $1 - \frac{A_s}{A_e}$.

Ainsi que pour le cas de déformation plastique par tréfilage, Ψ est généralement compris entre 1.08 et 1.63 , en supposant que le demi-angle de filière soit inclus dans l'intervalle [4° – 12°].

Un traitement rigoureux serait considérer que le travail redondant n'est pas nécessairement réparti uniformément dans la section du fil. En fait, comme nous l'avons souligné, les couches extérieures du fil ont subi un cisaillement plus grand que celles de l'intérieur, tandis que l'axe du fil n'en connaît pas du tout.

Par conséquent, il existe un gradient de travail redondant à travers le fil. Cependant, pour de petits angles de filière, le gradient est faible et le travail redondant peut être considéré comme très petit. En cas de doute, des mesures de microdureté le long du rayon de fil peuvent fournir une meilleure image de la répartition du travail redondant dans la section du fil: avec de plus grandes quantités de travail résultant de la valeur de dureté plus élevée.

Avec ces considérations à l'esprit, l'élévation de température due à la déformation plastique peut être rendue plus précise par l'introduction du facteur travail redondant:

$$\Delta T_d = \frac{\Psi \cdot \sigma \cdot \epsilon}{C \cdot d} \dots\dots\dots \text{Eq.II.10}$$

II.3.3.L'effort de tréfilage

Lors de l'étirage des fils à travers la filière, les contraintes influencent considérablement le processing du tréfilage. La déformation plastique intervient dans la filière sous l'effet combiné de la force de traction appliquée au fil et de la compression latérale qui apparaît le long des parois de la filière comme une force de réaction (figure II.5.). Des forces de frottements naissent au niveau de l'interface du fil/filière, s'ajoutent alors à la compression latérale, donc la force nécessaire pour tréfiler le fil sera la résultante de la force nécessaire pour déformer plastiquement le fil et de la force nécessaire pour vaincre le frottement.

L'expression qui exprime la contrainte de tréfilage est donnée par :

$$\sigma_{x,s} = \frac{F_x}{\pi \cdot R_s^2} = \sigma_{\text{déf. plas.}} + \sigma_{\text{fr cone}} + \sigma_{\text{fr portée}} \dots\dots\dots \text{Eq.II.11}$$

La contrainte dépend de plusieurs paramètres et conditions ; le paramètre géométrique telle que la forme de la filière, ainsi la valeur de l'angle de filière et la longueur de sa portée vont conditionner la surface de contact entre le fil et augmenter la part du frottement; le paramètre mécanique du fil plus précisément sa contrainte d'écoulement, et enfin les conditions de frottements entre le fil et la filière (interface fil/filière), qui sont liées à l'utilisation de lubrifiants.

Des méthodes de calcul de de la contrainte de tréfilage sont proposées, afin d'aboutir à une expression simple. On distingue deux types d'approche, la première est analytique et la seconde est une approche numérique.

A-Modèles analytiques :

Vue les difficultés de manipuler des équations trop compliquées de la plasticité, des méthodes de résolution approchées ont été développées afin de calculer la contrainte de tréfilage.

La méthode des tranches :

Certains auteurs comme Sachs [19], Baque [2], avaient opté pour une approche de calcul infinitésimal, cette méthode est basée sur la division du fil de forme cylindrique d'axe principal x , en tranches d'épaisseurs dx infiniment petites tendant vers zéro. Pour chaque tranche, on définit une combinaison de trois actions mécaniques, une traction axiale, une pression latérale, et une cisssion de frottement. Dans le but d'aboutir à des équations d'équilibre, il est impératif de prendre en considération les conditions de frottement choisies et les critères de plasticité.

Pour une contre-traction $\sigma_{x,e}$ hypothétique exercée (contrainte résiduelle de la passe précédente), alors la contrainte de tréfilage $\sigma_{x,s}$ en sortie de filière, avait été formulée comme suit :

- avec un frottement de Coulomb μ :

$$\sigma_{x,s} = \sigma_{x,e} \cdot \lambda^{-\mu \cdot \cot \alpha} + \sigma_0 \cdot \left(1 + \frac{1}{\mu \cdot \cot \alpha}\right) \cdot (1 - \lambda^{-\mu \cot \alpha}) \dots \dots \dots \text{Eq.II.12}$$

- avec un frottement de Tresca \bar{m} :

$$\sigma_{x,s} = \sigma_{x,e} + \bar{\sigma}_0 \cdot \ln \lambda \cdot \left(1 + \frac{\bar{m}}{\sqrt{3}} \cdot \cot \alpha\right) \dots \dots \dots \text{Eq.II.13}$$

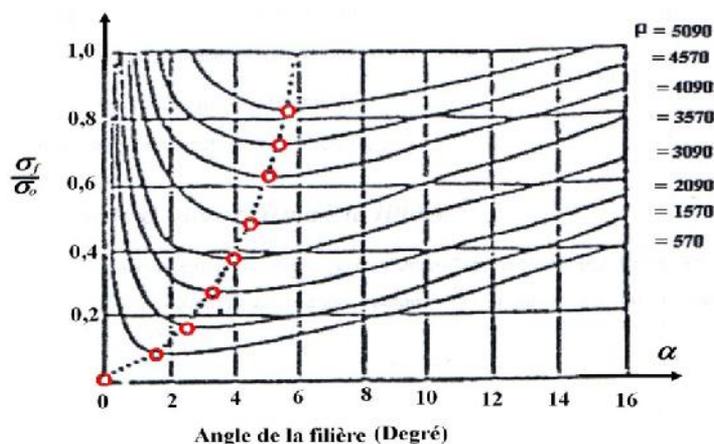


Figure II.6 : Optimisation des conditions de tréfilage. La variation de σ_{xf}/σ_0 en fonction de l'angle α du demi-cône de filière, pour différents taux de déformation ε % et un même coefficient de frottement [17].

La méthode de tranches est insuffisante puisque la comparaison des résultats qui en découlent avec les résultats expérimentaux issus des travaux de Wistreich [17], indique une sous-estimation de la contrainte de tréfilage et ne rend pas compte de l'existence d'un minimum de force lorsque l'angle varie (voir Fig.II.6).

La méthode de la borne supérieure :

Plusieurs auteurs, dont Avitzur (le plus connu), Ehrlacher [20], et Le Dang [21], se sont appuyés sur le modèle de la borne supérieure. Ce modèle est le plus rigoureux en comparaison aux autres modèles proposés. L'idée de base de cette méthode est une discrétisation du milieu continu du fil parallèlement à la direction longitudinale de tréfilage (on discrétise le fil en faisceau de droites convergent sur l'axe du fil) et que la zone de déformation est limitée par deux discontinuités de vitesses.

Le théorème de la borne supérieure caractérise la solution du problème. Celui-ci s'énonce ainsi [22]: « Parmi tous les champs de vitesse cinématiquement admissible dans la structure, la solution (si elle existe) du problème de l'évolution rigide plastique est celui qui minimise la fonctionnelle J^* , différence entre la puissance qui serait dissipée plastiquement dans le champ de vitesse et la puissance des efforts extérieurs imposés à la structure ».

L'application du théorème de la borne supérieure entraîne l'obtention d'une valeur majorée de la contrainte de tréfilage dans la mesure où la puissance dissipée dans l'écoulement considéré sera supérieure à celle dissipée par l'écoulement réel. Cette contrainte est formulée par :

$$\sigma_{x,s} = \sigma_{x,e} + \bar{\sigma}_0 \cdot \ln \lambda \cdot \left(1 + \frac{\bar{m}}{\sqrt{3}} \cdot \cot \alpha \right) + 0,77 \cdot \bar{\sigma}_0 \cdot \sin \alpha \dots\dots\dots \text{Eq.II.14}$$

Le troisième terme de l'expression précédente découle du travail redondant.

La méthode modifiée des tranches :

En comparant plusieurs modèles et méthodes tels que la Méthode des tranches, la Méthode Johnson et Rowe et Méthode de la borne supérieure, Felder [23] conclut que l'expression de la contrainte la plus proche des résultats expérimentaux peut être exprimée comme suit :

$$\sigma_{z,s} = \sigma_{z,e} + \sigma_0 \cdot \ln \lambda \cdot \left(\psi + \frac{\bar{m}}{\sqrt{3}} \cdot \cot \alpha \right) \dots\dots\dots \text{Eq.II.15}$$

Avec $\psi = \max \left(1; 0,88 + 0,195 \left(\frac{\sqrt{\lambda} + 1}{\sqrt{\lambda} - 1} \right) \tan \alpha \right)$

Siebel et Bonzel [24-26] avaient établi une expression analytique de la contrainte de tréfilage, cette expression cumule les trois termes relatifs à :

- La déformation homogène ou effort principal de déformation.
- Aux effets de frottement sur la paroi du cône de travail.
- A la déformation hétérogène (écrouissage redondant lié à la géométrie de la filière), i.e. les pertes par cisaillement internes dues à l'inclinaison provisoire des fibres du métal lors de son passage à travers la filière.

La plus couramment employée de ces formules est celle dite de Siebel-Bonzel [1, 14], qui donne l'effort de traction (ou la force de traction) unitaire (par unité d'aire de section finale du fil) à la sortie de la filière :

$$\sigma_{x,s} = \sigma_m \cdot \varepsilon \cdot \left(1 + \frac{\mu}{\alpha} + \frac{2}{3} \cdot \frac{\alpha}{\varepsilon} \cdot \mu^\nu \right) \dots\dots\dots \text{Eq.II.16}$$

- Où
- $\sigma_{x,s}$: l'effort de tréfilage.
 - σ_m : contrainte moyenne d'écoulement.
 - $\varepsilon = \ln \frac{S_i}{S_f}$: déformation appliquée (rationnelle).
 - μ : coefficient de frottement.
 - α : demi-angle d'ouverture de filière (exprimé en Radian).
 - ν : paramètre expérimental.

Dans ce calcul, σ_m est définie comme contrainte d'écoulement moyenne correspondant à la moyenne arithmétique de la résistance à la traction σ_0 avant et σ_1 après le tréfilage ; elle a une valeur voisine de celle de la limite d'élasticité.

Une expression plus simplifiée est donnée par Siebel, dont l'approximation est suffisante du fait de l'incertitude de l'exposant ν :

$$\sigma_{x,s} = \sigma_m \cdot \varepsilon \cdot \left(1 + \frac{\mu}{\alpha} + \frac{2}{3} \cdot \frac{\alpha}{\varepsilon}\right) \dots\dots\dots \text{Eq.II.17}$$

Finalement, l'amplitude force de tréfilage $\|\vec{F}\|$ peut être obtenue par la multiplication de l'effort de traction (ou la force de traction) unitaire par l'aire de la section finale (à la sortie) du fil S_s :

$$\|\vec{F}\| = \sigma_{x,s} \cdot S_s \dots\dots\dots \text{Eq.II.18}$$

La force exigée au cours de l'écoulement du fil à travers la filière dépend du demi-angle α de la filière de telle manière qu'il existe un certain angle dit « l'angle optimal » α_{optim} correspondant à une force de tréfilage minimale. Avec un angle petit, devant l'angle optimal, la force de tréfilage devient énorme du fait que la longueur de contact à e (interface/filière) est grande produisant un frottement élevé [27-30].

Le tableau (II.1) facilite le calcul de F en donnant, en fonction du demi angle α d'ouverture de la filière (exprimé en degrés), les expressions $\frac{2}{3} \cdot \alpha$ et $\left[1 + \frac{\mu}{\alpha}\right]$ pour un certain nombre de valeurs du coefficient de frottement μ .

Tableau II.1 : Valeurs des paramètres de la formule de Siebel relative à l'effort de traction unitaire à la sortie de la filière [23].				
α	$\frac{2}{3}\alpha$	$1 + \frac{\mu}{\alpha}$		
(°)	(rad)	$\mu = 0,02$	$\mu = 0,05$	$\mu = 0,10$
3	0,035	1,382	1,955	2,910
4	0,046	1,286	1,716	2,432
5	0,058	1,229	1,572	2,146
6	0,070	1,191	1,477	1,954
7	0,081	1,164	1,409	1,818
8	0,093	1,143	1,358	1,716
9	0,105	1,127	1,318	1,637
10	0,116	1,114	1,286	1,573

II.3.4. Le coefficient de frottement μ

Le frottement (ou friction) est une interaction qui s'oppose au mouvement relatif entre deux systèmes en contact. C'est un phénomène gênant et néfaste pour le procédé de tréfilage. Le frottement provoque une augmentation dans l'amplitude de la force de tréfilage, un réchauffement au cours de l'opération donc une élévation de température du système (fil/filière). Il en résulte l'apparition des phénomènes de restauration et recristallisation partielles entre les différentes passes, ce qui privilégie des incidents tels que les rayures du fil, et l'usure de la filière.

L'étude du phénomène de frottement et la bonne connaissance de ses caractéristiques, afin de le minimiser, soit en réglant les paramètres du procédé de tréfilage tels que la réduction du fil, et/ou l'angle de filière, ou bien en usant d'un lubrifiant adéquat.

Généralement, on estime le frottement de deux manières : l'une directe, de manière expérimentale, au cours d'essais de tréfilage, l'autre par des mesures indirectes.

La méthode directe est expérimentale, elle est appliquée lors d'essais de tréfilage, le tréfileur doit y mesurer la force axiale et la force normale de tréfilage. L'application de cette méthode nécessite un dispositif de tréfilage sophistiqué et une instrumentation de mesure appropriée.

La méthode indirecte repose sur un modèle mécanique et à la connaissance de la contrainte d'écoulement du fil. On procède par la mesure de la force axiale de tréfilage, ensuite le calcul du coefficient de frottement en se basant sur ce modèle. Les calculs dans la méthode indirecte peuvent être infectés d'erreurs qui dérivent d'une connaissance qu'approchée de la contrainte d'écoulement, ou d'hypothèses plus ou moins discutables sur le frottement et le travail redondant. Néanmoins, on peut aboutir à de bons résultats.

Parmi les modèles les plus connus, on cite le modèle élaboré par Avitzur et Evans. Ils ont élevé un procédé expérimental, basé sur l'hypothèse que le frottement est géré le critère Coulomb [31]. La contrainte de cisaillement du au frottement est donnée par les expressions suivantes:

$$\tau = \mu \cdot p \dots\dots\dots \text{Eq.II.19}$$

$$\tau = \mu \cdot \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}} \dots\dots\dots \text{Eq.II.20}$$

Avec

τ : La contrainte tangentielle(ou de cisaillement) à n'importe quel point de la filière.

p : La pression entre la filière et le fil.

σ_0 : La limite d'écoulement de fil.

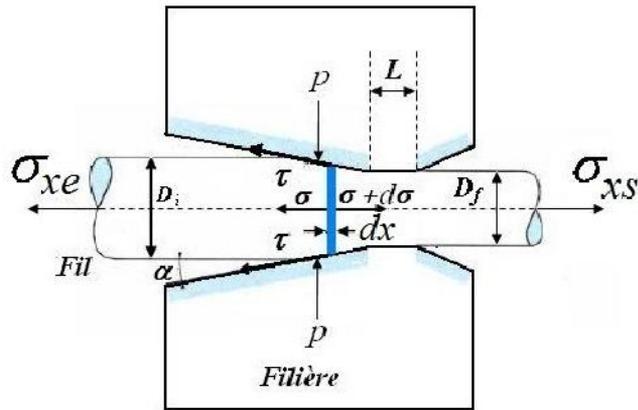


Figure II.7 : Les principales contraintes agissant sur le fil au cours de l'opération de tréfilage
 σ_{xs} : La contrainte de tréfilage. σ_{xe} : La contrainte de contre-action [12] .

En utilisant les lois d'énergie, ils obtiennent une formulation de la contrainte relative de tréfilage.

L'équation (II.12) exprime cette contrainte [31]:

S'exprime selon la formule suivante:

$$\frac{\sigma_{xs}}{\sigma_0} = \frac{\left\{ \frac{\sigma_{xe}}{\sigma_0} + 2 \cdot f(\alpha) \cdot \ln \frac{D_i}{D_f} + \frac{2}{\sqrt{3}} \left(\frac{\alpha}{\sin^2 \alpha} - \cot \alpha \right) + 2 \cdot \mu \cdot \cot \alpha \cdot \left(1 - \frac{\sigma_{xe}}{\sigma_0} - \ln \frac{D_i}{D_f} \right) \cdot \ln \frac{D_i + L}{D_f} \right\}}{\left(1 + 2 \cdot \mu \cdot \frac{L}{D_f} \right)} \dots \dots \dots \text{Eq.II.21}$$

Il est important de noter que selon les lois de conservations de l'énergie, la contrainte relative peut s'écrire sous la forme d'une somme de différentes parts relatives des énergies du système (fil/filière) [32]:

$$\frac{\sigma_{xs}}{\sigma_0} = \frac{\sigma_{xe}}{\sigma_0} + \dot{W}_S + \dot{W}_l + \dot{W}_{fr} \dots \dots \dots \text{Eq.II.22}$$

Où

σ_{xs} : La contrainte de tréfilage.

σ_{xe} : La contrainte de contre-action.

σ_0 : La limite d'écoulement de fil.

\dot{W}_{int} : La part de puissance relative dissipée (*sans dimension*) par la déformation interne.

\dot{W}_{fr} : La part de puissance relative dissipée par frottement.

\dot{W}_s : La part de puissance relative dissipée par cisaillement (shear).

Les graphes illustrant la variation de la contrainte relative $\frac{\sigma_{xs}}{\sigma_0}$ en fonction de l'angle du demi-cône α de la filière, pour différentes valeurs du coefficient de frottement μ , sont montrés sur les figures (II.6) et (II.8) [25, 28, 32]. Chaque courbe présente un minimum pour une certaine valeur optimale de l'angle α , notée α_{optim} . Pour des valeurs de l'angle α inférieures à cette valeur optimale, les pertes de puissances par frottement sont excessives \dot{W}_{fr} ; les pertes de puissances baissent lorsque la valeur de l'angle de filière augmente, mais dès que la valeur optimale α_{optim} est dépassée, ces pertes recommencent à croître une fois encore de manière peu brutale.

Au-delà de la valeur optimale α_{optim} , une distorsion excessive se produit avec l'angle croissant de la filière, les contraintes de tréfilage augmentent de la même sorte. L'angle optimal de filière α_{optim} qui minimise les contraintes de tréfilage, augmente avec l'augmentation du taux de déformation ε % et du coefficient de frottement μ . Pour des frottements très importants, il est recommandé d'utiliser des filières à grands angles.

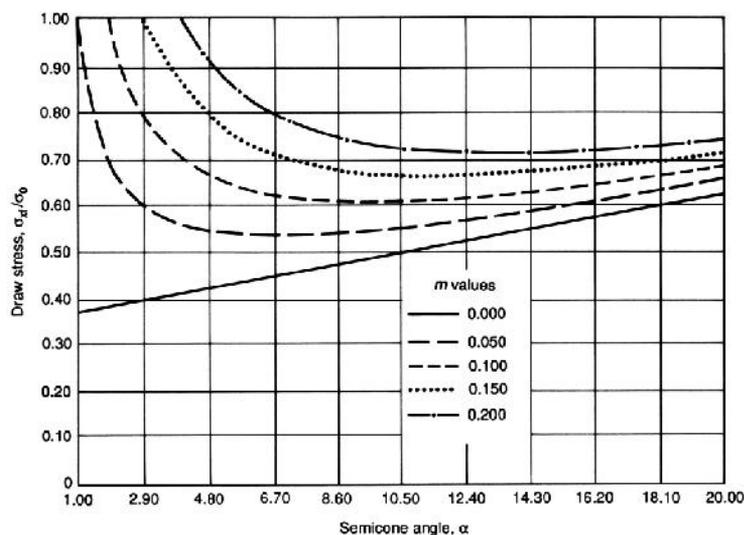


Figure II.8 : La variation de la contrainte relative σ_{xs}/σ_0 en fonction de l'angle α du demi-cône de la filière, pour différentes valeurs du coefficient de frottement μ [13].

En posant la dérivée par rapport au demi-angle α de l'équation (II.12) égale à zéro, et on résolvant cette dernière équation, on trouve l'expression de l'angle optimal :

$$\frac{\partial\left(\frac{\sigma_{XS}}{\sigma_0}\right)}{\partial\alpha} = 0 \dots\dots\dots \text{Eq.II.23}$$

$$2.\sin\alpha_{opt}\left\{\sqrt{1-\frac{11}{12}.\sin^2\alpha_{opt}-\sin\alpha_{opt}.f(\alpha_{opt})}\right\}.\ln\frac{D_i}{D_f}+\frac{2}{\sqrt{3}}\left(1-\alpha_{opt}.\frac{\cos\alpha_{opt}}{\sin\alpha_{opt}}\right)-\mu\left(1-\frac{\sigma_{sf}}{\sigma_0}-\ln\frac{D_i^2}{D_f^2}\right)=0 \dots\dots \text{Eq.II.24}$$

Selon l'hypothèse émise par Avitzur et Evans sur la loi de Coulomb, on peut déduire l'expression du coefficient de frottement [31]:

$$\mu = \frac{2\left\{\sin\alpha_{opt}.\left[\sqrt{1-\frac{11}{12}.\sin^2(\alpha_{opt})-\cos(\alpha_{opt}).f(\alpha_{opt})}\right].\ln\frac{D_i}{D_f}+\frac{1}{\sqrt{3}}\left[\frac{1-\alpha_{opt}.\cos(\alpha_{opt})}{\sin(\alpha_{opt})}\right]\right\}}{\left[1-\frac{\sigma_{XS}}{\sigma_0}.\ln\frac{D_i}{D_f}\right].\ln\frac{D_i}{D_f}} \dots\dots\dots \text{Eq.II.25}$$

II.3.5. L'angle d'ouverture de la filière

Dans la pratique de l'industrie de câblerie, les valeurs généralement adoptées pour l'angle 2α varient entre 8° et 20° en fonction de tous les paramètres discutés précédemment. L'angle optimum de la filière est donné par l'équation suivante :

$$\alpha_{opt} = \frac{1}{2} \cdot \sqrt{3\mu^{1-\nu} \cdot \ln\frac{S_i}{S_f} \cdot \frac{1 + \ln\frac{S_i}{S_f}}{2 + \ln\frac{S_i}{S_f}}} \dots\dots\dots \text{Eq.II.26}$$

En prenant en compte certaine approximation, la relation précédente peu prendre une forme plus pratique :

$$\alpha_{opt} = \sqrt{\frac{3}{2}m \cdot \ln\frac{R_i}{R_f}} \dots\dots\dots \text{Eq.II.27}$$

Où m est le facteur de frottement de l'interface

On voit clairement que, l'angle optimal de la filière croît approximativement comme la racine carré de la réduction de section quand celle-ci augmente, et décroît sensiblement comme la racine carré du coefficient de frottement quand celui-ci diminue.

Si le but final d'un tréfileur est de tréfiler le fil avec les plus fortes passes possibles afin de diminuer rapidement sa section, on a intérêt à donner à l'angle de travail α une valeur la plus voisine que possible de l'angle correspondant à l'effort de traction minimum au centre du fil, afin d'éviter non seulement la rupture, mais aussi un calibrage irrégulier [4].

Si au contraire, on se propose de donner une très faible passe pour écrouir un fil aussi peu que possible, après un traitement thermique, on peut s'écarter sensiblement de l'angle d'effort optimum sans risque de voir le fil se rompre. En général, l'angle de réduction de la filière doit être d'autant plus ouvert que la passe est plus forte [1].

II.3.6. Température d'interface et échauffement du fil

Au cours du procédé de tréfilage, il se produit des pertes de puissance, cette perte d'énergie pendant le temps de passage à travers la filière, provoque l'échauffement du fil. Parmi les parts des puissances dissipées connues, on peut citer : L'énergie dissipée par frottement (W_{fr}) ; l'énergie dissipée due à la déformation plastique internes du fil (W_{int}) ; et l'énergie dissipée par cisaillement.

Les quantités relatives des puissances dissipées sont données par les expressions suivantes :

- La puissance relative dissipée par la déformation interne :

$$\dot{W}_{int} = 2.f(\alpha). \ln \frac{D_i}{D_f} \dots\dots\dots \text{Eq.II.28}$$

- La puissance relative dissipée par cisaillement :

$$\dot{W}_s = \frac{2}{\sqrt{3}} \left(\frac{\alpha}{\sin^2 \alpha} - \cot \alpha \right) \dots\dots\dots \text{Eq.II.29}$$

- La puissance relative dissipée par frottement :

$$\dot{W}_{fr} = \frac{2}{\sqrt{3}} .m.(\cot \alpha). \ln \frac{D_i}{D_f} \dots\dots\dots \text{Eq.II.30}$$

Où m est le facteur de frottement de l'interface

La gestion et le contrôle de la chaleur dissipée reste le souci majeur pour le procédé de tréfilage. Beaucoup de chaleur est générée directement à cause de la déformation plastique, elle est partiellement éliminée par un refroidissement entre les passes ; Dans la pratique, les opérations de tréfilage à froid peuvent entraîner des élévations de température de l'ordre de quelques centaines de *degrés kelvin*.

La plus grande partie du travail dépensé dans le procédé de tréfilage est convertie en chaleur. La filière possède une petite masse et elle est en contact permanent avec le fil sous traction, et par conséquent cet échauffement présente un réel danger pour l'opération de tréfilage ; Ce constat expérimental est valable même pour le procédé de laminage. Les filières absorbent une partie de cette énergie dissipée, lorsqu'elles fonctionnent sous des conditions commerciales, elles deviennent très chaudes.

Pour les grandes vitesses de tréfilage, la majeure partie de l'énergie dissipée est retenue dans le fil ; alors la filière s'échauffe plus, c'est ainsi que pour un procédé de tréfilage où on utilise un système multi-trous (plusieurs filières successives les unes derrière les autres), la température d'entrée du fil augmente à chaque trou. La température de la surface du fil est la plus haute pour causes de la chaleur de frottement et du travail perdu. D'un point de vue tribochimique, ces pics de température sont grands [13].

Pour estimer la température d'interface et formuler correctement le lubrifiant, il importe en effet de connaître ses conditions thermiques de travail et comment, lorsqu'il est utilisé comme fluide de refroidissement, il peut limiter la température de travail des outils.

On considère la mise en forme d'un matériau répondant au critère de Von Mises sous un frottement de Tresca ; la déformation subie par le métal est de l'ordre de ε qui tient compte de :

λ_1 et λ_2 : Conductivité thermique respectivement du fil et de l'outil (filière) ;

ρ_1 et ρ_2 : Masse volumique respectivement du fil et de l'outil (filière) ;

C_{p1} et C_{p2} : Capacité thermique massique respectivement du fil et de l'outil (filière) ;

Un élément de surface du métal est soumis lors de la mise en forme à une vitesse de glissement Δv durant le temps t_p (temps de passage toute la longueur L de la portée). Si θ_i est la température initiale du fil, il se retrouve à l'interface à la température moyenne $\bar{\theta}_s$, en l'absence de films interfaciaux de forte épaisseur [33]:

$$\bar{\theta}_s = \theta_1 + f \cdot \frac{\sigma_0 \cdot \varepsilon}{\rho_1 \cdot C_{p1}} + 0,8 \cdot \frac{\sqrt{t_p}}{\sqrt{\lambda_1 \cdot \rho_1 \cdot C_{p1}}} [\bar{m} \cdot k \cdot \Delta v - \Phi_2] \dots \dots \dots \text{Eq.II.31}$$

Avec $f = 1$ en usinage et $f = 0,5$ pour les procédés sans enlèvement de matière.

Le premier terme représente l'échauffement moyen dû à l'énergie de déformation plastique ; le dernier terme représente l'échauffement moyen dû à l'énergie dissipée par frottement, limité par Φ_2 , flux de chaleur absorbé par l'outil en contact sur une longueur de l'ordre de L . Soit θ_2 la température de l'outil et e une longueur caractéristique de la conduction thermique dans l'outil, on peut écrire Φ_2 sous la forme :

$$\Phi_2 = 4 \cdot \lambda_2 \cdot \left(\frac{\bar{\theta}_s - \theta_2}{e} \right) \dots \dots \dots \text{Eq.II.32}$$

Le report de l'expression (II.23) dans (II.22), donne aussitôt :

$$\bar{\theta}_s = \frac{\theta_1 + f \cdot \frac{\sigma_0 \cdot \varepsilon}{\lambda_1 \cdot \rho_1 \cdot C_{p1}} + 3,2 \cdot \frac{\lambda_2 \cdot \sqrt{t_p}}{e \cdot \sqrt{\lambda_1 \cdot \rho_1 \cdot C_{p1}}} \cdot \theta_2 + 0,8 \cdot \frac{\bar{m} \cdot k \cdot \Delta v \cdot \sqrt{t_p}}{\sqrt{\lambda_1 \cdot \rho_1 \cdot C_{p1}}}}{\left(1 + 3,2 \cdot \frac{\lambda_2 \cdot \sqrt{t_p}}{e \cdot \sqrt{\lambda_1 \cdot \rho_1 \cdot C_{p1}}} \right)} \dots \dots \dots \text{Eq.II.33}$$

Si le frottement conditionne peu Δv , on voit déjà que la température d'interface est fonction croissante du frottement ; en examinant chaque cas, on voit aisément que la température d'interface est fonction croissante de la déformation imposée ε et de la vitesse des outillages dans le domaine des conditions industrielles [34].

Le terme au dénominateur traduit la réduction de température due à l'extraction de chaleur le long de l'interface par l'outil.

II.4. Les incidents au cours de tréfilage

Les opérations de tréfilage sont confrontées à de nombreux problèmes, de nature techniques ou matériels, cela se traduit par l'apparition d'imperfections au niveau du produit tréfilé, influant ainsi sur sa qualité.

Au tréfilage, un certain nombre de défauts sur fil peuvent être dus à l'opération de tréfilage elle-même :

— défauts en pattes de corbeaux (figure II.10) : ces criques de surface sont essentiellement imputables à une déformation asymétrique du fil ; l'alignement fil-filière doit être contrôlé ;

II.4.1. La rayure

La rayure est facilement détectable, le fil a un aspect brillant et possède une ligne continue sur sa surface périphérique. Elle est due, au frottement fil/filière, mais d'autres paramètres peuvent provoquer cette rayure :

- Par une lubrification incomplète ou un mauvais choix de lubrifiant ;
- Par des traces d'humidité sur la bobine, dans le lubrifiant;
- Le fil machine revêtu, ayant séjourné trop longtemps dans l'atelier.
- Non-respect des dimensions, dû à des outillages non adaptés, à des déformations à la trempe ou au dressage, ou à une excentration de l'ébauche ;
- Filière mal nettoyée au polissage, trace de poudre diamantée ou de carbure de tungstène.
- une des origines de ces rayures est le bourrage de la filière avec des copeaux de métal. Un tel bourrage (figure II.9) entraîne localement une mauvaise lubrification du fil.
- des incrustations de métal en surface provoquent des défauts de surface tels que des pattes de corbeaux (figure II.10).

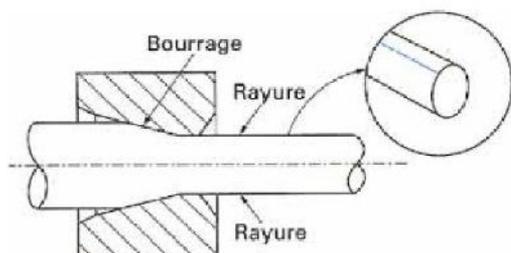


Figure II.9 : Bourrage d'une filière générant la rayure du fil [35].



Figure II.10 : Criques de surface appelées pattes de corbeaux [35].

II.4.2. Les cassures

Au cours de procédé de tréfilage, des cassures se produisent, et entraîne l'arrêt de production, ce qui cause des retard, donc des pertes. Les cassures sont dues à plusieurs causes:

- Ecouissage trop important : en dépassant la limite d'écrouissage du métal, il ne sera plus possible de le tréfiler, le métal est trop dur et sa déformation sera difficile puisque sa ductilité est perdue.
- Réduction trop importante : si on applique une force de traction supérieure à la résistance à la rupture du fil, alors les forces résistantes sont supérieures à la force de traction du fil.
- Mauvais réglage de la machine.
- un angle du cône de travail trop ouvert, provoque une rupture en « cup and cone » (figure II.11).

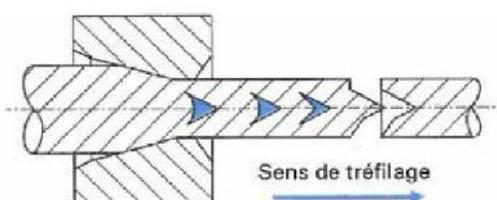


Figure II.11 : Rupture en *cup and cone* d'un fil [35].

II.5. Lubrification

Il est important d'utiliser un lubrifiant au cours du procédé de déformation plastique par tréfilage afin de minimiser le frottement et limiter l'usure. L'impact du lubrifiant se sent par la diminution des forces d'étirage, et d'éviter les accroissements excessives de la température d'échauffement, aux grandes vitesses de tréfilage, il en résulte la durabilité des outils de travail (filières, poulies,...) et la bonne qualité du produit tréfilé.

Généralement, On utilise les savons et poudres pour les grands et moyens diamètres en mode « tréfilage à sec », par contre l'utilisation de l'eau, des solutions aqueuses, des huiles à faibles et moyennes viscosités, des graisses, est réservée pour les diamètres moyens et faibles, ainsi que pour le tréfilage des fils très fins, et ils sont utilisés aussi dans le cas de procédé à grandes vitesses.

Le lubrifiant doit former une couche homogène et uniforme autour du fil, il doit avoir une bonne viscosité, c'est ainsi que le tréfileur pourra minimiser le frottement et limiter ses conséquences.

Le rôle d'un lubrifiant est de créer un film suffisamment épais sur surface du fil de manière à éviter toute interaction entre le métal et la filière, qui pourrait aboutir à une dégradation de l'état de surface.

Donc la lubrification est l'une des techniques, permettant de maîtriser le frottement, l'adhésion et l'usure entre deux corps. Elle est sûrement la plus ancienne et la plus couramment pratiquée. Elle repose sur un principe simple : « *intercaler deux corps en mouvement relatif par un troisième corps de faible cisaillement (propre à minimiser le frottement) et (ou) de contrainte de rupture faible (propre à minimiser l'adhésion)* ».

Le lubrifiant doit recouvrir de manière homogène le fil, et former un film épais pour couvrir la rugosité du fil, et obtenir une bonne séparation entre le fil et la filière afin de minimiser le frottement. La viscosité du lubrifiant lui permet d'être entraîné dans l'interface (fil/filière) au cours du passage du fil dans la filière et de supporter une partie ou la totalité de la charge appliquée. Ce phénomène physique permet la formation d'un film de lubrifiant, assurant une séparation entre le fil et la filière [36].

Le lubrifiant doit agir à divers moments durant la mise en forme, pendant et après la déformation. Le lubrifiant doit être présent en permanence, à l'interface métal-outil (figure II.12).

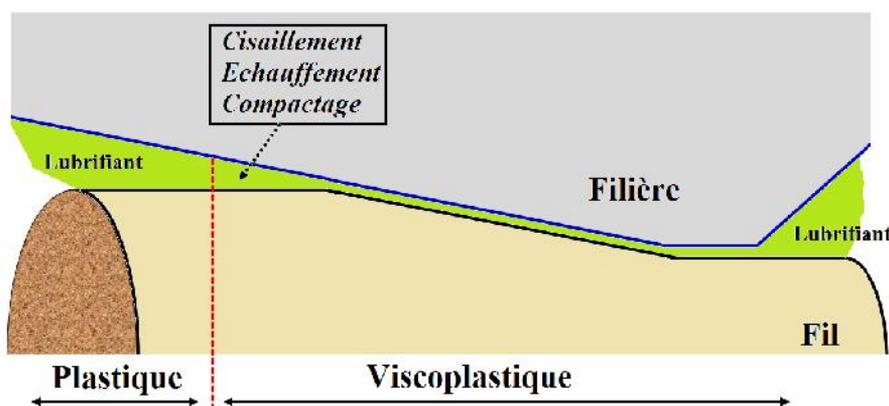


Figure II.12 : Evolution de la rhéologie du savon lors d'une opération de tréfilage élémentaire.

Finalement, on doit souligner qu'il existe beaucoup de problèmes très spécifiques, à qui s'affrontent l'industrie de tréfilage, pour formuler rationnellement un lubrifiant adéquat, pour une opération de mise en forme; souvent l'analyse scientifique de ces problèmes est difficile et ne fournit que des indications semi-quantitatives, aussi l'expérience demeure un critère de choix décisif, d'où l'intérêt de bien concevoir et interpréter les tests de frottement et d'usure.

II.5.1. Fonctions du lubrifiant

Parmi les fonctions souhaitées du lubrifiant durant et après la mise en forme par déformation plastique, on peut dénombrer quelques-unes, répondant à des préoccupations d'ordre pratique et fondamental.

II.5.1.1. Fonctions du lubrifiant durant la mise en forme

A - Problème pratique :

- Diminuer les efforts et les énergies de mise en forme.
- Refroidir l'outillage.
- Réduire l'échauffement du métal (structures métallurgiques, brûlure) et de l'outillage (fluage).
- Obtenir l'état de surface désiré : ordinaire, brillant, non rayé, lisse...
- Minimiser l'usure de l'outillage.
- Entraîner le produit en laminage, faciliter le remplissage de gravures en estampage à chaud.
- Homogénéiser l'écoulement (angles morts, hétérogénéité de dureté dans le produit...).

B – Problème scientifique (fondamental) :

- Réduire le coefficient de frottement.
- Augmenter les transferts thermiques par convection, conduction, rayonnement.
- Réduire la température de surface, réduire le coefficient de frottement, et réaliser un écran thermique pour la mise en forme à chaud.
- La rugosité varie dans le même sens que l'épaisseur du film :
 - film épais : produit mat et rugueux ;
 - film mince : produit lisse et brillant.

- Limiter l'action des agents d'abrasion, limiter l'adhésion, ne pas corroder l'outil.
- Assurer un niveau minimal de frottement.
- Assurer la lubrification des paliers et autres mécanismes de support des outils.
- Réduire les hétérogénéités de déformation, en général réduire le frottement.

II.5.1.2. Fonctions du lubrifiant après la mise en forme

A - Problème pratique :

- Conserver le produit.
- Refroidir le produit et l'outillage.
- Ne pas tacher au cours de traitements thermiques (recuit...)
- Servir de lubrifiant pour les opérations ultérieures.
- Éliminer facilement le résidu...

B – Problème scientifique (fondamental) :

- Éviter l'adhésion métal-métal.
- Éviter la corrosion atmosphérique, éviter l'attaque chimique du métal par le lubrifiant.
- Augmenter les transferts thermiques.
- Limiter le craquage des chaînes hydrocarbonées...
- Posséder une dégradation lente du pouvoir lubrifiant (attention au vieillissement).
- Avoir une bonne solubilité dans les solvants

II.5.2. Principales catégories des lubrifiants

On peut regrouper les lubrifiants en trois catégories.

II.5.2.1. Les lubrifiants à base d'eau

De l'eau pure, eau graphitée, ou émulsion,... ils s'imposent là où le refroidissement de l'outillage est un problème primordial à cause de la valeur élevée de la capacité thermique massique de l'eau (mise en forme à chaud). Leur utilisation se développe dans les procédés à

froid à forte vitesse de déformation où le refroidissement du produit et de l'outillage est un problème important : laminage à froid, tréfilage de fils fins. Leur faible coût le fait préférer aux autres lubrifiants quand le problème de frottement est peu crucial.

II.5.2.2. Les huiles légères

D'assez faible viscosité : utilisées à froid, elles imposent un frottement mixte modéré. Leur coût est plus élevé que celui des émulsions.

II.5.2.3. Les lubrifiants de forte consistance

Les huiles épaisses, graisses, les poudres de savons, de verres, de talc, de graphites, MoS₂,... Ces différents lubrifiants se distinguent par leur viscosité, consistance, et leur granulométrie. Ils s'interposent, en général, entre l'outillage et le métal un film épais qui réduit le frottement et l'usure de l'outillage, mais ils confèrent de ce fait un aspect mat au produit et peuvent être difficiles à éliminer ultérieurement (verres ...).

Généralement, en mode tréfilage à sec, les lubrifiants sont des mélanges complexes de savons de calcium ou savons de sodium avec des composés minéraux, permettant de réguler l'épaisseur et la consistance du film, et des additifs. En effet, le lubrifiant sec doit offrir un film épais pour pouvoir couvrir la rugosité du fil et obtenir une bonne séparation entre le fil et la filière.

Les savons : Dans la fabrication des savons de tréfilages, on utilise principalement des matières grasses d'origine animale, le suif et acides gras de suif donnant une composition majoritaire en acides gras insaturés (~35 – 40%) et acides saturés (~45%).

Les propriétés du savon utilisé comme lubrifiant à sec, sont influencées par la composition en acides gras de ces savons, d'où la dureté, le jaunissement, les températures de ramollissement et de fusion du savon varient selon la répartition des différents types d'acides dans les savons.

On définit le point de ramollissement comme la température à laquelle le lubrifiant passe de l'état solide à l'état visqueux. Le procédé de production et les types de savons formés, ainsi que le taux de glycérol présent dans les savons, agissent sur leur comportement, spécialement le point de ramollissement. Pour obtenir une reproductibilité des lubrifiants, il faut sélectionner avec soin la qualité des matières grasses selon des critères d'acceptation strictes.

La matière première c'est-à-dire la matière grasse n'est pas l'unique important critère pour fabriquer un savon de tréfilage répondant aux conditions d'utilisation. En effet, les savons calciques et les savons sodiques, qui constituent les deux grandes familles de savons, possèdent des comportements très différents du fait de leurs structures, une structure bivalente pour les calciques et une structure monovalente pour sodiques. Un savon sodique à proportion égale en matière grasse, donne un film lubrifiant plus mince qu'un savon calcique qui, lui, est moins résistant à la température et au cisaillement. A titre d'exemple, le tréfileur utilisera plutôt des savons de calcium à basse teneur en matière grasse pour le tréfilage d'acier doux décalaminé nécessitant une charge importante du fil, alors que des savons de sodium à forte teneur en matière grasse seront préférés pour le tréfilage d'acier dur avec fini brillant. Les stéarates de calcium et les stéarates de sodium du fait de leur structure chimique sont plus performants mais exigent une bonne préparation de surface avant de commencer le procédé de tréfilage.

La granulométrie d'une poudre de savon de tréfilage est un paramètre très important à ne pas négliger. En effet, les caractéristiques physiques des grains de la poudre de savons (taille et forme), conditionnent directement le mouvement de celle-ci dans la boîte à savon (savonnier) (figure II.13).



Figure II.13 : Boîte à savon (savonnier).

Une poudre à grains trop fins, peut favoriser la formation de tunnels alors qu'une poudre à grains trop gros, est difficilement entraînée dans le cône d'entrée de la filière. On doit contrôler en permanence l'entrée de la filière, afin d'éviter la formation de grumeaux en amont de la filière, qui limiteront ou stopperont l'alimentation en lubrifiant pendant le tréfilage. Dans le savonnier, la poudre de savon lubrifiant circule continuellement, il en résulte la modification de la taille et la forme des grains (granulométrie), par le broyage.

Les caractéristiques physiques initiales des particules (taille et forme) d'une poudre de savon, sont essentiellement conditionnées par le procédé de fabrication.

Finalement, on peut conclure, que les savons secs de tréfilage sont des produits très techniques, leur fabrication est soumise de différents paramètres imposés par les conditions de tréfilage. Donc, Il est important de connaître parfaitement les matières premières et de maîtriser le procédé de fabrication pour produire des savons convenant parfaitement aux conditions de tréfilage [37].

II.6. Traitements thermiques des fils tréfilés

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

Références bibliographiques

- [1] M. Bonzel, *Le Tréfilage de L'acier*, 2 ed., p. 589: Dunod, 1958.
- [2] P. Baque, J. Felder, and Y. Decartha, *Mise en forme des métaux, Calcul par la plasticité*: Dunod, 1973.
- [3] M. Laverroux, "Mise en forme des aciers inoxydables par tréfilage," *La revue de métallurgie CIT*, pp. 1293-1302, 1993.
- [4] S. Guy, "Tréfilage de l'acier," *Techniques de l'ingénieur [Archives] Mise en forme des métaux et fonderie*, no. ref. article : m645, 1996.
- [5] C. Levrau, "Compréhension et modélisation des mécanismes de lubrification lors du tréfilage des aciers inoxydables avec les savons secs," *Thèse de Doctorat, en Sciences des matériaux, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris*, 2006.
- [6] Y. U. Ning, and L. R. Jean-Paul, "Tréfilage des fils cuivreux ultra-fins," *Techniques de l'ingénieur Mise en forme des aciers, aluminium, autres métaux et alliages*, vol. base documentaire : TIB356DUO, no. ref. article : m646, 1995.
- [7] J. Bonzel, and E. Siebel, "Neuere Untersuchungen über den Frost-Tausalz-Widerstand von Beton," *Betontechnische Berichte*, vol. 1976, 1977.
- [8] L. Fellah, "Etude des fils électriques tréfilés," *Magistère, Département de Génie Mécanique, Université Mohamed Khider de Biskra, Algérie*, 2010.
- [9] A. Le Floch, E. Felder, and B. Lapastolle, *Conditions de travail des filières de tréfilage*: ARMINES STA, 1975.
- [10] S. Thiagarajan, "The effect of wire drawing speed on the substructures and mechanical properties in OFHC copper," *Master of science, The département of metallurgical and materials engineering, University of Texas , El Paso*, 1991.
- [11] A. Bizet, J. Ouddiu, and C. Galland, "Matrices des caractéristiques métallurgiques et mécaniques du fil de tréfilage en acier à moyen et à haute teneur en carbone," *La revue de Métallurgie CIF*, pp. 417-421, 1988.
- [12] A. I. Obi, and A. K. Oyinda, *Frictional characteristic of fatty based oils in wire drawing*, 1996.
- [13] G. E. Dieter, H. A. Kuhn, and S. L. Semiatin, "Handbook of Workability and Process Design," *Handbook of Workability and Process Design, A. International, ed.*, 2003.
- [14] E. Siebel, *Stahl und Eisen - Zeitschrift für das deutsche Eisenhüttenwesen* 66-67-68, Düsseldorf: Verlag Stahleisen, 1947/1948.
- [15] V. F. Körber, and A. Eichinger, "Die Grundlagen de bildsamen Verformung," *Stahl und Eisen*, vol. 60, no. 40, pp. 882-887, 1940.
- [16] J.-X. Zhang, K.-L. Zhang, Y.-T. Liu, and L. Zhong, "Microstructure and texture evolution of 6016 aluminum alloy during hot compressing deformation," *Rare Metals*, vol. 33, no. 4, pp. 404-413, 2014/08/01, 2014.
- [17] J. Wistreich, "Investigation of the mechanics of wire drawing," *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers*, vol. 169, no. 1, pp. 654-678, 1955.
- [18] R. N. Wright, "Physical conditions in the lubricant layer," *Wire journal international*, vol. 30, no. 8, pp. 88-92, 1997.
- [19] G. Sachs, "Plasticity problems in metals," *Transactions of the Faraday Society*, vol. 24, pp. 84-92, 1928.
- [20] A. Ehrlacher, "Modèle multi-fils de plaque," *Arcelor Research*, 2005, p. 13.
- [21] H. Le Dang, "Modélisation multi-fils des processus de laminage," *Master, Ecole Nationale des Ponts et Chaussées (ENPC)*, 2008.

- [22] W. Prager, and P. Hodge, G., *Theory of Perfectly Plastic Solids*, New York: John Wiley & Sons, Inc., 1951.
- [23] E. Felder, "Evaluation of the influence of redundant work and friction in wire drawing," *Annals of the CIRP*, vol. 25, no. 1, 1976.
- [24] O. Hoffman, and G. Sachs, *Introduction to the Theory of Plasticity for Engineers*: McGraw-Hill, 1953.
- [25] B. Avitzur, "Analysis of Wire Drawing and Extrusion Through Conical Dies of Small Cone Angle," *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, vol. 85, no. 1, pp. 89-95, 1963.
- [26] J. Chenot, L. Felgeres, B. Lavarenne, and J. Salencon, "A numerical application of the slip line field method to extrusion through conical dies," *International Journal of Engineering Science*, vol. 16, no. 4, pp. 263-273, 1978.
- [27] J. Wistreich, "An investigation of back-pull wire drawing as an industrial technique," *JOURNAL OF THE IRON AND STEEL INSTITUTE*, vol. 163, no. 3, pp. 316-330, 1949.
- [28] B. Avitzur, "Analysis of Wire Drawing and Extrusion Through Conical Dies of Large Cone Angle," *Journal of Manufacturing Science and Engineering*, vol. 86, no. 4, pp. 305-314, 1964.
- [29] B. Avitzur, and H. C. Sortais, "Experimental Study of Hydrostatic Extrusion," *Journal of Fluids Engineering*, vol. 88, no. 3, pp. 658-666, 1966.
- [30] H. L. D. Pugh, "Discussion: "Experimental Study of Hydrostatic Extrusion" (Avitzur, B., and Sortais, HC, 1966, *ASME J. Basic Eng.*, 88, pp. 658-666)," *Journal of Fluids Engineering*, vol. 88, no. 3, pp. 666-667, 1966.
- [31] W. Evans, and B. Avitzur, "Measurement of Friction in Drawing, Extrusion, and Rolling," *Journal of Tribology*, vol. 90, no. 1, pp. 72-80, 1968.
- [32] B. Avitzur, *Metal Forming: Processes and Analysis*, revised edition, 1979 ed.: McGraw-Hill, New York, 1968.
- [33] P. Baque, E. Felder, J. Hyafil, and Y. Descatha, *Mise en forme des métaux, calcul par plasticité*, 1973.
- [34] E. Felder, "Lubrification en mise en forme Principes généraux et choix," *Techniques de l'ingénieur Mise en forme des métaux en feuilles*, vol. base documentaire : TIB191DUO, no. ref. article : bm7530, 2006.
- [35] N. Robert, and C. Rémi, "Mise en forme de l'aluminium - Tréfilage et étirage Tréfilage et étirage," *Techniques de l'ingénieur Mise en forme des aciers, aluminium, autres métaux et alliages*, vol. base documentaire : TIB356DUO, no. ref. article : m652, 1997.
- [36] J. Eickemeyer, H.-R. Vogel, J. Reichert, and M. Rehm, "Metal drawing by means of solids soap films," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 61, pp. 250-253, 1996.
- [37] C. Guerin, "Les lubrifiants secs pour le tréfilage," *OCL*, vol. 19, no. 1, pp. 51-53, 2012.

CHAPITRE III

Matériaux

et

Méthodes d'Analyse

utilisées

CHAPITRE III : Matériaux et Méthodes d'analyses utilisées

Introduction

L'étude expérimentale constitue la base de l'émission des hypothèses pour essayer d'expliquer certains phénomènes qui se produisent, tels que les mécanismes de restauration, de recristallisation et de développement des textures. De même, elle nous permet de calculer certaines grandeurs thermodynamique, physique, ou cristallographique au cours du déroulement de ces phénomènes, et suivre ainsi avec plus de données l'évolution d'un système.

L'entreprise E.N.I.CA.Biskra utilise le procédé de tréfilage à froid sur plusieurs types de fils machines de différents matériaux et nuances.

Dans notre étude, on a opté pour le fil machine en cuivre industriel pur de diamètre initial égal à $\sim 8,00\text{mm}$ et de composition chimique (Tableau III.1).

Tableau III.1 : Composition massique en pourcentage en impuretés (ppm).

<i>Cu</i>	<i>Ag</i>	<i>Bi</i>	<i>Sb</i>	<i>As</i>	<i>Fe</i>	<i>Ni</i>	<i>Pb</i>	<i>Sn</i>	<i>S</i>	<i>Zn</i>
99,966	10	1	2	2	5	2	5	2	4	1

Les caractéristiques mécaniques, électrique, et géométrique sont récapitulées dans le tableau (III.2).

Tableau III.2 : Caractéristiques du cuivre ETP utilisé à ENICAB.

<i>Diamètre</i>	<i>Résistance à la traction</i>	<i>Allongement relatif</i>	<i>Résistivité électrique</i>
ϕ (mm)	R_m (MPa)	A (%)	ρ ($\Omega \cdot \text{mm}^2 / \text{m}$)
$8,0 \pm 0,5$	200 – 250	39	0,01639

III.1. Caractérisation du fil machine en Cu pur non déformé Analyse par EDAX (Energy Dispersive X-ray analysis)

Des mesures quantitatives sur la composition chimique de notre matériau, ont été effectuées selon divers protocoles expérimentaux. Ainsi une microanalyse a été performée par le biais du MEB équipé de capteurs (EDAX) pour la collecte des données sur les pourcentages des éléments constitutifs de nos matériaux.

EDAX est une technique largement utilisée pour analyser les composants chimiques dans le matériau sous MEB. Cette méthode permet de détecter les rayons X résultant de l'interaction du faisceau d'électrons avec les atomes des différents éléments chimiques de l'échantillon. Une cartographie de la répartition des éléments chimiques peut être ainsi obtenue.

Les données recueillies sont traitées afin d'obtenir de quantifier le pourcentage de chaque élément présent dans les particules individuelles. Les informations sur la composition et la morphologie peuvent être alors combinées pour une analyse exploratrice plus approfondie des données.

La micrographie (figure III.1) montre la région sur laquelle a été réalisée la microanalyse. Le tableau (III.1) englobe les résultats obtenus, on remarque une présence marquée de Ag avec un taux d'environ 10 ppm, suivi des éléments Fe, Pb, et S.

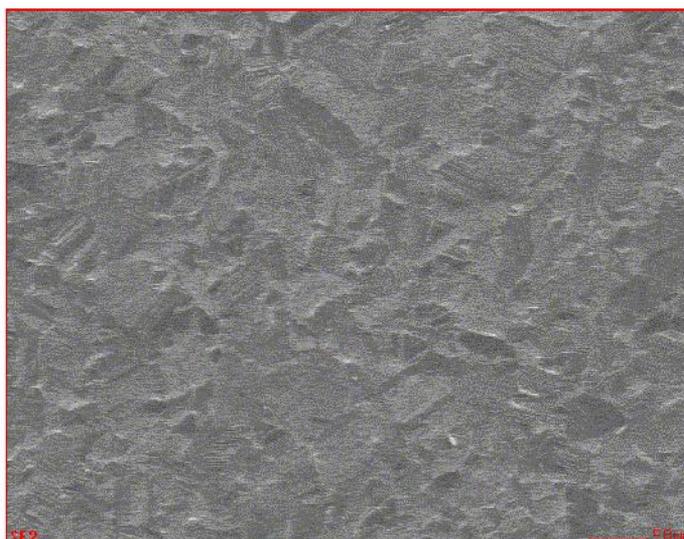


Figure III.1 : Image par le MEB, de la zone ayant subi une microanalyse EDAX.

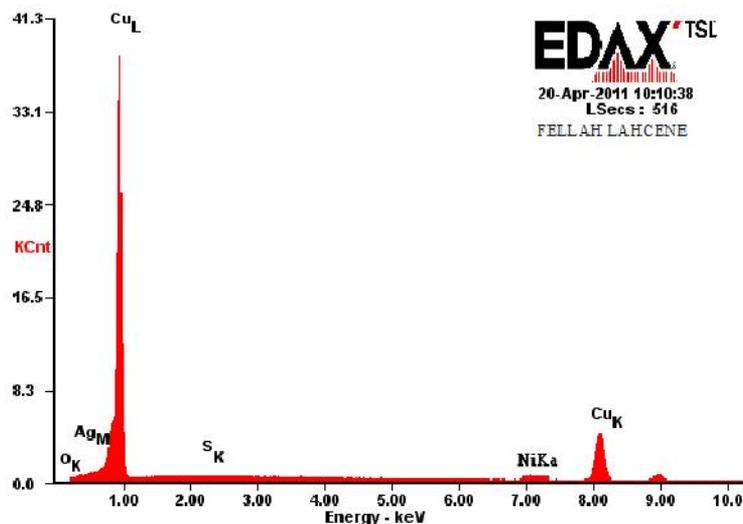


Figure III.2 : Le spectre EDAX du fil machine en Cu pur.

III.2. Préparation des échantillons pour l'analyse micrographique

L'analyse micrographique a pour principal but la mise en évidence de la structure de l'échantillon. L'analyse micrographique se fait sur des surfaces polies et attaquées chimiquement. L'obtention de ces surfaces pour nos échantillons étudiés en cuivre pur, nécessite différentes étapes :

La collecte des fils de cuivre de différentes sections, a été effectuée au niveau de l'E.N.I.C.A.Biskra.

- Puis on a procédé à la découpe des fils de différentes sections, en petits cylindres de hauteur : 1 cm.
- Le découpage se fait à vitesse lente et sous une coulée d'eau froide afin d'éviter l'échauffement des échantillons.
- Dans un premier temps, nous faisons une ébauche de façon à polir brièvement et grossièrement les faces et à casser les angles des petits cylindres pour ne se blesser les doigts ; puis les échantillons subissent un pré polissage, qui s'effectue en plusieurs étapes avec du papier à grains abrasifs en carbure de silicium de marque Buehler, de plus en plus fins (200, 400, 600, 800, 1200, 2400).
- Après chaque polissage les échantillons sont nettoyés de tout résidu à l'aide de l'eau distillée puis séchés à l'air froid comprimé.

- Le polissage de finition se fait à l'aide de la pâte diamantée répartie à l'aide d'un diluant, sur le second disque de la polisseuse recouvert d'un tissu feutre. La granulométrie utilisée est de $\frac{1}{2} \mu m$.
- Pour les opérations de polissage, nous avons utilisé une polisseuse de type PHOENIX ALPHA de marque ANALIS.
- Avant l'étude micrographique, il nous faut procéder à une attaque chimique, dans le but de rendre les grains, les joints de grains, et autres composants de la microstructure visibles à l'aide d'un microscope optique.

A chaque matériau, correspond un réactif d'attaque bien défini, et dans les conditions d'utilisation sont bien définies.

Pour le cuivre de pureté industrielle, on utilise généralement une solution d'acide nitrique HNO_3 concentrée à 55%, pour une durée d'attaque de 1 sec à quelques secondes selon la température ambiante dans le laboratoire. Certains auteurs préfèrent d'autres réactifs selon leurs besoins (Tableau III.3).

Tableau III.3 : Réactifs d'attaque pour les observations métallographiques du cuivre et ses alliages [1].

Composition		Durée de l'attaque	Alliages et observations
100 gr	$(NH_4)_2S_2O_8$	60 secondes environ	-Cuivres. -Alliages monophasés : Laitons ; Bronzes ;... (mise en évidence des joints de grains de la phase α)
1 Litre	Eau distillée		
35 gr	$FeCl_3$ (cristaux)	20 à 30 secondes	-Cuivre et tous alliages cuivreux.
250 gr	HCl ($d \approx 1,34$ à $20^\circ C$)		
1 Litre	Ethanol: 95°		
Faire dissoudre les cristaux de $FeCl_3$ (cristaux) dans le HCl , puis ajouter l'alcool.			
50%	$NaOH$ (30%)	8 à 12 secondes.	
50%	Eau oxygénée (30V)		
Solution concentrée de HNO_3 à 55%		~ 1 seconde	-Pour tous les types de cuivres.

Les échantillons sont ensuite nettoyés à l'éthanol et séchés sous un flux d'air froid. Cette dernière opération est très délicate, car elle ne doit pas laisser de trace sur la surface.

III.3. Traitements thermiques

Les traitements thermiques ont été réalisés à l'aide d'un four tubulaire programmable, de marque THERMOLYNE, type 21100 TUBE FURNACE (figure III.3), avec enceinte chauffante ouverte des deux côtés. Les températures de recuit appliquée aux échantillons sont $T=200^{\circ}\text{C}$, $T=300^{\circ}\text{C}$, $T=400^{\circ}\text{C}$, et $T=500^{\circ}\text{C}$, pour un temps s'étalant de 1 minute jusqu'à environ 2 heures, ensuite ils sont trempés à l'air libre.

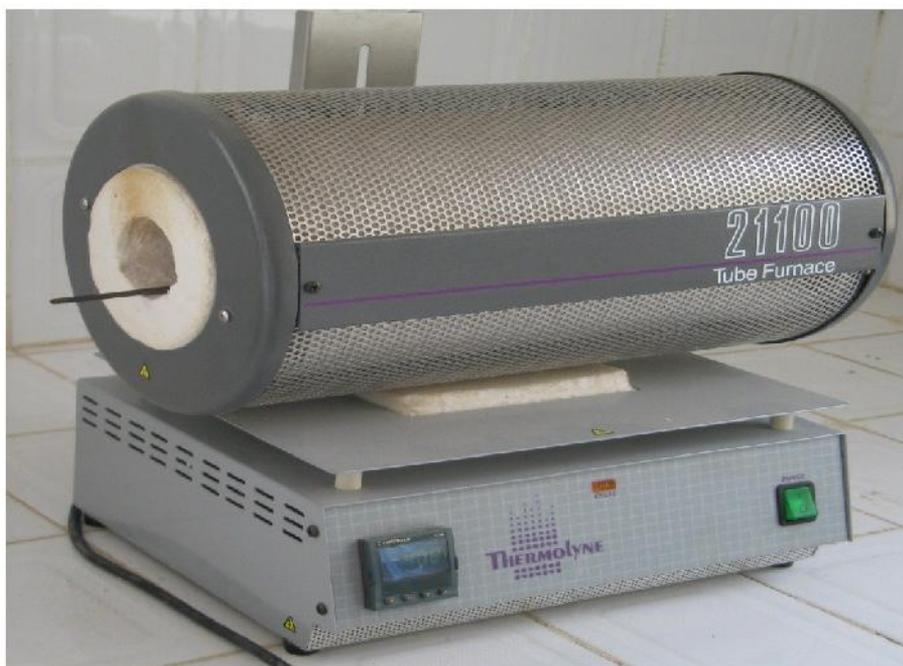


Figure III.3 : Four tubulaire programmable pour traitements thermiques.

III.4. Microscopie optique

L'observation de la microstructure des échantillons a été faite à l'aide d'un microscope optique de type HUND T100-WETZLAR, de la Wilovert's company (figure III.4), muni de 4 objectifs (x4, x16, x40, x100) et équipé d'un appareil photo numérique de marque Canon EOS 650D, de définition 14.0 Giga-pixels. Les photos sont obtenues avec un temps d'exposition de 1/250 de seconde. Cela nous permet d'avoir des différents grossissements, en jouant sur le zoom de l'appareil photo, et les objectifs du microscope.

Nous avons réalisé cette analyse au sein du laboratoire de métallurgie à l'université de Biskra. Cette technique nous permet ainsi d'observer les différents stades de restauration et recristallisation, et de commenter la morphologie des grains durant chaque stade.



Figure III.4 : Microscope optique HUND T100-WETZLAR.

III.5. Microscope Electronique à Balayage (MEB).

Les micrographies et la microanalyse ont été effectuées en utilisant un microscope électronique à balayage. L'ensemble JEOL muni d'un système d'acquisition EDAX permet de faire l'imagerie et la microanalyse.

EDAX est un système conçu pour la microanalyse élémentaire des matériaux, se basant sur la dispersion de l'énergie des rayons X, diffraction d'électrons rétrodiffusés et la microfluorescence des rayons X issus de l'interaction « faisceau des électrons-échantillon ».

Apex Genesis System, un logiciel de commande de l'appareillage et d'acquisition des données, conçu avec interface utilisateur simple permettant une analyse simple et flexible. L'interface utilisateur permet à l'utilisateur de se déplacer entre les techniques de microanalyse rapidement avec tous les outils nécessaires et des contrôles de détection disponibles dans un seul logiciel.



Figure III.5 : MEB de type JEOL.

III.6. Essais de microdureté

III.6.1. Principe de mesure

Les essais de microdureté Vickers consistent à estimer la valeur de la microdureté HV , à partir de la longueur de la diagonale d'une empreinte (ou indentation) laissée, par le pénétrateur (figures III.6.a et III.6.b) sur la surface de l'échantillon.

Le pénétrateur s'enfonce dans l'échantillon sous une charge constante P , la pénétration se fait de manière monotone à vitesse constante pendant une durée de 15 sec ou 20 sec réglable à volonté.

Cette analyse est nécessaire pour estimer et suivre l'évolution de l'une des propriétés mécaniques après chaque stade de traitement thermique ou thermomécanique.

Pour cela, nous avons mesuré la microdureté Vickers, avec un Microduromètre statique de marque HVS-1000Z « Digital Micro Vickers Hardness Tester » (figure III.6). Cet appareil est équipé d'un oculaire (15×) et des objectifs (10×, 40×) pour permettre de positionner l'empreinte et régler les lignes de mires afin de mesurer la valeur de la diagonale d . Le tableau (III.4) résume la gamme des charges disponibles.

0.01	<i>10gf</i>	<i>0.098N</i>
0.025	<i>25gf</i>	<i>0.245N</i>
0.05	<i>50gf</i>	<i>0.490N</i>
0.1	<i>100gf</i>	<i>0.980N</i>
0.2	<i>200gf</i>	<i>1.960N</i>
0.3	<i>300gf</i>	<i>2.940N</i>
0.5	<i>500gf</i>	<i>4.90N</i>
1	<i>1000gf</i>	<i>9.80N</i>

Lorsque les lignes sont réglés, une valeur apparaît sur l'afficheur, elle désigne la longueur de la diagonale agrandie 40 fois, et en poussant sur la touche ($\frac{1}{40}$), l'afficheur montre alors la diagonale réelle en micron ; Ensuite le calcul automatique de la microdureté HV , se fait par un double clic sur le bouton « HARDNESS », qui est sur le cadran de l'appareil de mesure.

On peut aussi calculer la microdureté HV manuellement, par l'application de la formule suivante :

$$HV_P = 1854,4 \times \frac{P}{d^2} \dots\dots\dots(\text{Eq.III.1})$$

Si la charge P est donnée en gramme-force (gf) ; et la diagonale en micron (μm), alors la microdureté HV sera estimée en $kg.mm^{-2}$.

Pour nos échantillons en cuivre pur, on a utilisé l'objectif (40×). On note que chaque mesure correspond à une moyenne de 5 points au minimum.

III.6.2. Méthode de détermination de la fraction recristallisée

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

$$X_V(t) = \frac{HV_{initiale} - HV(t)}{HV_{initiale} - HV_{finale}} \dots\dots\dots(\text{Eq.III.2})$$

Où HV_{finale} est la valeur moyenne de la microdureté du matériau complètement recristallisé, $HV_{initiale}$ est la valeur moyenne de la microdureté du matériau déformé, et $HV(t)$ correspond à la microdureté d'un état partiellement recristallisé à un temps de recuit (t).



Figure III.6 : Microduromètre statique de marque HVS-1000Z « Digital Micro Vickers Hardness Tester ».



Figure III.6-a : Vue agrandie du porte échantillon et pénétrateur.

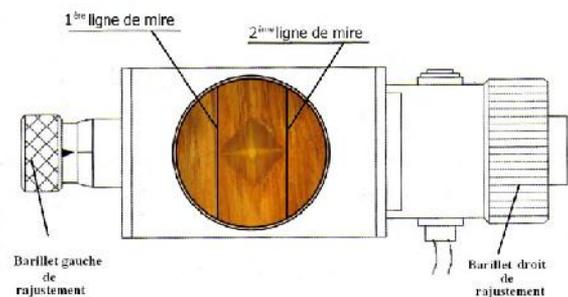


Figure III.6-b : Réajustement des lignes de mire à l'aide des barilletts.

III.7. Analyse calorimétrique différentielle

La calorimétrie à balayage différentiel est une technique utilisée pour étudier le comportement des matériaux lorsqu'on les chauffe ou on les refroidit.

La DSC est utilisée pour une analyse rapide et quantitative d'une évolution microstructurale et peut déterminer les stades de restauration et/ou de recristallisation développées pour les différents échantillons [2].

Nous convenons que la température du maximum du pic soit considérée comme étant celle de la réaction de restauration T_{rest} ou de recristallisation T_{recris} .

Les mesures de calorimétrie ont été effectuées sur un appareil de type NETZSCH DSC 200 PC (figure III.7.a.), qui utilise une méthode calorimétrique différentielle, et permettant d'atteindre une température maximale de 650°C, sous atmosphère protectrice d'argon ; la montée en température est programmée à différentes vitesses.

L'échantillon de cuivre, pesant de 20 à 50 mg, est placé dans un creuset de mesure situé dans une enceinte thermique contenant également un creuset contenant un échantillon de référence inerte.

L'analyse calorimétrique différentielle reste une des bonnes techniques pour la détection des transformations de phases à l'état solide, des réactions de transformation affectant la microstructure du matériau, grâce à la mesure de l'énergie mise en jeu lors d'un chauffage.

Le principe consiste à mesurer la différence d'énergie entre la chambre échantillon et la chambre référence inerte, en fonction de la température (figure III.7.b). Les deux chambres sont chauffées simultanément de façon à ce qu'elles soient constamment et exactement à la même température.

C'est la différence de puissance apportée par effet Joule entre les deux creusets qui est alors mesurée. C'est le principe de compensation de puissance, qui nous permet alors de connaître la quantité d'énergie (exothermique ou endothermique) dégagée par une réaction, indépendamment de l'énergie nécessaire pour atteindre la température de réaction.

En général, on note l'apparition de deux types de pics : l'un exothermique lié aux processus de précipitation, restauration, ou de recristallisation des phases d'équilibre et l'autre endothermique lié aux processus de dissolution de ces dernières.



Figure III.7.a : Appareil de mesure DSC, type NETZSCH DSC 204 HP.

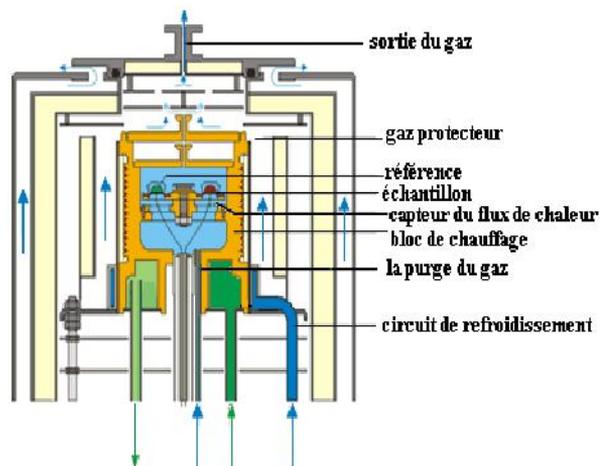


Figure III.7.b : Schéma de principe d'un appareil DSC.

III.7.1. Méthode de détermination de l'énergie de réaction

Les fractions volumiques transformées du matériau, sont proportionnelles de changement d'enthalpie, ces dernières sont données par les mesures des aires de chaque pic. Toutefois, ces aires dépendent de la ligne de base de la courbe de DSC, qu'il n'est pas facile de la tracer (il faut faire un choix judicieux). Nous convenons que la température du maximum du pic soit considérée comme étant celle de la réaction de restauration T_{rest} ou de recristallisation T_{recris} .

Pour estimer l'énergie d'une réaction, on doit procéder par le calcul de l'aire située entre le pic correspondant à cette transformation et la ligne de base. (figure III.8.a).

Le calcul de cette aire ΔH_{totale} se fait par la sommation de toutes les aires élémentaires $\Delta H_j(t)$, selon l'équation suivante :

$$\Delta H_{totale} = \sum_{T_{ini}}^{T_{fin}} \Delta H_j(t) \dots\dots\dots (Eq.III.3)$$

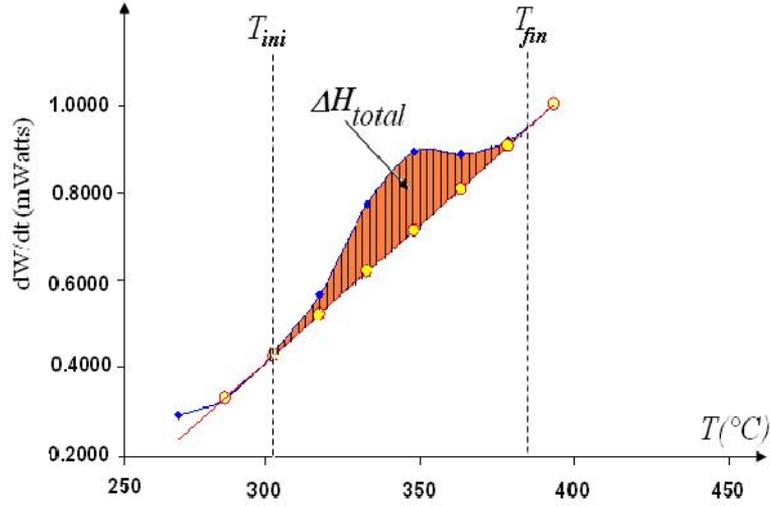


Figure III.8.a : Mesure de l'énergie de réaction par le calcul de l'aire sous le pic.

III.7.2. Méthode de détermination de la fraction transformée

A la température $T_j(t)$ la fraction transformée $X_r(\%)$ qui caractérise le taux d'avancement de la réaction est obtenu par le calcul du rapport de l'enthalpie partielle à cette température $\Delta H_j(t)$ correspondant à l'aire du pic entre la température initiale T_{ini} et la température considérée $T_j(t)$, et l'enthalpie totale de la réaction ΔH_{totale} (figure III.8.b).

$$X_r(\%) = \frac{\Delta H_j(t)}{\Delta H_{totale}} \dots\dots\dots (Eq.III.4)$$

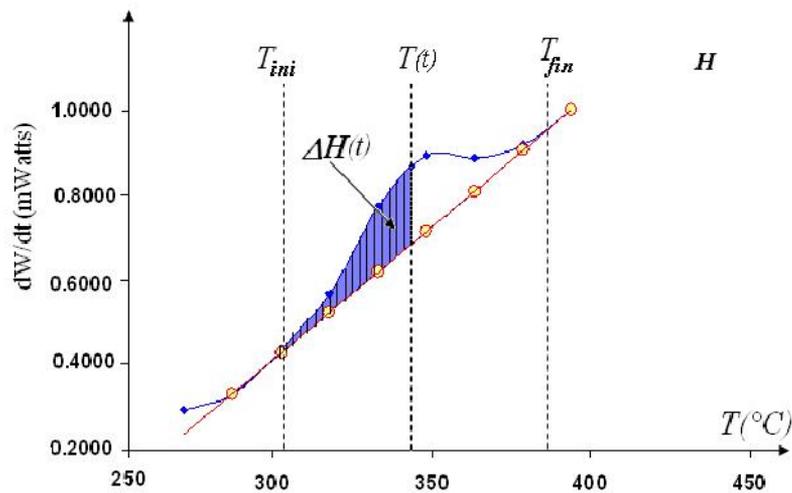


Figure III.8.b : Calcul de la fraction transformée à partir d'un thermogramme.

III.7.3. Calcul des paramètres cinétiques

Pour calculer l'énergie d'activation, on a utilisé les méthodes de Kissinger, Akahira et Sunrose (K.A.S.) [3]; Ozawa, Flynn et Wall (O.F.W.) [4-7]; et Boswell [8], qui donnent l'énergie d'activation d'un système à partir de l'évolution de la température du maximum du pic exothermique (T_{max}) en fonction de la vitesse α , à l'aide des relations qui seront explicité dans le prochain chapitre.

III.8. Diffraction des rayons X

Un matériau est en général un polycristal formé d'une multitude de grains, chacun d'entre eux étant en fait un monocristal (peut être non parfait) constitué d'un empilement régulier d'atomes. Cet empilement peut être décrit par des ensembles de plans cristallins définis par une distance inter-réticulaire d_{hkl} en fonction des indices de Miller h, k, l . Cette distance d_{hkl} est mesurable par diffraction de rayons X (DRX) grâce à la loi de Bragg.

Dans le cas d'un matériau polycristallin constitué d'un très grand nombre de grains vis-à-vis de la dimension du faisceau incident, il y aura toujours une famille de plans $\{hkl\}$ donnant lieu à une diffraction : on obtient donc simultanément les faisceaux susceptibles de diffracter et ces faisceaux forment des cônes de demi-angle au sommet 2θ (un cône par famille de plans $\{hkl\}$).

Les positions des pics dans l'espace angulaire étudié sont données par la relation de Bragg :

$$\sin\theta_{Bragg} = \frac{n\lambda}{2.d_{hkl}} \dots\dots\dots(\text{Eq.III.9})$$

Cette équation comporte deux paramètres expérimentaux qui sont : θ_{Bragg} angle de Bragg (l'angle d'incidence du faisceau X par rapport à la famille de plan $\{hkl\}$, et λ (longueur d'onde de la radiation utilisée).

Pour réaliser les conditions de diffraction sur une famille de plans $\{hkl\}$; la longueur d'onde incidente a été fixée et la variable prise en compte est donc l'angle θ .

La diffraction des rayons X a été utilisée dans le but d'accéder à des informations sur la structure cristalline du matériau, la taille des grains, la répartition des domaines diffractant, ainsi que l'évolution des paramètres de mailles sont autant d'informations facilement accessibles par cette méthode.

Les diffractogrammes ont été réalisés sur des échantillons à surfaces plates et polies, grâce à un diffractomètre X'Pert-PRO MRD-Philips (figure III.9), à configuration Bragg-Brentano, opérant avec une anticathode en Cuivre sous **40kV** et **30 mA**, délivrant des radiations **Cu_{Kα}** ($\lambda_{\alpha 1} = 1,5406 \text{ \AA}$, $\lambda_{\alpha 2} = 1,54443 \text{ \AA}$). Le rayon du goniomètre est de **240mm**. La partie irradiée de l'échantillon est rectangulaire de dimension **10mm×2mm**, les rayons X tombent sur la section longitudinale du fil de cuivre tréfilé (figure III.10).

Dans ces analyses, les angles **2θ** de Bragg ont été variés de **2θ_i = 40°** jusqu'à **2θ_f = 100°**, à avec un pas de **Δθ = 0,017°**, et un temps de comptage de **5,169 s** pour chaque pas. Afin d'étudier la microstructure et les défauts cristallins, les diffractogrammes DRX réalisés pour les échantillons de fils en cuivre pris des bancs de tréfilage de l'usine, ont été analysés par une méthode de modélisation globale du spectre de poudre appelée Whole Powder Pattern Modeling (WPPM), qui est un moyen avancée pour l'analyse microstructurale utilisant la DRX [9-11]. A la différence de la plus part des procédures de modélisation traditionnelles et modernes, la procédure WPPM permet de la modélisation des spectres de poudre directement en termes de paramètres microstructuraux, c'est ainsi qu'elle nous fournit des informations sur la forme des domaines cristallins et distribution des tailles, et sur les défauts du réseau cristallin comme les types et densités de dislocations, et les défauts d'empilement [12, 13].

L'ensemble des spectres de diffraction a été réalisé dans le laboratoire du Génie des Procédés, à l'Université Abderrahmane Mira –Bejaïa ; Ce diffractomètre est piloté par un logiciel X'Pert HighScore Plus.

Pour évaluer la taille des cristallites, nous avons appliqué la formule de Scherrer [14] :

$$\langle D \rangle_{mean} = \frac{A \cdot \lambda_{Cu(\alpha)}}{FWHM \cdot \cos \theta_{Bragg}} \dots\dots\dots (Eq.III.10)$$

Où la constante **0,8 ≤ A ≤ 1,2** est un facteur correcteur qui dépend de la forme du domaine cohérent diffractant. FWHM est la largeur à mi-hauteur du pic, positionné à **θ_{Bragg}** angle de Bragg.

Pour l'analyse des diffractogrammes, nous avons suivi la procédure appelée WPPM (Whole Powder Pattern Modeling), dans cette procédure l'ensemble de la courbe du diffractogramme mesuré, est fitté directement par la somme de bruit de fond et les fonctions de profil théoriquement construites. Ces fonctions de profil sont calculés pour chaque réflexion comme la convolution de la transformée de Fourier inverse, des coefficients de Fourier de la taille et de déformation, établis théoriquement, et les profils instrumentaux correspondant mesurés (voir chapitre IV. §IV.4.2).



Figure III.9 : Diffractomètre Panalytical X'Pert PRO.

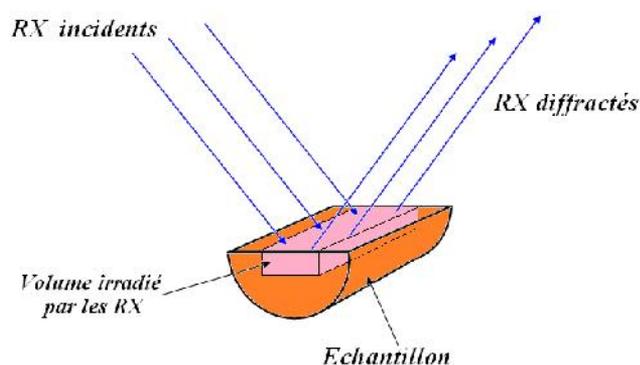


Figure III.10 : Le volume irradié.

