

Université Mohamed Khider – Biskra

Faculté des Sciences Exactes et des

Sciences de la nature et la Vie

Département : Sciences de la matière

Réf :.....



جامعة محمد خيضر بسكرة

كلية العلوم الدقيقة و علوم

الطبيعة و الحياة

قسم: علوم المادة

المرجع:

Thèse présentée en vue de l'obtention

Du diplôme de

Doctorat en sciences

Option Chimie

**Etude de l'évolution de la microstructure et la texture
et des propriétés mécaniques et électriques dans les
fils de cuivre tréfilés industriellement et recuits**

Présentée par :

Fayçal BAIRA

Soutenue publiquement le 06/12/2017

Devant le jury composé de :

Mr. CHALA Abdelouahad	Professeur	Président	Université de Biskra
Mr. ZIDANI Mosbah	Professeur	Rapporteur	Université de Biskra
Mr. BRIOUA Mourad	Professeur	Examineur	Université de Batna 2
Mr. MADANI Salah	Professeur	Examineur	Université de Batna 2
Mr. MIROUD Djamel	Professeur	Examineur	USTHB- Alger

Remerciements

Ce travail a été réalisé sous la direction de Monsieur **Mosbah ZIDANI**, Professeur à l'Université de Biskra, à qui j'adresse mes vifs remerciements pour les nombreuses discussions ainsi de m'avoir accordé son temps et toute sa compétence avec une grande générosité qui ont amené à la réalisation de ce manuscrit.

J'exprime ma profonde gratitude à Monsieur **Abdelouahad CHALA**, Professeur à l'Université de Biskra Vice Recteur chargé de la formation supérieure en graduation, la formation continue et les diplômes pour l'honneur qu'il m'a fait de bien vouloir accepter de précéder le jury de thèse. Je tiens également à remercier Monsieur **Djamel MIROUD**, Professeur à USTHB, Monsieur **Mourad BRIOUA**, Professeur à l'université de Batna 2, Monsieur **Salah MADANI**, Professeur à l'université de Batna 2, d'avoir accepté de participer à la commission d'examen de cette thèse.

Je remercie le personnel administratif de l'entreprise ENICAB de Biskra, particulièrement Monsieur **Mohamed Djamel HADID**, Cadre technique à l'ENICAB qui a effectué la quasi totalité des prélèvements des échantillons en production et également pour son apport lors de la réalisation des essais mécaniques de traction et des mesures de la résistivité électrique

Je remercie tout particulièrement **Thierry Baudin**, Directeur de recherche CNRS, Laboratoire de Synthèse et Propriétés des Matériaux Modélisation (SP2M), ICMMO, Université Paris-Sud, Orsay, pour son aide autant scientifique que technique et pour son apport considérable lors des caractérisations et analyses expérimentales des échantillons par EBSD

Je remercie Monsieur **Djamel MIROUD**, Professeur à USTHB et Directeur de laboratoire des Sciences et Génie des Matériaux (LSGM), USTHB, Alger, pour ses conseils et sa patience ainsi que son apport considérable lors des analyses expérimentales par MEB et EDS.

Je tiens à exprimer mes plus vifs remerciements aux membres du Laboratoire des rayons X à l'université de Biskra, et en particulier à Monsieur **Ibrahim GUASMI**, pour son apport lors de la réalisation des essais expérimentaux par DRX.

Mes remerciements s'adressent également à Madame **HAMMADI Latifa** responsable de laboratoire des traitements thermiques au hall technologique de l'université Batna 2 pour la réalisation des différents traitements de recuits.

J'exprime ma sincère reconnaissance à Madame **Fatiha ZIDANI** professeur à l'Université Batna 2 pour la correction linguistique de ce manuscrit. Finalement je remercie tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Sommaire

Introduction générale

Chapitre 1

Etude des fils de cuivre tréfilé

1

Partie 1 : Généralité sur les alliages de cuivre

I. 1.1. Introduction	5
I. 1.2. Le cuivre	6
I. 1.3. Production et économie du cuivre	6
I. 1.4. Propriétés mécaniques	7
I. 1.5. Propriétés électriques et thermiques	7
I. 1.7. Propriétés chimiques	8
I. 1.7 Le durcissement des alliages de cuivre	8
I. 1.8 Les éléments d'alliage dans le cuivre	9
I. 1.9 Les différentes classes d'alliage de cuivre	9
I. 1.10. Cuivre industriel non allié	10
I. 1.11. Propriétés physiques et mécaniques	11
I. 1.12. Effet des impuretés sur la température de recristallisation et les propriétés mécaniques	13

Partie 2 : Procédé de mise en forme par tréfilage

I.2.1 Introduction	14
I.2.2 Principe de tréfilage	14
I.2.3 Outils et équipements industriels du tréfilage	17
I.2.3.1 Machine simple	17
I.2.3.2 Machines multiples	18
I.2.3.3 Le lubrifiant	19
I.2.3.4 La filière	19
I.2.4 La finition (traitements thermiques)	20

I.2.5 Rupture de tréfilage	21
I.2.6 Prévision des défauts de tréfilage	21
I.2.7 Influence des paramètres de tréfilage sur la texture et les propriétés mécaniques du fil tréfilé	21
I.2.7.1 Influence de la vitesse de tréfilage	21
I.2.7.2 Influence du taux de réduction par passe	22
I.2.7.3 Influence de l'angle de filière	23
I.2.8 Mécanisme de la déformation plastique	24
I.2.9 Déformation par glissement	25
I.2.10 Déformation par maclage	26
I.2.11 Théorie des dislocations	27
I.2.11.1 Type de dislocations	28
I.2.11.2 Dislocation coin	28
I.2.11.3 Dislocation vis	28
I.2.11.4 Dislocation mixte	29
I.2.11.4 Déplacement des dislocations	30
I.2.11.5 Défauts de surface	30
I.2.11.6 Défauts à trois dimensions	30
I.2.12 Evolution microstructurale lors de la déformation	31
I.2.13 Apparition d'une sous- structure de dislocation aux faibles déformations	31
I.2.14 Évolution microstructurale aux fortes déformations	32
I.2.15 Energie stockée	33
I.2.15.1 Généralités	33
I.2.15.2 La calorimétrie	34
I.2.15.3 Mesure de l'énergie stockée à partir de l'élargissement des pics de diffraction	35
I.2.15.4 Microdiffraction des rayons X (M.D.R.X.)	36
I.2.15.5 La Microscopie électronique en transition (M.E.T)	36
I.2.15.6 Evaluation de l'énergie stockée par EBSD	37
I.2.16 Texture de déformation	38
I.2.16.1 Introduction	38
I.2.16.2. Orientation cristallographique	38
I.2.16.3 Angles d'Euler	39

I.2.16.4 Représentation des Textures	40
I.2.16.4.1 Figures de pôles directes et inverses	40
I.2.16.4.2 Définition de la FDOC	41
I.2.17 Texture de déformation par tréfilage	42
Références bibliographiques	44

Chapitre 2

Restauration et recristallisation

II.1. Introduction	48
II.2. Traitements thermiques	48
II.3. Les mécanismes de restauration et de recristallisation après déformation à froid	49
II.3.1 Restauration	49
II.3.2 Recristallisation	51
II.3.2.1 La germination	52
II.3.2.1.1 Modèle de migration de joint de grains induite par la déformation	52
II.3.2.1.2 Modèle du germe préformé	53
II.3.2.1.3 Sites de germination	53
II.3.3 La croissance	54
II.4 Paramètres du recuit	54
II.4.1 La température du recuit	54
II.4.2 Vitesse de chauffage	54
II.4.3 La nature du joint et la désorientation du grain en croissance avec la matrice.	55
II.4.4 De la pureté du métal	56
II.4.5 Le taux de déformation	57
II.5 Texture de la recristallisation	58
II.6. Influence des différents paramètres	58
II.6.1 Taux de réduction	58
II.6.1.1 Les éléments d'addition	59

II.6.1.2 Particules de seconde phase	59
II.6.2 Formation de la texture cubique	60
II.6.2.1 La germination orientée	60
II.6.2.2 Croissance orientée	61
Références bibliographiques	62

Chapitre 3

Matériaux et méthodes expérimentales

III.1. Introduction	66
III.2. Choix de matériau	66
III.3. Traitements thermiques	67
III.4. Préparation métallographique	68
III.4.1 Découpage et polissage	68
III.4.2 Attaque chimique	69
III.5. Techniques de caractérisation	69
III.5.1 Microscope optique (MO)	69
III.5.2 Microscope électronique à balayage (M.E.B)	70
III.5.3 Essai de la microdureté	71
III.5.3.1 Principe de mesure	72
III.5.3.2 Méthode de détermination de la fraction recristallisée	73
III.5.4 Essai de traction	73
III.5.5 Mesure de résistivité électrique	75
III.5.6 Analyse par diffraction des rayons X (pics)	76
III.5.7 Analyse des orientations cristallographiques par l'EBS	76
III.5.7.1 Préparation des échantillons de mesure	76
III.5.7.2 Principe de mesure	77
Références bibliographiques	79

Chapitre 4

Résultat et interprétation

Partie 1 : Etude et Caractérisation de l'état tréfilé

1. Introduction	80
IV.2. Caractérisation de la structure des fils tréfilés	80
IV.3. Evolution des propriétés mécaniques et électriques des fils de cuivre en fonction de la déformation	81
IV.3.1 Essais de la microdureté	81
IV.3.2 Essai de traction	82
IV.3.3 Mesure de la résistivité électrique	84
IV.4 Analyse par diffraction des rayons X	85

Partie 2 : Etude et Caractérisation de l'état recuit des fils tréfilés

IV.2.1 Introduction	87
IV.2.2. Caractérisation microstructurale par MO/MEB des fils tréfilés et recuits	87
IV.2.3. Evolution des propriétés mécaniques et électriques des fils tréfilés et recuits	88
IV.2.3.1 Essai de la microdureté	89
IV.2.3.2 Fraction recristallisée	90
IV.2.3.3 Essai de traction des fils tréfilés et recuits	91
IV.2.3.4 Mesure de la résistivité électrique des fils tréfilés et recuits	93
IV.2.4 Analyse par diffraction des rayons X des fils tréfilés et recuits	94
IV.2.5 Evolution de la texture de déformation par EBSD	96
IV.2.5.1 Caractérisation de la texture de déformation par FDP	98
IV.2.5.2 Caractérisation de la texture de déformation par FDOC	99
IV.2.6. Evolution de la microstructure et la texture de recristallisation	100
IV.2.6.1 Recuit à 260°C pendant 10 min	100
IV.2.6.2 Caractérisation par RX (FDP/FDOC) des fils tréfilés et recuit à 10 min	101

IV.2.6.3 Analyse de la taille des grains recristallisés à 260°C pendant 10 min	103
IV.2.7. Evolution de la microstructure et la texture de recristallisation	105
IV.2.7.1 Recuit à 260 pendant 30 min	105
IV.2.7.2 Caractérisation par RX (FDP/FDOC) des fils tréfilés recuits à 30 min	106
IV.2.7.3 Evolution de la fraction volumique lors de recuit	108
Références bibliographiques	111
Conclusion générale et perspectives	115
Annexes	118

Liste des Figures

Chapitre 1

Figure	Titre	Page
Figure 1	<i>Effet des impuretés sur la température de recristallisation du cuivre</i>	13
Figure 2	<i>Principe de tréfilage.</i>	15
Figure 3	<i>Schéma d'une passe de tréfilage et notations utilisées</i>	16
Figure 4	<i>Schéma de principe d'une machine à tréfileuse simple (mono passe)</i>	17
Figure 5	<i>Schéma d'une filière de tréfilage</i>	20
Figure 6	<i>Comparaison des fils « VT » et « VE »</i>	22
Figure 7	<i>Comparaison des fils « GP » et « PP »</i>	23
Figure 8	<i>Comparaison des fils « angle de filière ; 9°, 12° et 17° ».</i>	24
Figure 9	<i>Glissement et maclage des cristaux c.f.c.</i>	25
Figure 10	<i>Modification de la forme d'un grain sous l'effet du glissement a) Avant déformation b) après déformation</i>	26
Figure 11	<i>Représentation schématique d'une macle mécanique</i>	26
Figure 12	<i>Description d'une dislocation-coin</i>	28
Figure 13	<i>Dislocation vis.</i>	29
Figure 14	<i>Représentation du cisaillement de deux plans atomiques distants de hkl par le glissement d'une dislocation mixte BC, composée d'une partie vis (partie B) et d'une partie coin (partie C). Après le passage de la dislocation, le déplacement des plans est une translation de vecteur de Burgers $-b$ sur une distance inter-réticulaire</i>	29
Figure 15	<i>(a) Dislocation coin (b) Dislocation vis</i>	20
Figure 16	<i>a) activation de différentes combinaisons de systèmes de glissement dans le grain, b) blocs de cellules et murs denses de dislocations</i>	32
Figure 17	<i>Structure lamellaire observée pour les forts taux de</i>	33

	déformation	
Figure 18	Courbe calorimétriques obtenues après déformation (torsion) à -196°C sur du cuivre, de l'aluminium, du plomb, et de l'argent	35
Figure 19	Repère macroscopique R_e et repère microscopique R_c dans le cas d'une tôlaminée et d'un fil tréfilé	39
Figure 20	Représentation de l'orientation cristallographique par les angles d'Euler	40
Figure 21	Projection stéréographique.	41
Figure 22	Description de la fibre $\{111\} \langle uvw \rangle$ sur le triangle standard - (a) : représentation des plans ;(b) : représentation des directions ; (c) : construction d'un code de couleurs sur le triangle standard pour les symétries cubiques	41
Figure 23	Coupe de l'espace d'Euler à $\phi_2=45$. représentation des fibres $\langle 111 \rangle // DN$ et $\langle 100 \rangle // DN$	42
Figure 24	Changement de texture au cours du tréfilage du fil d'aluminium de diamètre 9,5 mm. 15% de réduction à chaque passe à une vitesse de 20 m/min	43

Chapitre 2

Figure	Titre	Page
Figure 1	Différents stades de restauration d'un matériau déformé dans le domaine plastique (a) : enchevêtrement de dislocations, (b) : formation de cellules, (c) : annihilation des dislocations dans les cellules, (d) : formation des sous-grains, (e) : croissance de sous-grain	49
Figure 2	Evolution de la microstructure d'un Aluminium déformé de 10% avant et après un recuit insitu (MET : HVEM (High Voltage Transmission Electron Microscope)) : (a) : microstructure de déformation, (b) : même zone après 2 min	51

	<i>de recuit à 250°C : formation de sous-grains.</i>	
Figure 3	a) Modèle de migration induite par la déformation (E1-E2) b) Schéma de la SIBM impliquant le développement coopératif de plusieurs sous-grains	53
Figure 4	Effet de la température sur la cinétique de recuit de Fe- Si 3.5% déformé à 60 %	55
Figure 5	Vitesse de croissance de grains de recristallisation à 615°C dans un cristal d'aluminium écroui en fonction de leur désorientation autour d'un axe $\langle 111 \rangle$ par rapport à la matrice	56
Figure 6	Vitesse de migration des joints dans le plomb à 300°C en fonction de la teneur en étain (Sn),	57
Figure 7	Effet de la déformation de traction sur la cinétique de recristallisation de l'aluminium recuit à 300°C	58
Figure 8	Figures de pôles représentant l'évolution de la texture de recristallisation de l'alliage Fe 36%Ni laminé de 98% en fonction de la taille de grain avant laminage : a) 350 μ m, b) 160 μ m, c) 20 μ m	60
Figure 9	Macles de recuit. a) interfaces cohérentes (CTB) et b) incohérentes (ITB).	61

Chapitre 3

Figure	Titre	Page
Figure 1	Représentation des différentes passes au niveau de la tréfileuse (ENICAB Biskra).	67
Figure 2	Four de traitement thermique Nabertherm.	68
Figure 3	Polisseuse mécanique de type PRESI MECAPOL P260 (Laboratoire de physique, Univ -Biskra).	69
Figure 4	Microscope optique (Laboratoire de physique, Univ -Biskra).	70
Figure 5	Microdureté Vickers du type 402MVD (Laboratoire de physique, Univ -Biskra).	71

Figure 6	Principe de la mesure de microdureté Vickers.	72
Figure 7	Machine de traction (ENICAB – Biskra).	72
Figure 8	Dispositif d'un Machine resistomat type 2303 bruster (ENICAB – Biskra)..	74
Figure 9	Diffractomètre de type PAN alytical X' Pert PRO. (Laboratoire de physique, Univ -Biskra).	75
Figure 10	Dispositif de polissage électrolytique	76
Figure 11	Dispositif de polissage électrolytique	77
Figure 12	Principe de l'EBSD : (a) production des électrons rétrodiffusés, (b) formation de la source ponctuelle divergente d'électrons, (c) formation de la ligne de Kikuchi, (d) formation de la bande de Kikuchi et (e) Détermination de l'orientation d'un cristal à partir du digramme de Kikuchi.	78

Chapitre 4

Figure	Titre	Page
Figure 1	Microstructures des échantillons du fil électrique de cuivre pour différentstaux de réduction par tréfilage à froid A) fil machine ; B) $\epsilon - 60\%$; C) $\epsilon - 88\%$	80
Figure 2	Microstructures en MEB de fil machine et fil tréfilés A) fil machine et B) fil tréfilé	81
Figure 3	Courbes d'évolution de la microdureté Vickers du fil électrique de cuivre tréfilé à froid en fonction de la déformation	82
Figure 4	Courbes d'évolution de la résistance à la rupture du fil de cuivre tréfilé à froid en fonction de la déformation	83
Figure 5	Courbes d'évolution de l'allongement du fil électrique de cuivre tréfilé à froid en fonction de la déformation	84
Figure 6	Courbes d'évolution de la résistivité électrique du fil électrique de cuivre tréfilé à froid en fonction de la déformation	84

Figure 7	Diagramme de diffraction des RX, Fil machine.	86
Figure 8	Diagramme de diffraction des RX, fil tréfilé à 88%	86
Figure 9	Microstructures d'échantillons du fil électrique de cuivre pour fil machine et fil fortement tréfilé et recuit non recuit et à 260°C pendant 30 minutes. fil machine non recuit ; B) $\epsilon = 88\%$. non recuit C) fil machine recuit ; D) $\epsilon = 88\%$. recuit.	87
Figure 10	Microstructures en MEB de fil machine et fil fortement tréfilé recuit à 260°C pendant 30 minutes. A) fil machine; B) fil tréfilé à 88%	89
Figure 11	Courbes d'évolution de la microdureté Vickers du fil électrique de cuivre tréfilé à froid en fonction de la déformation.	90
Figure 12	Evolution de la fraction recristallisée en fonction du temps de recuit à 260 °C de cuivre tréfilé à froid à différents taux de déformation.	91
Figure 13	Evolution de la Résistance à la rupture des fils tréfilés et recuits en fonction du taux de déformation.	92
Figure 14	Evolution de l'allongement des fils tréfilés et recuits en fonction du taux de déformation	92
Figure 15	Evolution de la résistivité électrique des fils tréfilés et recuits en fonction du taux de déformation	93
Figure 16	Résultats des Spectres de diffraction des rayons X: A) fil machine recuit à 260 °C pendant 10 min. B) fil tréfilé à froid à 88% et recuit à 260 °C pendant 10 min. C) fil machine de cuivre recuit à 260 °C pendant 30 min. D) fil tréfilé à froid à 88% et recuit à 260 °C pendant 30 min.	96
Figure 17	Cartographie reconstruite par EBSD fil machine. B) fil fortement tréfilé	97
Figure 18	Evolution de la taille des grains des fils déformés en fonction du taux de déformation par tréfilage à froid.	98
Figure 19	Figures de pôle réalisés par EBSD a) fil machine et b) fil tréfilé à 88%.	99

Figure 20	coupe à $\varphi_2=45^\circ$ des Figures de pôle obtenue par RX correspondante au :a) fil machine, b) fil tréfilée ($\epsilon_3 = 88\%$) et c) position des orientations idéales.	100
Figure 21	Cartographie reconstruite par EBSD des fils de cuivretréfilé et recuit à 260°C pendant 10 min : A) fil tréfilé à 29%. B) fil tréfilé 60%. C) fil tréfilé 88%	101
Figure 22	Figures de pôle obtenue par RX correspondante au : a) fil machine b) fil tréfilée ($\epsilon_3 = 29\%$).c) fil tréfilée ($\epsilon_3 = 60\%$).b) fil tréfilée ($\epsilon_3 = 88,09\%$)	102
Figure 23	Coupe à $\varphi_2=45^\circ$ des Figures de pôle obtenue par RX correspondante au :a) fil machine, b) fil tréfilée ($\epsilon_1 = 29\%$),c) fil tréfilée ($\epsilon_2 = 60\%$) d) fil tréfilée ($\epsilon_3 = 88\%$)	103
Figure 23	la taille des grains du fil cuivretréfilé froid et recuit à 260°C pendant 10 min, $\epsilon = 0\%$ (a1 avec macle a2 sans macle), $\epsilon = -29\%$ (b1 avec macle b2 sans macle), $\epsilon = -60\%$ (c1 avec macle c2 sans macle), $\epsilon = -88\%$ (d1 avec macle d2 sans macle).	107
Figure 24	Cartographie reconstruite par EBSD. A)fil machine. B) fil tréfilé 88%.	105
Figure 25	Evolution de la taille des grains recristallisés après 30 min de recuit à 260°C en fonction du taux de déformation partréfilage à froid.	106
Figure 26	Figure de pôle obtenue par RX correspondante au :a) fil machine b) fil tréfilée ($\epsilon_3 = 88\%$).	107
Figure 27	coupe à $\varphi_2=45^\circ$ des Figures de pôle obtenue par RX correspondante au :a) fil machine, b) fil tréfilée ($\epsilon_3 = 88\%$) et c) position des orientations idéales.	108
Figure 28	Cartographies EBSD pour les trois fils recuits, (a)fil tréfilé ϵ_1 , (b) fil tréfilé ϵ_2 et(c) fil tréfilé ϵ_3	109
Figure 29	Evolution des fractions volumiques du fil de cuivre tréfiléà froid et recuit à 260°C à 30min.	110

Liste des Tableaux

Chapitre 1

Tableau	Titre	Page
<i>Tableau 1</i>	<i>Appellations et teneurs en impuretés des divers cuivres industriels non alliés</i>	11
<i>Tableau 2</i>	<i>Principales propriétés physiques et mécaniques des divers cuivres industriels non alliés.</i>	12
<i>Tableau 3</i>	<i>Caractérisation mécanique des fils « GP » et « PP »</i>	22
<i>Tableau 4</i>	<i>Caractéristiques mécaniques des fils «angle de filière ; 9°, 12° et 17° ».</i>	23
<i>Tableau 5</i>	<i>Les systèmes de glissement des différentes structures</i>	25
<i>Tableau 6</i>	<i>Les systèmes de maillage pour différentes structures</i>	27

Chapitre 3

Tableau	Titre	Page
<i>Tableau 1</i>	<i>Composition chimique de fil de cuivre</i>	66
<i>Tableau 2</i>	<i>Différents taux de déformation (ϵ) des fils d'aluminium.</i>	67

Chapitre 4

Tableau	Titre	Page
<i>Tableau 1</i>	<i>Evolution des propriétés mécaniques et électriques des fils en fonction du taux de déformation.</i>	81
<i>Tableau 2</i>	<i>Déplacement des 3 premiers pics du diffractogramme du cuivre, de fil machine et fils tréfilé à 88%.</i>	85
<i>Tableau 3</i>	<i>Evolution des propriétés mécaniques et électriques des fils et recuits en</i>	89

fonction du taux de déformation

Tableau 4	<i>Déplacement des 3 premiers pics du diffractogramme du cuivre, de fil machine et filstréfilé.</i>	93
Tableau 5	<i>Représentation des tailles des grains avec et sans macles</i>	91
Tableau 6	<i>Fractions volumiques des principales composantes de texture (fibre: $\langle 111 \rangle // DN$, fibre: $\langle 001 \rangle // DN$ et partie aléatoire) du fil de cuivre tréfilé à froid et recuit à 260°C à 30min.</i>	108

*Introduction
Générale*

Introduction générale

La caractéristique principale du cuivre est sa qualité de bon conducteur de l'électricité associée à une ductilité élevée. La conductibilité électrique du cuivre a été prise comme référence par la Commission Electrotechnique Internationale en 1913, et la résistivité du cuivre, d'une valeur de 1,724 microhm.cm à l'état recuit, est l'étalon de cette mesure. La solidité 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 Airbus sont en cuivre. Pour affiner la sélection des fils de cuivre en fonction de leur usage final, c'est-à-dire pour prédire les caractéristiques du fil (propriétés mécaniques, microstructure, ...), il est nécessaire de pouvoir appréhender les mécanismes de déformation et de recristallisation du cuivre. Les modifications structurales entraînées par la mise en forme à froid modifient les propriétés physiques et mécaniques des métaux. Le tréfilage n'échappe pas à cette règle ainsi, pour obtenir un produit répondant à des caractéristiques mécaniques optimales, les tréfileurs s'efforcent de déterminer l'influence de tous les paramètres intervenant lors de la mise en forme du fil [Jakani, 2004].

La déformation plastique à froid est due essentiellement au mouvement des dislocations par glissement. En effet, la déformation plastique à froid entraîne une importante augmentation de la densité de dislocations (i.e. énergie élastique stockée) dans le matériau. Ce mode de déformation conduit à un changement des propriétés de la microstructure ,plus la déformation est importante, plus le nombre de grains orientés préférentiellement est considérable. Ce changement d'orientations des grains engendre la formation d'une texture dite texture cristallographique de déformation. Il est nécessaire de faire un traitement thermique de recuit qui restaure les propriétés mécaniques et électriques au fil métallique tréfilé. Le recuit de recristallisation se traduit par la transformation de la structure orientée en structure recristallisée, Ceci explique la diminution du nombre total des défauts cristallins dans le matériau.

L'industrie de fabrication du fil à un grand intérêt économique en Algérie. Ceci se justifie et se concrétise par l'installation des grandes entreprises de tréfilage à travers le territoire national. L'unité de Biskra est spécialisée dans la fabrication des fils électriques de différentes sections en aluminium et en cuivre.

En raison de cette importante application industrielle, la compréhension de la formation des textures de recristallisation des fils de cuivre a déjà donné lieu à de nombreuses études. Cependant, l'insuffisance des connaissances sur les mécanismes de recristallisation mis en jeu au cours des recuits (formation et évolution des premiers grains recristallisés, ...) ne permet pas de comprendre la formation de la texture du matériau. En particulier, il apparaît que la texture de recristallisation est influencée par la sous-structure de déformation, le taux de déformation, ...etc. De ce fait, la caractérisation des mécanismes de recristallisation mis en jeu et leur relation avec les sous-structures de déformation semblent indispensables afin de mieux comprendre et donc de maîtriser la formation de la texture de recristallisation. Il sera dès lors possible d'améliorer la formabilité de tels alliages de cuivre [Zidani. 2006].

Dans ce contexte, le travail présenté dans cette thèse a pour objectif d'étudier l'évolution de la texture de déformation et de recristallisation lors du tréfilage de fil de cuivre de type DUCAB, le plus utilisé par l'entreprise ENICAB de Biskra-Algérie et destiné à la câblerie électrique. Il s'agit de corréler la microstructure et la texture de déformation et de recristallisation aux propriétés mécaniques et électriques via une analyse multi-échelle par MEB/EBSD et diffraction des rayons X, et étudier l'influence combinée du taux de déformation par tréfilage et le temps de maintien de recuit à 260°C sur la cinétique de recristallisation. Les travaux présentés dans cette thèse ont été réalisés en collaboration avec le laboratoire ; SP2M, ICMMO, Univ. Paris-Sud, Université Paris-Saclay, UMR CNRS 8182, 91405 Orsay Cedex, France. EU.

L'étude des mécanismes de recristallisation après déformation à froid a déjà fait l'objet de nombreuses études principalement après de forts taux de déformation. Le présent travail à caractère appliqué, se penchera sur différents taux de déformation (de faible taux de déformation jusqu'à forte déformation par tréfilage). Ceci permettra, sans aucun doute à suivre les processus mis en jeu au cours des premiers stades de recristallisation.

L'enjeu scientifique était alors de mieux comprendre la formation des microstructures de recristallisation au cours du recuit des fils tréfilés et de déterminer les paramètres clés qui favorisent la formation des fibres $\langle 111 \rangle$ et $\langle 001 \rangle$, textures recherchées au niveau industriel ; l'objectif technologique étant de gérer au mieux cette matière première (fil machine) réduit par le procédé de tréfilage pour accéder à des fils de bonnes propriétés mécaniques et électriques. Afin

d'atteindre cet enjeu scientifique, nous avons caractérisé, à différentes échelles, la texture cristallographique et la microstructure après les différentes étapes de sélection des fils mis au point par les industriels. Les techniques de mesure et de caractérisation utilisées dans le cadre de cette thèse sont : la microscopie optique et électronique, la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD), la diffraction des rayons X (FDP : Figure des pôles directe et FDOC : Fonction des distributions des orientations locales), la diffraction des RX (pics), analyse chimique par (EDX), la microdureté Vickers, essais de traction et des mesures de la résistivité électrique dont certaines ont permis de corréler la microstructure à la texture.

Le présent travail s'articule autour de quatre chapitres :

Le premier chapitre est scindé en deux parties. La première partie sera destinée à la présentation générale du matériau d'étude (les alliages de cuivre) et plus particulièrement le cuivre industriel destiné à la câblerie électrique. La seconde partie sera consacré à décrire un bilan des connaissances acquises sur la théorie des procédés de mise en forme par déformation plastique à froid particulièrement le principe de tréfilage de fil de cuivre (DUCAB) et également l'évolution de la texture et la microstructure lors de la déformation par tréfilage.

Au sein du deuxième chapitre on présentera des généralités sur les différents traitements thermiques de recuit et plus particulièrement le recuit de recristallisation qui fait l'objet de ce travail. On présentera également des généralités sur l'évolution de la et la microstructure lors de la recristallisation des fils tréfilés ainsi qu'aux mécanismes de recristallisation qui s'y attachent.

Le troisième chapitre présentera le matériau étudié ainsi que les techniques expérimentales de préparation, de mesure et de caractérisations utilisées.

Le quatrième chapitre est consacré aux principaux résultats expérimentaux. Ces derniers concernent deux états : les fils tréfilés avant et après recuit de recristallisation. Où nous nous sommes intéressés à l'évolution de la microstructure, la taille des grains déformés et à la texture de déformation lors du tréfilage à froid des fils de cuivre. Ainsi, l'évolution de la microstructure et les propriétés mécaniques et électriques lors de la recristallisation à 260°C pendant 10,30 et 60 minutes des fils tréfilés. L'influence combinée du taux de déformation et le temps de maintien de recuit sur la cinétique de recristallisation seront également discutés. Nous nous intéresserons par la suite à

l'évolution de la fraction volumique des fibres (majoritaires, minoritaire et aléatoires) caractérisées par EBSD au cours de recuit de recristallisation des fils cuivre tréfilés.

Enfin, une conclusion générale sera donnée pour présenter : un bilan des résultats obtenus, les problèmes rencontrés et les perspectives quand à la continuation de ce travail.

Chapitre I

*Etude des fils
de cuivre tréfilés*

Partie 1 : Généralité sur les alliages de cuivre

1.1.1 Introduction

Etymologiquement, le mot cuivre est issu du latin *Aes Cyprium* qui signifie littéralement « métal de Chypre » et dont l'origine puise ses sources notamment durant l'Antiquité car la ville de Chypre faisait partie des principaux producteurs mondiaux de cuivre [Lebreton, 2007].

Un fil électrique : est le composant électro technique servant au transport de l'électricité, afin de transmettre de l'énergie et de l'information. Il est constitué d'un matériau conducteur, monobrin ou multibrin, souvent entouré d'une enveloppe isolante (plastique, Téflon...). L'intérieur du fil électrique est appelée « âme » du fil.

Les fils électriques sont souvent regroupés au sein d'un câble électrique avec des couleurs normalisées (suivant la fonction), afin de reconnaître le rôle de chacun.

Après la seconde guerre mondiale, sa consommation explose grâce au développement de nombreux domaines industriels, dans lesquels les propriétés électrique et thermique sont des critères fonctionnels incontournables, tels que l'automobile, l'aéronautique, suivi plus tard de l'aérospatial, l'électronique et la téléphonie. Le cuivre est un le troisième métal le plus utilisé au monde après le fer et l'aluminium. Il s'agit du second des métaux non ferreux en importance, loin devant le zinc, le plomb, le nickel ou l'étain [Lebreton, 2007].

1.1.2 Le cuivre

Le cuivre est un métal dont la structure est et reste cubique à faces centrées (CFC) à toute température inférieure à sa température de fusion (1084°C) [Murry, 2010], il présente une couleur rougeâtre, orangée ou brune due à une couche mince en surface (incluant les oxydes). Le cuivre pur est de couleur rose saumon. Le cuivre, l'osmium (bleu), le césium et l'or (jaune) sont les quatre seuls métaux purs présentant une couleur autre que le gris ou l'argent. La couleur caractéristique du cuivre résulte de sa structure électronique : le cuivre constitue une exception à la loi de Madelung, n'ayant qu'un électron dans la sous-couche 4s au lieu de deux. L'énergie d'un photon de lumière bleue ou violette est suffisante pour qu'un électron de la couche d

l'absorbe et effectue une transition vers la couche s qui n'est qu'à demi occupée. Ainsi, la lumière réfléchiée par le cuivre ne comporte pas certaines longueurs d'ondes bleue / violette et apparaît rouge. Ce phénomène est également présent pour l'or, qui présente une structure correspondante 5s/4d. Le cuivre liquide apparaît verdâtre, une caractéristique qu'il partage avec l'or lorsque la luminosité est faible [Razeghi, 2006].

Le cuivre fond vers 1 085 °C. Il se vaporise à une température plus élevée, son point d'ébullition étant situé vers 2 562 °C. Sa vapeur brûle avec une flamme verte intense, ce qui permet sa détection quantitative en spectrométrie de flamme ou qualitative par simple test de flamme.

1.1.3 Production et économie du cuivre

En 2008, la production minière de cuivre a dépassé les 15 millions de tonnes (contre 500 000 tonnes en 1900 et 11 millions de tonnes en 1990). La production mondiale de cuivre raffiné dépasse quant à elle les 18 millions de tonnes. La consommation mondiale totale de cuivre (cuivre primaire raffiné plus cuivre recyclé) a plus que doublé entre le début des années 1970 et 2008 pour atteindre 23,5 millions de tonnes⁹¹. En 1990, pour une consommation mondiale annuelle répertoriée de 8,5 millions de tonnes, 470 milliers de tonnes l'étaient en France selon l'Institut Européen du Cuivre 2017. Environ 70 % du cuivre métal commercialisé se présentait à cette époque à l'état pur sous forme de fils électriques, de tubes, de laminés, et le reste sous forme d'alliages.

La forte corrélation du cuivre à la conjoncture industrielle fait de l'étude du marché du cuivre un excellent indicateur avancé de l'état de l'économie.

1.1.4 Propriétés mécaniques

Comme l'argent et l'or, le cuivre se travaille facilement, étant ductile et malléable. La facilité avec laquelle on peut lui donner la forme de fils, ainsi que son excellente conductivité électrique le rendent très utile en électricité. On trouve usuellement le cuivre, comme la plupart des métaux à usage industriel ou commercial, sous une forme polycristalline à grains fins. Les métaux polycristallins présentent une meilleure solidité que ceux sous forme monocristalline, et plus les grains sont petits, et plus cette différence est importante [William et al., 2004].

La résistance à la traction est faible et l'allongement avant la rupture est important. Après le fer, le cuivre est le métal usuel le plus tenace. Les propriétés mécaniques du cuivre confirment les techniques anciennes de mise en forme de ce métal, à froid communes et à chaud plus rares. Sa malléabilité explique en partie la fabrication de vase ou forme par martelage au repoussé.

I. 1.5 Propriétés électriques et thermiques

La similitude de leur structure électronique fait que le cuivre, l'argent et l'or sont analogues sur de nombreux points : tous les trois ont une conductivité thermique et électrique élevée, et tous trois sont malléables. Parmi les métaux purs et à température ambiante, le cuivre présente la seconde conductivité la plus élevée ($59,6 \times 10^6$ S/m), juste après l'argent. Cette valeur élevée s'explique par le fait que, virtuellement, tous les électrons de valence (un par atome) prennent part à la conduction. Les électrons libres résultant donnent au cuivre une densité de charges énorme de $13,6 \times 10^9$ C/m³. Cette forte densité de charges est responsable de la faible vitesse de glissement des courants dans un câble de cuivre (la vitesse de glissement se calcule comme étant le rapport de la densité de courant à la densité de charges). Par exemple, pour une densité de courant de 5×10^6 A·m⁻² (qui est normalement la densité de courant maximum présente dans les circuits domestiques et les réseaux de transport), la vitesse de glissement est juste un peu supérieure à $\frac{1}{3}$ mm/s [Seymour, 1972].

Toutefois, la résistivité du cuivre est sensible aux traces d'impuretés, elle augmente fortement avec de faibles teneurs étrangères, contrairement à celle du fer. Aussi le cuivre pur a été et est utilisé abondamment comme fil électrique pour confectionner les câbles sous-marins et les lignes aériennes.

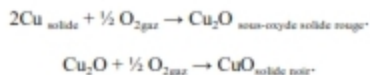
La conductivité électrique ou son inverse la résistivité d'un fil de cuivre pur à l'état recuit témoin nommé IACS ou International Annealed Copper Standard (en), mesurée à 20 °C, s'établit à $1,724 \times 10^{-8}$ Ω·m sert d'étalon de mesure en physique. La conductivité est exprimée en pourcentage IACS (La valeur de conductivité de l'argent est supérieure à 100 % IACS, en l'occurrence 106 % IACS).

Ce métal est un très bon conducteur de la chaleur, moins toutefois que l'argent. C'est la raison pour laquelle le cuivre est utilisé comme ustensile de cuisinier, réfrigérant de brasserie, dans les chaudières d'évaporation et des alambics aux sucreries. Il existait une autre raison au choix de ce métal à savoir les capacités catalytiques du cuivre dans un grand nombre de réaction thermique.

1.1.6 Propriétés chimiques

Le cuivre n'est pas altéré dans l'air sec, ni dans l'oxygène gazeux. Seules des traces d'eau et surtout la présence indispensable de dioxyde de carbone ou anhydride carbonique que initie une réaction. Le cuivre ne réagit pas avec l'eau, mais réagit lentement avec l'oxygène de l'air en formant une couche d'oxyde de cuivre brun-noir, de nature passivant. Contrairement à l'oxydation du fer par une atmosphère humide, cette couche d'oxyde empêche toute corrosion en masse.

En absence de dioxyde de carbone, l'oxydation du cuivre à l'air ne commence qu'à 120 °C. Il est facile de comprendre que l'action de l'eau n'est observable particulièrement à l'état de vapeur d'eau et à haute température.



1.1.7 Le durcissement des alliages de cuivre

Le durcissement peut être obtenu par l'un des trois modes suivants [Murry, 2010] :

- par effet de solution solide ; le cuivre admet en solution solide de fortes teneurs en divers éléments : jusqu'à 30 % de nickel, de manganèse ou de zinc, jusqu'à 8 % d'aluminium, jusqu'à 4 % de silicium. Ce durcissement se fait sans changement de système cristallin qui reste CFC, il n'altère donc pas la plasticité du cuivre de base ;
- par écrouissage (possible compte tenu de la grande plasticité initiale du cuivre due à sa structure CFC) ; ce procédé est surtout utilisé dans la fabrication des fils et des barres. Les résultats suivants peuvent alors être obtenus :

- résistance à la traction ; 230 à 830 N/mm²,
- allongement à rupture ; 25 à 1 % ;

- par précipitation, la deuxième phase étant une solution solide ou un composé intermétallique formé à partir de l'élément d'alliage. La figure 9.1 en donne un exemple avec un alliage Cu-Zn (Zn > 30 %) dans lequel peut précipiter Cu₅Zn₈ (Phase γ). En conditions d'équilibre, dans les alliages industriels de ce type (Zn < 44 %), cette phase est le produit de plusieurs transformations :

- la réaction péritectique qui précipite une solution solide désordonnée de Zn dans Cu (phase β),

- une réaction désordre-ordre qui ordonne la phase β en donnant la phase β' ,
- une réaction eutectoïde à 250 °C qui transforme cette phase β' en un agrégat constitué par une solution solide de Zn dans Cu et par un composé Cu_5Zn_8 .

La solubilité non nulle de Zn dans Cu à basse température permet un durcissement complémentaire par effet de solution solide.

1.1.8 Les élément d'alliage dans le cuivre

Les principaux éléments d'alliage introduits dans le cuivre sont le zinc, l'étain, le nickel, l'aluminium, le plomb, le béryllium. D'autres éléments peuvent être ajoutés en relativement faibles teneurs pour faire évoluer une propriété bien définie. Ainsi des additions d'argent, de cadmium permettront d'améliorer la tenue à chaud, une addition de tellure facilitera l'usinage, une addition d'arsenic augmentera la résistance à la dézincification.

1.1.9 Les différentes classes d'alliage de cuivre

À côté des cuivres non alliés ($\text{Cu} \geq 99,85$ à $99,95$ %) ou faiblement alliés ($\text{Cu} \geq 99$ % environ) les alliages de cuivre corroyés sont classés suivants le (ou les) élément(s) d'alliage principal. On distingue ainsi :

Laitons : Les laitons sont des alliages à base de cuivre et de zinc renferment de 5 à 45% de ce dernier.

Bronzes : Les bronzes sont essentiellement des alliages de cuivre et d'étain. Ils contiennent de 5 à 20% d'étain. Les additions les plus fréquentes sont le zinc 1 à 7% et le plomb de 3 à 7% pour les usages généraux, et jusqu'à 30% pour les alliages de frottement.

Mallechorts : ce sont des alliages de cuivre (38 à 66%), de nickel (7 à 28%) et de zinc (17 à 45%).

Cupro-nickels : le cuivre et le nickel sont mutuellement solubles en toutes proportions à l'état solide. Les principale nuances industrielles ont des teneurs nominales en nickel de 5, 10, 20, 30, 40, 45%, avec éventuellement de faibles additions de fer ($\leq 3\%$) et de manganèse ($\leq 1,5\%$)

Cupro-aluminiums : Les cupro-aluminiums sont des alliages à base de cuivre qui contiennent de 4 à 14% d'aluminium. Les nuances à moins de 8% d'aluminium sont destinées au travail à froid (laminage, emboutissage), tandis que celles qui sont plus riches en aluminium sont mieux adaptées au moulage, au travail à chaud (filage, matricage). [Arnaud et all, 1985]

1.1.10 Cuivre industriel non allié

D'après la nomenclature française le cuivre industriel non allié est classé en trois grandes catégories : Cu-a, Cu-b et Cu-c.

Le cuivre Cu-a contenant de l'oxygène, existe sous forme : Cu-a1, Cu-a2 et Cu-a3. Le cuivre Cu-a1, le plus utilisé et de haute conductivité électrique, thermique ce dernier est destiné à des usages électriques ou thermiques. Et le plus pure (99,90) en masse est obtenue par affinage électrolytique. Les deux autres nuances (Cu-a2 : Cu= 99,90% et Cu-a3 : Cu= 99,85%) sont obtenues par affinage thermique.

Le cuivre Cu-b exempt d'oxygène et désoxygé au phosphore : sa pureté et de l'ordre de 99,90% en masse de cuivre et entre 0,013% et 0,050% (Cu-b1) ou entre 0,004% et 0,012% (Cu-b2) de phosphore. Sa conductivité électrique est limitée mais il présente une bonne caractéristique mécanique (bonne soudabilité et meilleure tenue mécanique à température moyenne),

Le cuivre Cu-c se présente sous forme de deux nuances qui se distinguent par leur niveau de pureté, Cu-c1 (cuivre pur) 99,95 % et de cuivre et Cu-c2 (cuivre extra pur) 99,99 %. Ce dernier est utilisé à la fois pour des usages électriques (ou thermiques) et mécaniques (conductivité élevée et bonne soudabilité) [Jakani, 2004].

Tableau 1 Appellation et teneurs en impuretés des divers cuivres industriels non alliés

[Jakani, 2004].

Norme française	Cu-a1	Cu-a2	Cu-a3	Cu-b1	Cu-b2	Cu-c1	Cu-c2
Norme ISO 431	Cu-ETP Electrolytic Tough Pitch	Cu-FRH Fire-Refined High Conductivity Tough Pitch	Cu-FRT Fire Refined Tough Pitch	Cu-DHP Densitized copper. High residual Phosphorus	Cu-DLP Densitized copper. Low residual Phosphorus	Cu-OF Oxygen Free	Cu-OFE Oxygen Free Electronic copper
Teneur en masse (ppm)	O ₂ 50 à 400	O ₂ 50 à 400	O ₂ 150 à 400	P 130 à 500	P 40 à 120	P 30	P 30
Ag :	5-20	5-20	5-20	5-20			
S, Fe, Ni :	5-15	5-15	10-20				
As, Sb, Sn, Pb :	1-5	1-5	1-5	1-5			
Fe, Au, Bi :	<1	1-5	1-5				

1.1.11 Propriétés physiques et mécaniques

Le cuivre Cu-ETP est un matériau diamagnétique de structure cristalline cubique à faces centrées (c.f.c.) ; son paramètre de maille est égal à 3,608Å à 18°C. Sa température de fusion de l'ordre 1084°C, il possède une masse volumique variant entre 8,89.10³ et 8,92.10³ kg/m³ à 20°C.

Tableau 2 : Principales propriétés physiques et mécaniques de cuivre industriel non allié [Jakani, 2004].

Elément					
Cu (M = 63,54, Z = 29)					
Propriétés physiques					
Enthalpie de fusion		211850 J/kg			
Température de fusion		1065° à 1083°C			
Coefficient de dilatation (en 10 ⁻⁶ K ⁻¹)	de -190° à 16°C		14,1		
	de 25° à 100°C		16,8		
	de 20° à 200°C		17,3		
	de 20° à 300°C		17,7		
Capacité thermique massique (en J/(Kg.K))	20°C		386		
	100°C		393		
	200°C		403		
	900°C		528		
Conductivité thermique (en W/(m.K))	20°C		400		
	100°C		385		
	200°C		381		
	300°C		377		
Conductivité électrique (%IACS)	(état recuit)	20°C		100 à 102,5	
		100°C		76	
		200°C		58	
	(état écroui)	20°C		97	
Résistivité électrique ρ (en μΩ.cm)	(état recuit)	20°C		1,724 à 1,682	
		100°C		2,27	
		200°C		2,95	
	(état écroui)	20°C		1,78	
Propriétés mécaniques					
Etat de livraison	Symbole AFNOR	Rp _{0,2} (MPa)	Rm (MPa)	Allongement (A %)	Dureté Vickers HV
Recuit	O5	70	230	45	50
¼ dur	H11	190	270	25	80
½ dur	H12	250	300	14	100
¾ dur	H14	320	350	6	110
<i>L'état de recuit signifie 0% d'écrouissage : état AFNOR O</i> <i>¼ dur : 10% d'écrouissage : état AFNOR H11</i> <i>½ dur : 25% d'écrouissage : état AFNOR H12</i> <i>¾ dur : 50% d'écrouissage : état AFNOR H14</i> <i>Rp_{0,2} limite élastique à 0,2% d'allongement</i> <i>Rm résistance mécanique</i>					

I.1.12 Effet des impuretés sur la température de recristallisation et les propriétés mécaniques

Concernant l'effet des impuretés sur la température de recristallisation, l'étude effectuée par Coutsouradis et al. [Coutsouradis et al. 1974] est révélatrice. Elle indique une variation de la température de recristallisation en fonction des impuretés présentes dans le matériau (figure 1). L'étude a été réalisée sur des cuivres de haute pureté (99,999%), dopés avec différentes combinaisons d'impuretés à des teneurs incluant celles atteintes par les méthodes courantes de raffinage ; la teneur d'oxygène était d'environ 200 ppm. Les températures de recristallisation ont été déduites de la détermination de l'allongement d'une "spirale" en fonction de la température finale de recuit pour des fils écrouis à 97,4%, après recuit préalable à 850°C. Ces auteurs ont constaté que la présence de certaines impuretés augmente la température de recristallisation. Cette augmentation est particulièrement importante dans le cas du plomb, du soufre et du bismuth.

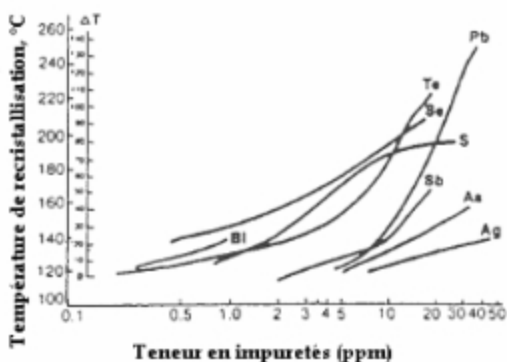


Figure 1 : Effet des impuretés sur la température de recristallisation du cuivre [Coutsouradis et al. 1974]

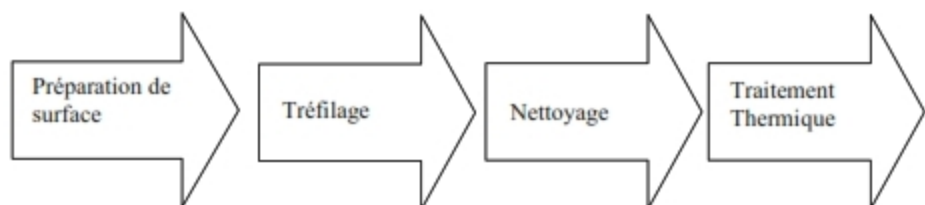
A partir des données présentées sur la figure 1, ces auteurs ont pu tirer quelques conclusions sur l'effet de chaque impureté ; en particulier le Pb, S et Bi. La solubilité du plomb dans le cuivre dépend fortement de la teneur en oxygène. Pour un cuivre contenant 200 ppm d'oxygène, cette solubilité est de l'ordre de 10 ppm à 800°C [Hansen et Anderko, 1958]. [Jakani, 2004].

Partie 2 : Procédé de mise en forme par tréfilage

1.2.1 Introduction

Comme depuis l'antiquité, cette technique permet d'obtenir des fils métalliques de section et de forme bien déterminée (réduction de la section d'un fil par déformation plastique). La définition par le sens du mot de cette technique, qui fait appel à deux notions : celle de « traction » et celle de « fil ». Il s'agit d'une technique de mise en forme à froid, consistant à faire passer le métal à travers un orifice calibré (filière). Sous l'effet combiné d'application d'un effort de traction et d'un effort radial de compression en présence d'un lubrifiant [Laverroxx 1993].

Le schéma ci dessous représente une opération industrielle de tréfilage qui se compose de quatre étapes élémentaires :



1.2.2 Principe de tréfilage

Le principe de tréfilage est basé sur l'utilisation de la plasticité du matériau pour obtenir une pièce cylindrique d'une section réduite par le passage forcé de ce dernier dans une filière (figure 2).

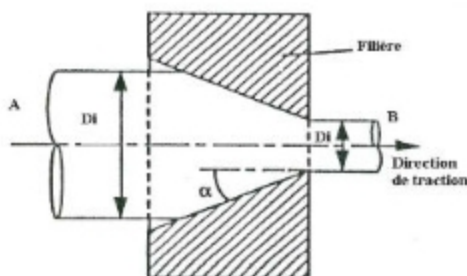


Figure 2 : Principe de tréfilage [Zidani, 2006].

Les matériaux les plus utilisés industriellement dans ce cadre sont l'acier, le cuivre, l'aluminium et le tungstène. Et ces applications sont nombreuses : clôtures, armatures pour béton, électrode de soudage, câbles, agrafes, vis et boulons, ressorts, aiguilles, anneaux, boucles et crochets, armatures de pneumatiques [Hadid, 2012].

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.
- La filière assure la réduction, se compose d'un noyau en carbure de tungstène ou diamant et d'une monture 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.

Deux procédés obéissent à ce principe : le tréfilage et l'extrusion. Dans le premier cas le déplacement est imposé par une traction sur la face avant B (est réservé au faible angle de filière). S'il s'agit pour deuxième cas on impose le déplacement en poussant sur la face arrière A. Ce dernier est plus adapté au fort angle et au taux de réduction plus important.

Nous rappelons les définitions des grandeurs mécaniques utilisées pour décrire le tréfilage :

-L'allongement du fil λ

La conservation du volume, entre l'entrée et la sortie de filière, au cours de la déformation plastique permet d'écrire que

$$S_e \cdot l_e = S_s \cdot l_s \dots \dots \dots (Eq.I. 1)$$

Nous avons alors

$$\lambda = \frac{l_s}{l_e} = \left(\frac{R_e}{R_s} \right)^2 \dots \dots \dots (Eq.I. 2)$$

Avec l_s et l_e longueurs initiales et finales de fil.

- La réduction du fil :

$$r = 1 - \left(\frac{R_s}{R_e}\right)^2 \dots \dots \dots \text{(Eq.I. 3)}$$

- La déformation :

$$\varepsilon = \ln \lambda - 2 \ln \left(\frac{R_e}{R_s}\right) \dots \dots \dots \text{(Eq.I. 4)}$$

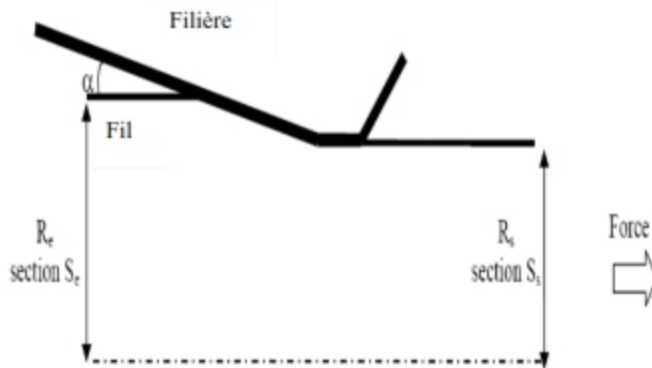


Figure 3 : Schéma d'une passe de tréfilage et notations utilisées [Carole Levrau, 2006],[Hadid, 2012].

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

$$\varepsilon \% = \frac{S_i - S_f}{S_i} \times 100 \dots \dots \dots \text{(Eq.I. 5)}$$

Ou

$$\varepsilon \% = \frac{D_i^2 - D_f^2}{D_i^2} \times 100 \dots \dots \dots \text{(Eq.I. 6)}$$

Ou D_i et D_f sont respectivement les diamètres initiaux du fil

S_i , S_f : sont respectivement les valeurs des sections initiale et finale du fil.

Que ce soit en tréfilage ou en extrusion, les taux de déformation ne sont jamais inférieurs à 10- 15 %.

I.2.3 Outils et équipements industriels du tréfilage

Pour diminuer le diamètre du fil machine. On utilise une machine dite tréfileuse. L'ensemble des principaux matériels de tréfilage comportent trois éléments [Simonnet, 1996] :

- Un dispositif de dévidage du fil ;
- Une machine à tréfiler ;
- Un dispositif de récupération du fil écroui.

Nous distinguons parmi tous les dispositifs :

- Les machines de tréfilage humide : sont adaptées particulièrement à l'obtention des fils plus fins.
- Les machines de tréfilage à sec, qui permettent d'obtenir des fils jusqu'à 1 mm de diamètre et utilisent des savons comme lubrifiants.

La lubrification est mise en œuvre par immersion ou aspersion d'huile minérale.

Suivant la réduction de diamètre souhaité, on distingue deux types de passages :

- Pour des réductions de section de l'ordre de 21% entre toutes les passes et 17% pour la dernière. Ce sont des dispositifs simples (ou mono passes), c'est à dire passage en filière. Les dispositifs mono passes sont généralement utilisés pour des phases de calibrage, pour finition ou pour l'obtention d'un état de surface particulière.
- Pour des réductions de section plus importantes, il faut envisager des réductions successives et donc utiliser des machines multiples (appelées également multi passes) [Hadid, 2012].

I.2.3.1 Machine simple

Dans cette configuration il ne peut y avoir qu'une seule réduction. [Simonnet, G. 1996]. Cette machine ne comporte qu'une bobine qui est ajustée pour des réductions de section de l'ordre de 35% au maximum. Elle se compose d'un système de dévidage du fil, d'un bloc à tréfiler et d'un dispositif de traction /réception (figure 4) [Hadid, 2012].

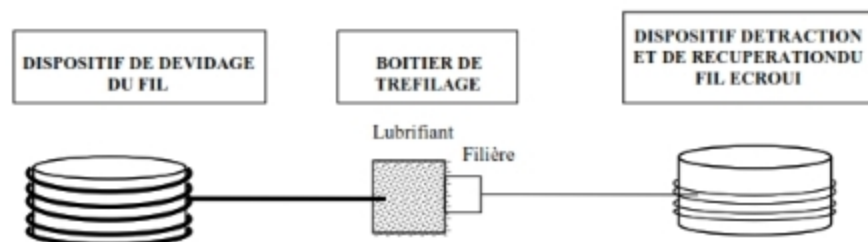


Figure 4. Schéma de principe d'une machine tréfileuse simple (mono passe) [Carole Levrau, 2006].

1.2.3.2 Machines multiples

Elles permettent des réductions de sections importantes. Ces dernières sont obtenues par des réductions successives grâce à un enchaînement de filières. 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. Il existe trois types de machines [Simonnet, G. 1996] :

- **Les machines continues ou à passage direct** : ce sont les équipements les plus modernes et les plus répons. Ces bancs travaillent en général à des vitesses élevées et sans glissement du fil sur les bobines grâce à un équilibrage rigoureux des vitesses. En effet chaque bobine voit sa vitesse contrôlée par un moteur séparé dans le but d'assurer un débit massique de fil identique dans toutes les filières.
- **Les machines à accumulation**: il n'y a pas d'équilibrage automatique des vitesses. Les passes sont calculées pour que chaque filière débite plus de fil de ce qui est nécessaire à la suivante d'où une accumulation du fil sur la bobine. Cette dernière favorise le refroidissement du fil, problématique du point de vue métallurgique pour les aciers au carbone, et permet de ne pas interrompre la production de bobines en aval en cas de problème sur les bobines en amont.
- **Les machines à glissement**: dans ces machines dédiées au tréfilage humide, il n'y a ni équilibrage des vitesses, ni accumulation de fil. Le glissement du fil sur les bobines compense les différences de vitesses. Ces équipements permettent de tréfiler du fil (en ébauche) c'est-à-dire qu'ils permettent de réduire le diamètre du fil machine de 5,5mm à 1 ou 2mm en plusieurs passes. Le fil peut ensuite être tréfilé en (reprise) à sec sur des bancs de même type ou bien en milieu humide sur des bancs fonctionnant en immergé pour l'obtention de fil très propres [Hadid, 2012].

Le boîtier de tréfilage comprend le réservoir de lubrifiant (savon ou graisse) et le support de filière dans lequel est logé l'outil calibrant [Hadid, 2012].

1.2.3.3 Le lubrifiant

L'emploi d'un lubrifiant dans la déformation brutale et continue du métal dans une filière de tréfilage est nécessaire pour limiter le frottement et l'usure et assurer un régime de lubrification stable. Son rôle est de diminuer les forces d'étréage, d'éviter les échauffements excessifs aux grandes vitesses et améliorer ainsi la durée de vie des outils et du fil.

En général, pour les gros et moyens diamètres, ce sont des savons (sels métallique d'un acide gras) qui sont utilisés (tréfilage à sec). Son rôle est de former un film suffisamment épais sur le fil de manière à éviter toute interaction entre le métal et la filière qui pourrait conduire à une dégradation de l'état de surface. Ils permettent ainsi des réductions successives, mais donnent un aspect terne au fil.

Suivant les applications ultérieures du fil, un nettoyage s'impose pour ôter tous les résidus de lubrifiant.

Un bon lubrifiant de tréfilage doit donc posséder comme propriétés [Hadid, 2012] :

- Une viscosité suffisante ;
- Une bonne résistance à la mise en pression ;
- Une bonne résistance à la température ;
- Une bonne résistance au cisaillement ;
- Une bonne stabilité chimique dans le temps.

1.2.3.4 La filière

C'est l'élément fondamental de l'opération de tréfilage elle se compose de deux parties [Hadid, 2012]:

- un noyau, très dur, généralement en carbure de tungstène ou en diamant qui va assurer la réduction du diamètre du fil.
- une frette en acier qui maintient le noyau et lui permet de résister aux fortes pressions développées au cours du tréfilage

Elle se compose de quatre parties (figure 5).

- Un cône d'entrée qui contribue à entraîner le lubrifiant dans la filière.
- Un cône de travail, de demi-angle " α " partie essentiel dans laquelle le métal subit sa déformation par compression.

- Une portée cylindrique qui calibre le diamètre du fil ;
- Un cône de sortie qui décharge progressivement la filière des efforts et permet l'évacuation du lubrifiant.

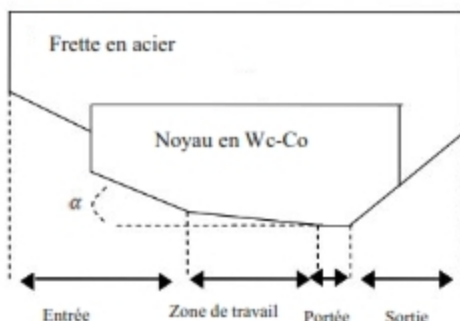


Figure 5. Schéma d'une filière de tréfilage [Carole Levrau. 2006].

Le noyau en carbure de tungstène allié ou cobalt est utilisé pour tréfilage des gros fils. Pour les fils plus fins, ce sont des filières diamant (de géométrie différente) qui sont plutôt utilisées sauf dans le cas du cuivre qui se tréfile avec ce type de filière même pour les diamètres importants. La durée de vie de ces filières est plus importante que celle des filières en carbure, mais leur coût est nettement plus élevé. Le matériau de filière se dégrade au cours l'opération du tréfilage et l'endommagement peut provenir d'une usure par fatigue ou d'une usure abrasive liée à une mauvaise lubrification. La durée de vie d'une filière est conditionnée par de nombreux facteurs : la nuance du métal, la préparation de surface du fil, état de surface du fil machine (rugosité), nature et forme de la filière, le refroidissement, le lubrifiant et la vitesse de tréfilage [Farhani et Dekhli, 2015], [Hadid, 2012].

1.2.4 La finition (traitements thermiques)

En dernière étape, les traitements thermiques sont mis en œuvre pour obtenir des fils présentant une structure adaptée au tréfilage ou aux déformations ultérieures, pour supprimer l'effet de l'écroutissage et adoucir le fil (recuit) ou encore pour communiquer au fil des caractéristiques particulières (trempe). Les fours de recuit peuvent être de types statiques (couronnes, bobines) ou au défilé (fours pouvant atteindre 20m de longueur) [Hadid, 2012].

1.2.5 Rupture de tréfilage

Il y'a deux grandes familles de rupture au tréfilage qui peuvent être rencontré :

- Rupture initiées à cœur : la plupart de ces ruptures de forme (assiette et cône), et sont initiés sur les défauts internes de type métallurgique.
- Ruptures initiées en surface : pour ce cas on retrouve deux types de défaut :
 - D'origine métallurgique, et pré existant sur le fil machine.
 - Stries mécaniques, engendrées à froid ou pendant le transport, ou pendant le tréfilage. [Farhani et Dekhli, 2015]

1.2.6 Prévision des défauts de tréfilage

Pour minimiser les défauts de surface qui apparaissent dans des zones mortes de façon expérimentale, il faut améliorer la qualité des lubrifiants et optimiser l'angle de filière. C'est en effet l'objet des nombreux travaux qui ont été orientées vers l'apparition des chevrons et qui restent encore un mystère. Avitzur [Avitzur, 1983] propose la modification du champ de vitesse, comme solution à ce problème [Zidani, 2006].

1.2.7 Influence des paramètres de tréfilage sur la texture et les propriétés mécaniques du fil tréfilé

Quatre paramètres, considérés comme les plus influents sur le procédé de tréfilage et l'indice de texture, ont été étudiés à savoir :

- Taux de réduction par passe.
- Angle de filière.
- Vitesse de tréfilage.
- Traitements thermiques.

2.7.1 Influence de la vitesse de tréfilage

Montesin [Montesin, 1991] a présenté une étude sur un fil d'acier XC 64 de diamètre de 1,37mm qui a déjà subi les opérations de tréfilage sec et de patentage .Deux bobines de ce fil sont préparées et sont tréfilées à des vitesses différentes (une vitesse industrielle "VT" de 1300m/mn et celle manuelle "VE" de 1m/mn), les autres paramètres restant inchangés (angle de la filière et taux de déformation). Il est observé que : Les fils tréfilés avec deux vitesses extrêmement différentes présentent les même indices de texture (Figure.6). Il en est de même

pour les caractéristiques mécaniques qui sont semblables. La vitesse de tréfilage n'a donc pas d'influence sur les propriétés du fil [Zidani, 2006].