Références bibliographiques

- [1] E. Weidmann, and A. Guersnier, Préparation métallographiques du cuivre et des alliages de cuivre, Application notes, Printed in Denmark: RosendahlsBogtykkeri-Struers, 2007.
- [2] G. Benchabane, Z. Boumerzoug, I. Thibon, and T. Gloriant, "Recrystallization of pure copper investigated by calorimetry and microhardness," *Materials Characterization*, vol. 59, no. 10, pp. 1425-1428, 2008.
- [3] H. E. Kissinger, "Reaction Kinetics in Differential Thermal Analysis," *Analytical Chemistry*, vol. 29, no. 11, pp. 1702-1706, 1957/11/01, 1957.
- [4] T. Ozawa, "Estimation of activation energy by isoconversion methods," *Thermochimica Acta*, vol. 203, no. 0, pp. 159-165, 7/13/, 1992.
- [5] T. Sato, S. Ikoma, and F. Ozawa, "Thermal decomposition of organic basic aluminium salts—formate and acetate," *Thermochimica Acta*, vol. 75, no. 1–2, pp. 129-137, 4/15/, 1984.
- [6] R. Sakamoto, M. Kamimoto, Y. Takahashi, Y. Abe, K. Kanari, and T. Ozawa, "Investigation of latent heat-thermal energy storage materials. III. Thermoanalytical evaluation of pentaerythritol," *Thermochimica Acta*, vol. 77, no. 1–3, pp. 241-249, 6/15/, 1984.
- [7] M. Kamimoto, R. Sakamoto, Y. Takahashi, K. Kanari, and T. Ozawa, "Investigation of latent heat-thermal energy storage materials. II. Thermoanalytical evaluation of urea," *Thermochimica Acta*, vol. 74, no. 1–3, pp. 281-290, //, 1984.
- [8] P. G. Boswell, "On the calculation of activation energies using a modified Kissinger method," *Journal of Thermal Analysis*, , vol. Vol.18, pp. 353- 358 1980.
- [9] P. Scardi, and M. Leoni, "Whole powder pattern modelling," *Acta Crystallographica Section A*, vol. 58, no. 2, pp. 190-200, 2002.
- [10] P. Scardi, M. Leoni, and M. D'Incau, "Whole Powder Pattern Modelling of cubic metal powders deformed by high energy milling," *Zeitschrift fur Kristallographie*, vol. 222, no. 3, pp. 129-135, 2007.
- [11] M. Leoni, T. Confente, and P. Scardi, "PM2K: a flexible program implementing Whole Powder Pattern Modelling," *Z. Kristallogr. Suppl.*, vol. Suppli.23, pp. 249-254, 2006.
- [12] P. Scardi, and M. Leoni, "Whole Powder Pattern Modelling: Theory and Applications," *Diffraction Analysis of the Microstructure of Materials*, Springer Series in Materials Science E. Mittemeijer and P. Scardi, eds., pp. 51-91: Springer Berlin Heidelberg, 2004.
- [13] P. Scardi, and M. Leoni, "Line profile analysis: pattern modelling versus profile fitting," *Journal of Applied Crystallography*, vol. 39, no. 1, pp. 24-31, 2006.
- [14] J.-P. Eberhart, *Méthodes physiques d'étude des minéraux et des matériaux solides*, Paris: DOIN Editeurs, 1976.

CHAPITRE IV

Les résultats

et

leurs interprétations

CHAPITRE IV : Les résultats et leurs interprétations

Introduction

Pour des fins industrielles ou techniques, le cuivre est assujéti à des déformations plastiques telles que le laminage afin d'obtenir des tôles ou le tréfilage pour avoir des fils et câbles.

Le tréfilage à froid est essentiellement une opération de mise en forme par déformation plastique. Dans les métaux, cette déformation s'obtient par glissement suivant certains plans et directions de glissement grâce au déplacement de dislocations, ou par maclage. Dans ce dernier cas, les atomes du matériau se déplacent de telle manière que le réseau non transformé et le réseau maclé deviennent symétriques par rapport à un plan dit « plan de macle ».

Après déformation, une partie de ces dislocations restent piégées à l'intérieur des grains. Dans ce cas, la structure est dite écrouie et les propriétés du métal sont modifiées. Le tréfilage a pour effet de « durcir » le métal et de diminuer ses possibilités de déformation ultérieure [1-3].

Souvent, on recourt au recuit, soit pour poursuivre le tréfilage à froid, soit pour redonner aux produits finis des propriétés de plasticité suffisante. Mais ce procédé demande de l'énergie et du temps, donc de l'argent.

Le problème d'un point de vue métallographique, est de comprendre les mécanismes de restauration et de la recristallisation du matériau.

IV.1. Etude métallographique par la microscopie optique

IV.1.1. Le suivi par la Microscopie Optique des fils de cuivre tréfilés à froid

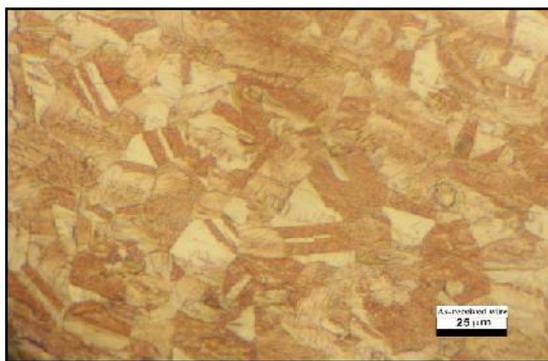
L'investigation métallographique effectuée à l'aide d'un microscope optique a révélé l'évolution de la forme et la morphologie des grains dans le matériau pendant le procédé de la mise en forme par tréfilage à froid.

Durant ce processus, la déformation plastique induit une anisotropie morphologique de la structure des grains ; les grains s'allongent et s'orientent parallèlement à l'axe de tréfilage, ainsi ils s'organisent selon une orientation privilégiée la distribution des orientations n'est plus aléatoire « random », le matériau acquit une structure texturée, c'est une texture de morphologie, dite de « tréfilage » [2].

L'orientation régulière des cristallites déterminée par les efforts extérieurs est désignée par « la texture cristallographique de déformation », ne peut être décelée par ce type d'examen, il faut alors procéder à une étude plus approfondie par la diffraction de rayons X, en usant d'un diffractomètre à 4 cercles.

On remarque dans les micrographies des figures (VI.1.a – IV.1.j) que plus la déformation est forte c'est-à-dire que le taux de réduction induit par le tréfilage est grand, plus le nombre de grains à orientation préférentielle est grand.

L'intensité et le caractère de la texture est fonction du type et du mode de déformation, dans ce cas pour le cuivre, qui a une structure cristallographique (C.F.C), et ayant subi un tréfilage, c'est à dire une déformation uniaxiale, le type de texture est fibreuse [4].



(a)



(b)

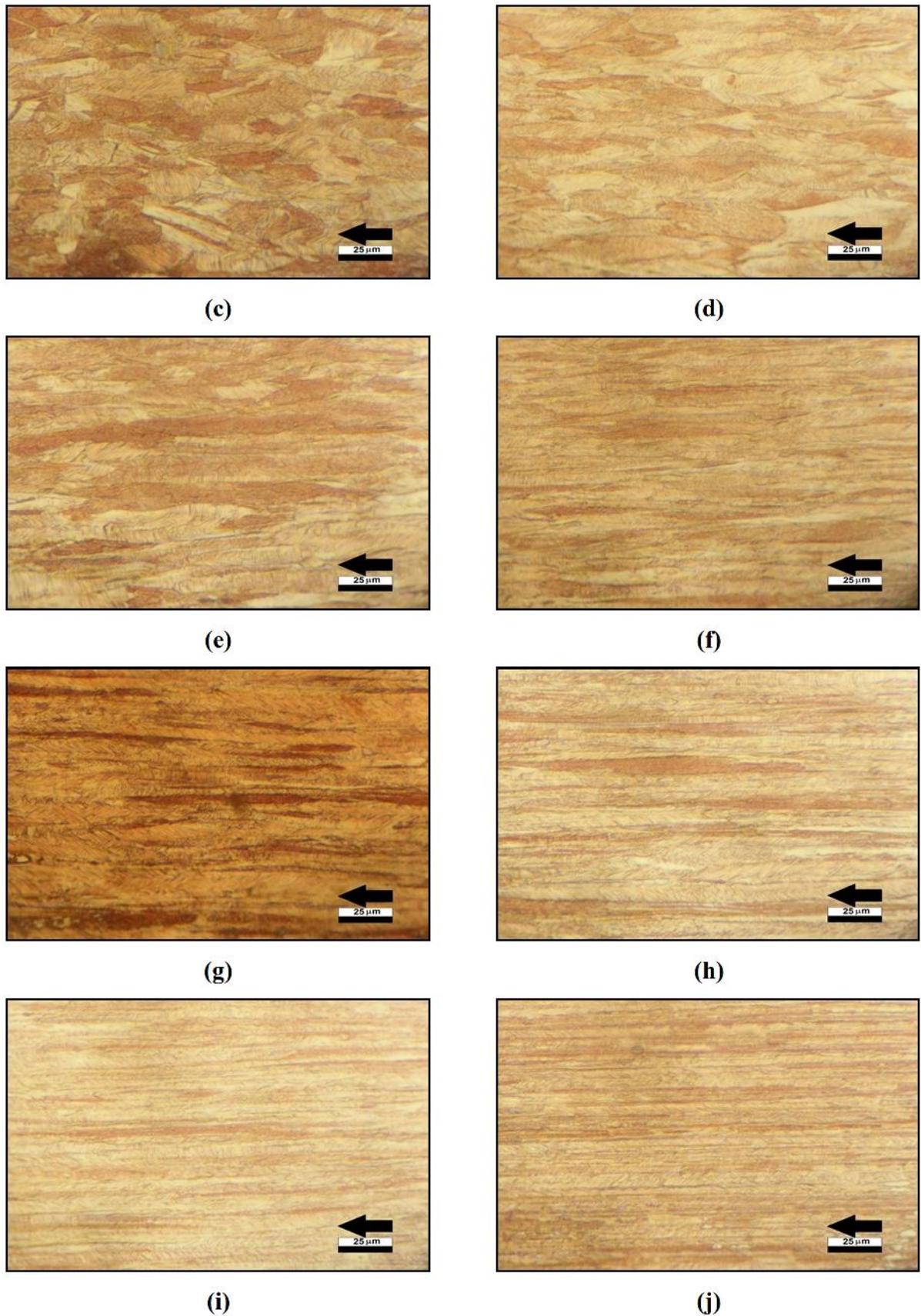


Figure IV.1 : Evolution de la microstructure d'un fil en cuivre durant le tréfilage. (a) fil machine ; (b) $\epsilon = 21,23\%$; (c) $\epsilon = 43,75\%$; (d) $\epsilon = 58,56\%$; (e) $\epsilon = 69,75\%$; (f) $\epsilon = 77,44\%$; (g) $\epsilon = 83,50\%$; (h) $\epsilon = 87,75\%$; (i) $\epsilon = 91,37\%$; (j) $\epsilon = 96,48\%$.

IV.1.2. Le suivi par la Microscopie Optique des fils de cuivre tréfilés à froid et recuits

La fabrication des fils électriques en cuivre, de tous les calibres, depuis les conducteurs fins pour le bobinage et la microélectronique, jusqu'à ceux destinés aux câbles de hautes tensions, repose sur le procédé de mise en forme à froid par tréfilage du cuivre.

Vue les causes liées à la dégradation des propriétés physiques, électriques, et mécaniques, cités aux (chapitre I et II), il est parfois nécessaire de réaliser un traitement thermique de recuit préalable. Ce traitement thermique peut être effectué avant l'utilisation du métal ou après la déformation. Un recuit intermédiaire est parfois souhaitable. Ce dernier choix se pratique généralement, au cours de tréfilage entre les différentes passes. Les traitements thermiques ont pour but de récupérer une grande partie de ces propriétés, surtout la ductilité du matériau pour minimiser les effets de casse qui se produisent sur la chaîne de fabrication.

L'objectif de cette partie est de comprendre l'effet de ce recuit sur l'évolution de la structure au cours de la restauration et au cours de la recristallisation.

Notre choix est porté sur quatre températures différentes, à savoir (200°C, 300°C, 400°C, et 500°C). Cette approche expérimentale est dictée par la nécessité de mieux étudier, comprendre, et comparer les effets de la température de recuit sur les différents phénomènes de transformations microstructurales, et pour voir le comportement du matériau à différentes températures.

Le principe consiste à chauffer un ensemble d'échantillons de différentes réductions à la température souhaitée, pendant un temps déterminé, le chauffage se fait sous un vide primaire pour éviter une oxydation excessive des échantillons. Les échantillons sont laissés refroidir à l'air libre de la salle.

On répète ce protocole expérimental pour chaque température durant des laps de temps bien définis à savoir : 1 min, 2 min, 4 min, 8 min, 16 min, 32 min, 64 min, et enfin 128 min.

L'examen au microscope optique des différents échantillons est pratiqué à ces instants pendant le recuit.

IV.1.2.1 Effet du temps

Les séries de figures (IV.2.a - IV.2.h), (IV.3.a - IV.3.h), (IV.4.a - IV.4.h), et (IV.5.a - IV.5.h), présentent respectivement l'évolution de la microstructure d'un fil en cuivre tréfilé, réduit à $\varepsilon = 43,75\%$ de sa section, recuit sous vide primaire aux températures : 200°C, 300°C, 400°C, 500°C, dans le temps.

Sur la première série de micrographies (IV.2.a - IV.2.h), on remarque que pour ce taux de réduction, la température 200°C n'est suffisante pour déclencher les processus de transformation, la recristallisation.

Sur la deuxième série (IV.3.a - IV.3.h), on constate que pour ce taux de réduction et cette température, la recristallisation se déclenche dès la 16^{ème} minute du temps de recuit, ensuite le processus de transformation de recristallisation se poursuit de manière monotone, au bout d'une heure le matériau est entièrement recristallisé.

Sur la troisième série de photos (IV.4.a - IV.4.h), on note que pour ce taux de réduction et cette température, la recristallisation se déclenche à un instant situé entre la 8^{ème} et la 16^{ème} minute du temps de recuit, ensuite le processus de transformation de recristallisation se poursuit de manière monotone, vers la fin du recuit le matériau est entièrement recristallisé.

Enfin sur la dernière série (IV.5.a - IV.5.h), on observe que pour ce taux de réduction et cette température, la recristallisation se déclenche dès la 4^{ème} minute du temps de recuit, au bout d'une heure le matériau est entièrement recristallisé. D'autre part le prolongement du temps de recuit provoque le début de croissance de certains grains (Fig. IV.5.g).

Il a été trouvé que, le recuit des fils électriques à haute température accélère le mécanisme de recristallisation, accompagnée par un adoucissement des fils et la diminution de la résistivité électrique, c'est l'effet de température [5].

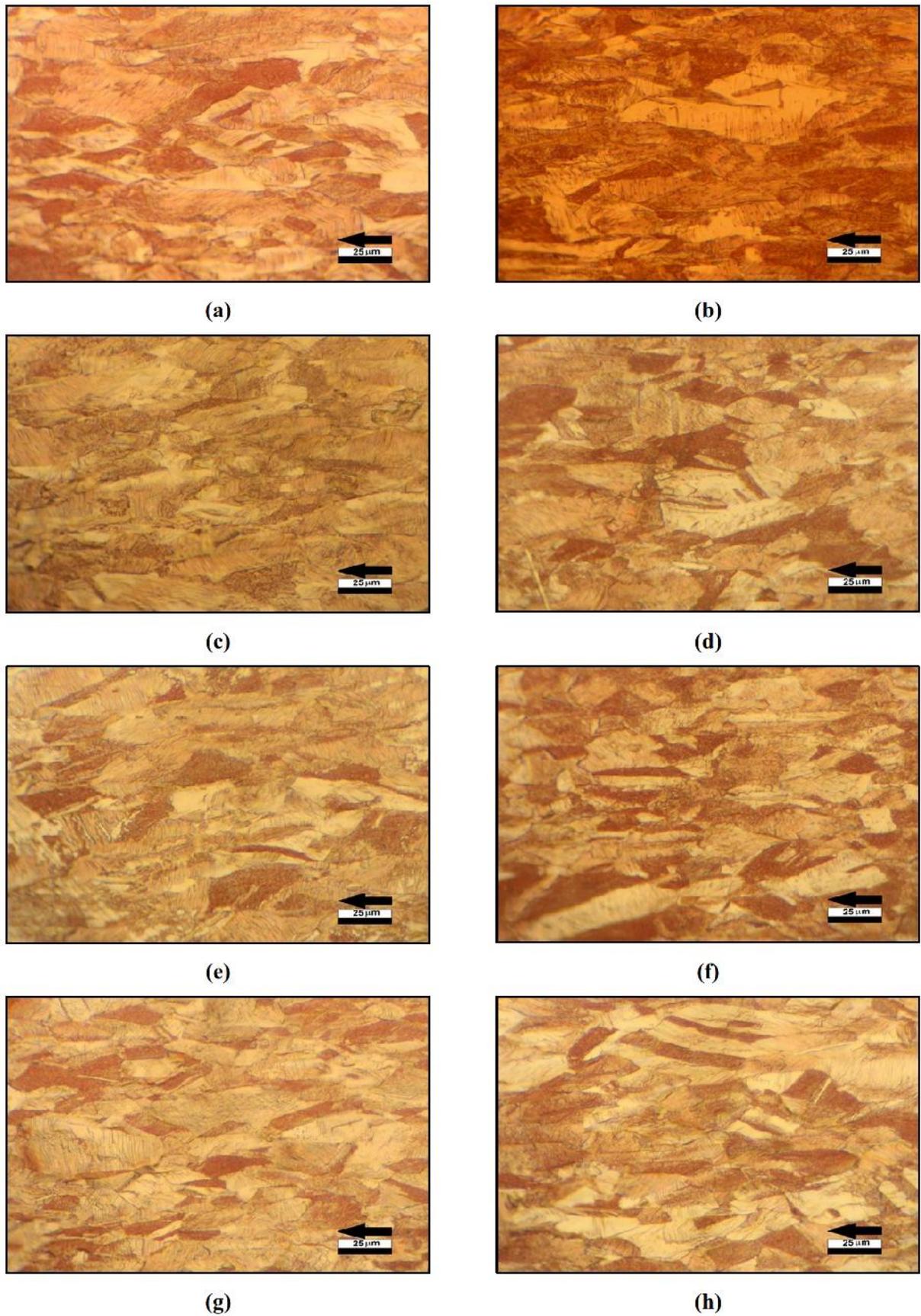


Figure IV.2 : Microstructure du fil en cuivre tréfilé, réduit à $\epsilon = 43,75\%$ de sa section, recuit à $T = 200^\circ\text{C}$, pendant: (a) 1 min, (b) 2 min, (c) 4 min, (d) 8 min ; (e) 16 min ; (f) 32 min ; (g) 64 min ; (h) 128 min.

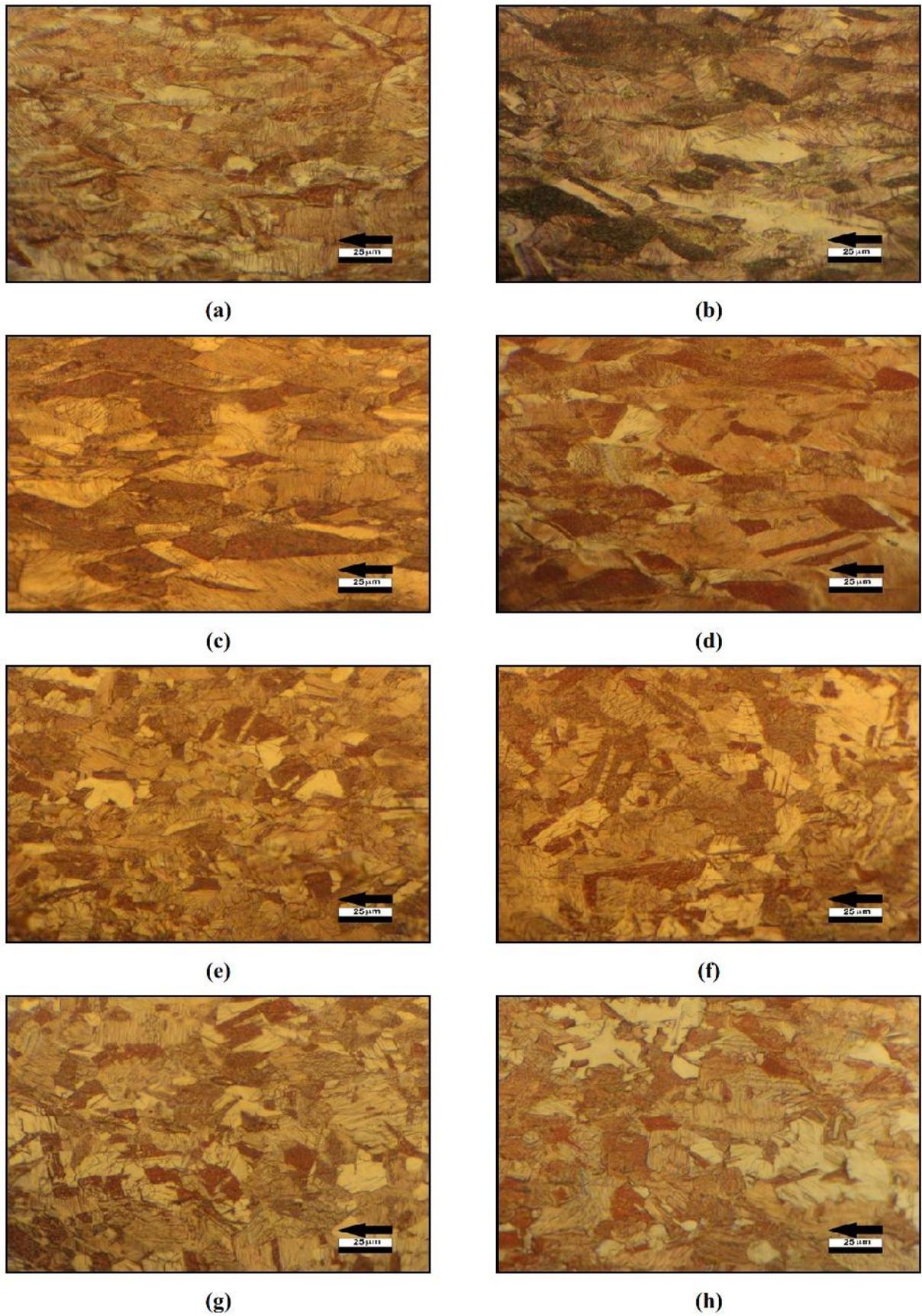


Figure IV.3 : Microstructure du fil en cuivre tréfilé, réduit à $\varepsilon=43,75\%$ de sa section, recuit à $T=300^{\circ}\text{C}$, pendant: (a)1 min, (b) 2 min, (c)4 min, (d) 8 min ;(e)16 min ;(f) 32 min ; (g) 64 min ; (h) 128 min.

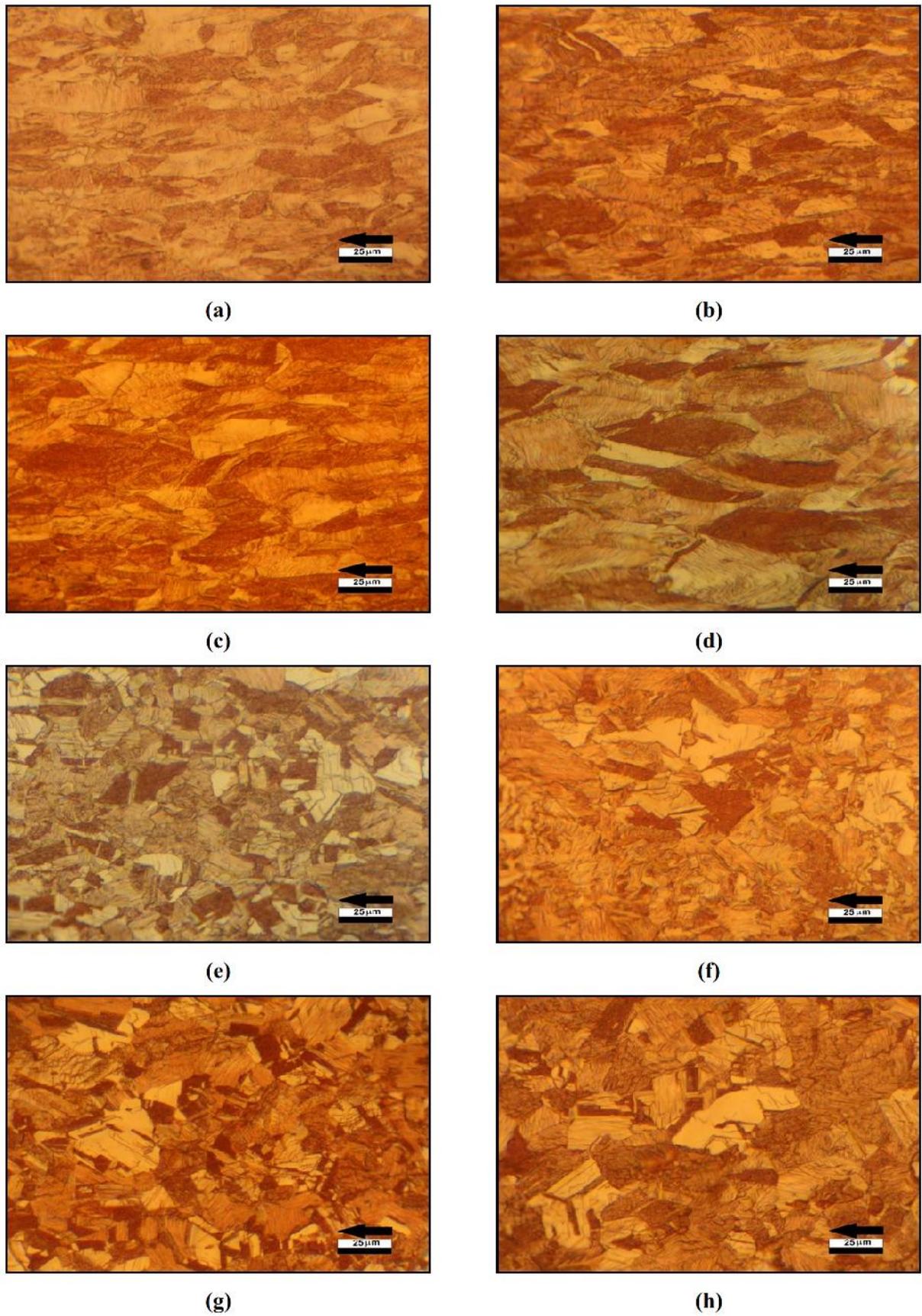


Figure IV.4 : Microstructure du fil en cuivre tréfilé, réduit à $\epsilon = 43,75\%$ de sa section, recuit à $T=400^{\circ}\text{C}$, pendant: (a)1 min, (b) 2 min, (c)4 min, (d) 8 min ;(e)16 min ;(f) 32 min ; (g) 64 min ; (h) 128 min.

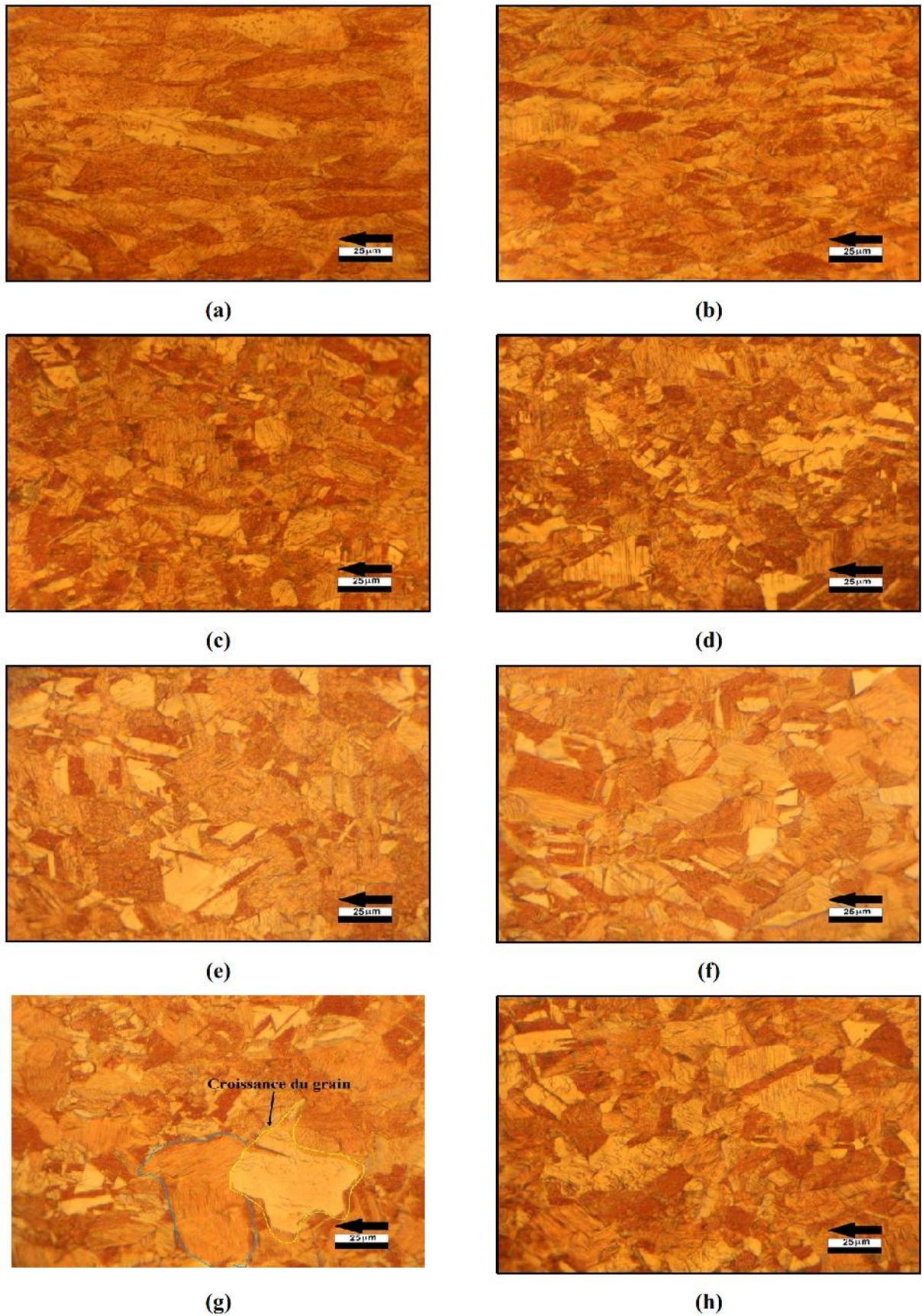


Figure IV.5 : Microstructure du fil en cuivre tréfilé, réduit à $\epsilon = 43,75\%$ de sa section, recuit à $T=500^{\circ}\text{C}$, pendant: (a) 1 min, (b) 2 min, (c) 4 min, (d) 8 min ;(e) 16 min ;(f) 32 min ; (g) 64 min ; (h) 128 min.

Les séries de figures (IV.6.a - IV.6.h), (IV.7.a - IV.7.h), (IV.8.a - IV.8.h), et (IV.9.a - IV.9.h), présentent respectivement l'évolution de la microstructure d'un fil en cuivre tréfilé, réduit à $\varepsilon = 87,75\%$ de sa section, recuit sous vide primaire aux températures : 200°C, 300°C, 400°C, 500°C, dans le temps.

Sur la première série de micrographies (IV.6.a - IV.6.h), on observe que pour ce taux de réduction et cette température, la recristallisation se déclenche dès la 32^{ème} minute du temps de recuit, ensuite le processus de transformation de recristallisation se poursuit de manière monotone, au bout de deux heures le matériau est entièrement recristallisé.

Sur la deuxième série (IV.7.a - IV.7.h), on remarque que pour ce taux de réduction et cette température, la recristallisation se déclenche dès la 8^{ème} minute du temps de recuit. Le matériau recristallise complètement vers la 32^{ème} minute.

Sur la troisième série de photos (IV.8.a - IV.8.h), on note que pour ce taux de réduction et cette température, la recristallisation se déclenche à la 4^{ème} du temps de recuit, au bout de la 8^{ème} minute le matériau est entièrement recristallisé.

Enfin sur la dernière série (IV.9.a - IV.9.h), on constate que pour ce taux de réduction et cette température, la recristallisation se déclenche dès la 1^{ème} minute du temps de recuit, dès la 4^{ème} minute le matériau est entièrement recristallisé. La figure (IV.9 et h) montre la croissance de certains grains lors de la réaction de recristallisation.

On conclue qu'il a été trouvé que, le recuit des fils électriques à haute température couplé à un grand taux de déformation, accélèrent les mécanismes de restauration et de recristallisation, effets qui se traduisent par un adoucissement des fils et la diminution de la résistivité électrique, c'est l'effet double de « température-déformation ».

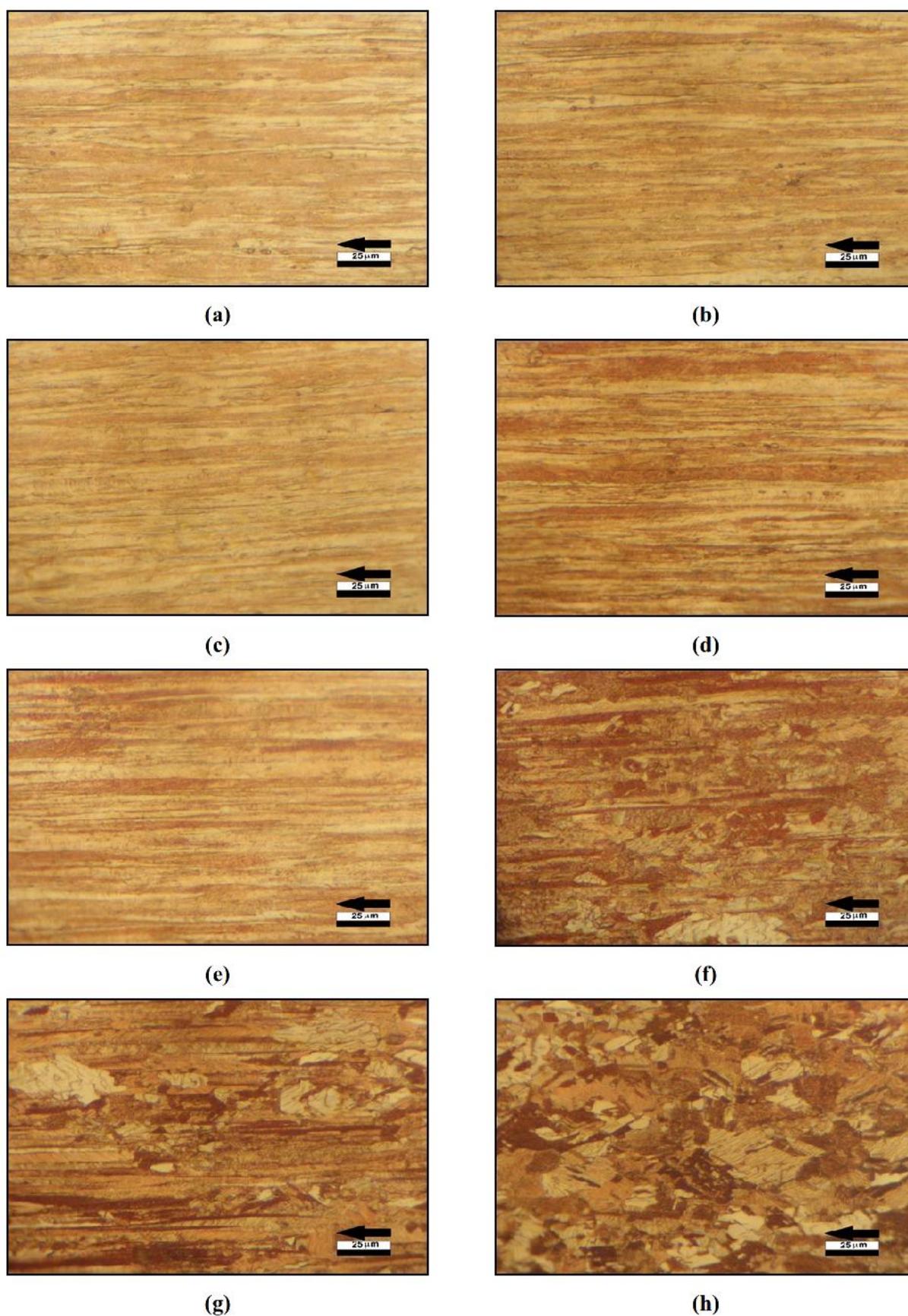


Figure IV.6 : Microstructure du fil en cuivre tréfilé, réduit à $\epsilon = 87,75\%$ de sa section, recuit à $T=200^{\circ}\text{C}$, pendant: (a) 1 min, (b) 2 min, (c) 4 min, (d) 8 min ;(e) 16 min ;(f) 32 min ; (g) 64 min ; (h) 128 min.

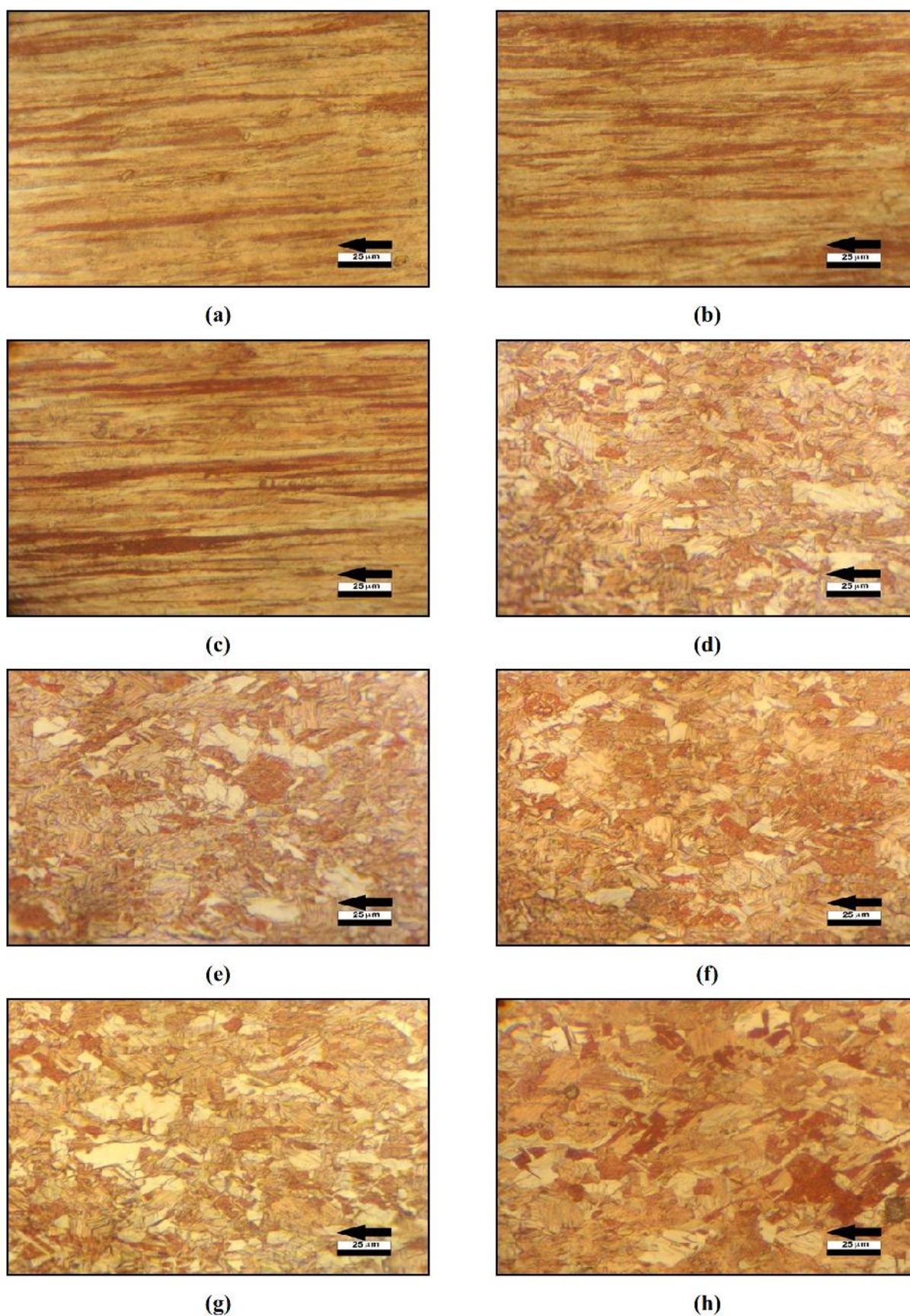


Figure IV.7 : Microstructure du fil en cuivre tréfilé, réduit à $\epsilon = 87,75\%$ de sa section, recuit à $T=300^{\circ}\text{C}$, pendant: (a) 1 min, (b) 2 min, (c) 4 min, (d) 8 min ; (e) 16 min ; (f) 32 min ; (g) 64 min ; (h) 128 min.

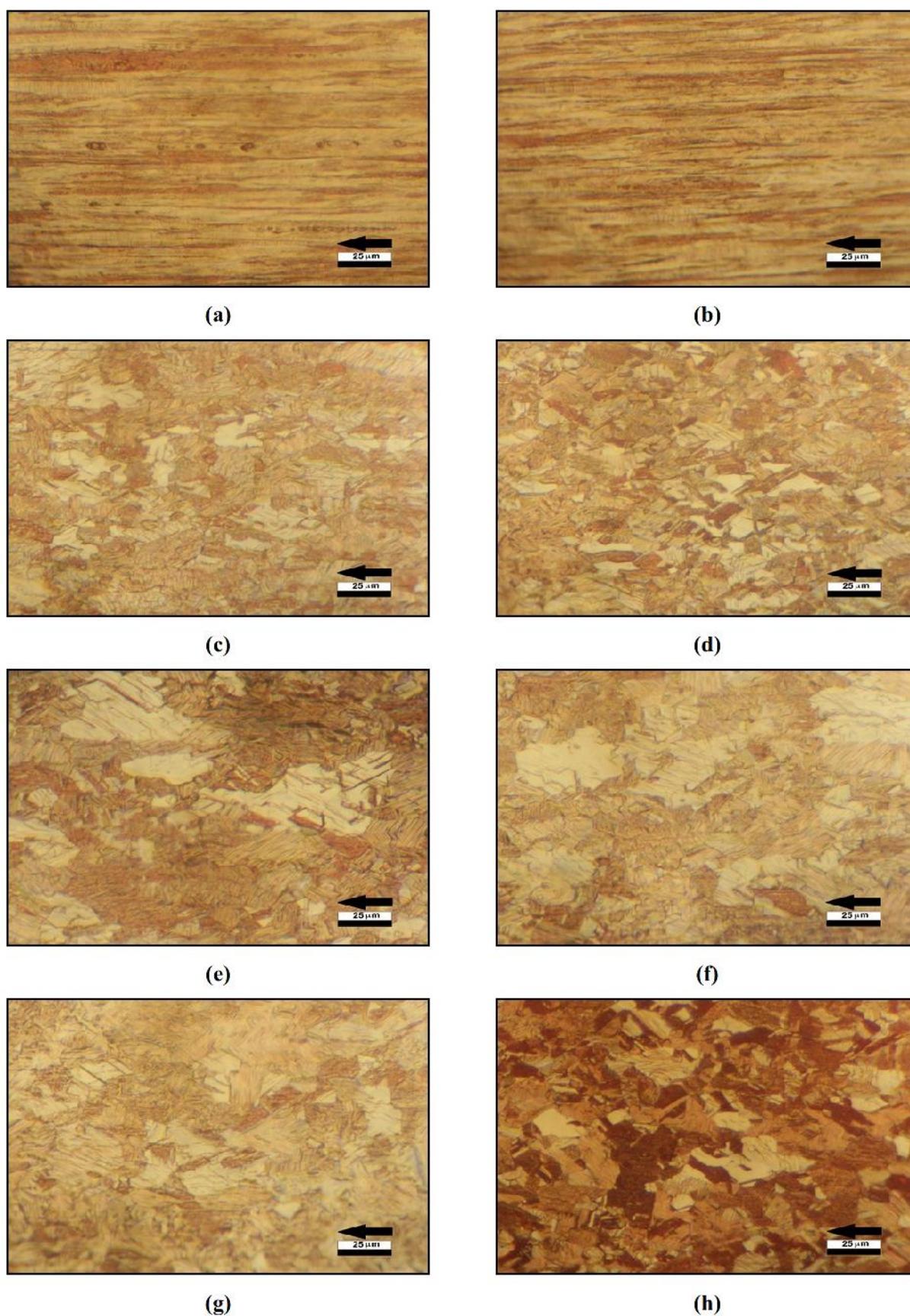


Figure IV.8 : Microstructure du fil en cuivre tréfilé, réduit à $\epsilon = 87,75\%$ de sa section, recuit à $T = 400^\circ\text{C}$, pendant: (a) 1 min, (b) 2 min, (c) 4 min, (d) 8 min ; (e) 16 min ; (f) 32 min ; (g) 64 min ; (h) 128 min.

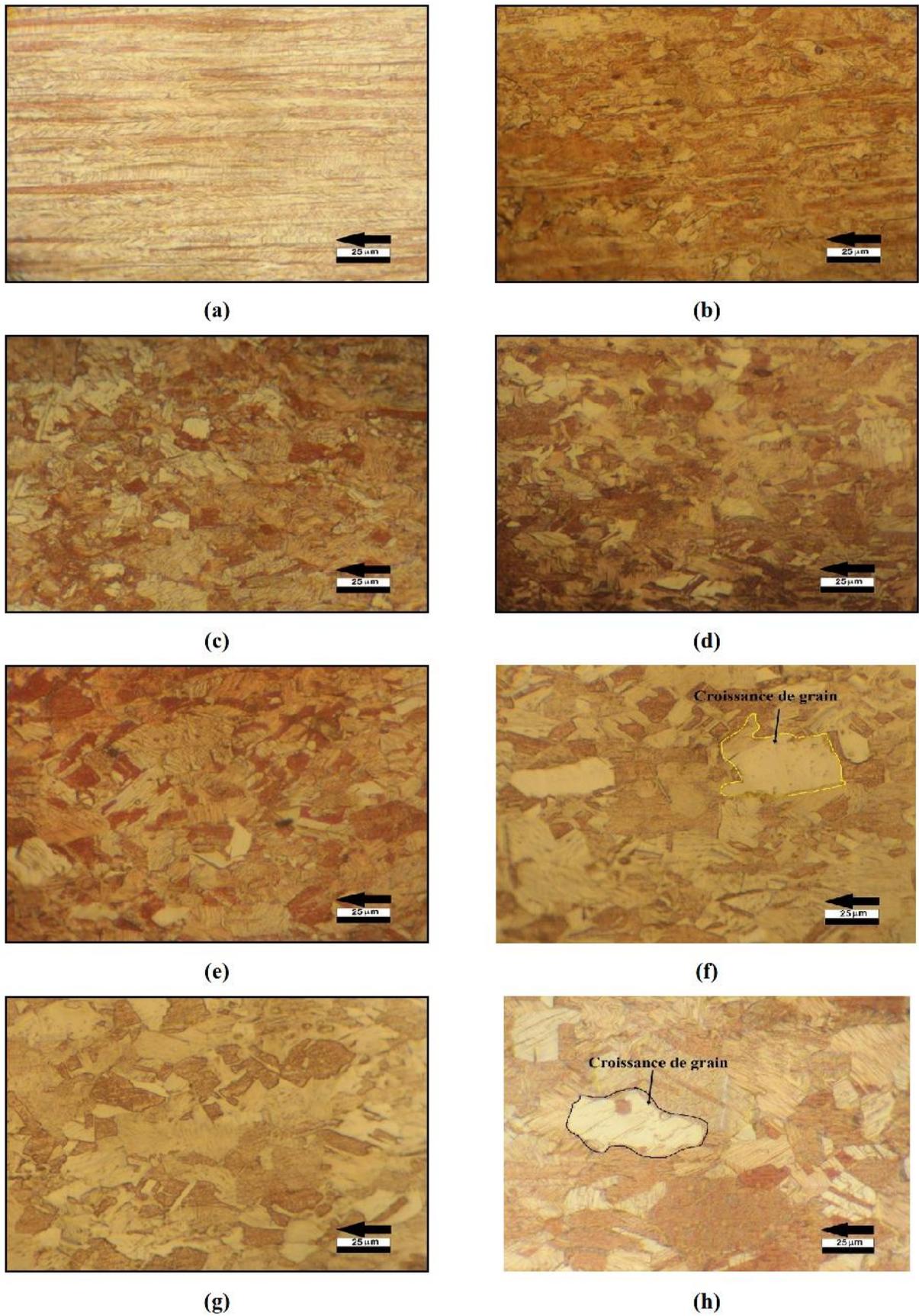


Figure IV.9 : Microstructure du fil en cuivre tréfilé, réduit à $\epsilon = 87,75\%$ de sa section, recuit à $T=500^{\circ}\text{C}$, pendant: (a) 1 min, (b) 2 min, (c) 4 min, (d) 8 min ; (e) 16 min ; (f) 32 min ; (g) 64 min ; (h) 128 min.

IV.1.2.2. Effet de la température

Les séries de figures (IV.10), (IV.11), (IV.12), (IV.13), et (IV.14) illustrent respectivement, l'évolution de la microstructure de fils en cuivre tréfilés ($\epsilon = 43,75\%$). Chaque série présente une comparaison de la microstructure d'un fil électrique recuit à différentes températures et pendant une même durée.

Sur la première série de micrographies, on constate qu'il n'y a pas un changement dans la microstructure sur les micrographies, donc pour ce taux de déformation la recristallisation ne se produit pas même à 500°C . Sur la deuxième série, on remarque aussi comme le cas cité précédemment, pour un temps cours de 2 minutes, la recristallisation ne se produit pas dans ce matériau. En examinant la troisième série de photos, on observe que pour ce taux de déformation, la recristallisation se déclenche dès la 4^{ème} minute pour la température de 500°C . Mais la quatrième série montre que pour ce taux de déformation, la recristallisation se déclenche dès la 16^{ème} minute pour la température de 300°C .

Finalement, sur la dernière série, après plus 2 heures de recuit, les fils électriques traités thermiquement sont totalement recristallisés, exception faite pour les fils recuits à la température de 200°C , ceux-là ne recristallisent pas. L'apport d'énergie extérieure et le taux de déformation ne sont pas suffisants pour activer la recristallisation.

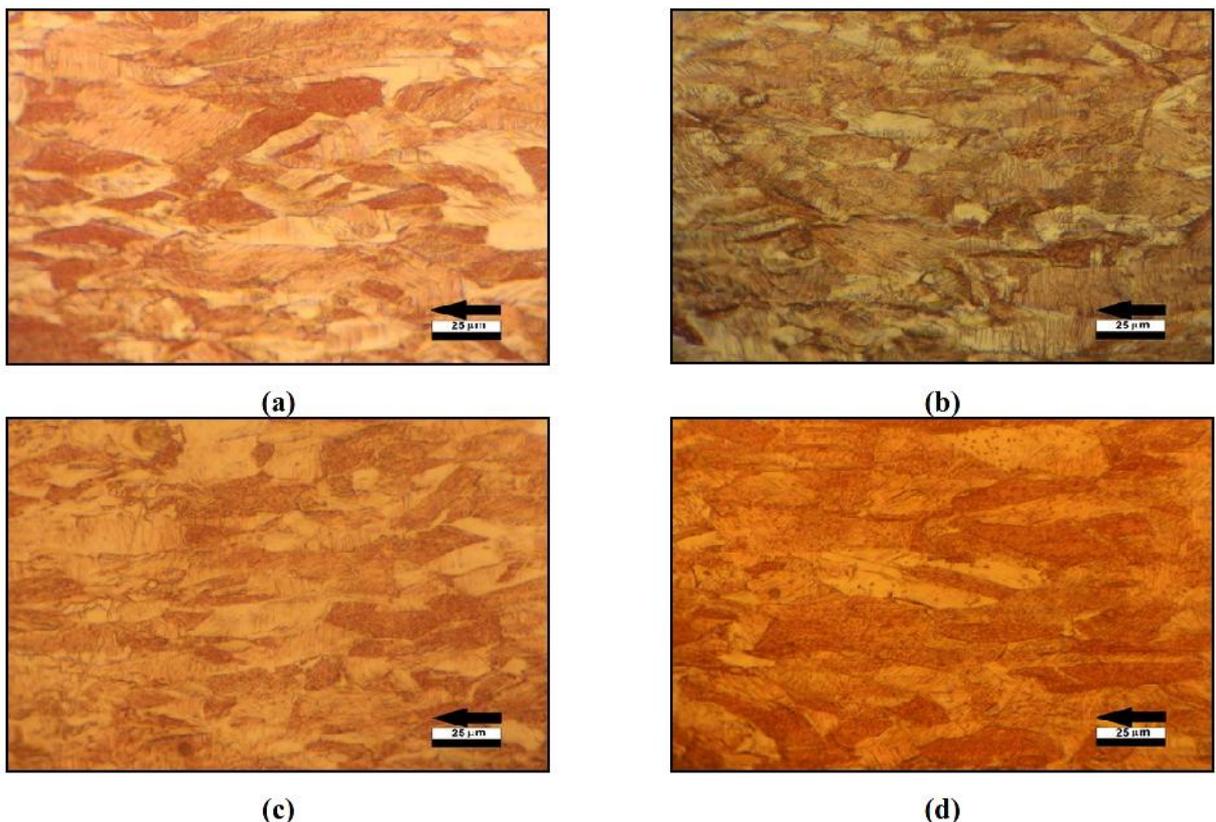


Figure IV.10 : Fil tréfilé à 43,75%, recuit pendant 1 min : (a) 200°C , (b) 300°C , (c) 400°C , et (d) 500°C .

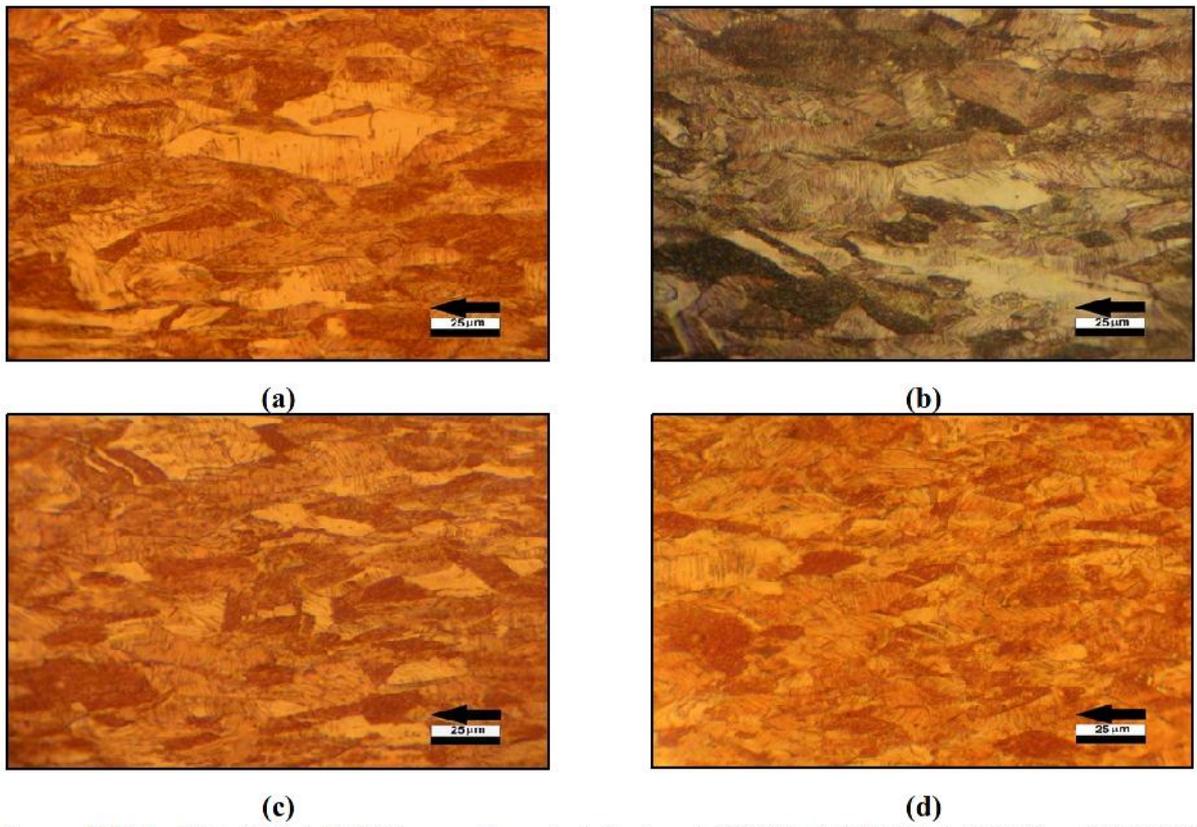


Figure IV.11 : Fil tréfilé à 43,75%, recuit pendant 2 min : (a)200°C, (b)300°C, (c)400°C, et (d)500°C.

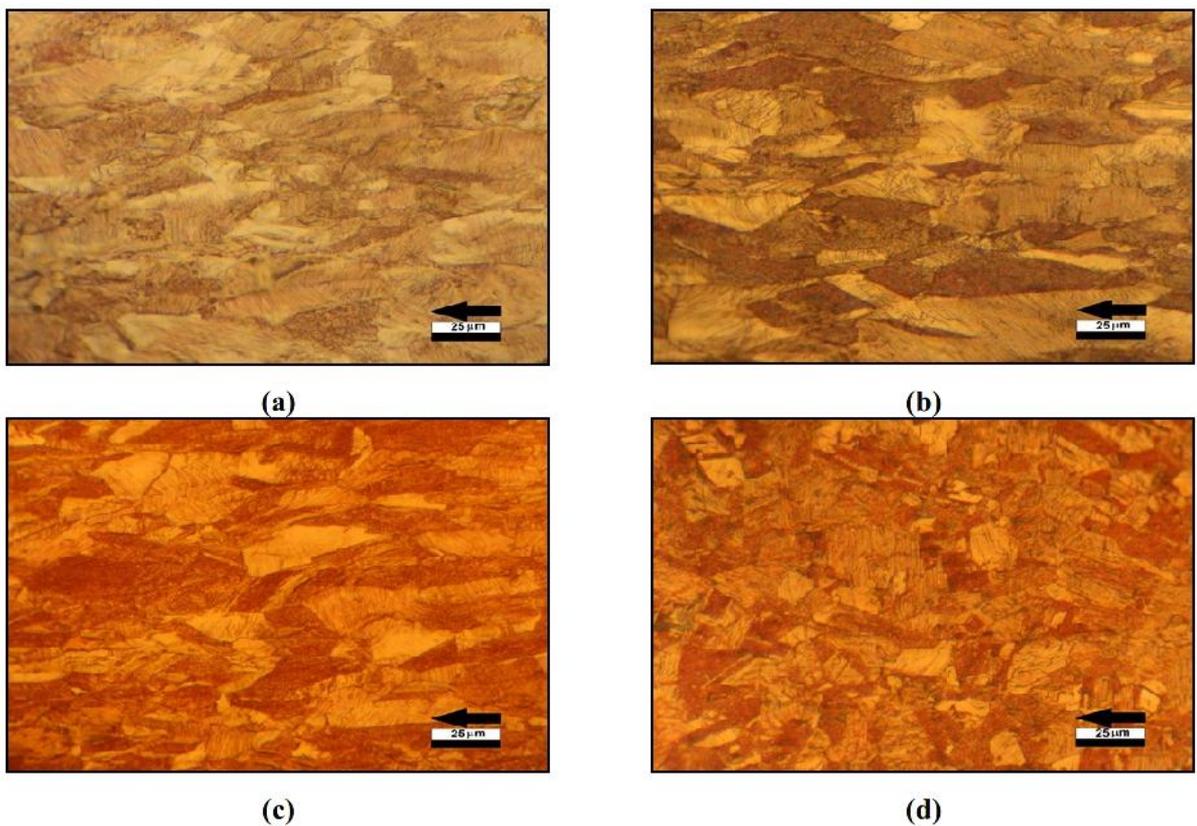


Figure IV.12 : Fil tréfilé à 43,75%, recuit pendant 4 min : (a)200°C, (b)300°C, (c)400°C, et (d)500°C.

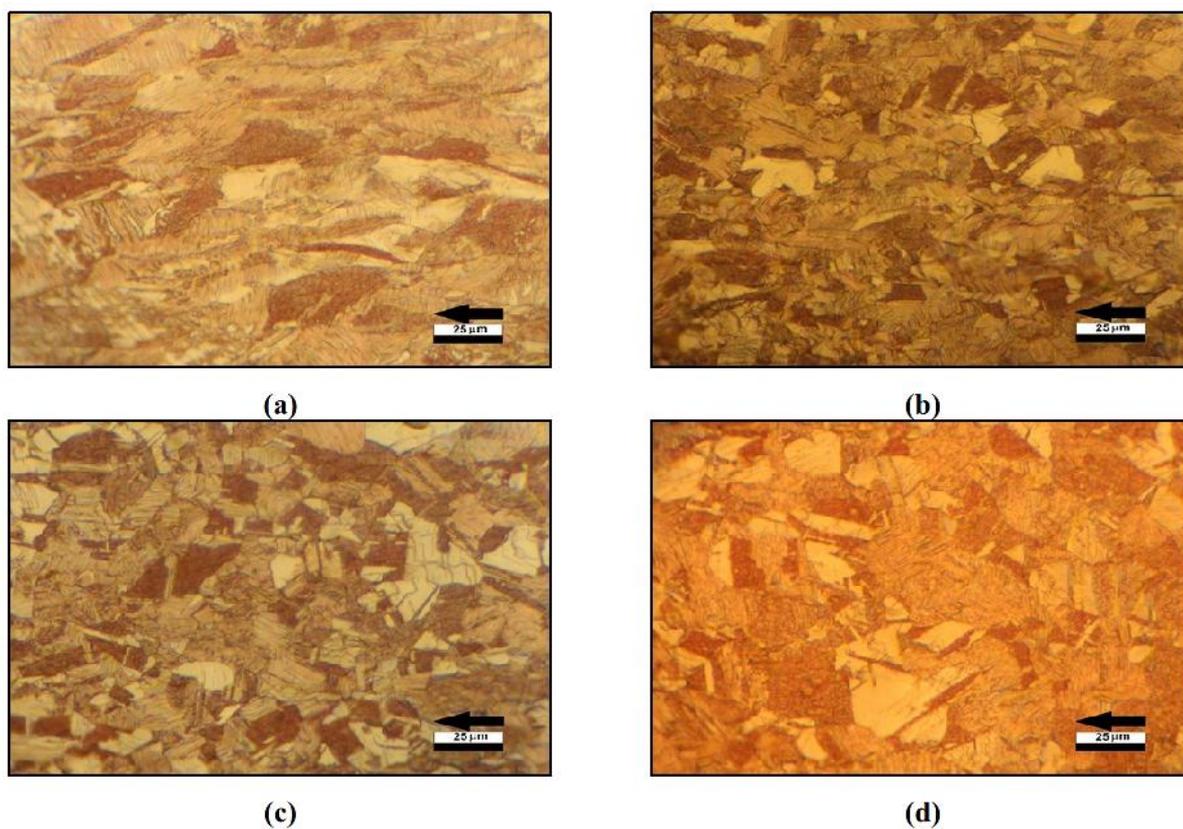


Figure IV.13 : Fil tréfilé à 43,75%, recuit pendant 16 min: (a)200°C, (b)300°C, (c)400°C, et (d)500°C.

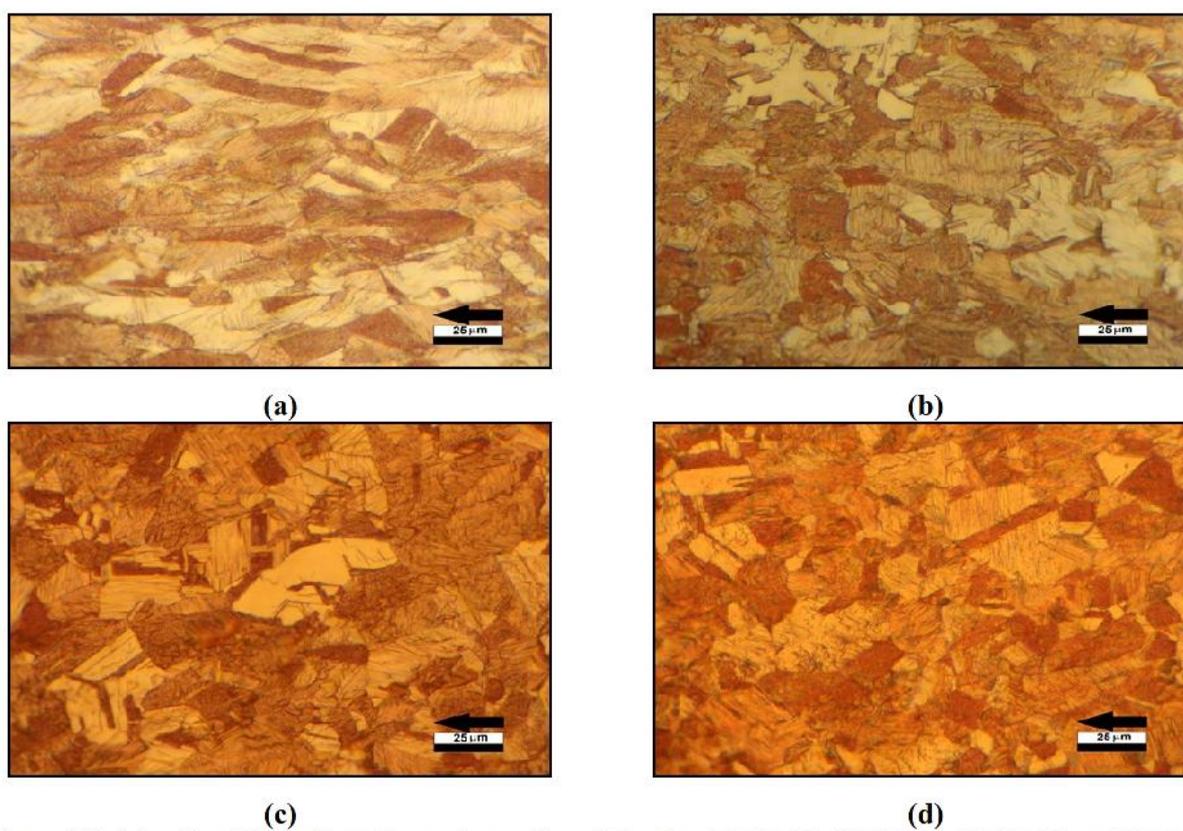


Figure IV.14 : Fil tréfilé à 43,75%, recuit pendant 128 min : (a)200°C, (b)300°C, (c)400°C, et (d)500°C.

Les séries de figures (IV.15), (IV.16), (IV.17), et (IV.18) illustrent respectivement, l'évolution de la microstructure de fils en cuivre tréfilés ($\epsilon = 87,75\%$). Chaque série présente une comparaison de la microstructure d'un fil électrique recuit sous vide aux températures (200°C, 300°C, 400°C, et 500°C) pendant une même durée.

Sur la première série de micrographies, on observe que pour ce taux de réduction, la recristallisation se déclenche dès la 1^{ème} minute du temps de recuit, pour $T=500^\circ\text{C}$.

Sur la deuxième série, on remarque que pour ce taux de réduction, le matériau est recristallisé dès la 2^{ème} minute, par contre pour les autres températures il ne se produit rien.

En examinant la troisième série de photos, on note que pour ce taux de réduction, le matériau est complètement recristallisé dès la 2^{ème} minute pour 500°C, par contre à 400°C la recristallisation se déclenche à la 4^{ème} minute.

Finalement, sur la dernière série, on remarque que pour ce taux de réduction, le matériau est complètement recristallisé après la 64^{ème} minute, aussi on remarque que pour 500°C la recristallisation secondaire est déjà établie

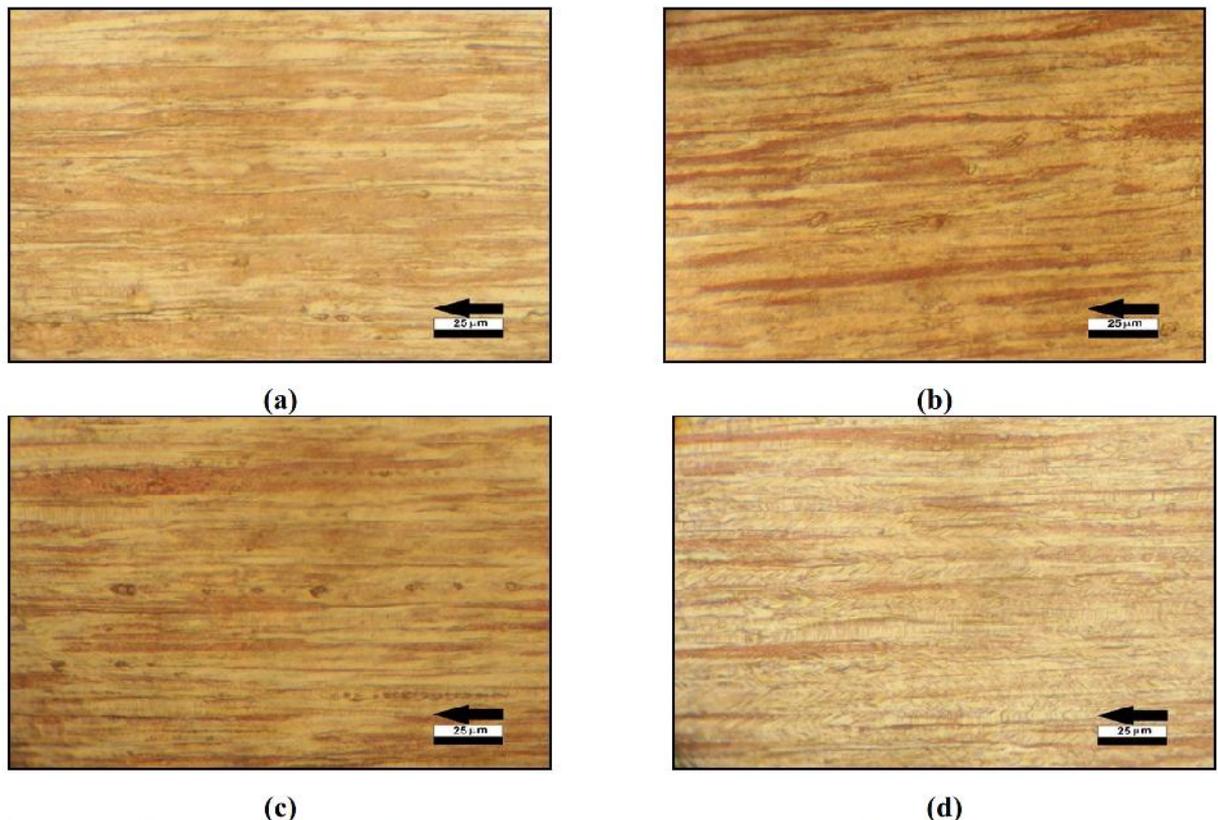


Figure IV.15 : Fil tréfilé à $\epsilon = 87,75\%$ recuit pendant 1 min: (a)200°C, (b)300°C, (c)400°C, et (d)500°C.

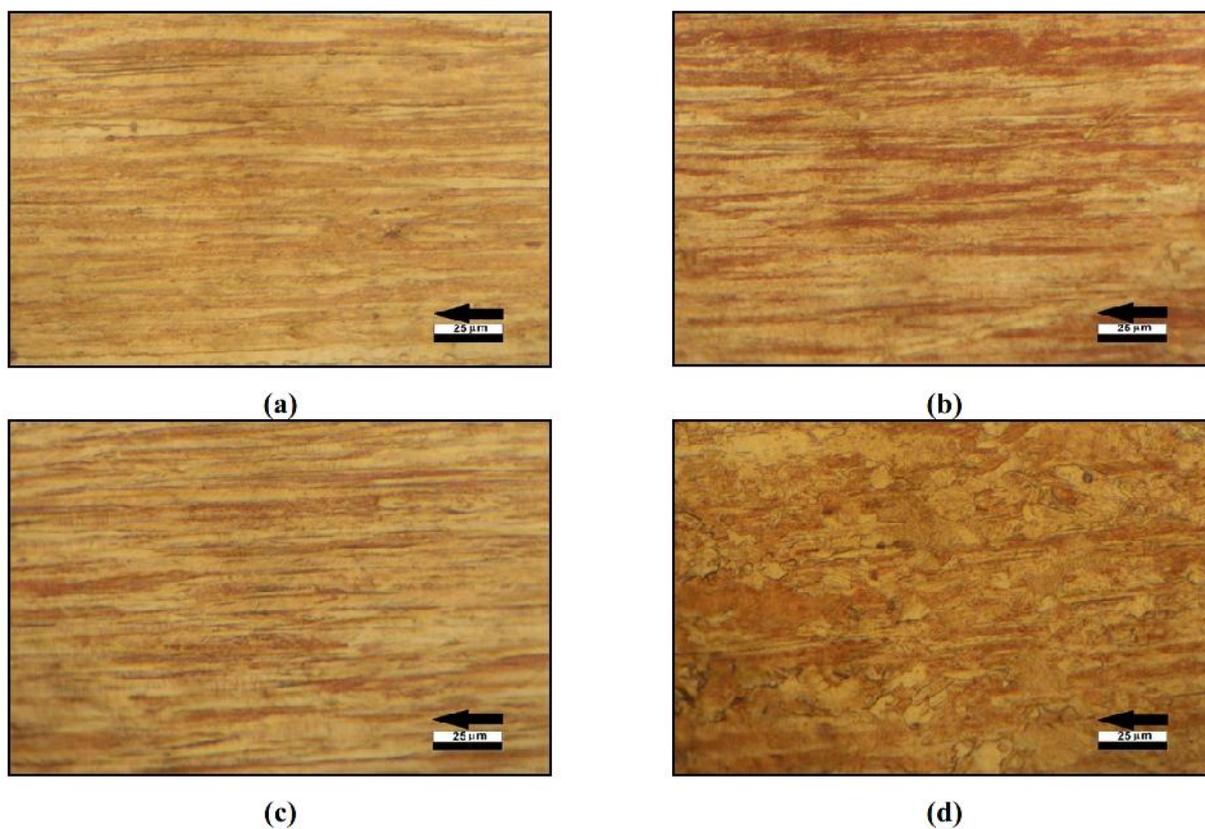


Figure IV.16 : Fil tréfilé à $\varepsilon = 87,75\%$ recuit pendant 2 min: (a)200°C, (b)300°C, (c)400°C, et (d)500°C.

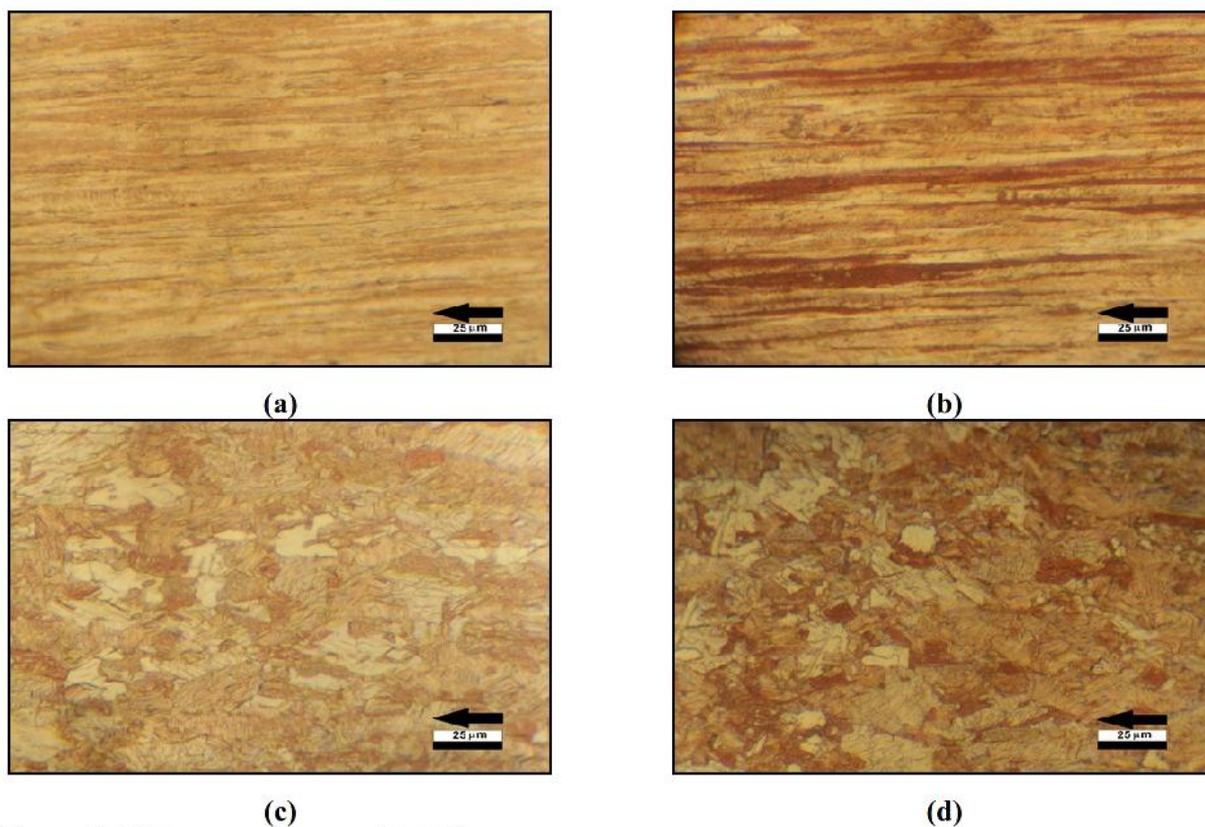


Figure IV.17 : Fil tréfilé à $\varepsilon = 87,75\%$ recuit pendant 4 min: (a)200°C, (b)300°C, (c)400°C, et (d)500°C

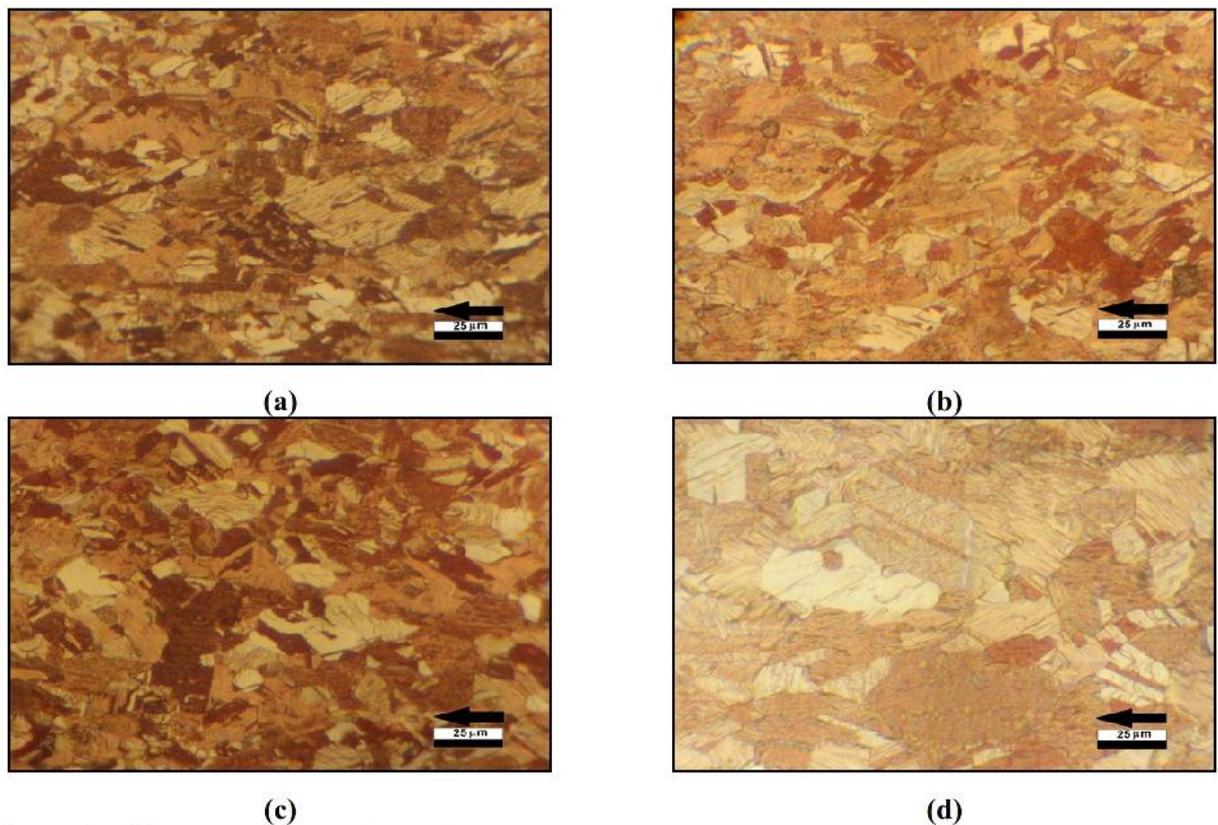


Figure IV.18 : Fil tréfilé à $\epsilon = 87,75\%$ recuit pendant 128 min: (a)200°C, (b)300°C, (c)400°C, et (d)500°C

IV.1.2.3. Effet du taux de déformation

Chacune des séries de microphotographies (IV.19), (IV.20), (IV.21), et (IV.22), montre deux séquences montrant une comparaison de l'évolution microstructurale de fils en cuivre tréfilés à 43,75% et 87,75% respectivement, recuits à une même température. La première série montre que pour le fil tréfilé à 43,75%, il ne se passe rien, par contre pour le fil électrique tréfilé à 87,75%, il se produit la recristallisation après la 32^{ème} minute. Sur la deuxième série, on remarque que pour le fil tréfilé à 43,75%, la recristallisation se produit dès la 16^{ème} minute, par contre pour le fil électrique tréfilé à 87,75%, la recristallisation se produit plus tôt vers la 8^{ème} minutes du début de recuit. En analysant la troisième série, on note que pour le fil tréfilé à 43,75%, la recristallisation se produit entre la 8^{ème} et la 16^{ème} minutes, par contre pour le fil électrique tréfilé à 87,75%, la recristallisation se produit plus tôt que la 4^{ème} minute du début de recuit.