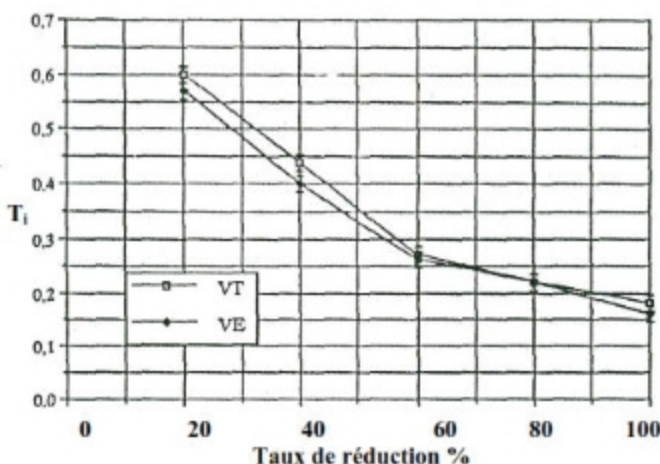


Figure 6 : Comparaison des fils « VT » et « VE » [Zidani, 2006].

1.2.7.2 Influence du taux de réduction par passe

Montesin [Montesin, 1991] a étudié le même fil d'acier, en effet un fil de 1,20mm de diamètre est réduit au diamètre 0,175mm en 17 passes noté (PP) ou en 22 passes noté (GP). Les autres paramètres restent inchangés (angle de filière et vitesse de tréfilage). Les deux courbes d'indices de texture (Figure 7) concernant le procédé « GP » et le procédé « PP » ont été trouvées approximativement identiques possédant également des caractéristiques mécaniques équivalentes (tableau 3) [Zidani, 2006].

Tableau 3 : Caractérisation mécanique des fils « GP » et « PP » [Zidani, 2006].

Taux de réduction	R (MPa)	A %
GP	3358 ± 20	2,7
PP	3325 ± 20	2,5

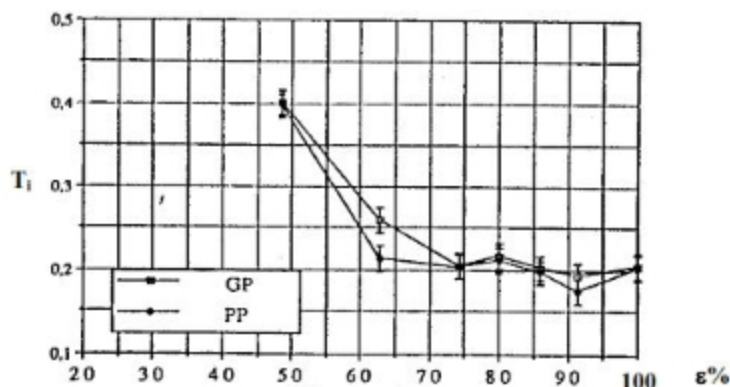


Figure 7 : Comparaison des fils « GP » et « PP » [Zidani, 2006].

1.2.7.3 Influence de l'angle de filière

Trois angles de filière identiques ont été utilisés dans l'étude de Montesin [Montesin, 1991] 2a -9° , 12° et 17° de même fil d'acier. Les autres paramètres restent inchangés (taux de réduction et vitesse de tréfilage). Il a été constaté que les indices de texture varient, dans ce cas, d'une façon extrêmement inégale (Figure 8). Les propriétés mécaniques résumées dans le tableau 4 sont à peu près identiques pour les trois fils [Zidani, 2006].

Tableau 4 : Caractéristiques mécaniques des fils « angle de filière ; 9° , 12° et 17° » [Zidani, 2006].

Angle de filière	R (MPa)	A %	Striction	Pillage	Torsion
9°	2726 ± 20	$2,3 \pm 0,1$	48 ± 3	54 ± 10	102 ± 10
12°	2726 ± 20	$2,6 \pm 0,1$	$48,7 \pm 3$	77 ± 10	113 ± 10
17°	2648 ± 20	$2,4 \pm 0,1$	$52,6 \pm 3$	67 ± 10	92 ± 10

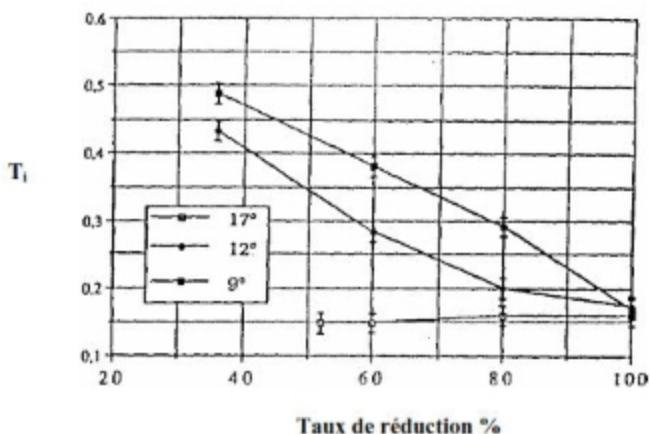


Figure 8 : Comparaison des fils « angle de filière ; 9°, 12° et 17° » [Zidani, 2006].

1.2.8 Mécanisme de la déformation plastique

En analysant les observations expérimentales, les chercheurs ont constaté que la déformation plastique des métaux et des alliages à moyenne et de forte énergie crée des défauts d'empilement (Al, Cu, Ni, Ni-Co) [Simonnet 1996], des dislocations, des lacunes et éventuellement des macles. Le matériau écroui est caractérisé par une densité très élevée de dislocations. Selon le matériau et selon les conditions expérimentales de la déformation, les déplacements des atomes se fait principalement par glissement ou par maclage [Pannelle. 1976] [Mousy. 1990] Ces deux derniers, constituent les deux mécanismes essentiels de déformation plastique à froid voir figure9.

On peut ajouter pour certains matériaux la transformation martensitique qui résulte d'une modification de la structure cristalline sous contrainte mécanique ou thermique [Zidani, 2006].

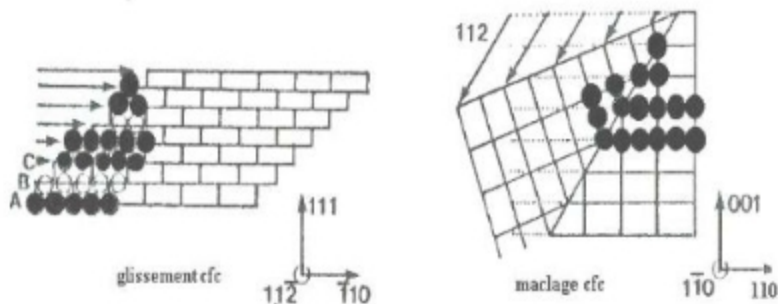


Figure 9 : Glissement et maillage des cristaux c.f.c. [Moussy, 1990]

1.2.9 Déformation par glissement

La déformation par glissement s'effectue sur les plans cristallines denses, où le nombre d'atomes par unité de surface est le plus élevé (Tableau 5), d'autre part, la direction des glissements sur ces plans correspond à une direction dense, où la distance interatomique est la plus courte, la combinaison d'un plan de glissement et d'une autre direction de glissement dans ce plan, constitue ce qu'on appelle un système de glissement [Zidani, 2006]. Selon la présence des défauts dans le réseau, les défauts sont de nature diverse à savoir :

- Défaut d'origine purement cristallographique où les atomes manquent par ci et par là (lacune de Smeckal). Des domaines complets peuvent être vides d'atomes (défaut de Griffith).
- Des défauts provoqués par des impuretés (inclusion) ou atomique (solution solide) [Roos, 1981].

Tableau 5 : Les systèmes de glissement des différentes structures [Benard et al., 1991].

Structure	Direction de glissement	Plan de glissement	Nombre de système de glissement
C.F.C	$\langle 110 \rangle$	(111)	12
C.C	$\langle 111 \rangle$	(110)	12
		(112)	12
		(123)	24
H.C dépend du rapport $\frac{c}{a}$	$\langle 0001 \rangle$	(1120)	3
		(1123)	6

La déformation plastique à froid conduit à une modification de la forme des grains qui génèrent une structure fibreuse (figure 10)

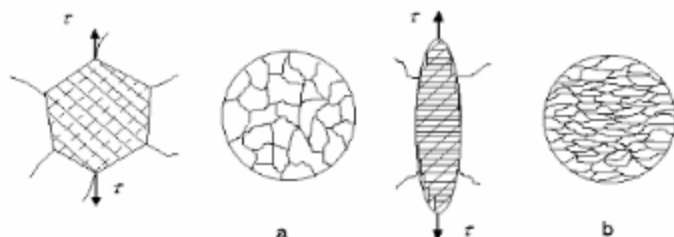


Figure 10 : Modification de la forme d'un grain sous l'effet du glissement
 a) Avant déformation b) après déformation [Lakhtine, 1978], [Zidani, 2006].

I. 2.10 Déformation par maillage

La déformation par maillage joue un rôle important dans la déformation plastique dans le matériau c.f.c. [Benchabane, 2009]. Elle provoque un déplacement des atomes de telle manière que le réseau non transformé et le réseau maillé deviennent symétriques par rapport à un plan maillé.

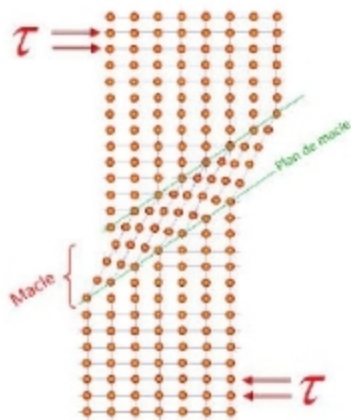


Figure 11 : Représentation schématique d'une maclure mécanique [Benchabane, 2009].

Ce mécanisme intervient le plus souvent dans les cas suivants [Hadid, 2012] :

- Il n'y a pas assez des systèmes de glissement pour satisfaire la condition de «Von Mises » qui stipule que pour assurer à chaque grain une déformation compatible avec l'ensemble, il faut faire intervenir au moins cinq systèmes de glissement indépendants.
- Le glissement est difficile (métaux c.c. en régime de basse température).
- L'énergie de faute d'empilement est faible (métaux c.f.c.), et c'est le cas des aciers inoxydables austénitiques qui présentent une énergie de faute d'empilement γ_{SFE} relativement faible de l'ordre de 20 mJ/m² à la température ambiante.

Les macles apparaissent comme un mode de déformation complémentaire de glissement et ce mode existe fréquemment dans les métaux c.c à une température inférieure à la température ordinaire (Tableau6).

Tableau 6 : Les systèmes de maclage pour différentes structures [Philibert et al, 1989].

Structure	Direction de macle	Plan de macle
c.f.c	$\langle 112 \rangle$	(111)
c.c	$\langle 11\bar{1} \rangle$	(112)
h.c	$\langle 10\bar{1} \rangle$	(10 $\bar{1}$ 2)

La différence entre la déformation par maclage et par glissement, c'est que pour le glissement, les dislocations se propagent dans un même plan, par contre, le maclage exige la propagation d'une dislocation sur chaque plan successif. Il semble qu'il contribue plutôt au relâchement des contraintes engendrées par les hétérogénéités des déformations plastiques [Philibert et al, 1989]. Le maclage peut aussi contribuer à une rotation du cristal qui permet au glissement facile de se poursuivre [Michael, 2000], [Zidani, 2006].

1.2.11 Théorie des dislocations

Lorsqu'on déforme un cristal, on peut voir apparaître à sa surface des lignes appelées traces de glissement. Ces lignes sont en fait de petites marches caractérisant le glissement des plans cristallins les uns par rapport aux autres. Elles sont le résultat du glissement, sous la contrainte, des défauts linéaires présents dans le cristal : les dislocations. Historiquement, c'est Volterra en 1907 qui a introduit l'idée de lignes de dislocations pour expliquer et décrire ces observations. Il existe deux types de dislocations, les dislocations coins ("edge" en anglais) et les dislocations vis ("screw" en anglais). En réalité les dislocations sont souvent mixtes, elles peuvent être coins à certains points, vis à d'autres ou les deux en même temps [William, 2002].

1.2.11.1 Différents types de dislocations

1.2.11.2 Dislocation coin

Ces défauts appelés dislocations sont des perturbations importantes du réseau cristallin. Bien qu'ils se ramènent à deux types fondamentaux nous ne décrivons ici que la plus simple qui est dénommée « dislocation coin » ; Ce dernier permet de décrire simplement mais néanmoins correctement le grand rôle joué par ce type de défaut dans le comportement mécanique d'un métal. Une dislocation coin peut être imaginée comme l'introduction d'un demi-plan supplémentaire à l'intérieur d'un cristal parfait. Son emplacement est défini comme l'extrémité de ce demi-plan (voir figure 12) [Beausir, 2007].

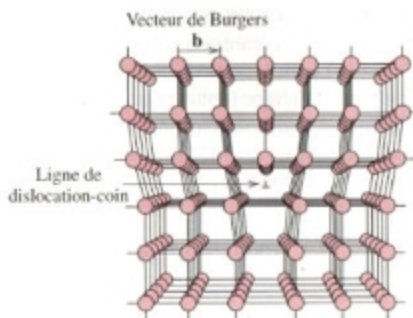


Figure 12 : Description d'une dislocation-coin. [William, 2002]

1.2.11.3 Dislocation vis

Une dislocation vis (figure 13) est le résultat d'un cisaillement du réseau parallèlement à la ligne de dislocation. Ici encore, cela entraîne une déformation locale du réseau en forme d'hélice le long de la dislocation.

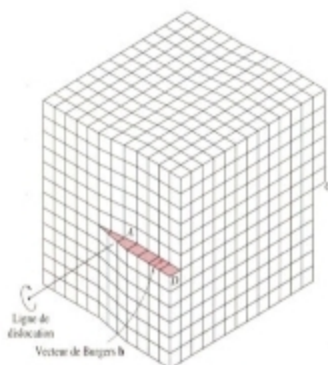


Figure 13: Dislocation vis [William, 2002].

1.2.11.4 Dislocation mixte

En réalité les dislocations sont le plus souvent mixtes, elles peuvent être coins à certains points, vis à d'autres ou les deux en même temps (figure 14) [Haziot, 2013].

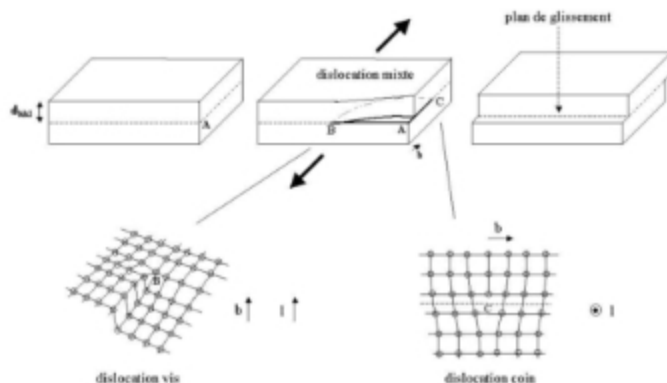


Figure 14 : Représentation du cisaillement de deux plans atomiques distants de d_{kl} par le glissement d'une dislocation mixte BC, composée d'une partie vis (partie B) et d'une partie coin (partie C). Après le passage de la dislocation, le déplacement des plans est une translation de vecteur de Burgers $\sim b$ sur une distance inter-réticulaire [Capolo, 2007].

1.2.11.4 Déplacement des dislocations

La déformation provoque un déplacement d'une dislocation qui constitue un glissement, et le plan cristallographique que traverse la ligne de dislocation porte le nom de plan de glissement. Une déformation plastique macroscopique constitue simplement une déformation permanente résultant du déplacement de dislocations, ou glissement, par suite de l'application d'une contrainte de cisson. La figure (15) présente les deux déplacements (dislocation coin et vis).

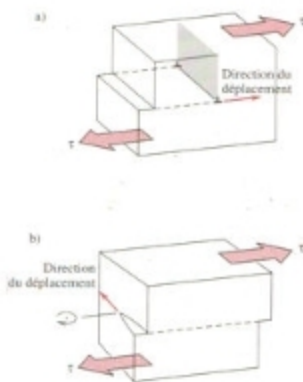


Figure 15 : (a) Dislocation coin (b) Dislocation vis. [William, 2002]

1.2.11.5 Défauts de surface

En général, les défauts de surface sont des frontières à deux dimensions séparant les régions des matériaux qui diffèrent par leur structure cristalline ou leur orientation cristallographique. Ces défauts comprennent les surfaces extérieures, les joints de grains, les plans de maillage, les fautes empilement et les interfaces de phases.

1.2.11.6 Défauts à trois dimensions

On a un défaut à trois dimensions si une partie du cristal ou du grain est remplacée par un composé différent. En général, il s'agit d'une différence à la fois de nature et de structure. Ces corps étrangers peuvent être :

- Des précipités, c'est-à-dire des petites particules d'une autre phase qui se sont formées par réaction dans le métal solide.

- Des inclusions, qui proviennent de l'élaboration du métal et sont formées, la plupart du temps, dans ou à partir du liquide.

1.2.12 Evolution microstructurale lors de la déformation

L'effet de la déformation plastique sur un matériau polycristallin conduit à une forte augmentation de la densité des dislocations des premiers pourcents de déformation. Les observations au MET montrent que les dislocations issues de l'écroutissage ont tendance à se répartir de façon hétérogène et ainsi à former des sous-structures de dislocation [Zidani, 2006].

1.2.13 Apparition d'une sous-structure de dislocation aux faibles déformations

La déformation d'un matériau métallique à froid provoque la création et/ou mouvement des dislocations sur des plans et des directions cristallographiques denses. Les combinaisons de la déformation et la température définissent le système de glissement dans les matériaux c.f.c. Le choix entre quatre plans de glissement de type $\{1,1,1\}$ avec trois directions de type $\langle 110 \rangle$ engendre douze systèmes de glissement possible.

Pour orienter la déformation sans créer des discontinuités entre les grains au moins cinq systèmes de glissement indépendants sont activés parmi les douze systèmes existants. Ces grains subissent alors une déformation homogène qui engendre la formation d'une sous-structure de cellules due à l'interaction entre les dislocations. Cependant les études expérimentales [Hansen 1990, Ananthan et al. 1991, Bay et al. 1992] ont montré que le grain ne se déforme pas de manière homogène et que différentes régions de ce grain accommodent la déformation différemment.

Lors de la déformation du matériau le grain se divise alors en petits volumes appelés blocs de cellules [Jakani, 2004].

Chaque bloc étant caractérisé par sa propre combinaison de systèmes de glissement (figure 16.a), est composé par une structure de cellules dont la désorientation est faible [Kuhlmann-Willsdorf et Hansen 1991, Hughes et Hansen 1991, Hughes 1995]. Ces blocs sont délimités par des joints de dislocations qui sont plus longs que les murs de cellules et qui présentent des désorientations plus importantes que celles rencontrées dans les murs de cellules. Ces joints sont appelés murs denses de dislocations (figure 16.b). [Julliard, 2000]

Quand le taux de déformation augmente, les parois des cellules s'affinent pour former des sous-joints (Figure 16). Cette transformation est accompagnée par une diminution de la taille des cellules [Hatherly et Malin, 1979] et [Hughes et Hansen, 2000] ainsi que par une augmentation progressive de leur désorientation (1° à environ 5°). Les joints de blocs des cellules sont identifiés comme étant des murs denses de dislocation (Dense Dislocations Walls DDW) [Hansen, 1990, 1992], [Zidani, 2006].

Les murs denses de dislocation se scindent pour former microbande (M.B) ce sont des régions où les systèmes de glissement actifs sont différents de ceux des blocs cellulaires voisins. Elles peuvent ainsi être considérées comme de nouveaux blocs cellulaires et sont généralement divisées en cellules de dislocations plus petites que celles présentes dans le matériau environnant [Hansen 1992]. Lorsque la déformation augmente, la densité de murs denses de dislocations et de microbandes augmente. Par conséquent, des intersections entre ces différents éléments deviennent de plus en plus fréquentes et engendrent une structure en parallélogramme plus prononcée dans les orientations majoritaires de la texture de laminage [Hansen 1990] que dans les grains d'orientation proche de l'orientation cubique où on trouve une structure de cellules.

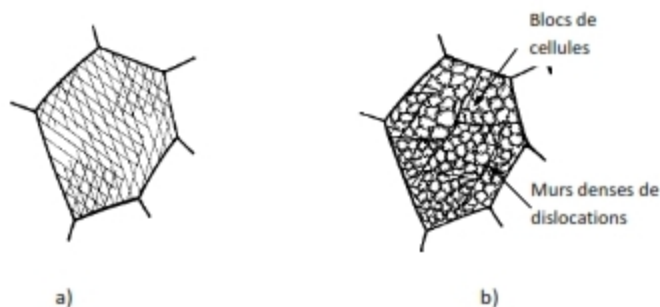


Figure 16 : a) Activation de différentes combinaisons de systèmes de glissement dans le grain, b) Blocs de cellules et murs denses de dislocations [Bay et al. 1992].

1.2.14 Évolution microstructurale aux fortes déformations

Pour les forts taux de déformation, les microbandes et les murs de dislocations tournent progressivement pour s'aligner avec la direction de laminage et ainsi former la microstructure lamellaire des matériaux fortement laminés (figure 17) [Hu 1969], [Noda et Huber 1978], [Hughes et Hansen 1997, 2000], [Zidani, 2006].



Figure 17 : *Structure lamellaire observée pour les forts taux de déformation [Hughes et Hansen 1997].*

La transformation qualitative de la forme des cellules après une forte déformation plastique à froid et le mode de déformation utilisé tend à acquérir une forme de fibre de tréfilage et une forme de disque en compression. Cependant, d'un point de vue quantitatif l'évolution de la taille des cellules n'est pas simplement donnée par le changement des dimensions macroscopiques du matériau. D'après les études dans la littérature concernant des échantillons de cuivre, d'aluminium et de fer déformés en tréfilage. La figure 15 montre l'évolution de la taille moyenne des cellules selon trois études. Il apparaît clairement que cette évolution est différente de celle imposée par la déformation macroscopique représentée sur le même graphe qui dans ce cas est axisymétrique. Ceci implique que le nombre de cellules dans la microstructure n'est pas constant au cours de la déformation. Une transition semble avoir lieu entre les faibles et les fortes déformations. Cette transition a été relevée dans de nombreux cas de déformation, suivant le matériau considéré [Languillaume, 1995].

1.2.15 Energie stockée

1.2.15.1 Généralité

Lorsqu'un métal est déformé, la majeure partie de travail de déformation est évacuée sous forme de chaleur, et le reste (1 à 10 %) est stocké à l'intérieur de matériaux sous la forme de dislocation générée durant la déformation [Humphreys et Hatherly 1995]. Il est bien connu que cette énergie joue un rôle primordial dans les mécanismes de recristallisation ; en particulier, elle influe considérablement sur la mobilité des joints de grains lors de recuits thermiques. Cette quantité d'énergie emmagasinée au sein du matériau varie en fonction d'un

certain nombre de facteurs tels que le type du matériau, le taux et la température de déformation.

La mesure de l'énergie stockée au cours de la déformation reste assez délicate malgré la diversité des techniques multi-échelles utilisées :

- L'énergie stockée est approximativement donnée par l'équation suivante [cité par Hampherys et Hatherly 1995] :

$$E = E_{\text{dislocations}} + E_{\text{sous-joints}} \dots \dots \dots (\text{Eq.I. 8})$$

Avec : $D_{\text{dislocations}} = c\rho Gb^2$, et $E_{\text{sous-joints}} = a\gamma_s/R$, ou ρ : est la densité de dislocation, G le module de cisaillement, b : le vecteur de burgers, c : une constante sans dimension de l'ordre de 0,5, R : le rayon des sous-grains, a : un facteur géométrique et γ_s : l'énergie des sous-joints. Cette dernière est directement liée à la désorientation (θ) entre les sous-grains par l'équation de Read-Shockley [Read, 1953] :

$$\gamma_s = \gamma_m (\theta/\theta_m) [1 - \ln(\theta/\theta_m)] \dots \dots \dots (\text{Eq.I. 9})$$

Où γ_m et θ_m sont l'énergie de joint de grains et la désorientation maximale pour un joint à faible angle ($\theta_m = 15^\circ$) [Zidani, 2006].

1.2.15.2 La calorimétrie

Cette technique consiste à mesurer la quantité de chaleur libérée par l'élimination partielle ou totale des défauts cristallins induits par de formation plastique. Cette technique est largement utilisée pour les mesures de l'énergie stockée [Schmidt. 1989], cité par [Heassene. 1990] [Zidani, 2006]. On mesure par cette technique l'énergie libérée après la déformation de quelques matériaux figure (18). Les valeurs d'énergie dans le Cu et l'Ag sont très grandes par rapport aux valeurs obtenues pour l'Al et le Pb, à cause de la différence d'énergie de défaut d'empilement intrinsèque γ_{SFE}/Gb dans ces matériaux.

La courbe (flux de chaleur - $f(T)$) permet de distinguer deux étapes, une première à basse température, marquée par un faible pic, indique la restauration. La seconde à plus haute température marquée par un second pic plus important traduit l'apparition de la recristallisation.

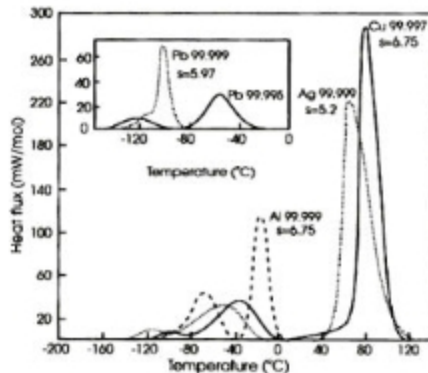


Figure 18 : Courbe calorimétriques obtenues après déformation (torsion) à -196°C sur du cuivre, de l'aluminium, du plomb, et de l'argent [Humphreys et Hatherly, 1995]

En ce qui concerne le cuivre tréfilé (86% réduction d'aire à partir du fil de diamètre 8mm), Guilemany et al. [Guilemany et al. 1993] ont mesuré respectivement dans du cuivre FRHC (Pb : 494 ppm, Sn : 73 ppm et Ni : 70ppm) et ETP (Pb : 1 ppm, Sn : 0,05 ppm et Ni : 1ppm) des énergies de l'ordre de 45 J/mol et 32 J/mol. Cette différence d'énergie est attribuée à la teneur différente en impuretés entre les deux cuivres. Cette technique dépend de beaucoup de facteurs comme la pureté du matériau [Haessener et Hoschek, 1975], la taille des grains ainsi que le taux, le mode et la température de déformation.

La technique de calorimétrie présente les inconvénients suivants : outre son aspect destructif, certains matériaux comme le fer, s'oxydent avec l'environnement expérimental, de plus la mesure de l'énergie est gênée par la réactivité chimique de fer à haute température avec l'atmosphère du calorimètre (formation d'oxydes)[Jakani, 2004].

1.2.15.3 Mesure de l'énergie stockée à partir de l'élargissement des pics de diffraction

La mesure d'énergie stockée est faite indirectement par cette technique (l'élargissement des pics de diffraction des RX [Lebrun, 1978], [Mohamed et Bacroix, 2000] et [Borbély et al, 2000].

On ne mesure pas la densité de dislocation dans la matrice déformée, mais la distorsion du réseau cristallin produite par la présence des dislocations. Cette distorsion induit

un élargissement significatif des profils de diffraction. Plusieurs méthodes de calcul sont proposées dans la littérature telle que la méthode de Warren-Averbach [Warren et Averbach, 1950] ou la méthode de Groma-Ungar-Wilkens [Ungar et al, 1986]. La mesure de l'énergie stockée par élargissement des pics concerne aussi bien la diffraction des rayons X [Lebrun et al., 1978], [Borbely et al., 2000], [Mohamed et Bacroix, 2000], [Gerber et al., 2003], que la diffraction des neutrons [Rajmohan et al., 1997], [Branger et al., 2000], [Etter et al., 2002] et [Jakani et al., 2004], [Smatti, 2005].

1.2.15.4 Microdiffraction des rayons X (M.D.R.X.)

Les tailles des grains est de l'ordre de quelques microns, bien inférieure à la taille du faisceau, l'intensité diffractée est donc une valeur moyenne pour des grains possédant un plan {hkl} perpendiculaire au vecteur de diffraction [Bacroix et al. 2000]. Castelnau et al. [Castelnau et al. 2000] ont récemment développé une méthode de micro-diffraction des rayons X afin de déterminer la densité et l'arrangement des dislocations à l'intérieur d'un seul grain. Ils ont ainsi pu mettre en évidence l'existence de différences de densité de dislocations pour des grains d'orientation quasi-identique. Ce qui implique que les raisonnements faits à l'échelle globale pour expliquer l'évolution des textures de recristallisation ne sont pas obligatoirement vrais localement. [Smatti, 2005]

1.2.15.5 La Microscopie électronique en transition (M.E.T)

Cette méthode est basé sur les observations de la sous-structure de déformation. L'énergie stockée est estimée à partir de la taille des cellules (d) et de la désorientation (θ) entre cellules selon la formule proposée par Dillamore et al. (Équation I. 10) [Dillamore *et al.*, 1967]. Cette formule découle du développement de la formule de Read et Shockely [Read et Shockely, 1953].

$$E = \frac{KV}{d} \gamma_m \frac{\theta}{\theta_m} (1 - \ln \left(\frac{\theta}{\theta_m} \right)) \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots (Eq.I. 10)$$

Avec : $K=3,31$ (facteur de forme du sous-grain), $V=7,1 \cdot 10^{-6}$ m³/mol, $\gamma_m=1,046$ J/m² et $\theta_m=28^\circ$.

D'autres mesures d'énergie stockée ont été réalisées par MET à partir de la mesure de la densité de dislocations produites au cours de la déformation. Nous citons à titre d'exemple les travaux de [Huang *et al.*, 1999] pour le cuivre déformé par traction. L'énergie est estimée à partir de la formule suivante :

$$E = \rho_t \frac{Gb^2}{2} \dots \dots \dots (Eq.I. 11)$$

Avec G est le module de cisaillement, b est le vecteur de Burgers, ρ_t est la densité locale de dislocations incluant la densité de dislocations ρ_b dans le sous-joint et à l'intérieure des sous-grains ρ_0 . ρ_b est calculée selon la formule suivante :

$$\rho_b = \frac{\alpha\theta}{db} \dots \dots \dots (Eq.I. 12)$$

Avec θ est la désorientation entre sous-grains, d est la taille du sous-grain et a est une constante de l'ordre de 3. ρ_0 est déterminée par MET (Hansen et Huang, 1998) [Smatti, 2005].

I.2.15.6 Evaluation de l'énergie stockée par EBSD

L'énergie stockée a également été évaluée par EBSD. Dans ce cas, l'EBSD permet de caractériser le paramètre θ de l'équation de Dillamore alors que la taille des cellules d, estimée par MET, est issue de la littérature [Miroux, 1999], [Lesne, 2000]. Au contraire, Choi et Jin [Choi et Jin, 2004] ont tenté d'évaluer l'énergie stockée uniquement à partir des cartographies EBSD dans le cas d'un acier à faible taux de carbone laminé à froid de 50%. Dans une première approximation, l'énergie stockée est évaluée à partir du paramètre QP (Quality Pattern, communément appelée IQ : indice de qualité) qui est déterminé à partir de la qualité du diagramme de Kikuchi. QP est étroitement liée au nombre de défauts comme les dislocations et donc reflète l'état d'écrouissage du cristal. L'énergie stockée est alors évaluée comme suit :

$$S_i \alpha H_i = [1 - \frac{Q_i - Q_{min}}{Q_{max} - Q_{min}}] \dots \dots \dots (Eq.I. 13)$$

Q_i (g_i) correspond à QP pour le site i possédant une orientation g_i , Q_{min} et Q_{max} sont les valeurs minimale et maximale de QP. Cette méthode n'a pas permis de donner des valeurs absolues de l'énergie stockée. Dans une deuxième approximation, les auteurs ont utilisé le concept de Dillamore et al. [Dillamore et al, 1967] pour évaluer l'énergie stockée. L'énergie peut alors être estimée à l'aide de l'équation I. 5 :

$$S_i = \alpha \frac{\gamma}{D} \dots \dots \dots (Eq.I. 14)$$

α est une constante égale à 3. γ est l'énergie déduite de la formule de Read-Shockley [Read, 1953]. D est la taille du sous-grain estimée par EBSD. Cette méthode a montré que les plus fortes valeurs d'énergie sont attribuées à la composante {554} <225> et partiellement aux grains de la fibre γ . Les faibles valeurs d'énergie sont attribuées aux grains de la fibre γ et en partie aux orientations de la fibre a. Les auteurs expliquent le fait que les grains de la fibre

γ peuvent avoir des fortes ou des faibles valeurs d'énergie est en relation avec l'orientation des grains voisins. Les valeurs d'énergie sont comprises entre 7 et 25 J/mol [Smatti, 2005].

1.2.16 Texture de déformation

1.2.16.1 Introduction

Lorsque les déformations sont importantes, elles donnent lieu à une orientation cristallographique préférentielle des grains dans le matériau, on dit alors que celui-ci est texturé. Déterminer la texture cristallographique d'un matériau polycristallin revient à déterminer les orientations cristallographiques des grains qui le constituent. Cette texture de déformation dépend de la nature du métal et du mode de déformation (laminage, tréfilage...). En effet, la déformation plastique à froid entraîne une importante augmentation de la densité de dislocations (i.e. énergie élastique stockée) dans le matériau. Il s'ensuit une hétérogénéité de la microstructure et de la texture cristallographique à l'intérieur des grains. Dans un polycristal lorsque les grains sont orientés au hasard l'anisotropie de chaque grain est masquée par la répartition aléatoire de leurs orientations, il y a donc quasi isotropie du matériau.