Enfin la dernière série montre que pour le fil électrique tréfilé à 43,75%, la recristallisation se produit vers la 4^{ème} minute, par contre pour le fil électrique tréfilé à 87,75%, la recristallisation se produit plus tôt que la 1^{ère} minute du début de recuit.

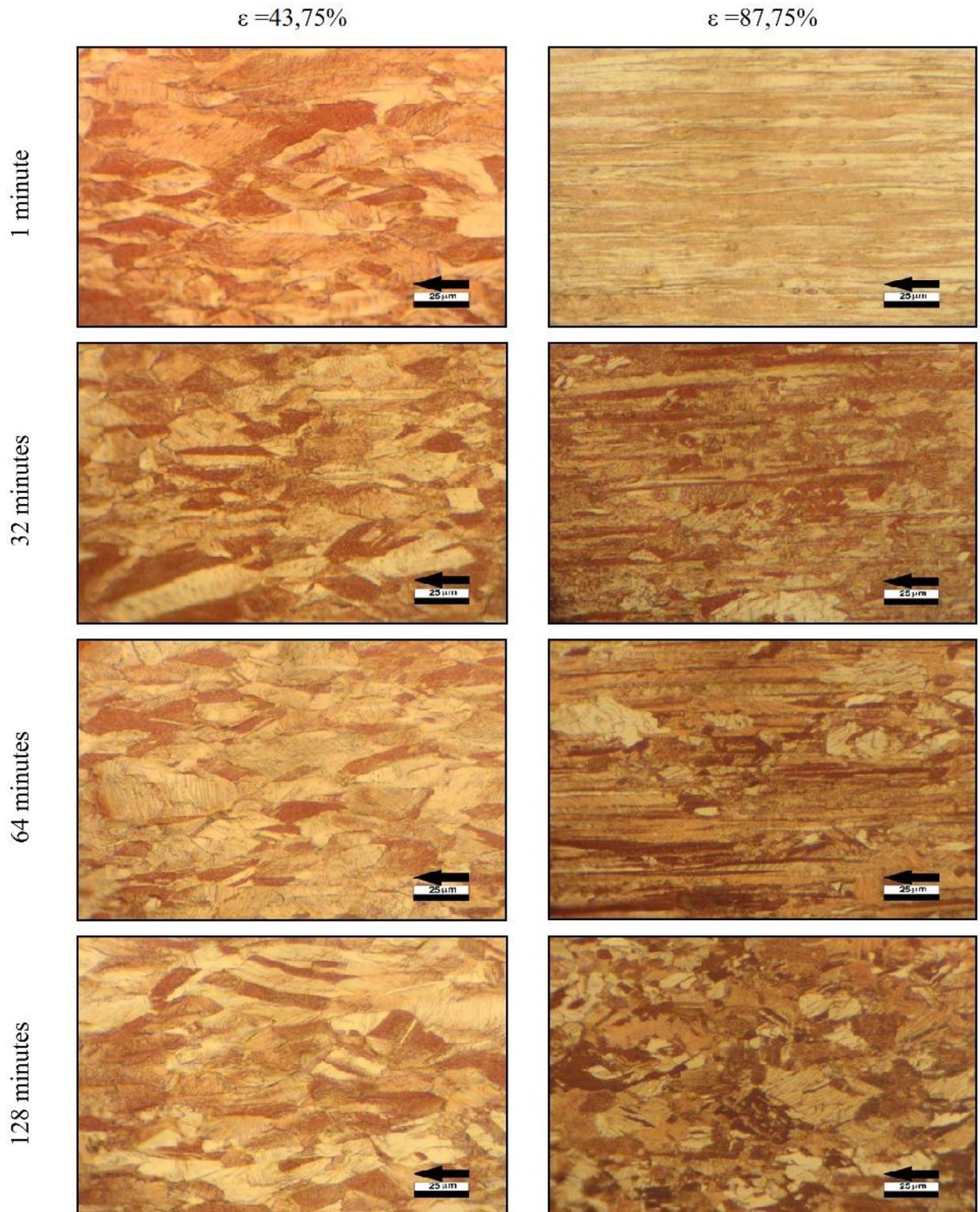


Figure IV.19 : Comparaison de la microstructure de deux fils tréfilés, en cuivre, réduit à deux différents taux, et recuits sous vide primaire à $T=200^{\circ}\text{C}$, pendant différents temps .

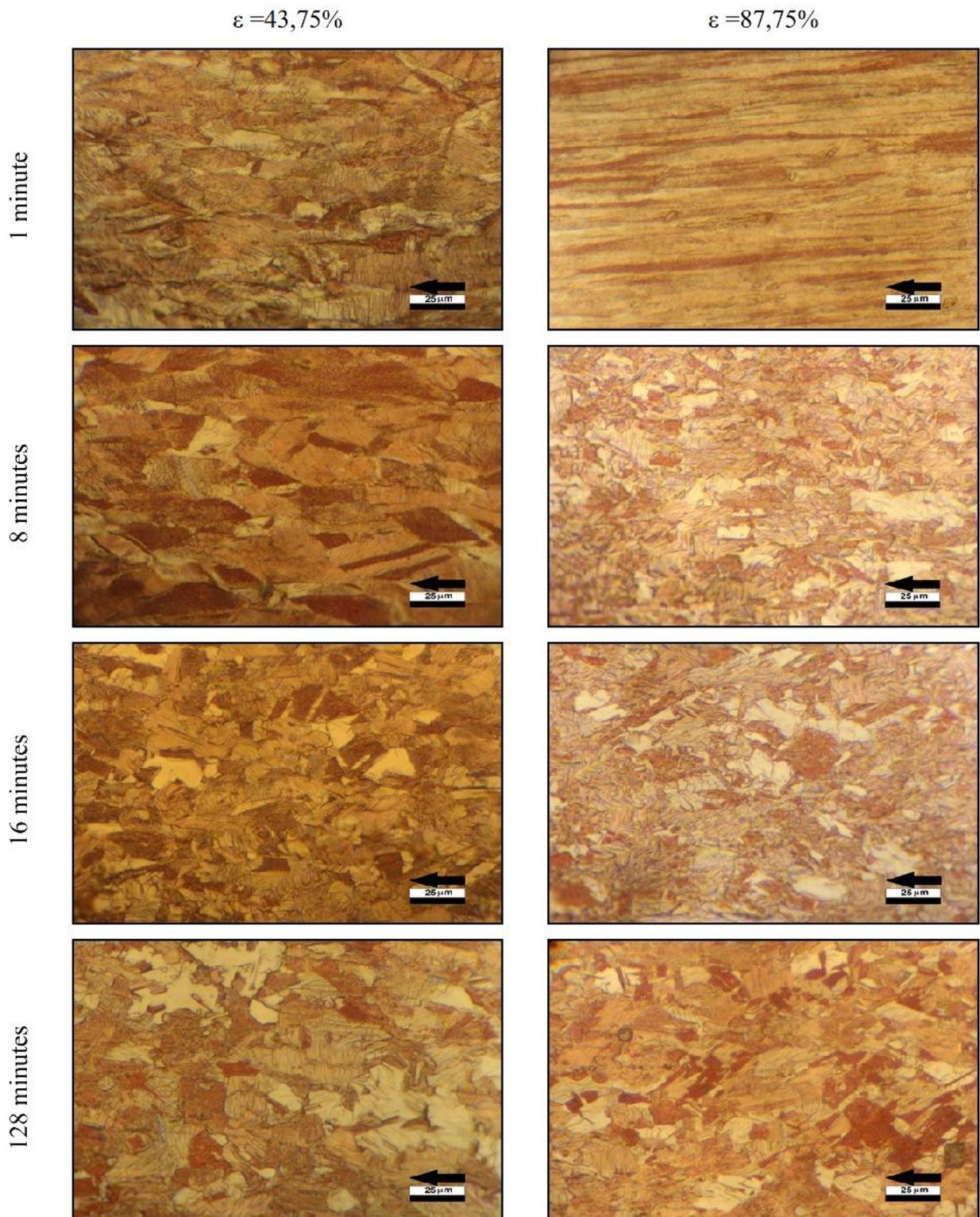


Figure IV.20 : Comparaison de la microstructure de deux fils tréfilés, en cuivre, réduit à deux différents taux, et recuits sous vide primaire à $T=300^{\circ}\text{C}$, pendant différents temps .

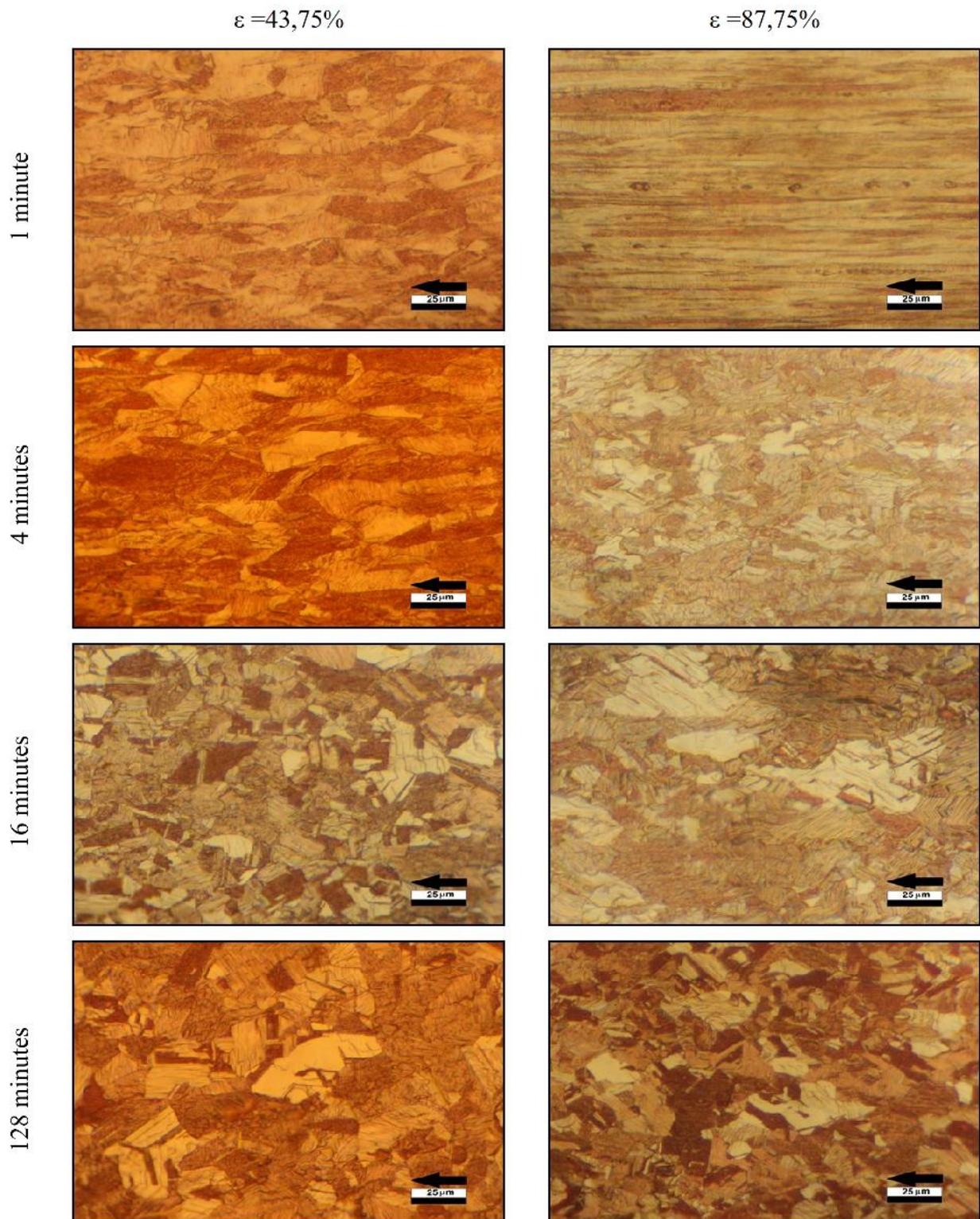


Figure IV.21 : Comparaison de la microstructure de deux fils tréfilés, en cuivre, réduit à deux différents taux, et recuits sous vide primaire à $T=400^{\circ}\text{C}$, pendant différents temps .

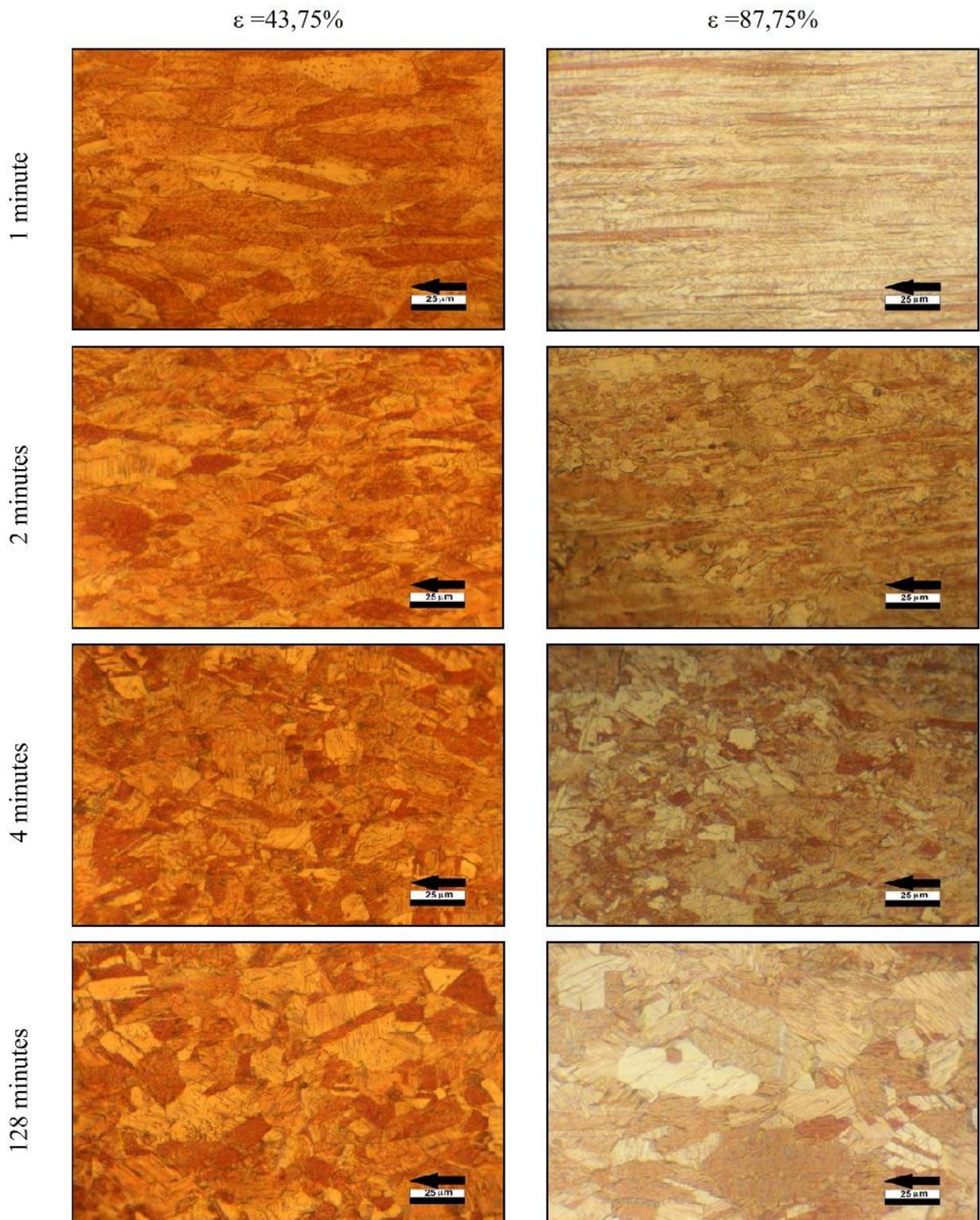


Figure IV.22 : Comparaison de la microstructure de deux fils tréfilés, en cuivre, réduit à deux différents taux, et recuits sous vide primaire à $T=500^{\circ}\text{C}$, pendant différents temps.

IV.2. Observations par le MEB de la microstructure des fils de cuivre tréfilés

Les figures (IV.23) et (IV.24) présentent la microstructure d'un échantillon de fil machine révélée par microscopie électronique à balayage (MEB). On remarque que cet état se caractérise par des grains de taille assez grande et contenant plusieurs macles. Ces macles sont « macles de déformation » puisqu'il faut noter que le fil machine avait subi une déformation pendant sa fabrication.

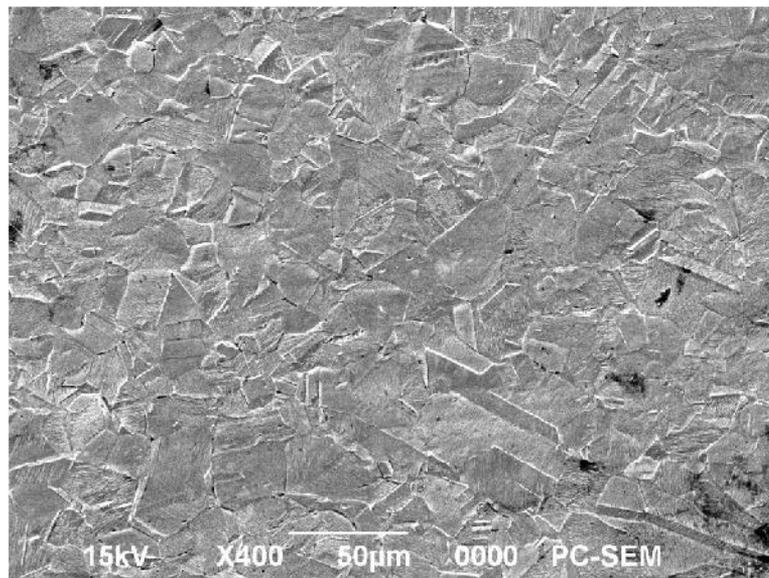


Figure IV.23 : Microstructure MEB du fil machine, en cuivre (coupe longitudinale) $\times 400$.

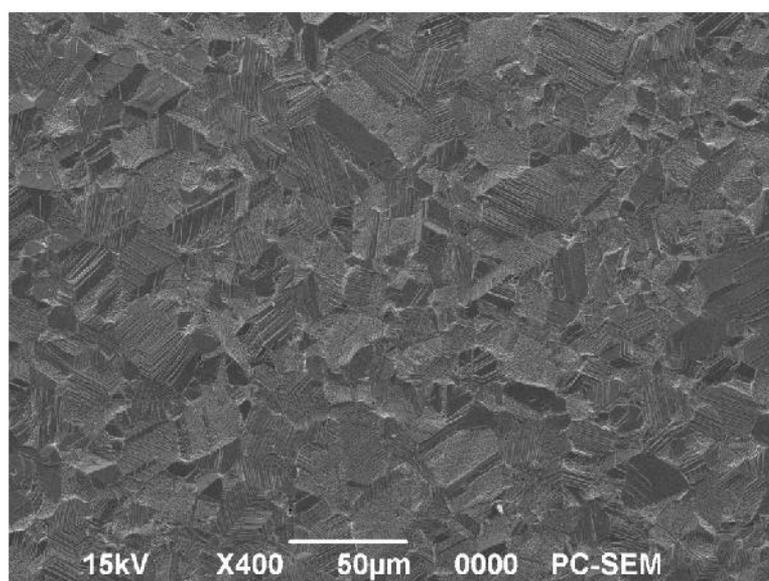


Figure IV.24 : Microstructure MEB du fil machine, en cuivre (coupe transversale) $\times 400$.

La figure IV.25 illustre la microstructure du fil machine, on y remarque la présence des macles dites « macles de déformation », ainsi que la présence aussi des bandes de glissement, cela peut être expliqué du fait que le fil machine est lui-même déformé par tréfilage, au cours de sa fabrication.

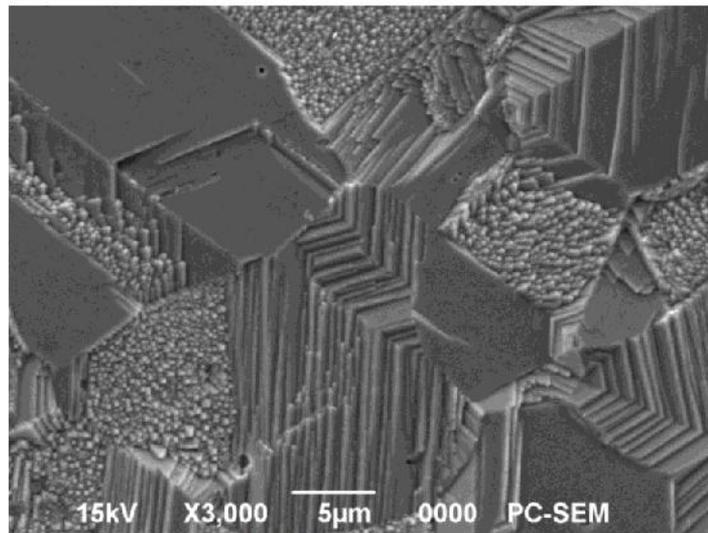


Figure IV.25 : Microstructure MEB du fil machine, en cuivre (coupe transversale) $\times 3000$.

Les figures IV.24-IV.29, illustrent l'évolution de la microstructure avec le taux de déformation, des fils de cuivre tréfilés à froid. On remarque que les grains s'allongent selon l'axe de tréfilage au fur et à mesure que le taux de déformation augmente, on remarque aussi que la taille des grains diminue (voir les coupes transversales). Les micrographies montrent aussi les bandes de cisaillement induites par la déformation.

Diha et al. (2013), avaient remarqué que les grains des fils électriques de cuivre industriel pur, sont fortement orientés au cours de la déformation par fluage, selon l'axe de tréfilage, cela depuis le stade primaire du fluage jusqu'au stade tertiaire [6].

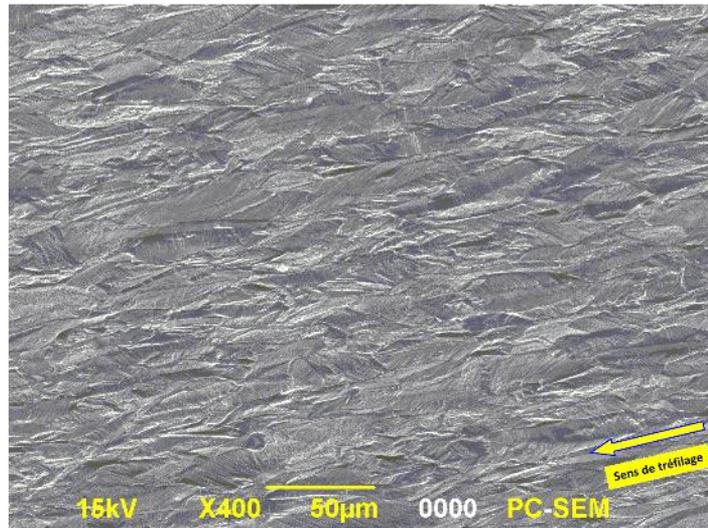


Figure IV.26 : Microstructure MEB du fil en cuivre tréfilé à froid à un taux de déformation de $\varepsilon = 58,56 \%$ (coupe longitudinale).

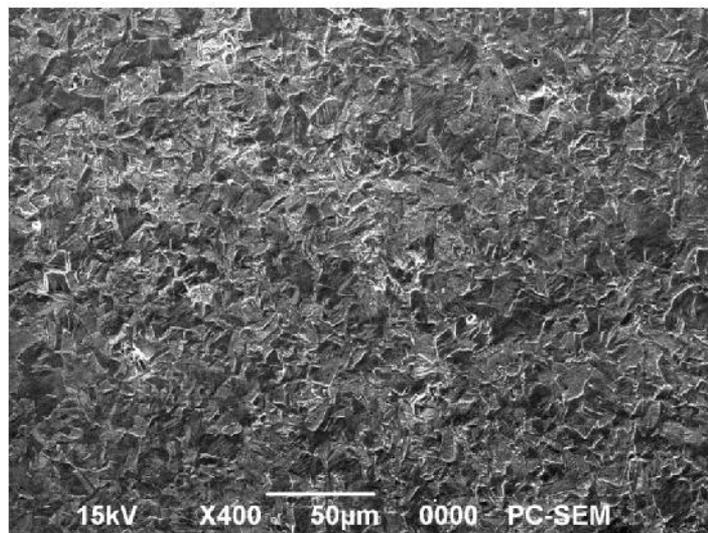


Figure IV.27 : Microstructure du fil en cuivre tréfilé à froid à un taux de déformation de $\varepsilon = 58,56 \%$ (coupe transversale).

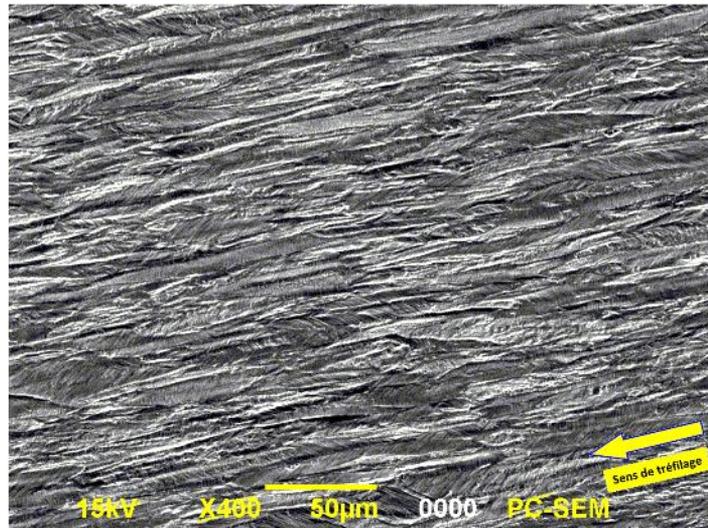


Figure IV.28 : Microstructure du fil en cuivre tréfilé à froid à un taux de déformation de $\varepsilon = 77,44\%$ (coupe longitudinale).

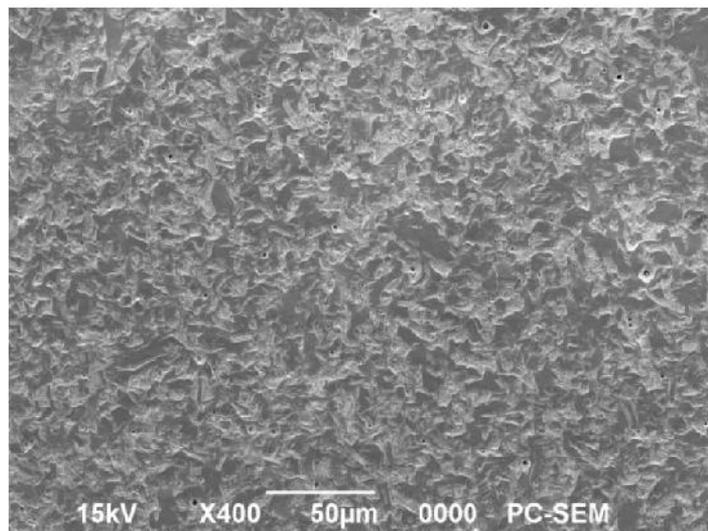


Figure IV.29 : Microstructure du fil en cuivre tréfilé à froid à un taux de déformation de $\varepsilon = 77,44\%$ (coupe transversale).

La figure IV.30 montre la modification de la forme d'un grain sous l'effet du glissement des plans cristallins du matériau, la ligne pointillée visualise des bandes de cisaillement qui semblent réguler par des dimensions infimes des paquets de plans en glissement, ce qui engendre les cisaillement du matériau [2].

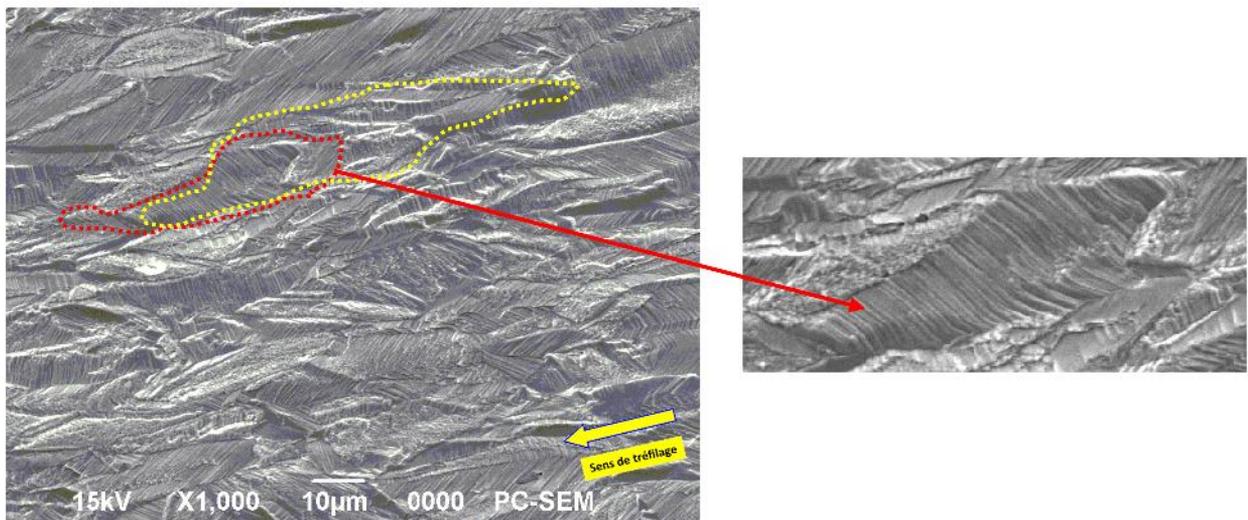


Figure IV.30 : Microstructure du fil en cuivre tréfilé à froid à un taux de déformation de $\epsilon = 77,44\%$ (coupe transversale).

A l'échelle microscopique, la déformation plastique à froid est due essentiellement au mouvement de dislocations. Ce mode de déformation conduit à une modification de la forme des grains qui génèrent une structure fibreuse, c'est le mode par glissement ou par mouvement en petits paquets de plans mal empilés, ce engendre l'avancée de macle, c'est le mode de déformation par maclage ; plusieurs paramètres contrôlent l'activation d'un mode ou d'un autre ou les deux en même temps, surtout l'énergie de défaut d'empilement, et les énergies d'activations requises pour chaque atome du système matériel et sa probabilité à participer au mécanisme d'un mode ou d'un autre.

L'observation de la surface polie et attaquée chimiquement, d'un échantillon de fils déformé par tréfilage, par le MEB, montre des lignes qui témoignent d'une déformation par glissement, en effet au cours du tréfilage, il y a eu glissement des plans cristallins, à la manière de cartes de jeu glissant les unes sur les autres (figure IV.31). Si la déformation se poursuit d'autres lignes se forment, ce qui se traduit par le déclenchement de glissements le long d'autres plans cristallographiques. Chacune des marches observées est en réalité la résultante du mouvement d'un nombre important de dislocations dans le même plan de cristallin.

Les dislocations se déplacent sous l'effet des contraintes appliquées sur le fils tréfilage au cours de la traversée de la filière. La déformation plastique se produit dans le matériau déformé grâce aux mouvements de dislocations. Il y en a deux types de mouvements de dislocations, le glissement et la montée (montée-déviée).

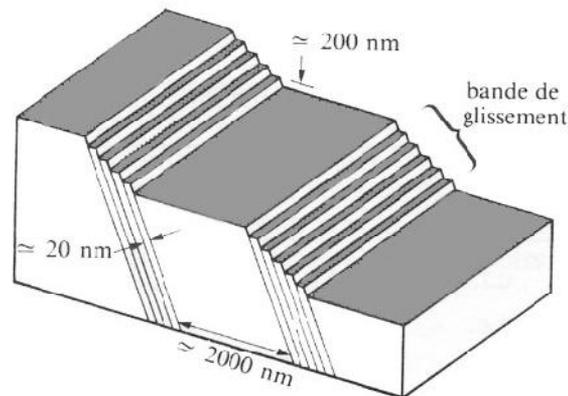


Figure IV.31 : Schéma de la formation de bandes de glissement.

Dans les matériaux de structure cubique centrée, la déformation par glissement est la plus prépondérante, ainsi que pour les matériaux à structure cubique à faces centrées et qui possèdent une forte et moyenne énergie de défaut.

Les coupes transversales montrent l'évolution de la taille des grains au cours du tréfilage, elle décroît avec la réduction : la taille moyenne des grains pour le fil machine est autour de $30\mu\text{m}$ puis décroît, vers $15\mu\text{m}$ pour le fil tréfilé à 58,56%, et enfin autour de moins de $5\mu\text{m}$ pour le tréfilé à 77,44%. Les coupes longitudinales indiquent que les grains s'allongent et que leurs longueurs peuvent dépasser les $100\mu\text{m}$, le facteur de forme (Shape form factor) augmente au fût et à mesure que la déformation par tréfilage croît.

Sur les micrographies obtenues à l'aide du microscope à balayage (MEB), on remarque de manière très claire, l'effet de glissement sur la déformation du matériau, on peut dire que la déformation du cuivre au cours du tréfilage est favorisée par ce mode de déformation plutôt que par le mode glissement. Les macles observées sont dites macles de déformations. Il existe un autre type de macles dites « macles de recuit », qui se manifestent au cours d'un traitement thermique de recuit [7].

IV.3. Investigation par la mesure de la microdureté HV

IV.3.1. Analyse de la validité de résultats de mesure

Dans nos tests de microdureté, nous avons relevé un minimum de 5 mesures par essai, pour chaque échantillon, une distance de sécurité entre deux indentations voisines a été respectée, nous avons opté pour valeur de six(6) fois la moyenne des diagonales pour chaque échantillon. La charge utilisée est de 200 gf durant un temps de 10 secondes.

Afin de valider les résultats de mesure de microdureté obtenus lors des essais effectués sur les différents échantillons. Nous nous sommes basés sur deux critères, le facteur de répétabilité *R*, ce facteur est défini par la formule suivante :

$$R = \left(\frac{d_{max} - d_{min}}{\bar{d}} \right) \times 100 \dots\dots\dots Eq.IV.1$$

Où *d_{max}* : La plus grande valeur des diagonales mesurées lors d'un test.

d_{min} : La plus petite valeur des diagonales mesurées lors d'un test.

d̄ : La moyenne des diagonales mesurées lors du même test.

La répétabilité *R* concerne la variabilité entre les résultats de test individuels obtenus dans le même laboratoire, par le même opérateur, et avec le même appareil de mesure. Ce facteur nous renseigne sur la portée de l'exactitude de nos mesures. Selon les dernières recommandations de l'A.S.T.M sous le code [ASTM E384 – 10], dans les essais de microdureté Vickers, et pour une charge comprise entre 100 gf et 1000 gf, le facteur de répétabilité aura une valeur limite maximale égale à 13 %, avec une erreur de 3 %.

Nous avons aussi utilisé un autre facteur, appelé facteur d'inhomogénéité afin d'explorer l'uniformité de la distribution de la microdureté dans les échantillons. Ce paramètre est défini par l'expression suivante [8]:

$$IF = \frac{\sqrt{\frac{1}{(n-1)} \times \sum_{i=1}^n (HV_i - HV_{moy.})^2}}{HV_{moy.}} \dots\dots\dots Eq.IV.2$$

Les erreurs sur les calculs ont été estimés grâce différentes méthodes. nous avons calculé les écartypes suivants :

- Ecartype moyen selon la formule suivante :

$$\sigma = \frac{1}{n} \cdot \sum |x - \bar{x}| \dots\dots\dots Eq.IV.3$$

- Ecartype de Pearson avec la relation suivante :

$$\rho = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{n}} \dots\dots\dots Eq.IV.4$$

- l'Ecartype standard en appliquant l'expression mathématique :

$$\rho = \sqrt{\frac{\sum(x-\bar{x})^2}{(n-1)}} \dots\dots\dots \text{Eq.IV.5}$$

En examinant de près de contenu des tableaux (IV.1 et IV.2), nous avons constaté que les valeurs du facteur de répétabilité R sont inférieures à la valeur limite $R_{max} = 13 \%$, définie par A.S.T.M, , et que les erreurs sur les mesures sont majoritairement inférieures à $E_{max} = 3 \%$ (voir ANNEXE-I), alors nous pouvons conclure que nos résultats de mesures sont valides, que nous pouvons continuer leur analyse.

Tableau IV.1 : Résultats de mesures des diagonales d'indentation.

ε	$HV_{0,2}$	d_1	d_2	d_3	d_4	d_5	\bar{d}	d_{max}	d_{min}
0,00%	59,54	78,52635	77,26010	78,42450	78,16260	82,60035	78,99478	82,60035	77,26010
21,23%	102,15	59,68410	59,81505	60,17880	53,09210	60,30975	58,61596	60,30975	53,09210
43,75%	112,94	57,15715	57,16695	57,74895	57,12330	57,37065	57,31340	57,74895	57,12330
58,56%	114,28	56,87595	57,76350	57,05055	56,30850	56,83230	56,96616	57,76350	56,30850
69,75%	116,64	55,90110	56,06115	56,87595	56,20665	56,93415	56,39580	56,93415	55,90110
77,44%	119,58	57,26880	54,06780	56,20665	55,15905	55,78470	55,69740	57,26880	54,06780
83,50%	119,76	56,14845	55,31910	55,71195	56,07570	55,12995	55,67703	56,14845	55,12995
87,75%	120,88	54,80985	55,30455	55,90110	55,14450	55,88655	55,40931	55,90110	54,80985
91,37%	121,80	54,80985	55,37730	54,64980	55,42095	55,74105	55,19979	55,74105	54,64980
96,48%	125,10	54,56250	54,88260	54,85350	53,71860	54,24240	54,45192	54,88260	53,71860

Tableau IV.2 : Récapitulation des valeurs des critères de validité des mesures.

ε	$HV_{0,2}$	Ecartype moyen σ	Ecartype de Pearson ρ	Ecartype standard ρ	Facteur d'Inhomogénéité (I.F)	Répétabilité R [%]
0,00%	59,54	2,056	2,658	2,972	0,04465	6,76
21,23%	102,15	1,458	1,920	2,147	0,02101	12,31
43,75%	112,94	0,752	0,866	0,969	0,00858	1,09
58,56%	114,28	1,504	1,950	2,180	0,01908	2,55
69,75%	116,64	1,632	1,717	1,919	0,01645	1,83
77,44%	119,58	3,696	4,549	5,086	0,04253	5,75
83,50%	119,76	1,592	1,750	1,957	0,01634	1,83
87,75%	120,88	1,744	1,912	2,138	0,01769	1,97
91,37%	121,80	1,720	1,841	2,058	0,01690	1,98
96,48%	125,10	1,880	2,106	2,355	0,01882	2,14

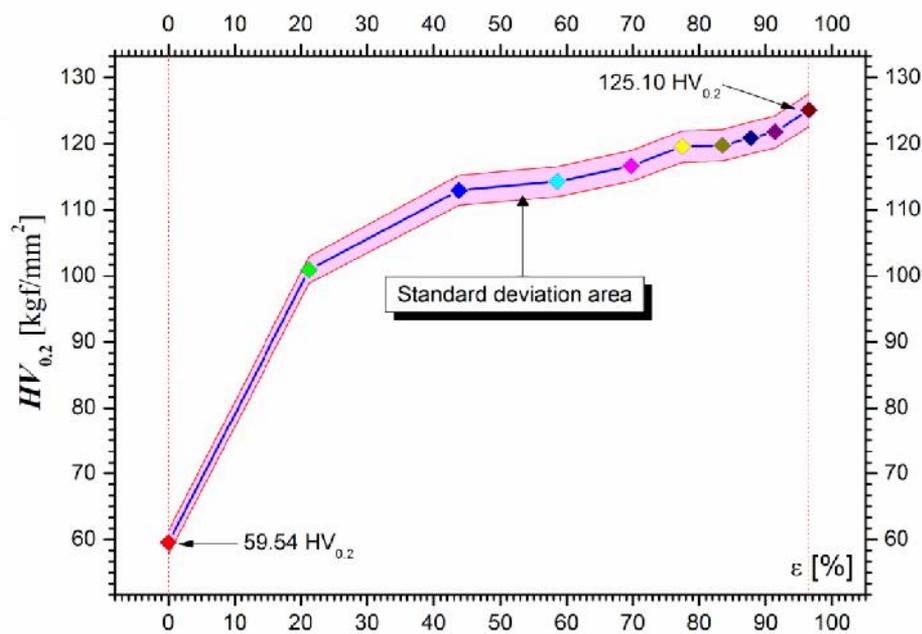
IV.3.2. Etude de l'évolution de la microdureté HV des fils de cuivre tréfilés à froid

La figure (IV.32) montre la variation de la microdureté Vickers HV en fonction du taux de réduction des fils tréfilés à froid ; on remarque que la microdureté augmente avec le taux de déformation ε (%).

Ce phénomène est appelé durcissement par écrouissage. La déformation plastique à froid conduit à un durcissement plastique du matériau désigné communément par le terme « écrouissage ». L'écrouissage est expliqué par l'augmentation dans le réseau des défauts supplémentaires introduits dans le matériau écrouis à savoir les lacunes, interstitiels, dislocations et éventuellement des macles. L'effet de l'augmentation de la densité de dislocations introduites lors de cette déformation plastique par tréfilage est le plus notable.

L'écrouissage du matériau dépend de sa teneur en différentes espèces chimiques (impuretés ou additives), du taux de déformation appliquée et des conditions de déformation (température, vitesse et mode de déformation).

En effet, la déformation plastique entraîne une augmentation conséquente de la densité de dislocations, ce qui se traduit par l'accroissement de l'énergie élastique stockée dans le matériau. D'autre part, après une déformation plastique, le matériau acquiert une nouvelle microstructure, une nouvelle texture cristallographique, et un nouvel état énergétique, dits de « déformation ».



Evolution de la microdureté HV en fonction de la déformation ε .

Figure IV.32 : Evolution de la microdureté Vickers HV au cours de tréfilage des fils en cuivre.

IV.3.3. Evolution de la microdureté HV des fils de cuivre tréfilés à froid et recuits

IV.3.3.1 Influence du facteur « la température de recuit » sur la microdureté HV

Les figures (IV.33), (IV.34), (IV.35), et (IV.36) illustrent les courbes $HV_f = f(\text{Log}t)$ de la microdureté des fils électriques tréfilés, en fonction du temps, au cours d'un traitement thermique de recuit isotherme, à différentes températures.

En analysant les courbes de la figure (IV.33) relatives aux fils électriques tréfilés à 43,75 %, on remarque qu'à 200°C, la microdureté diminue de manière lente jusqu'à une valeur finale $HV_f = 100,26$. Par contre aux températures 400°C et 500°C, cette diminution est rapide et conséquente, où la valeur est plus basse et égale à $HV_f = 65,34$.

La figure (IV.34) représente les courbes $HV_f = f(\text{Log}t)$ des fils électriques tréfilés à 69,75 %. On note qu'à 200°C, la microdureté diminue de manière lente depuis la valeur initiale $HV_i = 116,64$ jusqu'à une valeur finale $HV_f = 92,44$. Par contre aux températures 400°C et 500°C, cette diminution est appréciable, la valeur finale de la microdureté Vickers est aux alentours de $HV_f = 71,86$.

Les courbes de la microdureté des fils électriques tréfilés à 87,75 % sont représentées par la figure (IV.35). On y observe que la microdureté Vickers diminue de manière assez rapide à partir de la valeur initiale $HV_i = 116,64$ jusqu'à une valeur finale située entre deux limites $HV_f = 67,68$ et $HV_f = 53,42$. Pour de grandes déformations, l'effet de température est net, sur la restauration des propriétés de mécaniques du matériau notamment la ductilité.

Finalement, la figure (IV.36) présente l'ensemble des graphes $HV_f = f(\text{Log}t)$ correspondant aux fils électriques tréfilés à 96,48 %. On constate que pour ce taux de déformation élevé, la microdureté Vickers diminue de la même manière que pour le cas précédent, il y a une assez rapide diminution à partir de la valeur initiale jusqu'à une valeur finale située entre deux limites $HV_f = 65,34$ et $HV_f = 50,44$. Lorsque la déformation est grande, l'effet de température sur le recouvrement de la ductilité du matériau, se sentent de manière très visible.

L'étude et l'interprétation de ces courbes, permettent de comprendre les effets de température et du taux de déformation sur le mécanisme d'évolution de la dureté du matériau. On remarque par ailleurs, que la microdureté des échantillons diminue avec le temps de recuit jusqu'à la stabilisation à une valeur constante pour chacun des fils tréfilés étudiés, cette diminution est causée par élimination progressive des contraintes internes, la disparition des défauts cristallins, l'annihilation des dislocations de signes opposées, et le réarrangement des dislocations dans des configurations à énergie minimale, et enfin se stabilise après la recristallisation du matériau.

Cette baisse de densité et ces nouvelles configurations de dislocations, traduisent la perte de l'énergie interne stockée dans les cristallites, par déformation plastique. Le chauffage active et amorce les mécanismes de restauration et de recristallisation par un apport d'énergie d'activation, mais les réactions en elles-mêmes se font par l'utilisation de cette énergie stockée.

On remarque qu'à haute température 500°C, et pour le fil fortement déformé, l'amorçage des mécanismes et la chute de la valeur de la microdureté sont rapides, se font dans les 2 minutes du début de recuit ; cependant pour les fils de réductions inférieures, le phénomène est juste un petit peu en retard (quelques minutes de plus). Enfin, le fil le plus faiblement déformé, il y a un retard marqué d'environ 4 minutes.

Par contre, à petite température 200°C et pour le fil fortement déformé ($\epsilon=96,48\%$), l'amorçage des mécanismes et la chute de la valeur de la microdureté est tardif, se font après 16 minutes du début de recuit ; cependant pour les fils de réductions inférieure ($\epsilon=43,75\%$), le phénomène est presque absent, la diminution de la microdureté est petite d'une valeur initiale $HV_i = 112,94$ jusqu'à une valeur finale $HV_f = 100,26$.

Notons que cette technique donne plus de précision sur le temps de développement de la réaction de recristallisation.

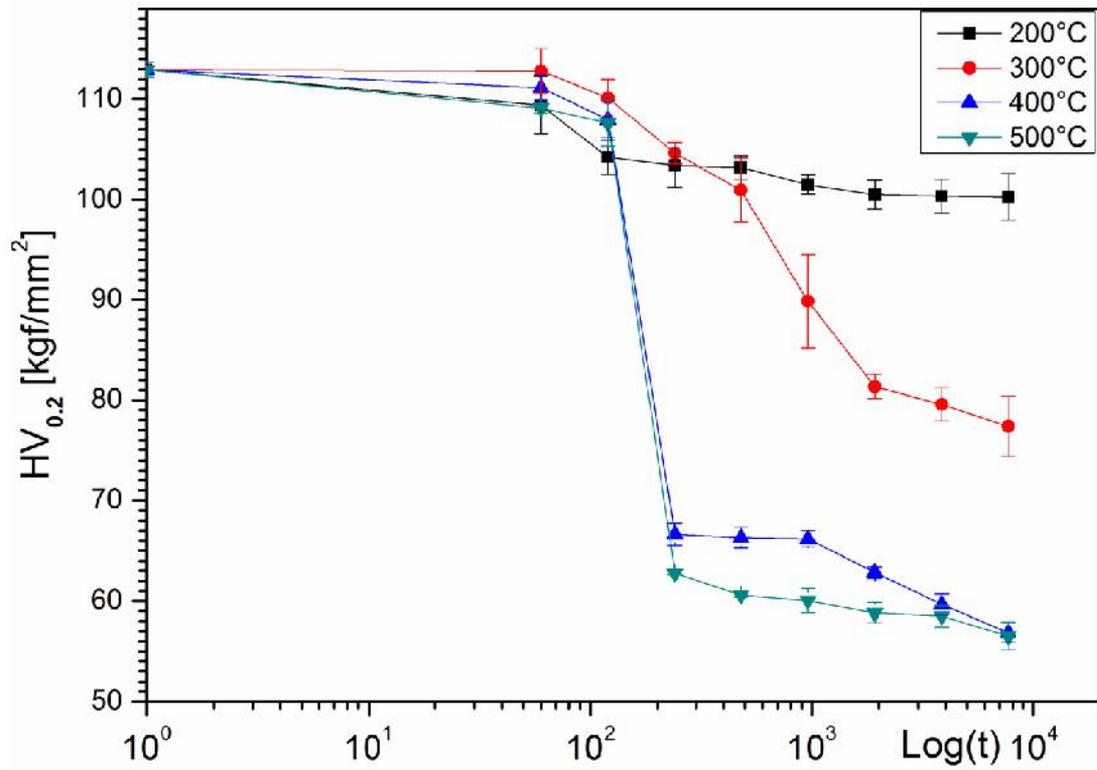


Figure IV.33 : Evolution de la microdureté Vickers HV en fonction du temps pour un taux de déformation de $\epsilon=43,75\%$, au cours de recuits isothermes.

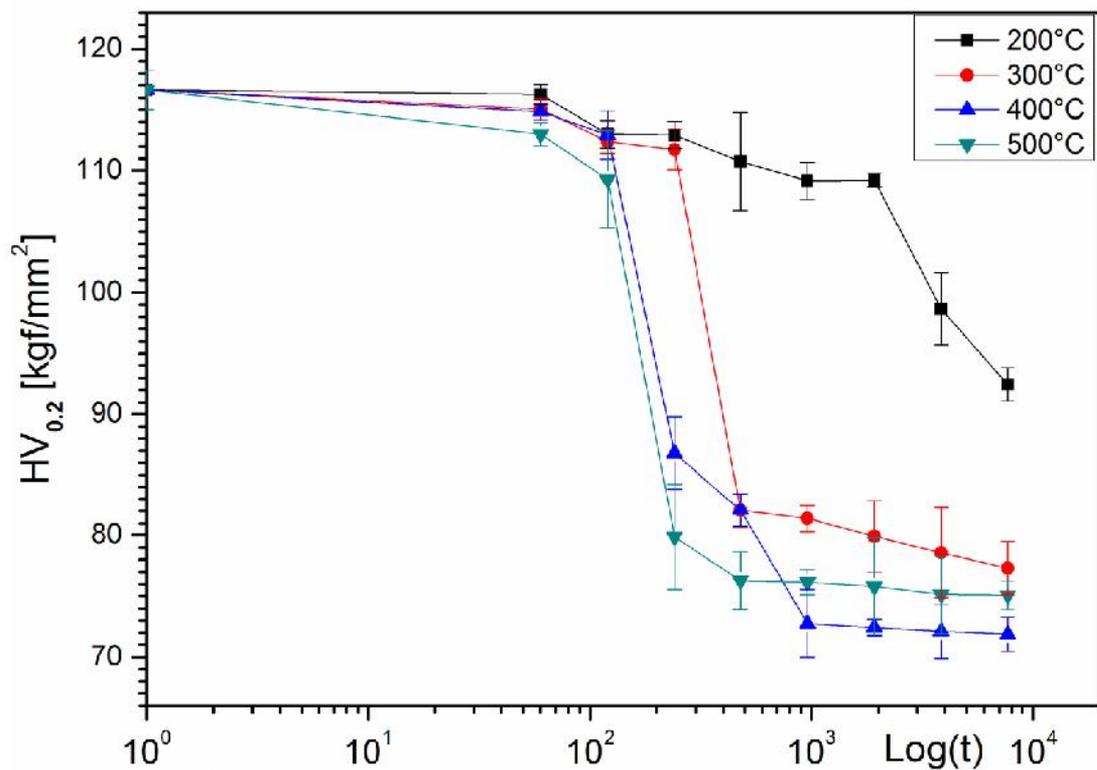


Figure IV.34 : Evolution de la microdureté Vickers HV en fonction du temps pour un taux de déformation de $\epsilon=69,75\%$, au cours de recuits isothermes.

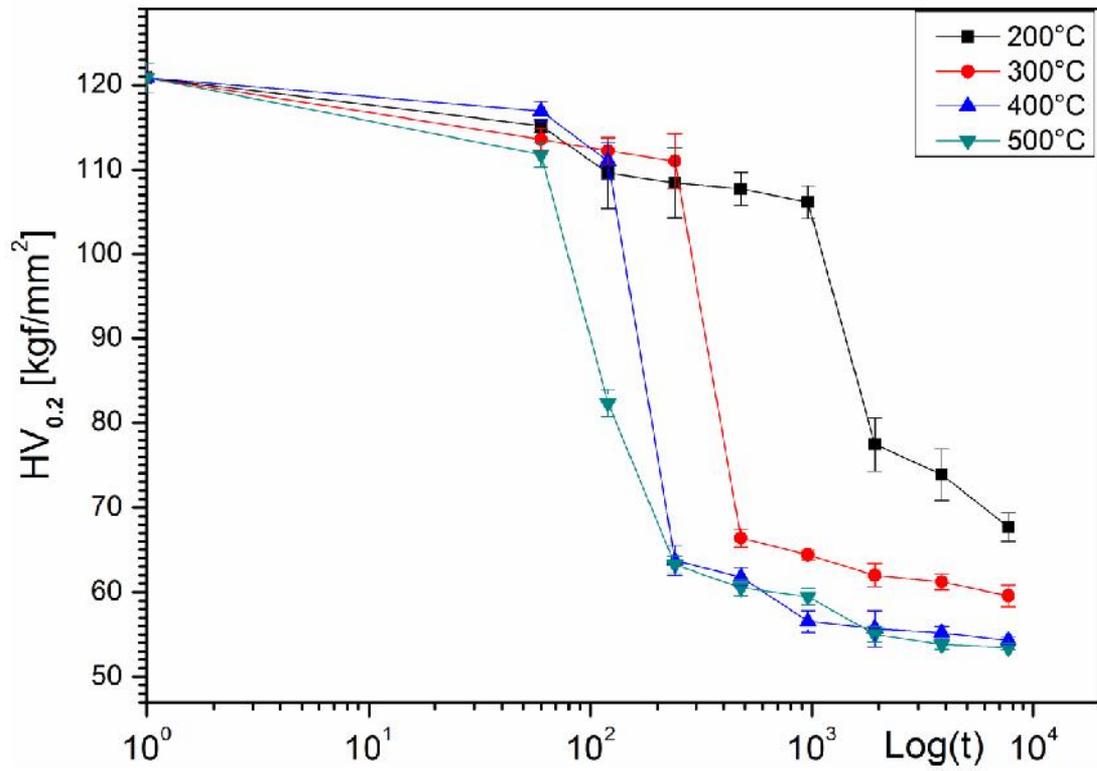


Figure IV.35 : Evolution de la microdureté Vickers HV en fonction du temps pour un taux de déformation de $\epsilon=87,75\%$, au cours de recuits isothermes.

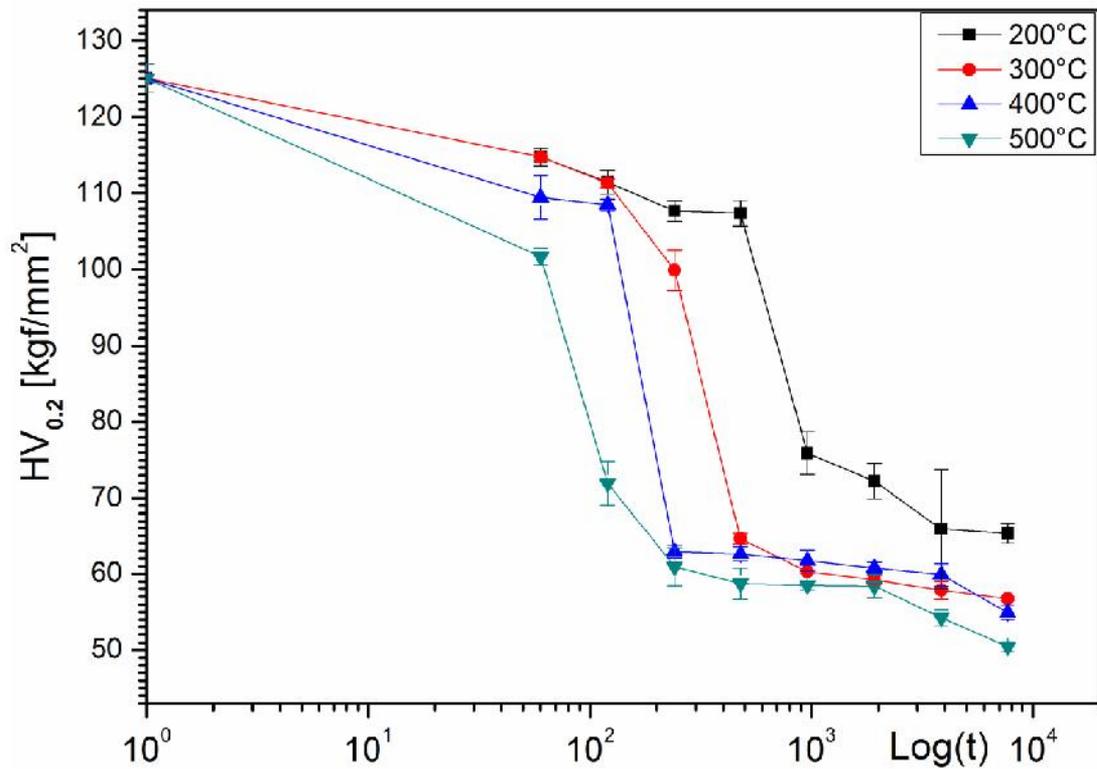


Figure IV.36 : Evolution de la microdureté Vickers HV en fonction du temps pour un taux de déformation de $\epsilon=96,48\%$, au cours de recuits isothermes.

IV.3.3.2 Influence du facteur « taux de déformation » sur la microdureté HV

Les figures (IV.37), (IV.38), (IV.39), et (IV.40) illustrent les courbes d'évolution de la microdureté Vickers HV en fonction du temps durant un recuit isotherme à une température déterminée, pour des fils électriques tréfilés à froid, de différents taux de déformation ($\varepsilon=43,75\%$, $\varepsilon=69,75\%$, $\varepsilon=87,75\%$, et $\varepsilon=96,48\%$). En analysant les courbes de la figure (IV.37) relatives aux fils électriques tréfilés recuits à 200°C , on remarque que pour le fil le plus déformé, l'amorçage des mécanismes et la chute de la valeur de la microdureté sont rapides, par rapport aux autres, et se font vers la 16^{ème} minute du début de recuit ; pour le taux $87,75\%$, vers la 32^{ème} minute, ensuite après 1 heure pour le fil à $69,75\%$, enfin pour le fil à plus petite déformation à savoir $43,75\%$, le phénomène est presque inexistant, puisque la diminution de la dureté est faible de la valeur initiale $HV_i = 112,94$ vers une valeur finale $HV_f = 100,26$.

La figure (IV.38) représente les courbes $HV_f = f(\text{Log}t)$ des fils électriques tréfilés recuits à 300°C . On note que pour les fils les plus déformés, l'amorçage des mécanismes et la chute de la valeur de la microdureté sont rapides, par rapport au fil le moins déformé, et se font tous aux environs de la 8^{ème} minute du début de recuit ; enfin pour le fil à plus petite déformation à savoir $43,75\%$, le phénomène est moins actif que pour les cas précédents, puisque la diminution de la dureté n'est pas aussi grande, elle chute de la valeur initiale $HV_i = 112,94$ vers une valeur finale $HV_f = 77,38$.

Les courbes de la microdureté des fils électriques tréfilés recuits à 400°C sont représentées par la figure (IV.39). On y observe que tous les fils, du moins jusqu'au plus déformé, l'amorçage des mécanismes et la chute de la valeur de la microdureté sont plus rapides, par rapport aux températures plus basses, le déclenchement des processus se fait aux alentours de la 4^{ème} minute du début de recuit ; les phénomènes s'y passent plus activement que pour les cas précédents.

Finalement, la figure (IV.40) présente l'ensemble des graphes $HV_f = f(\text{Log}t)$ correspondant aux fils électriques tréfilés à 500°C . On constate que les deux fils plus déformés, la diminution de la dureté débute dès la 2^{ème} minute (probablement dès la 1^{ère} minute), l'amorçage des mécanismes et la chute de microdureté sont plus rapides, par rapport aux deux autres fils de déformations plus faibles, dont la diminution de la dureté ne commence que dès la 4^{ème} minute du début de recuit ; les phénomènes s'y passent moins activement que pour les cas précédents.

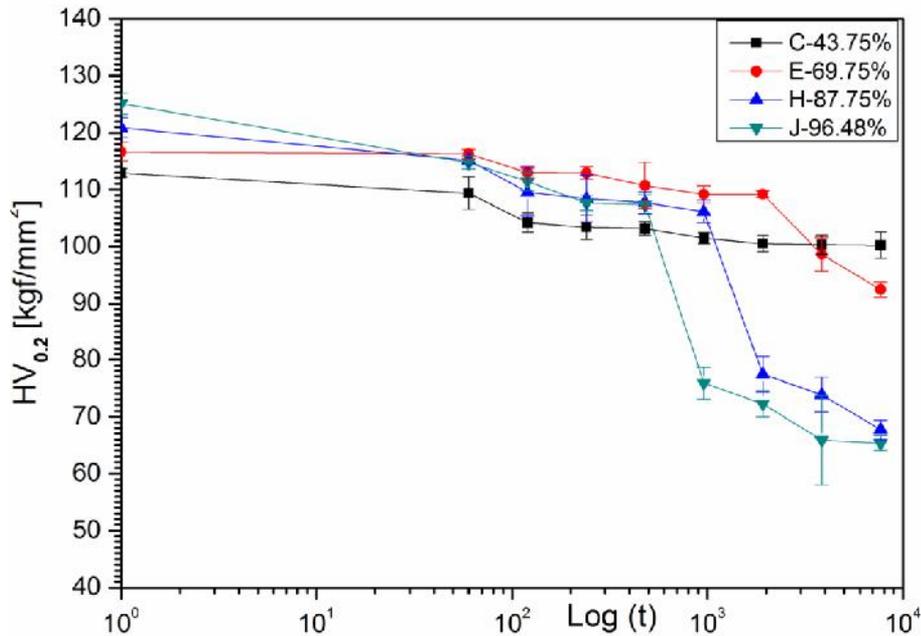


Figure IV.37 : Evolution de la microdureté Vickers HV en fonction du temps durant un recuit isotherme à $T=200^\circ\text{C}$, pour différents taux de déformation.

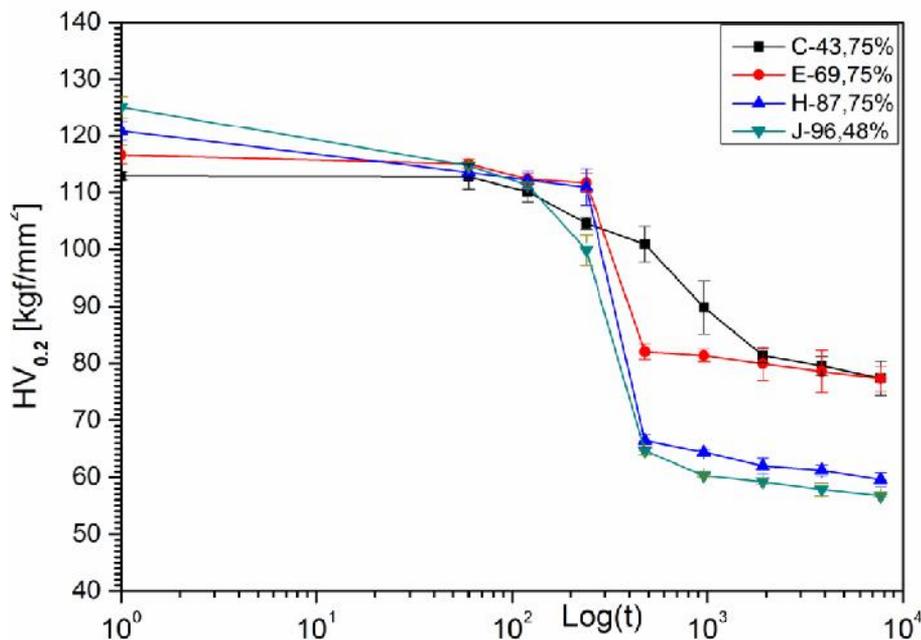


Figure IV.38 : Evolution de la microdureté Vickers HV en fonction du temps durant un recuit isotherme à $T=300^\circ\text{C}$, pour différents taux de déformation.

On conclue qu'à partir des cas étudiés, on note bien l'influence des deux effets de température d'une part et du taux de déformation d'autre part, sur le temps de transformation et la vitesse des phénomènes qui se produisent, au sein de microstructure du matériau déformé, ainsi l'effet des deux paramètres couplés. La mesure de la microdureté est un type de diagnostic efficace en métallurgie.

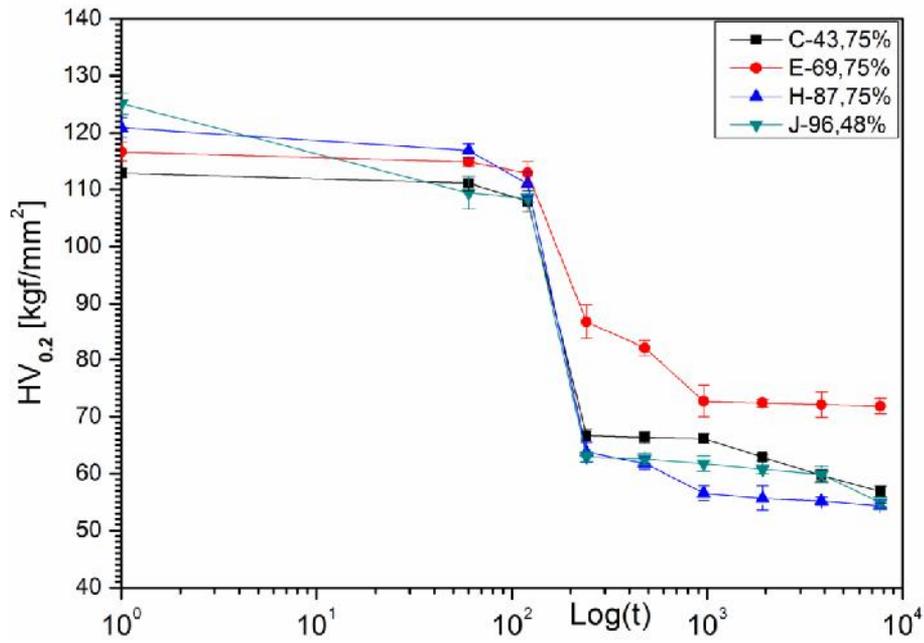


Figure IV.39 : Evolution de la microdureté Vickers HV en fonction du temps durant un recuit isotherme à T=400°C, pour différents taux de déformation.

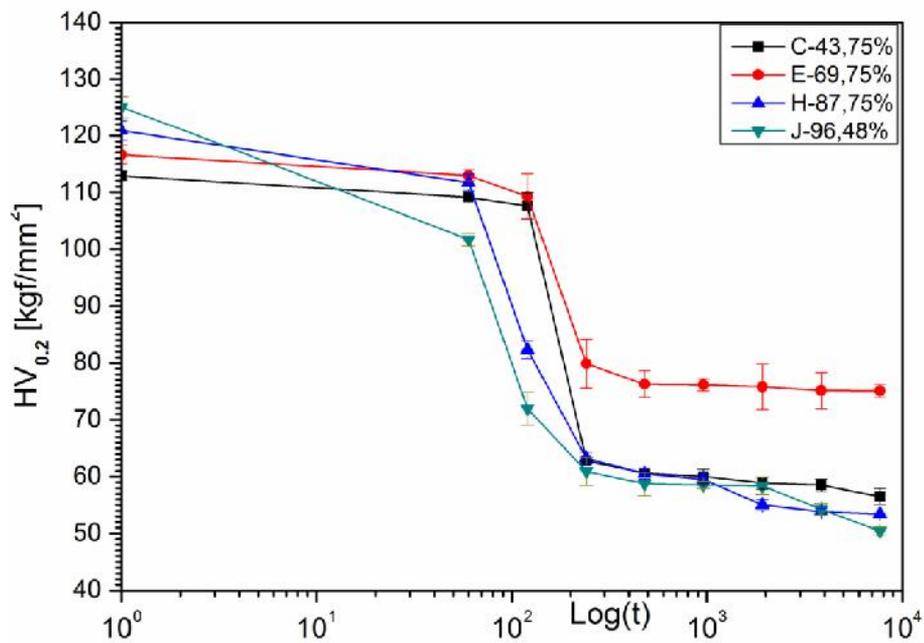


Figure IV.40 : Evolution de la microdureté Vickers HV en fonction du temps durant un recuit isotherme à T=500°C, pour différents taux de déformation.

Le tableau IV.3 résume les résultats de mesure de la microdureté des fils électriques tréfilés à : $\varepsilon = 43,75\%$, $\varepsilon = 69,75\%$, $\varepsilon = 87,75\%$, et $\varepsilon = 96,48\%$, et recuits aux températures constantes : 200°C , 300°C , 400°C , et 500°C .

Nous remarquons l'effet de la température sur la microdureté des fils électriques tréfilés, lorsque la température de recuit augmente la microdureté diminue plus rapidement, pour la même déformation et le même temps. Citons l'exemple du fil électrique déformé à $\varepsilon = 43,75\%$ et recuit pendant 32 minutes, on voit que sa microdureté a chuté vers: $HV_{0,2} = 100,52$ (à 200°C), $HV_{0,2} = 81,36$ (300°C), $HV_{0,2} = 62,84$ (400°C), et $HV_{0,2} = 58,84$ (500°C); et que le fil déformé à $\varepsilon = 87,75\%$ et recuit pendant 64 minutes, on voit que sa microdureté a chuté vers : $HV_{0,2} = 73,86$ (200°C), $HV_{0,2} = 61,20$ (300°C), $HV_{0,2} = 55,20$ (400°C), et $HV_{0,2} = 53,82$ (500°C).

Nous pouvons aussi remarquer l'effet du temps sur la microdureté des fils électriques tréfilés, pour un recuit à une température et un taux de déformation définis, lorsque la durée de recuit augmente la microdureté diminue. Prenons l'exemple du fil électrique tréfilé à $\varepsilon = 96,48\%$ et recuit à la température de $T = 500^{\circ}\text{C}$, alors sa microdureté diminue de façon continue à partir de sa valeur initiale (avant traitement thermique) $HV_{0,2} = 125,10$, en passant par les valeurs $HV_{0,2} = 101,70$ (après 1 min), $HV_{0,2} = 60,90$ (après 4 min), et finalement $HV_{0,2} = 50,44$ (après 128 min).

IV.3.3.3 Influence du facteur « temps » sur la microdureté HV

Sur les figures (IV.41 - IV.44), on peut comparer l'évolution de la microdureté des échantillons de taux de déformation différents, à des instants bien déterminés. On remarque très bien qu'à la plus petite température et pour un taux de déformation petit, l'évolution de la microdureté est lente, par rapport à une température plus grande et un taux de déformation plus grand, et que le couplage des paramètres « température – taux de déformation », accentue la différence. Il est clair alors qu'une bonne cinétique se développe sous les deux conditions nécessaires que sont : température adéquate et déformation suffisante.

Tableau IV.3 : Résultats des mesures de microdureté.

		C-43,75%		E-69,75%		H-87,75%		J-96,48%	
	<i>t</i> (s)	<i>HV_{mean}</i>	<i>Y_{error}</i>	<i>HV_{mean}</i>	<i>Y_{error}</i>	<i>HV_{mean}</i>	<i>Y_{error}</i>	<i>HV_{mean}</i>	<i>Y_{error}</i>
T=200°C	0	112,94	0,75	116,64	1,63	120,88	1,74	125,01	1,88
	60	109,40	2,88	116,26	0,81	115,16	0,77	114,76	1,15
	120	104,20	1,68	113,00	1,12	109,58	4,18	111,44	1,57
	240	103,42	2,18	112,94	1,11	108,44	4,14	107,68	1,34
	480	103,18	1,18	110,76	4,03	107,70	1,92	107,38	1,70
	960	101,50	0,96	109,18	1,50	106,16	1,95	75,90	2,80
	1920	100,52	1,42	109,22	0,54	77,44	3,15	72,24	2,31
	3840	100,34	1,67	98,66	2,95	73,86	3,03	65,88	7,86
	7680	100,26	2,31	92,44	1,37	67,68	1,70	65,34	1,31
T=300°C	0	112,94	0,75	116,64	1,63	120,88	1,74	125,10	1,88
	60	112,82	2,22	115,06	0,83	113,56	1,25	114,76	0,51
	120	110,12	1,82	112,40	0,96	112,22	1,58	111,32	0,58
	240	104,62	1,06	111,74	1,65	110,98	3,22	99,88	2,66
	480	100,96	3,17	82,06	1,37	66,38	1,06	64,62	0,70
	960	89,84	4,67	81,38	1,10	64,38	0,54	60,26	0,23
	1920	81,36	1,21	79,90	2,92	62,00	1,36	59,22	0,50
	3840	79,56	1,65	78,58	3,70	61,20	0,96	57,84	1,15
	7680	77,38	3,02	77,30	2,20	59,54	1,29	56,72	0,26
T=400°C	0	112,94	0,75	116,64	1,63	120,88	1,74	125,10	1,88
	60	111,12	1,26	114,84	0,67	116,88	1,18	109,44	2,86
	120	107,98	1,86	112,94	1,97	111,00	2,24	108,48	0,78
	240	66,64	1,11	86,80	3,00	63,74	1,77	62,90	0,80
	480	66,32	1,02	82,08	1,34	61,80	1,08	62,58	0,94
	960	66,20	0,80	72,74	2,79	56,54	1,30	61,74	1,37
	1920	62,84	0,55	72,40	0,68	55,68	2,15	60,74	0,75
	3840	59,66	1,05	72,10	2,20	55,20	0,72	59,88	1,46
	7680	56,84	0,95	71,86	1,39	54,30	0,48	54,92	0,90
T=500°C	0	112,94	0,75	116,64	1,63	120,88	1,74	125,10	1,88
	60	109,12	0,50	113,00	0,96	111,76	1,47	101,70	1,12
	120	107,62	2,26	109,28	3,98	82,36	1,61	71,96	2,87
	240	62,78	0,18	79,88	4,34	63,24	1,01	60,90	2,48
	480	60,62	0,22	76,28	2,34	60,52	0,94	58,72	2,02
	960	60,04	1,22	76,14	1,05	59,48	0,98	58,50	0,60
	1920	58,84	1,05	75,80	4,00	55,02	0,94	58,38	1,54
	3840	58,48	1,06	75,12	3,22	53,82	0,54	54,26	1,01
	7680	56,50	1,40	75,08	1,18	53,42	0,22	50,44	0,67

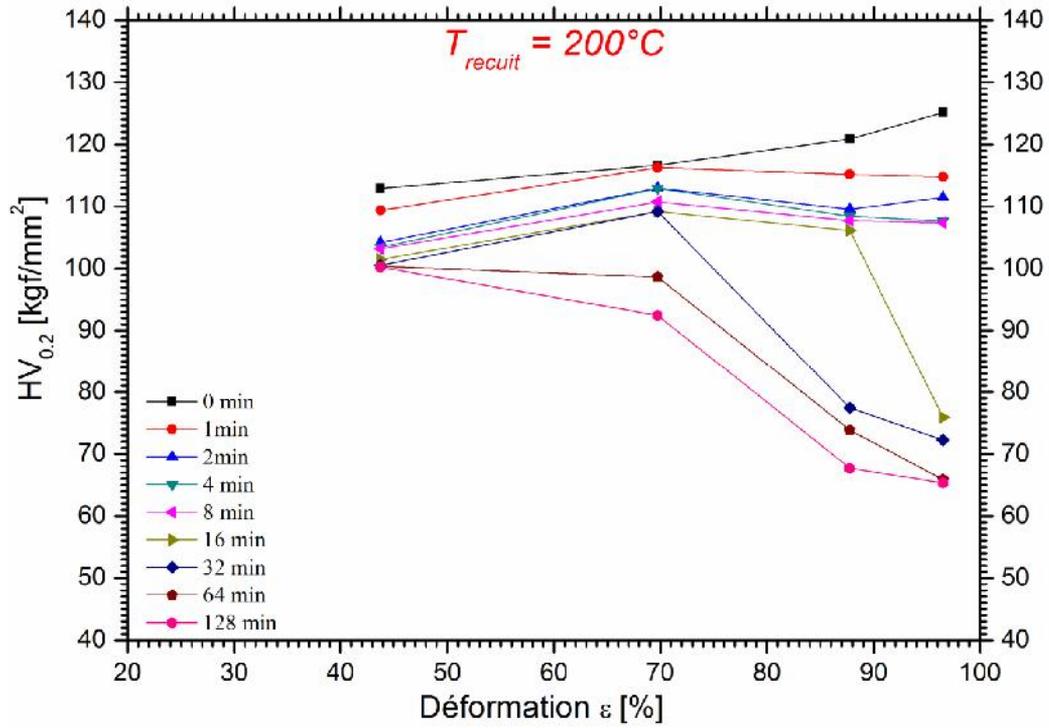


Figure IV.41 : Evolution de la microdureté Vickers HV en fonction du taux de déformation, pour un temps et une température de recuit définis ($T=200^\circ\text{C}$).

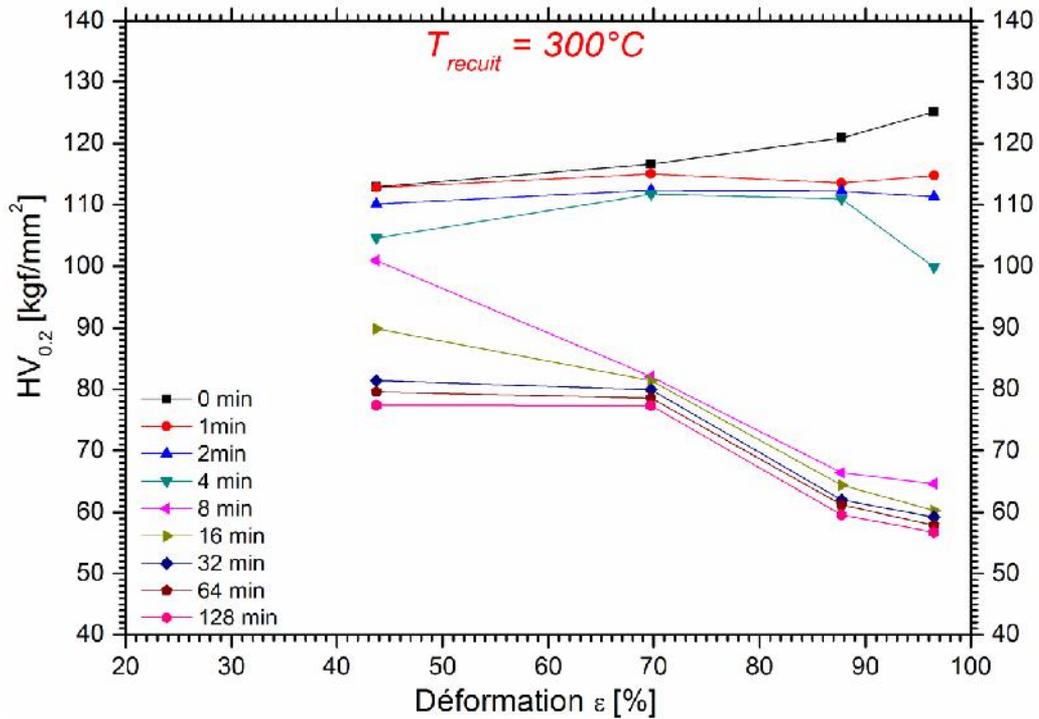


Figure IV.42 : Evolution de la microdureté Vickers HV en fonction du taux de déformation, pour un temps et une température de recuit définis ($T=300^\circ\text{C}$).

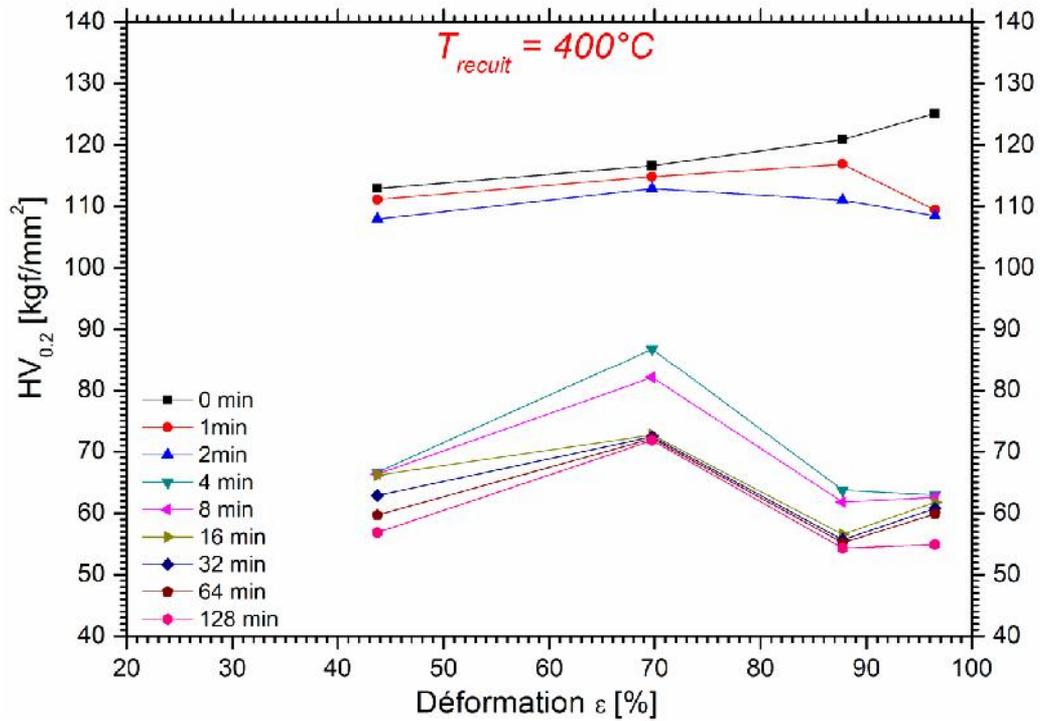


Figure IV.43 : Evolution de la microdureté Vickers HV en fonction du taux de déformation, pour un temps et une température de recuit définis (T=400°C).