1.2.16.2. Orientation cristallographique

La représentation de la texture est généralement donnée par l'orientation des cristallites par rapport à un référentiel lié à l'échantillon. Appelons (DL, DT, DN) les trois directions orthogonales définissant ce référentiel. Dans le cas d'une tôle laminée, DL est la direction de laminage de la tôle, DT la direction transverse et DN la direction normale au plan de laminage (DL, DT) (Figure 19.a). En revanche, dans le cas de fils présentant une symétrie de révolution, DN est parallèle à l'axe du fil, DL et DT sont deux directions macroscopiques a priori quelconques contenues dans la "section transverse" du fil (Figure 19.b) [Zidani, 2006].

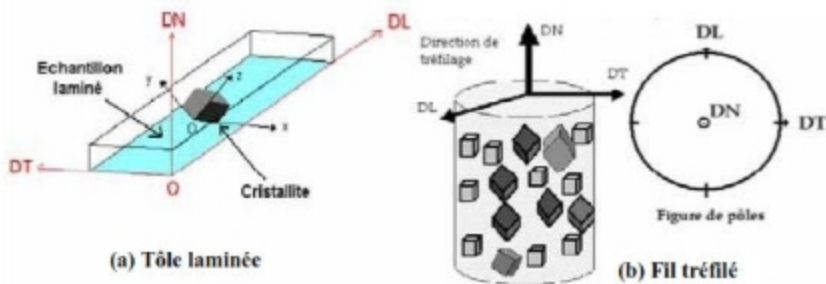


Figure 19 : Repère macroscopique Re et repère microscopique Rc dans le cas d'une tôle laminée et d'un fil tréfilé [Montesin, 1991].

1.2.16.3 Angles d'Euler

Pour représenter la texture d'un matériau on considère chaque grain, constituant le polycristal, comme un petit monocristal. Dans l'échantillon on définit un repère macroscopique Re (X, Y, Z) lié à l'échantillon. Pour un grain on définit un repère microscopique Rc (x, y, z) lié à son réseau cristallin. L'orientation g d'un grain par rapport à l'échantillon est définie par l'orientation du repère Re par rapport au repère Rc . Celui-ci, peut être défini par exemple par les trois rotations d'Euler, [Bunge, 1982], (Figure20) qui amènent en coïncidence le repère Rc avec le repère Re . L'orientation g du grain est alors $g(\phi_1, \phi, \phi_2)$ et le passage d'un repère à l'autre s'écrit [Bunge, 1982]:

$$Rc = g(\phi_1, \phi, \phi_2)$$

Tel que :

- ϕ_1 ($2\pi \geq \phi_1 \geq 0$) rotation autour de DN , ($O, DT, DN \rightarrow OX_1Y_1Z_1$)
- ϕ ($2\pi \geq \phi \geq 0$) rotation autour de Ox_1 , ($Ox_1Y_1Z_1 \rightarrow Ox_2Y_2Z_2$)
- ϕ_2 ($2\pi \geq \phi_2 \geq 0$) rotation autour de Oz_2 , ($Ox_2Y_2Z_2 \rightarrow OxYz$)

Dans le cas de la symétrie cubique, g est donnée par la matrice de rotation suivante :

$$g = \begin{pmatrix} \cos\phi_1 \cos\phi_2 - \sin\phi_1 \sin\phi_2 \cos\phi & \sin\phi_1 \cos\phi_2 + \cos\phi_1 \sin\phi_2 \cos\phi & \sin\phi_2 \sin\phi \\ -\cos\phi_1 \sin\phi_2 - \sin\phi_1 \cos\phi_2 \cos\phi & -\sin\phi_1 \sin\phi_2 + \cos\phi_1 \cos\phi_2 \cos\phi & \cos\phi_2 \sin\phi \\ \sin\phi_1 \sin\phi & -\cos\phi_1 \sin\phi & \cos\phi \end{pmatrix}$$

Comme dans le cas des indices de Miller, la première colonne définit la direction du cristal et la troisième son plan. On peut donc écrire des relations qui permettent de calculer h, k, l, u, v et w en fonction de ϕ_1, ϕ et ϕ_2 et réciproquement.

Les orientations cristallographiques sont alors décrites dans l'espace d'Euler, dont la taille est fonction de la symétrie du cristal et de la symétrie de l'échantillon [Zidani, 2006].

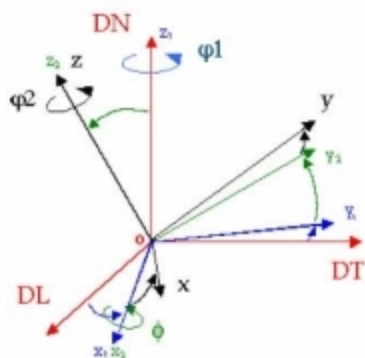


Figure 20 : Représentation de l'orientation cristallographique par les angles d'Euler [Bunge1982], [Hansen et al. 1978] et [Jakani, 2004].

1.2.16.4 Représentation des Textures

La première représentation des textures est généralement graphique, la caractérisation de la texture des matériaux est décrite qualitativement à partir des figures de pôles expérimentales. Il existe deux types de figures de pôles, directes et inverses.

1.2.16.4.1 Figures de pôles directes et inverses

Pour mettre en évidence l'anisotropie de répartition des orientations cristallographiques dans un matériau, on mesure le plus souvent des figures de pôles directes. Une figure de pôles directes (FDP) est la projection stéréographique sur le plan de l'échantillon, de la distribution des densités de pôles d'une famille de plans $\{hkl\}$ dans toutes les directions de l'échantillon : celles-ci sont données par l'ensemble des couples (χ, ϕ) . $(\chi$ et $\phi)$ sont les angles repérant le plan cristallographique $\{hkl\}$ par rapport aux axes du référentiel échantillon : $\chi \in [0, 90^\circ]$, $\phi \in [0, 360^\circ]$) (exemple de la figure 21) [Jakani, 2004].

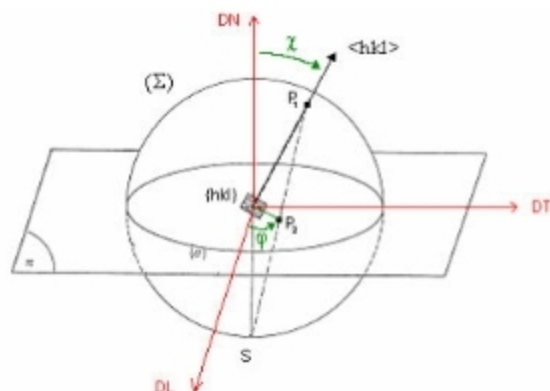


Figure 21 : Projection stéréographique.

Une figure de pôles inverse (figure 22) représente la position d'une direction de l'échantillon dans le repère du cristal. Notons que c'est sur ce triangle standard que l'on définit un code de couleurs pour tracer les cartographies d'orientations mesurées par EBSD [Jakani, 2004].

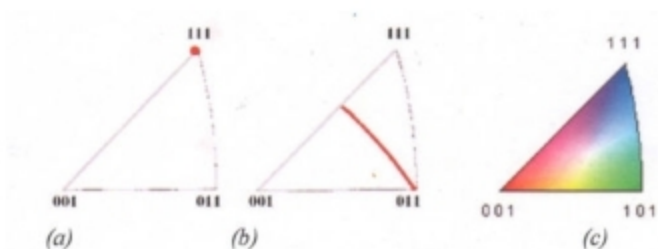


Figure 22: Description de la fibre $\{111\} \langle uvw \rangle$ sur le triangle standard - (a) : représentation des plans ; (b) : représentation des directions ; (c) : construction d'un code de couleurs sur le triangle standard pour les symétries cubiques.

1.2.16.4.2 Définition de la FDOC

La façon la plus satisfaisante et la plus complète de décrire une texture quelconque est de donner sa fonction de distribution des orientations cristallines (FDOC) qui est une fonction statistique qui caractérise la texture cristalline de la phase étudiée. Pour un échantillon de volume total V_0 , la fonction de distribution des orientations cristallines f (g) est

proportionnelle à la fraction volumique $\Delta V(g)$ des grains dont l'orientation est comprise entre g et $g+\Delta g$.

La FDOC est alors définie par :

$$\frac{dV(g)}{V_0} = k \cdot f(g) \cdot dg \dots \dots \dots (Eq.I. 15)$$

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

Dans les fils de structure cubique à faces centrées, les textures observées sont composées principalement d'un mélange en proportion variable de deux composantes fibres $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ [Dillamore et Roberts, 1965] (les directions cristallographiques $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ sont parallèles à l'axe du fil). Sur les coupes à ϕ_2 constant de l'espace d'Euler, la fibre $\langle 001 \rangle$ se situe à $f=0^\circ$ et ϕ_1 variant entre 0 et 360° et la fibre $\langle 111 \rangle$ se situe à $f=55^\circ$, ϕ_1 variant de 0 à 360° . Elles sont représentées sur une coupe de l'espace d'Euler à $\phi_2=45^\circ$ par des densités d'orientations continues comme c'est présente par la Figure (23) dans le cas de fils de cuivre tréfilés [Jakani, 2004].

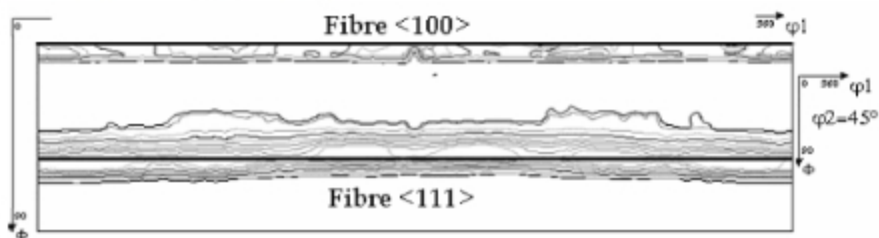


Figure 23 : Coupe de l'espace d'Euler à $\phi_2=45^\circ$. Représentation des fibres $\langle 111 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$ [Jakani, 2004].

1.2.17 Texture de déformation par tréfilage

Pendant la déformation plastique d'un matériau polycristallin, les grains subissent des orientations qui modifient leur orientation cristallographique, le type de texture dépend à la fois des caractéristiques du matériau et du mode de déformation utilisé, le résultat de cette rotation est la formation d'orientations préférentielles et par conséquent d'une texture caractéristique.

Pour une déformation uni-axiale (comme le tréfilage des fils) nous trouvons une texture dite fibres.

La texture de tréfilage est préférentiellement composée de deux fibres soit une direction $\langle 111 \rangle$, soit une direction $\langle 100 \rangle$ parallèle à l'axe du fil [Dillamore et Robert, 1965] et [Shin et al. 2000]. La propagation varie d'un métal à l'autre et dépend de la pureté. Brown [Brown, 1961] rapporté qu'en présence d'un mécanisme majoritaire de glissement (dépendant de γ_{SFE}) dans un matériau c.f.c. la texture de déformation tend vers une texture $\langle 111 \rangle$ pure.

La texture $\langle 111 \rangle$ peut être reliée à l'orientation finale des monocristaux se déformant seulement par glissement [Chin, 1969]. Les grains de l'orientation $\langle 100 \rangle$ ont une densité de dislocation plus faible et leur formation pourrait faire intervenir le maillage (à basse température) et une recristallisation partielle (à température plus élevée) [Wassermann, 1963]. En augmentant la température du produit, les vitesses de déformation élevées favorisent l'apparition de composantes mineures de recristallisation ($\langle 115 \rangle$, $\langle 118 \rangle$). L'étude de la formation de textures de déformation dans des monocristaux a montré que certaines orientations de grains donnent de telles composantes plutôt qu'une autre. Ainsi la composante $\langle 100 \rangle$ est plus importante dans des cristaux initialement orientés près de $\langle 100 \rangle$. La symétrie radiale de la texture de fibres n'est pas toujours respectée.

Montesin et Heizmann [Montesin, 1991-b] et [Heizmann, 1994] ont aussi étudiés l'influence de l'angle de filière sur l'évolution de la texture cristallographique. Les résultats montrent que l'évolution de la texture est une fonction croissante suivant l'angle de filière et du taux de réduction. Par ailleurs, un autre paramètre a été cité dans la littérature qui peut influencer les textures des fils tréfilés. Il s'agit de l'hétérogénéité de déformation dans la section du fil. En effet, les textures des fils tréfilés dépendent de la distance considérée par rapport au centre du fil. Le métal s'échauffe au cours du tréfilage et se restaure au moins partiellement, ce type d'effet est confirmé par [Hargue et al. 1959] dans leurs études sur des fils d'aluminium tréfilés (Figure 24) [Zidani, 2006].

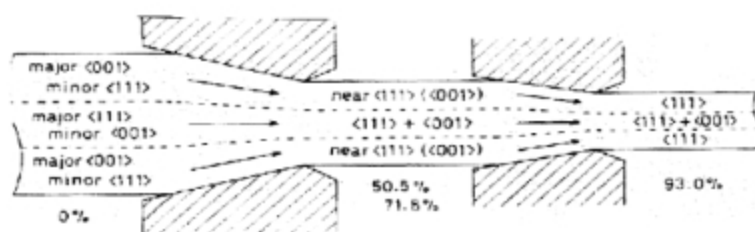


Figure 24 : Changement de texture au cours du tréfilage du fil d'aluminium de diamètre 9,5 mm. 15% de réduction à chaque passe à une vitesse de 20 m/min

Références bibliographiques

- [Avitzur, 1983] B. Avitzur, Review of the stat of art in the study of flow through conical die- Conference on development in the drawing of metals, London (1983).
- [Arnaud et all, 1985] D. Arnaud, J. Bernard, R. Barbery, P. Naudot, Date de publication 1985].
- [Bacroix et al., 2000] B. Bacroix, P. Gerber and O. Castelnau , Recrystallization and Grain Growth Edited by G. Gottstein et al., Springer Verlag, Germany (2001).
- [Bay et al. 1992] B. Bay, N. Hansen, D.A Hughes and D. Kuhlmann-Willsdorf, ActaMetallurgica and Materialia, Vol. 40, N°2, p. 205 (1992).
- [Beausir, 2007] B. Beausir, Plasticité cristalline des matériaux hexagonaux sous cisaillement : application au agnésium, thèse de doctorat, Université de Sherbrooke (Canada) (2007).
- [Benard et al.1991] J. Benard, A. Michel, J. Philibert et J. Talbot, Métallurgie générale, 2^{ème} édition, (1991).
- [Benchabane, 2009] G. Benchabane, Les mécanismes de recristallisation et de croissance des grains dans les matériaux et alliages métalliques légers, Thèse de Doctorat, Université de Biskra, 2009.
- [Borbély et al., 2000] A. Borbely , J.H. Driver and T. Ungar, ActaMaterialia, Vol. 48, p 2005 (2000).
- [Branger et al 2000] Branger V., Mathon M. H., Baudin T. and Penelle R. (2000). Proceedings of the 21st Riso International Symposium on Materials Science : Recrystallization - Fundamental Aspects and Relations to Deformation Microstructure, p: 257. Denmark, N. Hansen, X. Huang, D. Juul Jensen.
- [Bunge, 1982] Bunge H.-J. (1982). Texture Analysis in Materials Science, Butterworths.
- [Capolo, 2007] L. Capolo, Contribution à l'étude des hétérogénéités de déformation viscoplastique de la glace Ih mono et multi cristalline : essais de compression in-situ sous rayonnement X, thèse de doctorat, Université Joseph Fourier (Grenoble1), (2007).
- [Chin, 1965] G.Y. Chin, Texturen in Forschung und Praxis, Springer, p. 1069
- [Choi, 2004] Choi S. H. and Jin Y. S. (2004). Material Sciences and Engineering, Vol: A 371, p: 149.
- [Dillamore, 1972] Dillamore I. L., Morris P. L. and Smith C. J. E. (1972). Proceedings of royal science, p: 405.
- [Dillamore, 1967] Dillamore I. L., Smith C. J. E. and Watson T. W. (1967). Metal Science Journal, Vol: 1, p: 49.
- [Etter et al. 2002] A.L. Etter, M-H. Mathon, T. Baudin, V. Branger and

- [Gerber et al. 2003] R. Penelle, ScriptaMaterialia, Vol. 46, p. 311 (2002).
Ph. Gerber, J. Tarasiuk, T. Chauveau, B. Bacroix, Acta Mat. Vol. 51, p. 6359 (2003).
- [Hadid, 2012] Hadid, M.D. (2012). Mémoire de magistère, Ecole nationale polytechnique, Algérie.
- [Hansen et Anderko, 1958] M. Hansen et K. Anderko, Constitution of binary alloys. McGrawHill, N.Y. (1958).
- [Hansen et al. 1978] J. Hansen, J. Pospiech, K. Lücke, Tables for Textures Analysis of Cubic Metals, Springer Verlag Berlin, Heidelberg New-York, (1978).
- [Hansen, 1990] N. Hansen, Materials Science and Technology, Vol. 6, p. 1039 (1990).
- [Hansen, 1992] N. Hansen, ScriptaMetallurgica and Materialia, Vol. 27, p. 1447 (1992).
- [Hargue et al. 1959] C.J. Mc. Hargue, L. K. Jetter et J.C. Ogle, Transactions of the Metallurgical Society of A.I.M.E, Vol. 215, p. 831 (1959).
- [Haziot, 2013] A. HAZIOT; Mouvement des dislocations dans l'hélium-4; thèse de doctorat; l'université parisi; (2013).
- [Heizmann et al., 1994] J. Heizmann ,T. Montesin and A. Vadon, ICOTOM 10, (1994).
- [Huang et al., 1999] X. Huang, D.J. Jensen and N. Hansen, Proceedings of the fourth International Conference on Recrystallization Related Phenomena, p: 161, The Japan Institute of Metals (1999).
- [Hughes, 1995] D.A. Hughes, Proceedings of the Sixteenth Riso International Symposium on Material Science, Edited by N. Hansen, D. Juul Jensen, Y.L. Liu, B. Ralph, Roskilde, Denmark, p. 63 (1995).
- [Hughes et Hansen, 1991] D.A. Hughes et N. Hansen, Materials Science and Technology, Vol. 7, p. 544 (1991).
- [Hughes et Hansen, 1993] D. Hughes, N. Hansen, Metallurgical Transactions A, Vol. 24A, p. 2021 (1993).
- [Hughes et Hansen, 1997] D. Hughes, N. Hansen, ActaMaterialia, Vol. 45, N°9, p. 3871 (1997).
- [Hughes et Hansen, 2000] D.A. Hughes, Proceedings of the Sixteenth Riso International Symposium on Material Science 21, Edited by N. Hansen, D. Juul Jensen, Y.L. Liu, B. Ralph, Roskilde, Denmark, (2000).
- [Humphreys and al.,1995] F.J. Humphreys et M. Hatherly, Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Pergamon Press (1995).
- [Jakani, 2004] S. Jakani, Thèse de Doctorat, Université Paris Sud (2004)
- [Julliard, 2000] F. Julliard, Thèse de doctorat. Université Paris-Sud XI, 2000
- [Kuhlmann et Hansen 1991] D. Kuhlmann-Willsdorf, N. Hansen, Scripta Metallurgica and Materialia, Vol. 25, p. 1557 (1991).
- [Lakhtine, 1978] L. Lakhtine, Métallurgie et traitement technique des

- métaux (1978).
- [Languillaume, 1995] J. Languillaume, Thèse de Doctorat, Institut National Polytechnique de Grenoble (1995).
- [Lebreton, 2007] V. Lebreton, Thèse de doctorat, Etude de métallurgie et optimisation de la fabrication d'alliage à base de cuivre coules en continu, Ecole de Mines de Paris, 2001).
- [Lebrun et al., 1978] J.L. Lebrun, G. Maeder and P. Parnière ICOTOM 5, p. 513 Springer Verlag, Germany (1978).
- [Lesne L. (2000)] Lesne L. (2000). Thèse de doctorat: Etude des mécanismes de recristallisation dans le fer de ultra-haute pureté dopé en carbone, manganèse et phosphore. Ecole Nationale Supérieure des Mines de St Etienne.
- [Miroux A. (1999)] Miroux A. (1999). Thèse de doctorat: Etude expérimentale et modélisation des mécanismes de formation des textures de recristallisation dans les aciers sans interstitiels stabilisés au titane. Université Paris 13, Institut Galilée.
- [Mohamed et Bacroix,2000] Mohamed G. and Bacroix B. (2000). Acta Materialia, Vol: 48, p: 3295.
- [Montesin, 1991] T. Montesin, Thèse de Doctorat, Université de Metz, (1991).
- [Montesin et al., 1991 b] T. Montesin, J.J. Heizmann, Textures and Microstructures, ICOTOM9, p.573-578 (1991)
- [Moussy, 1990] F. Moussy et P. Francois, Physique et mécanique de la mise en forme des métaux, Ed. CNRS, France (1990).
- [Murry, 2010] G. Merry, Aide mémoire métallurgie, 2^{ème} édition, Dunod, Paris, 2004-2010.
- [Penelle, 1976] R. Penelle, Influence de l'anisotropie sur la limite d'élasticité et loi de comportement. Lab. Métal.phys., p.75-76 (1977).
- [Philibert et al. 1989] T. Philibert, A. Vignes and Y. Cambrade, Métallurgie de minerai au matériau (1989).
- [Rajmohan , et al 1993] Rajmohan N., Hayakawa Y., Szpunar J. A. and Root J. H. (1997). Acta Materialia, Vol: 45 (6), p: 2485.
- [Read, 1953] W.T. Read, Dislocations in Crystals, McGraw Hill, (1953).
- [Razeghi, 2006] Manijeh Razeghi, *Fundamentals of solid state engineering*, New York, Springer, 2006, 2e éd., 882 p. (ISBN 978-0-387-28152-0), p. 154–156.
- [Smatti, 2005] A. Smatti, Thèse de doctorat, LPCES, Orsay, 2005
- [Smith, 1971] G. A. Smith, Journal Institute of Metals, Vol. 99, p. 32 (1971).
- [Seymour, 1972] Seymour, J. (1972). Physical Electronics. Pitman Publishing. p. 25–27, 53–54 (ISBN 0-273-41176-4).
- Ungar et al. 1986 Ungar T., Toth L. S., Illy J. and Kovacs I. (1986). Acta Materialia, Vol: 34, p: 1257.
- [Wassermann, 1963] H. Wassermann, Zeitschrift für Metallkunde, Vol. 54,

- p.1 (1963).
- [William, 2002] D. William, Callister. Jr, Science et genie des matériaux. 2002.
- [William et all, 2004] William F. Smith et Javad Hashemi, *Foundations of materials science and engineering*, Boston Mass, McGraw-Hill, 2004, 908 p. (ISBN 978-0-072-40233-9, 978-0-071-12272-6 et 978-0-072-92194-6, OCLC 51942454), p. 223.
- [Zidani et all, 2005] M. Zidani, Z. Boumerzoug et T. Baudin, INCONA 05, Université de Annaba, Novembre (2005).
- [Zidani, 2006] M. Zidani, Thèse de doctorat. Université de Biskra, 2006.

Chapitre II

*Restauration et
recristallisation*

Restauration et recristallisation

II.1. Introduction

Après déformation plastique, les défauts créés ont pour effet d'augmenter l'énergie du système [Haessner 1978]. Ce qui conduit à un état thermodynamiquement instable. Un traitement thermique permet d'éliminer ou atténuer les conséquences indésirables de l'écroutissage préalable. On peut citer par exemple les recuits de détente dont le but est de relaxer les contraintes résiduelles, on le recuit à partir de la recristallisation, dont le but peut être d'adoucir de façon conséquente le matériau afin de le rendre apte à une étape ultérieure de mise en forme ou de réduire la taille des grains. En effet l'élévation de température permet d'activer divers processus rassemblés sous les textures de restauration et de recristallisation, qui conduisent à des changements microstructuraux et à la restitution des propriétés initiales [Philibert et al. 1998].

II.2. Traitements thermiques

La déformation à froid (tréfilage) conduit à des modifications microstructurales qui 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 (traitement thermique) : l'agitation thermique des atomes due à l'énergie absorbée au cours de ce recuit, permet l'activation de phénomènes de retour à l'état initial « restauration », et augmenter la vitesse de ceux-ci, cela permet en effet un retour vers l'état d'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.

Le traitement thermique qui a pour but de ramener le matériau à une structure d'équilibre comprend trois étapes :

- Un chauffage à une certaine température dite de recuit.
- Un maintien de durée variable à cette température.
- Un refroidissement lent qui peut se faire à l'air.

II.3. Les mécanismes de restauration et de recristallisation après déformation à froid

L'état déformé présente une non stabilité, du point de vue thermodynamique, due à la l'accumulation de dislocations au sein de la microstructure. Un traitement thermique permet le retour à l'équilibre pouvant être continu (restauration) ou discontinue (recristallisation).

II.3.1 Restauration

La restauration est défini comme un processus thermique, qui se produit dans les matériaux écrouis sans modification importante de la microstructure mais seulement réduction du nombre de défauts atomiques lacunes et dislocation et réarrangement de ceux-ci en nouvelles configurations plus stables [Doherty et al., 1988] et [Doherty et al., 1997].

La restauration n'est pas un processus microstructurale unique c'est une série de mécanismes schématisés sur la figure (1) [Humphreys et Hatherly, 1995]. Cette dernière se déroule en trois étapes : annihilation des dislocations, formation de sous grains et croissance de sous grains, cette restauration peut être influencée par le taux de déformation, la température de recuit et les caractéristique du matériau (énergie de faut d'empilement, élément en solution solide et précipités). La restauration est d'autant plus rapide et se fait à température d'autant plus basse que l'énergie stockée est plus élevée. Cette énergie augmente avec la déformation et dépend de l'orientation du grain considéré. La texture développée pendant la déformation ne change pas de manière appréciable pendant la restauration [Zidani, 2006].

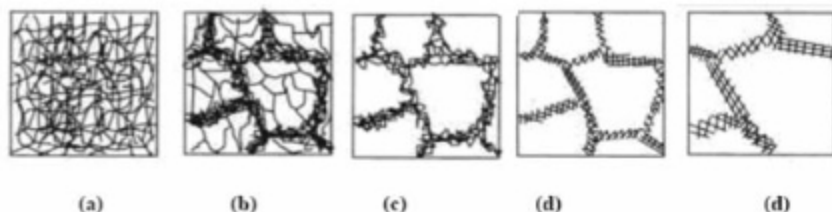


Figure1 : Différents stades de restauration d'un matériau déformé dans le domaine plastique
 (a) : enchevêtrement de dislocations, (b) : formation de cellules, (c) : annihilation des dislocations dans les cellules, (d) : formation des sous-grains, (e) : croissance de sous-grain [Humphreys et Hatherly, 1995].

Annihilation des dislocations : durant la restauration, et grâce au mouvement des dislocations qui conduit à une diminution l'énergie stockée. Dans ce cas deux processus entrent en jeu : l'annihilation des dislocations et le réarrangement des dislocations qui permettent d'aboutir à une configuration de faible énergie. Ces deux processus sont provoqués par le glissement, la montée et le glissement dévié des dislocations. Durant la déformation à basse température, la restauration peut se développer : c'est la restauration dynamique.

Formation de sous-grains : deux cas de figure peuvent se présenter :

- **La polygonisation** : la déformation d'un monocristal, sous l'effet de flexion, produit des dislocations à distribution coatique dans les plans de glissement, l'excès de dislocation de même signe ne peut pas être éliminé par annihilation durant le recuit, cet excès de dislocation s'arrange en une configuration de faible énergie sous forme de murs ou de joints à faible angle. [Cahn, 1949]. Ce mécanisme est connu sous le nom de polygonisation. Il a été largement étudié dans la littérature, en particulier pour le fer de différentes puretés [Talbot, 1955], [Montuelle, 1958], [Pollnow et Penelle, 1968], [Pollnow, 1972], et aussi pour l'Aluminium [Montuelle, 1958], [Messenger, 1961], [Smatti, 2005].
- **Formation des sous-grains** : la déformation d'un polycristallin à fortes contraintes conduit à une structure de dislocations plus compliquée que dans le cas précédent. Ceci est dû à l'existence de dislocations de différents vecteurs de Bergers. Les dislocations sont arrangées sous forme tridimensionnelles (des cellules, à cause de moyen ou forte énergie de faut d'empilement). Durant le recuit, les murs des cellules s'arrangent en un réseau plus régulier de dislocations et se transforment en joints à faibles angles. Les cellules se transforment alors en sous-grains. Ainsi des changements de la sous-structure sont observés. La transformation des murs de cellules en sous-joints de grains est considérée comme un stade bien identifié du processus de restauration Figure (2) [Smatti, 2005].

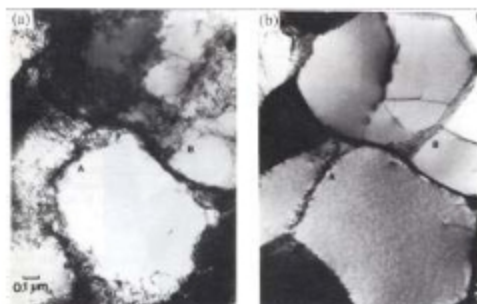


Figure 2 : Evolution de la microstructure d'un Aluminium déformé de 10% avant et après un recuit in situ (MET : HVEM (High Voltage Transmission Electron Microscope) : (a) : microstructure de déformation, (b) : même zone après 2 min de recuit à 250°C : formation de sous-grains.

II.3.2 Recristallisation

La recristallisation se traduit par le développement de nouveaux grains dans un matériau déformé. Elle se développe grâce à la formation et la migration de joints de grains à grand angle (caractérisés par une désorientation $>15^\circ$) et forte désorientation dont la force motrice est principalement l'énergie de déformation stockée [Hu, 1986, Doherty et al. 1997] [Jakani, 2004].

La recristallisation d'un métal écroui comprend généralement deux stades : la germination et la croissance de ces germes [G. Liao 1998].

La recristallisation peut se subdiviser en :

- **Recristallisation primaire** (germination et croissance de germes).
- **Croissance de grains** c'est la continuation du processus de croissance lorsque tout le métal écroui a disparu, conduisant à un accroissement continu de la dimension moyenne des grains.
- **Croissance exagérée** (encore appelée recristallisation secondaire) : seul un petit nombre de grains croissent au détriment des autres (déjà recristallisés) [Bourahla, 2007].

La vitesse de recristallisation (volume recristallisé par unité de temps) s'écrit :

$$V = N \cdot G \dots \dots \dots (\text{Eq. II. 1})$$

Où N est le nombre de nouveaux germes par unité de temps et G leur vitesse de croissance volumique. Comme ces deux quantités dépendent du temps, la cinétique de recristallisation

n'est pas une fonction simple du temps. Expérimentalement, le problème consiste à mesurer séparément N et G . [Zidani, 2006].

II.3.2.1 La germination

La germination coïncide avec la formation de régions de faible taille exemptes de défauts, susceptibles de croître rapidement dans la matrice écrouie. La croissance des germes est d'autant plus rapide que la désorientation avec la matrice environnante est importante. De plus, un germe potentiel ne peut croître que si sa taille est supérieure à celle des cellules voisines. Dans une zone cellulaire, par exemple, un germe potentiel peut atteindre la taille critique nécessaire à son développement au détriment des autres voisins soit par croissance des cellules, soit par coalescence. L'orientation des germes est un élément important, puisqu'elle détermine en partie la texture de recristallisation. Chaque germe conserve le plus souvent l'orientation de la cellule dont il est issu. La distribution des orientations des germes est donc comprise dans la distribution des orientations dans l'état déformé [Zidani, 2006].

Des sites potentiels de germination sont prédéterminés par la déformation. Le plus souvent, elle est observée dans les zones d'hétérogénéité et de localisation de la déformation plastique (les bandes de transition et bandes de cisaillement qui sont associées à de fortes désorientations et/ou à de fortes densités de dislocations), ainsi qu'au voisinage d'une particule de seconde phase. La recristallisation à partir de ces sites de germination a été observée dans divers métaux c.f.c. tels que : le cuivre [Grewen et al., 1977], [Riddha et Hutchinson 1982], [Donadille et al., 1989] et l'aluminium [Huang et al., 1999]. Alors que dans les métaux c.c., on cite les travaux de [Meyzaud et al., 1978] pour les aciers bas carbone et [Henry, 1995] ainsi que [Réglié et al. 2000] dans le cas d'aciers IF laminés à différents taux (55%, 75% et 90%).

Différents modèles ont été proposés pour expliquer la germination de nouveaux grains, en considérant qu'ils sont déjà présents dans la microstructure de déformation [Zidani, 2006].

II.3.2.1.1 Modèle de migration de joint de grains induite par la déformation

Aussi appelé mécanisme SIBM (Strained Induced Boundary Migration) schématisé sur la figure (3) fut également observée dans divers métaux tels que l'aluminium [Beck et Sperry 1950, Bellier et Doherty 1977, Faivre et Doherty 1979] ou le cuivre (figure 3.a) [Bailey et Hirsch 1962, Huang et al. 1999].

La force motrice pour ce mécanisme est la différence d'énergie stockée de part et d'autre d'un joint de grains, qui conduit à la courbure d'une partie du joint préexistant dans la matrice déformée, laissant derrière lui une région libre de dislocations. Ceci entraîne une condition sur la taille (L) du segment migrant. Bailey et Hirsch [Bailey et Hirsch, 1962] ont établi cette condition (Figure 3 b) qui est donnée par la relation suivante :

$$L > 2\gamma/\Delta E \dots\dots\dots(\text{Eq.II. 2})$$

Où γ est l'énergie inter faciale du joint, et ΔE la différence d'énergie stockée (E_1-E_2).

Cette équation montre qu'il faut que la différence d'énergie stockée, c'est-à-dire la différence de densité de dislocations, soit suffisante pour que la migration du joint se produise [Jakani, 2004].

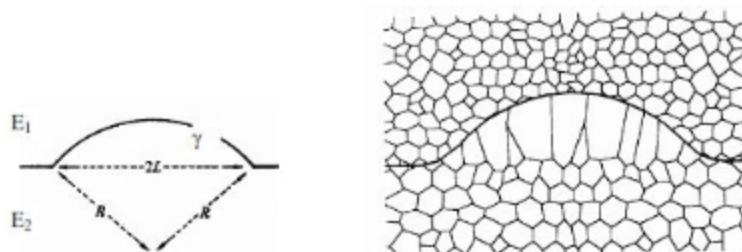


Figure 3 a) Modèle de migration induite par la déformation (E_1-E_2)

[Bailey et Hirsch, 1962], b) Schéma de la SIBM impliquant le développement coopératif de plusieurs sous-grains [Higginson et Bate, 1999]

II.3.2.1.2 Modèle du germe préformé

Ce modèle appelé aussi modèle de Cahn-Cotrell [Doherty 1974, 1978] est fondé sur l'hypothèse que la polygonisation peut former un large sous-grain dont la densité de dislocations est très faible dans le volume. Ce sous-grain ayant un avantage de taille par rapport à ses voisins est susceptible de croître en réduisant l'énergie libre du système par élimination des dislocations et des parois de dislocations de la microstructure voisine. Cependant, il doit posséder non seulement un avantage de taille mais aussi une forte désorientation qui pourra lui permettre de se développer rapidement, cette désorientation étant généralement estimée supérieure à 15° [Doherty et al. 1995]. 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 [Hutchinson 1992].

Le germe se forme dans des sites potentiels prédéterminés à cette fonction, par déformation ou par composition chimique du matériau, en particulier dans les caractéristiques microstructurales décrites [Fellah, 2015] ci dessous :

- Anciens joints de grains
- Bandes de transition
- Microbandes
- Bandes de déformation
- Bandes de cisaillement
- Particules de seconde phase.

II.3.2.3 La croissance

Lorsqu'un germe atteint la taille critique et qu'il est suffisamment désorienté par rapport à son environnement, il peut croître à une vitesse donnée par l'équation suivant

$$v = M \cdot P \dots \dots \dots (\text{Eq.II. 3})$$

Où M est la mobilité du joint de grains migrant et P la force résultants de la différence entre la force motrice fournie par la différence d'énergie emmagasinée sous forme de dislocations et les forces de freinage exercées par les précipités ou les impuretés.

La vitesse de migration dépend d'un certain nombre de paramètres tels que : la température, la vitesse de chauffage, la pureté du métal, et le taux de déformation.

II.4 Paramètres du recuit

II.4.1 La température du recuit

Elle influe sur la cinétique de recristallisation. L'augmentation de la température provoque la diminution de la période d'incubation représentée schématiquement dans la figure (4) [G.R. Speich and R. M. Fisher. 1966].

II.4.2 Vitesse de chauffage

La vitesse de chauffage pour amener l'échantillon à la température de recuit peut également être importante parce qu'une vitesse de chauffage élevée peut réduire le taux de restauration. De nombreux travaux ont été publiés sur l'effet de la vitesse de chauffage sur la recristallisation des alliages. Ils ont montré qu'une vitesse de chauffage élevée accélère la recristallisation et donc aboutit à une taille de grains plus petite dans l'alliage aluminium-lithium [A. W. Bowen et al. 1990]. Ces effets ont été attribués au rôle des solutés et des particules de phase secondaire dans le retard à la restauration [Bourahla, 2007].

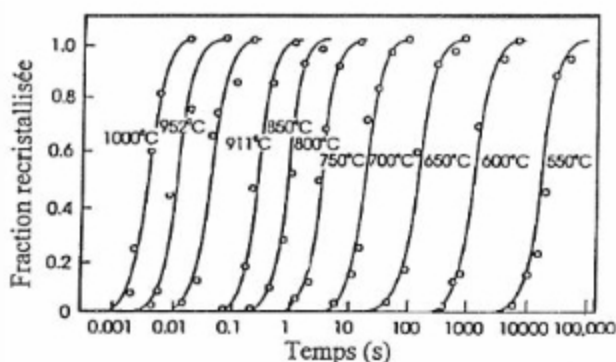


Figure 4 : Effet de la température sur la cinétique de recuit de Fe-3.5% Si déformé à 60 % [G. R. Speich and R. M. Fisher. 1966]

II.4.3 La nature du joint et la désorientation du grain en croissance avec la matrice.

Il a été ainsi montré que les vitesses élevées de croissance de germes pouvaient être liées à certains joints de coïncidence comme par exemple le joint de type $\Sigma 7$ correspondant à une désorientation de 38° autour d'un axe $\langle 111 \rangle$ (figure 5) [Liebmann et al. 1956] cité dans [Humphreys et Hatherly 1995] [Julliard, 2000].

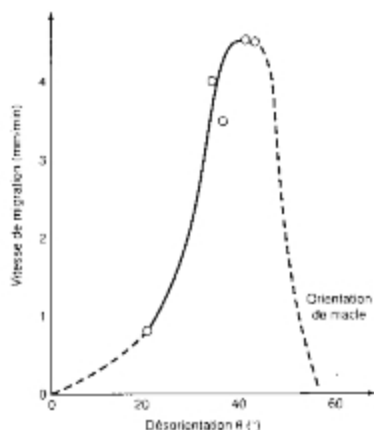


Figure 5: Vitesse de croissance de grains de recristallisation à 615°C dans un cristal d'aluminium écroui en fonction de leur désorientation autour d'un axe $\langle 111 \rangle$ par rapport à la matrice [Liebmann et al. 1956]

II.4.4 Pureté du métal

La figure (6) montre l'effet combiné des impuretés (ici Sn) et de la désorientation sur la croissance de cristaux de plomb. Les impuretés agissent à de très faibles concentrations (dizaines de ppm), et cette action est beaucoup plus forte sur les joints de désorientation quelconque que sur les joints "spéciaux". Ces derniers, par suite de leur structure moins désordonnée, seraient moins sensibles aux impuretés, qui y ségrégeraient.

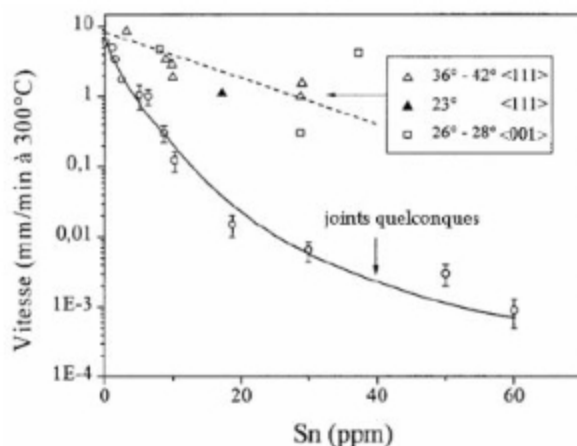


Figure 6 : Vitesse de migration des joints dans le plomb à 300°C en fonction de la teneur en étain (Sn), [Aust et Rutter, 1959]

II.4.5 Le taux de déformation

Le taux de déformation affecte la vitesse de recristallisation, parce que la déformation change la quantité d'énergie emmagasinée et le nombre des germes effectifs. Humphreys et Hatherly [F.J. Humphreys et M. Hatherly, 1975] ont montré que les sites de germination pouvaient être fonction du taux de déformation. Au-dessous d'une déformation minimale, la recristallisation n'aura pas lieu. Au-dessus de cette valeur, la vitesse de recristallisation augmente jusqu'à une valeur maximale.

L'effet du taux de déformation par traction sur la cinétique de recristallisation d'aluminium est représenté schématiquement sur la figure (7) [G. Bernard 1969].

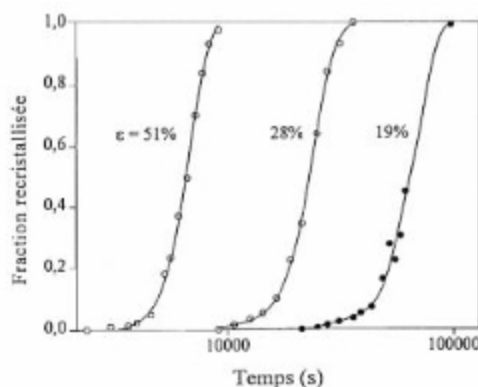


Figure 7 : Effet de la déformation de traction sur la cinétique de recristallisation de l'aluminium recuit à 300°C [G. Bernard 1969].

II.5 Texture de la recristallisation

II.5.1 Influence des différents paramètres

Lorsque l'on recuit un métal déformé qui présente toujours une orientation préférentielle, on obtient au cours de la recristallisation et de la croissance du grain, une succession de nouvelles textures. Dans les métaux cfc et les alliages à forte énergie de défauts d'empilement, la texture de recristallisation est une texture cubique $\{001\} \langle 100 \rangle$ accusée (figure 4). Elle a été largement observée dans le cuivre [Riddha et Hutchinson 1982], l'aluminium, le nickel et ses alliages comme ceux de Fer-Nickel [Ray et Lücke 1984]. Si l'énergie de défauts d'empilement est suffisamment faible, des composantes mineures correspondant aux orientations de macles de recuit sont aussi présentes. De plus, l'acuité de cette texture dépend d'un certain nombre de facteurs. [Julliard, 2000]

II.5.1.1 Taux de réduction

C'est le premier facteur important. Effectivement la texture cubique se développe lorsque la texture de laminage et de type cuivre s'accuse avec le taux de réduction [Necker et al. 1991, 1994], [Jeong et Lee 1998].

II.5.1.2 Les éléments d'addition

Ils ont aussi une influence considérable sur la texture de recristallisation. Ils peuvent abaisser l'énergie de défauts d'empilement et par conséquent provoquer la transition de la texture de laminage de type cuivre à celle de type laiton dans les alliages à énergie de défauts d'empilement modérée. D'autre part, ces éléments d'addition peuvent ségréger aux joints de grains, freiner ainsi la croissance des premiers germes formés et finalement, favoriser indirectement la croissance de grains apparaissant ultérieurement comme c'est le cas pour l'ajout de phosphore dans le cuivre [Hirsch 1986] ou de fer dans l'aluminium [Hirsch 1990]. [Julliard, 2000]

II.5.1.3 Particules de seconde phase

Elles influencent sur la texture de recristallisation de deux manières :

- Empêcher la migration du joint de grains par un effet de freinage (effet Zener).
- Agir comme des sites de germination et favoriser la germination de diverses orientations (mécanisme PSN).

Ces effets sont gouvernés par la taille des particules et peuvent engendrer des textures de recristallisation très différentes, particulièrement pour les alliages d'aluminium [Hirsch 1990, Engler et Lücke 1992].

- **Particule petite et déformable** : sa présence provoque une homogénéité de déformation et conduit à la formation de bande de cisaillement à partir desquelles la composante $\{013\} \langle 231 \rangle$ peut se développer.
- **Particule petite et indéformable** : les joints de grains peuvent se trouver complètement bloqués. On peut alors assister simplement à un mécanisme de restauration qui entraîne une rétention de la texture de laminage.
- **Particule de grande taille** : leur effet principal est la germination d'orientations dans les zones déformées entourant ces particules. Les orientations générées par ce mécanisme sont souvent aléatoires même si certaines orientations comme l'orientation P $\{011\} \langle 122 \rangle$ peuvent parfois dominer [Hirsch et Engler 1995].

Des études sur du cuivre à petits et gros grains ont montré que l'acuité de la texture cubique décroît avec l'augmentation de la taille de grains [Riddha et Hutchinson 1982], [Sindel et al. 1990]. Cette décroissance semble associée au fait que les bandes de cisaillement

se forment plus facilement dans les tôles à gros grains. Ces bandes favorisent la formation d'orientations différentes de la composante cubique et peuvent même provoquer la destruction de sites cubiques. L'influence de la taille de grains sur l'acuité de la texture cubique a été observée aussi dans les Fe-Ni (figure 8) [Penelle et Baudin 1996], [Julliard, 2000].

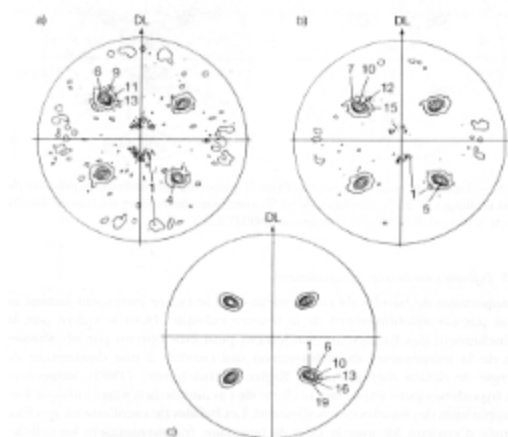


Figure 8 : Figures de pôles représentant l'évolution de la texture de recristallisation de l'alliage Fe 36%Ni laminé de 98% en fonction de la taille de grain avant laminage : a) 350 μ m, b) 160 μ m, c) 20 μ m [Penelle et Baudin 1996] (document Imphy-Ugine-Précision)

II.6 Formation de la texture cubique

Deux théories expliquent la formation de la texture de recristallisation cubique dans les matériaux CFC. La première théorie avance un mécanisme de germination orientée [Dillamore et Katoh, 1974] et la deuxième repose sur un mécanisme de croissance orientée [Barett, 1940] et qui sont à l'origine de nombreuses controverses [Julliard, 2000].

II.6.1 La germination orientée

Meyzaud et Réglé [Meyzaud et al., 1978] et [Réglé et al. 2000] ont considéré que la texture de recristallisation est due au développement préférentiel des germes potentiels présents dans la structure déformée et qui ont subi une restauration et une polygonisation rapide par rapport aux cristallites des autres orientations [Zidani, 2006].

II.6.2 Croissance orientée

D'après Beck [Beck et Hu, 1966] la théorie de la croissance orientée est fondée sur la croissance des grains désorientés d'environ 40° autour d'un axe $\langle 111 \rangle$ par rapport au grain voisin. De nombreux travaux ont tenté d'expliquer la texture de recristallisation de type Cube par ce mécanisme [Doherty et al. 1988].

D'après de récentes études [Humphreys et Hatherly, 1995, Doherty et al, 1995], les deux mécanismes doivent coexister, mais dans certains cas l'un peut prédominer : la germination orientée explique simplement l'existence de textures de recristallisation identiques à la texture de déformation.

Par ailleurs, dans les métaux de structure c.f.c. dont l'énergie de défaut d'empilement n'est pas très élevée (cuivre et ses alliages, acier inoxydable, austénite), il se forme au cours de la recristallisation et surtout de la croissance des composantes mineures correspondant aux orientations de macle de recuit. Celles-ci sont limitées par des joints cohérents qui coïncident avec le plan de macle (figure 9). Cependant, les décrochements sur ces faces ainsi que les extrémités des macles sont des interfaces incohérentes. Leur origine s'explique par la faible mobilité relative des joints de macle. Le processus de maclage crée de nouvelles orientations qui n'étaient pas présentes dans la matrice. En conséquence, la texture de recristallisation devient de plus en plus aléatoire, surtout avec l'apparition des nouvelles générations de macles de recuit [Goststein, 1984 et Baudin et al. 2003] [Jakani, 2004].

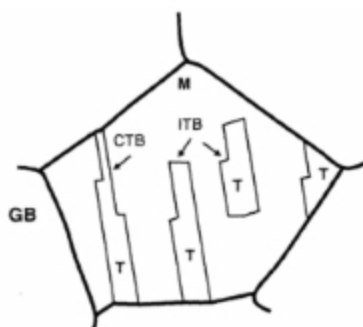


Figure 9 : Macles de recuit. a) interfaces cohérentes (CTB) et b) incohérentes (ITB) [Jakani, 2004].

Références bibliographiques

- [Aust et Rutter, 1959] K.T. Aust and J.W. Rutter, Transactions of the Metallurgical Society of A.I.M.E, Vol. 215, p. 119 (1959).
- [A. W. Bowen 1990] A. W. Bowen, Mater. Scio and Tech. 6, (1990). 1058.
- [Baudin et al. 2003] T. Baudin, F. Julliard, R. Penelle, La revue de métallurgie CIT/Science et génie des matériaux, p. 193 (2003).
- [Bailey et Hirsch, 1962] J.E. Bailey, P.B. Hirsch, Proceedings of Royal Society of London A, Vol. 267, p. 11 (1962).
- [Beck, 1950] P.A. Beck and P.R. Sperry, Journal of Applied Physic, Vol. 21, p. 150 (1950).
- [Bellier et Doherty 1977] S.P. Bellier, R.D. Doherty, Acta Metallurgica, Vol. 25, p. 521 (1977).
- [Barrett, 1940] C.S. Barrett, Trans AIME 137, p. 128 (1940).
- [Bourahla, 2007] S. Bourahla, Mémoire de magistère, Université de Mentouri, Constantine 2007.
- [Cahn, 1949] Cahn R. W. (1949). J. Inst. Metals, Vol: 76, p: 121.
- [Doherty et al., 1988] R.D. Doherty., G. Gottstein, J. Hirsch, W. B. Hutchinson, K. Lücke, E. Nes and P. J. Wilbrandt, (ICOTOM 8), p.563, The Metallurgical Society(1988).
- [Doherty et al., 1997] R.D. Doherty, D.A. Hughes, F.J. Humphreys, J.J. Jonas, D. Juul Jensen, K.E. Kassner, W.E. King, T.R. McNelley, H.J. McQueen and A.D. Rollett, Materials Science and Engineering, Vol A238, p. 219. (1997).
- [Donadille et al. 1989] C. Donadille, R. Valle, P. Dervin, R. Penelle, Acta Metallurgica, Overview n° 82, Vol. 37, N°6, p. 1547 (1989).
- [Doherty 1974] R.D. Doherty, Metal Science, Vol. 8, p. 132 (1974).
- [Doherty et al. 1995] R.D. Doherty, I. Samajdar, C.T. Necker, H.E. Vatne, E. Nes, Proceedings of the Sixteenth Risø International Symposium on Material Science, Edited by N. Hansen, D. Juul Jensen, Y.L. Liu, B. Ralph, Roskilde, Denmark, p. 1 (1995).
- [Doherty 1978] R.D. Doherty, Recrystallization of Metallic materials, editor F. Haessner, second edition, RiedererVerlag, Stuttgart, p. 23 (1978).
- [Dillamore et al. 1972] I.L. Dillamore, P.L. Morris, C.J.E. Smith, W.B. Hutchinson, Proceeding of Royal Society of London A, Vol 329, p. 405 (1972).
- [Dillamore et Katoh, 1974] I.L. Dillamore and H. Katoh, Metal Science, Vol. 8, p. 73 (1974).

- [Engler et Lücke 1992] O. Engler, K. Lücke, *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 27, p. 1527 (1992).
- [Favre et Doherty 1979] P. Favre, R.D. Doherty, *Journal of Materials Science*, Vol. 14,
- [Fellah, 2015] L. Fellah. Thèse de doctorat en science " l'effet de tréfilage et de recuit sur les fils électriques de cuivre, Université de Biskra, 2015.
- [Goststein, 1984] G. Bernardn, *Métallurgie Générale*, ed Maison. CIE (1969). 201.
- [Gottstein, 1984] G. Gottstein, *Acta Metallurgica*, Vol. 32, N°7, p. 1117 (1984).
- [Grewen et al. 1977] J. Grewen, T. Noda, D. Sauer, *Zeitschrift für Metallkunde*, Vol. 67, p. 260 (1977).
- [Haessner 1978] F. Haessner, *Recrystallization of Metallic materials*, editor F. Haessner, second edition, Riederer Verlag, Stuttgart, p. 1 (1978).
- [Humphreys and al.,1995] F.J. Humphreys et M. Hatherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Pergamon Press (1995).
- [Hu, 1986] H. Hu, *Proceedings of The Seventh Risø International Symposium*, Edited by N. Hansen, D. Juul Jensen, T. Leffers, B. Ralph, Roskilde, Denmark, p. 75 (1986).
- [Huang et al., 1999] X. Huang, D.J. Jensen and N. Hansen, *Proceedings of the fourth International Conference on Recrystallization Related Phenomena*, p: 161, The Japan Institute of Metals (1999).
- [Henry, 1995] J. Henry, Thèse de doctorat, Université de Paris Sud (1995).
- [Hutchinson 1992] W.B. Hutchinson, *Scripta Metallurgica*, Vol. 27, p. 1471 (1992).
- [Hu 1962] H. Hu, *Acta Metallurgica*, Vol. 10, p. 1112 (1962)
- [Hu 1963] H. Hu, *Recovery and Recrystallization of Metals*, edited by H. Himmel, AIME Interscience, p. 311 (1963).
- [Helen et al. 1991] J. Helen, R. Orsund, E. Nes, *Acta Metallurgica and Materialia*, Vol. 39, N°7, p. 1377 (1991).
- [Hutchinson 1989] W.B. Hutchinson, *Acta Metallurgica*, Vol. 37, p. 1047 (1989).
- [Humphreys et al. 1995] F.J. Humphreys, M. Ferry, C. Johnson, P. Paillard, *Proceedings of the Sixteenth Risø International Symposium on Material Science*, Edited by N. Hansen, D. Juul Jensen, Y.L. Liu, B. Ralph, Roskilde, Denmark, p. 87 (1995)
- [Humphreys 1977] F.J. Humpheys, *Acta Metallurgica*, Vol. 25, p. 1323 (1977).
- [Hirsch 1986] J. Hirsch, *Proceedings of The Seventh Risø International Symposium*, Edited by N. Hansen, D. Juul Jensen, T. Leffers, B. Ralph, Roskilde, Denmark, p. 349 (1986).

- [Hirsch 1990] J. Hirsch, *Recrystallization 90*, edited by T. Chandra, p. 759 (1986).
- [Hirsch et Engler 1995] J. Hirsch, O. Engler, *Proceedings of the Sixteenth Risø International Symposium on Material Science*, Edited by N. Hansen, D. Juul Jensen, Y.L. Liu, B. Ralph, Roskilde, Denmark, p. 49 (1995).
- [Jakani, 2004] S. Jakani, Thèse de Doctorat, Université Paris Sud (2004).
- [Jeong et Lee 1998] H.T. Jeong, D.N. Lee, *Scripta Materialia*, Vol 38, N°7, p. 1051 (1998)
- [Julliard, 2000] F. Julliard, Thèse de doctorat. Université Paris-Sud XI, 2000.
- [Liebmann et al. 1956] B. Liebmann, K. Lücke, G. Masing, *Zeitschrift für Metallkunde*, Vol. 47, p. 57 (1956).
- [G. Liao, 1998] G. Liao, *Etude Expérimentale des Cinétiques de Recristallisation et de Vitesses de Migration des Joints de Grains dans le Nickel écroui*. Université de Nantes (1998). 2.
- [Messager C. 1961.] Messager C. (1961). Thèse de doctorat: Etude par microscopie électronique en transmission des structures d'écrouissage et de recuit de l'Aluminium et de fer très purs. Université de Paris Faculté des sciences.
- [Montuelle J. 1958.] Montuelle J. (1958). Thèse de doctorat: Sur la mise en évidence de la compétition entre les phénomènes de polygonisation et de recristallisation. Université de Paris- Faculté de sciences.
- [Meyzaud et al. 1978] Y. Meyzaud, P. Parniere, B.J. Thomas and R. Tixier, *ICOTOM5*, p. 243, Verlag Berlin. Heidelberg. New York. (1978).
- [Necker et al. 1991] C.T. Necker, R.D. Doherty, A.D. Rollett, *Textures and Microstructures*, Vol. 14-18, p. 635 (1991).
- [Necker et al. 1994] C.T. Necker, R.D. Doherty, A.D. Rollett, *Materials Science Forum*, Vol. 157-162, p. 1021 (1994).
- [Phillibert et al. 1998] J. Phillibert, A. Vignes, Y. Bréchet, P. Combrade, *Métallurgie du minerai au matériau*, Masson, Paris (1998).
- [Pollnow D. and Penelle R.1968] Pollnow D. and Penelle R. (1968). *Revue de métallurgie*, Vol: 338, p: 1.
- [Pollnow D. 1972]. Pollnow D. (1972). Thèse de doctorat: Relations entre la cristallographie du glissement, la microstructure de déformation par traction à la température ambiante des monocristaux de fer et leurs divers stades de consolidation. Université de Paris Sud.
- [Penelle et Baudin 1996] R. Penelle, T. Baudin, Cent ans après la découverte de l'Invar, les alliages de Fer et de Nickel, G. Béranger, F. Duffaut, J. Morlet, J.F. Thiers eds, p. 203 (1996).

- [Ray et Lücke 1984] R.K. Ray, K. Lücke, Proceedings of the Seventh International Conference on Textures of Materials, edited by E. Mittelmayer et al., Noordwijker hood, Hollande, p. 287 (1984).
- [Réglé et al. 1999] H. Réglé, J.L. Christen, L. Lesne, A. Miroux and Y. Raulet. Proceedings of the 4th conference on Recrystallization and Related Phenomena, p.417. Japan (1999).
- [Riddha et Hutchinson 1981] A.A. Riddha, W.B. Hutchinson, Proceedings of The Sixth International Conference on Texture of Materials, Tokyo, p. 112 (1981).
- [Riddha et Hutchinson 1982] A.A. Riddha, W.B. Hutchinson, Acta Metallurgica and Materialia, Vol. 30, p. 1929 (1982).
- [Smatti, 2005] A. Smatti, Thèse de doctorat, LPCES, Orsay, 2005.
- [Speich and Fisher 1966] G. R. Speich and R. M. Fisher, Recrystallization, Grains Growth and Textures, ASM, Ohio (1966). 563.
- [Sindel et al. 1990] M. Sindel, G.D. Köhlhoff, K. Lücke, B.J. Duggan, Textures and Microstructures, Vol. 12, p. 37-46 (1990)
- [Talbot J. 1955] Talbot J. (1955). Thèse de doctorat : Sur la préparation de monocristaux de fer de haute pureté et sur certaines propriétés de ce métal. Université de Paris- faculté des sciences.
- [Theyssier et Driver] M.C. Theyssier, J.H. Driver, Materials Science and Engineering A, Vol. 272, N°1, p. 73 (1999).
- [Tsuji et al. 1995a] N. Tsuji, T. Takebayashi, T. Takiguchi, K. Tsuzaki, T. Maki, Acta Metallurgica and Materialia, Vol. 43, N°2, p. 743 (1995).
- [Tsuji et al 1995b] N. Tsuji, T. Takebayashi, T. Takiguchi, K. Tsuzaki, T. Maki, Acta Metallurgica and Materialia, Vol. 43, N°2, p. 755 (1995)
- [Walter et Koch 1963] J.L. Walter, E.F. Koch, Acta Metallurgica, Vol. 11, p. 923 (1963).
- [Zidani, 2006] M. Zidani, Thèse de doctorat, Université de Biskra 2006.

Chapitre III

*Matériaux et
méthodes de
caractérisation et
d'analyses*

III.1 Introduction

Le but de ce chapitre est de présenter le matériau étudié et les techniques expérimentales de préparation, de mesure et de caractérisation utilisées ainsi le traitement thermique de recuit appliqué sur les différents fils de cuivre tréfilés à 260°C pendant différents temps de maintien.

Les instruments de mesure, de caractérisation et d'analyse utilisées dans le cadre de cette thèse sont : la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage, la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD), la microdureté Vickers, l'essai de traction et les mesures de la résistivité électrique dont certaines ont permis de corréler la microstructure à la texture et aux propriétés mécaniques et électriques.

III.2 Choix de matériau

Le matériau étudié est fourni par la société de production des câbles électrique, ENICAB de Biskra. Dans notre étude, on a opté pour le fil machine en cuivre de type DUCAB de pureté 98.33 %, et de diamètre initial égal à 8.00 mm avec la composition chimique indiquée dans le tableau suivant :

Tableau 1 : Composition chimique de fil de cuivre

Eléments «DUCAB» 98.33 %	Fe	Zn	Ni	Pb
Résultat (% Max en mass)	0.021	0.003	<0.0044	<0.04

Pour réaliser cette étude plusieurs taux de déformation sont choisis (voir tableau 2). Les différents taux de réduction (ϵ) sont calculés à partir de l'équation suivante :

$$\epsilon\% = \frac{D_0^2 - D^2}{D_0^2} \times 100 \dots \dots \dots (\text{Eq.III. 1})$$

Où D_0 est la section initiale du fil (fil machine) et D est la section finale du fil (fil tréfilé).

Tableau 2 : Représentations des différents taux de déformation (ϵ) des fils de cuivre

Avant le tréfilage		Après le tréfilage			
Type de fil	Diamètre du fil D_0 (mm)	Nombre de passe	1 ^{ère} passe	5 ^{ème} passe	9 ^{ème} passe
Fil machine	8 mm	Diamètre (mm)	6,76	4,97	2,31
		$\epsilon\% = \frac{D_0^2 - D^2}{D_0^2} * 100$	$\epsilon_1=29\%$	$\epsilon_2=60\%$	$\epsilon_3=88\%$

Les différentes passes de réduction de la section du fil machine de cuivre au niveau de la tréfileuse industrielle sont présentés dans la figure (1)



Figure 1 : Représentations différentes passes au niveau de la tréfileuse à l'ENICAB de Biskra.

III.3 Traitements thermiques

Le traitement thermique a été réalisé dans un four électrique programmable de marque Nabertherm à l'université de Batna (figure 2), la température de recuit appliquée aux échantillon tréfilé et de 260 °C pour des temps de maintien variant entre 10, 30 et 60 minutes. Puis ils ont refroidi à l'air libre.



Figure 2 : Four de traitement thermique Nabertherm.

III.4 Préparation métallographique

III.4.1 Découpage et polissage

L'analyse micrographique se fait sur des surfaces polies et attaquées chimiquement, l'obtention de ces surfaces nécessite plusieurs stades :

- Découpage des fils des différents taux de déformation de longueur environs de 2,5cm.
- L'enrobage à froid dans des résines d'époxydes, durcissant a froid pour faciliter le polissage manuellement notamment des échantillons des petits diamètres.
- L'échantillon subit un polissage mécanique avec un papier abrasif de granulométrie de plus en plus fins (120, 320, 600, 1000, 2400, 4000) puis un polissage de finition à la pâte diamantée de $1\mu\text{m}$ à l'aide d'une polisseuse mécanique de type PRESI MECATECH P260 (Figure 3) [Ferhani, Dekhili, 2016].
- Après chaque polissage l'échantillon est nettoyé à l'aide de l'eau distillée puis séché à froid.



Figure 3: Polisseuse mécanique de type PRESI MECAPOL P260
(Laboratoire de physique, Univ -Biskra).

III.4.2 Attaque chimique

Afin de révéler la microstructure, l'échantillon est attaqué chimiquement avec un réactif approprié. Pour le cuivre pur, le réactif d'attaque chimique est l'acide nitrique (HNO_3) concentré (50 %), avec un temps d'attaque de 1 à 2 secondes. Pour les alliages Cu-%Mn avec des pourcentages atomiques en Mn de 5, 10 et 20 %, deux attaques différentes ont été utilisées qui sont :

- Un mélange composé de : 2 g $\text{K}_2 \text{Cr}_2 \text{O}_7$, 100 $\text{cm}^3 \text{H}_2\text{O}$, 8 $\text{cm}^3 \text{H}_2\text{SO}_4$ et 3 $\text{cm}^3 \text{HCl}$ avec un temps d'attaque de quelques secondes. L'utilisation de ce réactif permet la révélation de la microstructure initiale de nos échantillons.
- L'acide nitrique (HNO_3) concentré (50 %), avec un temps d'attaque de 2 à 3 secondes pour révéler la microstructure des échantillons recristallisés.
- 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 2 secondes suivie d'un rinçage à l'eau distillée.
- Le but attaque chimique est rendre les grains, les joints de grains et autres composants de la microstructure visibles lors de l'observation microscopique.