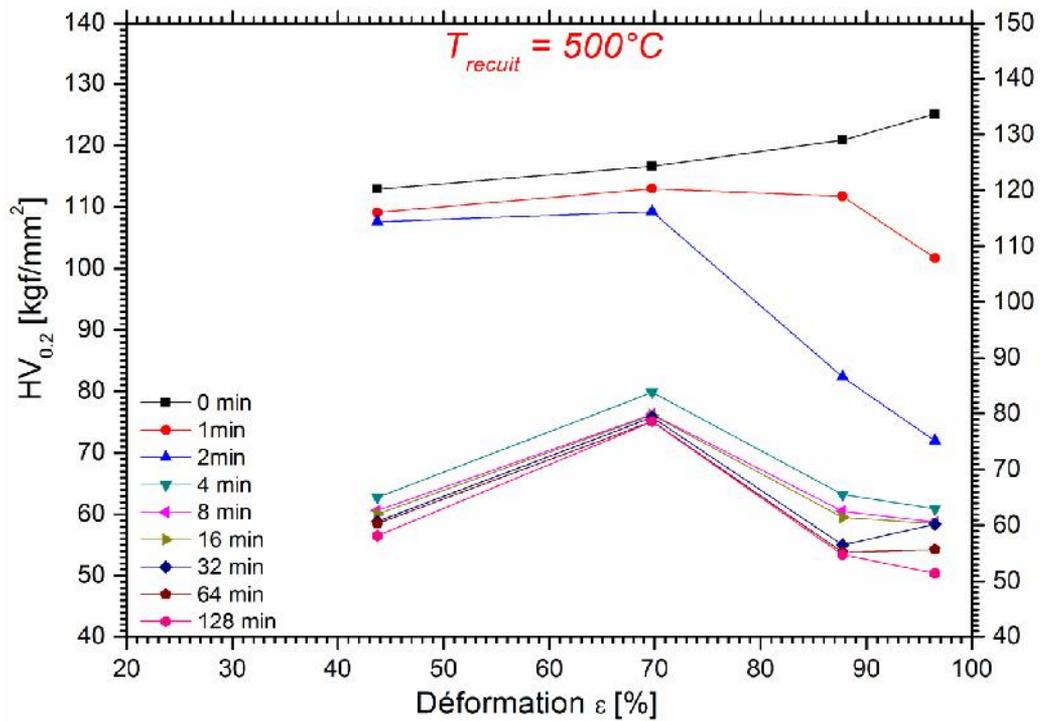


Figure IV.44 : Evolution de la microdureté Vickers HV en fonction du taux de déformation, pour un temps et une température de recuit définis (T=500°C).

IV.3.3. Cinétique de recristallisation par la microdureté HV.

Cette section présente les résultats de l'étude des cinétiques de recristallisation, au cours d'un recuit isotherme à quatre températures différentes : 200°C, 300°C, 300°C, et 500°C, du cuivre industriel pur tréfilé à froid, aux taux suivant de déformation : $\varepsilon = 43,75 \%$, $\varepsilon = 69,75 \%$, $\varepsilon = 87,75 \%$, et $\varepsilon = 96,48 \%$. En premier lieu, un calcul de la fraction transformée (ou le taux d'avancement) du processus de recristallisation a été effectué pour l'ensemble des échantillons nommés ci-dessus. En second lieu, nous nous intéresserons à la détermination des paramètres cinétiques, tels que le facteur d'Avrami (n) et la constante de vitesse (K). Enfin nous discuterons les résultats obtenus.

IV.3.3.1. Détermination de la fraction transformée

Afin de suivre l'évolution de la réaction de recristallisation au cours du temps, un facteur d'avancement de ce processus a été déduit à partir des mesures de la microdureté à chaque étape du recuit isotherme en appliquant la formule suivante (Chap. III, Eq.III.2) :

$$X_V(t) = \frac{HV_{\text{initiale}} - HV(t)}{HV_{\text{initiale}} - HV_{\text{finale}}} \dots\dots\dots \text{Eq.IV.6}$$

Les figures (IV.45 - IV.48) montrent l'évolution du facteur d'avancement de transformation (ou fraction transformée) X en fonction du Logarithme de temps ; En examinant les courbes, on remarque clairement que la cinétique de réaction est plus grande pour les plus grandes températures et pour les échantillons les plus déformés. Donc la température et le taux de déformation sont des paramètres cinétiques importants.

Cela s'explique par le fait que les mécanismes de restauration et de recristallisation sont plus rapides dans le fil fortement déformé, et que l'accès à la valeur maximale du facteur d'avancement se fait en un temps assez court ; par contre pour le fil faiblement déformé, il y a un seul phénomène qui se déroule à savoir la restauration, et elle prend un peu de retard pour commencer et s'achever ; ainsi l'accès à la valeur maximale du facteur d'avancement est un peu long. Du point de vue thermodynamique, un fil faiblement déformé emmagasine peu d'énergie au cours de sa déformation, et cela se traduit par un déclenchement de phénomènes lents, et peuvent être incomplets. De la même manière, on peut interpréter l'effet du facteur température. Une grande température de recuit, c'est-à-dire un apport d'énergie calorifique plus conséquent, peut aider le matériau à surmonter la barrière de potentielle énergétique, en dépassant le seuil de l'énergie d'activation requis pour une certaine transformation.

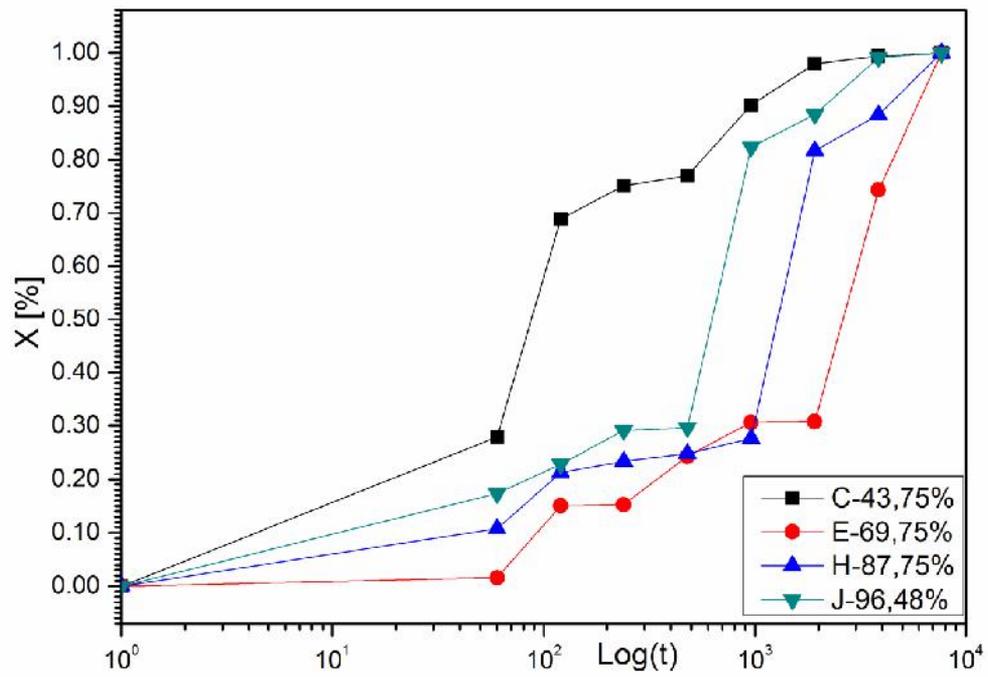


Figure IV.45 : Evolution de la fraction transformée X au cours du recuit à T=200°C, des fils en cuivre tréfilé, à différentes taux de réductions.

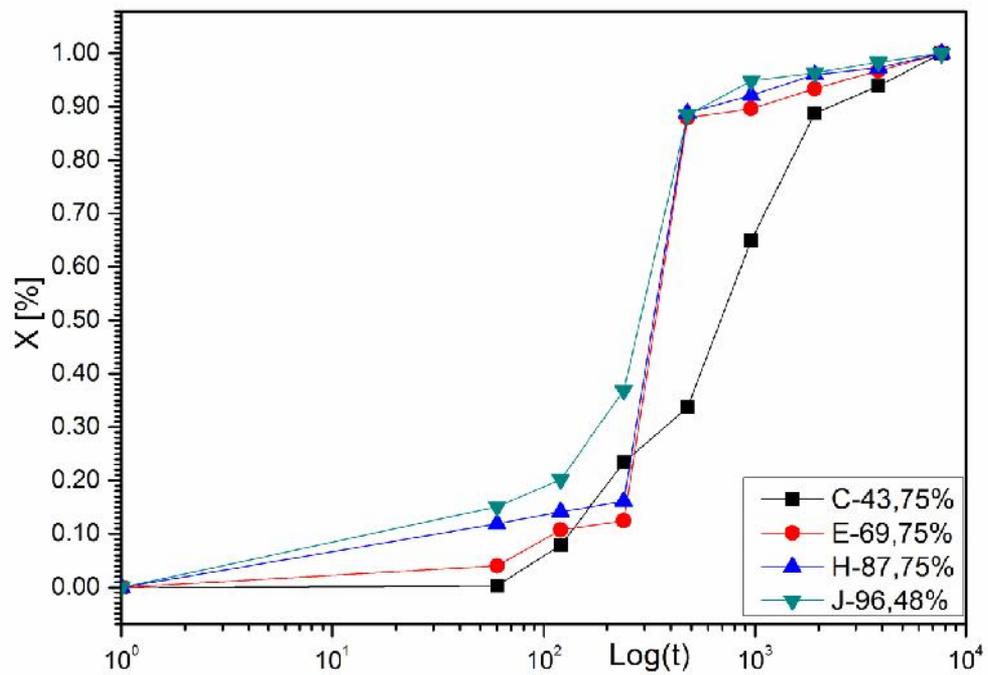


Figure IV.46 : Evolution de la fraction transformée X au cours du recuit à T=300°C, des fils en cuivre tréfilé, à différentes taux de réductions.

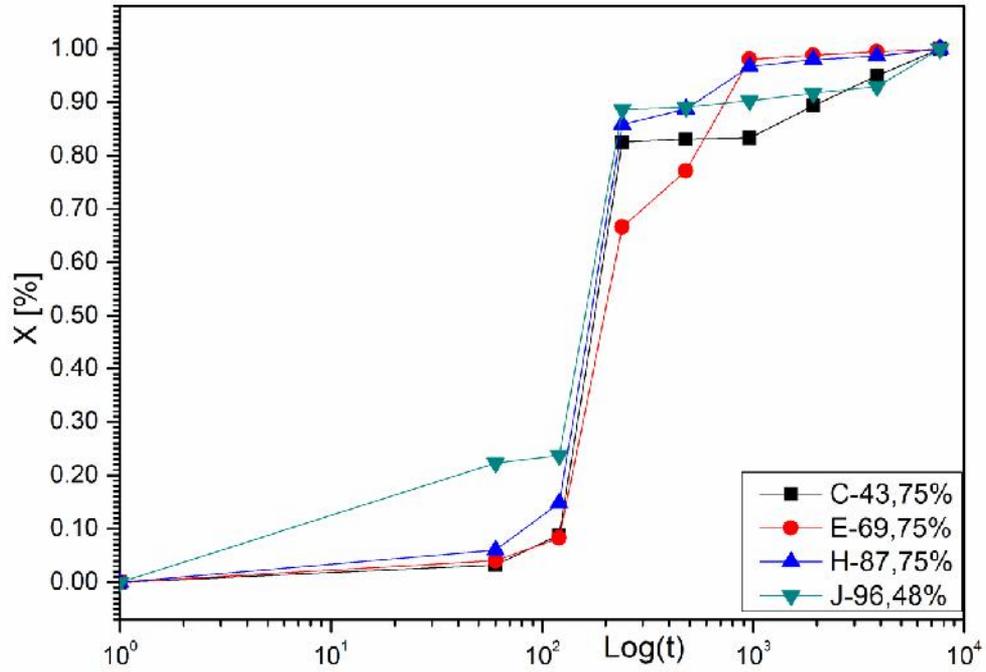


Figure IV.47 : Evolution de la fraction transformée X au cours du recuit à T=400°C, des fils en cuivre tréfilé, à différentes taux de réductions.

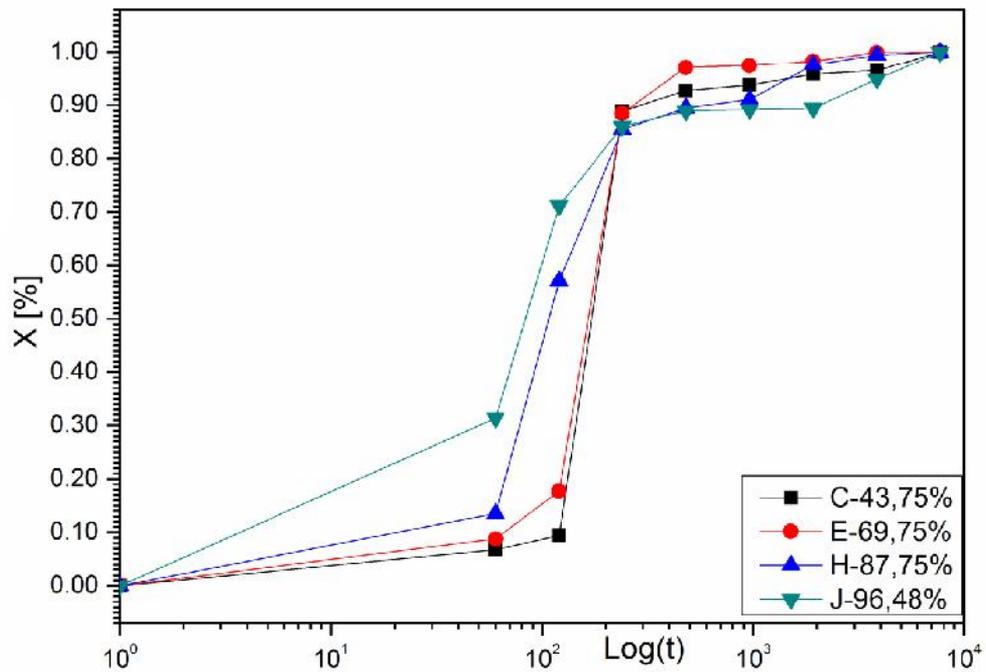


Figure IV.48 : Evolution de la fraction transformée X au cours du recuit à T=500°C, des fils en cuivre tréfilé, à différentes taux de réductions.

IV.3.3.2. Détermination de l'énergie apparente d'activation

Afin de calculer l'énergie apparente d'activation des fils en cuivre tréfilés à froid, et recuits de manière isotherme aux températures constantes suivantes : $T_{(\text{Recuit})} = 200^{\circ}\text{C}$, 300°C , 400°C , et 500°C , nous avons exploité les courbes de la fraction transformée obtenue par les mesures de microdureté Vickers (HV). Les temps t_R sont définis comme étant les instants à partir desquels il y a une recristallisation complète. Lorsque la microdureté chute vers sa plus basse valeur et demeure constante ou ne change pas de manière significative, cet instant-là : t_R est choisi comme étant temps de recristallisation.

Les droites ont été tracées suivants une loi de type Arrhenius, dérivée de l'expression qui exprime la vitesse de (taux) de recristallisation au cours du temps :

$$\text{rate} = \frac{1}{t_R} = C_0 \cdot e^{-\frac{E_a}{k_B \cdot T_R}} \dots\dots\dots \text{Eq.IV.7}$$

Où t_R : représente le temps de recuit nécessaire pour une recristallisation complète à une température donnée T_R (correspondant à T_p), k_B est la constante de Boltzmann, et C_0 la constante de recristallisation normalisée, et finalement le paramètre E_a représente l'énergie apparente d'activation de recristallisation recherchée.

La figure (IV.49) illustre les droites de type Arrhenius, ces droites présentent les variations de $\ln(t_R)$ en fonction de $\frac{10^3}{T_R}$. L'énergie apparente d'activation estimée à partir de la valeur de la pente de ces droites, les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau IV.4.

Tableau IV.4 : Energie apparente d'activation E_a [$\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$] pour chaque matériau.

Fil tréfilé à 43,75%	Fil tréfilé à 69,75%	Fil tréfilé à 87,0%75	Fil tréfilé à 96,48%
26,32	24,96	42,59	43,37

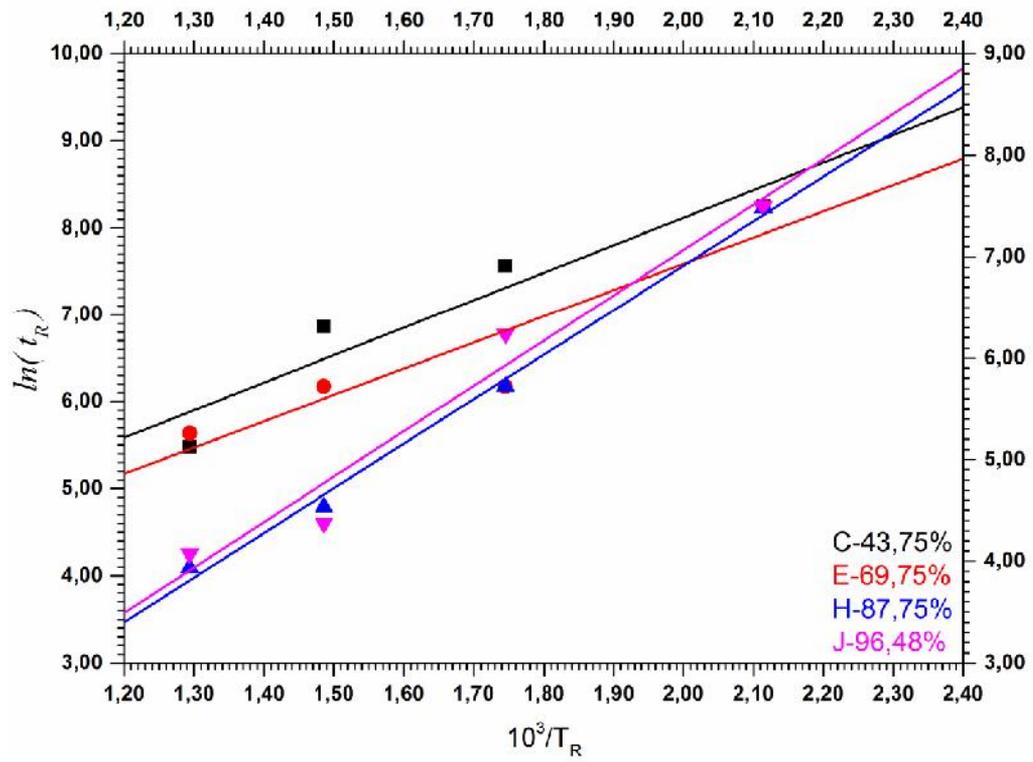


Figure IV.49 : Graphe d'Arrhenius de $\ln(t_R)$ en fonction de $\frac{10^3}{T_R}$ pour des fils en cuivre tréfilé et recuit à différentes températures constantes.

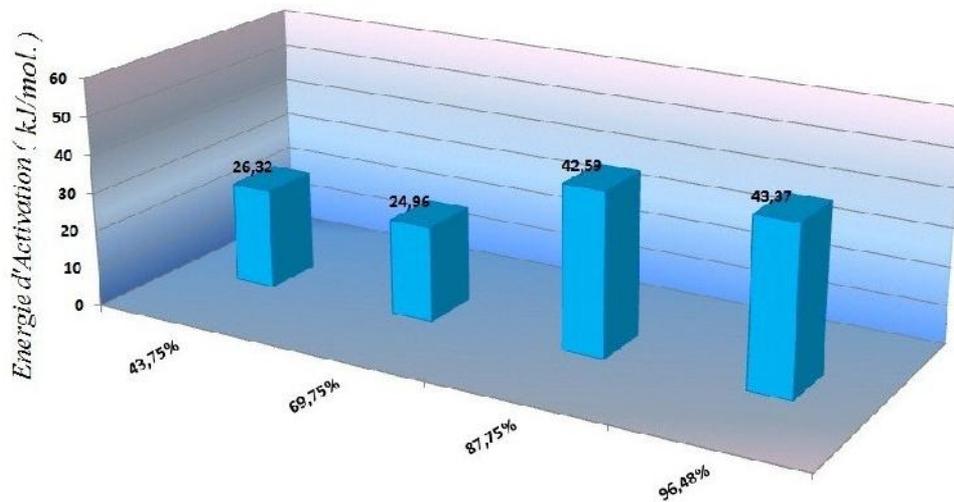


Figure IV.50 : Energie d'activation de recristallisation, calculées à partir de la droite de type Arrhenius, basée les courbes de Microdureté Vickers (HV).

IV.3.3.3. Calcul des paramètres cinétiques par le modèle KJMA

Depuis longtemps qu'on a essayé de décrire la cinétique des phénomènes de transformation qui se déroulent dans les différents types de matériaux, métaux, alliages métalliques, les verres, les solutions solides et aqueuses de façon général, telle la recristallisation. Plusieurs théories ont été établies et beaucoup de modèles proposés dans ce sens. Le modèle le plus utilisé reste sans conteste est celui qui repose sur la théorie classique de Kolmogorov, Johnson, Mehl, et Avrami, connu sous « KJMA ».

Dans cette approche la fraction transformée ou bien recristallisée, X , en fonction du temps de maintien isotherme t , à une température constante T , est décrite par une relation de la forme :

$$X(T, t) = 1 - e^{-(Kt)^n} \dots\dots\dots \text{Eq.IV.8}$$

Où $X(T, t)$ est la fraction transformée à l'instant, et à la température de recuit T .

n est un exposant sans dimension nommé « exposant d'Avrami »

K est une constante de vitesse dépendant de la température, et exprimée par la loi d'Arrhenius :

$$K(T) = K_0 \cdot e^{-\frac{E_a}{RT}} \dots\dots\dots \text{Eq.IV.9}$$

Où K_0 est une constante qui exprime la probabilité pour qu'un atome possédant une énergie d'activation puisse participer à cette transformation, R constante des gaz parfaits, et E_a l'énergie apparente d'activation.

En appliquant la fonction logarithme de Neper, deux fois aux deux côtés de l'équation Eq.IV.8, on obtient la relation linéaire simple :

$$\ln \left[\ln \left\{ \frac{1}{(1-X)} \right\} \right] = n \cdot \ln t + n \ln K \dots\dots\dots \text{Eq.IV.10}$$

L'équation précédente, nous a permis de tracer les droites $\ln[\ln(1 - X)^{-1}] = f [\ln(t)]$, lors de recuits isothermes à quatre températures différentes : 200°C, 300°C, 300°C, et 500°C, du cuivre industriel pur tréfilé à froid, aux taux suivant de déformation :

$$\varepsilon = 43,75\%, \quad \varepsilon = 69,75\%, \quad \varepsilon = 87,75\%, \quad \text{et} \quad \varepsilon = 96,48\% .$$

Les figures (IV.51 a, b, c, d), illustrent les nuages de points expérimentaux, ils sont fittés linéairement par des droites, ces droites théoriques représentent les régressions mathématiques du modèle KJMA.

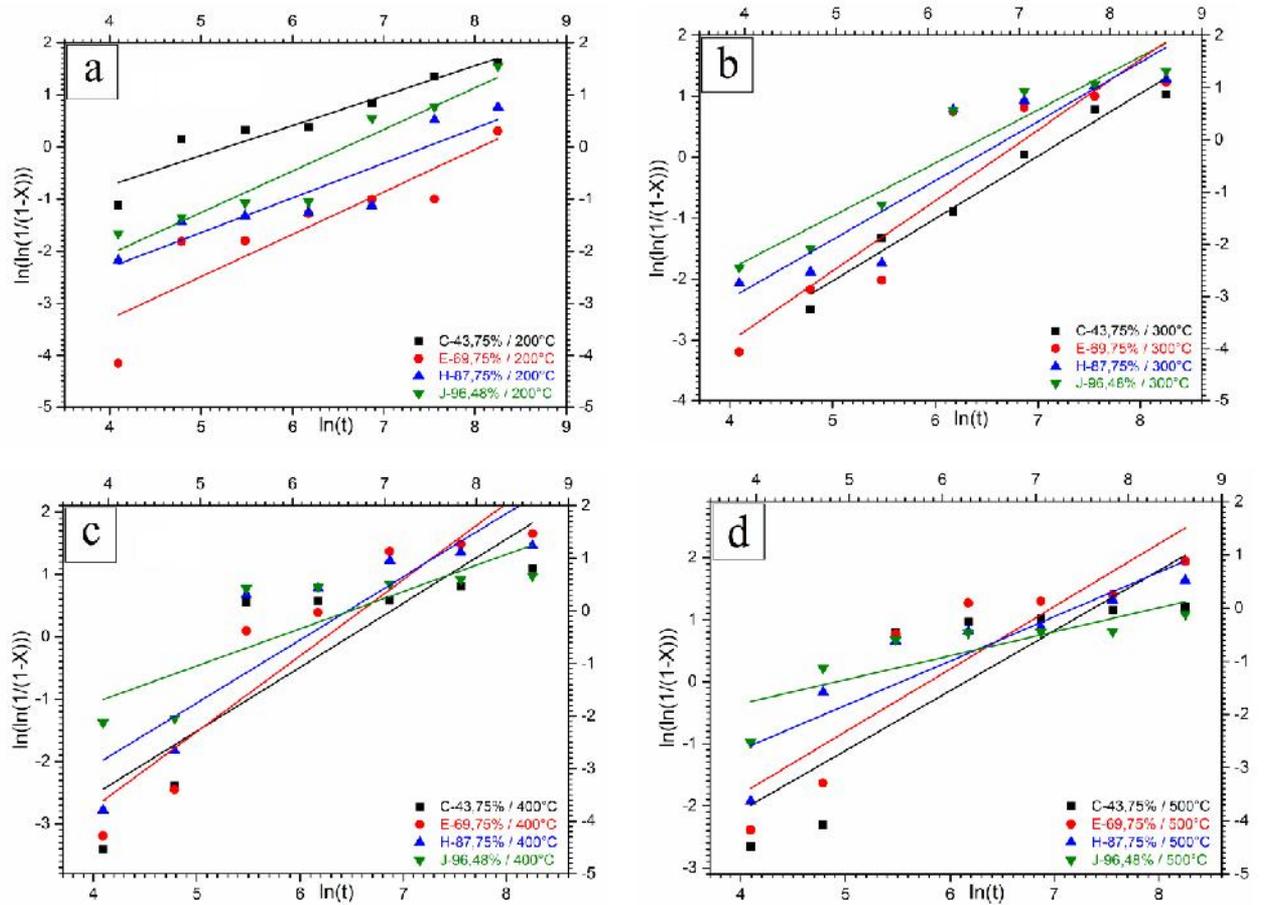


Figure IV.51 : Tracés KJMA de la recristallisation isotherme pour les fils tréfilés en cuivre : (a) 200°C, (B) 300°C, (c) 400°C, et (d) 500°C.

Tableau IV.5 : Paramètres de l'équation KJMA déterminés expérimentalement pour le fil de cuivre tréfilé à différents taux de déformation, et pour quatre températures de recuit isotherme.

Température	C – 43,75%		E – 69,75%		H – 87,75%		J – 96,48%	
	n	K	n	K	n	K	n	K
	200 °C	0,57	$5,08 \times 10^{-3}$	0,80	$1,39 \times 10^{-3}$	0,67	$5,74 \times 10^{-4}$	0,81
300 °C	1,02	$9,27 \times 10^{-4}$	1,16	$1,34 \times 10^{-3}$	0,97	$1,67 \times 10^{-3}$	0,87	$2,22 \times 10^{-3}$
400 °C	1,03	$1,41 \times 10^{-3}$	1,22	$1,93 \times 10^{-3}$	1,01	$2,36 \times 10^{-3}$	0,60	$3,07 \times 10^{-3}$
500 °C	0,97	$2,13 \times 10^{-3}$	1,01	$3,03 \times 10^{-3}$	0,72	$3,95 \times 10^{-3}$	0,39	$7,32 \times 10^{-3}$

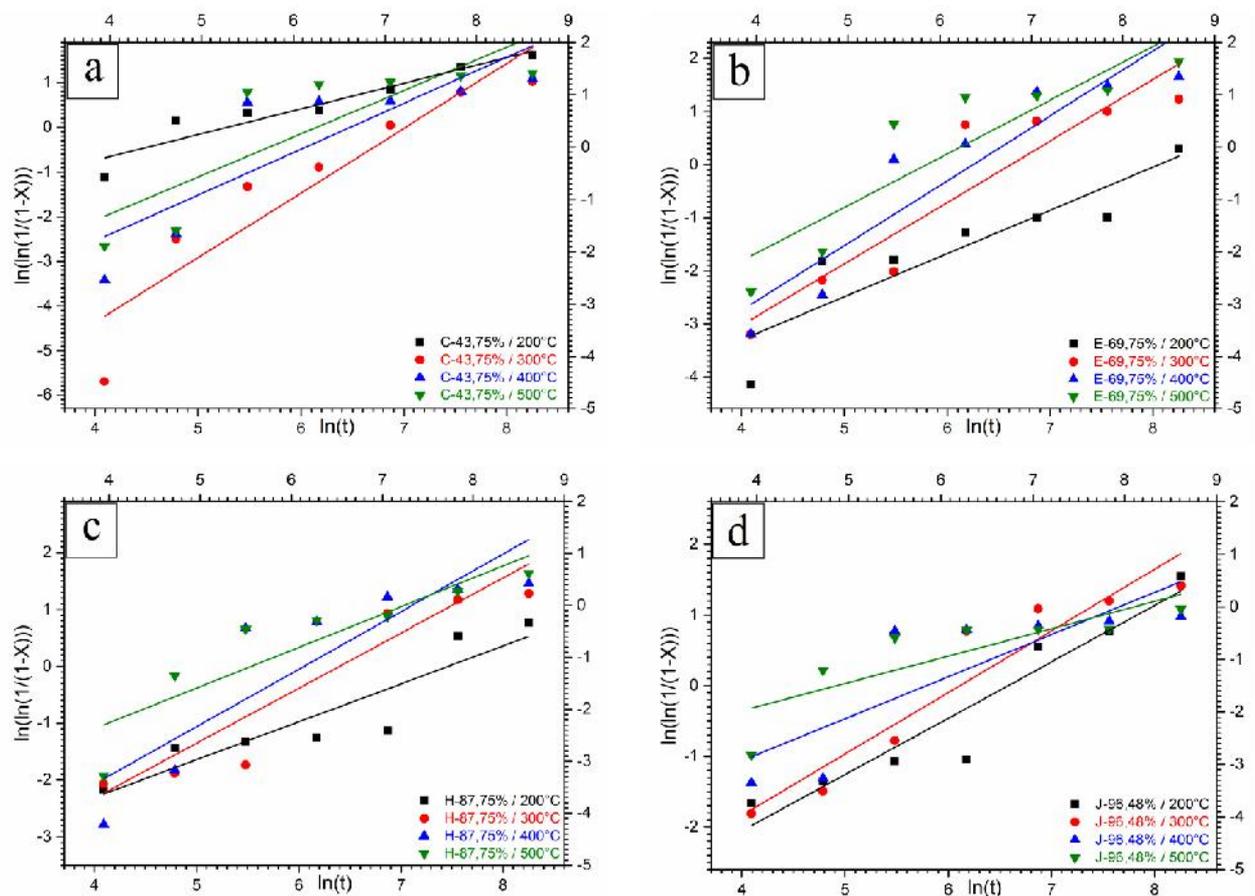


Figure IV.52 : Tracés KJMA de la recristallisation isotherme sous quatre températures de recuit, les fils en cuivre tréfilés à : (a) 43,75% , (B) 69,75% , (c) 87,75% , et (d) 96,48% .

Le tableau IV.5 résume les résultats de calcul des paramètres cinétiques (n et K) pour les échantillons de fils de cuivre tréfilé. On remarque que globalement que les valeurs de la constante de vitesse (K) augmentent avec la température et avec le taux de déformation, cela est compatible avec le fait que la température et le taux déformation sont des facteurs cinétiques qui influent sur le comportement et l'activité de la recristallisation. On remarque que pour la constante de vitesse la valeur calculée à la 200°C pour l'échantillon déformé à 43,75%, est singulière, pour cause indéterminée.

Mais le facteur d'Avrami a des valeurs faibles inférieures à ($n < 1.5$), ces faibles valeurs de l'exposant d'Avrami ont été le sujet de vifs discussions entre plusieurs auteurs travaillant sur les phénomènes de restauration et de recristallisation dans les métaux et les alliages métalliques.

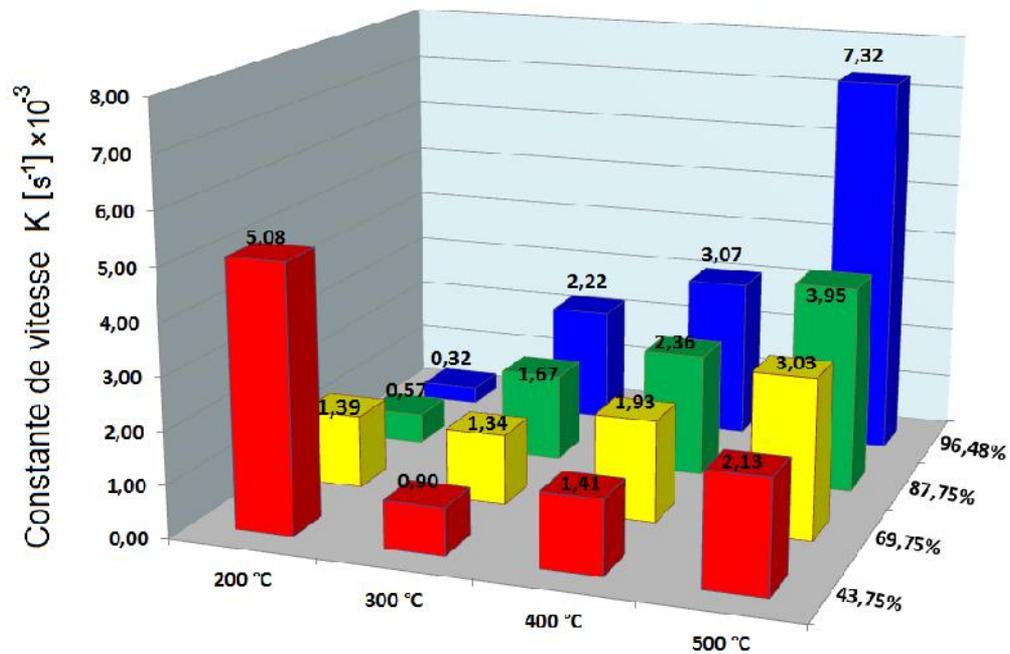


Figure IV.53 : Evolution de la constante de vitesse K en fonction de la température de recuit, pour les différents taux de déformation.

Rollet et al. [9] et Humphreys et Hatherly [3] avaient richement étudié les processus de restauration et de recristallisation dans une grande variété de matériaux. En général, on trouve dans leurs travaux un facteur d'Avrami dont les valeurs sont inférieures à 3, typiquement de l'ordre de 2 et parfois inférieurs à l'unité (1).

Humphreys et Hatherly [3] avaient attribué la déviation de la théorie de KJMA, et l'écart entre les coefficients KJMA observés expérimentalement et ceux prédits par cette théorie, à une cause d'hétérogénéité de la microstructure de déformation. Ils pensaient que la distribution non aléatoire des sites de germination et de l'énergie emmagasinée, induisent cette d'hétérogénéité de la microstructure de déformation, ce qui conduit à une vitesse de croissance qui diminue avec le temps.

En effet, plusieurs tentatives ont été entreprises pour vérifier expérimentalement et par des simulations numériques, les hypothèses précédentes. A cause de la grande difficulté d'élaborer des modèles analytiques pour les cas des cinétiques hétérogènes, certains auteurs ont développé des modèles numériques pour résoudre ce problème (Rollet et al.[9] , Furu et al.[10], Marthinsen et Ryum [11]).

En se basant sur le fait que la distribution des germes est hétérogène, les simulations aboutissent non seulement à des valeurs faibles de la pente des droites KJMA (c'est à dire le facteur d'Avrami), mais aussi à une décroissance de la pente des droites KJMA quand la recristallisation se développe.

Rollet et al. [9] estimaient que l'application de l'équation classique de Johnson, Mehl, Kolmogorov et Avrami (KJMA), $[X = 1 - e^{(-kt)^n}]$, pour les transformations par germination et croissance, convient très bien pour la plupart des transformations de l'état solide, mais cette équation échoue régulièrement quand on l'applique à la recristallisation des métaux déformés plastiquement. Dans des conditions où la vitesse de croissance à peu près constante, elle prédit un exposant élevé ($n > 3$) alors que l'on observe typiquement des valeurs basses ($n < 2$). On observe aussi couramment que la pente d'une courbe KJMA, à partir de laquelle on détermine l'exposant, décroît au cours de la recristallisation.

Une analyse des résultats publiés laisse penser que la raison de l'échec de la théorie KJMA, lorsqu'on l'applique à la recristallisation, est le manque d'uniformité, à l'échelle du grain, de l'énergie de déformation plastique emmagasinée.

Ils avaient testé cette hypothèse à l'aide de simulations de Monte Carlo. Les premières simulations de recristallisation utilisaient des énergies emmagasinées uniformes, alors que dans les simulations qu'ils avaient entreprises, ils faisaient varier l'énergie emmagasinée d'un grain à l'autre. La cinétique évolue selon des courbes KJMA dont les exposants, peu élevés et variables, correspondent bien aux résultats expérimentaux. Ils avaient réalisé des simulations spécifiques pour vérifier si l'hypothèse KJMA de base corrige l'effet de rencontre des grains dans des conditions de germination aléatoire, c'est-à-dire si :

$$\frac{dX}{dX_e} = 1 - X \dots\dots\dots \text{Eq.IV.11}$$

Où X est la fraction volumique réelle et X_e , la fraction volumique au sens large, c'est-à-dire celle que l'on obtiendrait en l'absence de rencontre et de chevauchement de nouveaux grains. L'hypothèse est exacte dans des conditions d'énergie emmagasinée uniforme. Cependant, pour une énergie emmagasinée non uniforme, la correction sous-estime l'effet de la rencontre des grains d'un facteur qui augmente rapidement (jusqu'à plus de deux ordres de grandeur) pendant la recristallisation.

C'est ainsi que les cinétiques de recristallisation du nickel écroui à froid ont été étudiées au moyen de recuits in-situ dans le microscope électronique à balayage (MEB), et par des mesures de microdureté par G. Liao [12]. Les échantillons sont déformés dans une grande plage de taux de déformation ($\varepsilon = 0,25 \sim 1,12$) et recuits à 455°C. Sur la base de la théorie de Johnson -Mehl- Kolmogorov -Avrami (KJMA), il a trouvé que les valeurs expérimentales des exposants de KJMA ($n = 1,3 \sim 2,1$) sont plus faibles que ceux prédits théoriquement et ils dépendent fortement du taux de déformation. Il montre que les vitesses de germination et de croissance ne sont pas constantes durant la recristallisation et que les sites de germination ne sont pas distribués au hasard (non-aléatoires). La théorie de KJMA ne s'applique donc pas de manière satisfaisante à la recristallisation du nickel déformé plastiquement.

En étudiant le laminage à froid des alliages du cuivre : $Cu - x\%at. Mn$ ($x = 5, 10, 20$), G. Benchabane [13] avait trouvé des valeurs du facteur n dans l'intervalle $[0.56 - 1.93]$ et des constantes de vitesses K de l'ordre du 10^{-2} , et avait noté une tendance de variation vers les grandes valeurs lorsque la température recuit augmente et que le taux de déformation est important.

Dans une communication, M. Bouabdallah [14] avait montré que le modèle KJMA, n'est pas suffisant pour décrire correctement quelques transformations dans les aciers, et spécialement dans les dernières étapes du processus de transformation. Des corrections doivent être apportées à ce modèle.

Dans la littérature, afin d'expliquer les valeurs anormalement petites de l'exposant de KJMA, on note généralement, que deux hypothèses sont discutées avec abondance ; pour la première il s'agit de la compétition (ou compétitivité) entre les deux phénomènes de transformations que sont la restauration et la recristallisation, et pour la seconde hypothèse, on cite la distribution non aléatoire des sites de germination.

Finalement, les distributions log-normales des tailles de grains après recristallisation partielle et complète sont utilisées pour discuter de l'évolution de la taille de grains pendant la recristallisation.

IV.4. Etude par diffraction des rayons X

IV.4.1. Etude par diffraction des rayons X des fils de cuivre tréfilés à froid

L'investigation et l'exploration de l'effet de déformation plastique par tréfilage à froid, sur l'évolution des paramètres cristallographiques et sur les grandeurs microstructurales du fil de cuivre tréfilé pour les différentes réductions, nécessite l'utilisation d'une technique instrumentale de mesure particulièrement sensible. Cette approche est indispensable pour mieux explorer les confins de la microstructure du matériau et ses probables modifications.

La DRX est l'une des techniques les plus reconnues pour être capable pour l'évaluation des paramètres relatifs aux défauts microstructuraux, comme les tailles des domaines cohérents de diffraction, les microdéformations dans un domaine, et les défauts d'empilement de déformation [15, 16].

Le tableau IV.6 résume les variations sur la position des cinq premiers pics de diffraction, calculées avant le tréfilage, puis après chaque passe sur le banc de tréfilage dans l'usine de câblerie. Au cours de tréfilage, le pic (111) initialement localisé par l'angle $2\theta = 42,8632^\circ$, pour le fil machine (A), se déplace dans le sens des grands angles pour avoir une nouvelle position localisée par $2\theta = 42,9640^\circ$ pour le fil tréfilé (C) à $\varepsilon = 43,75\%$, soit une variation positive de $\Delta(2\theta) = +0,1008^\circ$. De la même manière on remarque que le second pic relatif aux plans de diffraction (200) dont la position initiale avant la déformation $2\theta = 49,9911^\circ$, s'est déplacé vers la nouvelle position définie par $2\theta = 50,4167^\circ$ lorsque le fil avait subi une déformation par tréfilage de $\varepsilon = 69,75\%$, pour l'échantillon (E), soit une variation de $\Delta(2\theta) = +0,4256^\circ$. En poursuivant le dépouillement des résultats obtenus, on constate que tous les pics avaient subi le même effet de déplacement, comme dernier exemple, le pic (222), situé à l'angle $2\theta = 94,8160^\circ$ se voit déplacé vers une nouvelle position $2\theta = 95,1637^\circ$ lorsque le fil avait été tréfilé à un taux de $\varepsilon = 91,37\%$, (échantillon I).

On remarque sur le tableau que la variation n'est pas ni linéaire, ni monotone, cela peut être expliqué par les causes suivantes :

- La déformation subie par le fil de cuivre au cours du processus de tréfilage et les phénomènes qui s'en suivent ne sont pas de nature linéaire.
- La déformation par tréfilage à froid est réalisée sur le banc de production dans une câblerie dans des conditions réelles, et non pas dans un laboratoire de recherche dans des conditions contrôlées, vue la grandeur des bobines, il est difficile de tréfiler avec la même vitesse, durant tout le processus de fabrication.

- La lubrification du fil à l'entrée de chaque filière et au passage sur les gorges des poulies, n'est pas homogène et régulières, ce qui cause un réchauffement, il en résulte une restauration dynamique partielle.
- Sur le banc de production, les filières mises en service n'ont pas obligatoirement le même âge, parce qu'elles ne sont pas systématiquement changées en même temps, donc le degré d'usure des filières diffère, ceci influe sur la qualité et sur le travail de déformation de chacune des filières.

En effet, au cours du tréfilage à froid, la déformation plastique entraîne l'apparition des contraintes internes de différents ordres, des distorsions dans le réseau cristallin du matériau, comme elle engendre des défauts dans sa microstructure, tels que les macles, des défauts d'empilement, des dislocations,...

Nous avons constaté que le paramètre de maille a été affecté, c'est ainsi que la valeur du paramètre $\langle a \rangle$, changeait de valeur après le passage d'une filière c'est-à-dire pour chaque déformation subie, ceci implique une variation du volume V_{maille} de la maille vers des valeurs plus petites (compression). Le tableau IV.18 présente les valeurs du paramètre de maille des fils de cuivre déformés à différents taux ε , ainsi le paramètre de maille pour le fil machine est de $\langle a \rangle = 0,3616185 \text{ nm}$, pour une maille élémentaire de volume $\langle V \rangle = 0,0472881 \text{ nm}^3$, et ce paramètre vaut $\langle a \rangle = 0,3615420 \text{ nm}$ pour le fil électrique tréfilé (échantillon J) à un taux de $\varepsilon = 91,37\%$, dont le volume de la maille est de $\langle V \rangle = 0,0472581 \text{ nm}^3$.

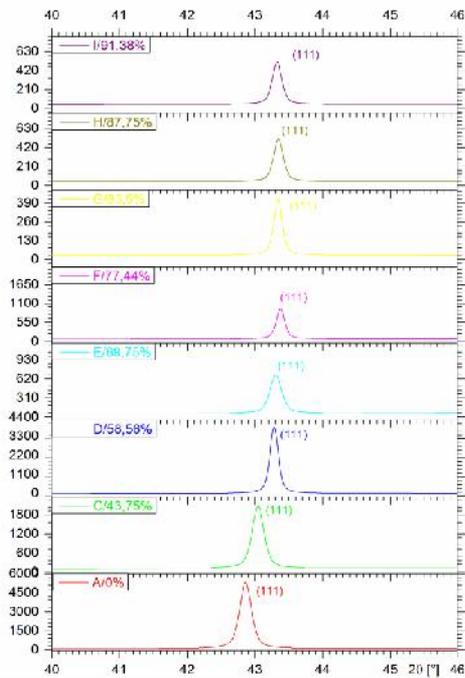


Figure IV.54 : Le déplacement du pic (111) vers les grands angles au cours de tréfilage.

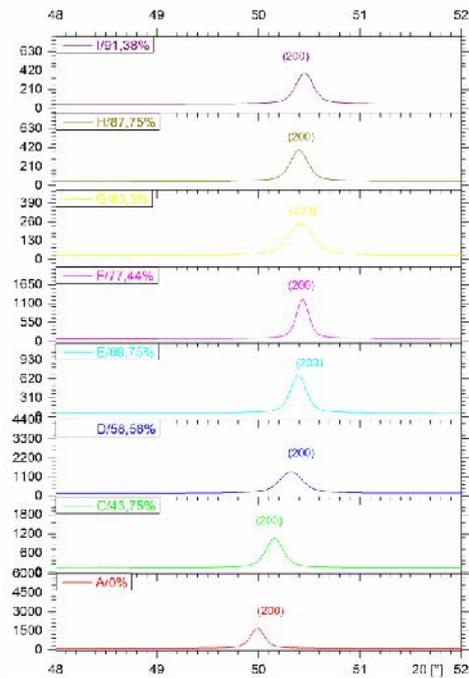


Figure IV.55 : Le déplacement du pic (200) vers les grands angles au cours de tréfilage.

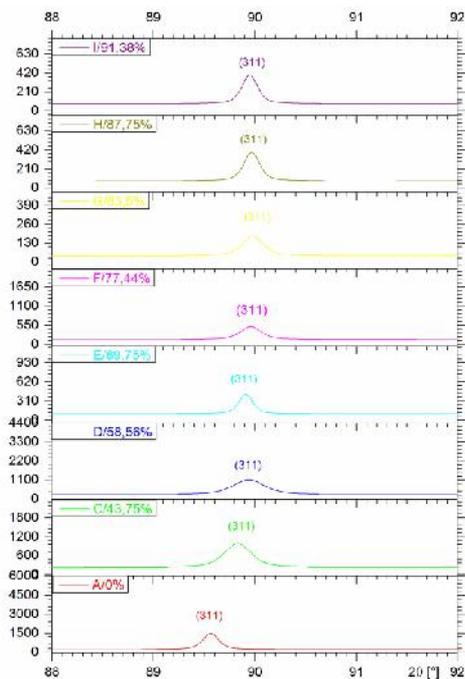


Figure IV.56 : Le déplacement du pic (311) vers les grands angles au cours de tréfilage.

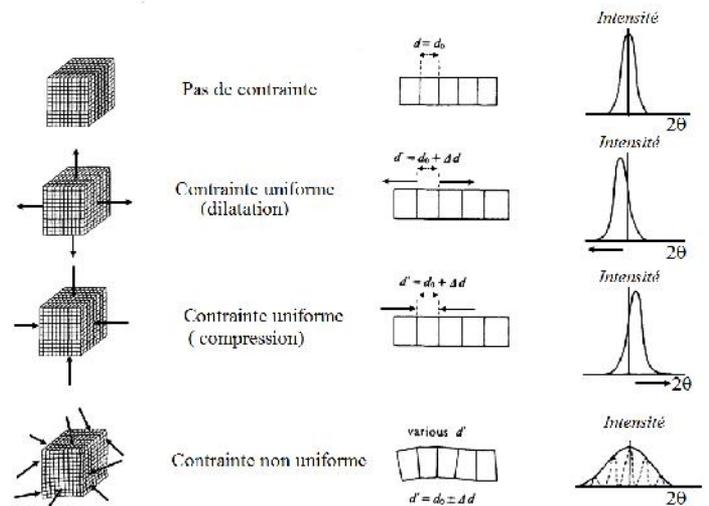


Figure IV.57 : Illustration schématique de l'effet des distorsions sur la forme et la position des pics selon l'état de déformation du matériau [17].

Tableau IV.6: Déplacement des 5 premiers pics du diffractogramme du cuivre, après tréfilage à froid, pour différents taux de déformation.

<i>Echantillon</i>	ε [%]		<i>Pos. 2θ</i> [°]	$\Delta 2\theta = 2\theta_{(fil\ machine)} - 2\theta_{(f.tréfilé)}$ [°]
A	0,00%	111	42,8632	
C	43,75%		42,9640	+0,1008
D	58,56%		43,1850	+0,3218
E	69,75%		43,2852	+0,4220
F	77,44%		43,3106	+0,4474
G	83,50%		43,3160	+0,4528
H	87,75%		43,3020	+0,4388
I	91,37%		43,2866	+0,4234
J	96,48%		42,9797	+0,1165
A	0,00%		200	49,9911
C	43,75%	50,0559		+0,0648
D	58,56%	50,2824		+0,2913
E	69,75%	50,4167		+0,4256
F	77,44%	50,4343		+0,4432
G	83,50%	50,4359		+0,4448
H	87,75%	50,4183		+0,4272
I	91,37%	50,4006		+0,4095
J	96,48%	50,1956		+0,2045
A	0,00%	220		73,7264
C	43,75%		73,8367	+0,1103
D	58,56%		74,0129	+0,2865
E	69,75%		74,0929	+0,3665
F	77,44%		74,1070	+0,3806
G	83,50%		74,1232	+0,3968
H	87,75%		74,1675	+0,4411
I	91,37%		74,1009	+0,3745
J	96,48%		73,8917	+0,1653
A	0,00%		311	89,5670
C	43,75%	89,7270		+0,1600
D	58,56%	89,7852		+0,2182
E	69,75%	89,9403		+0,3733
F	77,44%	89,9119		+0,3449
G	83,50%	89,8984		+0,3314
H	87,75%	89,9376		+0,3706
I	91,37%	89,9081		+0,3411
J	96,48%	89,6676		+0,1006
A	0,00%	222		94,8160
C	43,75%		94,9048	+0,0888
D	58,56%		95,0668	+0,2508
E	69,75%		95,1532	+0,3372
F	77,44%		95,1428	+0,3268
G	83,50%		95,1175	+0,3015
H	87,75%		95,0984	+0,2824
I	91,37%		95,1637	+0,3477
J	96,48%			

La question que nous nous sommes posés : est-ce que cette déformation est isotrope ou anisotrope ? C'est-à-dire si la maille cubique CFC qui caractérise le cuivre avant déformation, ne serait-elle pas déformé et que sa géométrie changée ?

Pour répondre à cette interrogation, nous avons dressé un tableau de calcul des valeurs de la forme quadratique, qui sont listés par une suite de nombres expérimentaux décroissants[18] :

$$Q_m = \frac{1}{d_m^2} = \frac{4 \cdot \sin^2 \theta}{\lambda^2} \quad (Q_1, Q_2, Q_3, \dots, Q_n) \dots\dots\dots \text{Eq.IV.12}$$

Ensuite, nous avons calculé les suites des sommes $S_i = h^2 + k^2 + l^2$ des carrés des indices de Miller (hkl) .

Ces valeurs sont calculées à partir des diffractogrammes recueillis expérimentalement.

Puis nous avons procédé à la comparaison des ces résultats avec la suite théorique des sommes donnée dans les manuels d'indexation par diffraction de rayons X.

Le tableau IV.7 résume les résultats de nos calculs.

Tableau IV.7: Détermination du mode de réseau du cuivre tréfilé à différents taux de déformation. Les valeurs de d_m et Q_m ont été calculés à partir des diffractogrammes mesurés avec $Cu_{K\alpha}$. (part.1)

Echantillon	ϵ [%]	hkl	2θ [°]	d_m [Å]	$Q_m = 1/d_m^2$	Q_m/Q_1	$S_i = h^2 + k^2 + l^2$	$2Q_m/Q_1$	$S_i = h^2 + k^2 + l^2$	$3Q_m/Q_1$	$S_i = h^2 + k^2 + l^2$
A	0,00%	111	42,8632	2,10816	0,2250	1	1	2	2	3	3
		200	49,9911	1,82299	0,3009	1,3373	1	2,6747	3	4,0120	4
		220	73,7264	1,28403	0,6065	2,6956	3	5,3912	5	8,0868	8
		311	89,5670	1,09351	0,8363	3,7167	4	7,4335	7	11,1502	11
		222	94,8160	1,04633	0,9134	4,0595	4	8,1189	8	12,1784	12
C	43,75%	111	42,8640	2,10812	0,2250	1	1	2	2	3	3
		200	50,0559	1,82078	0,3016	1,3405	1	2,6811	3	4,0216	4
		220	73,8367	1,28239	0,6081	2,7024	3	5,4048	5	8,1072	8
		311	89,7270	1,11163	0,8092	3,5964	4	7,1928	7	10,7893	11
		222	94,9048	1,04559	0,9147	4,0651	4	8,1301	8	12,1952	12
D	58,56%	111	43,1850	2,09319	0,2282	1	1	2	2	3	3
		200	50,2824	1,81311	0,3042	1,3328	1	2,6656	3	3,9984	4
		220	74,0129	1,27977	0,6106	2,6752	3	5,3504	5	8,0255	8
		311	89,7852	1,09142	0,8395	3,6782	4	7,3564	7	11,0346	11
		222	95,0668	1,04423	0,9171	4,0181	4	8,0363	8	12,0544	12

Tableau IV.7: Détermination du mode de réseau du cuivre tréfilé à différents taux de déformation. Les valeurs de d_m et Q_m ont été calculés à partir des diffractogrammes mesurés avec $Cu_{K\alpha}$. (part.2)

Echantillon	ε [%]	hkl	2θ [°]	d_m [Å]	$Q_m = 1/d_m^2$	Q_m/Q_1	$S_1 = h^2 + k^2 + l^2$	$2Q_m/Q_1$	$S_1 = h^2 + k^2 + l^2$	$3Q_m/Q_1$	$S_1 = h^2 + k^2 + l^2$
E	69,75%	111	43,2852	2,08857	0,2292	1	1	2	2	3	3
		200	50,4167	1,80859	0,3057	1,3336	1	2,6672	3	4,0007	4
		220	74,0929	1,27858	0,6117	2,6683	3	5,3367	5	8,0050	8
		311	89,9403	1,08994	0,8418	3,6719	4	7,3438	7	11,0158	11
		222	95,1532	1,04351	0,9183	4,0059	4	8,0119	8	12,0178	12
F	77,44%	111	43,3106	2,0874	0,2295	1	1	2	2	3	3
		200	50,4343	1,8080	0,3059	1,3330	1	2,6659	3	3,9989	4
		220	74,1070	1,2784	0,6119	2,6662	3	5,3324	5	7,9987	8
		311	89,9119	1,0902	0,8414	3,6660	4	7,3320	7	10,9981	11
		222	95,1428	1,0436	0,9182	4,0008	4	8,0016	8	12,0024	12
G	83,50%	111	43,3160	2,08716	0,2296	1	1	2	2	3	3
		200	50,4359	1,80795	0,3059	1,3327	1	2,6654	3	3,9982	4
		220	74,1232	1,27814	0,6121	2,6666	3	5,3332	5	7,9997	8
		311	89,8984	1,09033	0,8412	3,6643	4	7,3287	7	10,9930	11
		222	95,1175	1,04381	0,9178	3,9982	4	7,9965	8	11,9947	12
H	87,75%	111	43,3020	2,08780	0,2294	1	1	2	2	3	3
		200	50,4183	1,80854	0,3057	1,3327	1	2,6653	3	3,9980	4
		220	74,1675	1,27748	0,6128	2,6710	3	5,3419	5	8,0129	8
		311	89,9376	1,08996	0,8417	3,6691	4	7,3382	7	11,0072	11
		222	95,0984	1,04397	0,9175	3,9995	4	7,9989	8	11,9984	12
I	91,37%	111	43,2866	2,08851	0,2293	1	1	2	2	3	3
		200	50,4006	1,80913	0,3055	1,3327	1	2,6654	3	3,9981	4
		220	74,1009	1,27847	0,6118	2,6687	3	5,3373	5	8,0060	8
		311	89,9081	1,09024	0,8413	3,6697	4	7,3394	7	11,0091	11
		222	95,1637	1,04342	0,9185	4,0064	4	8,0128	8	12,0192	12
J	96,48%	111	42,9797	2,1027	0,2262	1	1	2	2	3	3
		200	50,1956	1,8160	0,3032	1,3406	1	2,6813	3	4,0219	4
		220	73,8917	1,2816	0,6089	2,6920	3	5,3840	5	8,0760	8
		311	89,6676	1,0925	0,8378	3,7041	4	7,4082	7	11,1123	11
		222									12

Le tableau IV.8 présente la suite des sommes $S_i = h^2 + k^2 + l^2$, calculées pour les trois modes du réseau cubique et la structure diamant (pour $S_i \leq 25$) [18].

En conclusion, nous pouvons affirmer que la déformation plastique n'a pas affecté la forme géométrique de la maille, et que la compression du volume est identique selon les trois axes de l'espace $(\vec{i}, \vec{j}, \vec{k})$.

Tableau IV.8: Suite des $S_i = h^2 + k^2 + l^2$ pour les trois modes du réseau cubique et la structure diamant ($S_i \leq 25$) [17, 18].

<i>hkl</i>	S_i correspond à $I(hkl) \neq 0$			
	P(simple) tous <i>hkl</i>	I (centré)	F (faces centrées)	Diamant
		$h + k + l = 2n$	<i>h, k, l, même parité</i>	
100	1			
110	2	2		
111	3		3	3
200	4	4	4	
210	5			
211	6	6		
220	8	8	8	8
300	9			
221				
310	10	10		
311	11		11	11
222	12	12	12	
320	13			
321	14	14		
400	16	16	16	16
410	17			
322				
411	18	18		
330				
331	19		19	19
420	20	20	20	
421	21			
332	22	22		
422	24	24	24	24
500	25			
430				

IV.4.2. Base théorique de l'analyse du profil de la courbe DRX

La déformation plastique des matériaux, induit dans celui-ci un certain nombre et type de défauts, tels que les dislocations, les défauts d'empilements. Il serait intéressant de quantifier certains paramètres microstructuraux, tels que la densité de dislocation ρ , la probabilité nette de défaut d'empilement α , et la probabilité de maclage dans le matériau respectivement : β .

Les dislocations se produisent fréquemment comme des défauts de réseau dans les matériaux à la suite de processus de croissance, ou de traitements thermiques et mécaniques(déformation) [19, 20].

Plusieurs techniques peuvent être utilisées afin d'identifier et étudier les dislocations, telle que la microscopie électronique à transmission (la plus utilisée), ou la topographie par les rayons-X [19].

Toutefois, de fortes densités de défauts peuvent limiter l'utilisation de ces techniques, en particulier dans les systèmes finement dispersés avec des domaines cristallins sur l'échelle du nanomètre. Dans ces cas, l'étude des profils de courbes de diffraction peut fournir avec une certaine facilité, des informations sur les dislocations, bien que de manière indirecte.

L'application de l'analyse du profil de courbe (LPA) aux diffractogrammes de DRX, de poudres ou de matériaux polycristallins, est efficace pour analyser des densités de dislocation plus grande que $\approx 10^{14} m^{-2}$, et plus pour des valeurs maximales observables, dans de matériaux soumis à des déformations plastiques sévères($10^{16} - 10^{17} m^{-2}$) [19, 21]. En tant que tel, XRD LPA peut être considéré dans de nombreux cas comme un outil complémentaire à la microscopie électronique et de la topographie de rayons X.

L'un des principaux problèmes dans l'étude des dislocations par l'analyse du profil de courbe (LPA) est de séparer correctement leur contribution à l'élargissement des pics de celle donnée par d'autres défauts de réseau (par exemple, les défauts d'empilements), par la taille de domaine cohérent diffractant (cristallites) et de l'instrument. En fait, le profil d'un pic de diffraction est le résultat d'une convolution de plusieurs effets, qui englobe toutes les contributions d'une manière assez complexe [22-24].

Il peut être démontré que l'anisotropie du champ de déformation de la dislocation et du milieu élastique provoque un effet d'élargissement particulier au profil du pic, qui est la clé pour distinguer la contribution des dislocations dans les profils de pic observée [15, 24, 25].

Selon les théories existantes [15, 24-27], cette possibilité est basée sur le calcul du facteur de contraste de dislocation \bar{C}_{hkl} , qui est directement liée aux constantes élastiques du matériau et le système de glissement des dislocation (plans de glissement et vecteur de Burgers). Jusqu'à présent, seulement les valeurs de facteurs de contraste de quelques matériaux appartenant aux systèmes cubiques ou hexagonaux, sont connues [28-30].

Les développements récents dans le domaine de l'analyse numérique, de l'élaboration de nouveaux algorithmes plus complexes, et la mise au point de nouvelles machines de calcul avec une grande capacité de stockage, et grandes vitesses de calcul, ont conduit à une extension des possibilités de calcul à n'importe quelle symétrie cristalline et à tout système de glissement, ouvrant ainsi de nouveaux horizons dans l'étude des défauts linéaires dans les matériaux [31, 32].

IV.4.2.1. Intensité diffractée par le matériau déformé

Les profils des pics observés dans un diffractogramme résultent d'une combinaison de la composante instrumentale (g) et de la composante physique du profil (f) due à la microstructure du matériau déformée, comme par exemple, la taille et la forme des domaines cristallins diffractant et les défauts linéaires et plans. Le profil expérimental mesuré est le produit de convolution des deux composantes, $h = f \otimes g$ [25, 33].

L'algorithme de WPPM (*Whole Powder Pattern Modeling*) adopte une analyse de Fourier et dans cette démarche le problème complexe de convolution est traduit en produit $C(L)$ des transformées de Fourier des profils du pic produit par chacune des composantes séparément.

Le profil de diffraction est convenablement décrit en termes du vecteur de diffraction (d^*) dans l'espace réciproque, dont le module est donnée par : $d^* = \frac{2\sin\theta}{\lambda}$, où θ est l'angle de diffraction et λ est la longueur d'onde de la radiation X.

Pour les matériaux à structure cubique, en l'absence de défauts cristallins et de charge ou des contraintes résiduelles, le vecteur de diffraction en condition de Bragg s'écrit :

$d_{\{hkl\}}^* = \frac{2\sin\theta_{\{hkl\}}}{\lambda}$, avec les indices de Miller entre crochets, qui indiquent l'ensemble des familles de plans. Il est important de faire la distinction entre $d_{\{hkl\}}^*$, et d_{hkl}^* la valeur du vecteur de diffraction pour une combinaison spécifique de hkl , liée à la sous-composante du profil observé.

En suivant cette procédure, l'intensité résultante d'un ensemble de plans $\{hkl\}$, peut être écrite comme la somme des contributions de tout les sous-composantes des profils hkl [25]:

$$I_{\{hkl\}}(d^*, d_{\{hkl\}}^*) = k(d^*) \sum_{hkl} w_{hkl} I_{hkl}(d^* - d_{\{hkl\}}^* - \delta_{hkl}) \dots \dots \dots \text{Eq.IV.13}$$

Où $k(d^*)$ facteur qui contient tous les paramètres microstructuraux contribuant à l'intensité du pic tels que la polarisation de Lorentz, $|F|^2$, etc..., qui sont constants ou fonctions connues de la variable d^{*2} . w_{hkl} est la fonction poids pour la composante hkl et δ_{hkl} est déplacement à partir d'un point de l'espace réciproque correspondant à la condition de diffraction de Bragg en l'absence de défauts ou de contraintes dans le réseau cristallin. Les deux w_{hkl} et δ_{hkl} dépendent des défauts spécifiques présents dans le matériau, la contribution d'un sous-composant donnée peut être écrite de la manière suivante:

$$I_{hkl}(s_{hkl}) = \int_{-\infty}^{+\infty} T^{IP}(L) \langle \exp[2\pi i \psi(L)] \rangle \langle \exp[2\pi i \varphi(L)] \rangle \times \exp[2\pi i \cdot L \cdot s_{hkl}] \cdot dL \dots \dots \dots \text{Eq.IV.14}$$

Où $T^{IP}(L)$ est la transformée de Fourier de la composante instrumentale du profil (IP) et les deux termes entre brackets $\langle \rangle$ représentent les valeurs moyennes des facteurs de Phase du aux distorsions du réseau (ψ) et la taille des cristallites et défauts d'empilement (φ), respectivement. Dans cette approche, on a supposé que les interactions entre les défauts linéaires et les défauts plans, n'existent pas (les moyennes séparées). La variable d'intégration L , est inversement proportionnelle à $d_{\{hkl\}}^*$ et elle est la variable conjuguée de $s_{hkl} = d^* - (d_{\{hkl\}}^* + \delta_{hkl})$, la distance à partir du centroïde du pic dans l'espace réciproque.

IV.4.2.2. Taille des cristallites

L'effet de la taille des domaines cohérents diffractant a été modélisé par une distribution log-normale de tailles de domaines de forme sphérique. En réalité, il est possible de choisir autres types de distributions appropriées à chaque étude spécifique, mais le présent choix avait été corroboré par certain nombre d'observations et on avait prouvé son efficacité dans plusieurs exemples [34].

La distribution lognormal est définie comme suit [35]:

$$g(D) = \frac{1}{D \cdot \sigma \cdot \sqrt{2\pi}} \cdot e^{\left[-\frac{1}{2} \cdot \frac{(\ln D - \mu)^2}{\sigma^2} \right]} \dots \text{Eq.IV.15}$$

Où σ et μ , sont la variance et la moyenne de la distribution log-normale, respectivement.

La taille moyenne de la distribution est donnée par :

$$\langle D \rangle = \exp\left(\mu + \frac{\sigma^2}{2}\right) \dots \text{Eq.IV.16}$$

IV.4.2.3. Défauts linéaires et plans

Les dislocations et les défauts d'empilement sont les types les plus courants de défauts du réseau cristallin qui peuvent être étudiés par le WPPM (*Whole Powder Pattern Modeling*).

Cette procédure décrit les dislocations en terme de densité moyenne notée ρ , et l'étendue de leurs champs de contrainte est modélisée par un cylindre de rayon R_e , dont l'axe principal coïncide avec une dislocation. On désigne R_e par le terme de rayon de coupure externe.

La mixture de la population des dislocations vis et des dislocations coins est décrite par un facteur f_e dit facteur de caractère effectif, il donne le pourcentage des dislocations coins dans une population mixte. On doit noter que selon la loi de conservation que la somme des pourcentages des deux types de dislocations est égale à 100% ($f_e + f_s = 1$).

Enfin, les défauts macle et de déformation (défauts d'empilement) sont décrits en termes de probabilités β et α respectivement. Ces deux grandeurs physiques expriment la probabilité de trouver un défaut tout le long d'une séquence d'empilement [36].

Les dislocations sont modélisées sur la base de la théorie de Wilkens [27, 37], où les dislocations sont supposées parallèles, droites, et distribuées de manière aléatoire par rapport à tous les systèmes équivalents de glissement.

L'anisotropie élastique des dislocations, et la dépendance correspondante de l'élargissement du profil sur l'orientation cristallographique, sont comptabilisées par le facteur moyen \bar{C}_{hkl} , dit « facteur de contraste ». L'expression du facteur de contraste pour chaque type de dislocation sont données comme suit :

Le facteur de contraste moyen correspondant aux dislocations-vis : $\bar{C}_{hkl,screw} = A_s + B_s \cdot H$

Le facteur de contraste moyen correspondant aux dislocations-coins : $\bar{C}_{hkl,edge} = A_e + B_e \cdot H$

Si on suppose une population mixte de dislocations-vis et dislocations-coins, alors le facteur moyen d'un mélange des deux types, simultanément est donnée par:

$$\bar{C}_{hkl} = f_e \cdot \bar{C}_{hkl,edge} + (1 - f_e) \cdot \bar{C}_{hkl,screw} \dots \dots \dots \text{Eq.IV.17}$$

Pour une structure cubique, le facteur de contraste peut être exprimé par la fonction de quatrième ordre invariant suivant les indices de Miller (hkl):

$$H = \frac{(h^2k^2+h^2l^2+l^2k^2)}{(h^2+k^2+l^2)^2} \dots \dots \dots \text{Eq.IV.18}$$

Où les constantes $A_e, B_e, A_s, et B_s$, peuvent être calculées à partir des constantes élastiques d'un monocristal du matériau étudié, du moment que le plan de glissement est connu.

Nous avons utilisé pour le cuivre étudié, les valeurs de facteur de contraste, suivantes :

$A_e = 0,304602, B_e = -0,500211, A_s = 0,298341, et B_s = -0,708806$, ces valeurs ont été calculés sur l'hypothèse que la déformation se fait par glissement selon le système primaire le plus répandu pour les structures CFC, à savoir le système primaire de glissement : $1/2 \{ \bar{1}10 \} \{ 111 \}$.

En plus de la densité moyenne de dislocations et le rayon externe efficace de coupure, la fraction relative de dislocation coin f_e est également affiné (comme caractère effectif de dislocation coin-vis: $f_e = 1$ pour les dislocations-coins et $f_e = 0$ pour les dislocations-vis).

Les résultats graphiques de la procédure WPPM (*Whole Powder Pattern Modeling*) sont représentés sur les figures (Figs.IV.58 – IV. 66). Ces figures illustrent les diffractogrammes affinis. L'accord entre les courbes expérimentales (petits cercles noir) et modélisées (lignes rouges continues), est tout à fait satisfaisant. Sur les figures, le résidu est marqué par la ligne (grise continue) inférieure, elle représente la différence entre les données expérimentales et modélisées. On peut voir que la forme du résidu est assez plate et sans reliefs, ce qui indique une bonne convergence, cette convergence peut être corroborée par un facteur dit « GoF », ou facteur « Goodness of Fit ».

IV.4.3. Analyse des profils de diffraction pour les fils en cuivre tréfilés à froid

La Figure IV.58.a, montre la courbe du diffractogramme affiné du fil machine en cuivre industriel. On y remarque les cinq premiers pics typiques du cuivre :

(111), (200), (220), (311), et (222). Ces pics sont compatibles avec la fiche A.S.T.M [38]. L'analyse montre que la distribution des domaines cohérents de diffraction est du type :

Lognormal, avec une valeur moyenne de l'ordre de 463,49 nm, et une déviation standard de 211,877 nm. Le paramètre M sans dimension, appelé facteur de Wilkens, est le paramètre d'arrangement des dislocations, il est donné par $M = R_e \cdot \sqrt{\rho}$ [25]. Ce paramètre caractérise la distribution et l'écrantage des contraintes et du champ de contrainte des dislocations. La valeur de ce paramètre ($M = 0.53635$) est inférieure à l'unité, il y a un fort écrantage des champs de dislocations, une forte corrélation entre les dislocations, et configuration en dipôles. Cela se traduit par une décroissance rapide des champs de contrainte.

Paramètre	Unité	Valeur
Paramètre de maille	[nm]	0,3616185
Module du vecteur Burgers	[nm]	0,255703
Densité de dislocations	$\times 10^{14} [m^{-2}]$	2,948
Rayon de coupure effectif	[nm]	31,2387
Fraction des dislocations coins		1,0000
Taille du domaine diffraction [nm]		463,49
Standard déviation		211,877
WSS = 6081.45 - Rwp: 7.54274% - GoF: 1.12854		

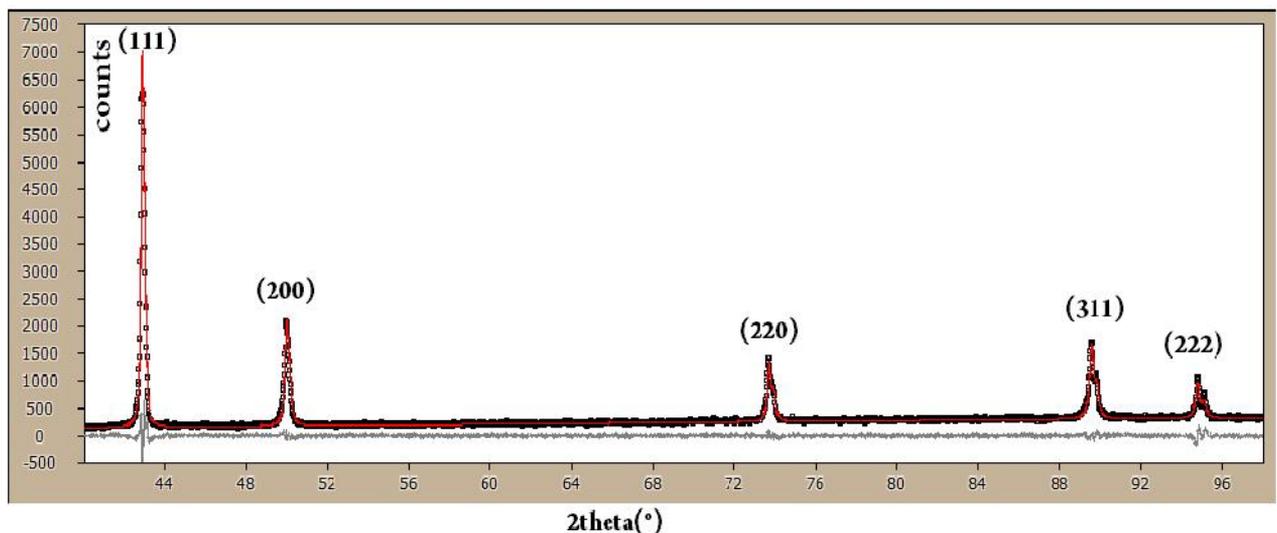


Figure IV.58.a : Diffractogramme de rayons X du fil machine en cuivre, non recuit.

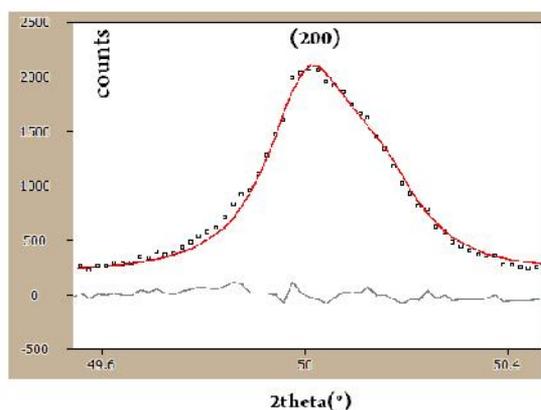


Figure IV.58.b : Vue agrandie du pic (200) du diffractogramme du fil machine en cuivre non recuit.

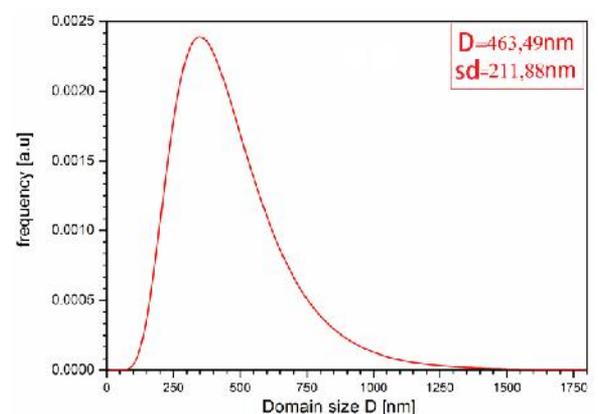


Figure IV.58.c : Distribution log-normale de la taille des domaines cohérents de diffraction pour le fil machine en cuivre, non recuit.

La Figure IV.59.a, montre la courbe du diffractogramme affiné u fil en cuivre déformé à $\epsilon = 43,75\%$, non recuit. L'analyse montre que la distribution des domaines cohérents de diffraction est du type : Lognormal, avec une valeur moyenne de l'ordre de 159,15nm, et une deviation standard de 20,749nm.

Paramètre de maille	[nm]	0,3615474
Module du vecteur Burgers	[nm]	0,255653
Densité de dislocations $\times 10^{14}$ [m ⁻²]		8,213
Rayon de coupure effectif	[nm]	33,6720
Fraction des dislocations coins		0,5000
Taille du domaine de diffraction [nm]		159,15
Standard déviation		20,749
WSS = 4542,48 - Rwp:6,4778% - GoF:0,97566		

Le paramètre M de Wilkens, est le paramètre d'arrangement des dislocations. La valeur de ce paramètre ($M = 0,96500$) est proche d l'unité. Cet état est décrit par arrangement des dislocations quasi-homogène, où la portée d'une dislocation s'arrête au voisinage de la dislocation la plus proche. Cette situation implique donc $R_e \approx \rho^{-1/2}$.

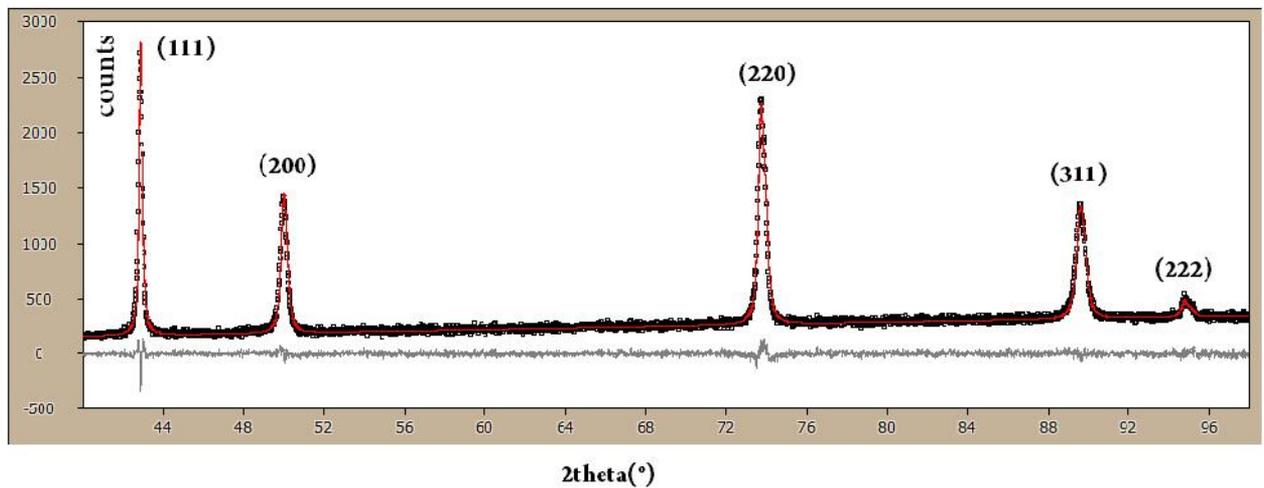


Figure IV.59.a : Diffractogramme de rayons X du fil en cuivre tréfilé à $\epsilon = 43,75\%$, non recuit.

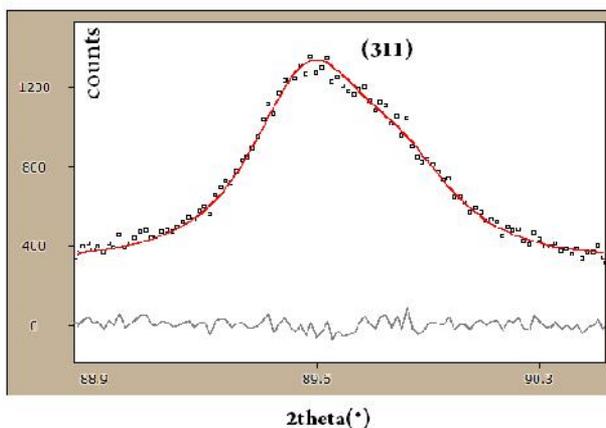


Figure IV.59.b : Vue agrandie du pic (311) du Diffractogramme de rayons X du fil en cuivre tréfilé à $\epsilon = 43,75\%$, non recuit.