III.5. Techniques de caractérisation

III.5.1 Microscope optique (MO)

L'appareil utilisé est un microscope optique de type Olympus à différents grossissements de 50 à 1000 fois (figure 4). Cette technique de caractérisation métallographique nous a permis de mettre en évidence l'évolution des changements survenus à la microstructure lors de tréfilage et après le traitement thermique de recuit à 260°C pendant différents temps de maintien 10,30 et 60 minutes.



*Figure 4: Microscope métallographique de type Olympus
(Laboratoire de physique, Univ -Biskra).*

III.5.2 Microscope électronique à balayage (M.E.B)

Pour de meilleures observations, nous avons eu recours au microscope électronique à balayage de type (JEOL JSM-6360). Le fonctionnement d'un MEB repose sur l'interaction électron/matière figure (5) L'observation de la surface s'effectue par bombardement de la surface avec un faisceau d'électrons formé dans un canon, un point sur une surface réémet plusieurs signaux caractéristiques [William, 2002].

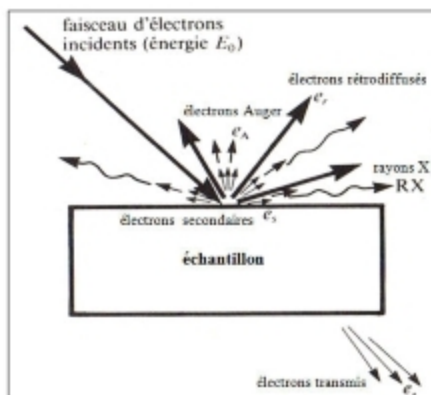


Figure 5 : Représentation schématique de l'interaction entre un faisceau d'électrons et la surface d'un échantillon [Bailon, et al. 1986].

L'échantillon est exposé à un faisceau d'électrons à l'intérieur d'un MEB. Les caractérisations de la microstructure et les analyses de la composition chimique par EDS des fils tréfilés et recuits ont été réalisées au laboratoire de recherche des Sciences et Génie des Matériaux (LSGM), USTHB-Alger

III.5.3 Analyse de la microdureté

L'essai de la microdureté Vickers est un essai mécanique qui consiste à calculer la valeur de la microdureté (HV) à partir de la longueur de la diagonale d'une empreinte laissée par le pénétrateur de l'appareil d'essai sur la surface de l'échantillon préparée soigneusement (assurer une bonne planéité de surface concernés pour la mesure). Une moyenne de mesure est calculé à partir de quatre essais sur la coupe longitudinale de chaque échantillon pour les fils tréfilés et recuits (figure 6). La pénétration s'efforce dans l'échantillon sous une charge constante $P=300g$ de manière monotone à vitesse constante pendant une durée de 15 ou 20 secondes réglable à volonté.



Figure 6: Microdureté Vickers du type 402MVD
(Laboratoire de physique, Univ -Biskra).

III.5.3.1 Principe de mesure

La microdureté HV peut être calculée manuellement par l'application de la formule suivante :

$$Hv = \frac{F}{S} \dots \dots \dots (\text{Eq.III. 2})$$

F : Charge appliquée en Kg F

S : La surface de l'empreinte en mm^2 .

La surface (S) s'obtient à partir de la mesure de la diagonale (d) en mm figure (7)
[Zidani, 2006]

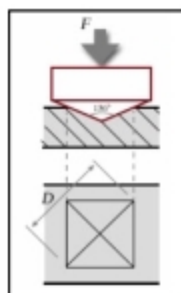


Figure 7 : Principe de la mesure de microdureté Vickers.

Soit

$$S = \frac{d^2}{2 \cos 22} \dots \dots \dots (\text{Eq.III. 3})$$

$$HV = \frac{18544.P}{d^2} \dots \dots \dots (\text{Eq.III. 4})$$

P : la charge en gramme force (gf)

d : diagonale en μm

HV : estimé en Kg mm^{-2}

Dans notre étude on a utilisé un microduretmètre Vickers de type 402 MVDZ (Laboratoire de physique de Biskra) avec une incertitude relative de 40X on note que chaque mesure correspond à une moyenne de 4 points au minimum.

III.5.3.2 Méthode de détermination de la fraction recristallisée

Les mesures de la microdureté de Vickers permettent d'évaluer la cinétique de la recristallisation et de calculer la fraction recristallisée à partir de la formule suivante [jakani, 2004]:

$$X_v(t) = \frac{HV_{initiale} - HV(t)}{HV_{initiale} - HV_{finale}} \dots \dots \dots (\text{Eq.III. 5})$$

HV_{finale} : La valeur moyenne de la microdureté du matériau complètement recristallisé.

$HV_{initiale}$: La valeur moyenne de la microdureté du matériau déformé.

$HV(t)$: La microdureté d'un état partiellement recristallisé à un temps de recuit (t).

III.5.4 Essai de traction

L'un des procédés expérimentaux les plus utilisés dans l'étude du comportement mécanique des matériaux est l'essai de traction. Ce procédé consiste à appliquer un effort de traction à une éprouvette et mesurer l'allongement correspondant à la rupture (L_r) et les paramètres mécaniques (Re, Rm...etc) directement et/ou à partir de la courbe de traction dessinée automatiquement lors de l'essai.

L'essai de traction est effectué sur des fils tréfilés et recuit à 260°C pendant différents temps de maintien. La machine utilisée est de type ZWICK/ROELL(Z100) avec une vitesse de déformation de 2 mm/min. Nous avons réalisé cette analyse au sein du laboratoire des essais mécaniques de l'entreprise ENICAB de Biskra. La machine est connectée à un micro-ordinateur

équipé d'un logiciel d'acquisition des données. Les déformations de l'éprouvette sont permanentes et irréversibles (Figure 8) [Farhani et Dakhli, 2016].



Figure 8: Machine de traction (ENICAB – Biskra) [Farhani et Dakhli, 2016].

Limite d'élasticité R_e :

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

$$R_e = F_e/S_0 \dots \dots \dots (\text{Eq.III. 6})$$

Résistance a la rupture :

$$R_r = F_r/S_0 \dots \dots \dots (\text{Eq.III. 7})$$

F_r : Effort de rupture

S_0 : Section initiale de l'éprouvette.

Allongement à la rupture $A\%$:

$$L_r = L_u - L_0 \dots \dots \dots (\text{Eq.III. 8})$$

L_r : l'allongement maximum de rupture

L_u : longueur de l'éprouvette après la rupture.

L_0 : longueur initiale de l'éprouvette.

$$A\% = \frac{l_u - l_0}{l_0} * 100 \dots \dots \dots (\text{Eq.III. 9})$$

III.5.5 Mesure de résistivité électrique

Les mesures de résistivité électrique ont été faites sur un pont de marque Résistoma de type 2303 (figure 9). Ces techniques dépendent dans une certaine mesure de la géométrie de l'échantillon.

Pour déterminer la résistance des échantillons en fils de longueur (L), on utilise une source de courant stable fournissant un courant régulier connu et deux sondes mesurant la chute de tension entre les deux points dont l'espacement est exactement connu (L=110 cm). Grâce à cela, cette résistance peut être convertie en résistivité.

La résistivité électrique est calculée par la formule :

$$\rho_{20^\circ C} = R \cdot S / L (\Omega \text{cm}) \dots \dots \dots (\text{Eq.III. 10})$$

R : résistance électrique (Ω)

S : section du fil électrique (cm^2)

L : longueur du fil électrique, 110 cm

Les mesures ont été réalisées au laboratoire d'analyse physique de l'entreprise ENICAB de Biskra.

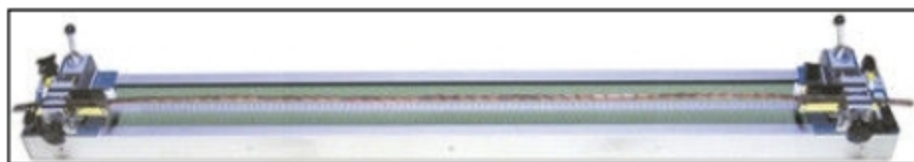


Figure 9 : Dispositif d'une Machine resistomat type 2303 bruster (ENICAB – Biskra).

III.5.6 Analyse par diffraction des rayons X

La diffraction se produit quand une radiation électromagnétique interagit avec les atomes d'un réseau cristallographique et quand la longueur de l'onde diffractée équivaut à l'espace inter-réticulaire. A partir des relations basées sur les découvertes de Laue et Bragg, la diffraction des rayons X peut être interprétée comme une réflexion sur une famille de plans {hkl}. Pour une famille donnée de plans cristallographiques {hkl}, de distance interréticulaire d , la relation de Bragg donne la relation entre l'angle d'incidence θ (angle de Bragg) du faisceau par rapport aux plans considérés {hkl}, sa longueur d'onde λ et :

$$2 d \sin \theta = n\lambda \dots \dots \dots (\text{Eq.III. 11})$$

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

Nous avons réalisé cette analyse au sein du laboratoire des diffractions des rayons x à l'université de Biskra sur un Diffractomètre de type PAN alytical X' Pert PRO (figure 10).



Figure 10: *Diffractomètre de type PAN alytical X' Pert PRO.
(Laboratoire de physique, Univ -Biskra).*

III.5.7 Analyse des orientations cristallographiques par l'EBSD

III.5.7.1 Préparation des échantillons de mesure

Les observations par microscope électronique à balayage (MEB) et plus particulièrement les mesures d'orientations locales par la technique d'EBSD demandent une préparation plus fine et plus soignée de la surface des matériaux d'étude. Une étape de

polissage mécanique au papier de granulométrie (1200,2000 et 4000) suivie d'un polissage à la pâte diamantée ($3\mu\text{m}$ et $1\mu\text{m}$) et puis d'un électropolissage (figure 11), permettant d'enlever la couche d'écrouissage issue par le polissage mécanique [Zidani, 2006] Ce dernier consiste à placer l'échantillon en tant qu'anode dans une cellule d'électrolyse, la cathode est en acier inoxydable. La tension appliquée est de 43 V et la température de polissage est de -2°C pendant 2 minutes [A. Akef., 1993].

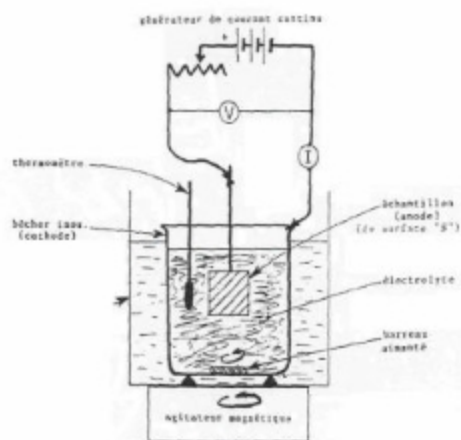


Figure 11 : Dispositif de polissage électrolytique [A. Akef., 1993].

III.5.7.2 Principe de mesure

L'EBSD est une technique qui utilise les électrons rétrodiffusés. Selon la figure (12.a) lorsque les électrons incidents arrivent sur l'échantillon, certains ont des interactions quasi-élastiques avec le noyau des atomes de l'échantillon. Puis, ils sont diffusés avec une faible ou « sans » perte d'énergie et leur direction de propagation est alors modifiée par cette interaction. Les électrons diffusés forment une source ponctuelle divergente en sous surface de l'échantillon (Figure 12.b). La propagation des électrons rétrodiffusés se fait dans toutes les directions et certains d'entre eux peuvent alors être diffractés par les plans cristallins $\{hkl\}$ des grains d'un matériau cristallisé et satisfaisant la loi de Bragg. Les électrons diffractés par une famille de plans créent un « cône de diffraction » (Figure 12.c) et lorsque ce cône est intercepté par un écran phosphorescent (l'écran du détecteur), une ligne de Kikuchi est obtenue. En fait, selon la figure (12.d) [Wang, 2014], deux lignes de Kikuchi presque parallèles sont obtenues pour une famille de plans (elles forment une bande de Kikuchi). Par conséquent, pendant l'analyse, pour un cristal donné, plusieurs bandes de Kikuchi peuvent

être obtenues [Venables et Harland, 1973] et [Dingley et Randle, 1992]. En comparant l'angle entre ces bandes à des angles théoriques, les plans correspondants à chaque bande de Kikuchi peuvent être déterminés et de fait l'orientation du cristal (Figure 12.e) [Wang, 2014]. Les caractérisations et les analyses des orientations locales des fils déformés et recristallisés par EBSD (FDP/FDOC) ont été réalisées au laboratoire de Synthèse et Propriétés des Matériaux Modélisation (SP2M), ICMMO, Université Paris-Sud.

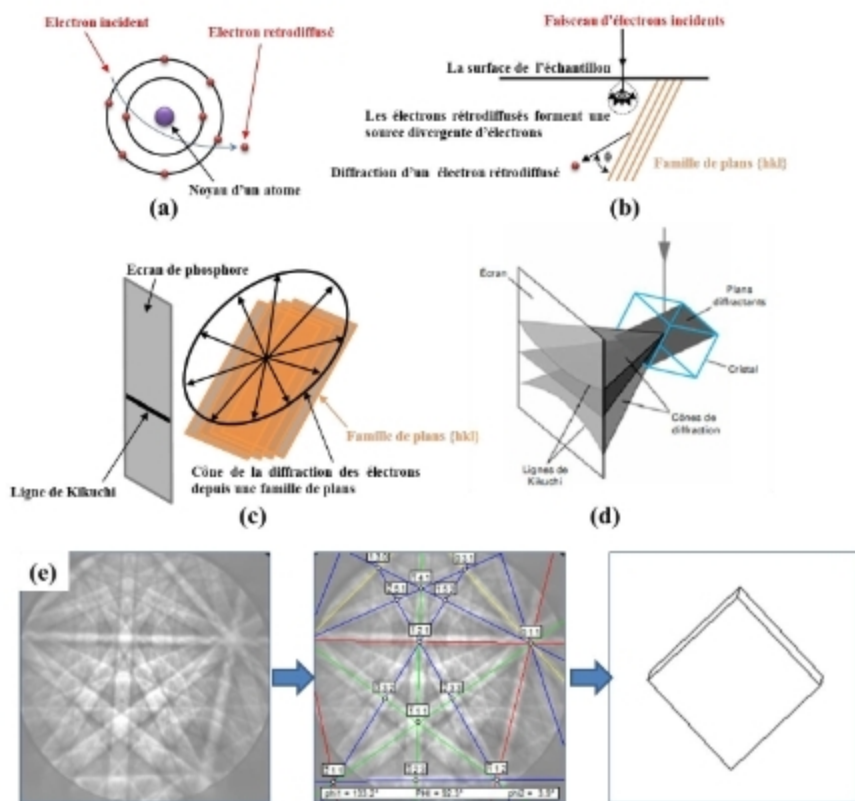


Figure 12 : Principe de l'EBSD : (a) production des électrons rétrodiffusés, (b) formation de la source ponctuelle divergente d'électrons, (c) formation de la ligne de Kikuchi, (d) formation de la bande de Kikuchi et (e) Détermination de l'orientation d'un cristal à partir du diagramme de Kikuchi. [D. Barbier, 2009]

Références bibliographiques

- [AKEF, 1993] A. AKEF, déformation en compression plane et recristallisation de monocristaux d'aluminium, Thèse de doctorat, de l'école nationale supérieure des mines de Saint-Etienne(1993).
- [Bailon, et all. 1986] [J.-P.Bailon, J.-M. Dorlot, J. Masounave, Des Matériaux. 2ème édition école polytechnique de montréal,1986.].
- [Barbier, 2009] D. Barbier, Etude du comportement mécanique et des évolutions microstructurales de l'acier austénitique Fe-22Mn-0.6C à effet TWIP sous sollicitations complexes, Thèse de doctorat, Université de Metz (2009).
- [Dingley et Randle, 1992] D.J. Dingley and V. Randle, Mater. Sci., Vol.27, p.4545. (1992).
- [Ferhani, et Dekhli, 2016] R. Ferhani, et H. Dekhli, Mémoire de Master, Université de Tébessa, 2016.
- [Hadid, 2012] Hadid, M.D. (2012). Mémoire de magistère, Ecole nationale polytechnique, Algérie
- [Pouchou, 2002] J.L. Pouchon, A. Ferrini, A. Denquin, D. Boivin, Y. Renollet et C. Gallais, L'analyse EBSD « Principe et application », Chap.2, Publication du Goupement National de MEB et Microanalyse, Ed. J.L. Pouchou, Université Paris-VI (Jussieu), Réunion thématique de décembre (2002).
- [Jakani., 2004] S. Jakani, Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé, Thèse de doctorat, Université Paris XI (2004).
- [Venables et Harland, 73] V.A. Venables and C.J. Harland, Phil. Mag.,Vol. 27, p.1193 (1973).
- [William, 2002] William D., Callister Jr., Science et génie des matériaux2002
- [Wing, 2014] W. Wing, Thèse de Doctorat, Université de Paris Sud. 2014.
- [Zidani, 2006] M.Zidani, Thèse de doctorat, Université de Biskra 2006

Chapitre IV

*Résultats et
interprétation*

IV.1 Introduction

Les fils de cuivre ont été tréfilés à froid industriellement jusqu'à une réduction de section de 88% après plusieurs passes de réduction successives. Après chaque passe le fil subit une quantité d'énergie qui provoque une modification de la microstructure et de la texture du matériau.

L'objectif de cette partie est de caractériser la microstructure et la texture et d'étudier le comportement mécanique et électrique du fil machine et des fils tréfilés. Afin de comprendre et suivre ces évolutions microstructurales mécaniques et électriques au cours de la déformation par tréfilage, certaines caractérisations ont été menées dans ce sens.

IV.2. Caractérisation de la structure des fils tréfilés

Le produit de départ est un fil machine de 8,00 mm de diamètre (Chap. 3, paragraphe III.2) et de structure relativement hétérogène, due à la vitesse de refroidissement lors de la mise en forme des fils entre la zone centrale et la périphérie. D'autre part l'examen à la microscopie optique des fils déformés, montre que les grains s'allongent et s'orientent parallèlement à l'axe de tréfilage et ils s'organisent selon une orientation privilégiée figure (I.a-c). Le matériau acquiert une structure texturée de morphologie [Lakhtine, 1982].

De même d'après les observations microscopique par MEB on remarque clairement la morphologie de la structure maclée du fil machine (figure 2. a). D'autre part les caractérisations des microstructures des fils déformés par MEB montre également une orientation préférentielle des grande nombre de grains avec l'augmentation de taux de réduction par tréfilage [Zidani et al. 2006], [Zidani et al. 2007].

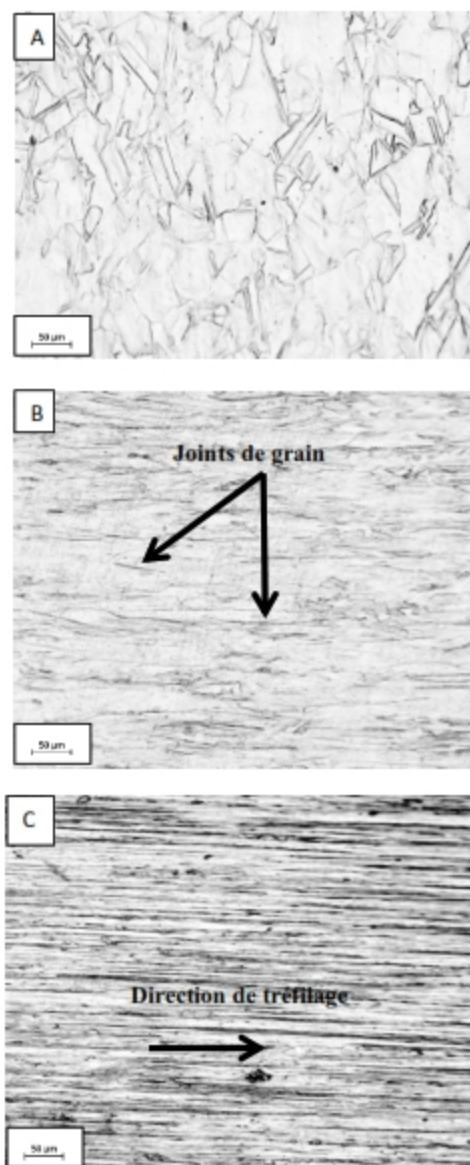


Figure 1: Microstructures optique de fil machine et fils tréfilés
A) Fil machine; B) fil tréfilé à 60% et C) fil tréfilé à 88%.

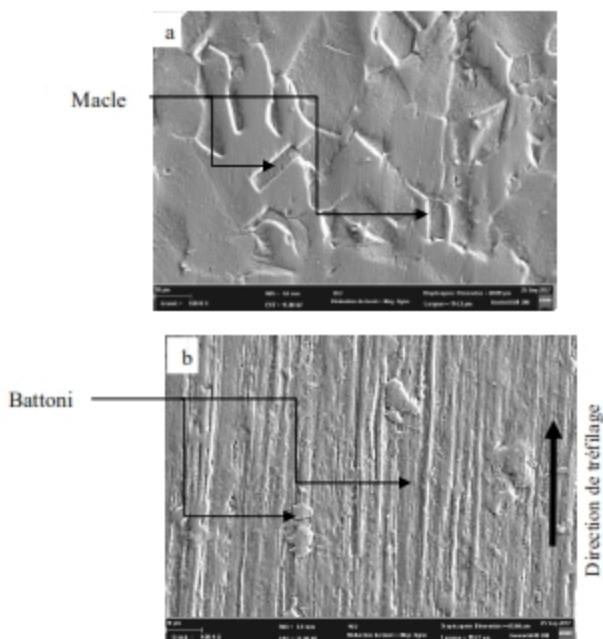


Figure 2: Microstructures en MEB du fil machine (a) et du fil tréfilé (b)

IV.3. Evolution des propriétés mécaniques et électriques des fils de cuivre en fonction de la déformation

Pour suivre le comportement mécanique et électrique des fils lors de procédé de tréfilage, nous présentons les informations et les résultats au tableau 1 ci-dessous avec des courbes tracées sur les figures (3, 4, 5 et 6).

Tableau 1: Evolution des propriétés mécaniques et électriques des fils en fonction du taux de déformation.

Diamètres des fils ϕ (mm)		Taux de déformation ϵ (%)	Charge à la rupture R_m (MPa)	Microdureté (HV) (la moyenne)	Allongement A(%)	Résistivité électrique ($\Omega \cdot \text{mm}^2/\text{m}$)
Fil-machine	8	0	235	96,9	39	0,01650
1 ^{ère} passe	6,76	29	322	109,8	4	0,01678
5 ^{ème} passe	4,97	60	414	118,2	2,5	0,01669
9 ^{ème} passe	2,31	88	464	137,1	2	0,01686

IV.3.1 Essais de la microdureté

Les mesures sont réalisées sur une coupe transverse des fils. Les échantillons sont polis mécaniquement avec du papier abrasif puis avec la pate diamantés de $1\mu\text{m}$. On mesure une dureté Vickers HV 0.3, c'est-à-dire avec une masse de 500 grammes a été choisie, pour maximiser les écarts de tailles d'empreinte, entre différents états.

L'évolution de la microdureté des fils tréfilé en fonction du taux de réduction par tréfilage à froid est représentée sur la figure 3. On remarque que la microdureté augment avec la déformation ε (%). Ce phénomène est appelé durcissement par écrouissage. Ce dernier est expliqué par l'augmentation dans le réseau des défauts supplémentaire introduit dans le matériau écrouis à savoir, les lacunes interstitielles, dislocation et éventuellement des macles [Fellah, 2015].

La déformation plastique par tréfilage conduit donc à une augmentation de la densité de dislocations. Plusieurs facteurs influent sur l'écrouissage tel que la composition chimique (impureté ou additive), le taux de déformation et les conditions de déformation (température, vitesse et mode de déformation) [Fallah, 2015].

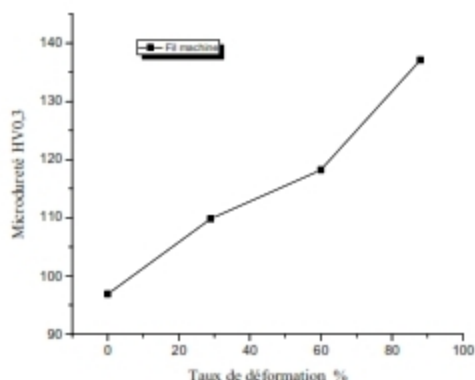


Figure 3 : Courbes d'évolution de la microdureté Vickers du fil de cuivre tréfilé à froid en fonction de la déformation.

IV.3.2 Essai de traction

Les figures (4) et (5) illustrent les résultats des essais de traction des fils de cuivre tréfilé à froid non recuit en fonction du taux de déformation. Nous remarquons une

augmentation de la résistance à la rupture en fonction du taux de la déformation, ceci est dû à la déformation plastique à froid qui conduit à l'écroutissage du matériau donc à son durcissement en effet; la déformation à froid entraîne une importante augmentation de la densité de dislocations dans le matériau [M. Zidani et al, 2016]. Et également elle s'ensuit d'une hétérogénéité de la microstructure et de la texture cristallographique à l'intérieur des grains. L'écroutissage d'un métal ou alliage a pour effet d'augmenter sa dureté et sa résistance mécanique (résistance à la rupture et la limite élastique) mais, en contre partie, de diminuer sa plasticité, c'est-à-dire son allongement à la rupture et son aptitude à la déformation (Figure5)[Hadid, 2012].

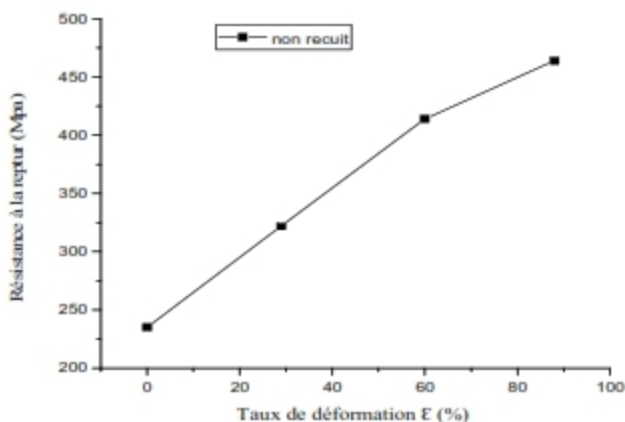


Figure 4 : Courbes d'évolution de la résistance à la rupture du fil de cuivre trefilé à froid en fonction de la déformation.

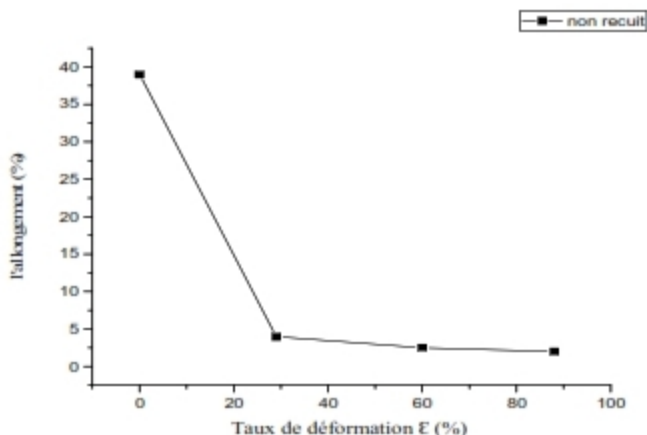


Figure 5 : Courbes d'évolution de l'allongement du fil de cuivre tréfilé à froid en fonction de la déformation.

IV.3.3 Mesure de la résistivité électrique

La conductibilité électrique est l'aptitude d'un matériau à faire circuler librement des charges électriques libres dont le courant électrique. Elle dépend de plusieurs facteurs : nombre d'électron de valence du matériau, la concentration du matériau, la température, etc. Les électrons sont relents par leur choc avec les atomes et l'on conçoit que la résistivité électrique soit affectée par tout ce qui détruit la continuité de la matière, ceci à toutes échelles : atomique, microscopique ou macroscopique. Dans notre cas le métal a subi une forte déformation à froid, alors il est affecté par l'effet de l'écroutissage qui perturbe profondément l'ordre du réseau cristallin et influe sur la résistivité électrique ce qui explique son augmentation progressive après chaque passe de tréfilage (figure 6) [Hadid, 2012].

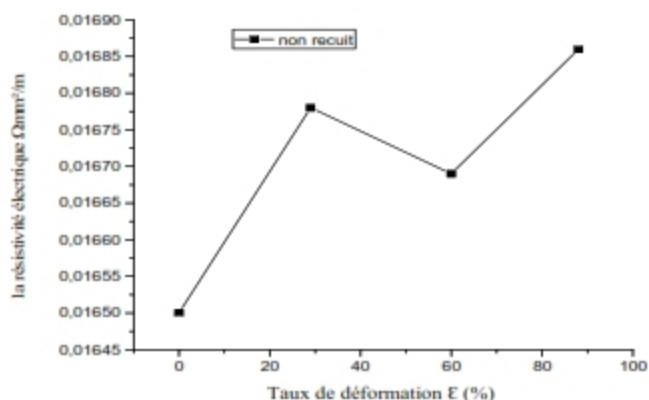


Figure 6 : Courbes d'évolution de la résistivité électrique du fil électrique de cuivre tréfilé à froid en fonction de la déformation.

IV.4 Analyse par diffraction des rayons X

Les diagrammes (θ - 2θ) de diffraction des rayons X ont été effectués sur deux échantillons. Le premier correspond au spectre du fil machine (figure 7), le second correspond au fil fortement déformé par tréfilage (figure 8). Le tableau (2) résume les variations sur la position des trois pics (111), (200) et (220).

Tableau 2: Déplacement des 3 premiers pics du diffractogramme du cuivre, de fil machine et fils tréfilé à 88%.

Echantillon	Etat	(hkl)	Taux de déformation (%)	Position 2θ (°)	$\Delta 2\theta = 2\theta_{\text{fil tréfilé}} - 2\theta_{\text{fil machine}}$ (°)
Fil machin	Non recuit	(111)	0	43,158	
Fil fortement tréfilé	recuit		88	43,362	-0,204
Fil machin	Non recuit	(200)	0	50,093	
Fil fortement tréfilé	recuit		88	50,429	-0,336
Fil machin	Non recuit	(220)	0	74,039	
Fil fortement tréfilé	recuit		88	74,265	-0,226

Le pic (111) et localisé par l'angle $2\theta = 43,158$ pour le fil machine et le fil fortement déformé. Le pic (111) se déplace dans le sens des grands angles pour avoir une nouvelle position par $2\theta = 43,362$. Soit une variation de $\Delta 2\theta = -0,204$. De même les pics (200) et (220) se déplacent vers les grands angles 2θ (décalage des pics vers l'adroite) respectivement avec des variations $-0,336$ et $-0,226$ (figure 6 et 7). Ce constat et du à la présence des dislocations, les tentions interne formé par la déformation plastique.

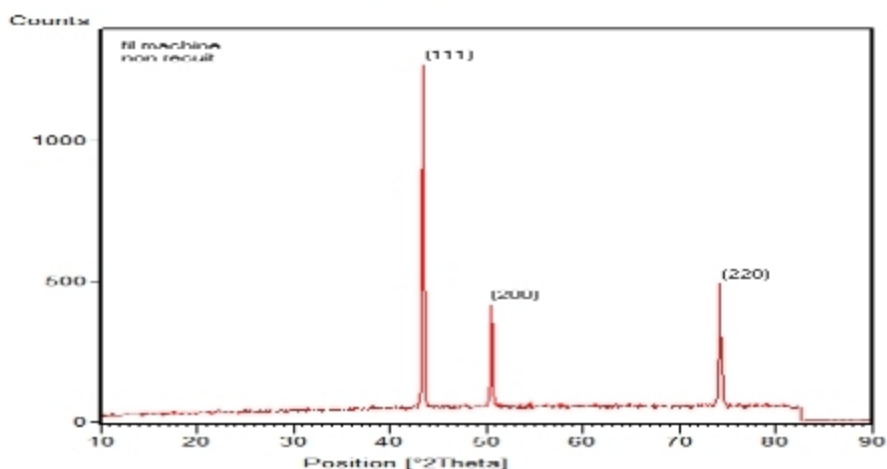


Figure 7: Diagramme de diffraction des RX de Fil machine.

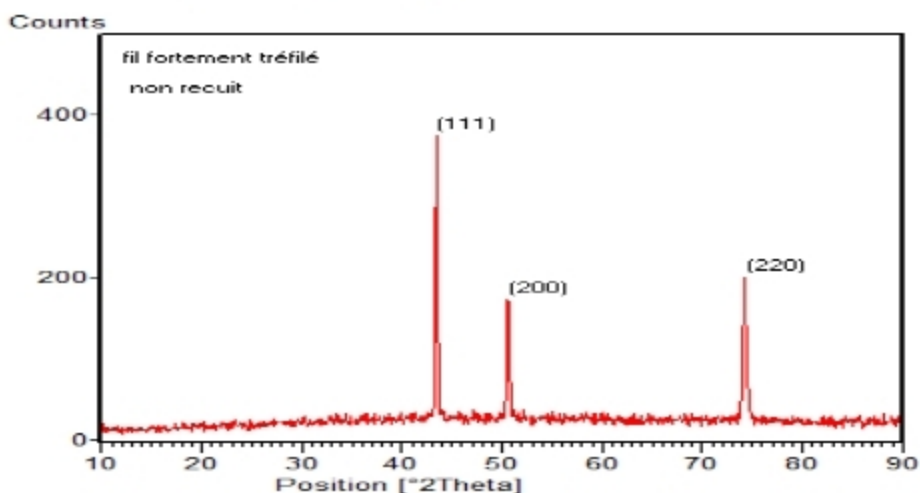


Figure 8: Diagramme de diffraction des RX de fil tréfilé à 88%.

Partie 2 : Etude et Caractérisation des fils tréfilés et recuits

IV.2.1 Introduction

Cette partie présente les résultats obtenus après traitements thermiques de recuit de fils tréfilés afin d'étudier l'influence combinée du taux de déformation par tréfilage à froid et de la température de recuit à 260°C pendant différents temps de maintien (10, 30 et 60 minutes) sur la cinétique de recristallisation et l'évolution de la texture cristallographique et les propriétés mécaniques et électriques.

IV.2.2. Caractérisation microstructural par MO/MEB des fils tréfilés et recuits

Les observations métallographiques par microscope optique montrent une recristallisation primaire des grains déformés après 30 minutes de maintien. Ce changement de l'état structural est très visible pour le fil fortement tréfilé (figure 9B). D'autre par la caractérisation de la microstructure de fil machine et fil tréfilé à 88 % par MEB confirme que la réaction de recristallisation est plus avancée dans le fil fortement déformé que le fil machine (figure 10A-B). Ce résultat est en accord avec les différents travaux et théories [Etter, et all, 2002], [Zidani, 2006], sur la recristallisation, car une forte déformation plastique conduit à une grande énergie stockée dans les fils par intermédiaire d'un nombre important de dislocations, ce qui cause le déclenchement du mécanisme de recristallisation.

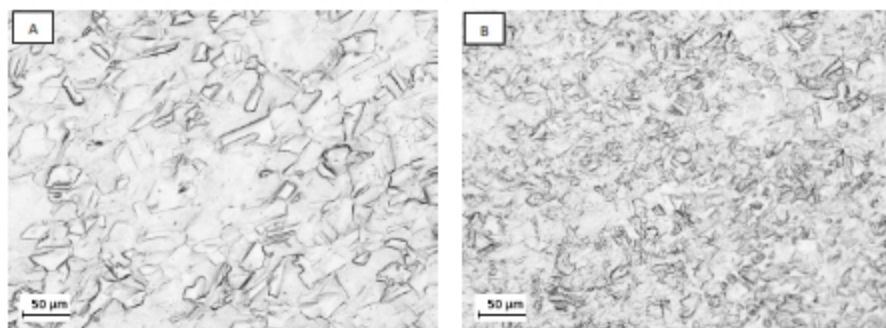


Figure 9: Microstructures du fil machine et du fil fortement tréfilé et recuits à 260°C pendant 30 minutes.

A) fil machine; B) fil tréfilé à 88%:

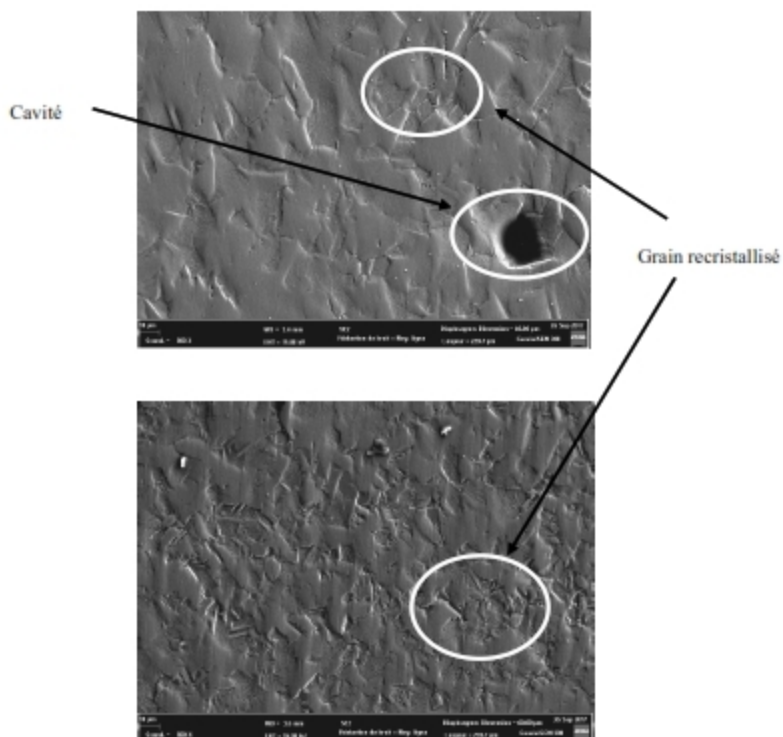


Figure 10: Microstructures en MEB du fil machine et du fil fortement tréfilé recuit à 260°C pendant 30 minutes.

A) fil machine; B) fil tréfilé à 88,09%

IV.2.3. Evolution des propriétés mécaniques et électrique des fils tréfilés et recuits

Le tableau (3) rassemble les résultats des propriétés mécaniques et électriques des fils tréfilés avant et après le recuit à 260°C pendant 10,30 et 60 minutes.

Tableau 3 : Evolution des propriétés mécaniques et électriques des fils et recuits en fonction du taux de déformation.

Etat de fil	Taux de déformation ε (%)	Propriétés mécaniques			Propriétés électriques	
		La charge à la rupture Mpa	Allongement A%	Microdureté	Résistivité Ωm	Conductivité $1/\Omega\text{m}$
Fil tréfilés	F M (0%)	235	39	96.9	0.01650	61.01
	ε_1 (29%)	322	4	109.8	0.01678	58.82
	ε_2 (60%)	414	2,5	118.2	0.01669	58.63
	ε_3 (88%)	464	2	137.1	0.01686	57.63
recuit (260°C-10min)	F M (0%)	227.61	42	76.8	0.01714	58.358
	ε_1 (29%)	301.10	5.5	118.2	0.01727	57.909
	ε_2 (60%)	312.4	6	120.8	0.1732	57.687
	ε_3 (88%)	321.93	7	122.2	0.1738	57.526
recuit (260°C-30 min)	F M (0%)	233	39	76.2	0.01650	60.60
	ε_1 (29%)	239	40	95.9	0.01678	59.59
	ε_2 (60%)	245	38	103.1	0.01669	59.91
	ε_3 (88%)	253	38	113.5	0.01686	59.31
recuit (260°C-60 min)	F M (0%)	224.33	47.5	57.1	0.01711	58.428
	ε_1 (29%)	249.15	31	38.75	0.01721	58.095
	ε_2 (60%)	250.01	32.2	38.75	0.01720	58.523
	ε_3 (88%)	250.24	33.5	50.2	0.01708	58.545

IV.2.3.1 Essai de la microdureté

La figure(11) représente l'évolution de la microdureté de l'ensemble des fils (fil machine et fils tréfilés) après le recuit à 260°C pendant 10,30 et 60 minutes de maintien. On remarque une diminution importante de la dureté de fil machine et fils tréfilés après 60 minutes de maintien (tableau 4). Par contre après 10 et 30 minutes de maintien la microdureté garde la même évolution que les fils tréfilé avant le recuit mais avec des valeurs relativement inférieurs à celles des fils déformés. Ce constat est en accord avec des travaux ultérieurs de Fellah [Fellah, 2015] sur les fils de cuivre ETP. On conclut que l'augmentation du taux de déformation conduit à l'augmentation de l'énergie stockée et le prolongement du temps de maintien de la température de recuit conduit à activée et amorcée les mécanismes de restauration et de recristallisation ce qui conduit à l'élimination progressive des contraintes

internes, tel que la disparition des défauts cristallins, l'annihilation des dislocations et le réarrangement de ces derniers dans des configurations à énergie minimale [Fellah, 2015].

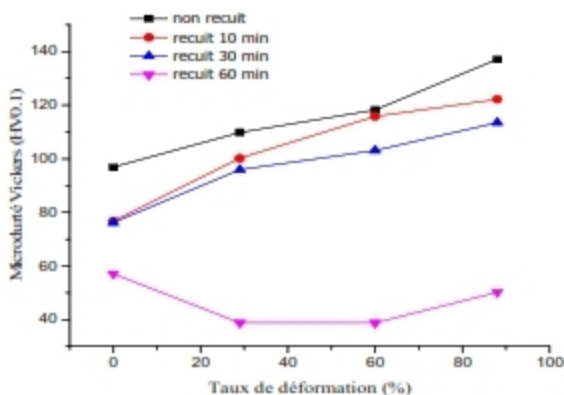


Figure 11: Evolution de la microdureté Vickers des Tréfilés et recuits en fonction de taux de déformation.

IV.2.3.2 Fraction Recristallisée

Un facteur d'avancement de la recristallisation a été déduit à partir des mesures de microdureté en fonction du temps de recuit par la formule suivante (Chap3 paragraphe III.5.3.2 page 89) :

$$X_v(t) = \frac{H_{v(\text{initial})} - H_{v(t)}}{H_{v(\text{initial})} - H_{v(\text{final})}} \dots \dots \dots \text{(Eq.III. 1)}$$

La figure(12) montre l'évolution du facteur d'avancement (X) en fonction de temps de maintien afin de mettre en évidence l'influence combinée du taux de déformation et la température de recuit à 260°C pendant différents temps de maintien sur la cinétique de recristallisation. Cette analyse a montré que la cinétique de recristallisation est en fonction du taux de déformation, plus ce dernier est élevé plus la vitesse de recristallisation est activée. On note que la fraction recristallisée est de l'ordre de ~15 à 20% pour l'ensemble des fils tréfilés après 10 minutes de recuit, cette durée représente le temps d'amorce de la

recristallisation à 260°C et de ~100% pour les fils fortement déformés après 60 minutes de maintien, contre ~80% après le même maintien du fil faiblement et moyennement tréfilés [Baira, et al. 2017].

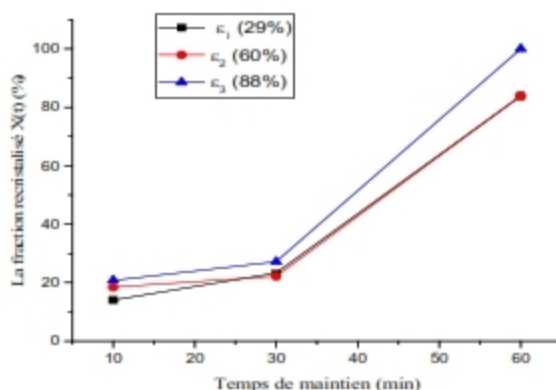


Figure 12: Evolution de la fraction recristallisée des fils tréfilés et recuit à 260°C en fonction du temps de maintien

IV.2.3.3 Essai de traction des fils tréfilés et recuits

D'après la figure (13) On observe que les échantillons déformés et/ou recuits ont toujours une dureté plus élevée par rapport au fil machine (non déformé). D'autre part on constate que les valeurs de la résistance à la rupture des fils tréfilés et recuit à 10 minutes sont inférieures à celles des fils déformés. De même on remarque une diminution importante de la résistance à la rupture après 30 minutes de maintien des fils tréfilés et qui tend vers une évolution quasiment stationnaire après 60 minutes de maintien au alentour d'une valeur de 250 MPA, proche de la valeur de la résistance à la rupture de fil machine non déformé (état initial) [Baira, 2017]. Ceci est dû à l'effet associé de la température et de prolongement de temps de maintien sur le comportement du matériau déformé, qui conduit à une diminution de l'énergie stockée causée par la déformation plastique par tréfilage et également la diminution de la densité de dislocations dans le matériau. Les résultats des essais de l'allongement à la rupture sur les fils déformés et recuits sont reportés sur la figure (14)

On remarque que le maintien à 260°C pendant 10 minutes ne provoque pas un changement notable sur l'évolution de l'allongement des fils déformés, c'est à dire une dilution de ce dernier avec le taux de déformation d'une façon similaire à celle des fils tréfilés

non recuit. Par contre on constate que la valeur de l'allongement devienne relativement identique pour l'ensemble des fils tréfilés après 60 minutes de maintien et qui est proche à celle de fil machine (environs 33%). On conclue que le recuit à 260°C permet le retour progressif des propriétés mécaniques des fils tréfilés vers un état proche de l'état initial (figure 11) [Baira, 2017].

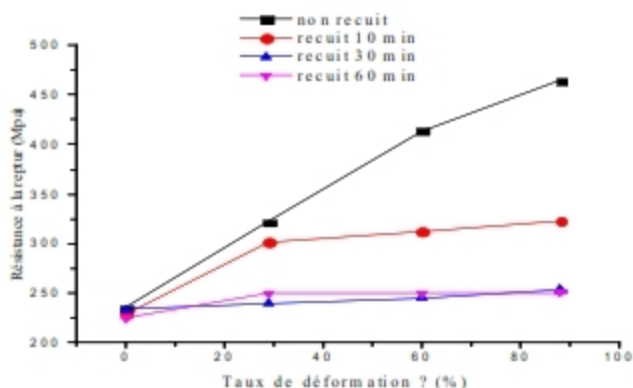


Figure 13 : Evolution de la Résistance à la rupture des fils tréfilés et recuits en fonction du taux de déformation.

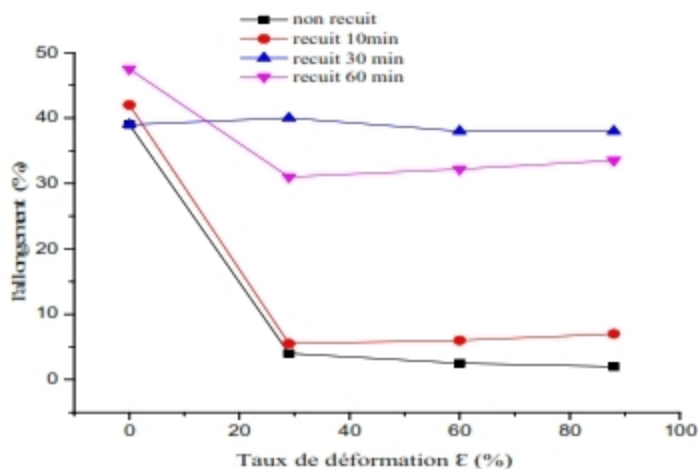


Figure 14: Evolution de l'allongement des fils tréfilés et recuits en fonction du taux de déformation

IV.2.3.4 Mesure de la résistivité électrique des fils tréfilés et recuits

La figure (15) montre la variation de la résistivité électrique des fils déformés et recuits à 260°C en fonction du taux de déformation par tréfilage. Nous avons constaté que les valeurs de la résistivité électrique de l'ensemble des fils tréfilés et recuits pendant 10, 30 et 60 minutes sont supérieures à celle des fils déformés (non recuit). D'autre part, la résistivité électrique reste toujours croissante avec la déformation au cours de recuit des fils tréfilés notamment après 10 minutes de maintien à 260°C. Des travaux ont montré que la résistivité électrique augmente avec la teneur en impuretés, et ce linéairement pour les très faibles teneurs jusqu'à 0,2% [Pops et Holloman 1994]. Selon les travaux de Pops [Pops et Holloman 1994], la conductivité électrique augmente avec l'ajout d'oxygène jusqu'à une teneur de 200 ppm en poids (pour Cu-ETP), puis décroît pour des teneurs supérieures. La teneur optimale en oxygène est choisie pour avoir un bon compromis entre les comportements au recuit (durée de recuit plus courte) et à la déformation, et ce, afin d'éviter des problèmes possibles de fragilisation du matériau au cours de la mise en forme par tréfilage [Jakani, 2004].

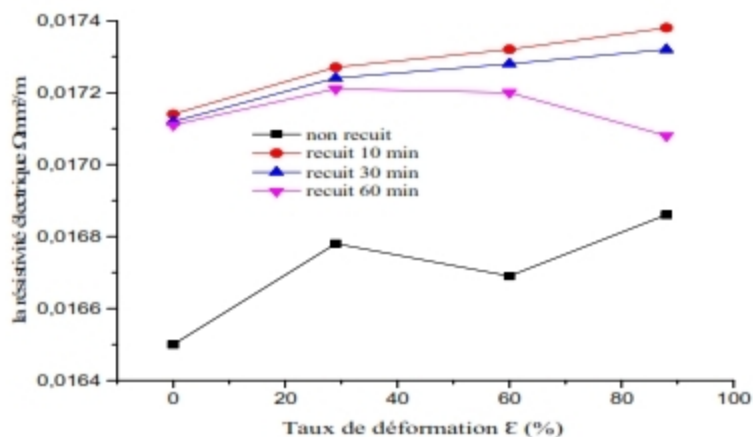


Figure 15 : Evolution de la résistivité électrique des fils tréfilés et recuits en fonction du taux de déformation.

IV.2.4 Analyse par diffraction des rayons X des fils tréfilés et recuits

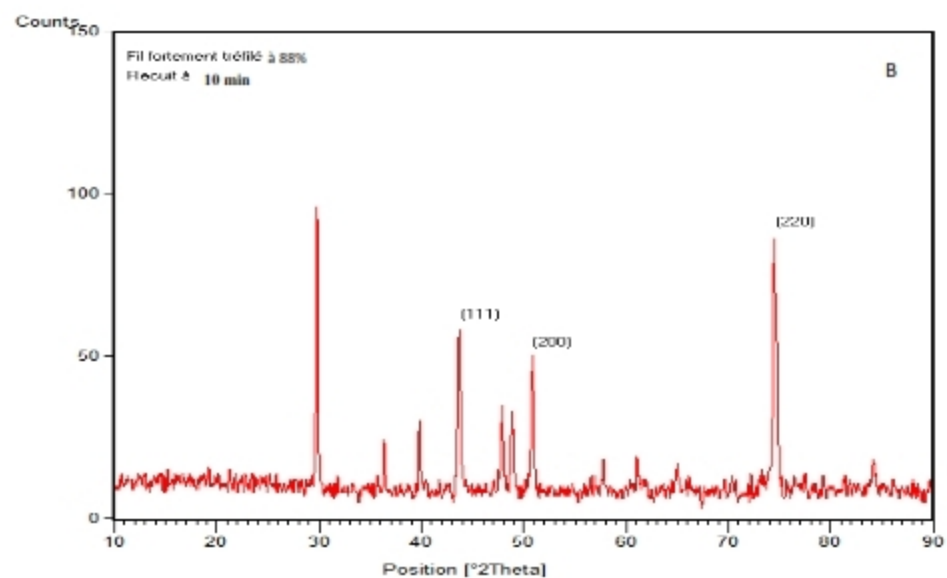
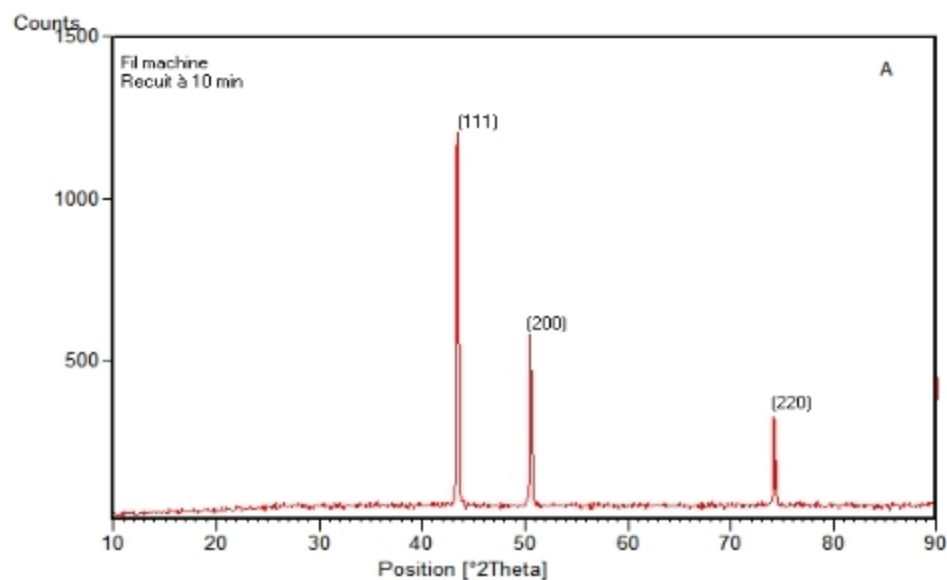
Le tableau (4) résume les variations des positions des trois pics (111, 200 et 220) obtenus par diffraction des rayons X effectuée sur deux échantillons (de fil machine et fil tréfilé à 88%) recuits à 260°C pendant 10 et 30 minutes.

fils tréfilés et recuits.

Tableau 4: Déplacement des 3 premiers pics du diffractogramme du cuivre de fil machine et

Echantillon	Etat	(hkl)	Taux de déformation (%)	Position 2θ (°)	$\Delta 2\theta = 2\theta_{\text{fil machine}} - 2\theta_{\text{fil tréfilé}}$ (°)
Fil machine	Recuit à	(111)	0	43,157	0,001
Fil tréfilé	260°C-10min		88	43,352	0,194
Fil machine	Recuit à	(111)	0	43,168	-0,01
Fil tréfilé	Recuit 30min		88	43,223	-0,065
Fil machine	Recuit à	(200)	0	50,089	0,004
Fil tréfilé	260°C-10min		88	50,435	-0,006
Fil machine	Recuit à	(200)	0	50,053	0,04
Fil tréfilé	Recuit 30min		88	50,329	-0,236
Fil machine	Recuit à	(222)	0	74,025	0,014
Fil tréfilé	Recuit 10min		88	74,263	-0,224
Fil machine	Recuit à		0	74,030	0,009
Fil tréfilé	Recuit 30min		88	74,259	-0,22

Pour les spectres de DRX des deux fils (fil machine et fil tréfilé à 88%) recuits à 260°C pendant 10 et 30 minutes, on constate un décalage du pic vers les petits angles (vers la gauche) expliqué par la détention du réseau cristalline dû à la diminution des défauts de la microstructure lors du traitement thermique de recuit [Fellah, 2015].



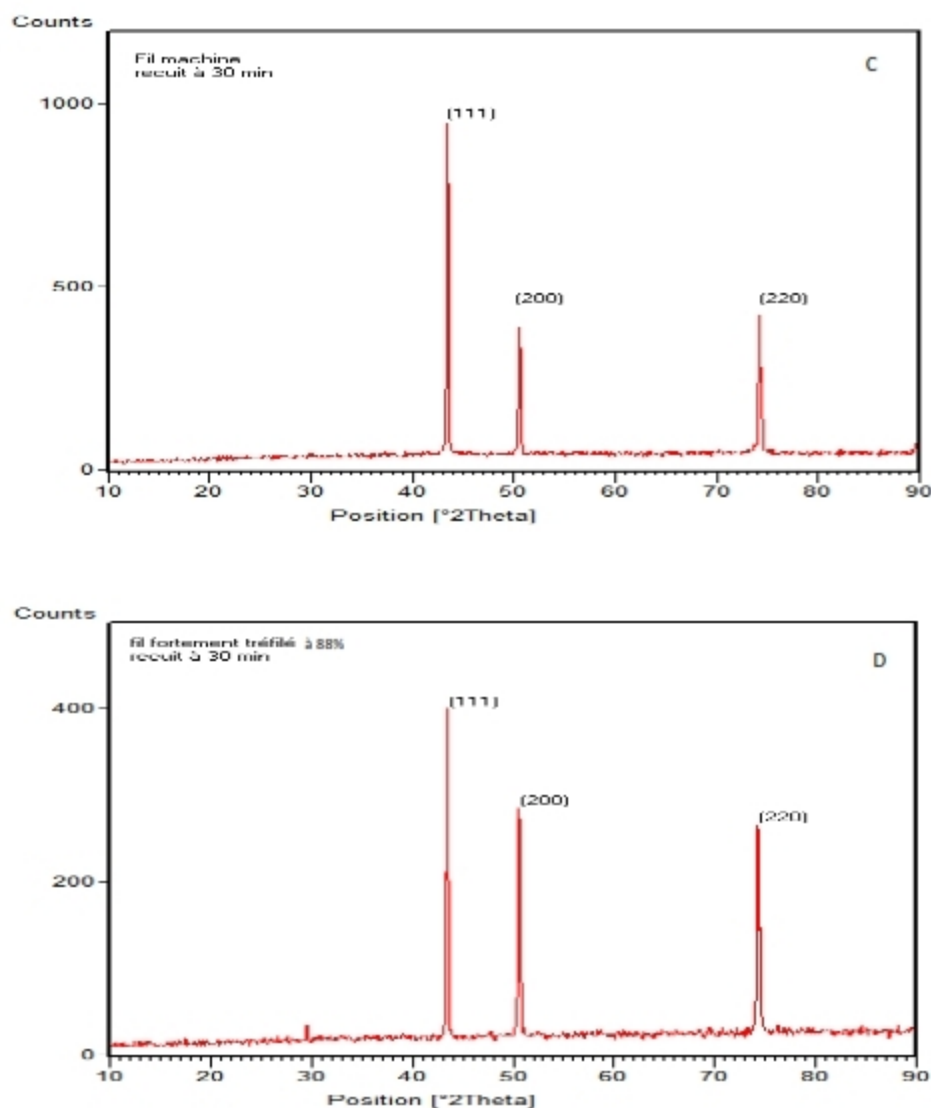


Figure 16 : Résultats du Spectres de diffraction des rayons X:

- A) fil machine recuit à 260 °C pendant 10 min.
- B) fil tréfilé à froid à 88 % et recuit à 260 °C pendant 10 min.
- C) fil machine de cuivre recuit à 260 °C pendant 30 min
- D) fil tréfilé à froid à 88 % et recuit à 260 °C pendant 30 min.

IV.2.5 Evolution de la texture de déformation par EBSD

Les cartographies reconstruites par EBSD ont été mesurées dans le plan (DL, DT) perpendiculaire à l'axe de tréfilage. Les scans explorent une zone de 500x 500 μm^2 , avec un pas de 0,5 μm permettant une bonne reconstruction de la microstructure de déformation.

L'observation des deux cartographies du fil machine et fil fortement déformé à 88% caractérisés par EBSD montre que les microstructures complètement différentes, ou la taille des grains et très fine à l'état de référence dans le fil fortement tréfilée (figure17). En revanche l'évolution de la taille des gains en fonction du taux de réduction par tréfilage montre que : plus le taux de déformation augmente et plus la tailles des grains diminuée (Figure 18) [Chen, 2011].

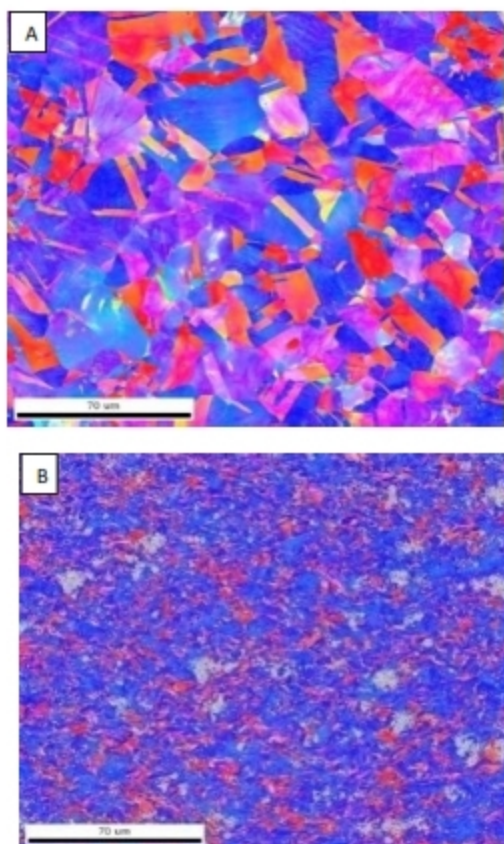


Figure 17 : Cartographie reconstruite par EBSD
a) fil machine. B) fil fortement déformé (88%)

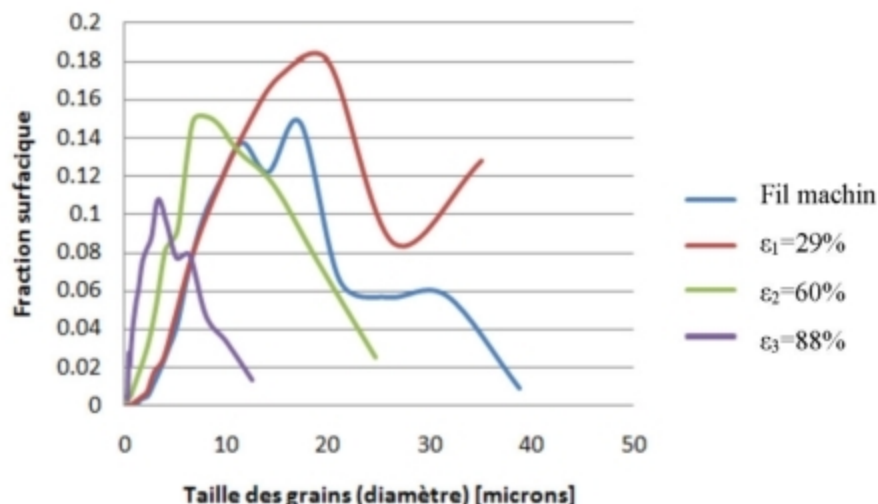


Figure 18: Evolution de la taille des grains des fils déformés en fonction du taux de déformation par tréfilage à froid.

IV.2.5.1 Caractérisation de la texture de déformation par FDP

La figure (19) montre les figurés de pôles directs de la texture $\{111\}$ obtenue par RX. On remarque que le maximum sur la figure de pole directe (111) du fil machine est de l'ordre de maximum $-1,753$ ce qui correspond à un état isotopique (sans texture). Les fils de cuivre ont été tréfilés à froid jusqu'à une réduction de section de 88% après plusieurs passes. Cette déformation entraîne des changements importants dans la microstructure et la texture. Après la déformation, il y a un renforcement notable de la texture (le niveau de l'intensité sur la figure de pôle directe (111) atteint 8.787).

On note que dans un polycristal lorsque les grains sont orientés au hasard l'anisotropie de chaque grain est masqué par la répartition aléatoire de leur orientation, il y a donc un quasi isotropie du matériau. Par contre on observe qu'il y'a un renforcement de l'intensité de texture avec le taux de déformation par tréfilage.

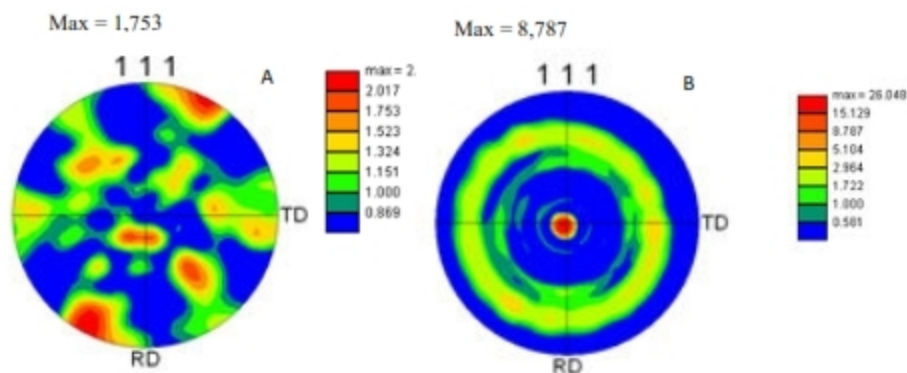


Figure 19: Figures de pôle réalisées par EBSD
 a) fil machine et b) fil tréfilée à 88%.

IV.2.5.2 Caractérisation de la texture de déformation par FDOC

Les coupes FDOC à $\phi_2 = 45^\circ$ mesurées par EBSD de fil machine et fil fortement à 88% sont représentées sur la figure (20).