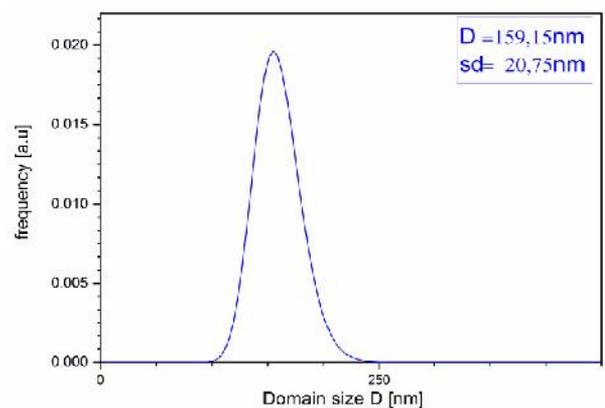


Figure IV.59.c : Distribution log-normale de la taille des domaines cohérents de diffraction pour le fil en cuivre tréfilé à $\epsilon = 43,75\%$, non recuit.

La Figure IV.60.a, montre la courbe du diffractogramme affiné u fil en cuivre déformé à $\varepsilon = 58.56\%$, non recuit. L'analyse montre que la distribution des domaines cohérents de diffraction est du type : Lognormal, avec une valeur moyenne de l'ordre de 188,13nm, et une deviation standard de 2,357 nm.

Paramètre de maille	[nm]	0,3616266
Module du vecteur Burgers	[nm]	0,255709
Densité de dislocations	$\times 10^{14} \text{ [m}^{-2}\text{]}$	8,224
Rayon de coupure effectif	[nm]	34,3915
Fraction des dislocations coins		0,2161
Taille du domaine de diffraction [nm]		188,13
Standard déviation		2,357
WSS = 4385,43 - Rwp:6,3444% - GoF:0,95864		

Le paramètre M de Wilkens, est le paramètre d'arrangement des dislocations. La valeur de ce paramètre ($M = 0,98628$) est proche d l'unité. Cet état est décrit par arrangement des dislocations quasi-homogène, où la portée d'une dislocation s'arrête au voisinage de la dislocation la plus proche. Cette situation implique donc $R_e \approx \rho^{-1/2}$.

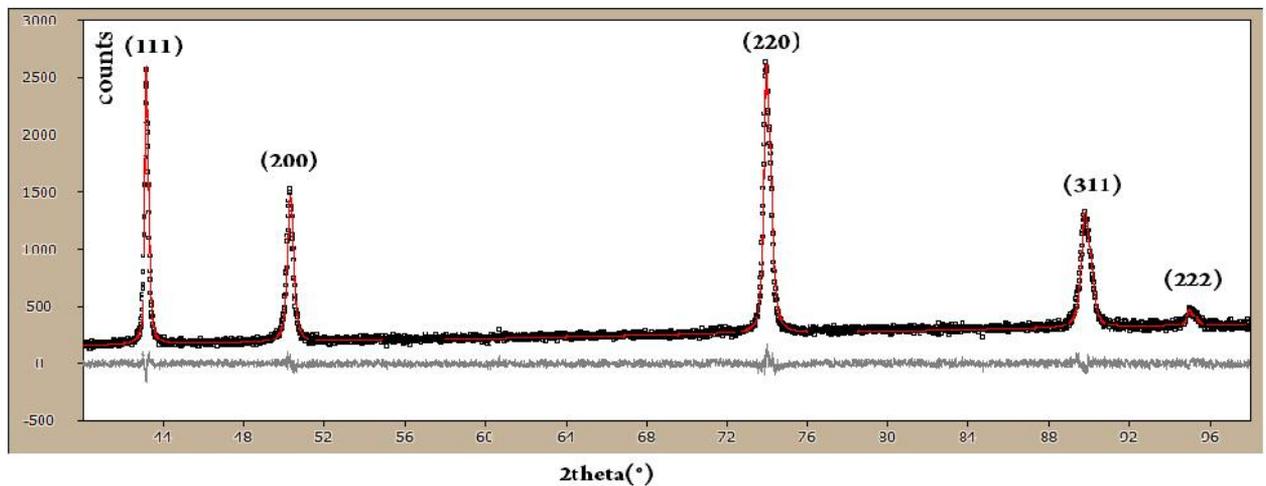


Figure IV.60.a : Diffractogramme de rayons X du fil en cuivre tréfilé à $\varepsilon = 58,56\%$, non recuit.

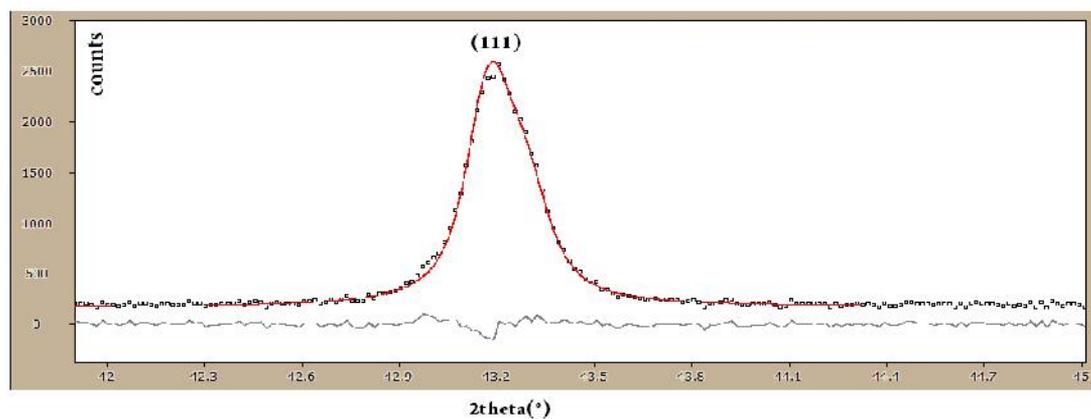


Figure IV.60.b : Vue agrandie du pic (111) du Diffractogramme de rayons X du fil en cuivre tréfilé à $\varepsilon = 58,56\%$, non recuit.

La Figure IV.61.a, montre la courbe du diffractogramme affiné u fil en cuivre déformé à $\varepsilon = 69.75\%$, non recuit. L'analyse montre que la distribution des domaines cohérents de diffraction est du type : Lognormal, avec une valeur moyenne de l'ordre de 281,38nm, et une deviation standard de 149,960nm.

Paramètre de maille	[nm]	0,3615343
Module du vecteur Burgers	[nm]	0,255643
Densité de dislocations	$\times 10^{14} [m^{-2}]$	10,254
Rayon de coupure effectif	[nm]	45,2771
Fraction des dislocations coins		0,0987
Taille du domaine de diffraction [nm]		281,38
Standard déviation		149,960
WSS = 4168,80- Rwp:5,7034% - GoF:0,93486		

Le paramètre M de Wilkens, est le paramètre d'arrangement des dislocations. La valeur de ce paramètre ($M = 1,44986$) est supérieure à l'unité, il y a un faible écrantage des champs de dislocations, une faible corrélation entre les dislocations, c'est le cas où les zones dans lesquelles les dislocations distribuées aléatoirement contiennent beaucoup de dislocations. Cela se traduit par une décroissance lente des champs de contrainte.

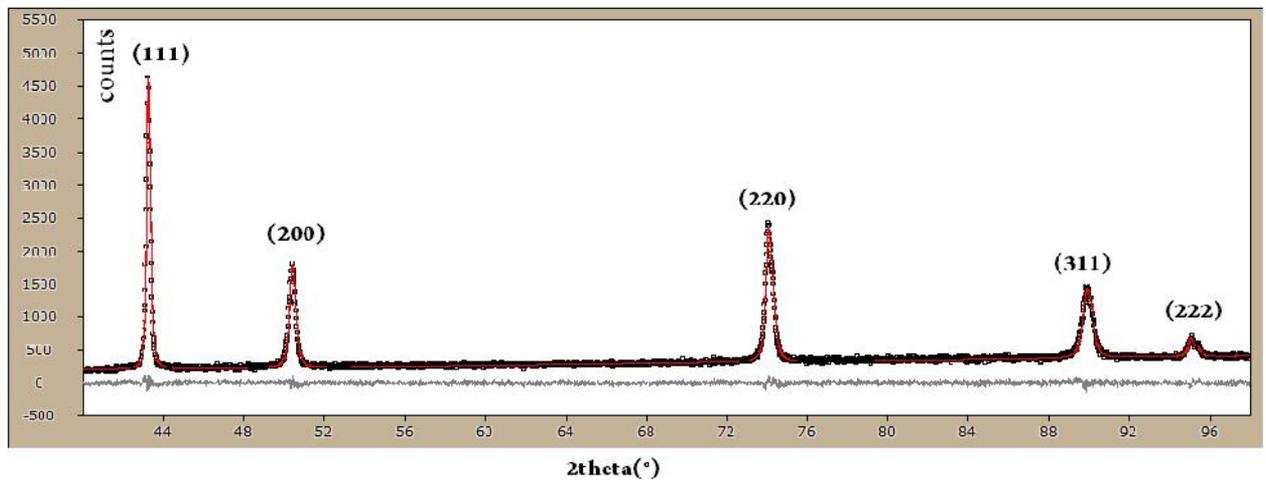


Figure IV.61.a : Diffractogramme de rayons X du fil en cuivre tréfilé à $\varepsilon = 69,75\%$, non recuit.

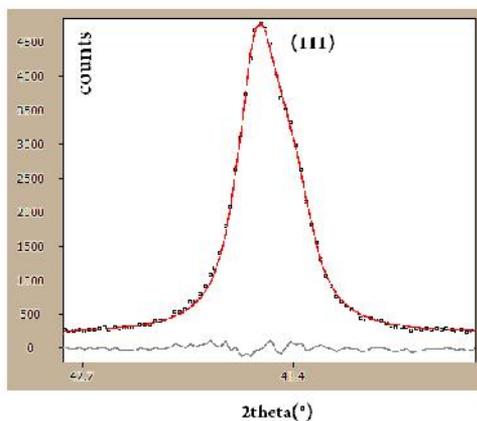


Figure IV.61.b : Vue agrandie du pic (111) du Diffractogramme de rayons X du fil en cuivre tréfilé à $\varepsilon = 69,75\%$, non recuit.

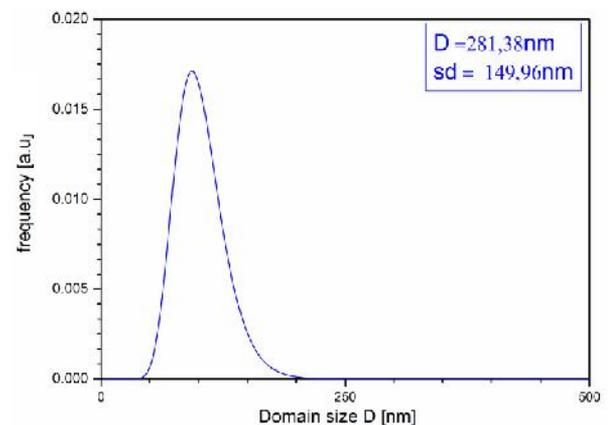


Figure IV.61.c : Distribution log-normale de la taille des domaines cohérents de diffraction pour le fil en cuivre tréfilé à $\varepsilon = 69,75\%$, non recuit.

La Figure IV.62a, montre la courbe du diffractogramme affiné u fil en cuivre déformé à $\varepsilon = 77.44\%$, non recuit. L'analyse montre que la distribution des domaines cohérents de diffraction est du type : Lognormal, avec une valeur moyenne de l'ordre de 102,15nm, et une deviation standard de 25,042nm.

Paramètre de maille [nm]	0,3615674
Module du vecteur Burgers [nm]	0,255667
Densité de dislocations $\times 10^{14}$ [m ⁻²]	11,185
Rayon de coupure effectif [nm]	12,3382
Fraction des dislocations coins	0,6874
Taille du domaine de diffraction [nm]	102,15
Standard déviation	25,042
WSS = 4193,38- Rwp:69,1573% - GoF:0,93771	

Le paramètre M de Wilkens, est le paramètre d'arrangement des dislocations. La valeur de ce paramètre ($M = 0,41264$) est inférieure à l'unité, il y a un fort écrantage des champs de dislocations, une forte corrélation entre les dislocations, et configuration en dipôles. Cela se traduit par une décroissance rapide des champs de contrainte.

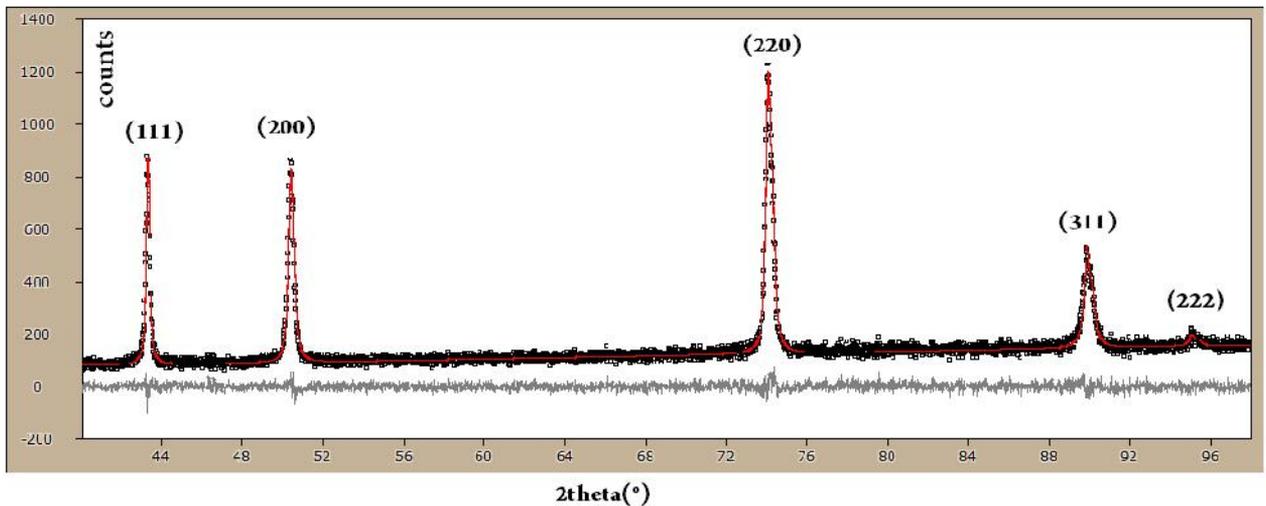


Figure IV.62.a : Diffractogramme de rayons X du fil en cuivre tréfilé à $\varepsilon = 77,44\%$, non recuit.

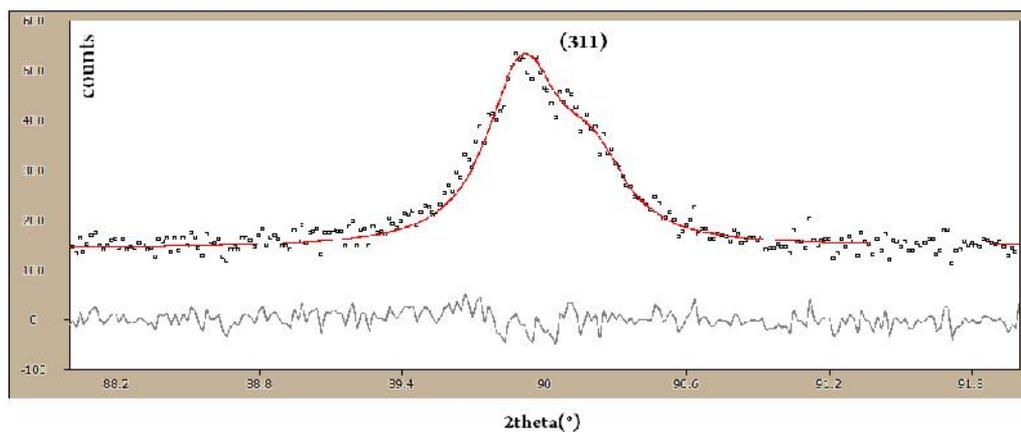


Figure IV.62.b : Vue agrandie du pic (311) du Diffractogramme de rayons X du fil en cuivre tréfilé à $\varepsilon = 77,44\%$, non recuit.

La Figure IV.63.a, montre la courbe du diffractogramme affiné u fil en cuivre déformé à $\varepsilon = 83.50\%$, non recuit. L'analyse montre que la distribution des domaines cohérents de diffraction est du type : Lognormal, avec une valeur moyenne de l'ordre de 155,33nm, et une deviation standard de 31,753nm.

Paramètre de maille [nm]	0,3615410
Module du vecteur Burgers [nm]	0,255648
Densité de dislocations $\times 10^{14}$ [m ⁻²]	11,600
Rayon de coupure effectif [nm]	12,4944
Fraction des dislocations coins	0,9942
Taille du domaine de diffraction [nm]	155,33
Standard déviation	31,753
WSS = 4333,16 - Rwp:7,7822% - GoF:0,95321	

Le paramètre M de Wilkens, est le paramètre d'arrangement des dislocations. La valeur de ce paramètre ($M = 0,42554$) est inférieure à l'unité, il y a un fort écrantage des champs de dislocations, une forte corrélation entre les dislocations, et configuration en dipôles. Cela se traduit par une décroissance rapide des champs de contrainte.

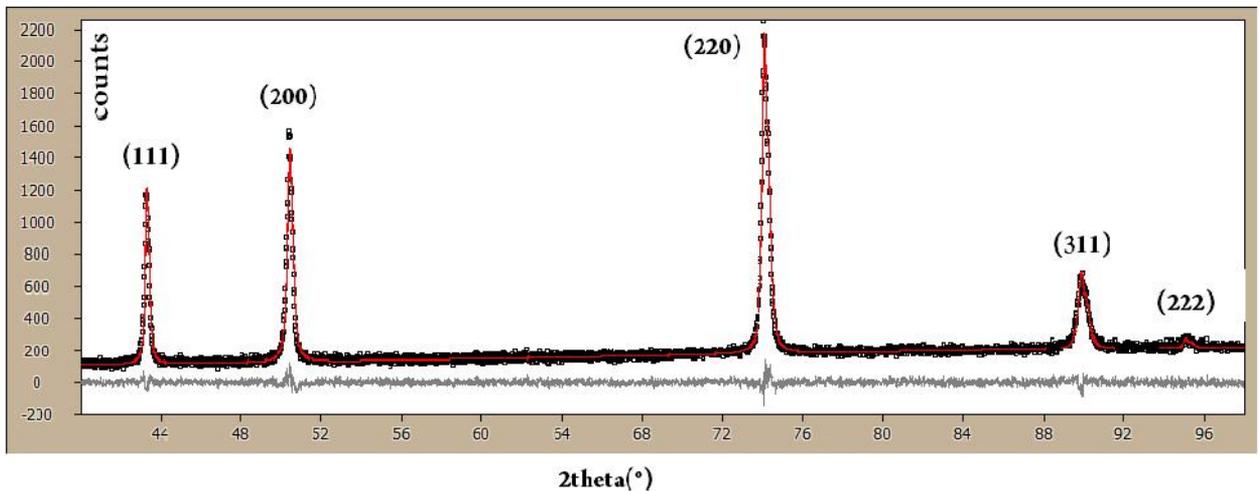


Figure IV.63.a : Diffractogramme de rayons X du fil en cuivre tréfilé à $\varepsilon = 83,50\%$, non recuit.

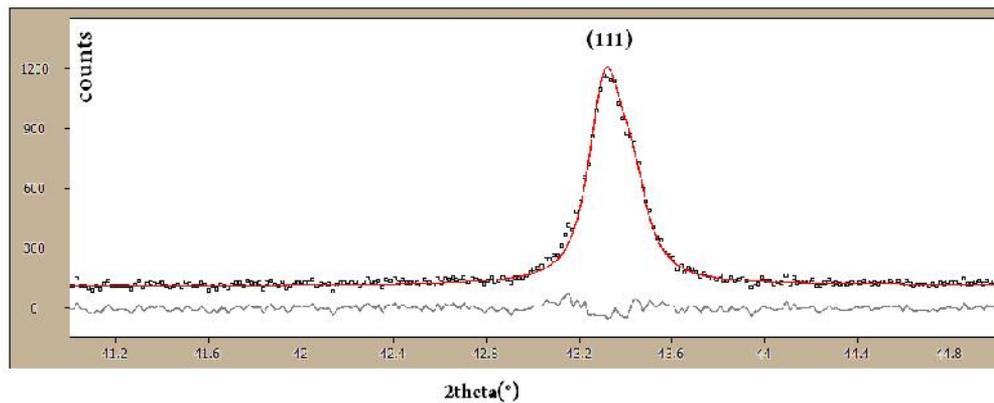


Figure IV.63.b : Vue agrandie du pic (111) du Diffractogramme de rayons X du fil en cuivre tréfilé à $\varepsilon = 83,50\%$, non recuit.

La Figure IV.64.a, montre la courbe du diffractogramme affiné u fil en cuivre déformé à $\varepsilon = 87.75\%$, non recuit. L'analyse montre que la distribution des domaines cohérents de diffraction est du type : Lognormal, avec une valeur moyenne de l'ordre de 62,78nm, et une deviation standard de 32,385nm.

Paramètre de maille	[nm]	0,3615141
Module du vecteur Burgers	[nm]	0,255629
Densité de dislocations	$\times 10^{14} [m^{-2}]$	13,442
Rayon de coupure effectif	[nm]	17,0331
Fraction des dislocations coins		//////
Taille du domaine de diffraction [nm]		62,78
Standard déviation		32,385
WSS = 4106,05 - Rwp:13,2724% - GoF:0,92790		

Le paramètre M de Wilkens, est le paramètre d'arrangement des dislocations. La valeur de ce paramètre ($M = 0,62450$) est inférieure à l'unité, il y a un fort écrantage des champs de dislocations, une forte corrélation entre les dislocations, et configuration en dipôles. Cela se traduit par une décroissance rapide des champs de contrainte.

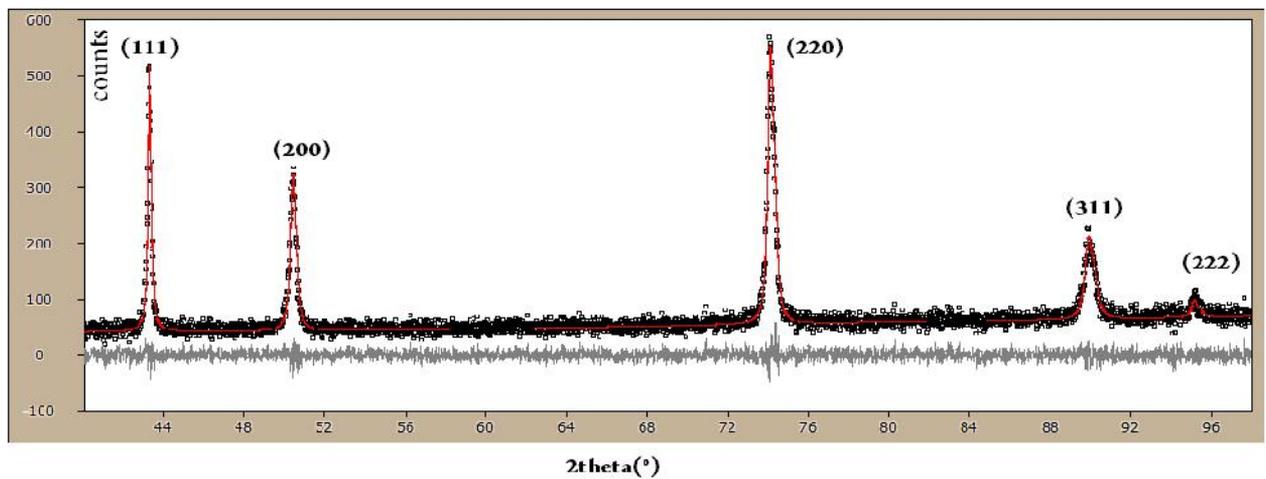


Figure IV.64.a : Diffractogramme de rayons X du fil en cuivre tréfilé à $\varepsilon = 87,75\%$, non recuit.

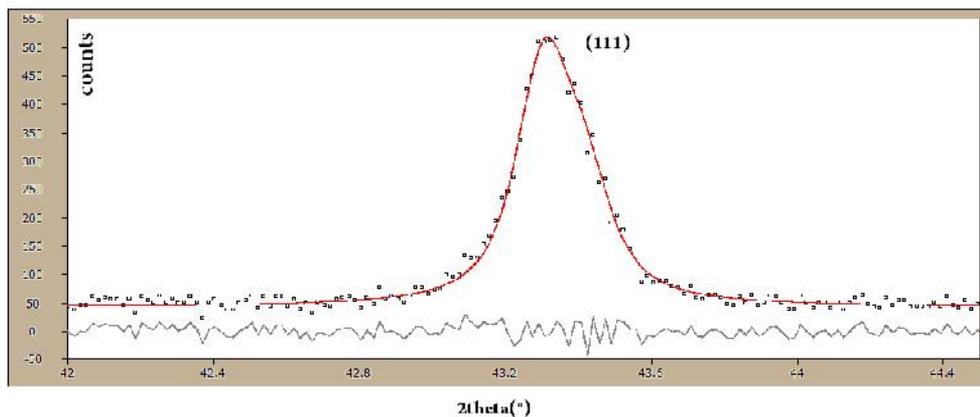


Figure IV.64.b : Vue agrandie du pic (111) du Diffractogramme de rayons X du fil en cuivre tréfilé à $\varepsilon = 87,75\%$, non recuit.

La Figure IV.65.a, montre la courbe du diffractogramme affiné u fil en cuivre déformé à $\epsilon= 91.37\%$, non recuit. L'analyse montre que la distribution des domaines cohérents de diffraction est du type : Lognormal, avec une valeur moyenne de l'ordre de 51,34 nm, et une deviation standard de 27,363 nm.

Paramètre de maille	[nm]	0,3615420
Module du vecteur Burgers	[nm]	0,255649
Densité de dislocations	$\times 10^{14} [m^{-2}]$	13,396
Rayon de coupure effectif	[nm]	13,8537
Fraction des dislocations coins		//////
Taille du domaine de diffraction [nm]		51,34
Standard déviation		27,363
WSS = 4088,49 - Rwp:10,2416% - GoF:0,92552		

Le paramètre M de Wilkens, est le paramètre d'arrangement des dislocations. La valeur de ce paramètre ($M= 0,50705$) est inférieure à l'unité, il y a un fort écrantage des champs de dislocations, une forte corrélation entre les dislocations, et configuration en dipôles. Cela se traduit par une décroissance rapide des champs de contrainte.

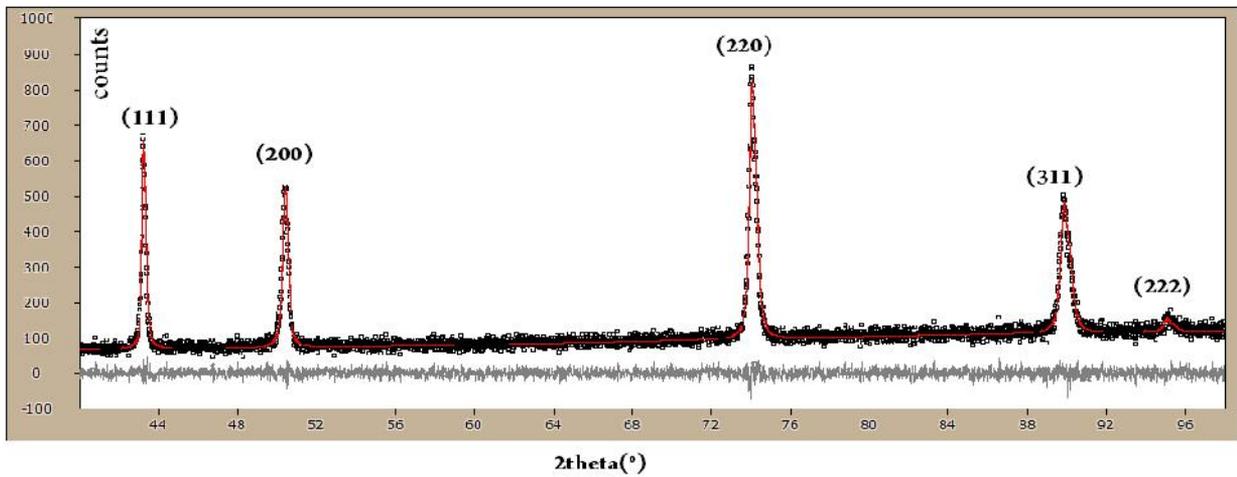


Figure IV.65.a : Diffractogramme de rayons X du fil en cuivre tréfilé à $\epsilon = 91,37\%$, non recuit.

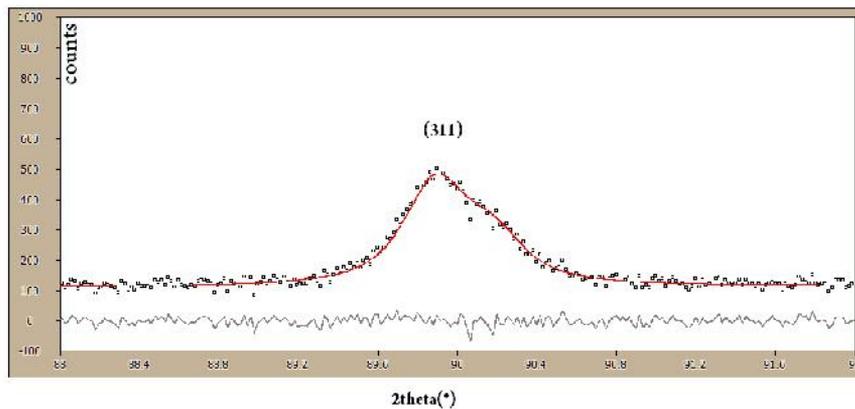


Figure IV.65.b : Vue agrandie du pic (311) du Diffractogramme de rayons X du fil en cuivre tréfilé à $\epsilon= 91,37\%$, non recuit.

La Figure IV.66.a, montre la courbe du diffractogramme affiné u fil en cuivre déformé à $\epsilon = 96.48\%$, non recuit. L'analyse montre que la distribution des domaines cohérents de diffraction est du type : Lognormal, avec une valeur moyenne de l'ordre de 34,50 nm, et une deviation standard de 18,386 nm.

Paramètre de maille	[nm]	0,3614090
Module du vecteur Burgers	[nm]	0,255555
Densité de dislocations	$\times 10^{14} [m^{-2}]$	14,056
Rayon de coupure effectif	[nm]	2,6782
Fraction des dislocations coins		0,4611
Taille du domaine de diffraction [nm]		34,50
Standard déviation		18,386
WSS = 4121,34 - Rwp:10,8190% - GoF:0,92943		

Le paramètre M de Wilkens, est le paramètre d'arrangement des dislocations. La valeur de ce paramètre ($M= 0,10041$) est inférieure à l'unité, il y a un fort écrantage des champs de dislocations, une forte corrélation entre les dislocations, et configuration en dipôles. Cela se traduit par une décroissance rapide des champs de contrainte.

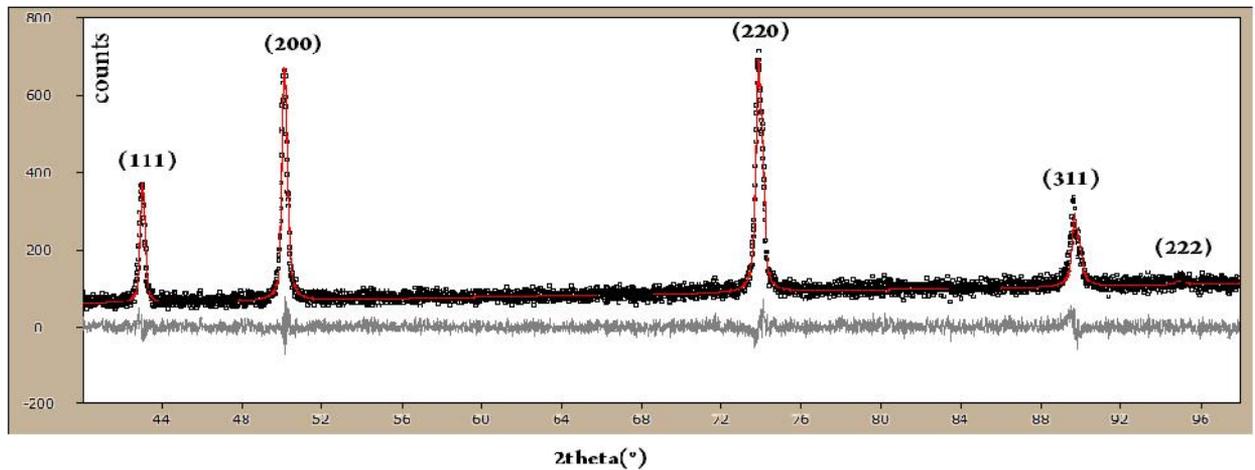


Figure IV.66.a : Diffractogramme de rayons X du fil en cuivre tréfilé à $\epsilon = 96,48\%$, non recuit.

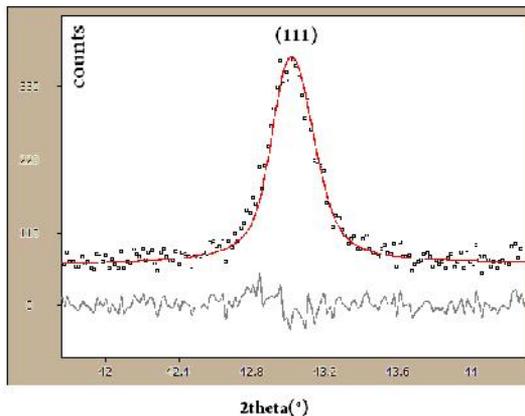


Figure IV.66.b : Vue agrandie du pic (111) du Diffractogramme de rayons X du fil en cuivre tréfilé à $\epsilon = 96,48\%$, non recuit.

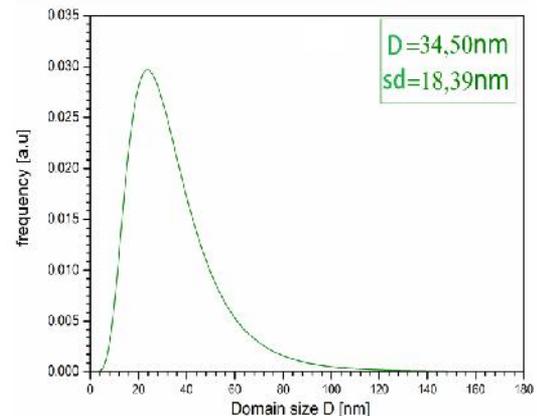


Figure IV.66.c : Distribution log-normale de la taille des domaines cohérents de diffraction pour le fil en cuivre tréfilé à $\epsilon = 96,48\%$, non recuit.

Les profils des pics de diffraction révèlent d'une part un phénomène d'élargissement des pics des diffractogrammes des fils déformés par tréfilage par rapport à ceux du fil machine. L'élargissement des pics est dû à la décroissance de la taille des domaines cohérents de diffraction après le procédé de tréfilage, et à l'augmentation des contraintes internes au niveau de la microstructure provoquant la distorsion du réseau, et enfin à l'augmentation de concentration des défauts dans le matériau, entre autre la densité de dislocation.

Les dimensions de la maille sont affectées par le tréfilage à froid des fils en cuivre, on note que le paramètre de maille (a), diminue durant ce procédé, c'est-à-dire que la maille élémentaire du réseau cristallin du matériau semble se compresser dans toutes les directions sous l'influence des micro-contraintes induites par la déformation plastique, nous avons montré plus haut que la déformation de la maille est isotrope, et que la forme cubique de la maille n'avait été affecté par la déformation au cours du tréfilage. Cependant à l'échelle méso-scopique et macroscopique la déformation par tréfilage est anisotropique, vue l'hétérogénéité de composition, de microstructure du matériau.

D'autre part, on doit noter que parmi les conséquences immédiates de la déformation plastique à froid par tréfilage, la variation notable dans l'intensité des pics des courbes de diffraction (diffractogrammes); Ainsi on remarque que seule l'intensité du pic (220) augmente au cours du tréfilage jusqu'à une certaine valeur puis décroît de façon notable pour finir à sa plus basse valeur pour une déformation de $\varepsilon = 96.48\%$, (échantillon-J-), par contre l'intensité des autres pics [(111), (200), (311), et (222)] diminue au cours du tréfilage.

La déformation plastique par tréfilage induit un changement dans la forme des grains, les grains s'allongent parallèlement à l'axe de tréfilage, d'où il y a apparition de ce qu'on appelle texture de morphologie; au niveau des cristallites (domaines cohérents de diffraction), il y un changement d'orientation de ces cristallites dans l'espace selon des directions géométriques privilégiés, d'où la formation d'une texture d'orientation.

Tableau IV.18 : Ensemble des résultats du calcul PM2K (part.1).

	<i>paramètre De maille</i>	<i>Densité de Dislocation</i>	<i>Rayon effectif de coupure</i>	<i>Paramètre de Wilkens</i>	<i>Diamètre moyen de domaine</i>	<i>Standard Deviation</i>
ϵ [%]	[nm]	$\times 10^{14}$ [m ⁻²]	Re [nm]	M	D [nm]	[nm]
0,00%	0,3616185	2,948	31,2387	0,53635	463,49	211,877
21,23%	0,3616124	5,844	35,5104	0,85846	454,56	242,254
43,75%	0,3615474	8,213	33,6720	0,96500	159,15	20,749
58,56%	0,3616266	8,224	34,3915	0,98628	188,13	2,357
69,75%	0,3615343	10,254	45,2771	1,44986	281,38	149,960
77,44%	0,3615674	11,185	12,3382	0,41264	102,15	25,042
83,50%	0,3615410	11,600	12,4944	0,42554	155,33	31,753
87,75%	0,3615141	13,442	17,0331	0,62450	62,78	32,385
91,37%	0,3615420	13,396	13,8537	0,50705	51,34	27,363
96,48%	0,3614090	14,056	2,6782	0,10041	34,50	18,386

Tableau IV.18 : Ensemble des résultats du calcul PM2K (part.2).

	<i>probabilité de défaut d'empilement</i>	<i>probabilité de défaut de macle</i>	<i>fraction dislocations coins</i>	<i>R_w</i>	<i>R_{exp}</i>	<i>GoF Goodness of Fit</i>
ϵ [%]	α	β	%	%	%	
0,00%	0,00468	7,89E-210	1,0000	7,5427	6,6836	1,12854
21,23%	0,00676	6,99E-172	0,1148	5,7748	5,7071	1,01186
43,75%	0,00595	2,08E-299	0,5000	6,4778	6,6394	0,97566
58,56%	0,00575	3,88E-268	0,2161	6,3444	6,6181	0,95864
69,75%	0,00495	2,12E-128	0,0987	5,7034	6,1008	0,93486
77,44%	0,00400	1,60E-235	0,6874	9,1573	9,7656	0,93771
83,50%	0,00389	1,29E-217	0,9942	7,7822	8,1642	0,95321
87,75%	0,00267	1,13E-14	0,0000	13,2724	14,3038	0,92790
91,37%	0,00191	0,00E+00	0,0000	10,2416	11,0658	0,92552
96,48%	0,00212	5,24E-299	0,4611	10,8190	11,6406	0,92943

IV.4.4. Analyse des profils des raies de diffraction

Comme il a été souligné précédemment, l'élargissement d'un profil de raie de diffraction est influé par plusieurs paramètres dus à l'appareil de mesure, à l'échantillon lui-même, et enfin au manipulateur de l'appareil. L'élargissement d'un profil de raie inclut donc l'élargissement instrumental, l'élargissement provoqué par l'échantillon (effet de taille, effet des distorsions, effet de défauts,...).

Les figures (IV.67 - IV.69) montrent les profils de raies de diffraction des plans (111), (200), (220), (311), et (222), pour tous les fils en cuivre tréfilés à froid et non recuits. L'analyse de ces pics de diffraction montre l'évolution de la FWHM et leurs intensités, ainsi que la forme de leurs profils.

En comparant la FWHM des pics des fils déformés avec la largeur des pics du fil machine, on remarque qu'il y a augmentation de cette largeur, en plus de l'élargissement instrumental, on peut attribuer l'augmentation de largeur aux défauts introduits lors des déformations successives au passage des fils à travers les filières du banc de production dans l'usine.

Les dislocations sont les défauts les plus prépondérants au cours de ces déformations à froid, d'où une part importante de l'élargissement est provoquée par ceux-ci. Prenant l'exemple des plans correspondants au pic (111), la valeur de la FWHM passe de la valeur $0,21346^\circ$ pour le fil machine à $0,23218^\circ$ pour celui du fil tréfilé à $\varepsilon = 67,75\%$; de même on peut voir aisément que pour les plans (200), cette valeur varie de $0,29385^\circ$ à $0,36608^\circ$ pour le fil en cuivre tréfilé à un taux de $\varepsilon = 67,75\%$.

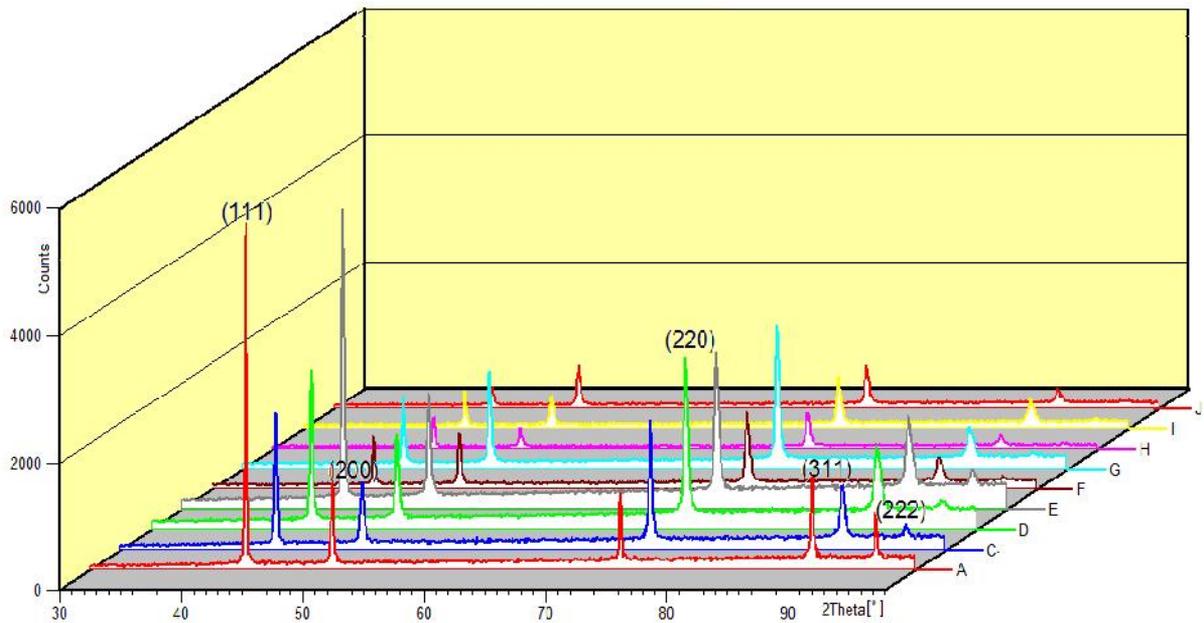


Figure IV.67 : Diffractogrammes du fil machine et des fils tréfilés à froid, vues ensemble en perspective.

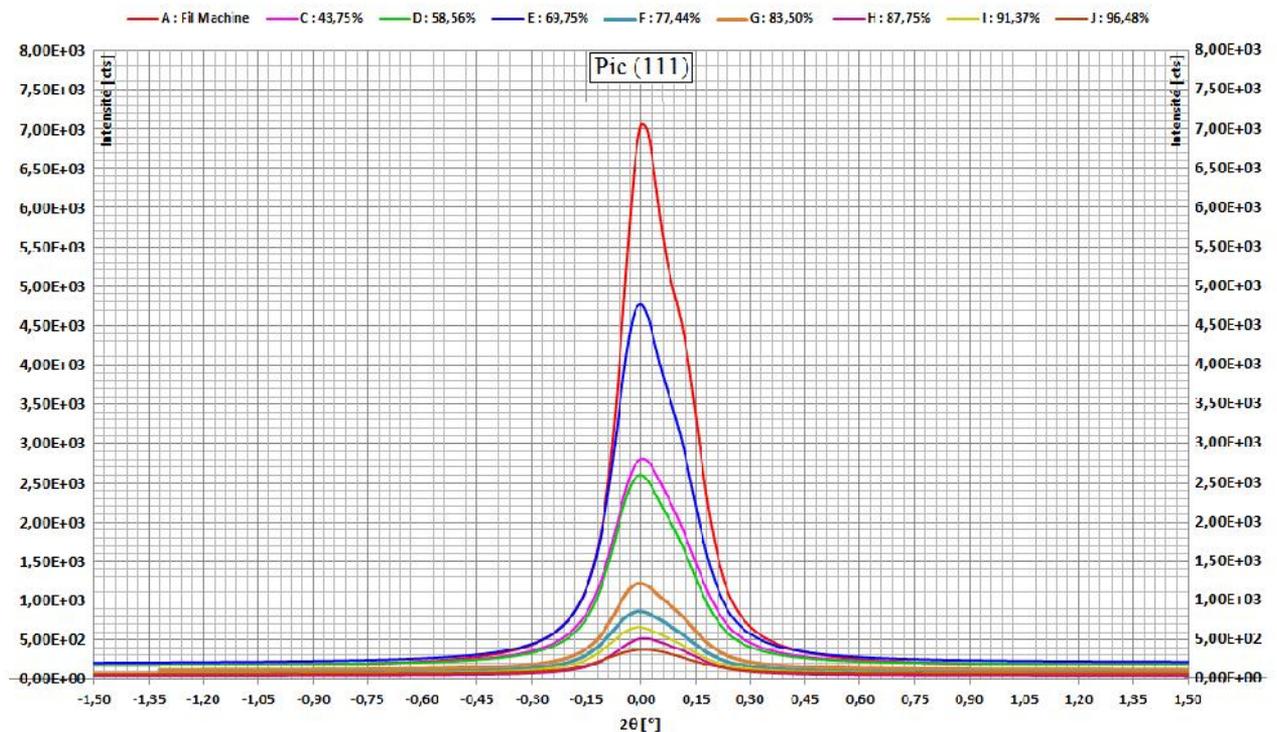


Figure IV.68 : Comparaison entre les 1^{ers} pics (111) des diffractogrammes correspondants aux fils de cuivre tréfilés à différents taux de déformation. Les pics sont tracés par rapport à l'axe vertical passant par leurs sommets.

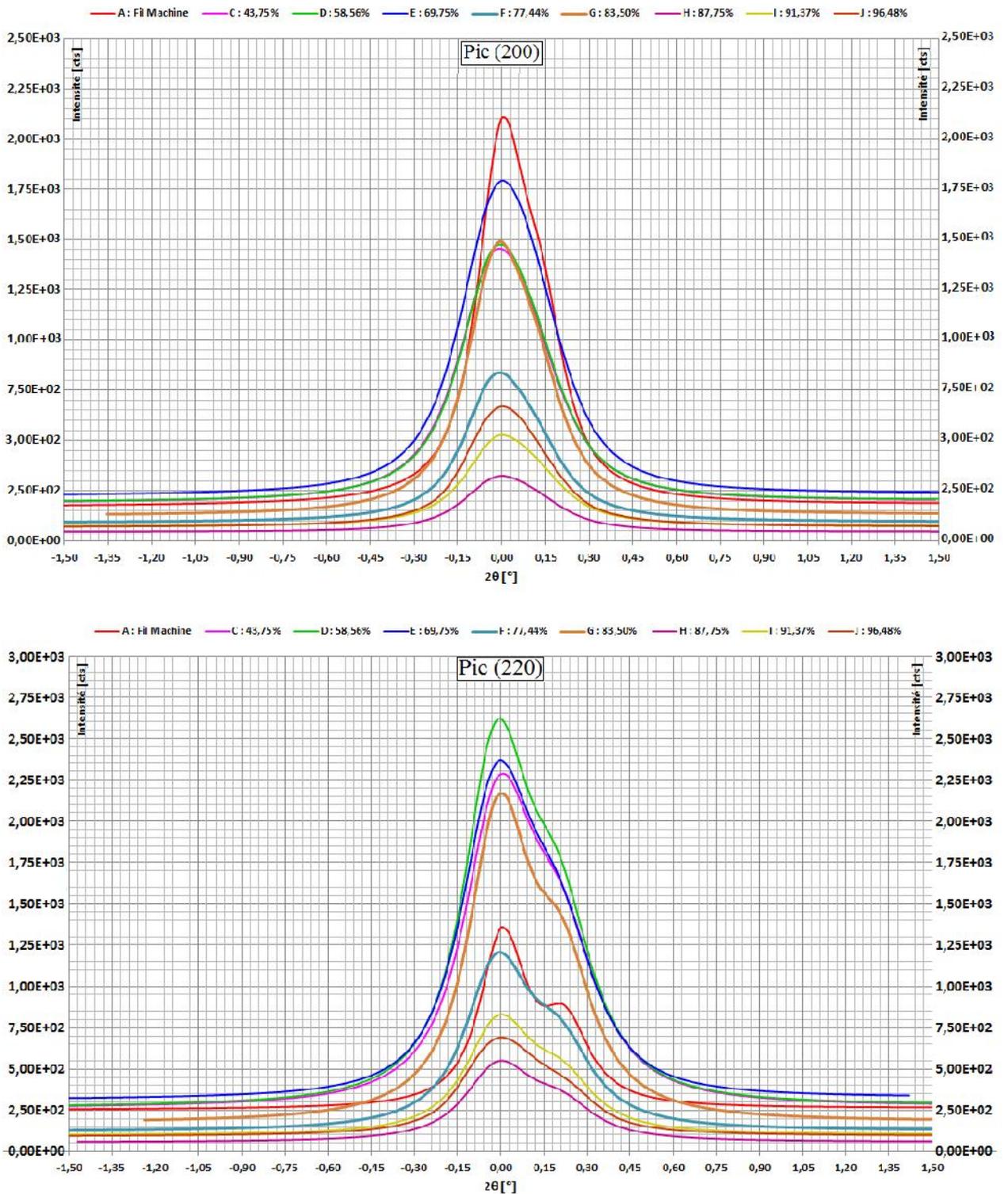


Figure IV.69.a : Comparaison entre les pics (200), et entre les pics (220) des diffractogrammes correspondants aux fils de cuivre tréfilés à différents taux de déformation. Les pics sont tracés par rapport à un axe vertical passant par leurs sommets.

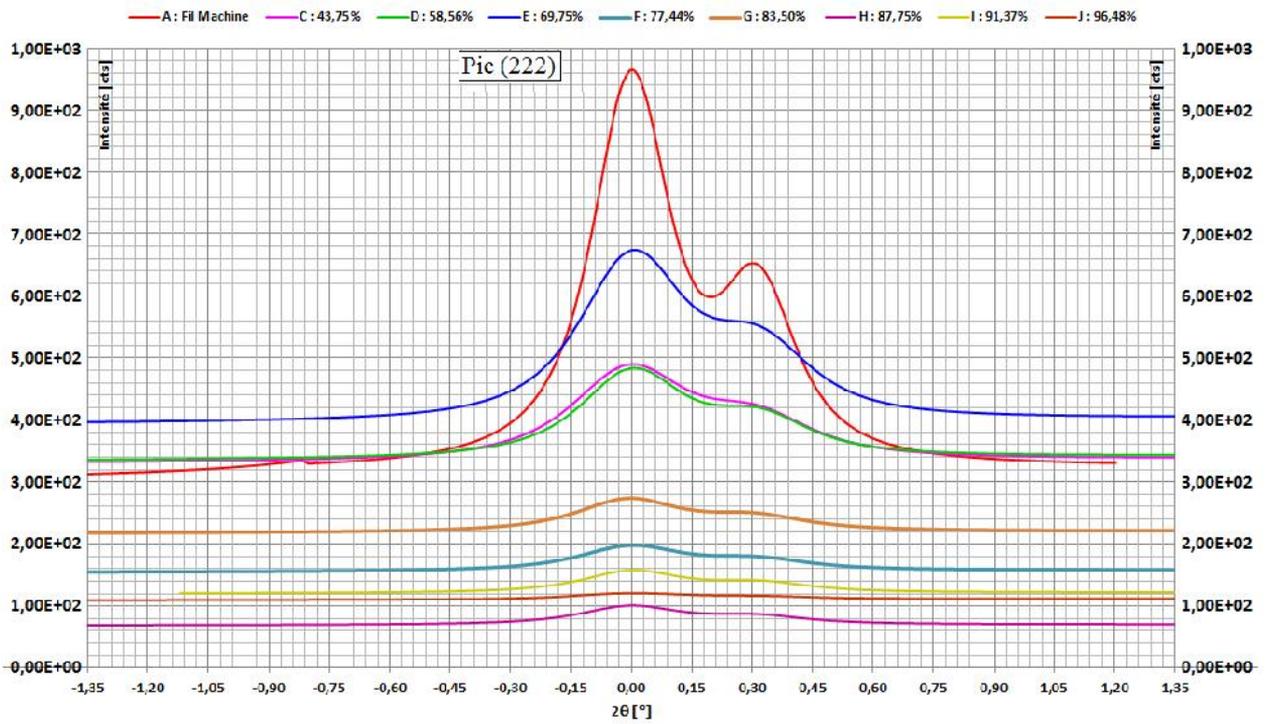
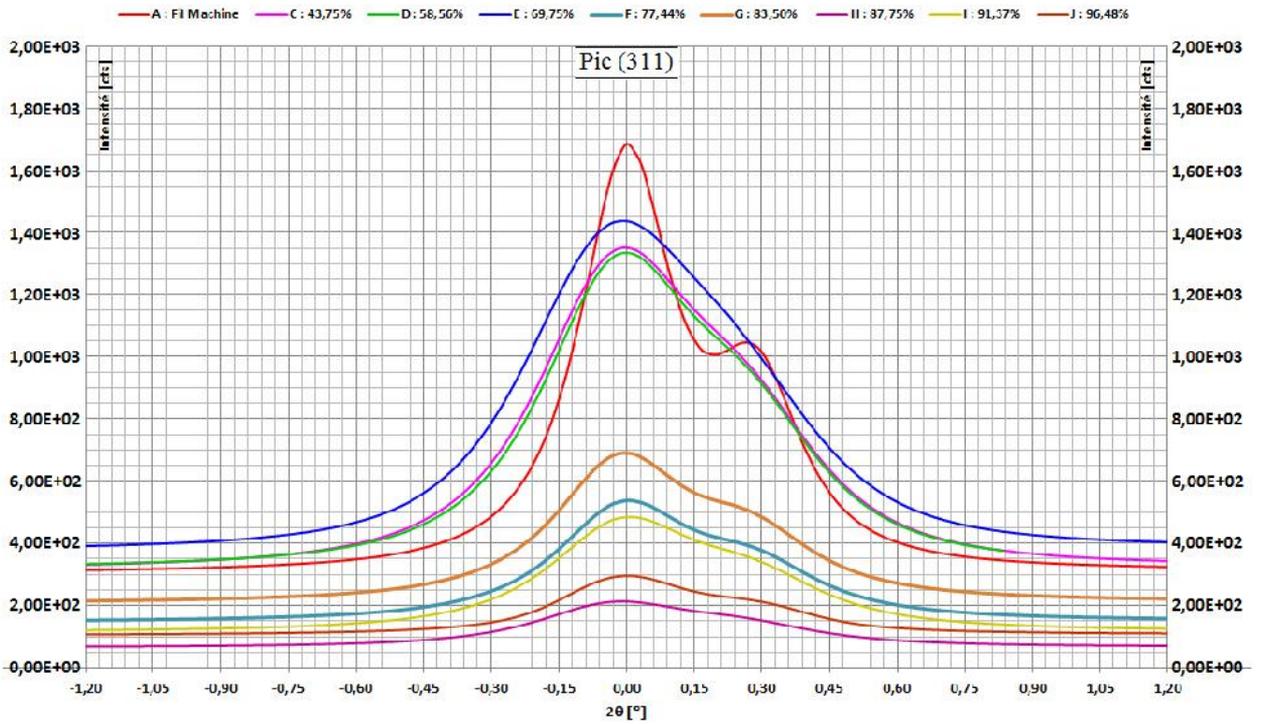


Figure IV.69.b : Comparaison entre les pics (311), et entre les pics (222) des diffractogrammes correspondants aux fils de cuivre tréfilés à différents taux de déformation. Les pics sont tracés par rapport à un axe vertical passant par leurs sommets.

Tableau IV.19: Résultats de l'analyse des profils de diffractions pour les pics (111) et (200).

Echantillon		Aire Absolue	Aire relative P(%)	FWHM	Demi-largeur gauche	Demi-largeur droite	Centre du Pic	Centre du Pic	Hauteur	Centroïde	Centroïde
	ε [%]	u.a	[%]	[°]	[°]	[°]	[°]	Pos. [°.]	u.a	[°]	Pos. [°]
Pic (111)											
A	0,00%	1822,61	88,98	0,21346	0,06914	0,14432	0	42,8632	7045,47	0,03756	42,9008
C	43,75%	1070,24	72,01	0,25628	0,10009	0,1562	0	42,9640	2806,19	0,03008	42,9941
D	58,56%	972,11	67,85	0,24894	0,10096	0,14798	0	43,1850	2601,64	0,02437	43,2094
E	69,75%	1491,82	73,68	0,23218	0,09085	0,14133	0	43,2852	4769,02	0,02514	43,3103
F	77,44%	352,47	70,66	0,26577	0,11438	0,15139	0	43,3106	862,30	0,02732	43,3379
G	83,50%	470,33	65,75	0,25293	0,1034	0,14952	0	43,3160	1217,96	0,03288	43,3489
H	87,75%	208,18	67,55	0,25992	0,09787	0,16205	0	43,3020	517,72	0,02594	43,3279
I	91,37%	286,55	65,85	0,26962	0,11912	0,1505	0	43,2866	657,39	0,00898	43,2956
J	96,48%	232,19	63,05	0,32438	0,14359	0,18079	0	42,9797	374,25	0,01936	42,9991
Pic (200)											
A	0,00%	962,00	70,13	0,29385	0,10456	0,18929	0	49,9911	2104,91	0,03926	50,0304
C	43,75%	928,62	80,76	0,39836	0,18815	0,2102	0	49,9559	1451,89	0,01105	49,9670
D	58,56%	1024,88	75,21	0,39204	0,18225	0,2098	0	50,2824	1473,63	0,01382	50,2962
E	69,75%	1186,78	77,59	0,39908	0,18043	0,21865	0	50,4167	1794,38	0,01276	50,4295
F	77,44%	512,79	75,22	0,35549	0,16153	0,19396	0	50,4343	836,66	0,01414	50,4484
G	83,50%	753,78	78,22	0,33221	0,14447	0,18775	0	50,4359	1488,33	0,04917	50,4851
H	87,75%	223,24	73,82	0,38386	0,17055	0,21331	0	50,4183	324,82	0,02372	50,4420
I	91,37%	354,38	73,00	0,37423	0,16114	0,21309	0	50,4006	527,40	0,02259	50,4232
J	96,48%	402,48	76,02	0,35033	0,15465	0,19568	0	50,1956	670,13	0,02049	50,2161

Tableau IV.20: Résultats de l'analyse des profils de diffractions pour les pics (220) et (311).

Echantillon		Aire Absolue	Aire relative P(%)	FWHM	Demi-largeur gauche	Demi-largeur droite	Centre du Pic	Centre du Pic	Hauteur	Centroïde	Centroïde	
		ϵ [%]	u.a	[%]	[°]	[°]	[°]	Pos. [°.]	u.a	[°]	Pos. [°]	
Pic (220)												
A	Fil Machine	1 ^{er}	589,10	43,52	0,34632	0,11238	0,23394	0	73,7264	1356,17	-0,1055	73,6209
		2 ^{ème}	249,78	18,45	0,1594	0	0,1594	0,2507	73,7264	819,29	0,5288	74,2552
FWHM moyen.				0,42602								
C	43,75%	1640,01	80,09	0,47088	0,16445	0,30642	0	73,7367	2282,56	0,03904	73,7757	
D	58,56%	1773,50	80,47	0,44851	0,16238	0,28612	0	74,0129	2619,31	0,07093	74,0838	
E	69,75%	1617,39	81,50	0,47118	0,17469	0,2965	0	74,0929	2367,31	0,03503	74,1279	
F	77,44%	811,37	79,34	0,4404	0,1575	0,28291	0	74,1070	1206,44	0,04688	74,1539	
G	83,50%	1241,25	84,43	0,42377	0,14243	0,28134	0	74,1232	2165,34	0,09026	74,2135	
H	87,75%	355,27	82,80	0,44711	0,15859	0,28852	0	74,1675	551,44	0,07955	74,2471	
I	91,37%	582,20	77,68	0,44843	0,15822	0,29021	0	74,1009	831,09	0,05106	74,1520	
J	96,48%	518,39	79,15	0,46371	0,17031	0,2934	0	73,8917	691,56	0,06307	73,9548	
Pic (311)												
A	Fil Machine	1 ^{er}	577,22	48,05	0,37829	0,19448	0,18381	0.1	89,5670	965,56	-0,18373	89,4835
		2 ^{ème}	274,19	22,82	0,56814	0,10026	0,46788	0,40104	89,5670	652,44	0,55408	90,5221
FWHM moyen.				0,66236								
C	43,75%	1579,06	80,05	0,71792	0,29084	0,42708	0	89,6270	1351,93	0,03742	89,6644	
D	58,56%	1562,96	80,20	0,70708	0,28063	0,42646	0	89,7852	1335,47	0,04227	89,8275	
E	69,75%	1547,23	83,00	0,77659	0,33387	0,44273	0	89,9403	1437,41	0,06464	90,0049	
F	77,44%	641,88	76,43	0,70684	0,26337	0,44347	0	89,9119	537,89	0,05252	89,9644	
G	83,50%	679,20	73,60	0,73284	0,2834	0,44945	0	89,8984	690,04	-0,0298	89,8686	
H	87,75%	284,98	77,74	0,80978	0,33723	0,47256	0	89,9376	213,45	0,03382	89,9714	
I	91,37%	564,35	79,50	0,70416	0,26484	0,43932	0	89,9081	484,82	0,04920	89,9573	
J	96,48%	395,79	74,17	0,77488	0,29296	0,48193	0	89,6676	295,87	0,05497	89,7226	

Tableau IV.21: Résultats de l'analyse des profils de diffractions pour le pic (222).

Echantillon		Aire Absolue	Aire relative P(%)	FWHM	Demi-largeur gauche	Demi-largeur droite	Centre du Pic	Centre du Pic	Hauteur	Centroïde	Centroïde	
		ϵ [%]	u.a	[%]	[°]	[°]	[°]	Pos. [°.]	u.a	[°]	Pos. [°]	
Pic (222)												
A	Fil Machine	1 ^{er}	577,22	48,05	0,3783	0,1945	0,1838		94,8160	965,56	-0,1837	94,7325
		2 ^{ème}	274,19	22,82	0,5681	0,1003	0,4679			652,44	0,5541	95,7711
FWHM moyen.				0,6624								
C	43,75%	941,42	65,62	2,5232	1,2031	1,3201	0	94,8048	489,69	0,0725	94,8773	
D	58,56%	894,22	62,17	2,3895	1,11960	1,2700	0	95,0668	483,59	0,0881	95,1549	
E	69,75%	1103,11	62,97	2,3728	1,11960	1,2533	0	95,1532	673,64	0,0812	95,2344	
F	77,44%	386,47	66,87	2,3060	1,0026	1,3034	0	95,1428	197,94	0,1583	95,3011	
G	83,50%	576,76	63,35	2,4731	1,1697	1,3034	0	95,1175	273,79	0,0788	95,1963	
H	87,75%	1 ^{er}	96,70	36,36	1,2031	0,9859	0,2172	0	95,0984	100,91	-0,3355	94,7629
		2 ^{ème}	78,85	29,65	1,0360	0,0334	1,0026	0,26736		87,73	0,7412	96,1070
FWHM moyen.				1,7211								
I	91,37%	1 ^{er}	128,68	36,79	0,23394	0,9358	0,7185	0	95,1637	157,88	-0,2201	94,9437
		2 ^{ème}	109,25	31,23	1,08615	0,8355	0,0501	0,28407		142,17	0,6482	96,0959
FWHM moyen.				1,3535								
J	96,48%	279,51	62,21	1,3368	2,4564	1,1363	0		120,85	0,1041		

En outre, une différence de taille des domaines cohérents de diffraction entre le fil machine et ceux des fils tréfilés à froid, on peut remarquer que la taille moyenne des domaines cohérents de diffraction pour le fil machine est de l'ordre de 463,49 nm mais cette valeur diminue au fur à mesure que les fils sont tréfilés à des taux de déformation de plus en plus grand, si bien que la taille moyenne des domaines cohérents de diffraction chute jusqu'à une valeur 34,50 nm, pour un fil déformé à $\varepsilon = 96,48\%$.

L'intensité des pics varie de manière significative depuis l'état non déformé (fil machine), jusqu'aux états différents déformés. Le pic relatif aux plans cristallins (111) diminue remarquablement, de la même manière, on remarque que le pic (200) diminue aussi presque de la même façon que le pic (111), alors que l'intensité du pic (220) augmente de manière significative. Les pics (311) et (222) diminuent tellement que le 5^{ème} pic (222) semble s'estomper.

De manière générale, La variation des intensités des pics relatent un changement de texture du matériau au cours de tréfilage. Le matériau déformé développe donc une texture dite « texture de déformation ». Pour décrire une texture quelconque de la manière la plus satisfaisante et complète, on doit donner sa fonction de distribution des orientations cristallines (FDOC) qui est une fonction statistique qui caractérise la texture cristalline de la phase étudiée. Cette analyse requiert l'utilisation d'un diffractomètre à 4 cercles [39-41].

Les métallurgistes physiciens représentent souvent une composante de texture présente dans le matériau par son plan et sa direction cristallographique respectivement parallèles à un plan et à une direction caractéristiques de l'éprouvette : la texture des fils est donnée par les familles d'orientations $\langle hkl \rangle // DN$ (texture de fibre), car une direction cristallographique $\langle hkl \rangle$ a dans chaque grain tendance à s'aligner avec l'axe principal de révolution du fil. Nous rappelons que pour un cristal de structure cubique de paramètre de maille "a", les directions $\langle hkl \rangle$ représentent l'ensemble des directions perpendiculaires aux plans réticulaires $\{hkl\}$ parallèles et équidistants [42, 43].

Un traitement thermique de recuit isotherme, réalisé sur les échantillons déformés, sous vide primaire à des températures constantes $T = 200^\circ C, 300^\circ C, 400^\circ C, \text{ et } 400^\circ C$, a entraîné une modification des profils des pics de diffraction. Le recuit de provoque des transformations statiques de restauration et recristallisation des échantillons, c'est ainsi que la diminution de la densité de dislocation, des autres défauts non listés causent la diminution de la FWHM des pics.

La diminution des contraintes internes du matériau implique un déplacement des pics dans le sens contraires des déplacements causés par la déformation, il y a un phénomène de relaxation, un retour vers un état d'équilibre.

La recristallisation du matériau et le réarrangement des grains par des mouvements de rotation, causent des changements dans les intensités pics de diffraction au cours et après le traitement thermique de recuit.

IV.4.5. Calcul de l'énergie stockée par analyse des profils de diffraction

L'énergie stockée lors d'une déformation plastique résulte de l'accumulation des défauts cristallins, notamment les dislocations. Parmi les méthodes de mesure sont basées sur la détermination de la concentration de ces défauts.

Il est connu que la déformation plastique des matériaux induit un élargissement des profils de diffraction, dans lequel les dislocations ont un rôle prépondérant. Une méthode indirecte de mesure de l'énergie stockée consiste à estimer cette énergie à partir de l'élargissement des profils de diffraction, en calculant la densité de dislocations dans le matériau.

Néanmoins, afin d'évaluer correctement l'énergie stockée, non seulement la densité de dislocations doit être prise en compte, mais en plus, leur distribution y joue un rôle important. Donc, la densité de dislocations ne peut pas être séparée de la portée moyenne de leur champ de déformation. Hormis la méthode d'analyse du profil de diffraction, les autres techniques indirectes ne fournissent aucun détail sur cette distribution, et par conséquent, la détermination de l'énergie stockée par ces méthodes, est incomplète, donc elle nécessite la considération d'autres hypothèses.

Dans un certain nombre travaux, l'énergie stockée dans les matériaux (surtout les métaux), due aux dislocations est calculée par une expression assez simplifiée :

$$E_{st} = c\mu\rho b^2 \ln\left(\frac{R_e}{b}\right) \dots\dots\dots \text{Eq.IV.19}$$

Où : $\mu = 48$ GPa module de cisaillement du cuivre, ρ : densité de dislocations, b : module du vecteur de Burgers, R_e : rayon effectif externe de coupure, et $c = 0,5$: constante exprimant une population mixte de dislocations (vis-coins).

L'équation précédente a été corrigée par Wilkens en introduisant la notion du paramètre d'arrangement M , exprime la distribution des dislocations dans la matrice, c'est-à-dire en introduisant le concept de champ de contrainte.

Pour une densité de l'ordre de $10^{+15} m^{-2}$, on avait trouvé une valeur d'énergie stockée par DSC de l'ordre de $5,7 J/mol$ [44]. D'un autre côté, il a été trouvé pour l'énergie stockée dans les grains des fils tréfilés en cuivre (déformés à 38% d'aire), selon des directions cristallographiques définies, par analyse des profils de diffraction de neutrons, des valeurs de l'ordre de $2 \sim 5 J/mol$ [41].

Tableau IV.22: Résultats de calcul de l'énergie stockée.

		Densité de dislocations	Rayon de coupure effectif	paramètre Wilkens	Energie stockée
Ech.	$\varepsilon[\%]$	$[m^{-2}]$	$[m]$	M	J/mol
A	0,00%	2,95E+14	3,12E-08	0,53635	3,14
B	21,23%	5,84E+14	3,55E-08	0,85846	6,38
C	43,75%	8,21E+14	3,37E-08	0,96500	8,87
D	58,56%	8,22E+14	3,44E-08	0,98628	8,92
E	69,75%	1,03E+15	4,53E-08	1,44986	11,74
F	77,44%	1,12E+15	1,23E-08	0,41264	9,59
G	83,50%	1,16E+15	1,25E-08	0,42554	9,98
H	87,75%	1,34E+15	1,70E-08	0,62450	12,49
I	91,37%	1,34E+15	1,39E-08	0,50705	11,83
J	96,48%	1,41E+15	2,68E-09	0,10041	7,30

En étudiant les liens entre hétérogénéités de déformation et mécanismes de recristallisation, appliqués au cuivre et ses alliages, Gerber (2002) [45], avait calculé l'énergie stockée dans les fils laminés à froid, à différents taux de déformation, en tenant compte des orientations des grains dans les matériaux déformés, c'est-à-dire de la texture cristalline, il avait mesuré des énergies stockées de l'ordre de $1,23 \sim 11,40 J/mol$, pour des densités de dislocations ρ dans l'intervalle $6,77 \times 10^{+14} \sim 4,00 \times 10^{+15} m^{-2}$ et des rayons de coupures R_e allant de $11,6 \text{ nm}$ à $59,3 \text{ nm}$, dans le cas d'un matériau laminé à 70% ; par contre pour un matériau déformé à 98%, il avait trouvé des valeurs de l'énergie stockée de l'ordre de $0,37 \sim 20,44 J/mol$, des densité de dislocation de l'ordre de $2,08 \times 10^{+14} \sim 6,65 \times 10^{+15} m^{-2}$, et enfin des rayons de coupures dans la plage suivante : $11,3 \sim 62,7 \text{ nm}$.

IV.4.6. Analyse des profils de diffraction pour les fils en cuivre tréfilés et recuits

La Figure IV.70, montre les résultats graphiques de la procédure WPPM (*Whole Powder Pattern Modeling*), on y voit le profil de diffraction affiné des diffractogrammes, dans le cas des fils électriques en cuivre déformés à $\varepsilon = 43,75\%$ à froid, et recuits de manière isotherme sous une température constante $T = 200^\circ\text{C}$ sous vide primaire. Le tableau IV.23, résume les résultats des calculs effectués par cette méthode.

L'accord entre les courbes expérimentales (en noir) et modélisées (lignes continues rouges), est tout à fait satisfaisant. Sur les figures, le résidu est marqué par la ligne grise inférieure, il représente la différence entre les données expérimentales et modélisées. On peut voir que la forme du résidu est assez plate et sans reliefs, ce qui indique une bonne convergence. On remarque l'existence des cinq premiers pics typiques du cuivre : (111), (200), (220), (311), et (222). Ces pics sont compatibles avec la fiche A.S.T.M.

On remarque que l'intensité relative à ces cinq premiers pics, diminue un peu après presque un recuit d'une heure. On remarque aussi que la FWHM de ces pics décroît légèrement dans le temps, cela peut-être expliqué par une diminution des contraintes internes et des défauts induits par une déformation ultérieure, au cours de la restauration, et cela se traduit par la diminution de la densité de dislocations de les fils pendant le recuit. Par contre nous avons remarqué par analyse par la microscopie optique que ce taux de réduction, cette température (200°C) ne sont pas suffisants pour déclencher le processus la recristallisation.

La probabilité nette de défaut de déformations (défaut d'empilement) dont la valeur indique les chances pour qu'il y ait formation de ce type de défaut plans dans le matériau, décroît dans le temps [46, 47].

Les valeurs du paramètre d'arrangement de Wilkens avoisinent l'unité ($M \approx 1$), ce qui implique que la portée d'une dislocation, s'arrête au voisinage de la dislocation la plus proche. On remarque bien que la valeur de ce paramètre évolue 0,9650 vers 1,0145, ce qui indique que l'arrangement des dislocations change d'un état où la distribution est relativement corrélé vers un état où la distribution est moins régulière et non-corrélée décrit par un arrangement quasi-homogène, après le recuit, cela induit le mouvement de dislocation accompagné d'une significative annihilation et un rétrécissement des structures des cellules de dislocations[48]. Thermodynamiquement, le matériau est dans une configuration à faible énergie Cette situation implique donc $R_e \approx \rho^{-1/2}$ [49-51].

La Figure IV.71, montre les résultats graphiques de la procédure WPPM (*Whole Powder Pattern Modeling*), on y voit le profil de diffraction affiné des diffractogrammes, dans le cas des fils électriques en cuivre déformés à $\varepsilon = 43,75\%$ à froid, et recuits de manière isotherme sous une

température constante $T = 300^{\circ}\text{C}$ sous vide primaire. Le tableau IV.24, résume les résultats des calculs effectués par cette méthode.

L'accord entre les courbes expérimentales (en noir) et modélisées (lignes continues rouges), est tout à fait satisfaisant. Sur les figures, le résidu est marqué par la ligne grise inférieure, il représente la différence entre les données expérimentales et modélisées. On peut voir que la forme du résidu est assez plate et sans reliefs, ce qui indique une bonne convergence. Ces constatations sont confirmées par les valeurs basses du WSS entre 4811,76 et 6557,80 ; ainsi que l'indice Gof dont est compris entre 0,9063 et 1,0563.

On remarque que l'intensité relative au pic (111) augmente à la 64^{ème} minute, et l'intensité relative aux pics (200) et (220) augmente après un court recuit puis diminue, en restant plus grand que la 1^{ère} minute ; par contre les pics (311) et (222) voient leur intensité finale augmenter de moins 5%.

La FWHM de ces pics décroît légèrement dans le temps, cela peut-être expliqué par une diminution des contraintes internes et des défauts induits par une déformation ultérieure, au cours de la restauration, et cela se traduit par la diminution de la densité de dislocations des fils pendant le recuit. Par contre nous avons remarqué par analyse par la microscopie optique que pour ce taux de réduction, et à cette température (200°C), la recristallisation se déclenche dès la 16^{ème} minute du temps de recuit, ensuite le processus de transformation de recristallisation se poursuit de manière monotone, au bout d'une heure le matériau est entièrement recristallisé.

La probabilité nette de défaut de déformations ne change pratiquement durant le recuit est resté au voisinage de $\sim 0,005$. La valeur du paramètre d'arrangement de Wilkens (M), chute de 1,3590 vers 0,1665, il a été noté que pour un facteur d'arrangement ($M \gg 1$), il y a un faible écrantage des champs de dislocations, qui se traduit par une décroissance lente des champs de contrainte (champs larges), c'est le cas où les zones dans lesquelles *les dislocations distribuées aléatoirement contiennent beaucoup de dislocations. Cette configuration est caractérisée par une haute énergie*. Par contre pour des valeurs de facteur ($M \ll 1$), il y a un fort écrantage des champs de dislocations et la corrélation entre dislocations est forte, la distribution des dislocations décrit une configuration en dipôles ou multipôles. Cela se traduit par une décroissance rapide des champs de contrainte, c'est-à-dire que l'étendue de champ de déformation des dislocations est très courte (champs courts), ce qui implique que la portée d'une dislocation, s'arrête au voisinage de la dislocation la plus proche, cela s'explique par un mouvement de dislocation accompagné d'une significative annihilation et un rétrécissement des structures des cellules de dislocations[48]. Thermodynamiquement, *le matériau est dans une configuration caractérisée par une énergie totale faible* [50, 51].

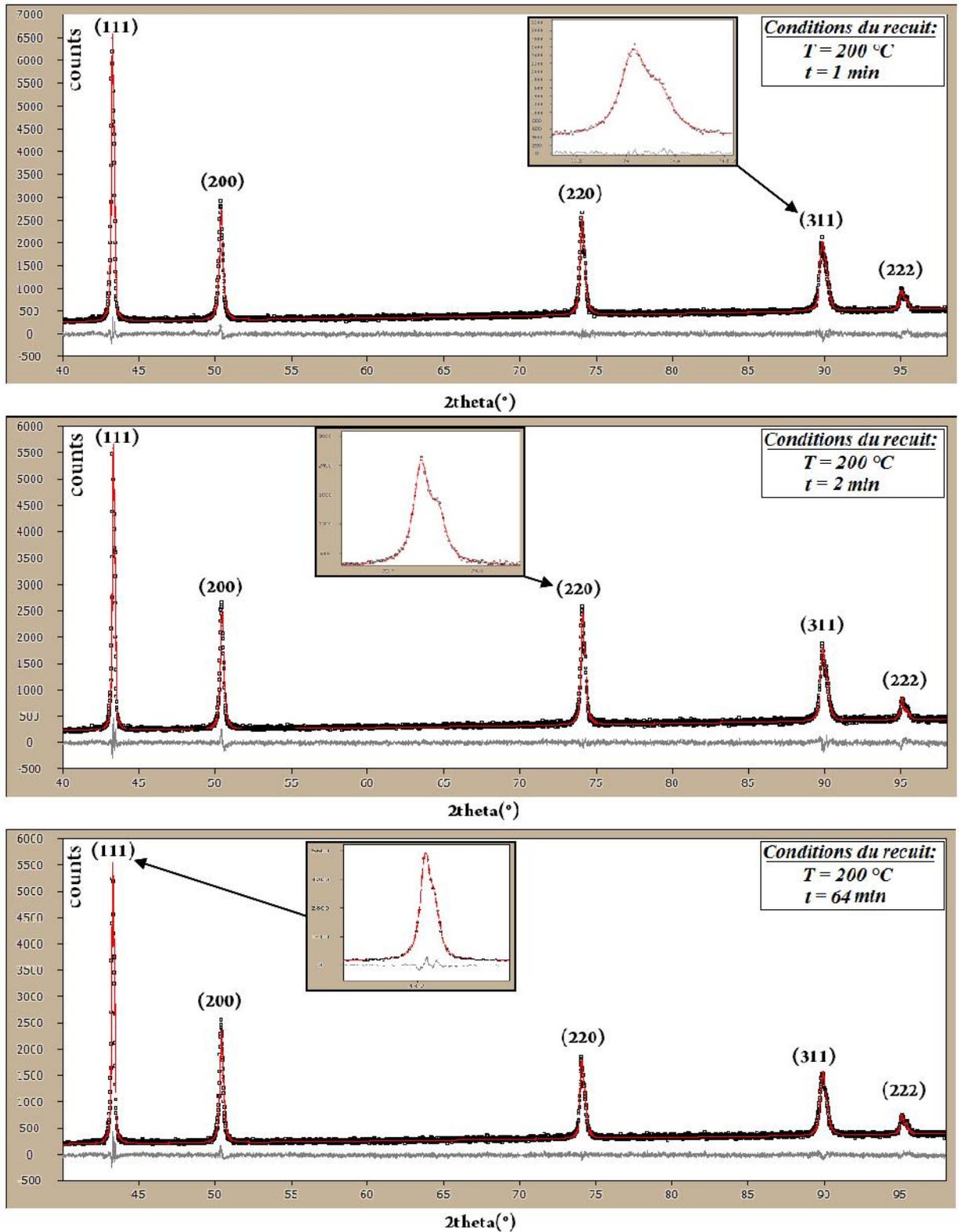


Figure IV.70 : Diffractogramme de rayons X du fil en cuivre déformé à $\epsilon = 43,75\%$, et recuit à la température constante $T=200^\circ\text{C}$, pendant : 1, 2, et 64 min respectivement, affinés par le PM2k. La courbe mesurée (en noir), la courbe calculée (la ligne rouge continue) et le résidu différentiel (la ligne grise d'en bas).

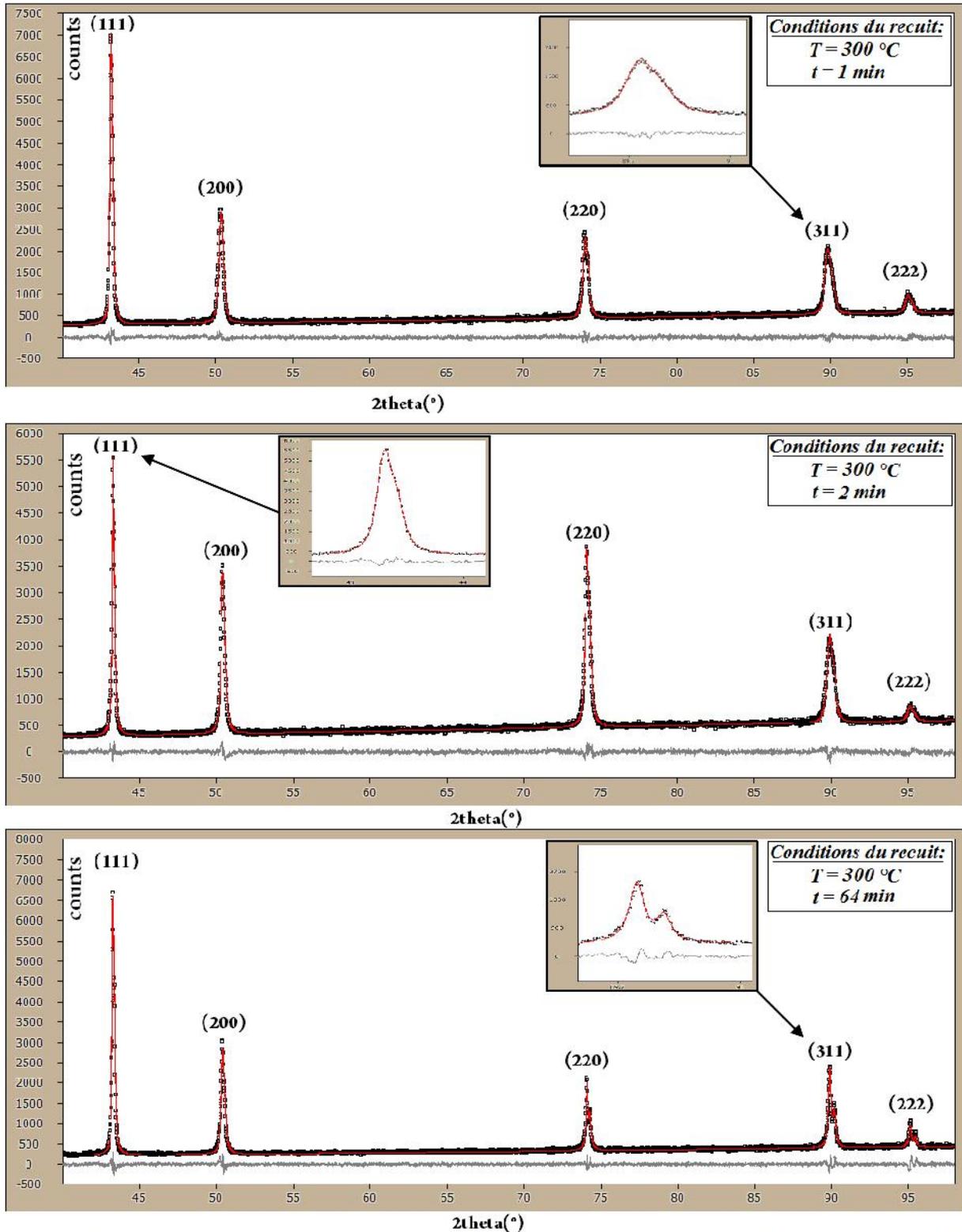


Figure IV.71 : Diffractogramme de rayons X du fil en cuivre déformé à $\epsilon = 43,75\%$, et recuit à la température constante $T=300^\circ\text{C}$, pendant : 1, 2, et 64 min respectivement, affinés par le PM2k. La courbe mesurée (en noir), la courbe calculée (la ligne rouge continue) et le résidu différentiel (la ligne grise d'en bas).

Tableau IV.23: Résultats du calcul PM2k sur les diffractogrammes des fils en cuivre tréfilés à froid à un taux de $\varepsilon = 43,75\%$, et recuits pendant des temps différents, à $T=200^\circ\text{C}$.

	Non recuit	1 min	2 min	64 min
Paramètre de maille [nm]	0,361547	0,361547	0,361646	0,361572
Module du vecteur Burgers [nm]	0,255653	0,255694	0,255722	0,255670
Densité de dislocations $\times 10^{14} [m^{-2}]$	8,213	8,125	7,202	7,278
Rayon effectif de coupure [nm]	33,67	33,40	30,23	37,61
Fraction des dislocations coins f_e	0,5000	0,3570	0,1123	0,3319
Facteur de Wilkens M	0,9650	0,9521	0,8113	1,0145
Moyenne lognormal μ [nm]	5,062	38,646	16,921	16,241
Variance de la distribution σ	0,4356	0,1000	,01071	0,3544
Probabilité nette de défaut d'empilement α	0,00595	0,00521	0,00440	0,00364
Probabilité de défaut de macle β	2,08E-299	0,00000	1,74 ^E -04	1,73 ^E -04
WSS	6081,45	4813,8	5174,12	4803,85
Rwp	6,4778	5,3828	6,0237	6,1568
Rexp	6,6394	5,7953	6,2538	6,6356
GoF	0,9757	0,9288	0,9632	0,9279

Tableau IV.24: Résultats du calcul PM2k sur les diffractogrammes des fils en cuivre tréfilés à froid à un taux de $\varepsilon = 43,75\%$, et recuits pendant des temps différents, à $T=300^\circ\text{C}$.

	Non recuit	1 min	2 min	64 min
Paramètre de maille [nm]	0,361547	0,361597	0,361608	0,361661
Module du vecteur Burgers [nm]	0,255653	0,25568	0,255696	0,255733
Densité de dislocations $\times 10^{14} [m^{-2}]$	8,213	8,094	7,773	7,501
Rayon effectif de coupure [nm]	33,6720	47,77	31,46	6,08
Fraction des dislocations coins f_e	0,50000	0,6916	0,9074	0,0000
Facteur de Wilkens M	0,96500	1,3590	0,8772	0,1665
Moyenne lognormal μ [nm]	5,061388	9,967	20,630	25,014
Variance de la distribution σ	0,4356	0,5000	0,1001	0,3544
Probabilité nette de défaut d'empilement α	0,00595	0,00519	0,00542	0,00552
Probabilité de défauts de macle β	2,08E-299	///	///	///
WSS	6081,45	4811,76	4828,45	6557,80
Rwp	6,4778	5,1828	5,0378	6,9530
Rexp	6,6394	5,7293	5,5589	6,5822
GoF	0,9757	0,9046	0,9063	1,0563

La Figure IV.72, montre les résultats graphiques de la procédure WPPM (*Whole Powder Pattern Modeling*), on y voit le profil de diffraction affiné des diffractogrammes, dans le cas des fils électriques en cuivre déformés à $\varepsilon = 43,75\%$ à froid, et recuits de manière isotherme sous une température constante $T = 400^\circ\text{C}$ sous vide primaire. Le tableau IV.25, résume les résultats des calculs effectués par cette méthode.

L'accord entre les courbes expérimentales (en noir) et modélisées (lignes continues rouges), est tout à fait satisfaisant. Sur les figures, le résidu est marqué par la ligne grise inférieure, il représente la différence entre les données expérimentales et modélisées. On peut voir que la forme du résidu est assez plate et sans reliefs, ce qui indique une bonne convergence. Ces constatations sont confirmées par les valeurs basses du WSS entre 4581,48 et 6081,45; ainsi que l'indice Gof dont est compris entre 0,9061 et 0,9760.

On remarque que l'intensité des pics (111), (200), (311) et (222) augmente à la 64^{ème} minute, par contre celle du pic (220) fluctue entre deux maximum au début du recuit et vers la fin.

On remarque que l'intensité relative à ces cinq premiers pics, diminue un peu après presque un recuit d'une heure. On remarque aussi que la FWHM de ces pics décroît remarquablement dans le temps, cela peut-être expliqué par une diminution des contraintes internes et des défauts induits par une déformation ultérieure, au cours de la restauration, et cela se traduit par la diminution de la densité de dislocations de les fils pendant le recuit, cette densité chute de la valeur $\rho = 8,213 \times 10^{+14} \text{ m}^{-2}$ avant le recuit vers $\rho = 3,155 \times 10^{+14} \text{ m}^{-2}$ après 64 minutes de recuit isotherme. Par contre nous avons remarqué par analyse par la microscopie optique que pour ce taux de réduction, et cette température (400°C), la recristallisation se déclenche à un instant situé entre la 8^{ème} et la 16^{ème} minute du temps de recuit, ensuite le processus de transformation de recristallisation se poursuit de manière monotone, au bout d'une heure le matériau est entièrement recristallisé. La probabilité nette de défauts de déformations reste au voisinage de 0,005 [46, 47].

Les valeurs du paramètre d'arrangement de Wilkens sont inférieures à l'unité ($M \ll 1$), il y a un fort écrantage des champs de dislocations et la corrélation entre dislocations est forte, la distribution des dislocations décrit une configuration en dipôles ou multipôles. Cela se traduit par une décroissance rapide des champs de contrainte, c'est-à-dire que l'étendue de champ de déformation des dislocations est très courte (champs courts), ce qui implique que la portée d'une dislocation, s'arrête au voisinage de la dislocation la plus proche, cela s'explique par un mouvement de dislocation accompagné d'une significative annihilation et un rétrécissement des structures des cellules de dislocations[48].

Thermodynamiquement, *le matériau est dans une configuration caractérisée par une énergie totale faible* [50, 51]. On remarque aussi que la fraction f_e des dislocations coins est majoritaire avant et pendant le recuit.

La Figure IV.73, montre les résultats graphiques de la procédure WPPM (*Whole Powder Pattern Modeling*), on y voit le profil de diffraction affiné des diffractogrammes, dans le cas des fils électriques en cuivre déformés à $\varepsilon = 43,75\%$ à froid, et recuits de manière isotherme sous une température constante $T = 500^\circ\text{C}$ sous vide primaire. Le tableau IV.26, résume les résultats des calculs effectués par cette méthode. Nous avons un affinement acceptable avec des valeurs du WSS comprise entre 4395,78 ~ 6327,06 , et un paramètre Gof dont la valeur est de l'ordre de 0,8647~ 1,0648 , ce qui indique une bonne convergence.

On remarque que l'intensité relative aux pics (111), (200), (220), (311), et (222) augmente au cours du recuit.

La FWHM de ces pics décroît au cours de la restauration et la recristallisation, cela peut-être expliqué par l'élimination des contraintes et les défauts causés par la déformation, dont la diminution de la densité de dislocations des fils pendant ce traitement thermique. Grâce à la microscopie optique, nous avons remarqué que pour ce taux de réduction et cette température, la recristallisation se déclenche dès la 4ème minute du temps de recuit, ensuite le processus de transformation de recristallisation se poursuit de manière monotone, au bout d'une heure le matériau est entièrement recristallisé.

On remarque aussi que la population en dislocation coins et vis est presque mixte avant pendant le recuit ($f_e \approx 50\%$), au bout d'une heure les dislocations vis sont majoritaires avec une fraction de $f_s = 1 - f_e = 0,8388$.

La valeur du paramètre d'arrangement de Wilkens (M), fluctue entre 0,9650 vers 0,4457 en passant par la valeur 1,0391, la distribution des dislocations est passée d'un arrangement quasi-homogène où la portée d'une dislocation s'arrête au voisinage de la dislocation la plus proche, et avec une configuration est caractérisée par une énergie assez faible, vers un état caractérisé par un fort écrantage c'est-à-dire que l'étendue de champ de déformation des dislocations est très courte (champs courts). Cette configuration est caractérisée par une énergie totale faible [50, 51].

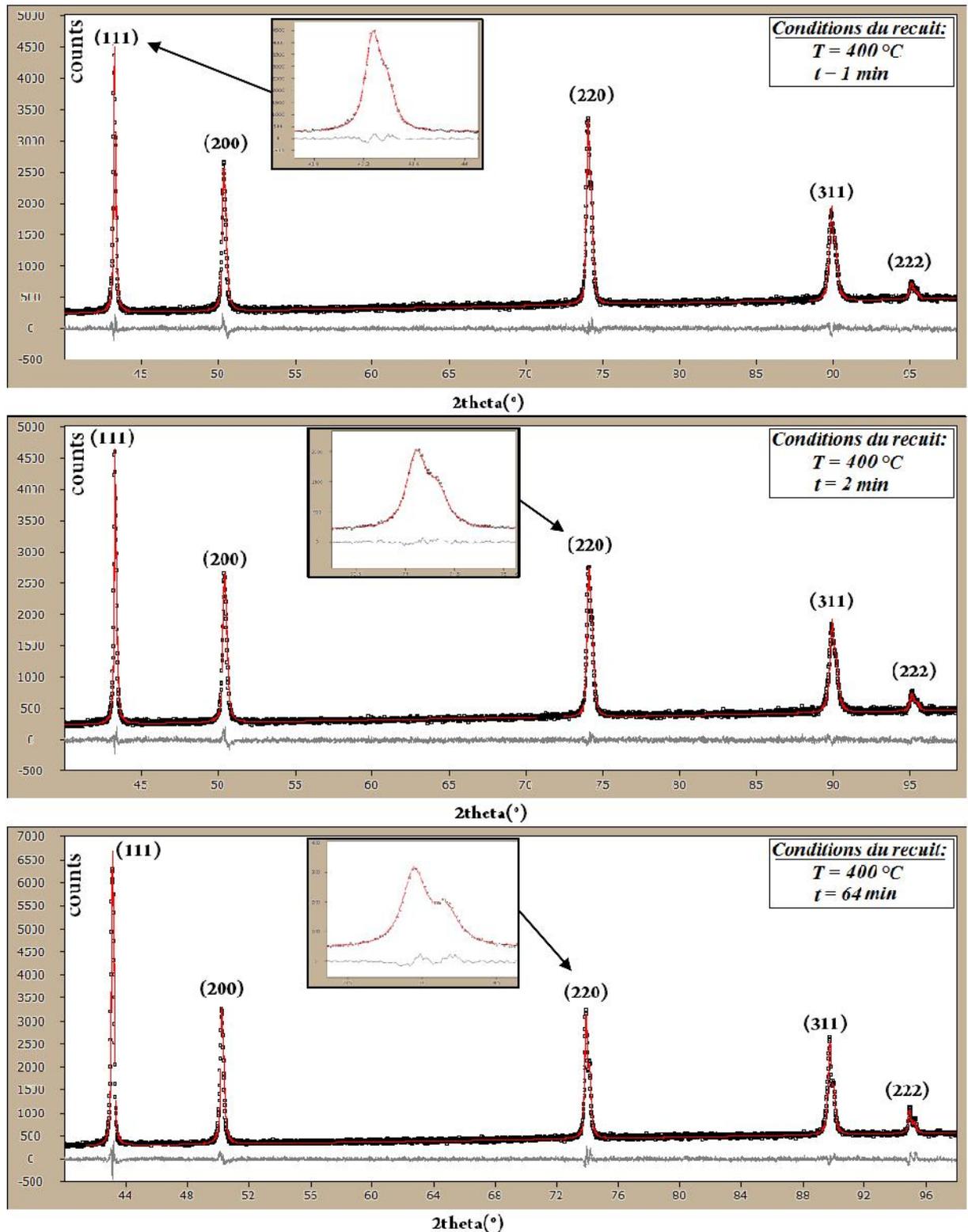


Figure IV.72 : Diffractogramme de rayons X du fil en cuivre déformé à $\epsilon = 43,75\%$, et recuit à la température constante $T=400^\circ\text{C}$, pendant : 1, 2, et 64 min respectivement, affinés par le PM2k. La courbe mesurée (en noir), la courbe calculée (la ligne rouge continue) et le résidu différentiel (la ligne grise d'en bas).

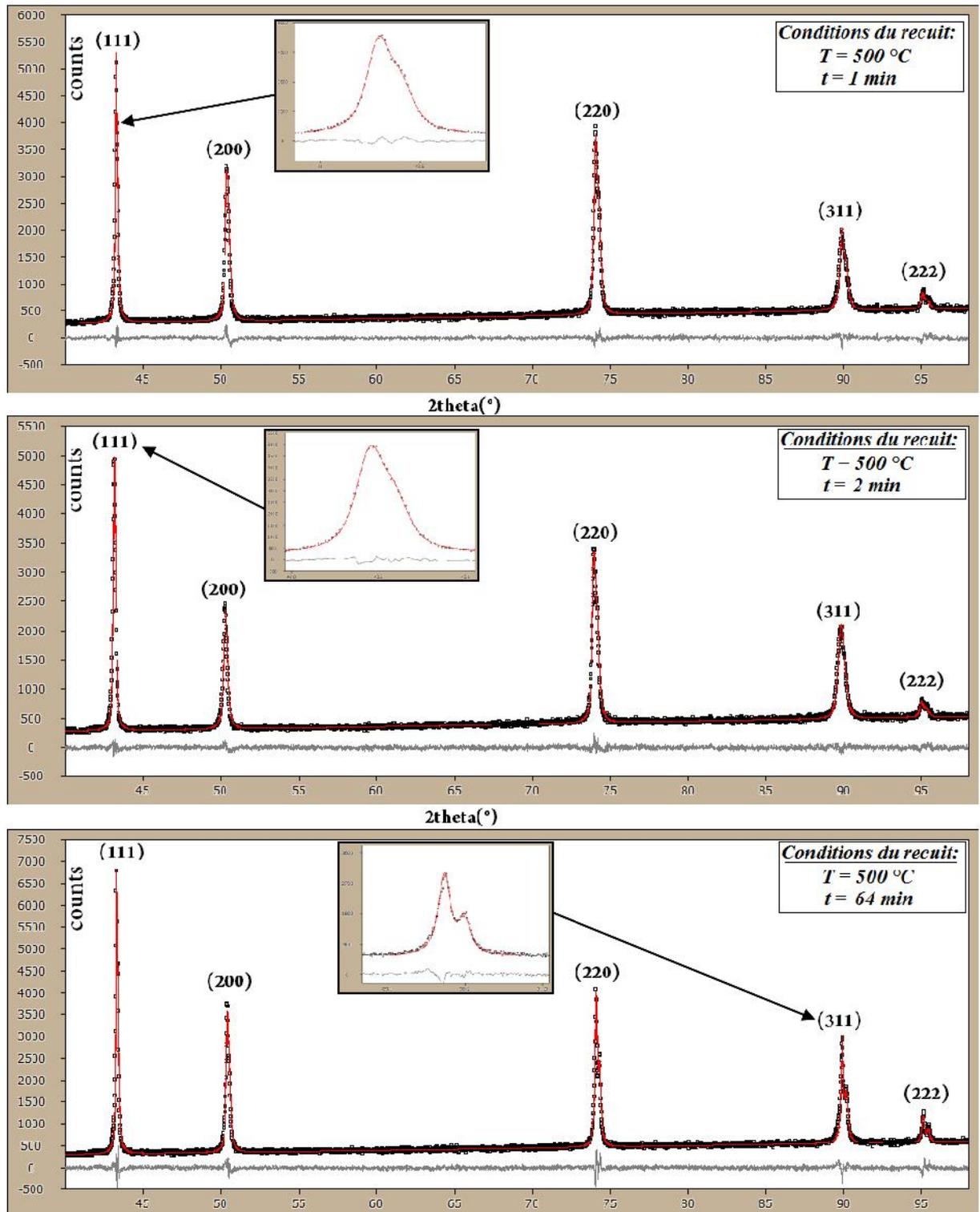


Figure IV.73 : Diffractogramme de rayons X du fil en cuivre déformé à $\epsilon = 43,75\%$, et recuit à la température constante $T=500^\circ\text{C}$, pendant : 1, 2, et 64 min respectivement, affinés par le PM2k. La courbe mesurée (en noir), la courbe calculée (la ligne rouge continue) et le résidu différentiel (la ligne grise d'en bas).

Tableau IV.25: Résultats du calcul PM2k sur les diffractogrammes des fils en cuivre tréfilés à froid à un taux de $\varepsilon = 43,75\%$, et recuits pendant des temps différents, à $T=400^\circ\text{C}$.

	Non recuit	1 min	2 min	64 min
Paramètre de maille [nm]	0,361547	0,361618	0,616179	0,361676
Module du vecteur Burgers [nm]	0,255653	0,255702	0,255702	0,255744
Densité de dislocations $\times 10^{14} [m^{-2}]$	8,213	6,995	7,489	3,155
Rayon effectif de coupure [nm]	33,67	29,85	29,06	32,34
Fraction des dislocations coins f_e	0,50000	0,78936	0,6424	0,9232
Facteur de Wilkens M	0,9650	0,5225	0,7952	0,5744
Moyenne lognormal μ [nm]	5,061388	40,307	33,758	7,118
Variance de la distribution σ	0,4356	0,1000	0,1000	0,5000
Probabilité nette de défaut d'empilement α	0,00595	0,00457	0,00517	0,00512
Probabilité de défauts de macle β	$2,08^E-299$	$6,30^E-97$	$5,02^E-72$	$1,23^E-34$
WSS	6081,45	4640,28	4581,48	5315,40
Rwp	6,4778	5,5440	5,5393	5,4906
Rexp	6,6394	6,0795	6,1132	5,6256
GoF	0,9757	0,9119	0,9061	0,9760

Tableau IV.26: Résultats du calcul PM2k sur les diffractogrammes des fils en cuivre tréfilés à froid à un taux de $\varepsilon = 43,75\%$, et recuits pendant des temps différents, à $T=500^\circ\text{C}$.

	Non recuit	1 min	2 min	64 min
Paramètre de maille [nm]	0,361547	0,361655	0,361616	0,361659
Module du vecteur Burgers [nm]	0,255653	0,255729	0,255701	0,255732
Densité de dislocations $\times 10^{14} [m^{-2}]$	8,213	7,022	7,840	2,254
Rayon effectif de coupure [nm]	33,67	29,43	37,11	29,69
Fraction des dislocations coins f_e	0,5000	0,5910	0,6290	0,1612
Facteur de Wilkens M	0,9650	0,7799	1,0391	0,4457
Moyenne lognormal μ [nm]	5,061	36,488	7,046	18,611
Variance de la distribution σ	0,4356	0,1000	0,4999	0,1001
Probabilité nette de défaut d'empilement α	0,00595	0,00579	0,00541	0,00522
Probabilité de défauts de macle β	$2,08^E-299$	$1,72^E-70$	$9,57^E-48$	$7,78^E-56$
WSS	6081,45	4993,72	4395,78	6327,06
Rwp	6,4778	5,3683	5,1172	5,8221
Rexp	6,6394	5,6747	5,9179	5,4675
GoF	0,9757	0,9460	0,8647	1,0648

La Figure IV.74, et le tableau IV.27, montrent les résultats graphiques et résumés les résultats des calculs effectués de la procédure WPPM (*Whole Powder Pattern Modeling*), pour le cas des fils électriques en cuivre déformés à froid à 87,75%, et recuits de manière isotherme sous une température constante $T = 200^{\circ}\text{C}$ sous vide primaire.

Les résultats de l'affinement, nous ont paru acceptables, en vue des valeurs de la WSS comprises entre 4106,05 ~ 4609,37, et un paramètre Gof dont la valeur est de l'ordre de 0,8360 ~ 0,9279, ce qui indique une bonne convergence.

On remarque que l'intensité relative aux pics (111), (311), et (222) augmente au cours du recuit jusqu'à atteindre leurs valeurs maximales au bout de la 64^{ème} minutes, par contre les deux autres pics (200) et (220) fluctuent, leurs intensités augmentent pendant le recuit puis diminuent vers la fin au bout de presque une heure.

La FWHM de ces pics décroît pendant le traitement thermique de recuit, cette diminution est expliquée par l'élimination partielle des contraintes et des défauts créés lors de la déformation par tréfilage de ces fils électriques, microstructuralement cela se traduit par la diminution de la densité de dislocations dans les fils par restauration et recristallisation.

L'investigation par la microscopie optique, nous a révélé que pour ce taux de réduction, et à cette température (200°C), la recristallisation se déclenche dès la 32^{ème} minute du temps de recuit, ensuite le processus de transformation de recristallisation se poursuit de manière monotone, au bout de deux heures le matériau est entièrement recristallisé.

La probabilité nette de défauts de déformations varie durant le recuit, entre les deux valeurs limites 0,00228 ~ 0,00577. La valeur du paramètre d'arrangement de Wilkens (M), chute dès le début de la valeur 1,0162 vers 0,7013 à la fin du recuit, il a été montré que pour un facteur d'arrangement ($M \approx 1$), on est devant le cas où l'arrangement des dislocations est quasi-homogène, où la portée d'une dislocation s'arrête au voisinage de la dislocation la plus proche. Par contre, pour des valeurs de facteur ($M \ll 1$), il y a un fort écrantage des champs de dislocations et la corrélation entre dislocations est forte, la distribution des dislocations décrit une configuration en dipôles ou multipôles. Cela se traduit par une décroissance rapide des champs de contrainte, c'est-à-dire que l'étendue de champ de déformation des dislocations est très courte, ce qui implique que la portée d'une dislocation, s'arrête au voisinage de la dislocation la plus proche, cela s'explique par un mouvement de dislocation accompagné d'une significative annihilation et un rétrécissement des structures des cellules de dislocations. ***Le matériau est dans une configuration caractérisée par une énergie totale faible.***

La Figure IV.75, et le tableau IV.28, montrent les résultats graphiques et résument les résultats des calculs effectués de la procédure WPPM (*Whole Powder Pattern Modeling*), pour le cas des fils électriques en cuivre déformés à froid à $\varepsilon = 87,75\%$, et recuits de manière isotherme sous une température constante $T = 300^\circ\text{C}$ sous vide primaire.

Les résultats de l'affinement, nous ont paru acceptables, en vue des valeurs de la WSS comprises entre 4106,05 ~ 4701,12, et un paramètre Gof dont la valeur est de l'ordre de 0,8506 ~ 0,9279, ce qui indique une bonne convergence.

Comme pour la température précédente ($T = 200^\circ\text{C}$), on remarque qu'à la température ($T = 300^\circ\text{C}$), l'intensité relative aux pics (111), (311), et (222) augmente au cours du recuit jusqu'à atteindre leurs valeurs maximales au bout de la 64^{ème} minutes, par contre les deux autres pics (200) et (220) fluctuent, leurs intensités augmentent pendant le recuit puis diminuent vers la fin au bout de presque une heure. Le recuit à cette température active la restauration et la recristallisation, donc accélère l'élimination des contraintes et les défauts, par conséquent la densité de dislocation dans le matériau décroît vers la fin du traitement thermique de façon très visible par la décroissance de la FWHM.

L'investigation par la microscopie optique, nous a révélé que pour ce taux de réduction, et à $T = 300^\circ\text{C}$, la recristallisation se déclenche dès la 8^{ème} minute du temps de recuit, ensuite le processus de transformation de recristallisation se poursuit de manière monotone, au bout de la 32^{ème} minutes le matériau est entièrement recristallisé.

La probabilité nette de défauts de déformations est presque constante durant le recuit, et dont la valeur avoisine $\approx 0,005$. En ce qui concerne le facteur d'arrangement de Wilkens, (M), chute dès le début de la valeur 0,7857 vers 0,3480 à la fin du recuit, les deux valeurs sont inférieures à l'unité mais la seconde est assez basse comparée à l'unité. Par contre, comme nous l'avons cité plusieurs fois auparavant dans ce chapitre, pour des valeurs de facteur ($M \ll 1$), il y a un fort écrantage des champs de dislocations et la corrélation entre dislocations est forte, la distribution des dislocations décrit un fort caractère de dipôle. Cela se traduit par une décroissance rapide des champs de contrainte, c'est-à-dire que l'étendue de champ de déformation des dislocations est très courte, ce qui implique que la portée d'une dislocation, s'arrête au voisinage de la dislocation la plus proche, cela s'explique par un mouvement de dislocation accompagné d'une significative annihilation et un rétrécissement des structures des cellules de dislocations. *Le matériau est dans une configuration caractérisée par une énergie totale faible.*

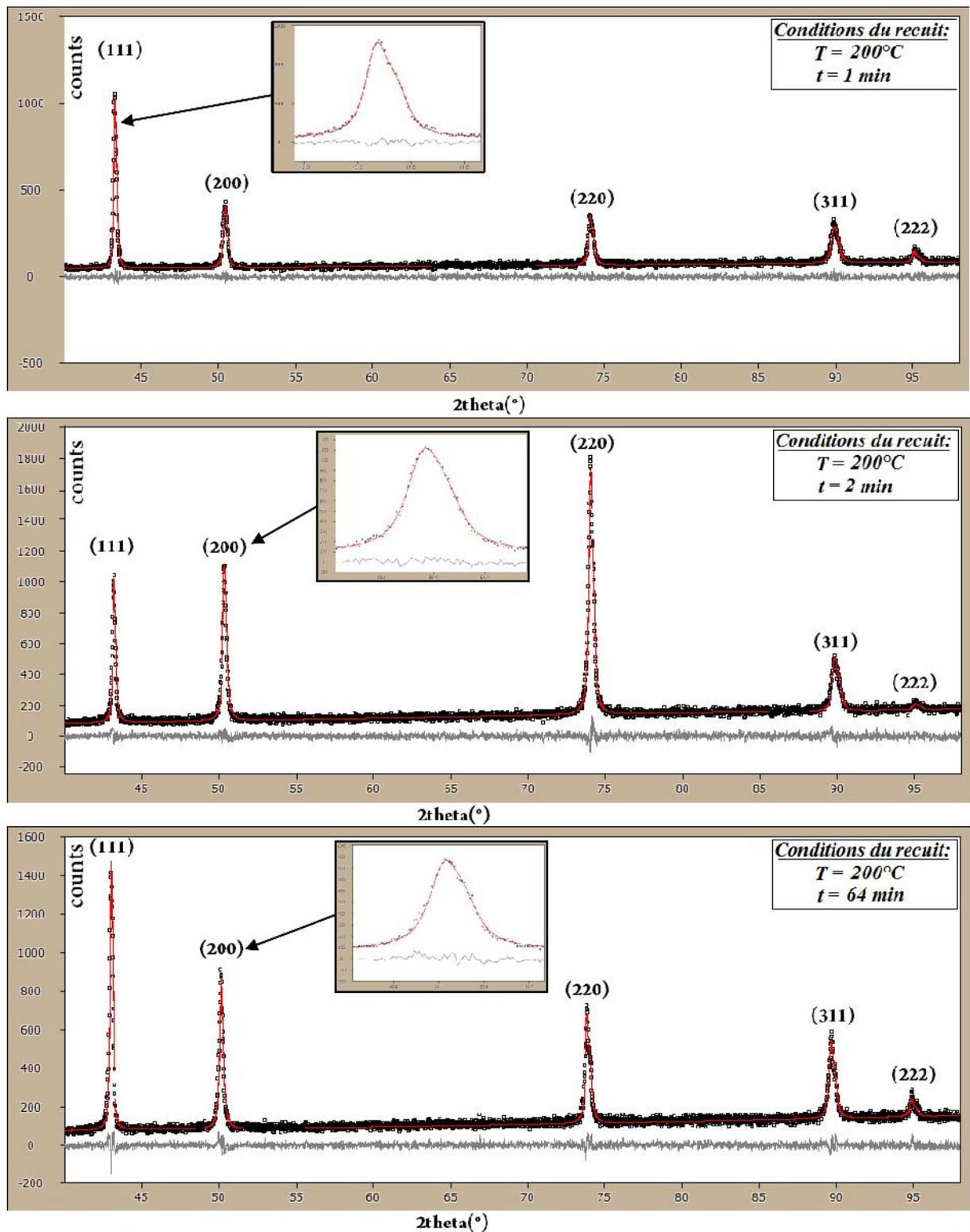


Figure IV.74 : Diffractogramme de rayons X du fil en cuivre déformé à $\epsilon = 87,75\%$, et recuit à la température constante $T=200^\circ\text{C}$, pendant : 1, 2, et 64 min respectivement, affinés par le PM2k. La courbe mesurée (en noir), la courbe calculée (la ligne rouge continue) et le résidu différentiel (la ligne grise d'en bas).

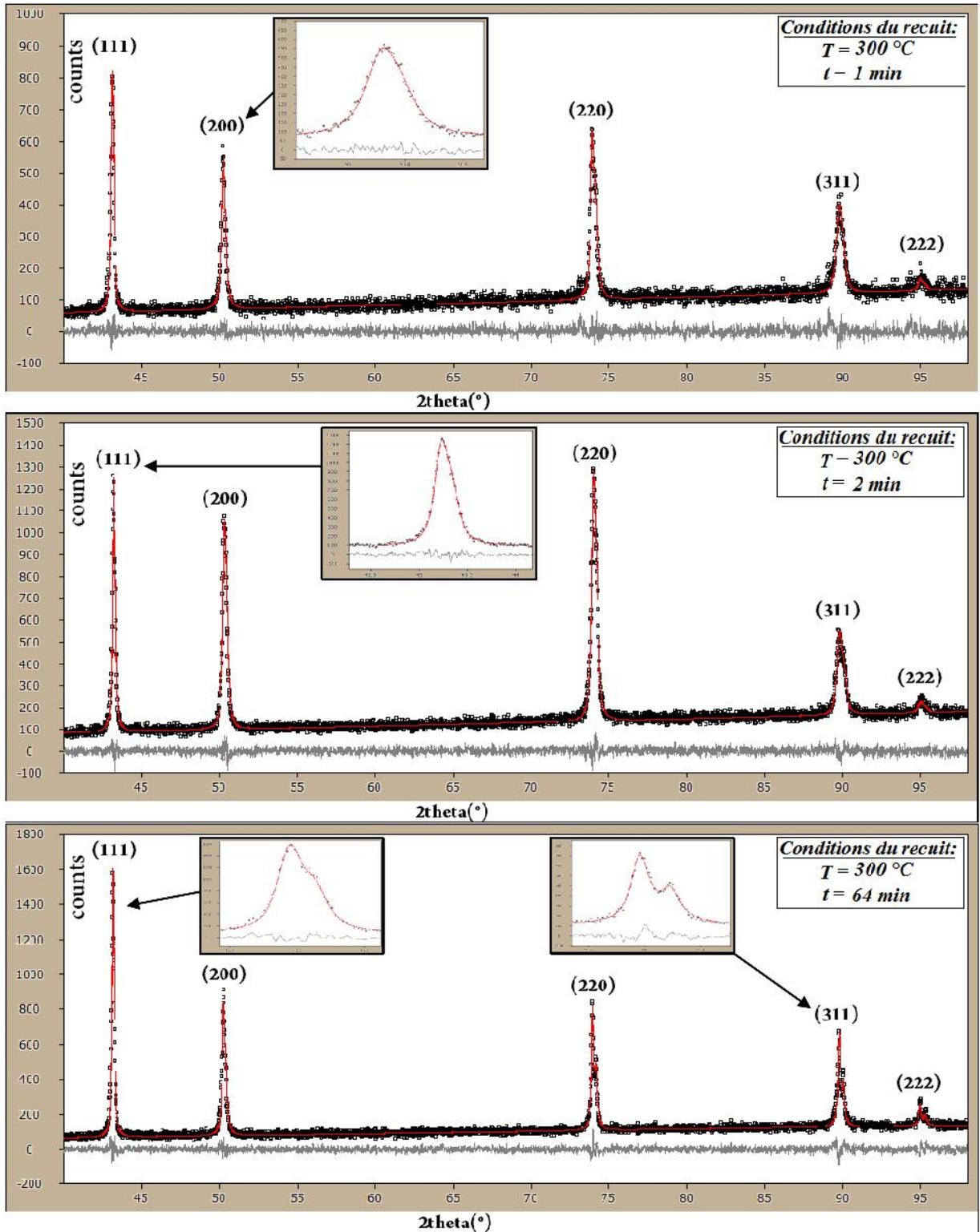


Figure IV.75 : Diffractogramme de rayons X du fil en cuivre déformé à $\epsilon = 87,75\%$, et recuit à la température constante $T=300^\circ\text{C}$, pendant : 1, 2, et 64 min, respectivement, affinés par le PM2k. La courbe mesurée (en noir), la courbe calculée (la ligne rouge continue) et le résidu différentiel (la ligne grise d'en bas).

Tableau IV.27: Résultats du calcul PM2k sur les diffractogrammes des fils en cuivre tréfilés à froid à un taux de $\varepsilon = 87,75\%$, et recuits pendant des temps différents, à $T=200^\circ\text{C}$.

	Non recuit	1 min	2 min	64 min
Paramètre de maille [nm]	0,361514	0,361595	0,361543	0,361730
Module du vecteur Burgers [nm]	0,255629	0,255686	0,255649	0,255782
Densité de dislocations $\times 10^{14} [m^{-2}]$	13,442	10,800	7,911	5,044
Rayon effectif de coupure [nm]	17,03	30,92	20,21	31,23
Fraction des dislocations coins f_e	0,0000	0,3873	1,0000	1,0000
Facteur de Wilkens M	0,6245	1,0162	0,5685	0,7013
Moyenne lognormal μ [nm]	4,022	21,627	4,578	5,316
Variance de la distribution σ	0,486	0,101	0,262	0,391
Probabilité nette de défaut d'empilement α	0,00468	0,00387	0,00228	0,00577
Probabilité de défauts de macles β	$1,13^E-14$	$3,95^E-128$	$4,84^E-101$	$1,64^E-03$
WSS	4106,05	4171,65	4475,17	4609,37
Rwp	13,2724	12,3019	8,9311	9,9693
Rexp	14,3038	14,7153	10,3145	11,3447
GoF	0,9279	0,8360	0,8659	0,8788

Tableau IV.28: Résultats du calcul PM2k sur les diffractogrammes des fils en cuivre tréfilés à froid à un taux de $\varepsilon = 87,75\%$, et recuits pendant des temps différents, à $T=300^\circ\text{C}$.

	Non recuit	1 min	2 min	64 min
Paramètre de maille [nm]	0,361514	0,3616299	0,361631	0,361690
Module du vecteur Burgers [nm]	0,255629	0,255711	0,255712	0,255754
Densité de dislocations $\times 10^{14} [m^{-2}]$	13,442	8,548	7,255	1,346
Rayon effectif de coupure [nm]	17,03	26,87	29,25	30,00
Fraction des dislocations coins f_e	0,0000	0,7783	1,0000	0,5000
Facteur de Wilkens M	0,6245	0,7857	0,7879	0,3480
Moyenne lognormal μ [nm]	4,022	5,108	5,198	22,400
Variance de la distribution σ	0,486	0,214	0,358	0,100
Probabilité nette de défaut d'empilement α	0,00468	0,00466	0,00484	0,00576
Probabilité de défauts de macles β	$1,13^E-14$	$1,51^E-142$	$4,71^E-143$	$1,38^E-03$
WSS	4106,05	4701,12	4320,22	4352,03
Rwp	13,2724	11,0133	8,8250	10,0583
Rexp	14,3038	12,4099	10,3732	11,7796
GoF	0,9279	0,8875	0,8506	0,85388

La Figure IV.76, et le tableau IV.29, montrent les résultats graphiques et résument les résultats des calculs effectués de la procédure WPPM (*Whole Powder Pattern Modeling*), pour le cas des fils électriques en cuivre déformés à froid à $\varepsilon = 87,75\%$, et recuits de manière isotherme sous une température constante $T = 400^\circ\text{C}$ sous vide primaire.

Les résultats de les résultats de l'affinement, nous ont paru acceptables, en vue des valeurs de la WSS comprises entre 4106,05 ~ 5009,43, et un paramètre Gof dont la valeur est de l'ordre de 0,8394 ~ 0,9279, ce qui indique une bonne convergence.

On remarque que l'intensité relative aux pics (220), (311), et (222) augmente au cours du recuit jusqu'à atteindre leurs valeurs maximales au bout de la 64^{ème} minutes, par contre l'intensité du 1^{er} pic (111) diminue puis augmente vers la fin du recuit, et l'intensité du 2^{ème} pic augmente dès la 2^{ème} minute et reste stable jusqu'à la fin de recuit.

La FWHM des pics décroît pendant le traitement thermique de recuit de manière très marqué, cette diminution est expliquée par l'élimination partielle des contraintes et des défauts créées lors de la déformation par tréfilage de ces fils électriques, microstructuralement cela se traduit par la diminution de la densité de dislocations dans les fils par restauration et recristallisation. On constate d'ailleurs que la densité de dislocation ρ décroît de $13,442 \times 10^{+14} \text{ m}^{-2}$ (état tréfilé non recuit) vers $0,146 \times 10^{+14} \text{ m}^{-2}$ à la fin du recuit, après la 64^{ème} minutes.

L'investigation par la microscopie optique, nous a révélé que pour ce taux de réduction, et à cette température (400°C), la recristallisation se déclenche à la 4^{ème} du temps de recuit, ensuite le processus de transformation de recristallisation se poursuit de manière monotone, au bout de la 8^{ème} minute le matériau est entièrement recristallisé. La probabilité nette de défauts de déformations semble rester constante aux abords de $\sim 0,0045$, durant le recuit. La valeur du paramètre d'arrangement de Wilkens (M), chute dès le début de la valeur 0,9506 vers 0,1146 à la fin du recuit, il a été montré que pour un facteur d'arrangement ($M \approx 1$), on est devant le cas où l'arrangement des dislocations est quasi-homogène, où la portée d'une dislocation s'arrête au voisinage de la dislocation la plus proche. Par contre pour des valeurs de facteur ($M \ll 1$), il y a un fort écrantage des champs de dislocations et la corrélation entre dislocations est forte, la distribution des dislocations décrit une configuration en dipôles ou multipôles. Cela se traduit par une décroissance rapide des champs de contrainte, c'est-à-dire que l'étendue de champ de déformation des dislocations est très courte, ce qui implique que la portée d'une dislocation, s'arrête au voisinage de la dislocation la plus proche, cela s'explique par un mouvement de dislocation accompagné d'une significative annihilation et un rétrécissement des structures des

cellules de dislocations. *Le matériau est dans une configuration caractérisée par une énergie totale faible.*

La Figure IV.77, et le tableau IV.30, montrent les résultats graphiques et résumés les résultats des calculs effectués de la procédure WPPM (*Whole Powder Pattern Modeling*), pour le cas des fils électriques en cuivre déformés à froid à $\varepsilon = 87,75\%$, et recuits de manière isotherme sous une température constante $T = 500^{\circ}\text{C}$ sous vide primaire.

Les résultats de l'affinement, nous ont paru acceptables, en vue des valeurs de la WSS comprises entre 4106,05 ~ 4786,09, et un paramètre Gof dont la valeur est de l'ordre de 0,8690 ~ 0,9279, ce qui indique une bonne convergence.

Nous avons remarqué que l'intensité relative aux 5 premiers pics (111), (200), (220), (311), et (222) augmente au cours du recuit jusqu'à atteindre leurs valeurs maximales au bout de la 64^{ème} minutes. Le recuit à cette température active la restauration et la recristallisation, donc accélère l'élimination des contraintes et les défauts, par conséquent la densité de dislocation dans le matériau décroît vers la fin du traitement thermique de façon très visible par la décroissance de la FWHM. Nous constatons que la densité de dislocation ρ décroît de $13,442 \times 10^{+14} \text{ m}^{-2}$ (état tréfilé non recuit) vers $2,149 \times 10^{+14} \text{ m}^{-2}$ à la fin du recuit, après la 64^{ème} minute.

L'investigation par la microscopie optique, nous a révélé que pour ce taux de réduction, et à $T = 500^{\circ}\text{C}$, la recristallisation se déclenche dès la 1^{re} minute du temps de recuit, ensuite le processus de transformation de recristallisation se poursuit de manière monotone, au bout de la 4^{ème} minute le matériau est entièrement recristallisé.

La probabilité nette de défauts de déformations est presque constante durant le recuit, et dont la valeur avoisine $\approx 0,005$. En ce qui concerne le facteur d'arrangement de Wilkens, (M), chute dès le début de la valeur 0,81648 vers 0,43663 à la fin du recuit, les deux valeurs sont inférieures à l'unité mais la seconde valeur vaut un peu moins que la moitié de l'unité. Comme nous l'avons cité plusieurs fois auparavant dans les paragraphes précédents, si les valeurs du paramètre d'arrangement sont remarquablement inférieures à l'unité ($M \ll 1$), les champs de dislocations du matériau, se caractériseraient par un fort écrantage, et la corrélation entre ces dislocations serait bien forte, ainsi la distribution des dislocations décrit un fort caractère de dipôle, et cela se traduirait par une décroissance rapide des champs de contrainte, c'est-à-dire que l'étendue de champ de déformation des dislocations serait très courte, ce qui impliquerait que la portée d'une dislocation, s'arrêterait au voisinage de la dislocation la plus proche. Cette situation s'expliquerait alors par un mouvement de dislocation accompagné d'une significative annihilation et un rétrécissement des structures des cellules de dislocations.

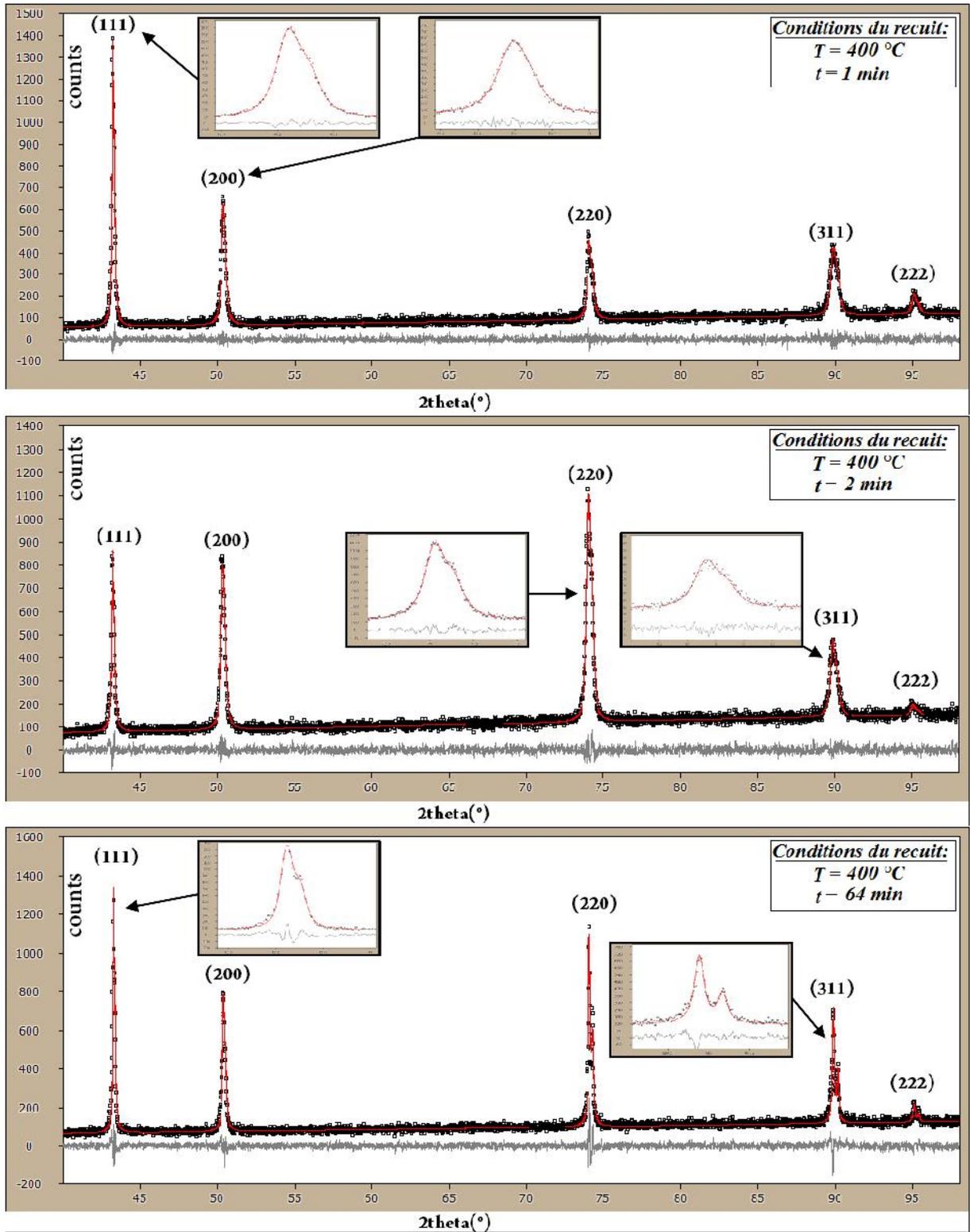


Figure IV.76 : Diffractogramme de rayons X du fil en cuivre déformé à $\epsilon = 87,75\%$, et recuit à la température constante $T=400^\circ\text{C}$, pendant : 1, 2, et 64 min, respectivement, affinés par le PM2k. La courbe mesurée (en noir), la courbe calculée (la ligne rouge continue) et le résidu différentiel (la ligne grise d'en bas).

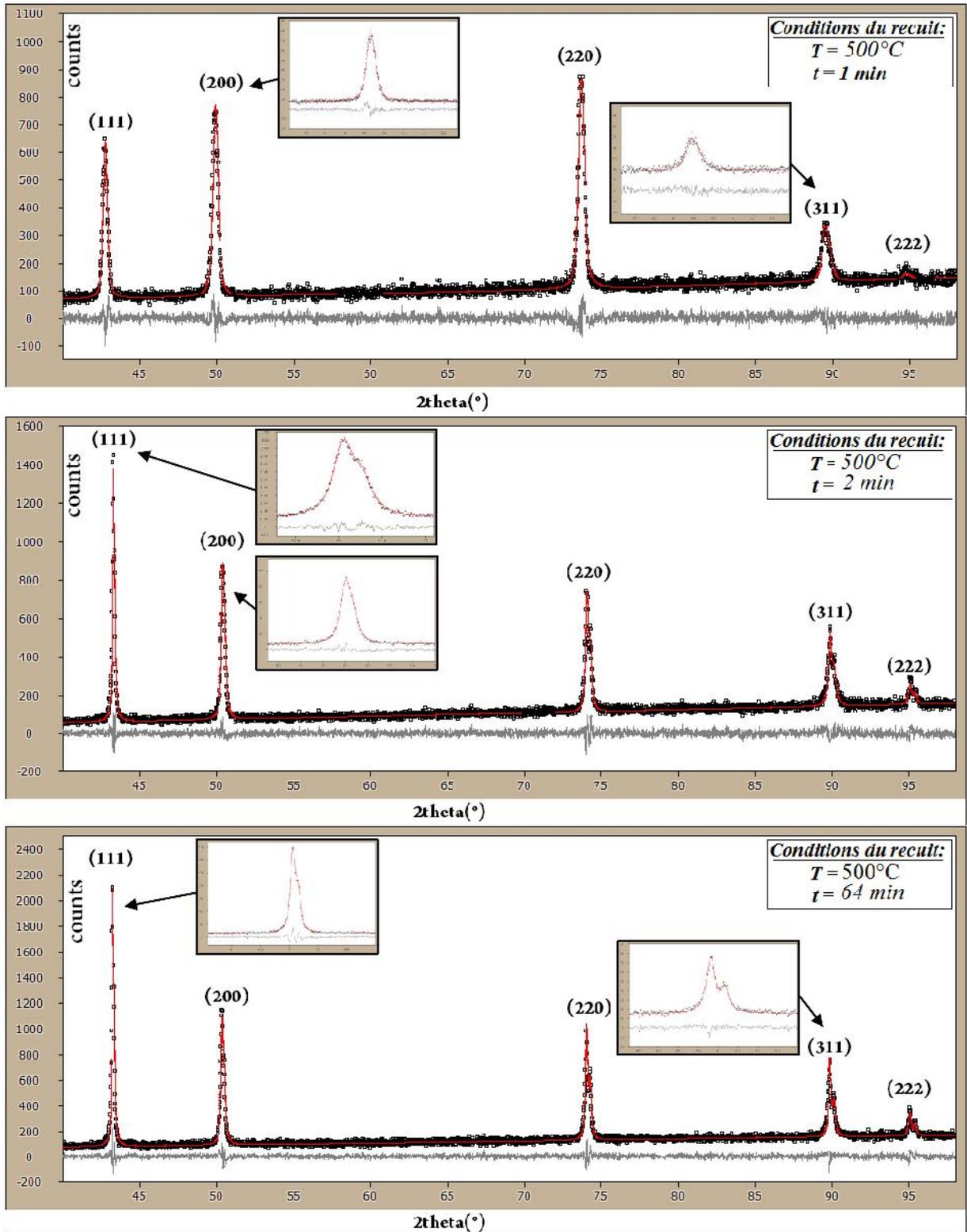


Figure IV.77 : Diffractogramme de rayons X du fil en cuivre déformé à $\epsilon = 87,75\%$, et recuit à la température constante $T=500^\circ\text{C}$, pendant : 1, 2, et 64 min, respectivement, affinés par le PM2k. La courbe mesurée (en noir), la courbe calculée (la ligne rouge continue) et le résidu différentiel (la ligne grise d'en bas).

Tableau IV.29: Résultats du calcul PM2k sur les diffractogrammes des fils en cuivre tréfilés à froid à un taux de $\varepsilon = 87,75\%$, et recuits pendant des temps différents, à $T=400^\circ\text{C}$.

	Non recuit	1 min	2 min	64 min
Paramètre de maille [nm]	0,361514	0,361554	0,361541	0,361648
Module du vecteur Burgers [nm]	0,255629	0,255657	0,255648	0,255724
Densité de dislocations $\times 10^{14} [m^{-2}]$	13,442	10,041	7,329	0,146
Rayon effectif de coupure [nm]	17,03	30,00	26,36	30,00
Fraction des dislocations coins f_e	0,0000	0,5000	1,0000	0,5000
Facteur de Wilkens M	0,6245	0,9506	0,7135	0,1146
Moyenne lognormal μ [nm]	4,022	19,79	4,82	21,19
Variance de la distribution σ	0,486	0,100	0,266	0,100
Probabilité nette de défaut d'empilement α	0,00468	0,00457	0,00423	0,00440
Probabilité de défauts de macle β	$1,13^E-14$	$1,85^E-03$	$1,71^E-03$	$3,13^E-04$
WSS	4106,05	4207,77	4343,39	5009,43
Rwp	13,2724	10,6751	9,5116	11,2038
Rexp	14,3038	12,7177	11,1504	12,2299
GoF	0,9279	0,8394	0,8530	0,9161

Tableau IV.30: Résultats du calcul PM2k sur les diffractogrammes des fils en cuivre tréfilés à froid à un taux de $\varepsilon = 87,75\%$, et recuits pendant des temps différents, à $T=500^\circ\text{C}$.

	Non recuit	1 min	2 min	64 min
Paramètre de maille [nm]	0,361514	0,361500	0,361722	0,361681
Module du vecteur Burgers [nm]	0,255629	0,255619	0,255776	0,255747
Densité de dislocations $\times 10^{14} [m^{-2}]$	13,442	6,797	5,519	2,149
Rayon effectif de coupure [nm]	17,03	31,32	24,85	29,79
Fraction des dislocations coins f_e	0,0000	0,0000	0,8266	0,1289
Facteur de Wilkens M	0,6245	0,81648	0,58387	0,43663
Moyenne lognormal μ [nm]	4,022	3,7772	10,7864	18,6852
Variance de la distribution σ	0,486	0,203	0,500	0,100
Probabilité nette de défaut d'empilement α	0,00468	0,00187	0,00442	0,00460
Probabilité de défaut de macle β	$1,13^E-14$	$1,94^E-144$	$6,31^E-81$	$9,07^E-31$
WSS	4106,05	4507,22	4594,04	4786,09
Rwp	13,2724	10,1829	10,2113	9,6206
Rexp	14,3038	11,7174	11,6395	10,7439
GoF	0,9279	0,8690	0,8773	0,8955

Discussion :

On remarque que la densité de dislocation diminue après un recuit isotherme, et cette diminution se poursuit dans le temps ; en effet la restauration du matériau déformé est favorisée par un apport de chaleur du milieu extérieur sous l'action d'un traitement thermique, les dislocations présentes dans ce matériau écroui, commencent à s'annihiler et se réorganiser dans des configurations de faibles énergies afin de satisfaire au critère de stabilité de Gibbs, ensuite survient la recristallisation.

Soleimanian et al.(2015) [52], avaient trouvé que le recuit à 200° et 400°C , provoque une diminution de la densité de dislocations et de la probabilité de défauts de d'empilement dans un matériau sévèrement déformé.

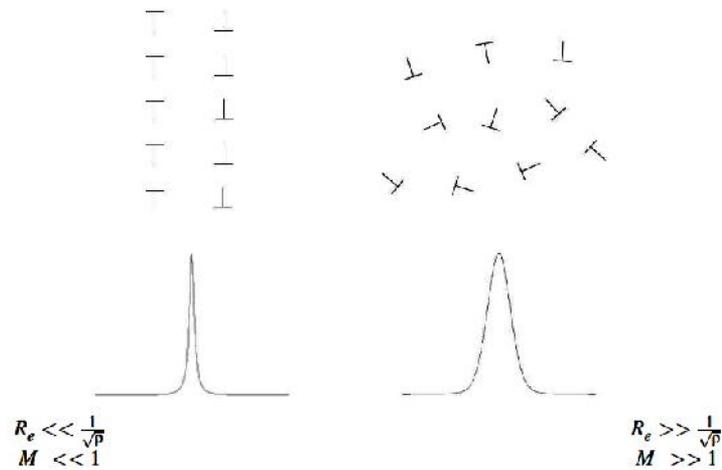


Figure IV.78 : Représentation schématique des configurations des dislocations dans le matériau déformé et le profil de déformation pour les petites et les grandes valeurs du paramètre de Wilkens M. [53]

En considérant les définitions utilisées dans plusieurs travaux ultérieurs [Levine et Thomson(1997), Groma(1998), Ungar et al. (1982), Hecker et al. (1997), Zehetbauer et al. (1999), Ungar et Borbely(1996), Ungar et Tichy(1999)], le facteur M a été physiquement défini par Wilkens (1970b) comme étant le paramètre d'arrangement des dislocations dans le matrice déformée, et il est liée au rayon de coupure effectif de dislocations, R_e , par l'expression suivante ($M = R_e \cdot \sqrt{\rho}$) [27, 54-59]. Comme on peut le constater, M est le rapport entre le rayon de coupure et la distance moyenne entre les dislocations (d_{dis}).

La valeur de ce paramètre exprime la force de caractère de dipôle de dislocations, donc selon que M est petit ou grand, le caractère de dipôle de dislocations et l'écrantage du champ de déplacement (ou champ de contrainte) des dislocations sont forts ou bien faibles respectivement. En même temps, le fort ou le faible écrantage d'une part et les petites ou grandes valeurs de M, expriment les fortes ou faibles corrélations dans la distribution des dislocations [60].

Scardi et al.(2010) avaient noté que pour des valeurs de M autour de l'unité ou plus faibles, il y aurait une forte corrélation entre les dislocations, et fort écrantage du champs de contraintes (comme dans les murs de dislocations ou entre les dipôles), par contre pour des valeurs plus

grandes que l'unité, la matrice déformée présente une distribution aléatoire des dislocations et faible écrantage [37].

De ce fait, on peut considérer que la distribution des dislocations dans nos échantillons n'est pas aléatoire, et qu'il y a une forte corrélation entre ces dislocations, ce qui traduit par une un grand écrantage « strong screening » du champ de contrainte (champ de déplacement des dislocations). On peut remarquer aussi que la distance entre dislocations est supérieure ou égale au rayon effectif de coupure R_e , ce qui est en accord avec la forte corrélation entre dislocations.

On résume les différentes configurations dans un matériau déformé selon la valeur du paramètre d'arrangement de Wilkens dans les trois cas de figures suivants :

$M \ll 1$	Fort écrantage des champs de dislocations, et configuration en dipôles ou multipôles. Cela se traduit par une décroissance rapide des champs de contrainte, c'est-à-dire que l'étendue de champ de déformation des dislocations est très courte. Cette configuration est caractérisée par une énergie totale faible.
-----------	----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

$M \approx 1$	Ce cas est décrit par un arrangement quasi-homogène des dislocations, où la portée d'une dislocation s'arrête au voisinage de la dislocation la plus proche. Cette configuration est caractérisée par une énergie assez faible aussi. Cette situation implique donc $R_e \approx \rho^{-1/2}$.
---------------	-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

$M \gg 1$	Faible écrantage des champs de dislocations. Cela se traduit par une décroissance lente des champs de contrainte, c'est le cas où les zones dans lesquelles les dislocations distribuées aléatoirement contiennent beaucoup de dislocations. Cette configuration est caractérisée par une haute énergie.
-----------	----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

Le paramètre M augmente si le caractère à long terme du champ contrainte (et de stress) des dislocations augmente, et s'il diminue alors le caractère du champs de contrainte des dislocations diminue lui aussi [27, 37, 61]

IV.5. Mesure de la résistivité électrique.

Les propriétés électriques des métaux purs et des alliages métalliques sont étroitement liées à la structure électronique, et la conduction des électrons dépend de bandes partiellement remplies. Selon la loi de Matthiessen, la résistivité électrique des alliages augmente linéairement avec la température à proximité la température ambiante et au-dessus, bien que le comportement de celle-ci soit plus complexe à très basse température.

La résistivité électrique est fortement améliorée par la présence d'atomes étrangers dans une solution solide dans la matrice métallique.

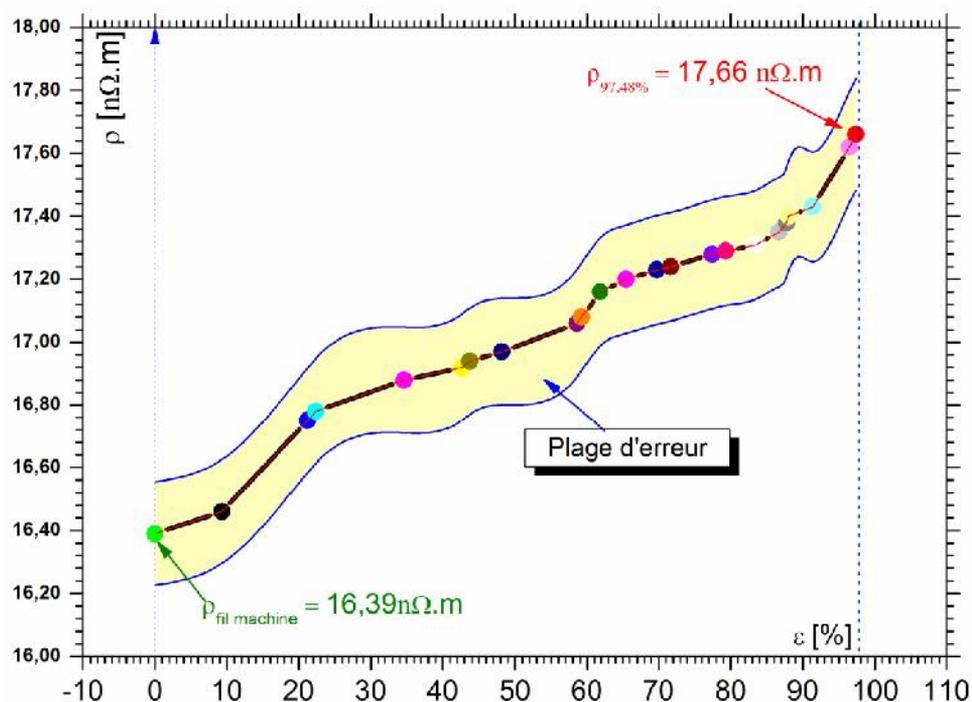


Figure IV.79 : Variation de la résistivité électrique des fils en cuivre en fonction du taux de déformation (ε) par tréfilage à froid.

Il a été montré par Jakani [41], que les impuretés jouent un rôle primordial sur la résistivité du cuivre destiné à la fabrication des fils électriques et l'industrie du câble. Cet effet dépendant fortement de la configuration électronique des atomes étrangers. L'oxygène a un effet notoire, ainsi pour la production des fils de cuivre, le matériau doit être exempt d'oxygène.

Le laminage à froid augmente légèrement la résistivité du matériau et il est souvent utilisé comme un moyen de renforcer les alliages pour fabriquer des fils conducteurs électriques. Les alliages métalliques ne se comportent comme des supraconducteurs qu'à de très basses températures et ils ont été entièrement remplacés par haute température oxydes supraconducteurs pour des applications pratiques.

La figure IV.79 illustre la variation de la résistivité électrique des fils électriques en cuivre tréfilés à froid, avec l'augmentation du taux de déformation, nous avons constaté, qu'au cours du tréfilage, la résistivité électrique des fils de cuivre augmente avec le taux de réduction. La résistivité électrique mesurée pour le fil machine est $\rho_{fil\ machine} = (16,39 \pm 1,2\%)n\Omega.m$, cette valeur augmente de manière significative jusqu'à $\rho_{97,48\%} = (17,66 \pm 1,2\%)n\Omega.m$ pour le fil électrique tréfilé à un taux de $\varepsilon = 97,48\%$. On note aussi que les mesures électriques avec une marge d'erreur d'environ $1\% \sim 4\%$.

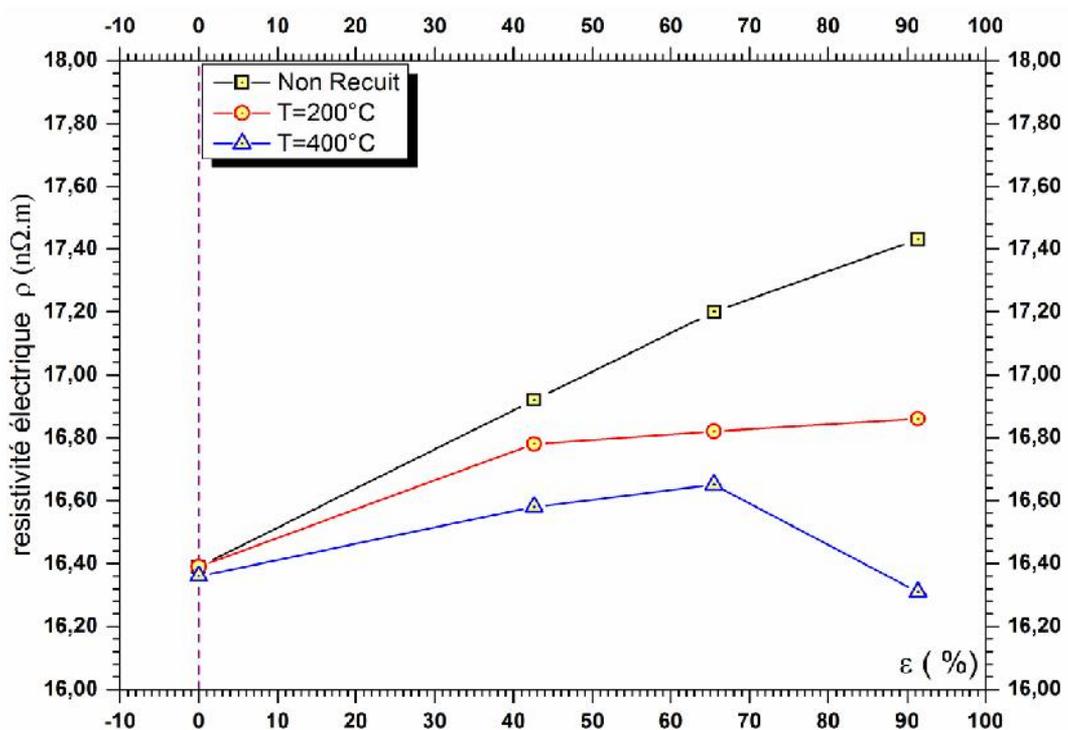


Figure IV.80 : Variation de la résistivité électrique des fils en cuivre en fonction du taux de déformation (ε) par tréfilage après recuit.

En effet, la déformation plastique par tréfilage induit dans le cuivre, des différents types de défauts, notamment les macles, les défauts d'empilement, les joints de grains, les dislocations, et les lacunes. L'apparition de ces imperfections engendrent la diminution de la conductivité électrique du matériau, et par la suite l'augmentation de sa résistivité électrique.

Il a été prouvé que la résistivité d'un matériau métallique ou d'un alliage métallique, est constituée par un certain nombre de contributions diverses, et peut être formulée par Matthiessen comme suit :

$$\rho(T) = \rho_0 (1 + \alpha T) \quad [\Omega.m] \dots\dots\dots \text{Eq.IV.20}$$

Où α est le coefficient de température du matériau [K^{-1}].

ρ_0 est la résistivité idéale du matériau à 273,15 K (0°C), exprimée en [$\Omega.m$]

T est la température exprimée en degré kelvin [K].

$$\rho_0 = \rho_{lacunes} + \rho_{SFE} + \rho_{impuretés} + \rho_{dislocations} + \rho_{phonons} \dots\dots\dots \text{Eq.IV.21}$$

La figure IV.80 montre l'effet du traitement thermique de recuit sur la propriété électrique des fils en cuivre, en effet on remarque bien qu'après un recuit isotherme continu à deux différentes températures $T = 200^\circ\text{C}$ et $T = 400^\circ\text{C}$, dans un four industriel dans le laboratoire de l'usine, pendant 45 minutes, la valeur de la résistivité électrique des fils tréfilé a diminué de façon remarquable. Cette diminution est plus notable pour une grande température et pour un taux de déformation assez élevé, cela s'explique par le fait que ces deux facteurs cinétiques influent sur les transformations de restauration et de recristallisation, ils les accélèrent, et il en résulte une baisse de la résistivité électrique, c'est-à-dire une augmentation de la conductivité électrique des fils électriques.

IV.6. Analyse calorimétrique différentielle (DSC)

IV.6.1. Analyse des thermogrammes

Dans cette partie, nous nous sommes intéressés à l'étude de l'évolution de certains paramètres énergétiques, cinétiques, et microstructuraux des fils en cuivre tréfilé, pendant un recuit non-isotherme, grâce à une analyse calorimétrique différentielle. Cette approche nous a permis d'une part de faire une analyse globale des phénomènes de restauration et de recristallisation, et d'autre part d'estimer quelques grandeurs thermodynamiques tels que les énergies stockées, les énergies d'activation de restauration, et de recristallisation, ainsi de calculer quelques paramètres comme la densité de dislocation.

La technique basée sur l'analyse par la calorimétrie différentielle à balayage (DSC), donne une estimation globale des grandeurs mesurées, dont la valeur est calculée à partir de l'énergie libérée au cours des transformations, or cette énergie est associée à tous les défauts présents dans le matériau déformé, dont ceux induits par la déformation plastique par tréfilage et aussi ceux existants dans le fil machine qui lui-même fabriqué selon un autre processus, qui comprend une étape où le produit subit une déformation à savoir le laminage.

Les figures (IV.81 - IV.84) représentent les courbes de DSC obtenues par chauffage de 25°C à 650°C avec quatre vitesses de balayage différentes, à savoir : 10°C/min, 15°C/min, 20°C/min, et 25°C/min, pour un échantillon pris du fil machine, et des échantillons en cuivre tréfilé à de différents taux de déformation.

Chaque thermogramme présente deux pics exothermiques, le premier pic est attribué à la restauration tandis que le second pic est celui de la recristallisation[62]. On remarque aussi que le premier pic est plus grand que le second, cela explique que l'énergie libérée au cours de la restauration est plus importante que l'énergie dégagée lors de la recristallisation.

Pendant la restauration, l'énergie est dépensée dans le mécanisme de réduction du nombre de défauts ponctuels induits par la déformation plastique, l'annihilation des dislocations de signes opposées, et enfin le réarrangement des dislocations dans des configurations à énergie minimale.

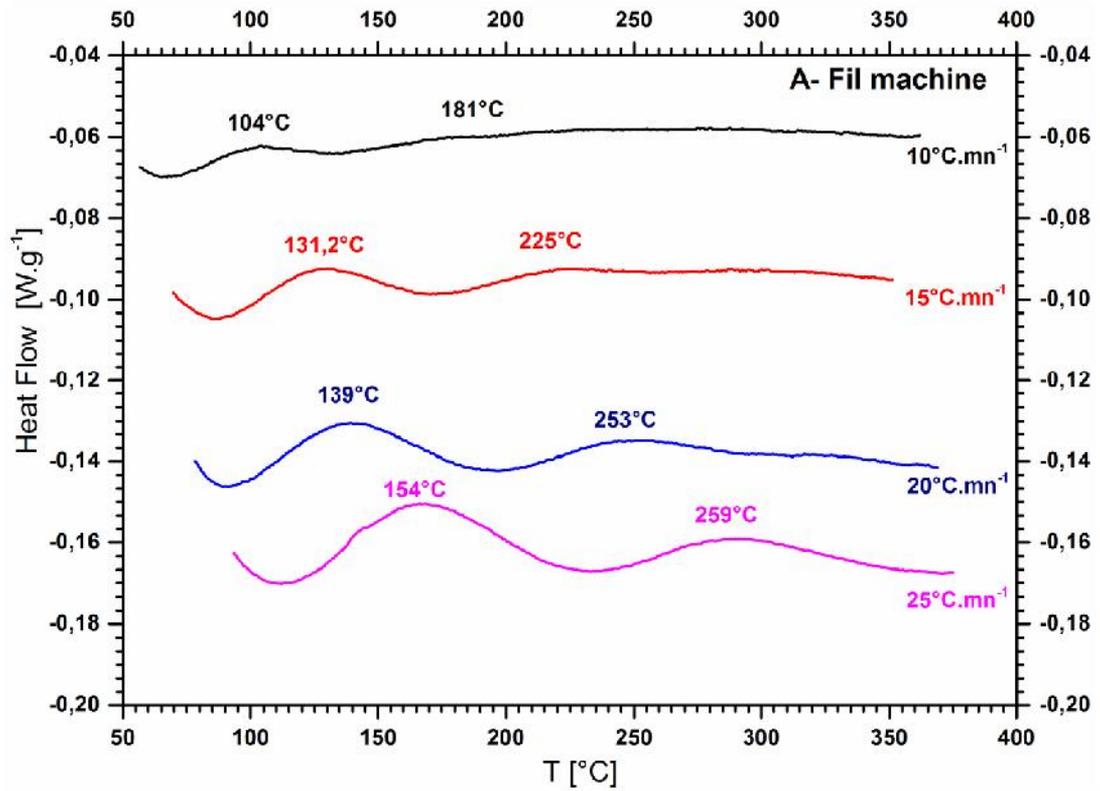


Figure IV.81 : Thermogrammes du fil machine en cuivre tréfilé, obtenus par chauffage continu à différentes vitesses de chauffage.

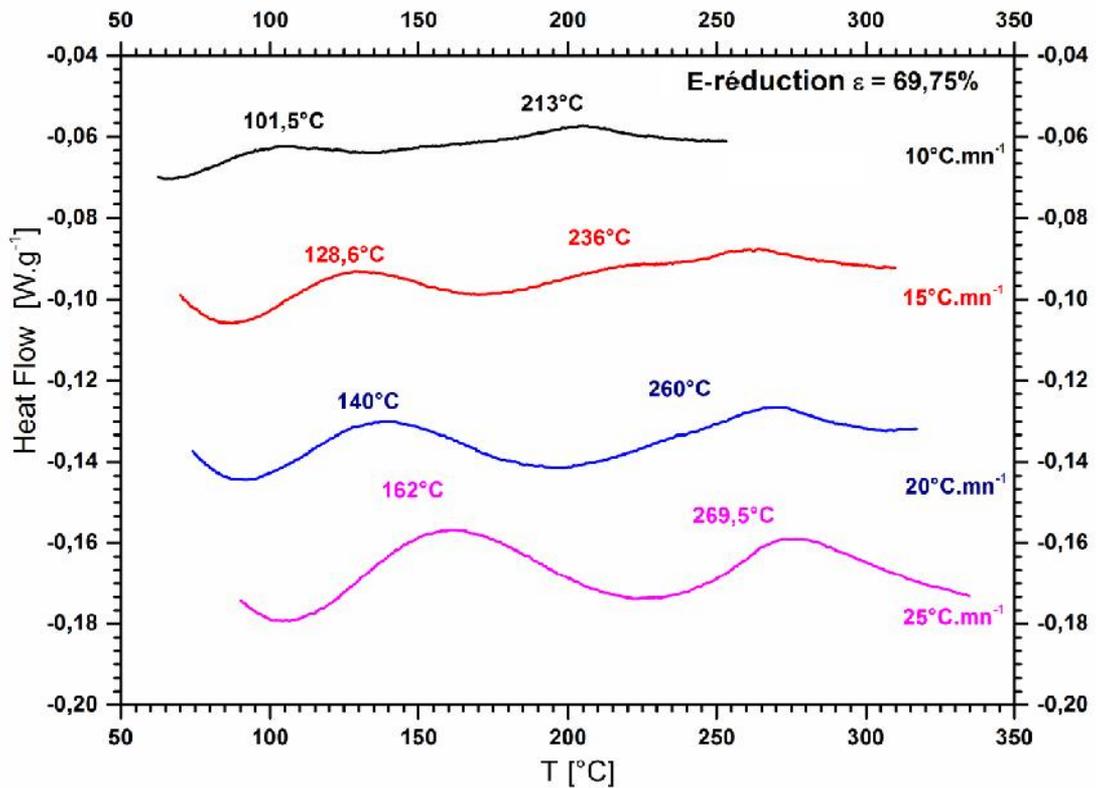


Figure IV.82 : Thermogrammes du fil de cuivre tréfilé, réduit à $\epsilon = 69,75\%$ de sa section, obtenus par chauffage continu à différentes vitesses de chauffage.

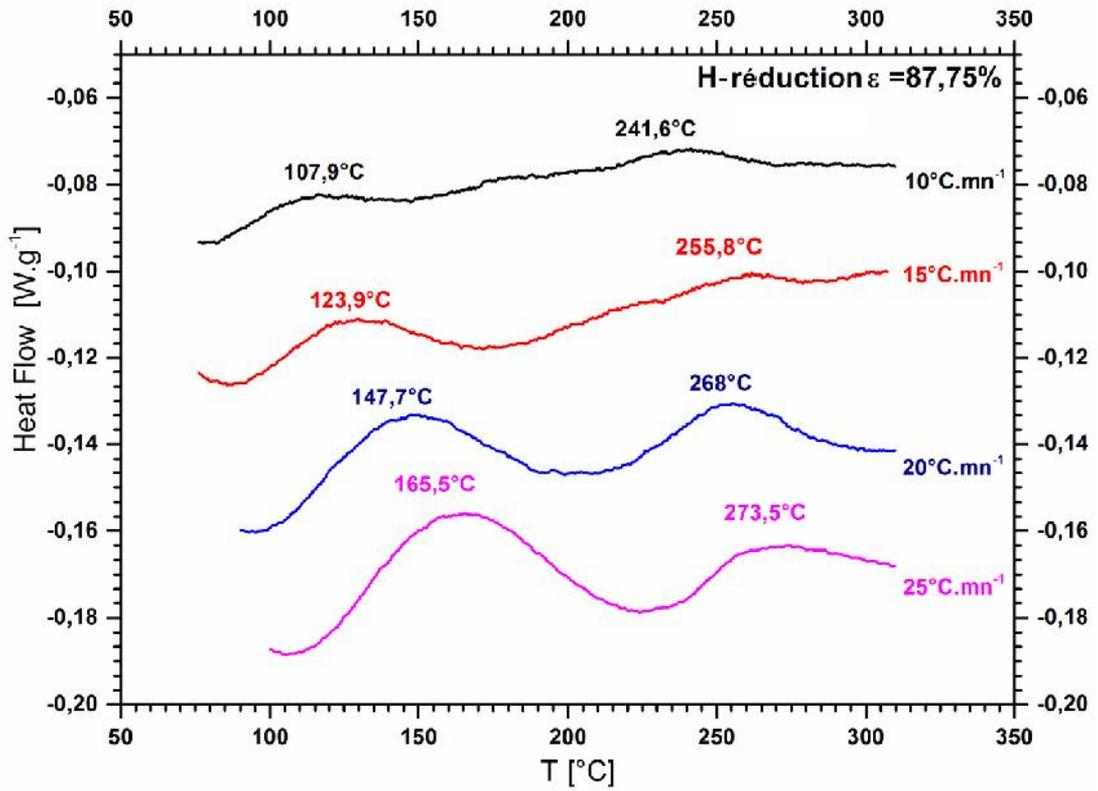


Figure IV.83 : Thermogrammes du fil de cuivre tréfilé, réduit à $\epsilon = 87,75\%$ de sa section, obtenus par chauffage continu à différentes vitesses de chauffage.

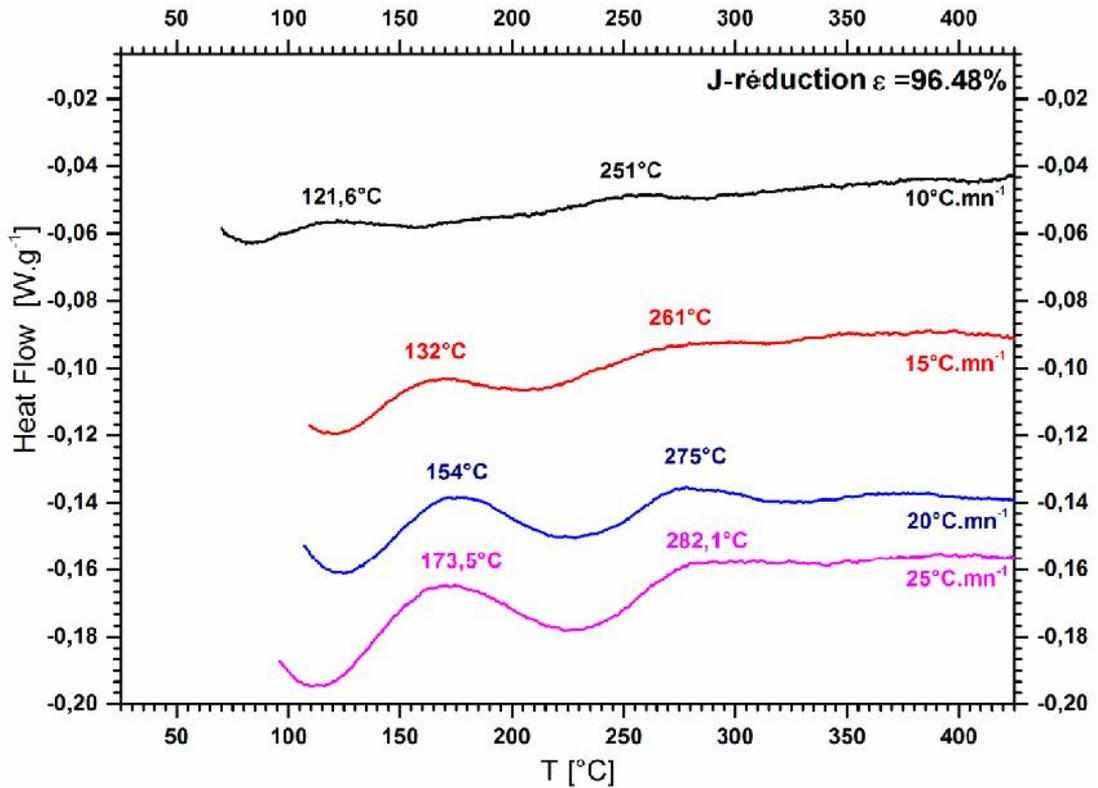


Figure IV.84 : Thermogrammes du fil de cuivre tréfilé, réduit à $\epsilon = 96,48\%$ de sa section, obtenus par chauffage continu à différentes vitesses de chauffage.

Par contre durant la recristallisation, les défauts ponctuels restants et les dislocations sont absorbés par la migration des joints de grains à travers le matériau, ce dernier mécanisme exige une énergie supplémentaire [9, 63].

Pour acquérir une certaine stabilité énergétique, le matériau doit perdre l'excédent d'énergie et n'en garder que le minimum, selon les lois de la thermodynamique.

Présentation des tableaux des températures de Restauration et de recristallisation

Nous avons déterminé les températures de restauration et de recristallisation des échantillons étudiés à partir de l'analyse des thermogrammes précédents.

Les tableaux (IV.31 et IV.32) résument les valeurs des températures des réactions de restauration et de la recristallisation à différentes vitesses de chauffage. Les températures de restauration de la recristallisation sont définies comme étant les températures pour lesquelles, il y a un accomplissement complet de deux processus de transformation à un taux d'avancement de 50%. On note dans ces résultats que ces températures augmentent avec la vitesse de chauffage, et avec le taux de déformation des fils tréfilés[3].

On remarque de manière générale, qu'il y a déplacement des températures de restauration et de la recristallisation vers hautes températures, lorsque la vitesse de chauffage, et le taux de déformation des échantillons augmentent. Alors la restauration et la recristallisation sont plus dynamiques pour des vitesses et des taux de déformations plus importantes.

C'est ainsi que si on voudrait accélérer (précipiter) les deux transformations par un chauffage rapide, alors cela demandent des hautes températures, donc plus la vitesse de chauffage est grande, plus les températures de réactions seront hautes. Dans l'usine, cette opération est quasi-impossible, puisqu'on effectue le recuit sur des grosses bobines de quelques tonnes, c'est pourquoi on ne peut pas accélérer le chauffage du cuivre vue la grande quantité de matière.

En chauffant des échantillons dans un bain d'huile, Jakani [64], avait trouvé des températures de recristallisation dans l'intervalle de 276,3 – 298,1 °C , pour des fils en cuivre tréfilé à différent teneur en impuretés (voir tableau IV.33).

Les figures (IV.85-IV.86) illustrent la comparaison entre les températures de restauration et de recristallisation, pour les différents échantillons, recuit de manière non-isotherme avec des vitesses de chauffage variées.

Tableau IV.31: Températures de restauration en (°C).

<i>Vitesse de chauffage</i> [°C/min]	10	15	20	25
Fil machine	104,0	131,2	139,0	154,0
Fil tréfilé à 69,75%	101,5	128,6	140,0	162,0
Fil tréfilé à 87,%75	107,9	123,9	147,7	165,5
Fil tréfilé à 96,48%	121,6	132,0	154,3	173,5

Tableau IV.32 : Températures de recristallisation en (°C).

<i>Vitesse de chauffage</i> [°C/min]	10	15	20	25
Fil machine	181,0	225,0	253,0	259,0
Fil tréfilé à 69,75%	213,0	236,0	260,0	269,5
Fil tréfilé à 87,%75	241,6	255,8	268,0	273,5
Fil tréfilé à 96,48%	251,0	261,0	275,0	282,1

Tableau IV.33 : résultats obtenus par Jakani [64] pour des fils en cuivre à différents taux d'impuretés.

<i>Matériaux</i>	Taux d'impuretés total (ppm)	Température de début et de fin de recristallisation	Température de recristallisation
« Cu- réf. »	9,3	257,5°C – 312,5°C	276,3°C
« Cu-S »	17,2	277,5°C – 337,5°C	298,1°C
« Cu-S Pb »	26,1	267,0°C – 327,5°C	289,3°C
« Cu-O270 »	21,8	252,0°C – 323,0°C	276,7 °C
« Cu-O120»	27,8	270,0°C – 335,0°C	293,5°C

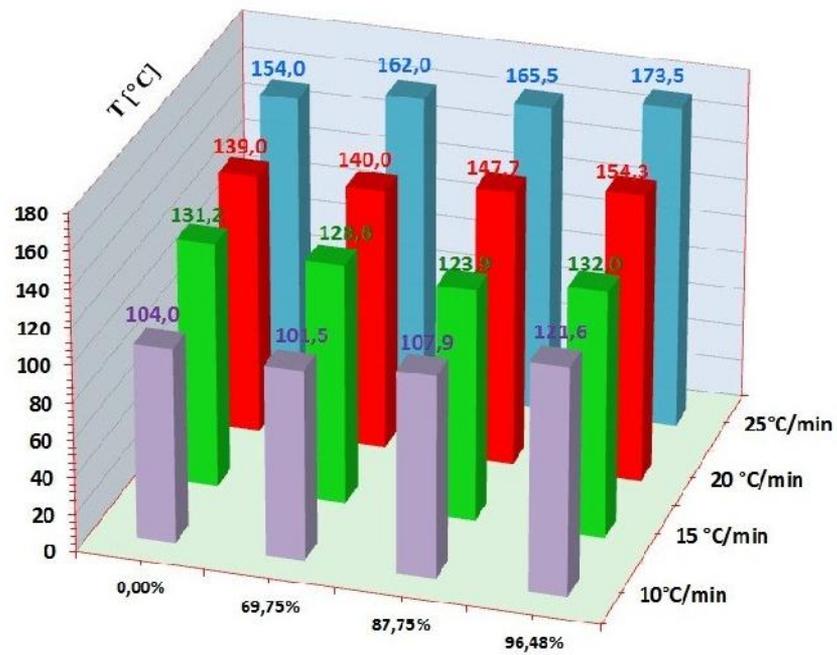


Figure IV.85: Evolution de la température de restauration en fonction du taux de déformation, pour les différentes vitesses de chauffage.

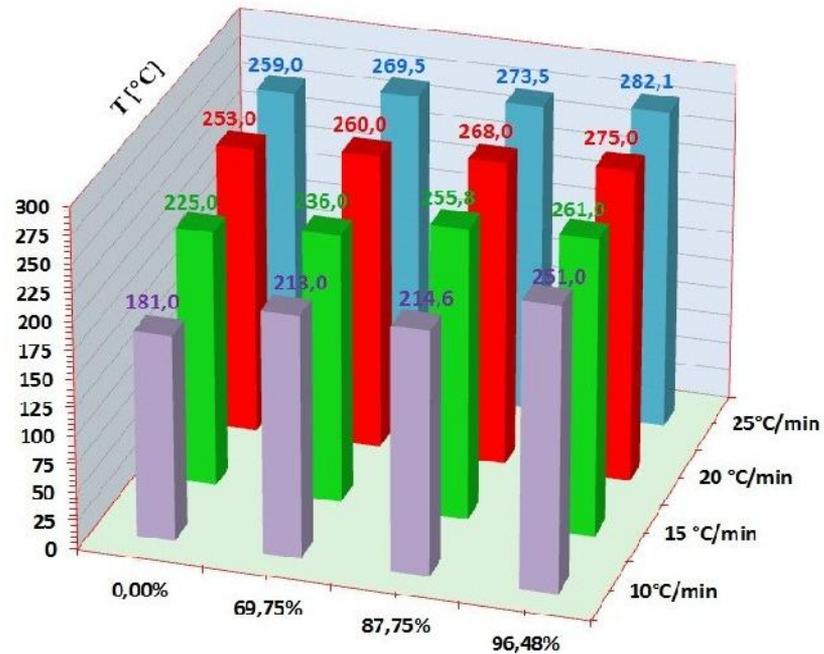


Figure IV.86 : Evolution de la température de recristallisation en fonction du taux de déformation, pour les différentes vitesses de chauffage.

IV.6.2. Calcul de l'énergie stockée par la DSC

La DSC permet de mesurer la quantité de chaleur libérée au cours d'une réaction de transformation exothermique, par élimination totale ou partielle des défauts cristallins induits par une déformation élastique ultérieure. Cette technique est largement utilisée pour les mesures d'énergie stockée depuis quelques décennies, et elle s'améliore au fur et à mesure que les machines sont plus précises et plus performantes.

La quantité d'énergie dégagée est estimée par le calcul de l'aire comprise entre pic exothermique et la ligne de base (voir figure IV.87). Le traçage de ligne de base se fait deux manières différentes, la première consiste à estimer une ligne en se référant à la courbe relative à scan de retour, en effectuant un balayage en décroissance pendant le refroidissement ; la deuxième manière consiste à effectuer un balayage pour un échantillon standard (on dit faire un scan à blanc).

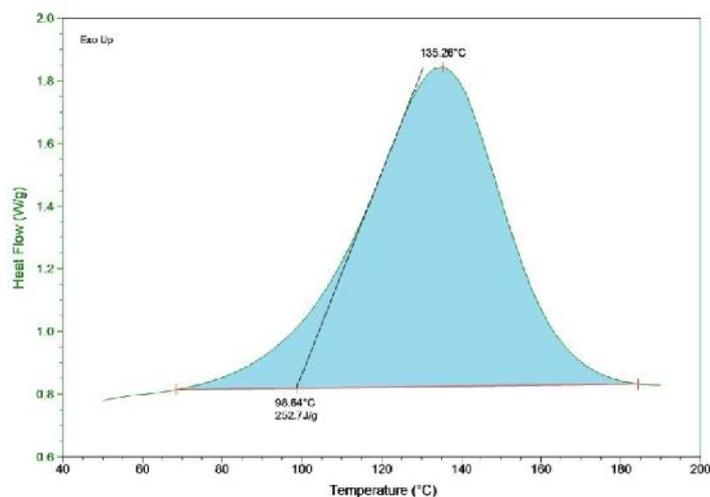


Figure IV.87 : Estimation de l'énergie stockée par le calcul de l'aire sous un pic exothermique.

Les figures (IV.88-IV.89) illustrent les valeurs des énergies stockées, calculées à partir des pics de restauration et de la recristallisation. On peut comparer l'évolution de ces énergies en fonction des vitesses de chauffage ; et en fonction du taux de déformation. Nous avons trouvé pour la restauration des énergies stockées de l'ordre de $56,37 - 231,32 \text{ J.mol}^{-1}$, et des valeurs de l'ordre de $19,34 - 122,46 \text{ J.mol}^{-1}$ pour la recristallisation. On peut interpréter ces résultats par : premièrement plus le matériau est déformé plus il y a formation de défauts notamment les dislocations donc le matériau emmagasine beaucoup plus d'énergie ; deuxièmement avant que les transformations ne commencent le matériau possède une grande quantité de défauts (surtout les dislocations), une part importante de ces dislocations disparaissent au cours de la restauration,

mais une part assez conséquente subsiste encore après la restauration jusqu'au stade de la recristallisation, ce qui explique l'énergie calculée à partir de la réaction de la recristallisation, ainsi on peut voir cette dernière possède une valeur inférieure à celle calculée à partir de la restauration ; troisièmement et finalement les grandes valeurs de ces énergies stockées comparées à des valeurs trouvées par d'autres méthodes et techniques de mesure, sont dues au fait que la technique de mesure par la DSC est globale, elle mesure l'énergie libérée par le système en transformation, sans rendre compte de la source de cette énergie ou du type de défauts dont elle est originaire.

Haessner[65], avait cité que Schmid (1989) avait mesuré par calorimétrie l'énergie libérée après déformation par torsion à une température -196°C , dans quelques matériaux (Al, Pb, Cu, et Ag), il avait trouvé des valeurs dans l'intervalle entre 21,5 et 220 $\text{J} \cdot \text{mol}^{-1}$. Les valeurs d'énergie associées à l'Aluminium ($69,9 \text{J} \cdot \text{mol}^{-1}$, $\gamma_{SFE} = 166 \text{mJ} \cdot \text{m}^{-2}$), et au Plomb ($21,5 \text{J} \cdot \text{mol}^{-1}$, $\gamma_{SFE} = 249 \text{mJ} \cdot \text{m}^{-2}$) sont très faibles par rapport à celles mesurées dans le Cuivre ($216 \text{J} \cdot \text{mol}^{-1}$, $\gamma_{SFE} = 78 \text{mJ} \cdot \text{m}^{-2}$) et dans l'Argent ($220 \text{J} \cdot \text{mol}^{-1}$, $\gamma_{SFE} = 22 \text{mJ} \cdot \text{m}^{-2}$).

Ces différences dans les énergies stockées sont associées directement aux différences dans les énergies de défaut d'empilement (γ_{SFE}). Il est à noter aussi que les valeurs obtenues dépendent de certains facteurs comme le taux et du type d'impureté[66], la taille des grains ainsi que le taux, la température, et le mode déformation. Dans la littérature, on rencontre souvent des valeurs assez élevées, cela peut être expliqué par le fait que les mesures par calorimétrie donnent l'énergie associée à la fois aux dislocations et à tous les autres types de défauts induits par la déformation, qui s'éliminent au cours du traitement thermique.

Pour le cuivre, les valeurs de l'énergie stockée mesurée, selon les différents modes de déformation infligés au matériau, et sa teneur en impureté, s'étalent sur un large intervalle. Pour une traction uniaxiale, on trouve des valeurs de 3,2 et 5,7 $\text{J} \cdot \text{mol}^{-1}$; et pour une compression ces valeurs varient de : 3,8 à 8,3 $\text{J} \cdot \text{mol}^{-1}$ [3].

C'est ainsi que Benchabane [13], avait estimé l'énergie stockée dans du cuivre pur laminé à froid à 70%, de l'ordre de 7 $\text{J} \cdot \text{mol}^{-1}$.

Enfin pour le cuivre déformé par tréfilage, on trouve des valeurs de l'ordre de 95 $\text{J} \cdot \text{mol}^{-1}$ [3]. En étudiant des fils en cuivre tréfilé (à 86% réduction d'aire du fil de diamètre 8mm), Guilemany et al. [67], avaient mesuré des énergies de l'ordre de 45 $\text{J} \cdot \text{mol}^{-1}$ et 32 $\text{J} \cdot \text{mol}^{-1}$, pour des fils en cuivre ayant de différentes teneurs en impuretés (Pb: 494 ppm, Sn: 73 ppm, et Ni: 70 ppm) et (Pb: 1 ppm, Sn: 0,05 ppm, et Ni: 1 ppm), respectivement. Cette différence d'énergie est associée à la différence dans la teneur en impuretés dans ces deux matériaux.

En étudiant l'effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé, Jakani [64], avait trouvé des énergies stockées de l'ordre 19,0, et 25,4 $J.mol^{-1}$ dans des fils tréfilés ayant de différents taux d'impuretés (en Soufre, Pb, et O).

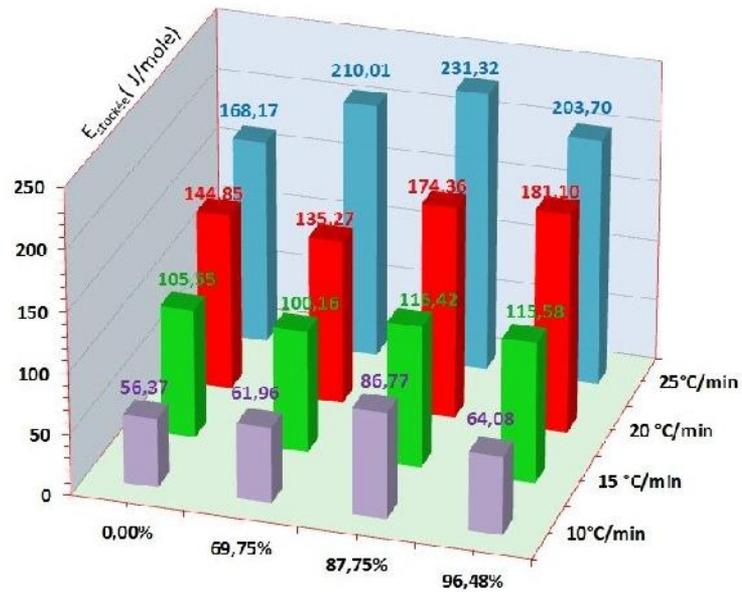


Figure IV.88 : Evolution de l'énergie stockée mesurée à partir du pic exothermique de restauration en fonction du taux de déformation, pour les différentes vitesses de chauffage.

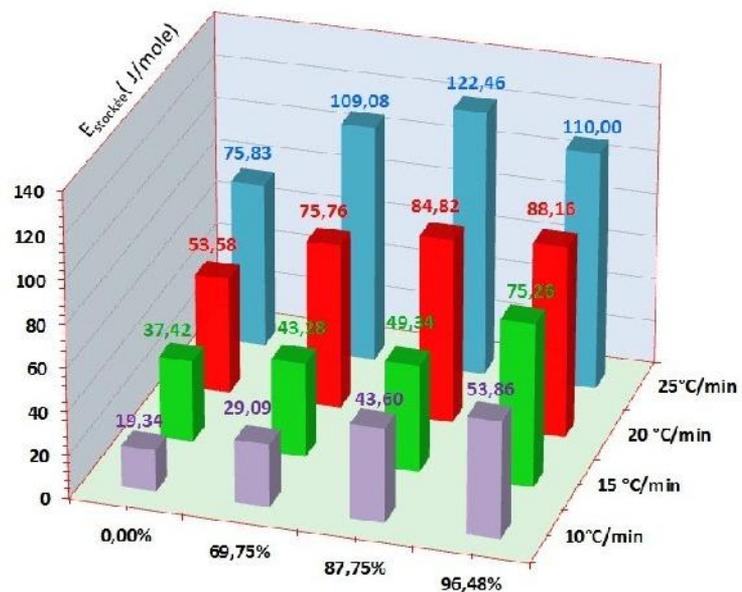


Figure IV.89: Evolution de l'énergie stockée mesurée à partir du pic exothermique de recristallisation en fonction du taux de déformation, pour les différentes vitesses de chauffage.

IV.6.3. Evaluation de l'énergie de défaut d'empilement par la DSC

Dans les matériaux CFC, l'énergie de défaut d'empilement est estimée par la relation suivante :

$$\gamma_{SFE} = \frac{\mu \cdot a_0^3 \cdot \rho}{24 \cdot \sqrt{3} \cdot \pi \alpha} \dots\dots\dots \text{Eq.IV.22}$$

Où a_0 est le paramètre de maille du cuivre, ρ : densité de dislocation,

$\mu = 48 \text{ GPa}$: le module de cisaillement pour le Cuivre,

Et enfin α : est la probabilité nette de défaut d'empilement.

La probabilité nette de défaut d'empilement a été estimée à partir des décalages des pics des diffractogrammes par une analyse des profils des pics.[72, 73]

Tableau IV.34 : La probabilité nette de défaut d'empilement α .

Fil machine	Fil tréfilé à 69,75%	Fil tréfilé à 87,%75	Fil tréfilé à 96,48%
0,00468	0,00495	0,00267	0,00212

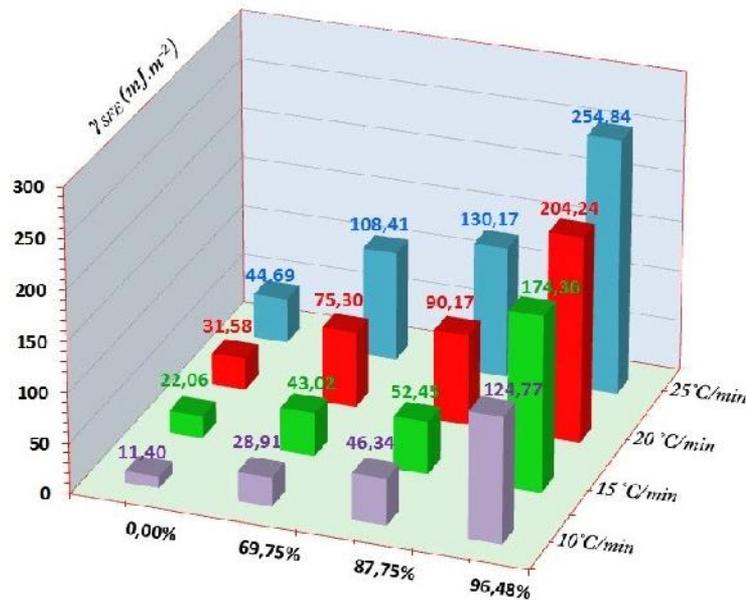


Figure IV.90 : Evolution de l'énergie de défaut d'empilement γ_{SFE} en fonction du taux de déformation, pour les différentes vitesses de chauffage, calculées à partir du pic de recristallisation.

Un défaut d'empilement est une interruption d'une ou deux couches dans la séquence d'empilage de la structure cristalline. Ces interruptions portent une certaine L'énergie de défaut d'empilement. La largeur du défaut d'empilement est une conséquence de l'équilibre entre la force de répulsion entre deux dislocations partielles d'une part et la force d'attraction due à la tension de défaut d'empilement de la surface de l'autre côté.

La largeur d'équilibre est déterminée par l'énergie de défaut d'empilement. Lorsque l'énergie de défaut d'empilement γ_{SFE} est élevé, la dissociation d'une dislocation parfaite en deux partielles est peu probable et le matériau se déforme uniquement par glissement des dislocations. Les matériaux ayant une γ_{SFE} plus faible présentent des défauts d'empilement plus larges, et dans lesquels les dislocations ont plus difficultés à se déplacer par des glissements croisés ou par grimpeur. L'énergie de défaut d'empilement γ_{SFE} influe sur la capacité d'une dislocation à glisser au travers un plan de glissement dévié, dans un cristal. Lorsque la γ_{SFE} est faible, la mobilité des dislocations dans un matériau diminue.

Les deux principaux modes de déformation des métaux sont le glissement et le maclage. Le glissement se fait par déplacement des dislocation-vis ou dislocation-coins, dans un plan de glissement. Le mode de déformation par glissement est de loin le mécanisme le plus commun. Le maclage est moins courant, mais il se produit facilement dans certaines circonstances. Une macle est un très grand défaut d'empilement. Le maclage se produit lorsqu'il n'y a pas suffisamment de systèmes de glissement pour accommoder la déformation et / ou lorsque le matériau a une très faible γ_{SFE} . Les macles sont abondantes dans de nombreux métaux à faibles γ_{SFE} comme les alliages de cuivre, mais sont rarement vus dans les métaux à haute γ_{SFE} comme l'aluminium.[74-78]

IV.6.4. Cinétique de la transformation de recristallisation

On calcule la fraction recristallisée $X(T_j)$, la grandeur qui caractérise le taux d'avancement de la réaction à une température donnée T_j , par la formule suivante :

$$X(T_j) = \frac{S_j}{S} = \frac{\Delta H_j}{\Delta H} \dots\dots\dots \text{Eq.IV.23}$$

Où S : L'aire totale du pic exothermique considéré.

S_j : L'aire partielle à la température T_j .

ΔH : L'enthalpie totale de la réaction.

ΔH_j : L'enthalpie partielle à la température T_j .

La figure IV.91 illustre la méthode de calcul de l'énergie libérée au cours d'une réaction exothermique, la surface hachurée correspond à l'énergie partielle pour une température donnée T_j .

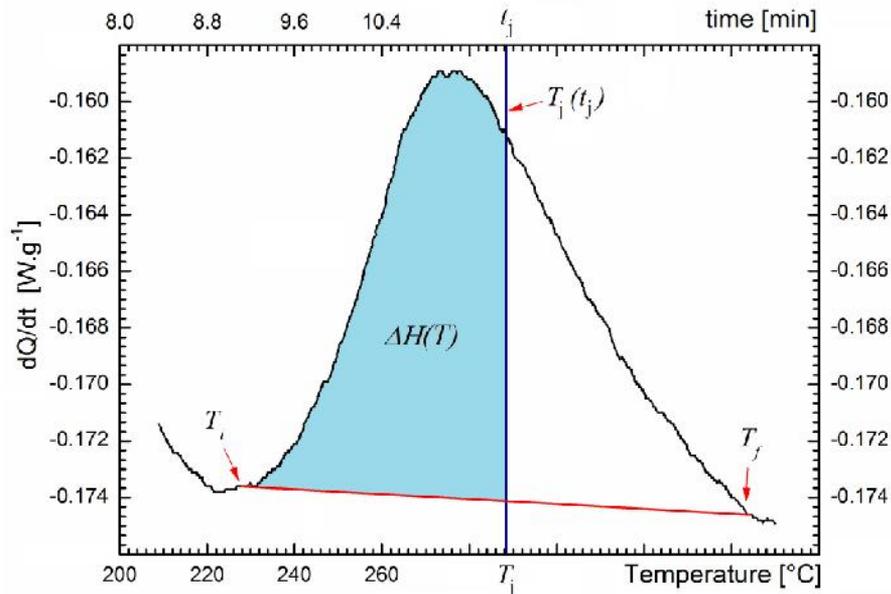


Figure IV.91 : L'aire partielle située entre la courbe DSC sous le pic et la ligne de base, est associée à l'énergie partielle libérée à l'instant (t_j) et à la température (T_j) ; le rapport de celle-ci avec l'aire totale exprime la fraction recristallisée $X(t_j)$ ou $X(T_j)$.

De la même manière, on calcule la fraction recristallisée $X(t_j)$ en fonction du temps, la grandeur qui caractérise le taux d'avancement de la réaction à un instant donné t_j . Pour cela, on utilise les valeurs du flux de chaleur en fonction du temps.

Présentation des courbes de la fraction recristallisée avec la température : $X(\%) = f(T)$

Les figures (IV.92 - IV.95) représentent la variation de la fraction transformée X en fonction de la température T . Les figures (IV.96 - IV.99) représentent la variation de la fraction transformée (recristallisée) X en fonction du temps de recuit. Ces courbes ont une forme sigmoïdale, et montrent la progression du mécanisme de la recristallisation depuis la germination, jusqu'à l'amorçage de la croissance des grains, en passant par l'étape de recristallisation elle-même.

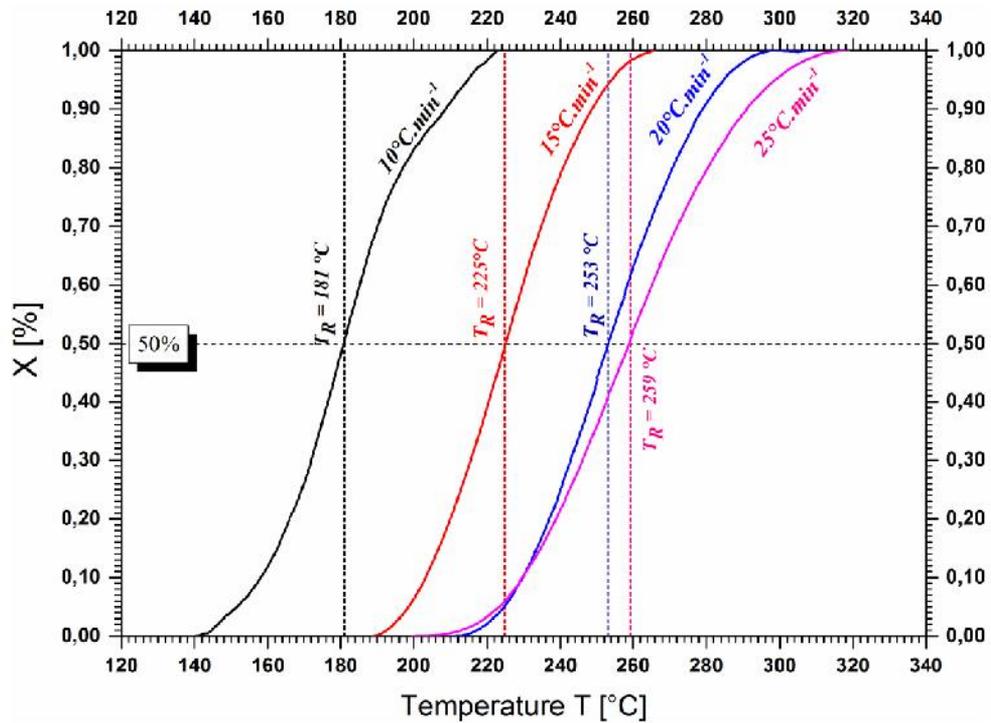


Figure IV.92 : Fraction transformée en fonction de la température $X = f(T)$, au cours de la recristallisation du fil machine en cuivre, pour quatre vitesses de chauffage.

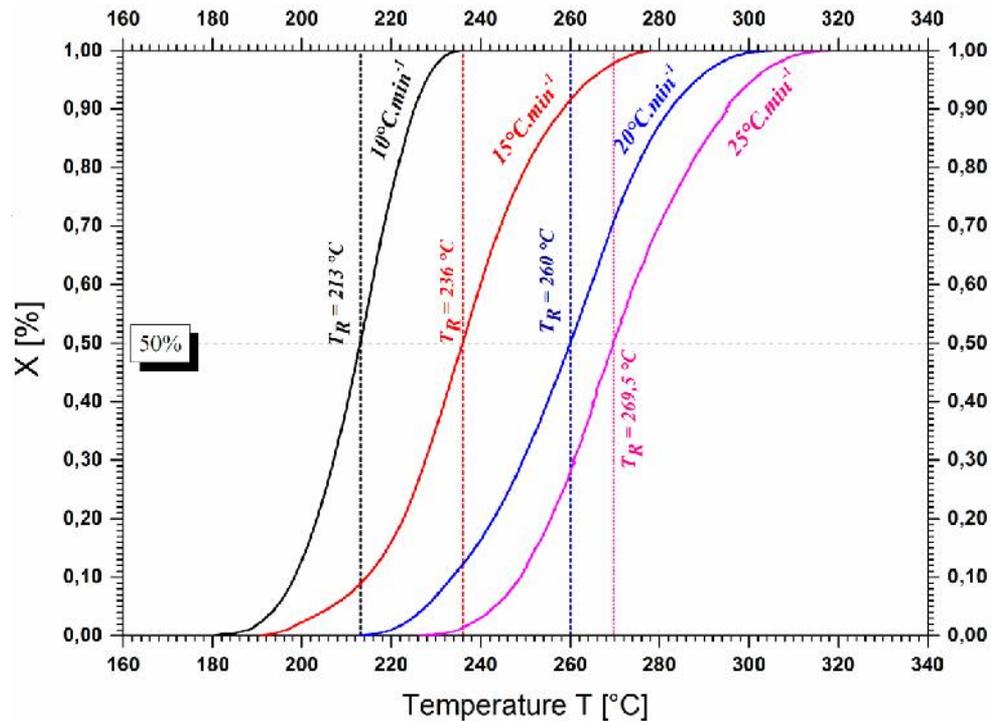


Figure IV.93 : Fraction transformée en fonction de la température $X = f(T)$, au cours de la recristallisation du fil en cuivre tréfilé à un taux de $\varepsilon = 69,75\%$, pour quatre vitesses de chauffage.

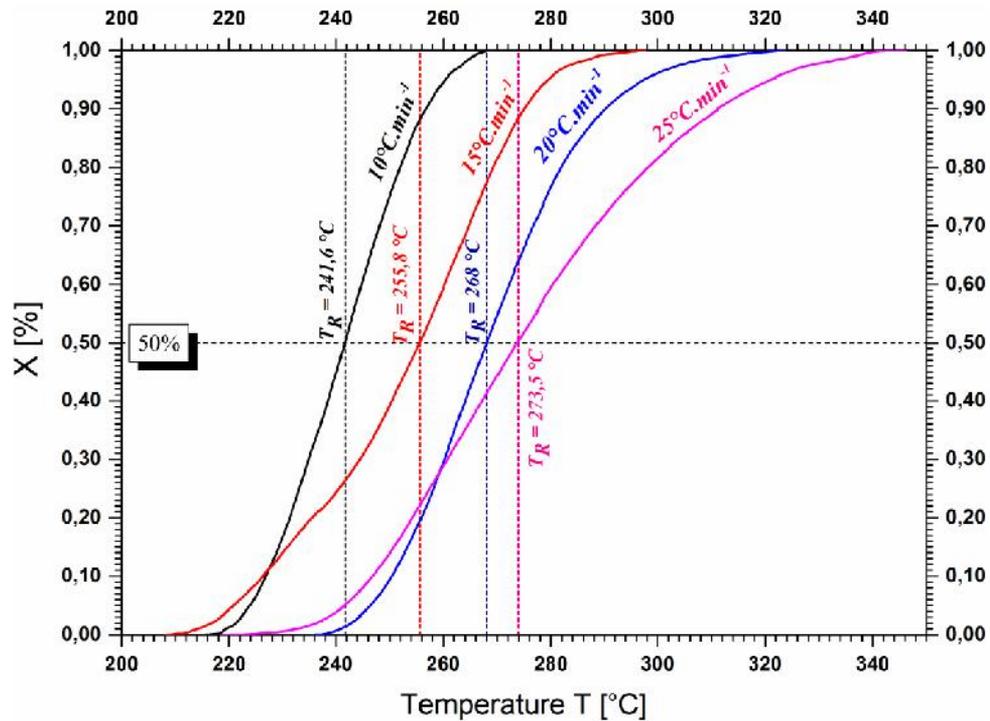


Figure IV.94 : Fraction transformée en fonction de la température $X = f(T)$, au cours de la recristallisation du fil en cuivre tréfilé à un taux de $\varepsilon = 87,75\%$, pour quatre vitesses de chauffage.

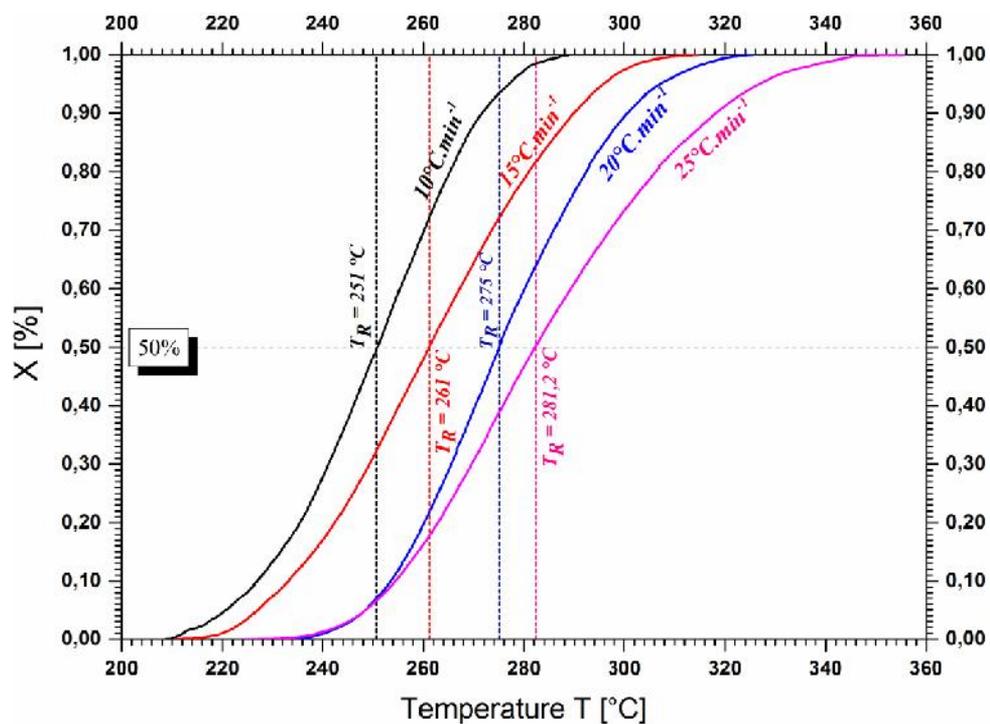


Figure IV.95 : Fraction transformée en fonction de la température $X = f(T)$, au cours de la recristallisation du fil en cuivre tréfilé à un taux de $\varepsilon = 96,48\%$, pour quatre vitesses de chauffage.

Présentation des courbes de la fraction recristallisée avec le temps : $X(\%) = f(t)$.

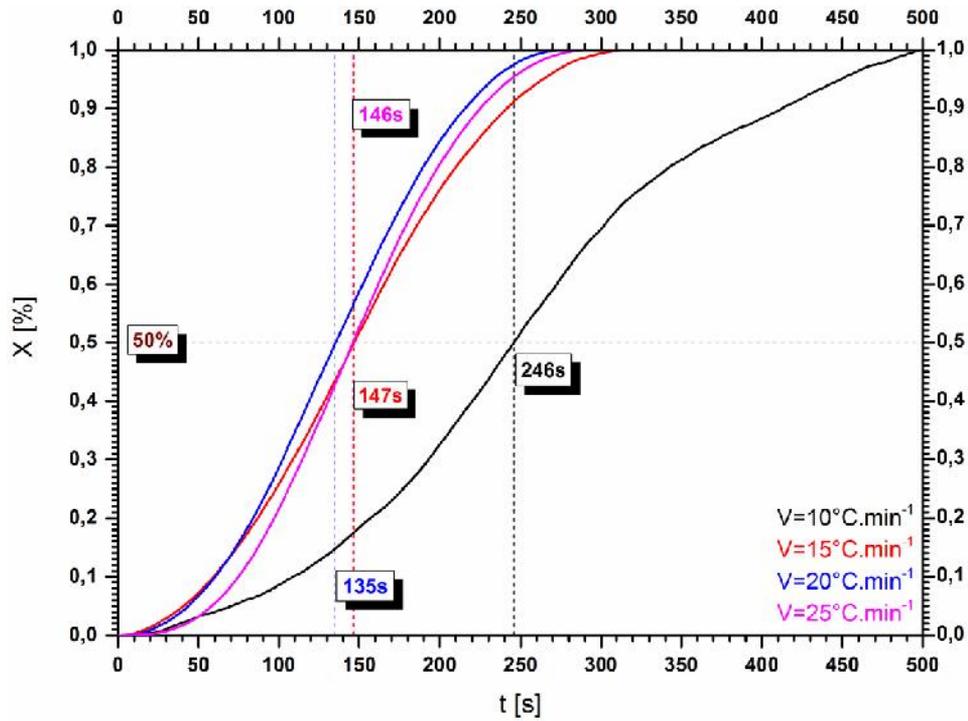


Figure IV.96: Fraction transformée en fonction du temps $X = f(t)$, au cours de la recristallisation du fil machine en cuivre, pour quatre vitesses de chauffage.

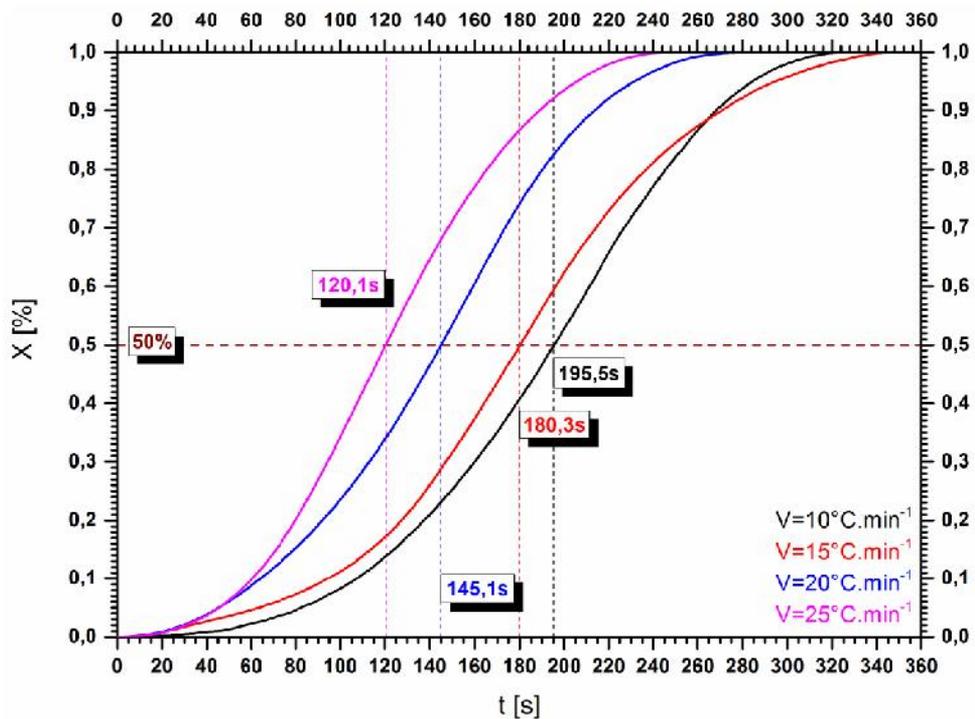


Figure IV.97: Fraction transformée en fonction du temps $X = f(t)$, au cours de la recristallisation du fil en cuivre tréfilé à un taux de $\epsilon = 69,75\%$, pour quatre vitesses de chauffage.

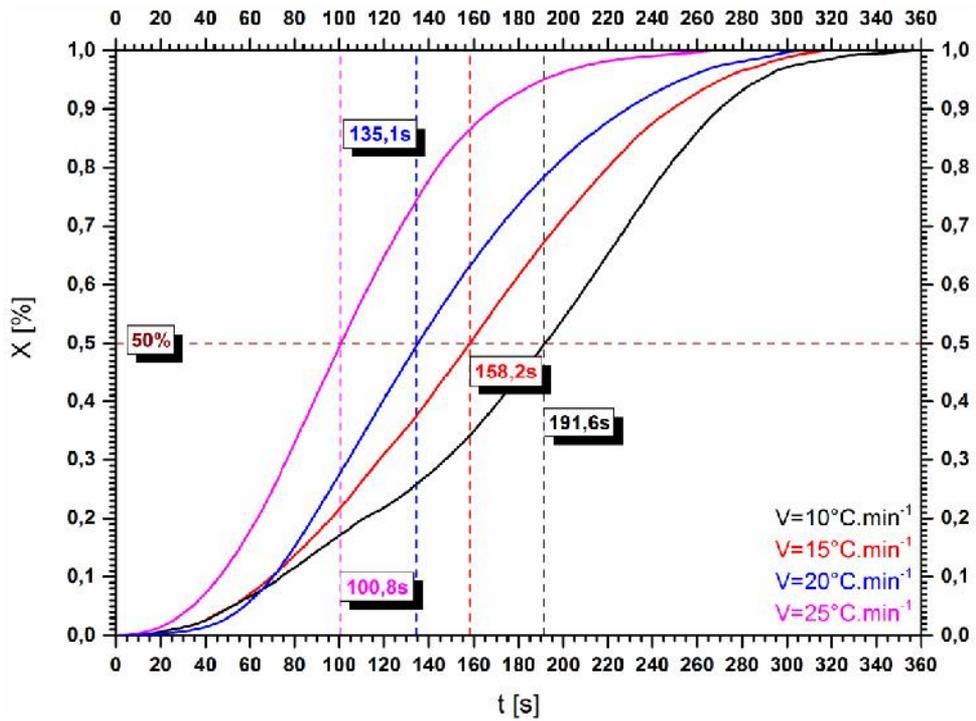


Figure IV.98 : Fraction transformée en fonction du temps $X = f(t)$, au cours de la recristallisation du fil en cuivre tréfilé à un taux de $\varepsilon = 87,75\%$, pour quatre vitesses de chauffage.

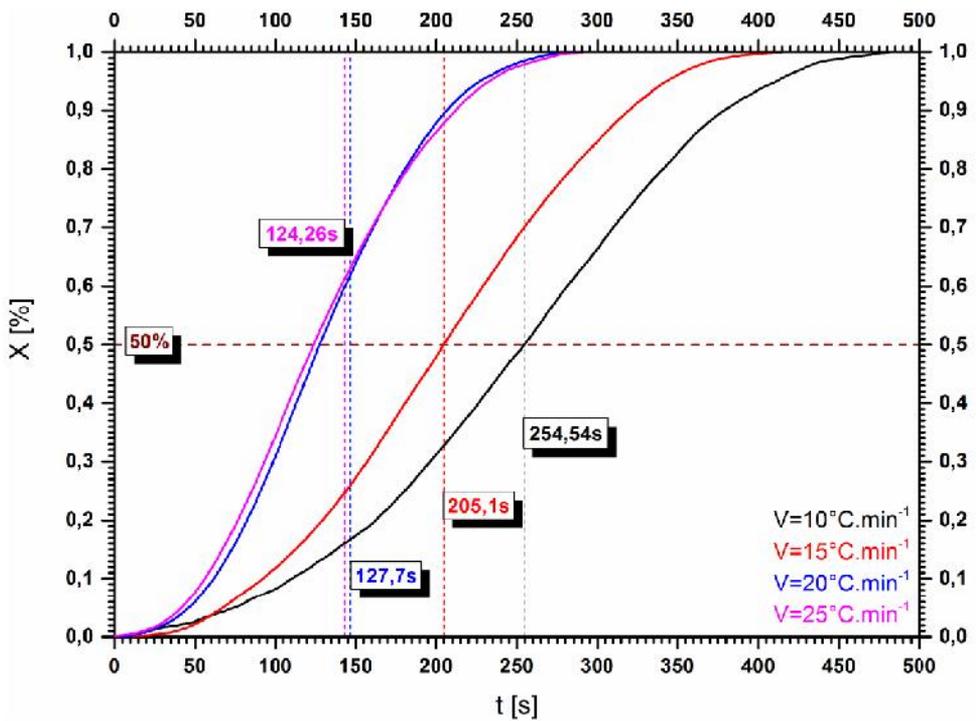


Figure IV.99 : Fraction transformée en fonction du temps $X = f(t)$, au cours de la recristallisation du fil en cuivre tréfilé à un taux de $\varepsilon = 96,48\%$, pour quatre vitesses de chauffage.

Sur les figures (voir les figures IV.100-IV.101), On remarque que l'étape de recristallisation proprement dite, se caractérise par une vitesse croissante, qui peut être représentée par la pente de la droite (double tangente au niveau du point d'inflexion de la sigmoïde) où il y a une région linéaire de la courbe, ensuite elle s'achève par une vitesse décroissante (un ralentissement). La vitesse de recristallisation est maximale à la température de recristallisation T_R

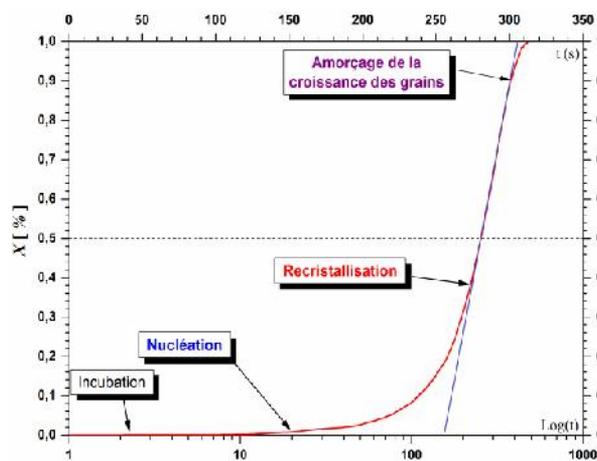


Figure IV.100 : Fraction transformée décrit les étapes d'une réaction de restauration ou de recristallisation (comme ici dans ce cas-ci).

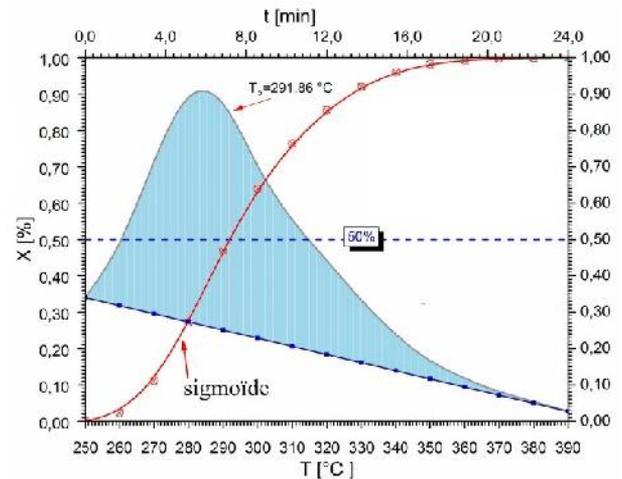


Figure IV.101 : Les fractions transformées en fonction du temps $X = f(t)$ et en fonction de la température $X = f(T)$, sous forme sigmoïdale, en correspondance avec le pic de réaction.

Le tableau IV.35 résumé les résultats des calculs effectués à partir des courbes de la fraction transformée en fonction de la température et en fonction du temps, réalisées pour différents fils en cuivre tréfilés à des taux de déformations variés, et recuits de manière non-isotherme, sous atmosphère contrôlée, avec quatre vitesses de chauffage. On remarque que le temps nécessaire pour une transformation (restauration ou recristallisation) complète diminue pour l'état fortement déformé et pour une vitesse de chauffage élevée.

Pour un matériau fortement déformé, le temps de restauration et de la recristallisation, sont très étroits, en effet un matériau très déformé est caractérisé par une forte densité de défauts, notamment les dislocations induites par cette déformation, donc une énergie stockée assez conséquente, qui favorise un déclenchement tôt et fluide des transformations au sein de celui-ci.

On note aussi qu'un chauffage rapide, implique une accélération des phénomènes de transformations dans les matériaux écrouis, d'où il en résulte des intervalles de temps assez étroits.

Tableau IV.35 : Résultats cinétiques des analyses DSC obtenus sur les fils machine et tréfilés à différents taux de déformation.

Vitesse de chauffage	$10^{\circ}\text{C. min}^{-1}$		$15^{\circ}\text{C. min}^{-1}$		$20^{\circ}\text{C. min}^{-1}$		$25^{\circ}\text{C. min}^{-1}$	
<i>Restauration</i>	<i>Température de début et de fin de réaction</i>	<i>Durée de restauration Δt (min)</i>	<i>Température de début et de fin de réaction</i>	<i>Durée de restauration Δt (min)</i>	<i>Température de début et de fin de réaction</i>	<i>Durée de restauration Δt (min)</i>	<i>Température de début et de fin de réaction</i>	<i>Durée de restauration Δt (min)</i>
Fil machine	67,1 – 163,1	6,90	86,5 – 172,7	5,81	91,2 – 197,1	5,50	100,3 – 217,0	4,85
$\varepsilon = 69,75\%$	66,0 – 135,5	6,94	87,5 – 171,4	5,68	93,5 – 196,2	5,36	106,5 – 221,0	5,34
$\varepsilon = 87,75\%$	73,9 – 139,0	6,51	85,5 – 162,1	5,17	107,4 – 190,5	4,30	108,4 – 212,8	4,29
$\varepsilon = 96,48\%$	65,5 – 136,5	6,10	81,1 – 173,5	6,22	95,1 -197,2	5,28	99,5 – 211,3	4,63
<i>Recristallisation</i>	<i>Température de début et de fin de réaction</i>	<i>Durée de recristallisation Δt (min)</i>	<i>Température de début et de fin de réaction</i>	<i>Durée de recristallisation Δt (min)</i>	<i>Température de début et de fin de réaction</i>	<i>Durée de recristallisation Δt (min)</i>	<i>Température de début et de fin de réaction</i>	<i>Durée de recristallisation Δt (min)</i>
Fil machine	140,0 – 223,0	8,32	188,5 – 266,0	5,22	210,5 – 309,8	4,57	199,5 – 318,8	4,88
$\varepsilon = 69,75\%$	180,0 – 236,0	5,51	191,0 – 278,0	5,81	213,0 – 305,0	4,76	225,0 -320,0	4,19
$\varepsilon = 87, \%75$	215,5 – 268,7	5,34	208,0 – 297,7	6,01	235,8 – 323,6	4,51	218,5 – 346,0	5,25
$\varepsilon = 96,48\%$	208,6 – 289,0	5,05	210,5 – 314,7	5,99	233,8 – 325,6	4,75	223,9 – 355,5	5,07

IV.6.5. Calcul des paramètres cinétiques n et K

Une estimation de l'exposant n d'Avrami, peut nous informer sur le processus de germination et sur la dimensionnalité de la croissance. L'exposant d'Avrami et l'investigation de la dimensionnalité de la croissance, ont été évalués par le modèle de Matusita [79].

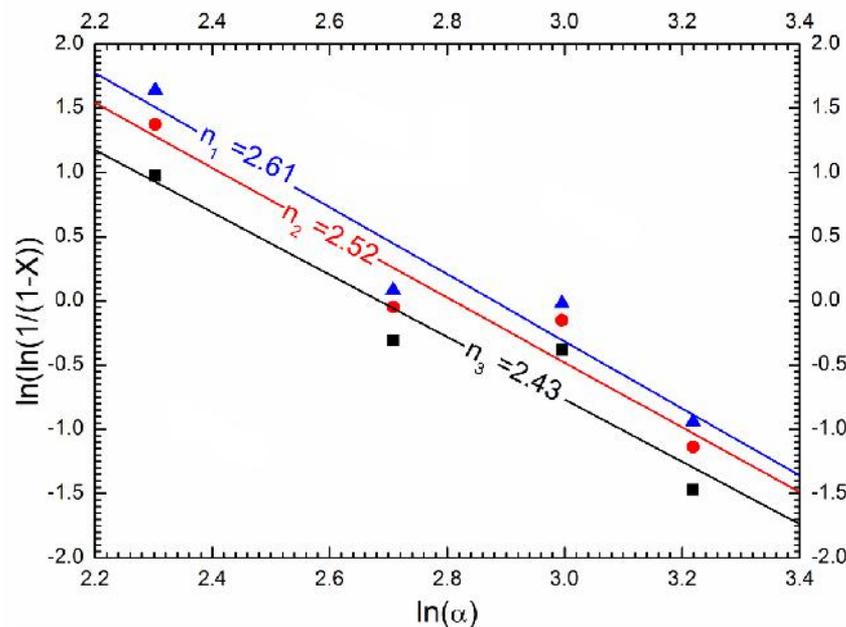


Figure IV.102: Fraction recristallisée X en fonction de $\ln(\alpha)$, pour différentes vitesses de chauffage, pour un échantillon de fils en cuivre tréfilé froid à $\varepsilon = 69,75\%$.

Dans l'équation de Matusita, le tracé de la droite de $\ln[\ln(1 - X)]$ en fonction de $\ln(\alpha)$, pour une température T constante, nous permet de calculer la valeur de n à partir de sa pente. Les trois droites de Matusita, sont représentées sur la figure (IV.102). On peut accepter comme valeur de l'exposant la moyenne = 2,52 .

Hua et al.[80] , avaient trouvé que les exposants d'Avrami, qui sont compris généralement entre les limites 2,48 et 2,68, indiquent que la germination se passe à vitesse constante (monotonie), et que la croissance est tridimensionnelle.

IV.6.6. Calcul de l'énergie apparente d'activation.

Méthodes isoconversionnelles intégrales. Relation vitesse α et température de recuit T

Pour calculer l'énergie d'activation, on a utilisé les méthodes de Kissinger, Akahira et Sunose (K.A.S.) [81]; Ozawa, Flynn et Wall (O.F.W.) [82-85]; et Boswell [86], qui donnent l'énergie d'activation d'un système à partir de l'évolution de la température du maximum du pic exothermique (T_p) en fonction de la vitesse α , à l'aide des relations suivantes :

Dans le but d'évaluer l'énergie apparente d'activation E_a des processus de restauration et de recristallisation, nous avons utilisé différentes méthodes de calcul, appelées respectivement, méthode de Kissinger, méthode de Boswell, méthode d'Ozawa, et la méthode de Starink. Ces méthodes de calcul avaient été basiquement développées dans le but d'étudier la variation du maximum du pic de température en fonction de la vitesse de chauffage au cours d'une analyse thermique, en se basant sur les expressions mathématiques s'appuyant sur des différentes approches numériques, elles sont décrites par les équations (Eqs. IV.24 -IV.27), suivantes :

L'équation suivante fut proposée par Kissinger [81]:

$$\ln\left(\frac{\alpha}{T_p^2}\right) = -\frac{E_a}{R} \cdot \frac{1}{T_p} + constant \dots\dots\dots(\text{Eq.IV.24})$$

Boswell [86] a établi une version modifiée de l'expression de Kissinger :

$$\ln\left(\frac{\alpha}{T_p}\right) = -\frac{E_a}{R} \cdot \frac{1}{T_p} + constant \dots\dots\dots(\text{Eq.IV.25})$$

Une autre relation isoconversionnelle fut utilisée par Ozawa et al. [82]:

$$\ln(\alpha) = -1,0518 \cdot \frac{E_a}{R} \cdot \frac{1}{T_p} + constant \dots\dots\dots(\text{Eq.IV.26})$$

En se basant sur une nouvelle approche, Starink [87] avait discuté de nouvelles approximations pour une solution numérique bonne et acceptable, de l'intégrale température, et proposa ainsi l'équation suivante :

$$-\ln\left(\frac{\alpha}{T_p^{1,92}}\right) = -1,0008 \cdot \frac{E_a}{R} \cdot \frac{1}{T_p} + constant \dots\dots\dots(\text{Eq.IV.27})$$

Où α est la vitesse de chauffage, $R = 8,314 \text{ J. mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$, est la constante des gaz parfaits, et T_p set la température maximale du pic.

Mittemeijer [88] avait reporté que dans la plus part des cas, cette température est utilisée parce qu'elle correspond approximativement au même degré de transformation.

L'énergie d'activation E_a est obtenue à partir de la pente de la droite tracée en fonction de $\frac{10^3}{T_p}$; où C_1, C_2, C_3 sont toujours des constantes.

Les figures (IV.103 -a, b, c, d), illustrent les droites tracées selon les équations de Ozawa, Boswell, Kissinger, et Starink respectivement, pour les températures des réactions de restauration, associées au premier pic exothermique des thermogrammes. Ils sont exploités afin de déterminer les valeurs de l'énergie d'activation de restauration. Les résultats obtenus sont représentés sur la figure IV.106.

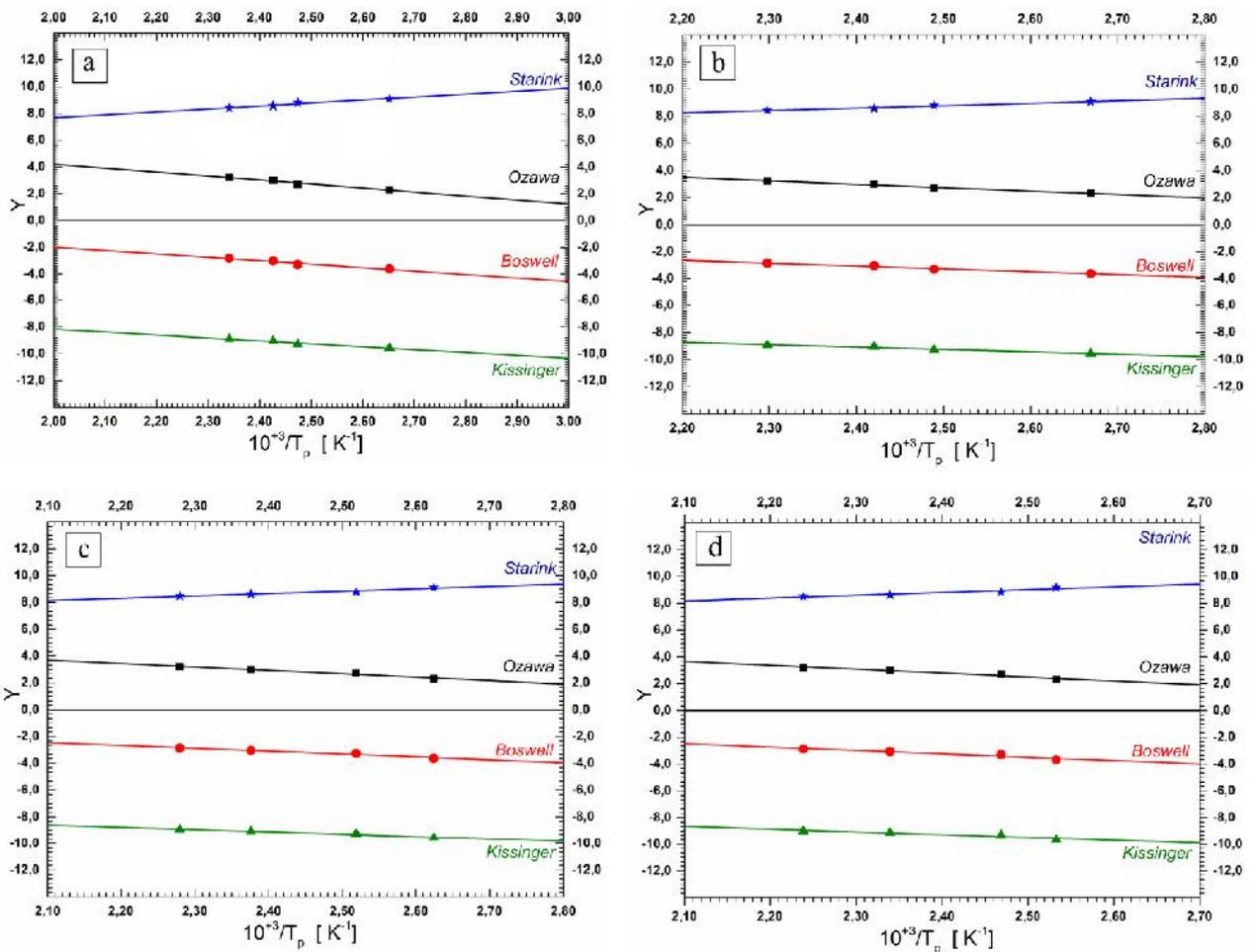


Figure IV.103 : Droites Y en fonction de $10^3/T$: $Y = \ln(a)$ pour Méthode Ozawa, $Y = \ln(a/T_p)$ pour Boswell, $Y = \ln(a/T_p^2)$ pour Kissinger, et $Y = -\ln(a/T_p^{1.92})$ pour Starink (pour la restauration).

(a) le fil machine en cuivre, (b) $\epsilon = 69,75\%$, (c) $\epsilon = 87,75\%$, (d) $\epsilon = 96,48\%$.

Les figures (IV.104 -a, b, c, d), illustrent les droites tracées selon les équations de Ozawa, Boswell, Kissinger, et Starink respectivement, pour les températures des réactions de recristallisation, associées au deuxième pic exothermique des thermogrammes.

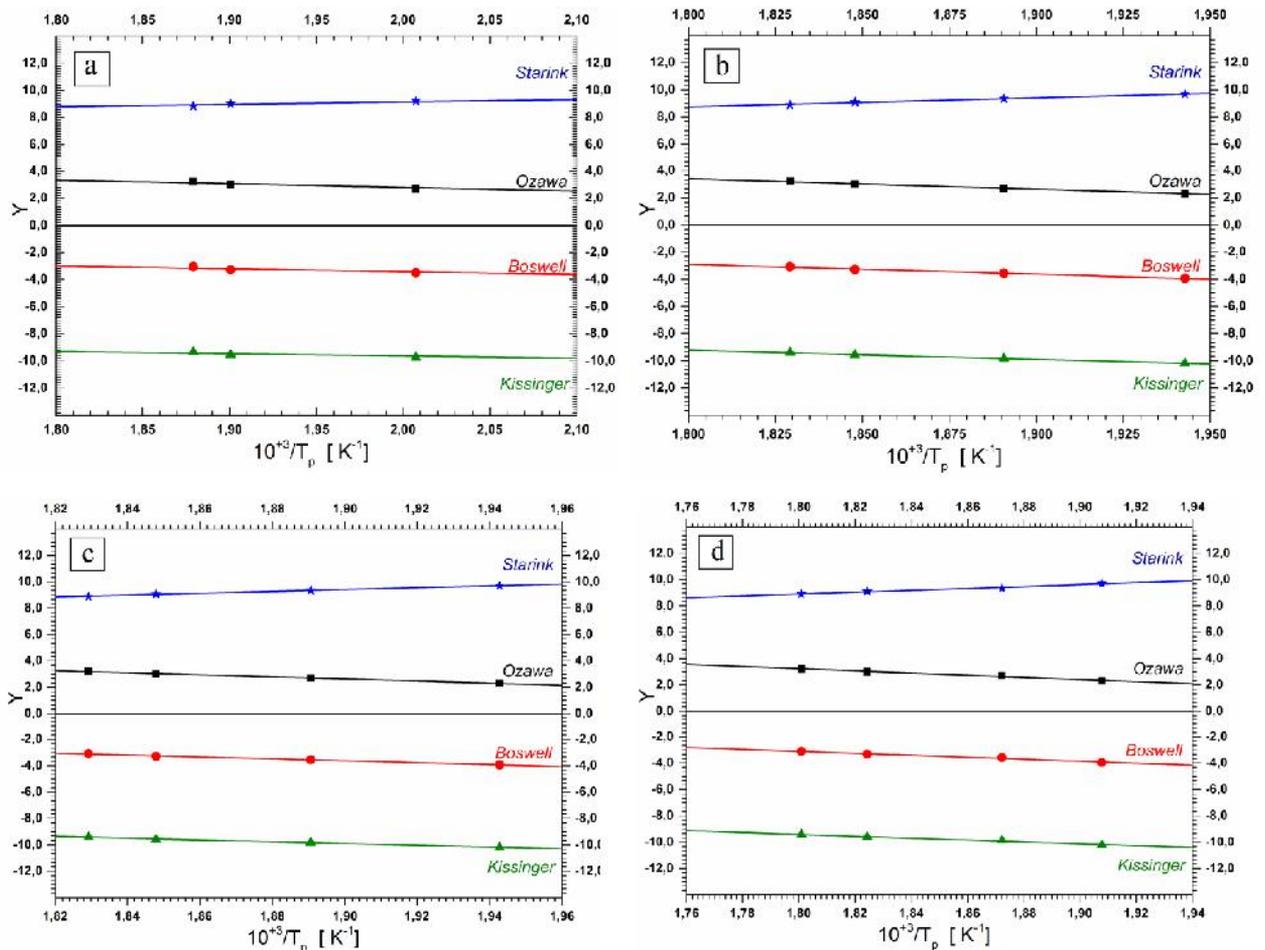


Figure IV.104 : Droites Y en fonction de $10^3/T$: $Y = \ln(\alpha)$ pour Méthode Ozawa, $Y = \ln(\alpha/T_p)$ pour Boswell, $Y = \ln(\alpha/T_p^2)$ pour Kissinger, et $Y = -\ln(\alpha/T_p^{1.92})$ pour Starink (pour la recristallisation) : (a) le fil machine en cuivre, (b) $\varepsilon = 69,75\%$, (c) $\varepsilon = 87,75\%$, (d) $\varepsilon = 96,48\%$

Ils sont exploités afin de déterminer les valeurs de l'énergie d'activation de recristallisation.

Les résultats obtenus sont représentés sur la figure IV.107, ils sont comparés avec les énergies d'activation calculées par d'autres méthodes.

En étudiant le fluage des fils de cuivre tréfilés de la même gamme nous avons étudiée, Boumerzoug et al.(2014) [89], avaient trouvé des valeurs de l'énergie apparente d'activation pour le mécanisme de fluage à des températures différentes(250°C, 290°C, et 340°C), dans l'intervalle : 22,25 ~ 50,75 kJ/mol.

Exploitation des courbes d'Arrhenius : $\ln t_R = f\left(\frac{10^3}{T_R}\right)$

Dans le but de quantifier l'énergie apparente d'activation, E_a , de la réaction de recristallisation dans un fil en cuivre industriel, nous avons opté pour une méthode basée sur le tracé de la droite du type Arrhenius.

Nous avons utilisé une relation donnant le taux réaction :

$$rate = \frac{1}{t_R} = C_0 \cdot \exp\left(-\frac{E_a}{k \cdot T_R}\right) \dots\dots\dots \text{Eq.IV.29}$$

Où t_R : représente le temps de recuit nécessaire pour une recristallisation complète à une température donnée T_R (correspondant à T_p), k est la constante de Boltzmann, et C_0 la constante de recristallisation normalisée.

Les figures (IV.105 - a, b, c, d) illustrent les droites de type Arrhenius, elles donnent les variations de $\ln(t_R)$ en fonction de $\frac{10^3}{T_R}$. L'énergie apparente d'activation estimée à travers le calcul de la pente des droites.

Les résultats sont rassemblés sur la figure IV.107, et ils sont comparés à des valeurs d'énergie apparente d'activation calculées par d'autres méthodes. On constate aussi que les valeurs trouvées dans ce travail sont en bon accord avec un certain nombre de travaux d'autres auteurs reportés dans la littérature [13, 88, 90, 91].

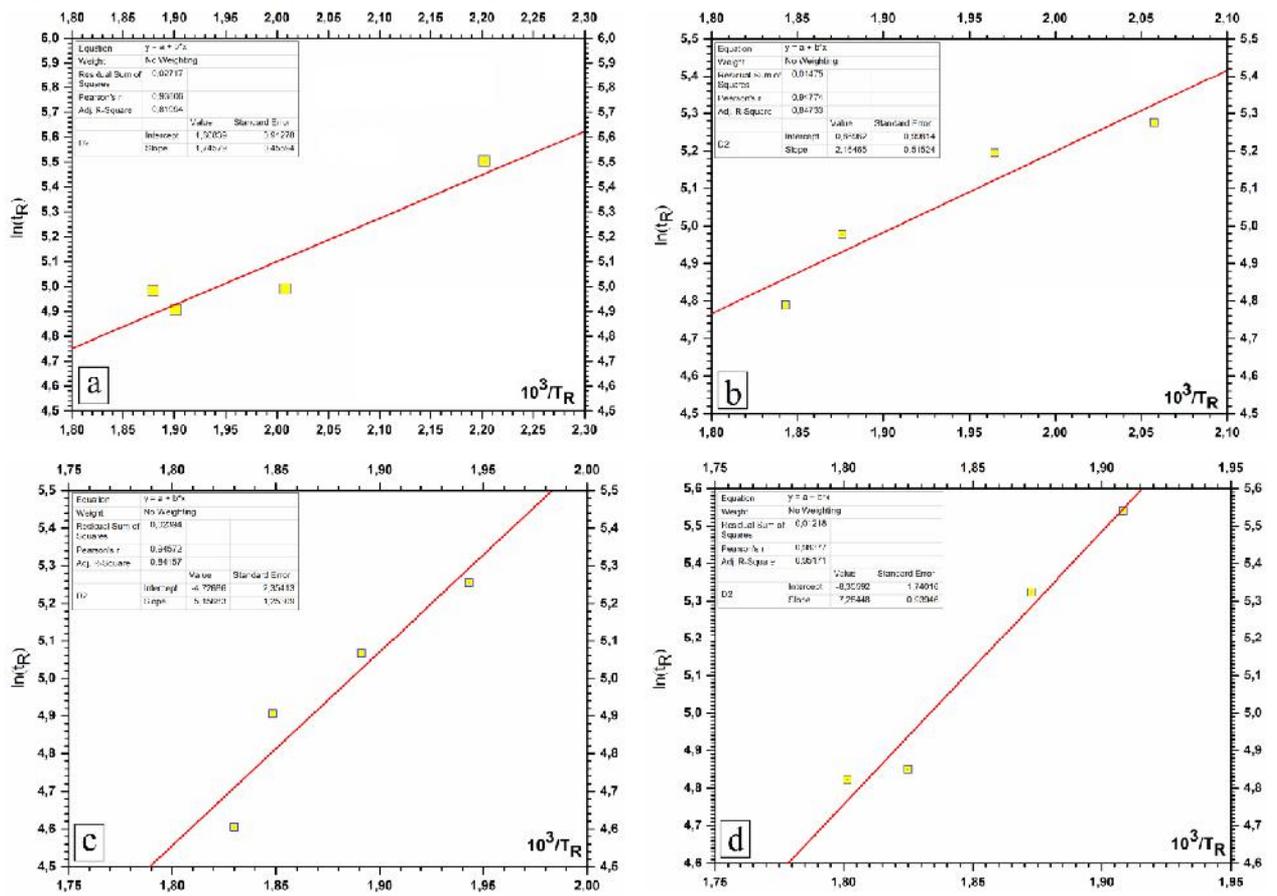


Figure IV.105 : Le tracé d'Arrhenius $\ln(t_R)$ en fonctions de $10^3/T_R$ pour : (a) fil machine en Cu, et fils en Cu tréfilés à (b) $\epsilon = 69,75\%$, (c) $\epsilon = 87,75\%$, (d) $\epsilon = 96,48\%$

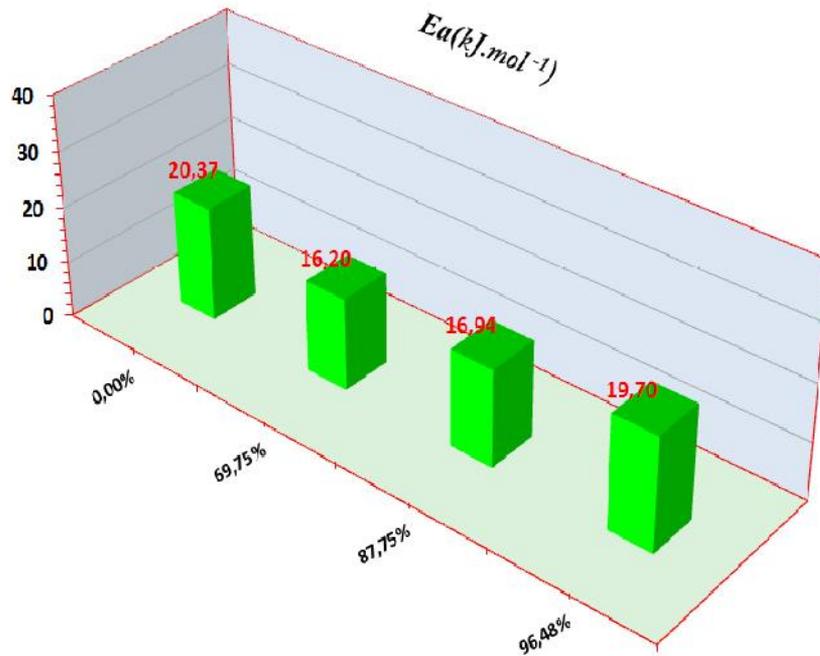


Figure IV.106 : Energie d'activation de restauration, calculées par les méthodes de Kissinger, Ozawa, Boswell, et Starink.

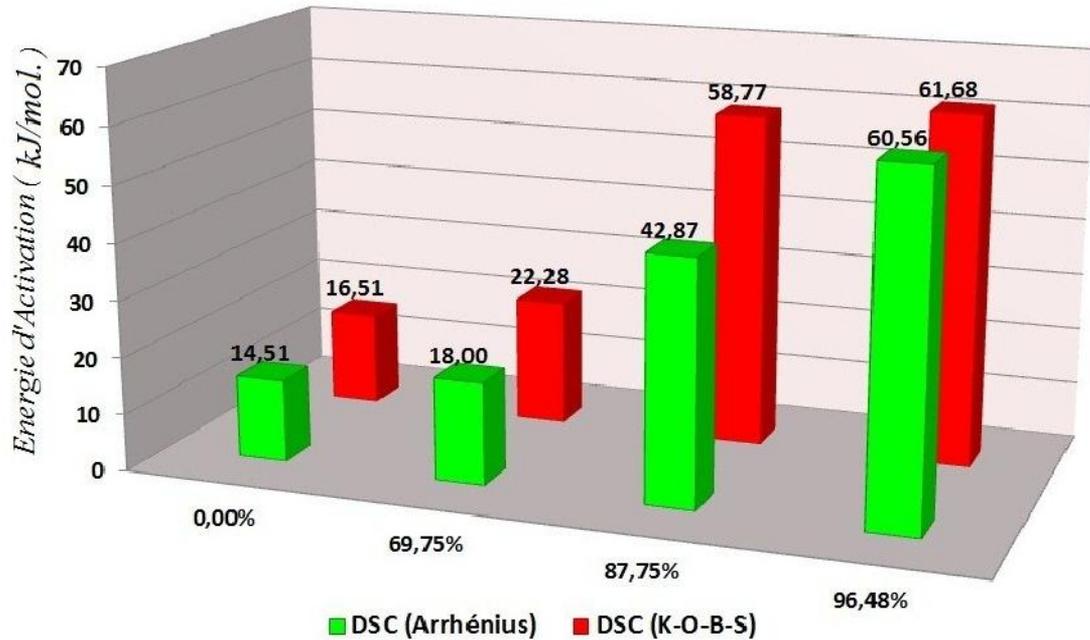


Figure IV.107 : Energie d'activation de recristallisation, calculées par différentes méthodes : 1^{er} méthode de Kissinger, Ozawa, Boswell, et Starink ; 2^{ème} méthode Droite d'Arrhenius à partir des courbes DSC.

Conclusion générale

Notre travail avait pour but d'une part l'étude de l'effet de tréfilage et de recuit sur les fils électriques de cuivre, et la compréhension l'influence des paramètres : taux de déformation, la température de recuit, et le temps, sur les mécanismes de la restauration et la recristallisation dans les fils électriques en cuivre tréfilés à froid ; et de calculer certains constantes cinétique. D'autre part, essayer de trouver un optimum « temps-température » afin d'améliorer les propriétés physiques et mécaniques des fils en cuivre tréfilés produits dans l'usine E.N.I.C.A.Biskra.

Les fils qui ont fait l'objet de notre étude, sont fabriqués par l'Entreprise Nationale des Industries du Câble de Biskra. Nous avons étudié des fils électriques en cuivre avant tréfilage (fils machine), des fils à différents taux de réductions: 21,23 %, 43,75 %, 58,56 %, 69,75 %, 77,44 %, 83,50 %, 87,75 %, 91,37 %, et 96,48 %. A travers ce travail, Nous avons explicité les connaissances nécessaires à la compréhension du mécanisme des déformations plastiques en générale, et la déformation par le tréfilage à froid en particulier ; et nous avons passé en revue l'évolution de la microstructure des fils déformés et après le traitement thermique de recuit.

Dans ce cadre, nous avons effectué des analyses expérimentales et des tests de mesures, sur les fils électriques de cuivre, en utilisant différents techniques de caractérisation, la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage (MEB), mesure de la microdureté Vickers, la diffraction des rayons X, mesure de la résistivité électrique, et la calorimétrie différentielle à balayage (DSC).

La démarche adoptée consistait à caractériser tout d'abord les étapes de déformation à froid, puis à suivre l'évolution de la microstructure et la cinétique de recristallisation au cours de recuit, simulant les conditions industrielles.

Nous allons maintenant résumer les résultats obtenus lors de cette étude et dégager les questions encore ouvertes concernant les effets de déformation et du recuit :

A- Après tréfilage : La déformation par tréfilage des fils électriques de cuivre cause des changements dans la microstructure du matériau :

1. Les grains se déforment et s'allongent selon l'axe de tréfilage, les coupes transversales montrent l'évolution de la morphologie des grains au cours du tréfilage.
2. La taille des domaines cohérents de diffraction diminue lorsque le taux de déformation augmente, nous avons remarqué que la taille de domaine décroît de la valeur 463,492 nm pour le fil machine vers 34,502nm pour le fil tréfilé à 96,48 %.
3. La densité de dislocations augmente avec l'augmentation du taux de déformation, cette densité avait la valeur de $2,948 \times 10^{+14} m^{-2}$ dans le fil machine, et elle grimpe vers la valeur $14,056 \times 10^{+14} m^{-2}$ pour le fil tréfilé à 96,48 %.

4. Les fils électriques durcissent après tréfilage et deviennent difficilement malléables, nous avons trouvé une valeur de microdureté Vickers de $HV_{0,2} = 59,54$ pour le fil machine puis cette valeur augmente jusqu'à atteindre la valeur $HV_{0,2} = 125,10$ lorsque la déformation atteint le taux 96,48 %.
 5. La résistivité électrique des fils électriques augmente lorsque la déformation augmente, nous avons trouvé pour la résistivité électrique du fil machine non déformé égale à : $\rho_{fil\ machine} = (16,39 \pm 1,2\%)n\Omega.m$, cette valeur augmente de manière significative jusqu'à $\rho_{97,48\%} = (17,66 \pm 1,2\%)n\Omega.m$ pour le fil électrique tréfilé à un taux de $\varepsilon = 97,48\%$.
 6. La déformation des fils de cuivre pur par tréfilage, se produit par essentiellement par glissement, et quelques fois on remarque des macles de déformations.
- B- Après recuit : Après un recuit isotherme aux températures : T=200°C, T=300°C, T=400°C, et T=500°C, nous avons remarqué un retour marqué vers un état de stabilité, caractérisé par l'amélioration des propriétés du matériau, suite à la diminution de la densité des dislocations. La cinétique de recristallisation varie entre les matériaux, elle est plus lente quand la déformation est faible.
1. Certains paramètres cinétiques ont été calculés, telles que la fraction transformée, les énergies d'activation de restauration et de recristallisation, pour ce matériau par différentes méthodes de calcul (Ozawa et al., Kissinger et al., Boswell et al., Starink et al.) ; Nous avons évalué l'énergie apparente d'activation de recristallisation pour les différentes déformations et méthodes, et nous avons trouvé des valeurs dans l'intervalle : $14 \sim 62\text{ kJ/mol}$. Comme nous avons calculé l'exposant d'Avrami, et nous avons trouvé des valeurs dans l'intervalle 0,5 ~ 2,5.
 2. La densité de dislocations diminue après un recuit à température constante, cette diminution est plus remarquée lorsque la température est grande, et le temps de recuit est long ; ainsi pour un fil ayant une déformation égale à $\varepsilon = 43,75\%$ a une densité de dislocation $8,813 \times 10^{+14}\text{ m}^{-2}$ avant recuit, mais cette valeur descend à $7,278 \times 10^{+14}\text{ m}^{-2}$ après 64 minutes de recuit à 200°C ; par contre elle chute jusqu'à $2,254 \times 10^{+14}\text{ m}^{-2}$ après 64 minutes de recuit à 500°C.
 3. La résistivité électrique des fils électriques diminue après un recuit isotherme à deux températures 200°C et 400°C, pendant 45 minutes, ainsi la résistivité électrique d'un fil tréfilé à $\varepsilon = 65,48\%$ descend de $\rho = 17,20\text{ n}\Omega.m$ vers la valeur de $\rho = 16,82\text{ n}\Omega.m$ (200°C) et $\rho = 16,65\text{ n}\Omega.m$ (400°C) ; par contre pour fil plus déformé ($\varepsilon = 91,37\%$) la valeur de sa résistivité électrique diminue de $\rho = 17,43\text{ n}\Omega.m$ (avant recuit) vers $\rho = 16,86\text{ n}\Omega.m$ (200°C) puis $\rho = 16,31\text{ n}\Omega.m$ (400°C).
 4. Nous avons observé un déplacement des effets vers les hautes températures et les taux de réduction élevés.

Nous concluons par le résultat pratique suivant, pour obtenir des fils électriques en cuivre industriel de bonne qualité, on doit faire un traitement thermique de recuit à 400°C pendant une durée d'environ 4 minutes.

Perspectives

Cette étude nous a permis d'une part, de comprendre certains aspects de la microstructure du matériau, au cours de la déformation à froid par tréfilage, et de recuits isothermes, et d'autre part, étudier et quantifier quelques paramètres et grandeurs caractérisant les mécanismes restauration et de recristallisation.

Comme projet avenir, nous voulons calculer l'énergie totale stockée dans le matériau. Nous voulons aussi étudier la texture des fils électriques en cuivre et en aluminium par la technique de l'EBSD, travailler sur le mécanisme de migration des joints de grains, en utilisant des techniques comme le MET.

Enfin, il est souhaitable que les prochaines études soient faites sur plusieurs matériaux différents pour pouvoir faire une étude comparative, tels que le cuivre et l'aluminium.

Références bibliographiques

- [1] A. Roos, and B. Milet, *Précis De Métallurgie Appliquée*, Troisième ed., Paris: Technique et Documentation Lavoisier, 1982.
- [2] I. Lakhtine, *Métallographie et traitements thermiques des métaux*, 3^{ème} Edition ed.: 3^{ème} Ed., Editions Mir, 1982.
- [3] F. J. Humphreys, and M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Second ed., Oxford: Elsevier Pergamon Press, 2004.
- [4] V. E. Iordache, "Suivi de l'état de contraintes, appliquées et internes, des alliages ferromagnétiques doux par mesure de leurs propriétés magnétiques.," Thèse de doctorat, Université de Technologie de Compiègne, 2003.
- [5] L. B. Z.Boumerzoug, D. Hamana, "Etude des fils électriques en Cuivre tréfilés."
- [6] A. Diha, and Z. Boumerzoug, "Creep Behavior of an Industrial Aluminum Drawn Wire," *Advanced Materials Research*, vol. 629, pp. 90-94, 2013.
- [7] G.Benchabane, H.Azzedine, D.Bradai, T.Gloriant, I.Thibon, and Z.Boumerzoug, "Evolution de la texture de recristallisation du cuivre laminé, Book Scientific papers," in The First International Conference on Metallurgy, ICM'2009, 2009, pp. 113-116.
- [8] F. Djavanroodi, M. Sedighi, P. Hashemi, and M. Ebrahimi, "Equal channel angular pressing of copper wire," *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture*, March 11, 2014, 2014.
- [9] A. D. Rollett, D. J. Srolovitz, R. D. Doherty, and M. P. Anderson, "Computer simulation of recrystallization in non-uniformly deformed metals," *Acta Metallurgica*, vol. 37, no. 2, pp. 627-639, 2//, 1989.
- [10] T. Furu, K. Marthinsen, and E. Nes, "Modelling recrystallisation," *Materials science and technology*, vol. 6, no. 11, pp. 1093-1102, 1990.
- [11] K. Marthinsen, and N. Ryum, "Transformation kinetics and microstructure for grain boundary nucleated recrystallization in two dimensions," *Acta Materialia*, vol. 45, no. 3, pp. 1127-1136, 3//, 1997.
- [12] G. Liao, "Etude expérimentale des cinétiques de recristallisation et des vitesses de migration des joints de grains dans le nickel écroui," Thèse de Doctorat, Université de Nantes, France, 1998.
- [13] G. Benchabane, "Les mécanismes de recristallisation et de croissance des grains dans les métaux et alliages métalliques légers," Thèse de Doctorat, Département de Sciences de la Matière, Université Mohamed Khider, Biskra, 2009.
- [14] M. Bouabdallah, "On the parameters of KJMA model and modified of isothermal transformation in metals," in Rencontre sur les matériaux métalliques Biskra, 2011, pp. 47-49.
- [15] J. G. M. van Berkum, A. C. Vermeulen, R. Delhez, T. H. de Keijser, and E. J. Mittemeijer, "Applicabilities of the Warren-Averbach analysis and an alternative analysis for separation of size and strain broadening," *Journal of Applied Crystallography*, vol. 27, no. 3, pp. 345-357, 1994.
- [16] M. De, and S. Gupta, "Lattice imperfection studies in polycrystalline materials by x-ray diffraction line-profile analysis," *Pramana*, vol. 23, no. 6, pp. 721-744, 1984/12/01, 1984.
- [17] B. D. Cullity, and S. R. Stock, *Elements of X-ray diffraction*, third ed., Massachusetts: Addison-Wesley Publishing Company, Inc., 1956.
- [18] J.-P.Eberhart, *Méthodes physiques d'étude des minéraux et des matériaux solides*, Paris: DOIN Editeurs, 1976.
- [19] D. Hull, and D. J. Bacon, *Introduction to Dislocations* Sed.: Pergamon Press, 2011.

- [20] H. Gleiter, "Nanostructured materials: basic concepts and microstructure," *Acta Materialia*, vol. 48, no. 1, pp. 1-29, 1/1/, 2000.
- [21] R. Snyder, J. Fiala, and H. J. Bunge, *Defect and Microstructure Analysis by Diffraction*: Oxford University Press, 2000.
- [22] H. P. Klug, and L. E. Alexander, *X-ray diffraction procedures for polycrystalline and amorphous materials*, 2 ed., p. 992, New-York: Wiley-VCH., 1974.
- [23] B. E. Warren, *X-ray Diffraction*: Dover Publications, 1969.
- [24] E. J. Mittemeijer, and P. Scardi, *Diffraction Analysis of the Microstructure of Materials*, Berlin: Springer-Verlag, 2004.
- [25] P. Scardi, and M. Leoni, "Whole powder pattern modelling," *Acta Crystallographica Section A*, vol. 58, no. 2, pp. 190-200, 2002.
- [26] M. A. Krivoglaz, *X-Ray and Neutron Diffraction in Nonideal Crystals*, Berlin: Springer-Verlag, 1996.
- [27] M. Wilkens, "Fundamental aspects of dislocation theory." pp. 1195-1221.
- [28] R. Kuzel, Jr, and P. Klimanek, "X-ray diffraction line broadening due to dislocations in non-cubic materials. II. The case of elastic anisotropy applied to hexagonal crystals," *Journal of Applied Crystallography*, vol. 21, no. 4, pp. 363-368, 1988.
- [29] P. Klimanek, and R. Kuzel, Jr, "X-ray diffraction line broadening due to dislocations in non-cubic materials. I. General considerations and the case of elastic isotropy applied to hexagonal crystals," *Journal of Applied Crystallography*, vol. 21, no. 1, pp. 59-66, 1988.
- [30] A. Borbely, J. Dragomir-Cernatescu, G. Ribarik, and T. Ungar, "Computer program ANIZC for the calculation of diffraction contrast factors of dislocations in elastically anisotropic cubic, hexagonal and trigonal crystals," *Journal of Applied Crystallography*, vol. 36, no. 1, pp. 160-162, 2003.
- [31] J. Martinez-Garcia, M. Leoni, and P. Scardi, "Analytical contrast factor of dislocations along orthogonal diad axes," *Philosophical Magazine Letters*, vol. 88, no. 6, pp. 443-451, 2008/06/01, 2008.
- [32] J. Martinez-Garcia, M. Leoni, and P. Scardi, "A general approach for determining the diffraction contrast factor of straight-line dislocations," *Acta Crystallographica Section A*, vol. 65, no. 2, pp. 109-119, 2009.
- [33] H. P. Klug, and L. E. Alexander, "X-ray diffraction procedures: for polycrystalline and amorphous materials," *X-Ray Diffraction Procedures: For Polycrystalline and Amorphous Materials, 2nd Edition, by Harold P. Klug, Leroy E. Alexander, pp. 992. ISBN 0-471-49369-4. Wiley-VCH, May 1974.*, vol. 1, 1974.
- [34] J. I. Langford, D. Louër, and P. Scardi, "Effect of a crystallite size distribution on X-ray diffraction line profiles and whole-powder-pattern fitting," *Journal of Applied Crystallography*, vol. 33, no. 3, pp. 964-974, 2000.
- [35] E. Lloyd, *Handbook of Applicable Mathematics, Statistics*: Wiley, 1984.
- [36] B. E. Warren, "X-ray studies of deformed metals," *Progress in Metal Physics*, vol. 8, no. 0, pp. 147-202, 1959.
- [37] M. Wilkens, "The determination of density and distribution of dislocations in deformed single crystals from broadened X-ray diffraction profiles," *Physica status solidi (a)*, vol. 2, no. 2, pp. 359-370, 1970.
- [38] K. Matusita, T. Komatsu, and R. Yokota, "Kinetics of non-isothermal crystallization process and activation energy for crystal growth in amorphous materials," *Journal of Materials Science*, vol. 19, no. 1, pp. 291-296, 1984.
- [39] H. J. Bunge, "Zeitschrift fur Metallkunde, 1982." p. 824.
- [40] R. J. Roe, "Description of crystallite orientation in polycrystalline materials: III, General solution to pole figures ,," *J. Appl. Phys.*, vol. 36, pp. 2024-2031, 1965.

- [41] S. Jakani, "Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé," Ph.D. Thesis, Université de Paris XI, Orsay, France, 2004.
- [42] P. Coulomb, *Les textures dans les matériaux cubiques*: Dunod, 1972.
- [43] I. L. Dillamore, and W. T. Roberts, "Rolling textures in f.c.c. and b.c.c. metals," *Acta Metallurgica*, vol. 12, no. 3, pp. 281-293, 3//, 1964.
- [44] M. Verdier, I. Groma, L. Flandin, J. Lendvai, Y. Bréchet, and P. Guyot, "Dislocation densities and stored energy after cold rolling of Al-Mg alloys: Investigations by resistivity and differential scanning calorimetry," *Scripta Materialia*, vol. 37, no. 4, pp. 449-454, 8/15/, 1997.
- [45] P. Gerber, "Etude des liens entre hétérogénéités de déformation et mécanismes de recristallisation. Application au cuivre et ses alliages," Doctorat, Université Paris 13, France, 2002.
- [46] S. N. Dey, P. Chatterjee, and S. P. S. Gupta, "Microstructural investigation in plastically deformed and annealed copper using a microstructural model," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 38, no. 9, pp. 1444, 2005.
- [47] P. Chatterjee, and S. P. Sen Gupta, "Microstructural investigation of plastically deformed Pb(1-x)Snx alloys: an X-ray profile-fitting approach," *Journal of Applied Crystallography*, vol. 32, no. 6, pp. 1060-1068, 1999.
- [48] S. N. Dey, P. Chatterjee, and S. P. Sen Gupta, "Dislocation induced line-broadening in cold-worked Pb-Bi binary alloy system in the α -phase using X-ray powder profile analysis," *Acta Materialia*, vol. 51, no. 16, pp. 4669-4677, 9/15/, 2003.
- [49] G. Monnet, "Caractérisation de l'énergie stockée par diffraction des rayons X dans les multicristaux de cuivre: effet sur la recristallisation statique," Université Paris-Nord-Paris XIII, 1999.
- [50] D. Kuhlmann-Wilsdorf, "LEDS: Properties and effects of low energy dislocation structures," *Materials Science and Engineering*, vol. 86, no. 0, pp. 53-66, 2//, 1987.
- [51] D. Kuhlmann-Wilsdorf, "Theory of plastic deformation: - properties of low energy dislocation structures," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 113, no. 0, pp. 1-41, 7/1/, 1989.
- [52] V. Soleimani, M. Saedi, and A. Mokhtari, "The influence of heat treatment on the crystallite size, dislocation density, stacking faults probability and optical band gap of nanostructured cadmium sulfide films," *Materials Science in Semiconductor Processing*, vol. 30, no. 0, pp. 118-127, 2//, 2015.
- [53] G. Ribárik, "Modeling of diffraction patterns based on microstructural properties," *Physics Doctorate School, PhD, Eotvos Lorand University*, 2008.
- [54] I. Groma, "X-ray line broadening due to an inhomogeneous dislocation distribution," *Physical Review B*, vol. 57, no. 13, pp. 7535-7542, 04/01/, 1998.
- [55] T. Ungár, and G. Tichy, "The Effect of Dislocation Contrast on X-Ray Line Profiles in Untextured Polycrystals," *physica status solidi (a)*, vol. 171, no. 2, pp. 425-434, 1999.
- [56] T. Ungár, and A. Borbély, "The effect of dislocation contrast on x-ray line broadening: A new approach to line profile analysis," *Applied Physics Letters*, vol. 69, no. 21, pp. 3173-3175, 1996.
- [57] T. Ungar, H. Mughrabi, and M. Wilkens, "An X-ray line-broadening study of dislocations near the surface and in the bulk of deformed copper single crystals," *Acta Metallurgica*, vol. 30, no. 10, pp. 1861-1867, 1982.
- [58] L. Levine, and R. Thomson, "X-ray scattering by dislocations in crystals. General theory and application to screw dislocations," *Acta Crystallographica Section A: Foundations of Crystallography*, vol. 53, no. 5, pp. 590-602, 1997.
- [59] M. Zehetbauer, T. Ungar, R. Kral, A. Borbély, E. Schafner, B. Ortner, H. Amenitsch, and S. Bernstorff, "Scanning X-ray diffraction peak profile analysis in deformed Cu-

- polycrystals by synchrotron radiation,” *Acta materialia*, vol. 47, no. 3, pp. 1053-1061, 1999.
- [60] T. Ungár, J. Gubicza, G. Ribárik, and A. Borbély, “Crystallite size distribution and dislocation structure determined by diffraction profile analysis: principles and practical application to cubic and hexagonal crystals,” *Journal of Applied Crystallography*, vol. 34, no. 3, pp. 298-310, 2001.
- [61] T. Ungar, H. Mughrabi, D. Rönnpagel, and M. Wilkens, “X-ray line-broadening study of the dislocation cell structure in deformed [001]-orientated copper single crystals,” *Acta Metallurgica*, vol. 32, no. 3, pp. 333-342, 3//, 1984.
- [62] G. Benchabane, Z. Boumerzoug, I. Thibon, and T. Gloriant, “Recrystallization of pure copper investigated by calorimetry and microhardness,” *Materials Characterization*, vol. 59, no. 10, pp. 1425-1428, 2008.
- [63] A. D. Rollett, D. J. Srolovitz, and M. P. Anderson, “Simulation and theory of abnormal grain growth—anisotropic grain boundary energies and mobilities,” *Acta Metallurgica*, vol. 37, no. 4, pp. 1227-1240, 4//, 1989.
- [64] S. Jakani, “Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé,” Doctorat, UFR Scientifique d'Orsay, Université Paris Sud-Orsay, France, 2004.
- [65] F. Haessner, *Recrystallization 90*, TMS, Warrendale: Chandra, 1990.
- [66] F. Haessner, G. Hoschek, and G. Tölg, “Stored energy and recrystallization temperature of rolled copper and silver single crystals with defined solute contents,” *Acta Metallurgica*, vol. 27, no. 9, pp. 1539-1548, 9//, 1979.
- [67] J. M. Guilemany, N. Llorca-Isern, and J. Nutting, *Ceramic coatings obtained by means of HVOF thermal spraying*, Freiburg, Germany: Schmid, 1993.
- [68] R. McElroy, and Z. Szkopiak, “Dislocation–Substructure–Strengthening and Mechanical–Thermal Treatment of Metals,” *International Metallurgical Reviews*, vol. 17, no. 1, pp. 175-202, 1972.
- [69] P. Scardi, M. Leoni, and M. D'Incau, “Whole Powder Pattern Modelling of cubic metal powders deformed by high energy milling,” *Zeitschrift für Kristallographie*, vol. 222, no. 3, pp. 129-135, 2007.
- [70] M. Leoni, J. Martinez-Garcia, and P. Scardi, “Dislocation effects in powder diffraction,” *Journal of Applied Crystallography*, vol. 40, no. 4, pp. 719-724, 2007.
- [71] M. Leoni, R. Maggio, S. Polizzi, and P. Scardi, “X-ray Diffraction Methodology for the Microstructural Analysis of Nanocrystalline Powders: Application to Cerium Oxide,” *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 87, no. 6, pp. 1133-1140, 2004.
- [72] K. Kapoor, D. Lahiri, I. Batra, S. Rao, and T. Sanyal, “X-ray diffraction line profile analysis for defect study in Cu-1 wt.% Cr-0.1 wt.% Zr alloy,” *Materials characterization*, vol. 54, no. 2, pp. 131-140, 2005.
- [73] F. Abouhilou, H. Azzeddine, B. Mehdi, B. Alili, and D. Bradai, “Deformation and recrystallization texture, microstructure and kinetics of Pb-Ca-Sn alloy,” *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 21, no. 8, pp. 1779-1784, 8//, 2011.
- [74] E. A. El-Danaf, “Mechanical properties, microstructure and micro-texture evolution for 1050AA deformed by equal channel angular pressing (ECAP) and post ECAP plane strain compression using two loading schemes,” *Materials & Design*, vol. 34, pp. 793-807, 2012.
- [75] A. Rohatgi, K. Vecchio, and G. Gray, III, “The influence of stacking fault energy on the mechanical behavior of Cu and Cu-Al alloys: Deformation twinning, work hardening, and dynamic recovery,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 32, no. 1, pp. 135-145, 2001/01/01, 2001.

- [76] I. L. Dillamore, E. Butler, and D. Green, "Crystal Rotations under Conditions of Imposed Strain and the Influence of Twinning and Cross-Slip," *Metal Science*, vol. 2, no. 1, pp. 161-167, 1968.
- [77] O. Johari, and G. Thomas, "Substructures in explosively deformed Cu and Cu-Al alloys," *Acta Metallurgica*, vol. 12, no. 10, pp. 1153-1159, 10//, 1964.
- [78] J. A. Venables, "The electron microscopy of deformation twinning," *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, vol. 25, no. 7, pp. 685-692, 7//, 1964.
- [79] J.-X. Zhang, K.-L. Zhang, Y.-T. Liu, and L. Zhong, "Microstructure and texture evolution of 6016 aluminum alloy during hot compressing deformation," *Rare Metals*, vol. 33, no. 4, pp. 404-413, 2014/08/01, 2014.
- [80] N. Hua, W. Chen, X. Liu, and F. Yue, "Isochronal and isothermal crystallization kinetics of Zr-Al-Fe glassy alloys: Effect of high-Zr content," *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 388, no. 0, pp. 10-16, 3/15/, 2014.
- [81] H. E. Kissinger, "Reaction Kinetics in Differential Thermal Analysis," *Analytical Chemistry*, vol. 29, no. 11, pp. 1702-1706, 1957/11/01, 1957.
- [82] T. Ozawa, "Estimation of activation energy by isoconversion methods," *Thermochimica Acta*, vol. 203, no. 0, pp. 159-165, 7/13/, 1992.
- [83] T. Sato, S. Ikoma, and F. Ozawa, "Thermal decomposition of organic basic aluminium salts—formate and acetate," *Thermochimica Acta*, vol. 75, no. 1-2, pp. 129-137, 4/15/, 1984.
- [84] R. Sakamoto, M. Kamimoto, Y. Takahashi, Y. Abe, K. Kanari, and T. Ozawa, "Investigation of latent heat-thermal energy storage materials. III. Thermoanalytical evaluation of pentaerythritol," *Thermochimica Acta*, vol. 77, no. 1-3, pp. 241-249, 6/15/, 1984.
- [85] M. Kamimoto, R. Sakamoto, Y. Takahashi, K. Kanari, and T. Ozawa, "Investigation of latent heat-thermal energy storage materials. II. Thermoanalytical evaluation of urea," *Thermochimica Acta*, vol. 74, no. 1-3, pp. 281-290, //, 1984.
- [86] P. G. Boswell, "On the calculation of activation energies using a modified Kissinger method," *Journal of Thermal Analysis*, , vol. Vol.18, pp. 353- 358 1980.
- [87] M. Starink, "Analysis of aluminium based alloys by calorimetry: quantitative analysis of reactions and reaction kinetics," *International Materials Reviews*, vol. 49, no. 3-4, pp. 191-226, 2004.
- [88] E. J. Mittemeijer, "Analysis of the kinetics of phase transformations," *Journal of Materials Science*, vol. 27, no. 15, pp. 3977-3987, 1992/08/01, 1992.
- [89] Z. Boumerzoug, and S. Gareh, "CONSTITUVE MODELLING FOR CREEP OF DRAWN COPPER WIRE," *Acta Metallurgica Slovaca*, vol. 20, no. 4, pp. 358-365, 2014.
- [90] S. Jakani, T. Baudin, C. H. de Novion, and M. H. Mathon, "Effect of impurities on the recrystallization texture in commercially pure copper-ETP wires," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 456, no. 1-2, pp. 261-269, 5/15/, 2007.
- [91] W. B. Hutchinson, and R. K. Ray, "Influence of phosphorus additions on annealing behaviour of cold-worked copper," *Metal Science*, vol. 13, no. 3-4, pp. 125-130, 1979.

ملخص

الهدف من هذا العمل هو دراسة آثار التشوه اللدني بالقلد و معالجة التلدين، لأسلاك من النحاس الصناعي التقني، على آليتي الترميم و إعادة التبلور (البلورة الثانية). استعملت هذه الغاية عدة طرق تحليل بسيطة لكن فعالة ومناشبة لهذا النوع من أعمال البحث العلمي؛ كالمسح الحراري التفاضلي، المجهرية البصرية، قياس الصلادة، و إنعراج (خيوود) الأشعة السينية، المجهر الماسح الإلكتروني، و قياس المقاومة النوعية للنحاس.

قيست بعض العوامل الحركية للتحويل كمثال كسر التحويل، و طاقتي التنشيط للترميم و كذا إعادة التبلور لهذه المادة باعتماد طرق حسابية مختلفة (أوزاوا و رف. ، كيسنجر و رف. ، بوزويل و رف. ، و ستارنك)؛ كما تمت متابعة تطور البنية المجهرية. لاحظنا إزاحة لجأ درجات الحرارة المرتفعة و نسب التشوه العالية، و سجلنا أيضا تغييرا في حجم الخلية الأولية لأسلاك النحاس المقلود.

الكلمات الدلالية: النحاس التقني ، التشوه ، القلد ، إعادة التبلور ، طاقة التنشيط ، المسح الحراري التفاضلي ، إنعراج (خيوود) الأشعة السينية.

Abstract

The aim of this work is to investigate the plastic deformation effects through wire-drawing, and annealing wire-drawn industrial pure copper, on the recovery and the recrystallization mechanisms. Therefore, we have applied many methods of characterization, simple but effective and adapted to such research works. We particularly mention the differential scanning calorimetry (DSC), the optical microscopy, the microhardness, and the X-Ray diffraction, Scanning electronic microscopy, and the measure of electric resistivity.

Some kinetics transformation parameters were calculated, such as the transformed fraction, the recovery and recrystallization activation energies, through different calculating methods (Ozawa and al., Kissinger and al., Boswell and al., Starink et al.); we have followed the microstructure evolution and evaluated the density of dislocations.

We have noticed a shifting of the effects towards high temperatures and high reduction rates. And we have been able to detect the volume change of the C.F.C unit cell of a lattice of wire-drawn copper.

Key words: pure copper, deformation, wire-drawing, dislocation density, recrystallization, energy of activation, DSC, X-Ray diffraction.

Résumé

Le but de ce travail est l'étude des effets de la déformation plastique par tréfilage et de recuit, des fils en cuivre industriel pur tréfilés, sur les mécanismes de restauration et de recristallisation. Nous avons utilisé plusieurs méthodes de caractérisation, simples mais efficaces et adaptées à ce genre de travaux de recherche ; l'analyse calorimétrique différentielle (DSC), la microscopie optique, la microdureté, et la diffraction de rayons X, la microscopie électronique à balayage, et enfin la mesure de la résistivité électrique.

Certains paramètres cinétiques de transformation ont été calculés, telles que la fraction transformée, les énergies d'activation de restauration et de recristallisation, pour ce matériau par différentes méthodes de calcul (Ozawa et al., Kissinger et al., Boswell et al., Starink et al.) ; nous avons suivi l'évolution de la microstructure, et évalué la densité des dislocations.

Nous avons observé un déplacement des effets vers les hautes températures et les taux de réduction élevés, et pu détecter le changement de volume de la maille élémentaire cubique à faces centrées des fils de cuivre tréfilés.

Mots clés : cuivre pure, déformation, tréfilage, densité des dislocations, recristallisation, l'énergie d'activation, DSC, DRX.

TABLE A1.5 Repeatability and Error of Test Machines—Indirect Verification by Standardized Test Blocks Based on Measured Diagonal Lengths
Using Test Forces 1000 gf and Less^A

Hardness Range of Standardized Test Blocks	Force, gf	R Maximum Repeatability (%)	E Maximum Error (%)
Knoop			
HK > 0	1 ≤ P < 100	13	3
HK < 100	100 ≤ P ≤ 1000	13	3
100 ≤ HK ≤ 250	100 ≤ P < 500	13	2
250 < HK ≤ 650		5	2
HK > 650		4	2
Vickers			
HV > 0	1 ≤ P < 100	13	3
HV < 100	100 ≤ P ≤ 1000	13	3
100 ≤ HV ≤ 240	100 ≤ P < 500	13	2
240 < HV ≤ 600		5	2
HV > 600		4	2
100 ≤ HK ≤ 250	500 ≤ P ≤ 1000	8	2
250 < HK ≤ 650		4	2
HK > 650		3	2

^A In all cases, the repeatability is the greater of the percentage given or 1 μm. The maximum error is the greater of the percentage given, or 0.5 μm.

ANNEXE-I-

TABLE A1.6 Repeatability and Error of Test Machines—Indirect Verification by Standardized Test Blocks Based on Measured Diagonal Lengths
Using Test Forces greater than 1000 gf^A

Hardness Range of Standardized Test Blocks	Force, gf	R Maximum Repeatability (%)	E Maximum Error (%)
≤ 100 to ≤ 240	>1000	4	2
> 240 to ≤ 600	>1000	3	2
>600	>1000	2	2

^A In all cases, the repeatability is the greater of the percentage given or 1 μm. The maximum error is the greater of the percentage given, or 0.5 μm.

Fiche A.S.T.M du cuivre

Name and formula

Reference code:	00-004-0836
Mineral name:	Copper, syn
PDF index name:	Copper
Empirical formula:	Cu
Chemical formula:	Cu

Crystallographic parameters

Crystal system:	Cubic
Space group:	Fm-3m
Space group number:	225
a (Å):	3,6150
b (Å):	3,6150
c (Å):	3,6150
Alpha (°):	90,0000
Beta (°):	90,0000
Gamma (°):	90,0000
Calculated density (g/cm ³):	8,94
Measured density (g/cm ³):	8,95
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	47,24
Z:	4,00

Subfiles and Quality

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

Comments

Color:	Red
General comments:	Impurities from 0.001-0.01%, Ag, Al, Bi, Fe, Si, Zn. Measured density and color from <i>Dana's System of Mineralogy, 7th Ed.</i> ,

99.
 Sample source: Sample from metallurgical laboratory of NBS, Gaithersburg, Maryland, USA.
 Sample preparation: It had been heated in an H₂ atmosphere at 300 C.
 Additional pattern: See ICSD 64699 (PDF 85-1326).
 Melting point: 1083°
 Temperature: Pattern taken at 26 C.

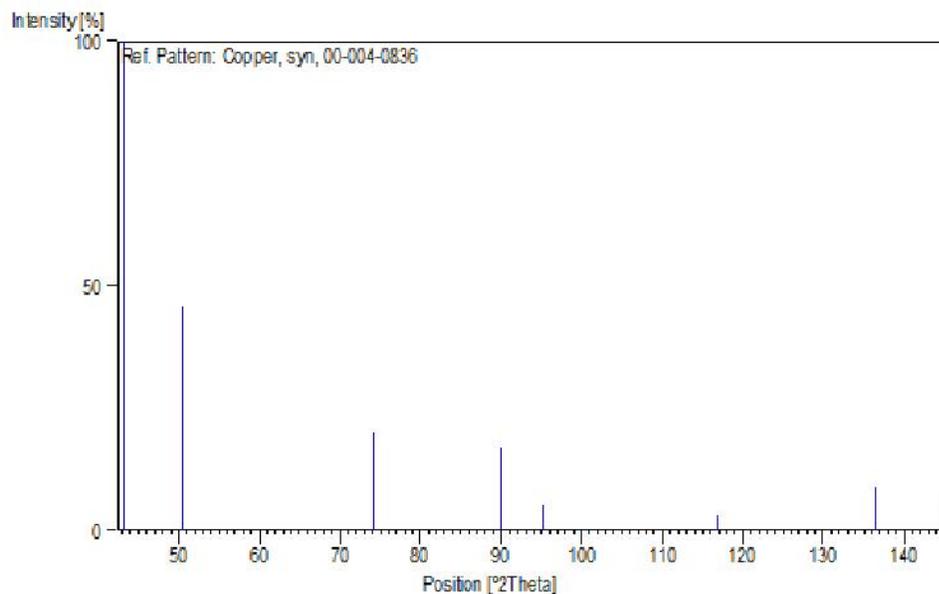
References

Primary reference: Swanson, Tatge., *Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539, I, 15, (1953)*

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	2,08800	43,298	100,0
2	2	0	0	1,80800	50,434	46,0
3	2	2	0	1,27800	74,133	20,0
4	3	1	1	1,09000	89,934	17,0
5	2	2	2	1,04360	95,143	5,0
6	4	0	0	0,90380	116,923	3,0
7	3	3	1	0,82930	136,514	9,0
8	4	2	0	0,80830	144,723	8,0

Stick Pattern



```
// Si SRM640d: Instrumental Profile
// Caglioti parameters and (fixed) wavelenghts of CuK $\alpha$ 1 and CuK $\alpha$ 2
par !W 1.122841e-002, !V -5.524408e-003, !U 8.197904e-003
par !a 3.408124e-001, !b 1.522058e-002, !c -1.080167e-004
wl1 = 1.54059800E-01 // in nm!
wl2 = 1.54445650E-01 // in nm!
par al2 4.352801e-001
// Unit cell parameter (fixed) of SRM640d) and coefficients of tan(q)
polynomial
par !abc 5.432552e-001
par !ax -2.409045e-004
par !bx -4.157555e-003
par !cx 1.994800e-002
par !dx 0
par !ex 8.227441e-003

// 111
loadData("Si_111.xy", WPPM())
addWavelength(wl1, 1)
addWavelength(wl2, al2)
setFTSteps(8192)
setSMax(2)
addPhase(abc, abc, abc, 90, 90, 90, "cubic")
convolveFourier(CagliotiUVWabc(U, V, W, a, b, c))
// mul(LPFactorSecondary(26.57))
addPeak( 1, 1, 1, @ 2.796277e+002 min 0)
add(Chebyshev(@ 2.218357e+005, @ -1.538001e+004, @ 1.334637e+002))
shift(LaB6tancorrection(ax , bx , cx , dx, ex))

// 220
loadData("Si_220.xy", WPPM())
addWavelength(wl1, 1)
addWavelength(wl2, al2)
setFTSteps(8192)
setSMax(2)
addPhase(abc, abc, abc, 90, 90, 90, "cubic")
convolveFourier(CagliotiUVWabc(U, V, W, a, b, c))
// mul(LPFactorSecondary(26.57))
addPeak( 2, 2, 0, @ 3.792140e+002 min 0)
add(Chebyshev(@ 9.244001e+004, @ -3.881803e+003, @ 2.041109e+001))
shift(LaB6tancorrection(ax , bx , cx , dx, ex))

// 311
loadData("Si_311.xy", WPPM())
addWavelength(wl1, 1)
addWavelength(wl2, al2)
```

```

setFTSteps(8192)
setSMax(2)
addPhase(abc, abc, abc, 90, 90, 90, "cubic")
convolveFourier(CagliotiUVWabc(U, V, W, a, b, c))
// mul(LPFactorSecondary(26.57))
addPeak( 3, 1, 1, @ 2.848310e+002 min 0)
add(Chebyshev(@ -5.154252e+004, @ 1.855984e+003, @ -8.332318e+000))
shift(LaB6tancorrection(ax , bx , cx , dx, ex))

// 400
loadData("Si_400.xy", WPPM())
addWavelength(wl1, 1)
addWavelength(wl2, al2)
setFTSteps(8192)
setSMax(2)
addPhase(abc, abc, abc, 90, 90, 90, "cubic")
convolveFourier(CagliotiUVWabc(U, V, W, a, b, c))
// mul(LPFactorSecondary(26.57))
addPeak( 4, 0, 0, @ 9.008545e+001 min 0)
add(Chebyshev(@ -1.079484e+005, @ 3.121279e+003, @ -1.126933e+001))
shift(LaB6tancorrection(ax , bx , cx , dx, ex))

// 331
loadData("Si_331.xy", WPPM())
addWavelength(wl1, 1)
addWavelength(wl2, al2)
setFTSteps(8192)
setSMax(2)
addPhase(abc, abc, abc, 90, 90, 90, "cubic")
convolveFourier(CagliotiUVWabc(U, V, W, a, b, c))
// mul(LPFactorSecondary(26.57))
addPeak( 3, 3, 1, @ 1.588685e+002 min 0)
add(Chebyshev(@ 2.086053e+004, @ -5.386018e+002, @ 1.748334e+000))
shift(LaB6tancorrection(ax , bx , cx , dx, ex))

// 422
loadData("Si_422.xy", WPPM())
addWavelength(wl1, 1)
addWavelength(wl2, al2)
setFTSteps(8192)
setSMax(2)
addPhase(abc, abc, abc, 90, 90, 90, "cubic")
convolveFourier(CagliotiUVWabc(U, V, W, a, b, c))
// mul(LPFactorSecondary(26.57))
addPeak( 4, 2, 2, @ 2.388687e+002 min 0)
add(Chebyshev(@ -1.849405e+005, @ 4.213938e+003, @ -1.199356e+001))
shift(LaB6tancorrection(ax , bx , cx , dx, ex))

// 511
loadData("Si_511.xy", WPPM())
addWavelength(wl1, 1)

```

```

addWavelength(wl2, al2)
setFTSteps(8192)
setSMax(2)
addPhase(abc, abc, abc, 90, 90, 90, "cubic")
convolveFourier(CagliotiUVWabc(U, V, W, a, b, c))
// mul(LPFactorSecondary(26.57))
addPeak( 5, 1, 1, @ 1.439445e+002 min 0)
add(Chebyshev(@ -2.108142e+005, @ 4.445140e+003, @ -1.170884e+001))
shift(LaB6tancorrection(ax , bx , cx , dx, ex))

// 440
loadData("Si_440.xy", WPPM())
addWavelength(wl1, 1)
addWavelength(wl2, al2)
setFTSteps(8192)
setSMax(2)
addPhase(abc, abc, abc, 90, 90, 90, "cubic")
convolveFourier(CagliotiUVWabc(U, V, W, a, b, c))
// mul(LPFactorSecondary(26.57))
addPeak( 4, 4, 0, @ 9.521492e+001 min 0)
add(Chebyshev(@ -6.245238e+004, @ 1.172031e+003, @ -2.743413e+000))
shift(LaB6tancorrection(ax , bx , cx , dx, ex))

// 531
loadData("Si_531.xy", WPPM())
addWavelength(wl1, 1)
addWavelength(wl2, al2)
setFTSteps(8192)
setSMax(2)
addPhase(abc, abc, abc, 90, 90, 90, "cubic")
convolveFourier(CagliotiUVWabc(U, V, W, a, b, c))
// mul(LPFactorSecondary(26.57))
addPeak( 5, 3, 1, @ 1.910712e+002 min 0)
add(Chebyshev(@ -1.480395e+005, @ 2.591248e+003, @ -5.663926e+000))
shift(LaB6tancorrection(ax , bx , cx , dx, ex))
// refine displ for the given dataset
shift(SpecimenDisplacement(240 /*gonio radius in mm*/, displ 1.919345e-002
/*in mm*/))

```

```

// Analysis of Copper_A sample - GETTING STARTED
// INSTRUMENTAL PROFILE - Coefficients of Caglioti equation and Lorentz
fraction
par !W 1.122841e-002, !V -5.524408e-003, !U 8.197904e-003
par !a 3.408124e-001, !b 1.522058e-002, !c -1.080167e-004
par !wl1 1.54059800E-01 // Cu Ka1 wavelength in nm
par !wl2 1.54445650E-01 // Cu Ka2 wavelength in nm

loadData("Copper_A.xy","xy", WPPM())/* load data */
addWavelength(wl1, 1.0) // add Cu Ka1, with weight 1
addWavelength(wl2, 4.352801e-001) // add Cu Ka2, with weight 0.475
setMinX(40) /* set 2theta min value */
setMaxX(98) /* set 2theta max value */

// add fcc phase with unit cell parm. abc
par !abc 3.616185e-001 /*unit cell parameter in nm*/
addPhase(abc, abc, abc, 90, 90, 90, "fcc")
// multiply intensity by multiplicity
useMultiplicity()
// add profile components due to instrument, domain size and dislocations
convolveFourier(CagliotiUVWabc(U, V, W, a, b, c))
// domain shape and size distribution: lognormal mean (mu) and variance
(sigma)
convolveFourier(SizeDistribution("sphere","lognormal", !mu 6.043904e+000
min 0.01, !sigma 4.356239e-001 min 0.01 max 0.5))
par !Dave:=exp(mu+sigma^2/2); /* (arithmetic) mean size*/
par !sd:=sqrt(exp(2*mu+sigma^2)*(exp(sigma^2)-1)); /*standard
deviation*/

// dislocations (Wilkens model)
// dislocation density and effective outer cut-off radius
par !rho 2.947837e-004 /*x10^18 m^-2*/ min 0, !Re 3.123871e+001 /* nm */
min 0
// edge dislocation fraction and burgers vector modulus for fcc metals
par mixp 1.000000e+000 min 0 max 1, !burgers :=abc*sqrt(2.0)/2.0;
par !Wilk:=Re*sqrt(rho); /* Wilkens parameter */

// include the contribution of faulting for an fcc structure
splitPeaks("fcc")
convolveFourier(FaultingWarren(@ 4.679216e-003, @ 1.048891e-173))

// average contrast factor parameters calculated for copper ONLY
// Ae,Be,As,Bs for copper (fcc)
Aedge = 3.04602E-01
Bedge = -5.00211E-01
Ascrew = 2.98341E-01
Bscrew = -7.08806E-01

```

```
convolveFourier(Wilkens(rho, Re, Aedge, Bedge, Ascrew, Bscrew, mixp,  
burgers))
```

```
// add peaks of fcc copper
```

```
addPeak( 1, 1, 1, I1 3.962489e+001 min 0)
```

```
addPeak( 2, 0, 0, I2 2.249365e+001 min 0)
```

```
addPeak( 2, 2, 0, I3 8.840463e+000 min 0)
```

```
addPeak( 3, 1, 1, I4 6.928499e+000 min 0)
```

```
addPeak( 2, 2, 2, I5 9.404366e+000 min 0)
```

```
// background: Chebyshev polynomial
```

```
add(Chebyshev(@ 3.606110e+001, @ 1.558444e+000, @ 1.775314e-002, @  
-5.353129e-005))
```

```
//Specimen displacement for standard powder geometry, gonio radius in mm  
shift(SpecimenDisplacement(240, !displ 9.408394e-001 /*specimen  
displacement in mm*/))
```

Protocol d'utilisation et quelques explications

[1-4]

Comment exécuter un fichier de paramètres et avec son dataset

Cette annexe est spécialement conçue à l'intention des nouveaux utilisateurs, qui veulent travailler avec PM2k pour la première fois, et apprendre immédiatement quelques fonctionnalités de base de PM2k.

Le fichier de paramètres fourni (ANNEXE -IV-) avec ce protocole peut également être utilisé comme un modèle pour les cas d'études similaires.

Phase 1 - avant de commencer

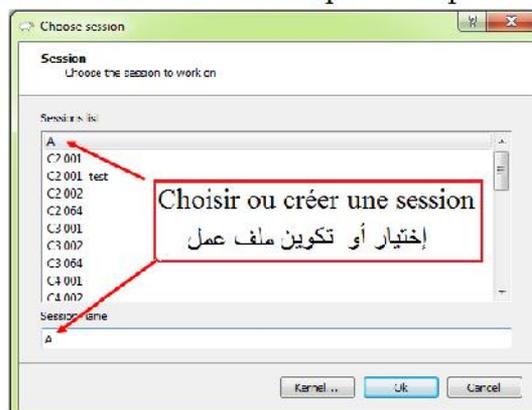
1- Lancer le noyau (NLSQ2.exe) et interface utilisateur graphique (GUI) (PM2k2.exe).

Cliquez sur  Session et la fenêtre de connexion suivante apparaît:



En entrant votre nom d'utilisateur et mot de passe de la fenêtre de session s'affiche:

Tapez un nom pour une nouvelle session ou bien pour récupérer une session existante.



Si vous entrez un nouveau nom (par exemple Copper_A), alors un nouveau dossier correspondant est instantanément, créé dans le dossier (session / User Name) où PM2k a été installé.

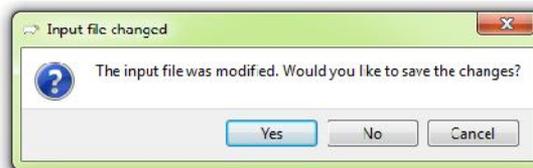
Ensuite, la fenêtre principale de l'interface graphique apparaît de nouveau.

Maintenant sélectionnez Fichier / Ouvrir: 

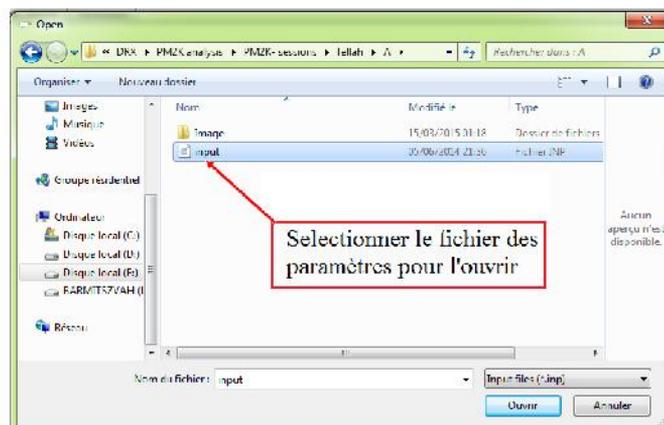


Et charger le fichier de **Copper_A.inp** . Tout en faisant ainsi, vous êtes averti que tout fichier existant (déjà chargé), input-file serait éliminé et remplacé par celui que vous venez d'ouvrir (Il faut se rappeler de ce point dans l'utilisation future de PM2k!).

Choisissez Oui, puisque vous ne l'avez manifestement pas entré à ce jour, et que vous voulez vraiment charger Tutorial1.inp.



Sélectionnez le bon chemin (où vos fichiers data sont stockés dans votre PC), et charger le fichier.



Maintenant, le fichier (input file) apparaît dans la fenêtre de l'interface graphique correspondant (voir ci-dessous en détail).

Tutorial 1 - PARAMETERS INPUT FILE

```
// Analysis of Copper_A sample - GETTING STARTED
// INSTRUMENTAL PROFILE - Coefficients of Caglioti equation and
Lorentz fraction
par !W 1.122841e-002, !V -5.524408e-003, !U 8.197904e-003
par !a 3.408124e-001, !b 1.522058e-002, !c -1.080167e-004
par !wl1 1.54059800E-01 // Cu Ka1 wavelength in nm
par !wl2 1.54445650E-01 // Cu Ka2 wavelength in nm

loadData("Copper_A.xy", "xy", WPPM())/* load data */
addWavelength(wl1, 1.0) // add Cu Ka1, with weight 1
addWavelength(wl2, 4.352801e-001) // add Cu Ka2, with weight 0.475
setMinX(40) /* set 2theta min value */
setMaxX(98) /* set 2theta max value */

// add fcc phase with unit cell parm. abc
par !abc 3.616185e-001 /*unit cell parameter in nm*/
addPhase(abc, abc, abc, 90, 90, 90, "fcc")
// multiply intensity by multiplicity
useMultiplicity()
// add profile components due to instrument, domain size and
dislocations
convolveFourier(CagliotiUVWabc(U, V, W, a, b, c))
// domain shape and size distribution: lognormal mean (mu) and
variance (sigma)
convolveFourier(SizeDistribution("sphere", "lognormal", !mu
6.043904e+000 min 0.01, !sigma 4.356239e-001 min 0.01 max 0.5))
par !Dave:=exp(mu+sigma^2/2); /* (arithmetic) mean size*/
par !sd:=sqrt(exp(2*mu+sigma^2)*(exp(sigma^2)-1)); /*standard
deviation*/

// dislocations (Wilkens model)
// dislocation density and effective outer cut-off radius
par !rho 2.947837e-004 /*x10^18 m^-2*/ min 0, !Re 3.123871e+001 /*
nm */ min 0
// edge dislocation fraction and burgers vector modulus for fcc
metals
par mixp 1.000000e+000 min 0 max 1, !burgers :=abc*sqrt(2.0)/2.0;
par !Wilk:=Re*sqrt(rho); /* Wilkens parameter */

// include the contribution of faulting for an fcc structure
splitPeaks("fcc")
convolveFourier(FaultingWarren(@ 4.679216e-003, @ 1.048891e-173))

// average contrast factor parameters calculated for copper ONLY
// Ae, Be, As, Bs for copper (fcc)
Aedge = 3.04602E-01
Bedge = -5.00211E-01
Ascrew = 2.98341E-01
Bscrew = -7.08806E-01
convolveFourier(Wilkens(rho, Re, Aedge, Bedge, Ascrew, Bscrew,
mixp, burgers))
```

Tout texte après des doubles barres obliques (//), est un commentaire. (En Vert)
Tout texte inséré comme ceci : / * commentaire */ , est un commentaire. (En Vert)
Les lignes vides sont ignorées.

Avant de commencer, nous allons examiner ce que nous allons faire - quelles données et quels modèles, allons-nous utiliser.

Le dataset (ensemble de données) « **Copper_A.xy** » est un diffractogramme de poudre recueilli par un diffractomètre de poudre X'Pert-PRO MRD-Philips, à géométrie Bragg-Brentano, opérant avec une anticathode en Cuivre sous **40kV** et **30 A** , délivrant des radiations **Cu_{Kα}** ($\lambda_{\alpha 1} = 1.540598 \text{ \AA}$, $\lambda_{\alpha 2} = 1.54445650 \text{ \AA}$).

Format des données est *.xy

La fonction instrumentale a été obtenue en utilisant le profil du diffractogramme de **Si SRM640d** standard (produit par NIST).

Ensuite, U, V, W, a, b, c sont maintenues constantes (par addition de "!" devant le paramètre considéré), ainsi que les longueurs d'onde des composantes spectrales w1, w2, et leur poids relatif (dans la commande *addWavelength*).

Les écartements des valeurs "théoriques" 1 et 1/2, respectivement pour Kα1 et Kα2, peuvent être dus à différentes causes, dans ce cas, c'est le réglage spécifique du monochromateur secondaire.

La phase à analyser est le **Cuivre**, qui est **cubique centrée**.

Ainsi, le paramètre *abc* est le paramètre de cellule unitaire de **cuivre**.

Il s'agit d'un morceau de **fil de cuivre machine (non tréfilé)**,

Où nous avons supposé que les domaines cristallins sont approximativement équiaxiaux, de sorte qu'ils peuvent être assumés à des **formes sphériques**;

Une distribution **log-normale** de diamètres peut s'avérer appropriée dans ce cas-ci, pour décrire ce qu'on appelle l'élargissement de "taille"(effet de taille).

Un effet supplémentaire important contribuant à la courbe (*profil line*) des profils est l'élargissement de «contrainte» dû aux dislocations induites par la déformation plastique.

Dans l'ensemble, **trois facteurs** contribuent au profil de la courbe(*profil line*) dans ce cas précis de l'étude:

- instrument (using Caglioti and Lorentz fraction parameterizations):
`convolveFourier(CagliotiUVWabc(U, V, W, a, b, c))`
- size effects: lognormal distribution of spherical domains:
`convolveFourier(SizeDistribution("sphere", "lognormal", 4.0e+00
0 min 0.01, !sigma 1.0e-001 min 0.01 max 0.5))`
- edge/screw dislocations (in variable proportion):
`convolveFourier(Wilkens(rho ,
Re, Aedge, Bedge, Ascrew, Bscrew, mixp, burgers))`

Comme déjà indiqué ci-dessus, U, V, W, a, b, c sont constants (que nous avons déjà optimisé leur valeur en utilisant le profil du diffractogramme de **Si SRM640d** standard).

notre choix pour le modèle de l'élargissement du à la "taille" est un système de sphères ayant des diamètres à distribution log-normale de sorte que la moyenne log-normale (*mu*) et la variance (*sigma*), doivent être raffiné; dislocations sont dans le système de glissement primaire de cuivre qui est *fcc* ainsi nous pouvons utiliser le modèle Wilkens pour

l'affinement de la densité moyenne de dislocation (ρ), et rayon effectif externe de coupure (R_e).

Le glissement primaire est le long de $\langle 111 \rangle$ de sorte que le vecteur de Burgers est la moitié de la diagonale principale de la maille cubique écrit comme

$burgers := abc * sqrt(2.0) / 2.0$

Remarque : S'il vous plaît noter bien, le lien dynamique

$- := xxxxx; -$ entre vecteur de Burgers module et l'unité paramètre de cellule abc .

Coefficients moyens du facteur de contraste pour le cas cubique ont été calculés en tenant compte des constantes élastiques pour le **cuivre**, ainsi **Aedge Bedge Ascrew Bscrow** sont des constantes et le caractère effectif de la dislocation (de **mixp** la fraction des dislocations de coin versus dislocations vis), peuvent être affinés.

Il est à noter que dans ce fichier input-file, la plupart des quantités à affiner (**mu, sigma, rho, Re, mixp**), sont initialement maintenue constante (! Symbole).

Cela fait partie de la «stratégie de affinement» (voir ci-dessous).

En plus des commandes de **convolveFourier** le fichier input-file inclut des fonctions **addPeak** pour ajouter les six profils des pics observés pour le fer bcc utilisant le rayonnement $Cu(\kappa\alpha)$ corrections de Lorentz-facteur de polarisation (pour un cristal de graphite coudée), et le déplacement du spécimen de l'axe de gonio.

Le rayon gonio est réglé à **240 mm** tandis que le déplacement du spécimen au départ, est fixé à **0mm**.

Le bruit de fond est modélisé par un polynôme de Tchebychev du quatrième degré.

Ajouter plus de coefficients (en ajoutant simplement: **@ 0**), ce qui correspond à augmenter le degré (et la flexibilité) du polynôme qui modélise le bruit de fond.

D'autres instructions dans le fichier **_**(input file) sont les suivants:

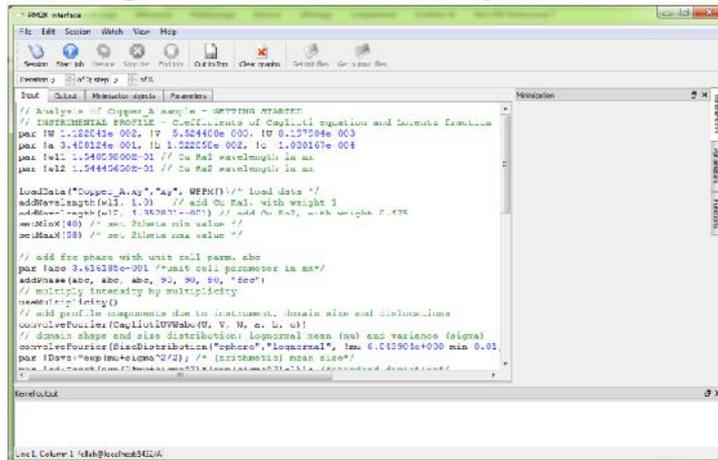
```
par !Dave:=exp(mu+sigma^2/2);  
par !sd:=sqrt(exp(2*mu+sigma^2)*(exp(sigma^2)-1));
```

Dave et **SD** sont des paramètres supplémentaires liés à la distribution de la taille fournissant la moyenne arithmétique et l'écart type respectivement.

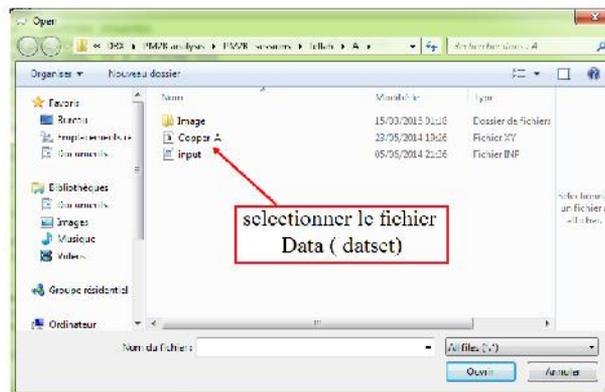
Ils ne sont pas directement affinés mais sont calculés à partir des valeurs actuelles de **mu** et **sigma** seulement quantités utiles pour évaluer le résultat de l'affinement.

Phase 2 - l'exécution de l'affinement par de NLSQ

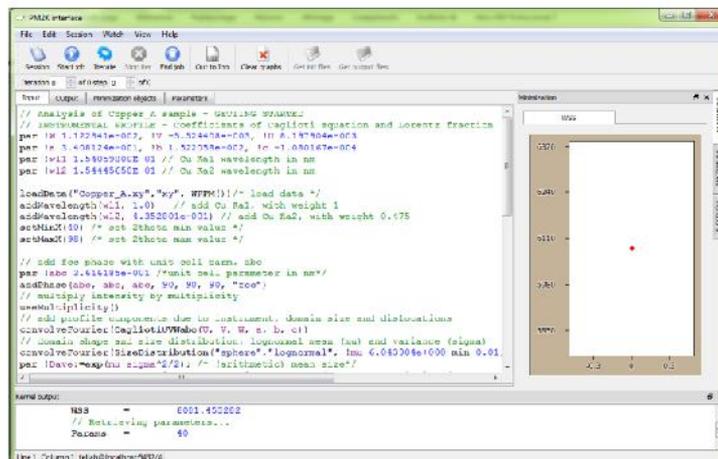
- Pour transférer les données d'entrée (input data) dans le noyau que vous devez maintenant  cliquez sur Lancer tâche (Start job) .



- Vous êtes alors invité à fournir le fichier de données (data file = **Copper_A.xy**), comme sur l'image ci-dessous .



En chargeant les données, ces fenêtres de la GUI principale sont retournées:



Maintenant en plus du fichier d'entrée (**input file**) une fenêtre apparaît sur la droite de la valeur de départ de la WSS [(somme pondérée des carrés), dans ce cas 457 261.324502], qui mesure l'écart entre le modèle simulé en utilisant les paramètres initiaux (proposés dans le fichier d'entrée) et la courbe de données expérimentales.

Dans le bas, les résultats du noyau (kernel) affichés, donnent de plus amples informations sur l'affinement.

Maintenant en plus du fichier d'entrée (**input file**)

Une fenêtre apparaît sur la droite de la valeur de départ de la WSS [(somme pondérée des carrés), dans ce cas 171 261.322602], qui mesure l'écart entre le modèle simulé en utilisant les paramètres initiaux (proposés dans le fichier d'entrée) et la courbe de données expérimentales.

Dans le bas, les résultats du noyau (kernel) affichés, donnent de plus amples informations sur l'affinement.

En plus de cela, de nouveaux boutons sont maintenant actifs



iterate (Itération): pour démarrer le NLSQ, avec votre choix de nombre d'itérations.



end Job (Fin de tâche): pour quitter le travail en cours et de créer un fichier de sortie (**output**). [dans GUI principale : son étiquette «tag» est juste côté de l'étiquette «tag» fichier d'entrée (**Input**)].

Il est à noter que le fichier de sortie (**output**) donne les paramètres affinés avec leurs écarts-types estimés (**esds**).

Jusqu'à présent, vous n'avez pas encore lancé l'affinement par conséquent, il n'y a pas encore une valeur de l'**esds**.



Out to Inp: pour transférer les données du fichier de sortie (**output**) dans le fichier-entrée (**input**) et écraser les données en vigueur affichées dans la fenêtre.

Vous pouvez le faire après l'exécution de quelques itérations (voir ci-dessous), pour continuer l'affinement en changeant quelque chose dans le fichier (par exemple, libérer un paramètre fixe).



Clear graphics (Effacer les graphiques): pour effacer les graphiques dans toutes les fenêtres.

Dans le cadre de la stratégie de base dans le modèle l'affinement (voir ci-dessous), tous les paramètres ne sont pas affinés simultanément dès le début.

Il est plus approprié d'abord d'ajuster raisonnablement, ❶ les positions des pics (i.e. paramètres de maille), ❷ l'intensité et ❸ le bruit de fond.

En conséquence (voir la fenêtre du fichier d'entrée (**input**)), les seuls paramètres libres sont: **abc**, **11**, **12**, **13**, **14**, **15**, **16** et les quatre paramètres (sans nom **@**) du bruit de fond.

Pour voir l'état de départ, cliquez sur le **Minimisation Objets tag** pour voir les points expérimentaux (points noirs) et le modèle calculé (ligne rouge), tel qu'ils résultent des valeurs actuelles des paramètres.

La différence (résiduelle) est représentée par une (ligne grise).

* Lorsque vous travaillez à d'autres datasets et modèles ; vous pouvez ajuster si vous le souhaitez, manuellement les paramètres à partir de conditions raisonnablement proches des données expérimentales.

Pour le faire, alors cliquez sur  (**End Job**), pour stopper l'affinement.

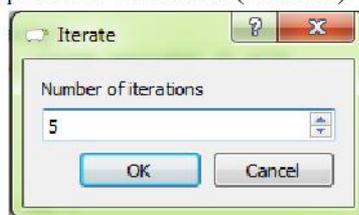
Puis aller à la fenêtre du fichier d'entrée (**input file**), modifier les paramètres en fonction des besoins.

Lancer la tâche (Start job) de  nouveau pour voir le nouveau modèle calculé dans les **paramètres / minimisation** des objets fenêtre.

Vous devrez peut-être répéter la procédure plusieurs fois **avant de commencer l'affinement à partir d'un état suffisamment proche des données observées (expérimentales)**.

Il peut être utile de conserver les **paramètres / minimisation** des objets fenêtre ouverte lors de l'exécution du raffinement.

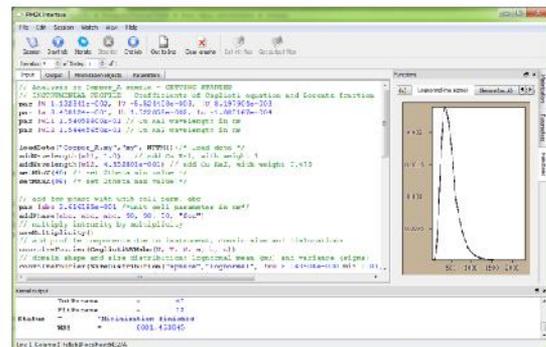
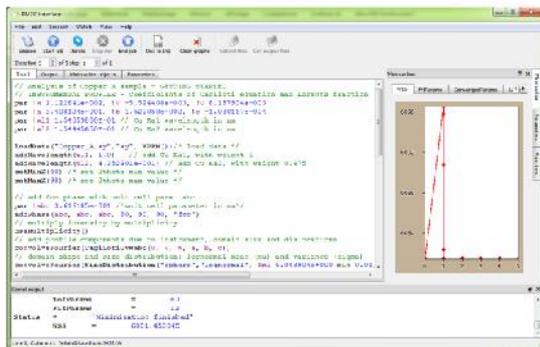
Pour démarrer l'affinement, cliquez sur Itération (**Iterate**)  , puis donner 5 itérations.



Vous verrez alors la modification du modèle, comme l'amélioration des paramètres actifs produit. Même si vous avez donné 10 itérations l'affinement s'arrête après 4 itérations, arrivant à une convergence des paramètres actifs.

Sur la droite, la fenêtre WSS montre l'amélioration de l'adéquation entre modèle et données (sa valeur chute par exemple à 25 776.593551).

Vous pouvez également voir le nombre de paramètres à la convergence, en cliquant sur le **ConvergedParams tag** (panneau de droite).



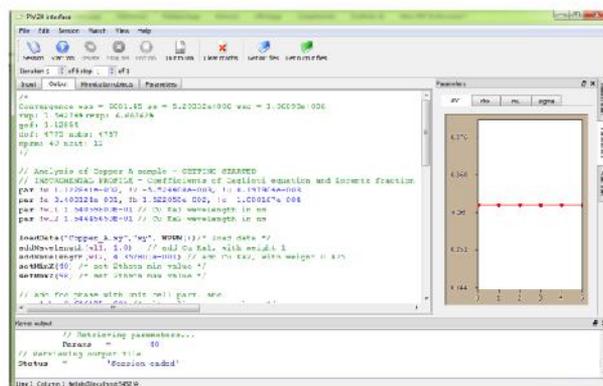
Maintenant ① les positions des pics (comme données par le paramètre de maille *abc*), ② intensités intégrées et ③ background sont raisonnablement correcte.

En fait, le résidu est symétrique et, pour chaque pic, il est en moyenne à zéro, comme il se doit pour un bon état de départ.

Pour exécuter plus d'itérations, il suffit de cliquer sur Itération (**Iterate**)  .

Pour continuer, nous avons besoin de libérer les autres paramètres, donc le travail en cours doit être arrêté en cliquant sur Fin de tâche  (**End Job**) .

Cela génère le fichier de sortie (qui peut être trouvé sous l'étiquette de sortie du panneau de gauche):



Là on peut lire la valeur de chaque paramètre après quatre itérations; paramètres libres ont un **esd** correspondant (par exemple, voir la valeur de **abc** 3.616540e-001 (ESD: 5.511045e-006)).

Nous souhaitons maintenant recommencer un affinement à partir de cette condition, l'ajout de paramètres à affiner.

Pour ce faire, nous copions **output** vers **input**, () Out à Inp.

Maintenant la fenêtre du fichier d'entrée (input) a été mis à jour par les nouvelles valeurs de : **abc, I1, I2, I3, I4, I5, I6** et **quatre** sans nom (**@**) des paramètres du bruit de fond.

Ensuite, nous pouvons retirer le **!"** des autres paramètres que nous souhaitons affiner: **rho, Re, mixp, mu, sigma, Displ**.

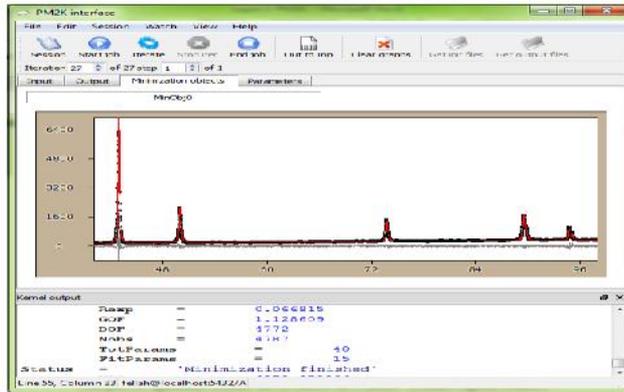
Important: Ce protocole est un exemple simplifié, pour passer en revue rapidement les principales caractéristiques de PM2K.

Dans les cas plus généraux on peut procéder en libérant progressivement les paramètres (par exemple, la première **rho, mu, Displ**, puis, après quelques itérations, **Re, mixp, sigma**), qui est généralement une meilleure stratégie.

Lorsqu'on a besoin d'une plus grande la fenêtre pour examiner les fichiers d'entrée (**input**) ou de sortie (**output**), une solution possible est de désactiver les autres fenêtres graphiques, en  cliquant sur le symbole.

Les fenêtres graphiques peuvent être réactivées en les déplaçant manuellement sur la position verrouillée (à l'aide de la souris avec le bouton gauche maintenez) ou en double-cliquant sur eux.

Une partie des fenêtres peut être temporairement caché en décochant l'option correspondante dans le menu Affichage. La vue ci-dessous, par exemple, pourrait être obtenue par désarrimage (désancrage) toutes les fenêtres supplémentaires (qui peuvent être positionnées n'importe où sur le bureau de Windows).

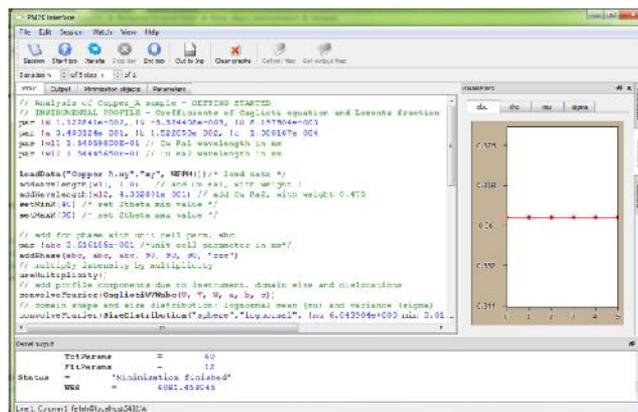


Maintenant, nous pouvons exécuter l'affinement sur le fichier d'entrée (**input**) qui vient d'être modifié, avec tous les paramètres nécessaires libérés (de sorte qu'ils peuvent être affinés), en utilisant le fichier d'entrée (**input**) déjà présent.

Lancer la tâche (Start Job)  en confirmant (**Oui** à la question: **Mettre à jour le fichier distant?**).

Avant de lancer quelques itérations, nous pourrions vouloir créer des fenêtres graphiques pour mieux suivre les évolutions des paramètres pendant l'affinement. Cela se fait par le menu (**Watch Menu**), entrer le nom d'un paramètre sur "Voir (**Watch**)" pendant l'affinement. Ajoutez le paramètre de maille, abc.

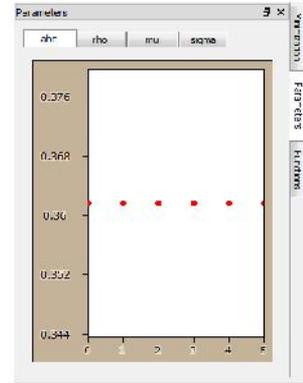
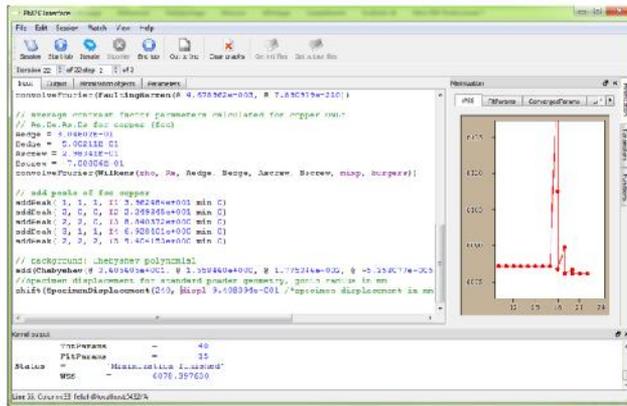
Le graphique du comportement du paramètre peut être trouvé sous l'**étiquette de paramètres (panneau de droite)**.



De cette manière, l'évolution du paramètre de maille élémentaire est affichée dans une fenêtre, au cours des 4 itérations précédentes.

Si la fenêtre graphique n'apparaît pas, n'oubliez pas de l'activer dans le menu Affichage (**View Menu**).

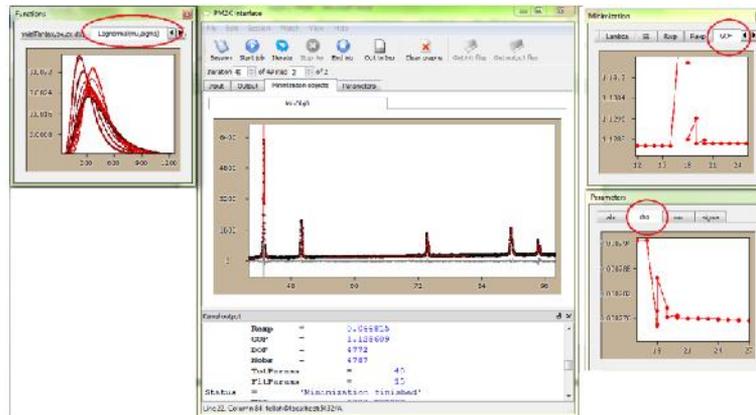
Nous pouvons envisager un désarrimage de la fenêtre correspondante pour permettre une visualisation multiple (par exemple, du comportement du paramètre et de la somme pondérée des carrés **WSS**).



Il est alors possible d'ajouter d'autres paramètres à observer, comme : **rho**, **Re**, **Wilk**, **Dave**, **sd**.

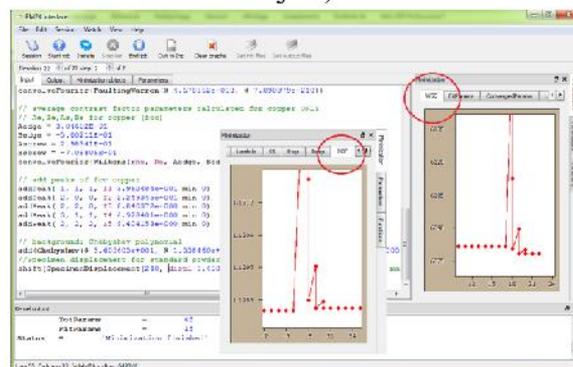
En plus de cela, il est également convenable de suivre l'évolution de la distribution de la taille. Cela se fait encore par le menu (**Watch Menu**), en sélectionnant la distribution appropriée (**log-normale** dans ce **Copper_A.xy**), et en entrant les noms utilisés pour la Gof et rho,...

Maintenant, dans la condition où la fenêtre des Fonctions est actif, la distribution de départ apparaît (sinon, l'activer en utilisant le menu Affichage):



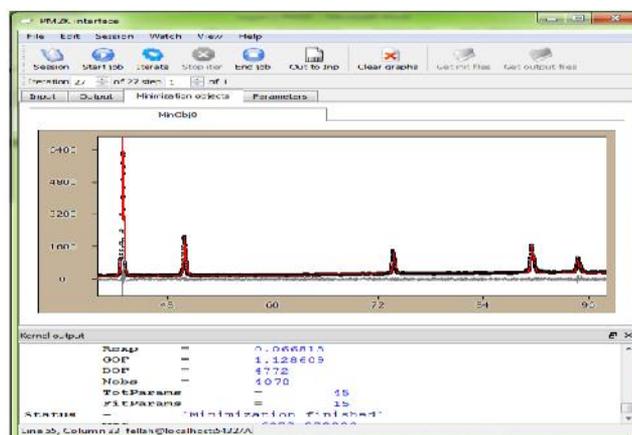
Vous pouvez ensuite utiliser l'échelle (**Scale**) et menus de configuration (**Setup Menus**) pour personnaliser les fenêtres et les pages de visualisation.

Avant de commencer l'affinement, il peut être utile d'ajuster toutes les fenêtres et d'afficher le spectre (Paramètres / minimisation des objets):



Nous entrons alors dans 10 itérations (**Iterate** ) et regarder l'action. Vous pouvez librement modifier les paramètres à être surveillés, en cliquant sur les Tags actives dans la fenêtre de minimisation et des Paramètres. Vous pouvez également zoomer des de mettre en évidence certaines régions d'intérêt. Le bouton de droite offre une gamme d'options de traçage (comme la possibilité de faire un graphique logarithmique de ou de geler (fixer) un ou deux axes pendant l'affinement) Le WSS maintenant a chuté vers 4 747.876805.

Si vous cliquez sur l'itération(**Iterate**) ) (montrant maintenant "25 sur 25"), vous pouvez passer en revue toutes les étapes des affinements, à la fois sous forme graphique (courbe modélisée vs courbe expérimentale dans la fenêtre de minimisation des objets (**Minimisation Objects**)) et dans la fenêtre des paramètres (**Parameters Windows**), de voir les valeurs et les ESD de chaque paramètre raffiné.



En cochant la fenêtre correspondante, on peut voir que les paramètres qui semble atteindre la convergence en sont encore un peu loin, malgré le bon accord entre le modèle et les données expérimentales (le résidu est assez plat et sans relief).

Il peut donc être approprié d'exécuter plusieurs itérations en plus (**Iterate**) pour un résultat " final".

Le système atteint une bonne convergence à 45 itérations où il s'arrête, et où la WSS est stabilisé à la valeur de 4 078.132768.

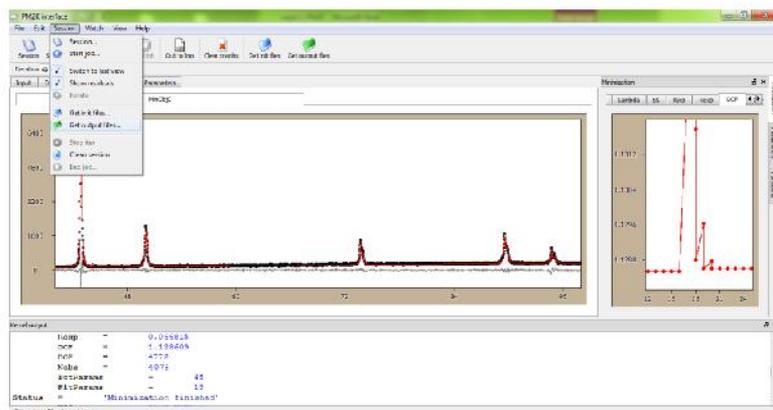
Près de convergence, les valeurs des paramètres ne changent pas de manière significative plus (par exemple, voir que : **abc**, **rho**, **Wilk**, atteindre un plateau), ce qui est un bon indice que les paramètres ont atteint maintenant leur valeur finale.

Pour récupérer tous les résultats de l'affinement et l'historique des tâches, on doit alors :

Arrêter la tâche (**End Job**), ainsi un fichier de sortie (**Output**) est créé avec les valeurs et ESD des paramètres.

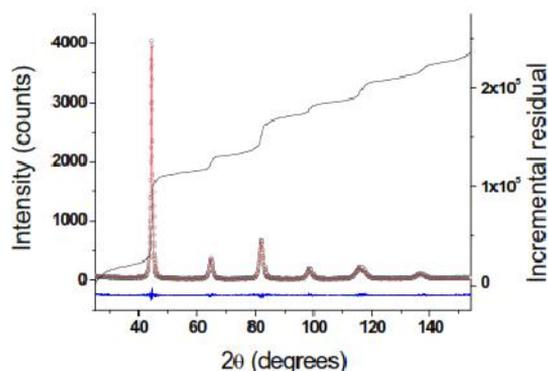
Vous pouvez maintenant enregistrer les résultats (**Output**) « par exemple, Copper_A.out », ou vous pouvez copier Out dans Inp, puis enregistrer sous un fichier d'entrée « par exemple Copper_A_result.inp », mais vous pouvez également enregistrer le graphique, pour une édition ultérieure.

Pour ce faire, ouvrez le (**Session Menu**), et sélectionnez Obtenir des fichiers de sortie (**Get output files**), puis enregistrez (**Save**) le fichier « out_Copper_A.fit »



Le fichier (*. Fit) comprend cinq colonnes:

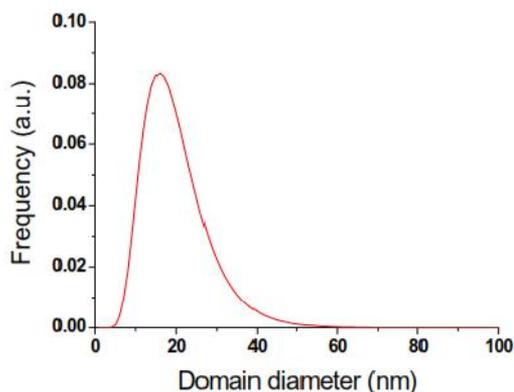
1. 2θ
2. intensités expérimentales (points)
3. courbe modélisée (intensités calculé) (ligne rouge)
4. différence (résiduel, ligne bleue ci-dessous)
5. cumulative (intégrale) résiduel (ligne noire, axe de droite)



Vous pouvez être prêt d'ajouter la dernière colonne sur une échelle distincte, comme indiqué ici, ou tout simplement l'ignorer.

Tous les autres paramètres apparaissent dans le fichier de sortie (Output), où vous lisez aussi les ESD.

Dans ce dossier vous trouvez aussi les paramètres mu et sigma, que vous pouvez citer que les résultats et / ou utiliser pour tracer la distribution de taille raffiné, par exemple, comme indiqué ci-dessous:



PM2K RESULTS (esd in parenthesis)	
Unit cell parameter (nm)	0.28730(2)
Burgers vector modulus	0.248811(4)
Dislocation density ($\times 10^{16} \text{ m}^{-2}$)	2.2(1)
Effective outer cut-off radius (nm)	14.3(14)
Edge dislocation fraction	0.68(3)
Mean domain diameter (nm)	20.0 (11)
Standard deviation (nm)	5.1(30)
Specimen displacement (mm)	0.028(6)
WSS=2752.13, Rwp=11.73%, GoF=1.036	

Esds are in units of the last significant digit. Esds for the mean size and standard deviation were obtained by error propagation from values and esds of μ and σ .

Un dernier commentaire, si vous quittez puis relancez l'interface, vous pouvez récupérer cette session (comme expliqué ci-dessus, en utilisant "session" et en sélectionnant le nom de session, par exemple, "Copper_A"). Si vous le faites, lorsque vous cliquez sur (**Start Job**) vous récupérez le dernier fichier d'entrée (**input**) que vous avez chargé dans le noyau (kernel).

Comment démarrer une nouvelle fois avec un nouveau fichier (input) ?

Pour utiliser un fichier d'entrée différente, au lieu de (**Start Job**), utilisez le menu Fichier et l'option Ouvrir (**Open**).

La procédure est tout à fait le même que celui expliqué au début de ce tutoriel.

Si vous chargez une sortie (*.out) le fichier dans la fenêtre d'entrée, avant de pouvoir l'utiliser, supprimer tous les commentaires inutiles et ESD, en sélectionnant le menu Modifier / supprimer (**Edit/Clear**) des commentaires.

Références

- [1] M. Leoni, T. Confente, and P. Scardi, "PM2K: a flexible program implementing Whole Powder Pattern Modelling," Z. Kristallogr. Suppl., vol. Suppli.23, pp. 249-254, 2006.
- [2] P. Scardi, and M. Leoni, "Whole Powder Pattern Modelling: Theory and Applications," Diffraction Analysis of the Microstructure of Materials, Springer Series in Materials Science E. Mittemeijer and P. Scardi, eds., pp. 51-91: Springer Berlin Heidelberg, 2004.
- [3] P. Scardi, M. Leoni, and M. D'Incau, "Whole Powder Pattern Modelling of cubic metal powders deformed by high energy milling," Zeitschrift fur Kristallographie, vol. 222, no. 3, pp. 129-135, 2007.
- [4] M. D'Incau, M. Leoni, and P. Scardi, "High energy grinding of FeMo powders," J. Mat. Research, vol. 22, pp. 1744-1753, 2007.