La figure (20) montre Les coupes à $\phi_2 = 45^\circ$ des FDOC (la fonction de distribution de l'orientation cristalline) mesurée par rayons X sur le fil tel machine et fil tréfilé à 88%. La texture est composée principalement des deux fibres ; fibres $\langle 111 \rangle // ND$ (ND // axe de tréfilage) (majoritaire) et la fibre $\langle 001 \rangle // ND$ (ND // axe de tréfilage) (minoritaire) (figure 19 C). La fibre $\langle 001 \rangle // ND$ est constituée d'un renforcement $\{001\} \langle 110 \rangle$ qui est convoluté avec la composante $\{001\} \langle 120 \rangle$. De plus, on observe que la fibre $\langle 111 \rangle // ND$ est constituée par un renforcement principale $\{111\} \langle 112 \rangle$ correspondant au maximum de la FDOC (figure C). Selon Jakani [Jakani, 2004], les composantes de la texture sont accentuées lorsque le niveau d'impuretés augmente. De même d'après Dillamor [Dillamor, et Robert, 1965] les texture observe dans les fils d'une structure cubique a face centrée sont : $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ qui son a une direction cristallographique parallèle à l'axe du fil.

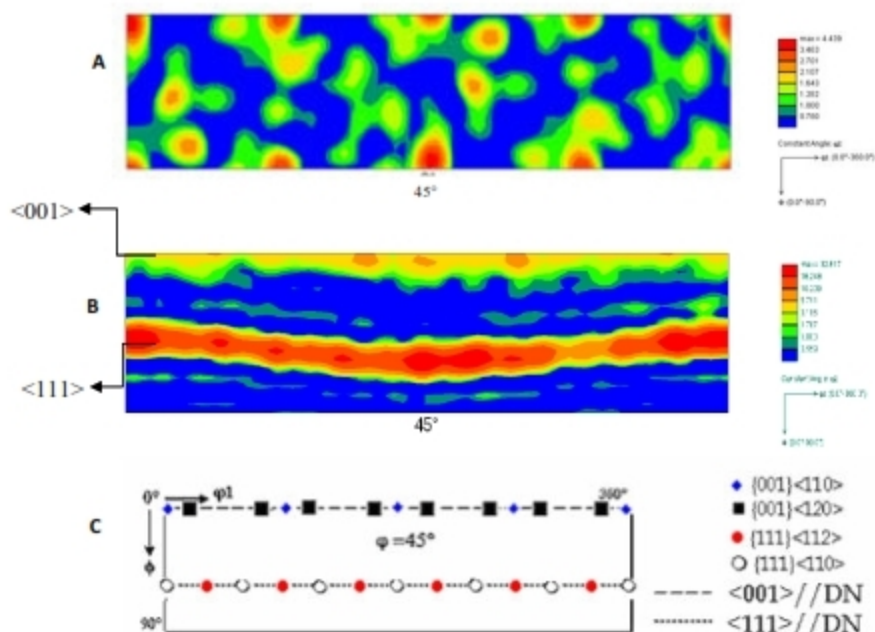


Figure 20 : coupe à $\varphi_2=45^\circ$ des FDOC obtenue par RX correspondante au : a) fil machine, b) fil tréfilée ($\varepsilon_3 = 88\%$) et c) position des orientations idéales.

IV.2.6. Evolution de la microstructure et la texture de recristallisation

IV.2.6.1 Recuit à 260°C pendant 10 min

L'analyse de différentes cartographies reconstruites par EBSD de la microstructure des trois fils différemment déformés (faiblement tréfilé à 29%, moyennement tréfilé à 60% et fortement tréfilé à 88%) sont représentées dans la figure (21). On remarque une diminution globale de la taille des grains de fil faiblement déformé à 29% après un maintien de 10 minutes à 260°C (voir figure 17 B), ce changement de la taille de grains est dû à la réaction de recristallisation causée par l'effet de la déformation appliquée au fil machine. On doit noter que les caractérisations de la microstructure réalisés par MO/MEB n'ont pas pu de révéler clairement ce changement microstructurale lors de recuit des fils faiblement déformés et après 10 minutes de maintien.

D'autre part on remarque une diminution de la taille des grains en fonction du taux de déformation lors de recuit à 260°C des fils tréfilés après le même maintien (10 minutes)

(figure 20). Cette diminution est remarquable pour le fil fortement tréfilé à 88% (figure 21 A, B, C). Car une forte déformation plastique conduit à une augmentation importante de l'énergie stockée dans les grains déformés (élévation de nombres des dislocations) qui provoque le déclenchement du mécanisme de recristallisation (germination, recristallisation primaire et croissance des grains) lors de recuit du matériau déformé juste après les premiers temps de maintien [Jakani, 2004]

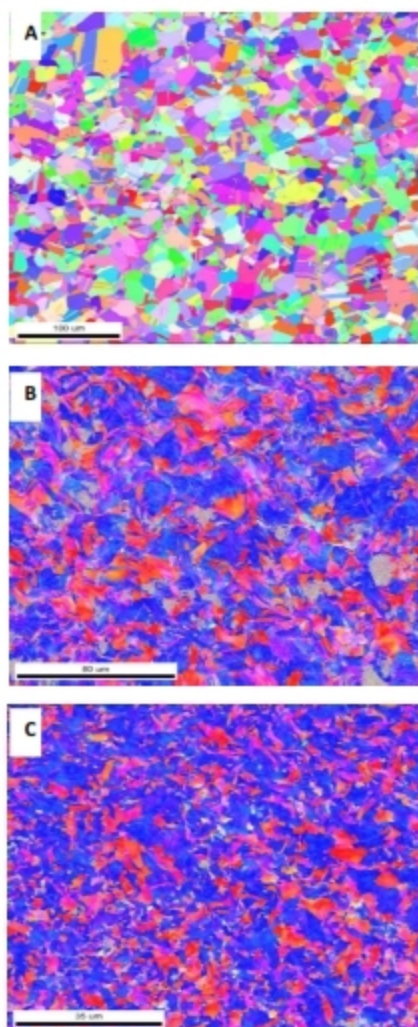


Figure 21: Cartographie reconstruite par EBSD des fils de cuivre tréfilés et recuits à 260C° pendant 10 min : A) fil tréfilé à 29%.
B) fil tréfilé 60%. C) fil tréfilé 88%

IV.2.6.2 Caractérisation par RX (FDP/FDOC) des fils tréfilés et recuit à 10 min

La figure (22) montre que le maximum de l'intensité sur la figure de pôle directe $\{111\}$ du fil machine recuit à 260°C après 10 minutes de maintien et de l'ordre Maxi=6,175 ce qui correspond à un état isotopique relativement similaire à celui de fil machine non recuit (état initial). Par contre on observe qu'il y'a renforcement de l'intensité de la texture avec le taux de déformation par tréfilage. On note cependant que les maximas des densités de pôles son plus élevés pour les fils moyennement et fortement tréfilé (respectivement Max= 21,986 et Max=22,404) figure (22c et 22 d).

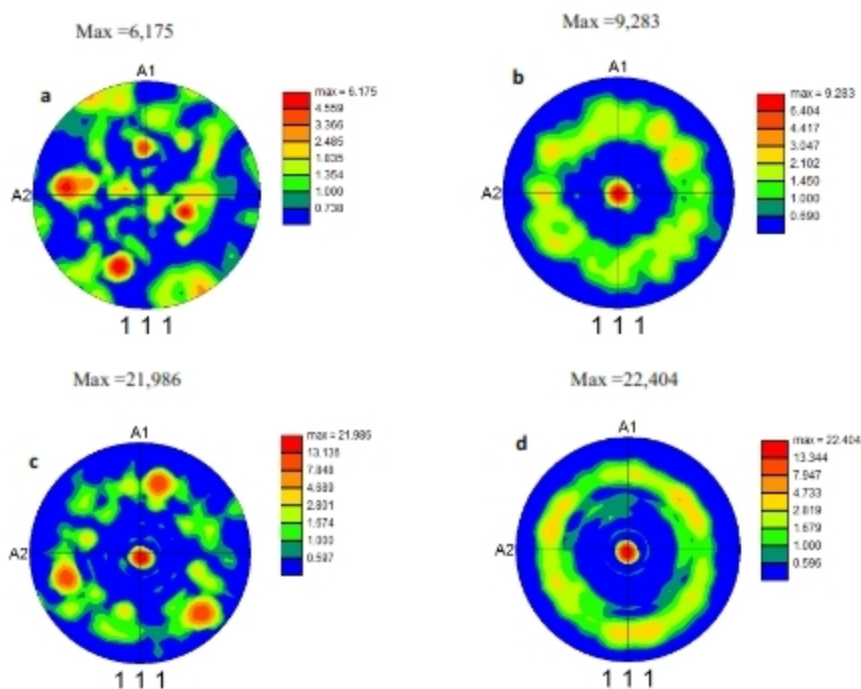


Figure 22 : Figures de pôle obtenu par RX correspondante au fils tréfilés et recuits à 260°C pendant 10 min : a) fil machine
 b) fil tréfilée à 29%.c) fil tréfilée à 60%.b) fil tréfilée à 88%.

Les figures (23) présente les coupes de la FDOC à $\varphi_2=45^{\circ}$ mesurées par EBSD de fil machine et fils tréfilés est recuits à 170°C pendant 10min.

La texture de fibre majoritaire $\langle 111 \rangle // \text{DN}$ est moins marquée que la fibre minoritaire $\langle 001 \rangle // \text{DN}$ après 10 minutes de maintien à 260°C des fils tréfilés (figure 23a-c), car ce temps de maintien de recuit provoque la recristallisation des grains déformés mais avec une cinétique moins accélérée, du fait que la texture de fibre observée après ces premiers temps de recuit est moins accusée même au forte déformation (figure 23 d). D'après [Hutchinson et Nes, 1986], on considère que la texture de recristallisation est due au développement préférentiel des germes potentiels présents dans l'état tréfilé (Germination orientée).

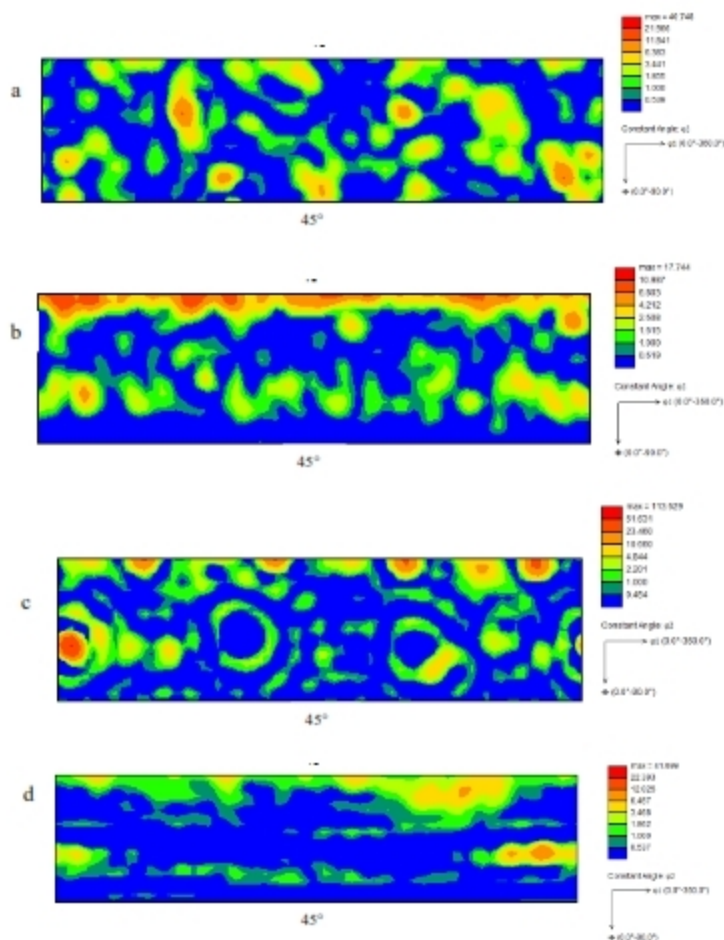


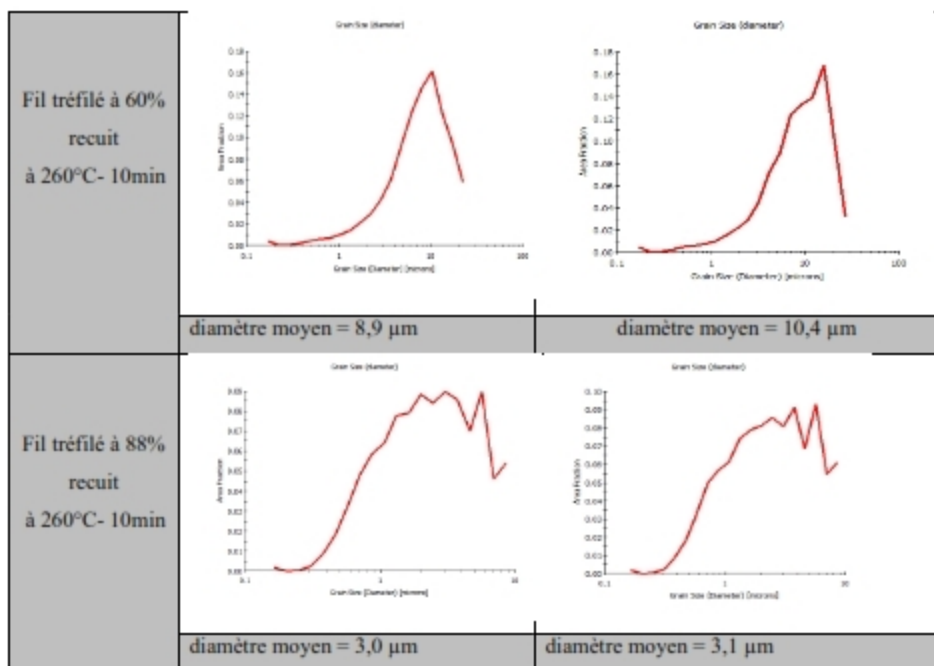
Figure 23 : Coupe à $\phi_2=45^\circ$ des Figures de pôle obtenue par RX correspondante
 au : a) fil machine, b) fil tréfilé à 29%,
 c) fil tréfilée à 60% ; d) fil tréfilée à 88%.

IV.2.6.3 Analyse de la taille des grains recristallisés à 260°C pendant 10 min

Le tableau (5) présente les analyses de la taille moyenne des grains recristallisés à 260°C pendant 10 min de fil machine et fils tréfilé respectivement à (29 %, 60 % et 88 %) sans et avec macle. L'analyse de la taille moyenne de grains pour le fil machine montre une différence remarquable (la taille moyenne de grains du fil machine avec macle et sans macle sont respectivement de l'ordre de 12,8 μm et 23,7 μm). Cette taille moyenne des grains maclés et non maclés diminuée avec l'augmentation du taux de déformation jusqu'elle atteindre une valeur pratiquement quasiment identique de 3 μm après 88% de déformation.

Tableau 5 : Représentation des tailles des grains avec et sans macles

Etat de fil	Taille moyen des grains	
	Avec macle	Sans macle
Fil machine		
	diamètre moyen = 12,8 μm	diamètre moyen = 23,7 μm
Fil tréfilé à 29% recuit à 260°C- 10min		
	Diamètre moyen = 12,9 μm	diamètre moyen = 15,1 μm



IV.2.7. Evolution de la microstructure et la texture de recristallisation

IV.2.7.1 Recuit à 260 pendant 30 min

L'analyse des cartographies reconstruites par EBSD de fil machine et fil fortement tréfilé et recuit à 260°C pendant 30 min à permet d'observé la formation de nouveau grain (plus petite et leur nombre et plus important) d'une façon remarquable et très visibles pour le fil fortement tréfilé (Figure 24), ce phénomène connu par : recristallisation. On doit noter que Le mécanisme de recristallisation a lieu immédiatement après les premières minutes de maintien

(10 minutes) à 260 ° C, en particulier pour le fil plus déformé, et de même la cinétique de recristallisation et accéléré avec le prolongement du temps de maintien (figure 26). Ce résultat est en accord avec les résultats obtenus par des différents travaux et théories sur réaction de recristallisation [Jakani, 2004].

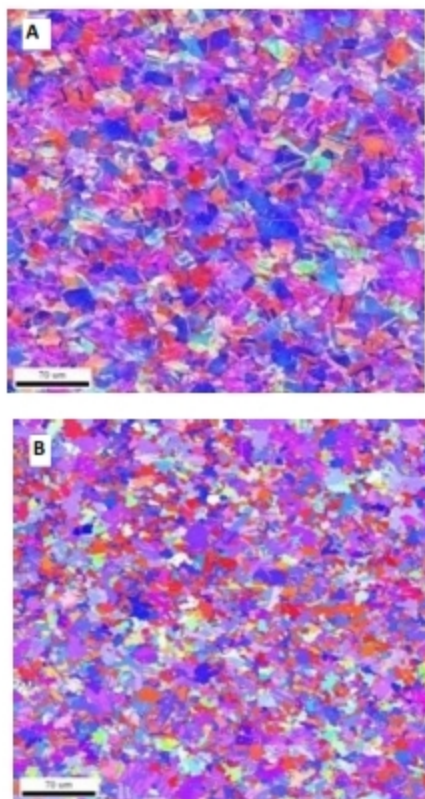


Figure 24: Cartographie reconstruite par EBSD

A) fil machine. B) fil tréfilé à 88%.

La taille moyennes des grains de fil machine et des différents fils tréfilés et recuit à 260°C pendant 30minutes mesurés par EBSD sont présentés sur les figure (25). On remarque une diminution globale de la taille moyenne des grains recristallisés par rapport à celle des grains déformés (état tréfilé). Cette diminution est remarquable avec la déformation est qui tend vers une valeur relativement similaire après 60% de déformation. En revanche le recuit à 260°C pendant 30minutes conduit à une nouvelle microstructure relativement homogène en particulier pour les fils fortement déformés (figure 22d). Ce phénomène d'affinement des grains déformés est dû à la réaction de recristallisation engendrée par le recuit appliqué aux fils tréfilés.

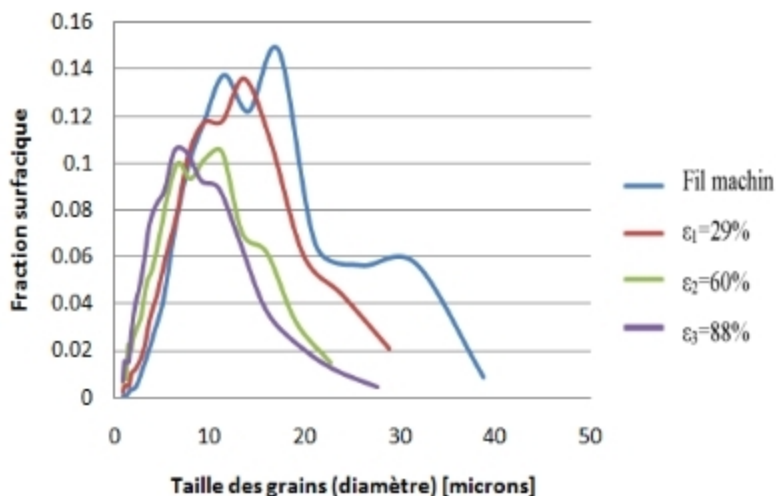


Figure 25 : Evolution de la taille des grains recrystallisés après 30 min de recuit à 260°C en fonction du taux de déformation par tréfilage à froid.

IV.2.7.2 Caractérisation par (FDP/FDOC) des fils tréfilés recuit à 30 min

La figure (26) présente les figures des pôle direct {111} de fil machine et fil fortement tréfilé recuit à 260°C pendant 30 min mesurés par EBSD/RX. On observe qu'il y a un renforcement de l'intensité de la texture par l'effet de écrouissage et de traitement de recuit qui atteint la valeur maximale de 6,845 (figure b). Ce qui correspond à un état anisotrope. On conclure que le recuit à 260°C pendant 30 min provoque une augmentation de l'acuité de la texture déjà produite par la déformation.

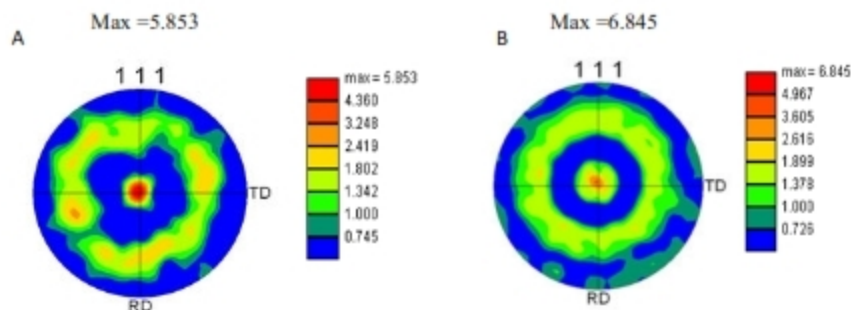


Figure 26: Figure de pôle obtenue par RX correspondante au :
a) fil machine, b) fil tréfilé ($\epsilon_3 = 88\%$).

L'étude de l'évolution des composants de la texture de fil machine et fil fortement tréfilé à 88% lors du recuit à 260 ° C pendant 30 ° par FDOC (mesurés par EBSD) ont montré que: la texture de recristallisation est composée de composants principaux comme la texture de tréfilage, fibres $\langle 111 \rangle // ND$ et $\langle 001 \rangle // ND$ (fig.5a). L'acuité de la fibre $\langle 001 \rangle // ND$ semble maintenir moins que la fibre $\langle 111 \rangle // ND$. Les intensités $\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ sont plus proches que dans l'état déformé. On note que les deux fibres; $\langle 111 \rangle // DN$ majoritaire et $\langle 001 \rangle // DN$ minoritaire sont constitués des mêmes renforcements observés à l'état déformé.

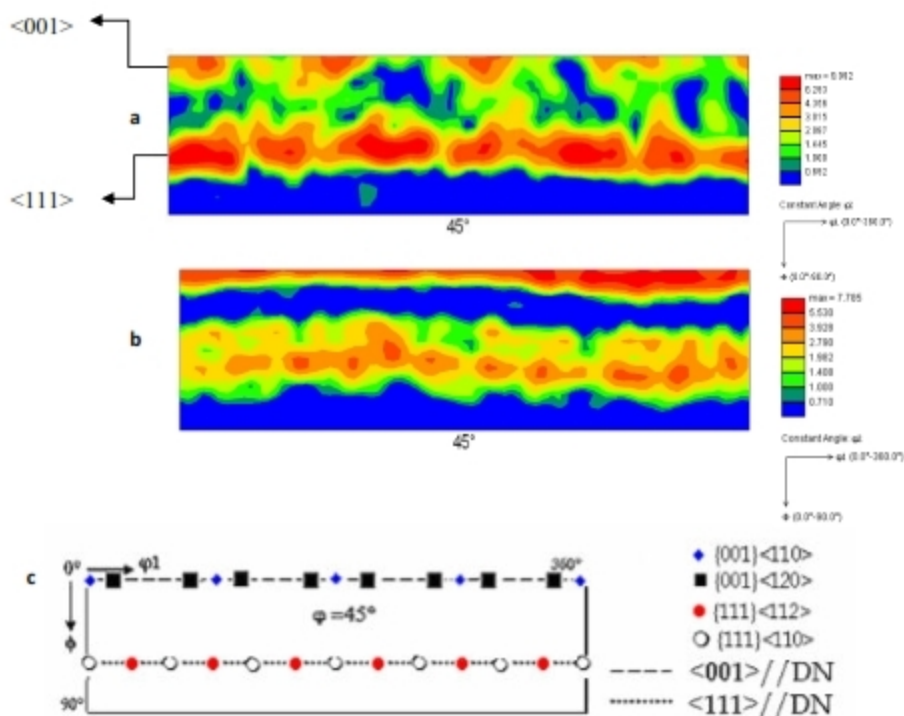


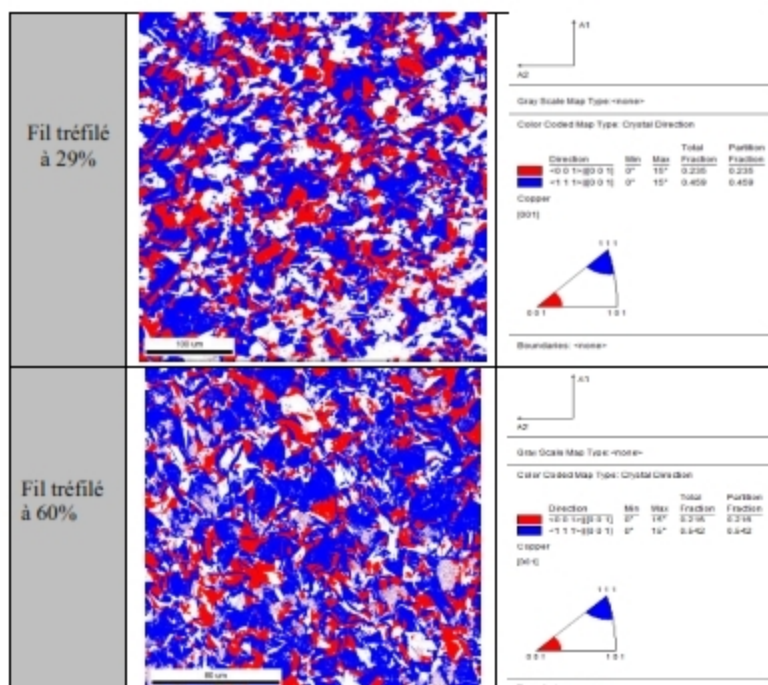
Figure 27 : Coupe à $\phi_2=45^\circ$ des Figures de pôle obtenue par EBSD correspondante au :a) fil machine, b) fil tréfilée ($\epsilon_3 = 88,09\%$) et c) position des orientations idéales.

IV.2.7.3 Evolution de la fraction volumique lors de recuit

Les fractions volumiques de chaque composante de texture ont été déterminées après recuits à 260°C pendant 30 minutes pour les trois fils différemment tréfilés, mesurées à partir des cartographies des fils tréfilés et recuits reconstruites par EBSD (figure 28). Les résultats sont résumés dans le tableau (6).

Tableau 6 : Fractions volumiques des principales composantes de texture (fibre: $\langle 111 \rangle // DN$, fibre: $\langle 001 \rangle // DN$ et partie aléatoire) du fil de cuivre tréfilé à froid et recuit à 260°C à 30min.

Taux de déformation (%)	Fraction volumique (%)		
	Fibre majoritaire $\langle 111 \rangle // DN$ (111) $\langle 110 \rangle + (111)\langle 112 \rangle$	Fibre minoritaire $\langle 001 \rangle // DN$ (001) $\langle 120 \rangle + (001)\langle 110 \rangle$	Fibre aléatoire
29	45,90	23,50	30,60
61	54,20	21,60	24,20
88	60,50	20,40	19,10



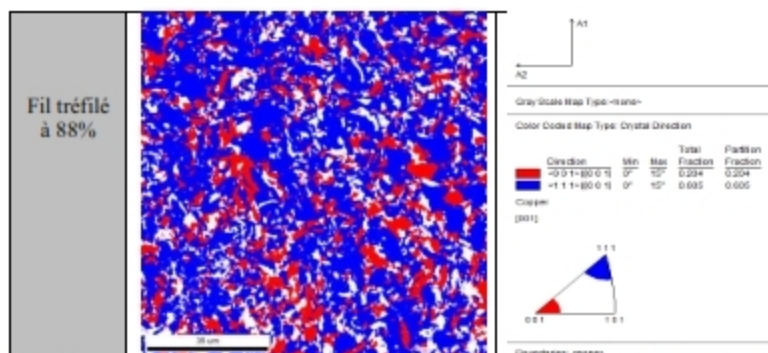


Figure 28 : Cartographies EBSD pour les trois fils tréfilés et recuits à 260°C pendant 30 min , (a) fil tréfilé à 29%, (b) fil tréfilé à 60 % et (c) fil tréfilé à 88%.

La figure (29) illustre l'évolution des principales composantes des fibres de texture (majoritaire, minoritaire et aléatoire) avec le taux de déformation après le recuit à 260°C pendant 30 minutes des fils tréfilés. On remarque une évolution de la fraction volumique de la fibre majoritaire $\langle 111 \rangle // \text{DN}$ (renforcements inclus) avec la déformation lors de recuit. Par Contre la fraction volumique de la fibre minoritaire $\langle 001 \rangle // \text{DN}$ diminué d'une façon remarquable avec la déformation. Tandis que la fraction volumique de la fibre aléatoire (renforcements inclus) reste pratiquement stationnaire en fonction de la déformation lors de recuit.

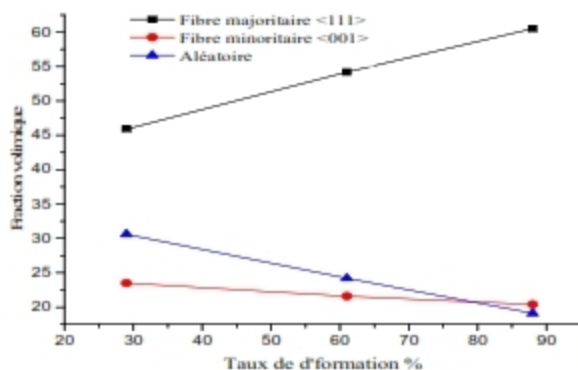


Figure 29: Evolution des fractions volumiques des principales fibres après recuit à 260°C pendant 30 min.

Références bibliographiques

- [Baira et al. 2017] F. Baira, M. Zidani, H. Farh and T. Baudin, S. Messaoudi, T. Ziar, A.L. Helbert, Deformation and Recrystallised Texture Evolution and the Followed Mechanical and Electrical Properties of Drawn and Annealed Copper Wires: International Journal of Engineering Research in Africa, Vol. 31, pp 20-28 (2017)
- [Chen et al. 2011] J. Chen, W. Yan, , C.X. Liu , R.G. Ding , X.H. Fan, Dependence of texture evolution on initial orientation in drawn single crystal copper. Materials Characterization 62 (2011) 237 – 242.
- [Cullity, et Stock 1956] B. D Cullity, and S. R. Stock, Elements of X-ray diffraction, third ed., Massachusettes: Addison-Wesley Publishing Company, Inc., 1956
- [Dillamore et Roberts, 1965] I.L. Dillamore and W.T. Roberts, Metalurgical Reviews Vol. 10, p.22 (1965).
- [Etter et all, 2002] A.L. Etter, M-H. Mathon, T. Baudin, V. Branger and R. Penelle, Scripta Materialia, Vol. 46, p. 311 (2002)
- [Fellah, 2015] L. Fellah. Thèse de doctorat en science” l’effet de tréfilage et de recuit sur les fils électriques de cuivre, Université de Biskra, 2015.
- [Hadid, 2012] Hadid, M.D. (2012),Magister Thesis, Evolution of microstructure and mechanical properties during drawing of an aluminum alloy; Department of Metallurgy, National Polytechnic School, Algiers, Algeria
- [Jakani, 2004] S. Jakani, Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé, thèse de Doctorat, Université Paris Sud – Orsay, (2004).
- [Shin et al. 2000] H.J. Shin, H.T. Joeng and D.N. Lee, Mater Sci. Eng., Vol. A279 p. 244 (2000).
- [Zidani et al. 2006] M. Zidani, Z. Boumerzoug, T. Baudin, R. Penelle. Texture and evolution of recrystallization in low carbon steel wire, Mater. Sci. Forum, Vol. 514-516 (2006), p. 554-558.
- [Zidani et al. 2007] M. Zidani, Z. Boumerzoug, T. Baudin and D. Solas, Temperature and deformation effects on the recrystallization microstructure and texture of wire draw steel, Mater. Sci. Forum, Vol. 550 (2007), p. 447-452.
- [Zidani et al. 2016] M. Zidani, L. Bessais, S. Messaoudi, M.D. Hadid, H. Farh Hicham, D. MIROUD, M.K. Loudjani, A.L. Helbert, T. Baudin, *Study of texture, mechanical and electrical properties of cold drawn AGS alloy wire*, Steel and Composite Structures, An International Journal, Vol.22, n. 4, p 745-752 (Techno-press indexed by Thomson Reuters Impact factor : 1.796) (November 2016).

[Zidani, 2006]

Zidani. M, Thèse de doctorat, Texture et recristallisation lors de recuits du fil d'acier doux (0,06% C) tréfilé à froid; Université Biskra (2006).

*Conclusion
générale et
perspectives*

Conclusion générale

Ce travail de recherche a pour but de mettre en évidence la relation entre l'évolution de la microstructure, la texture de déformation et de recristallisation et le comportement mécanique et électrique des fils de cuivre de type DUCAB tréfilés industriellement à l'entreprise ENICAB de Biskra (Algérie) ainsi que, l'influence combinée du taux de déformation et la température de recuit à 260°C pendant différents temps de maintien sur la cinétique de recristallisation. Pour ce la nous avons utilisé essentiellement des méthodes expérimentales telles que le microscope optique, le microscope électronique à balayage, L'analyse par EBSD, la microdureté, l'analyse par RX, l'essai de traction et mesure de la résistivité électrique.

Les différents objectifs fixés au début de notre étude se sont atteints et qui sont l'étude de comportement structural, texturale et les propriétés mécaniques et électriques des fils de cuivre de type DUCAB tréfilés et recuits puis suivre l'évolution des cinétiques de recristallisation au cours du recuit. Les plus importants résultats obtenus sont résumés dans les points suivants:

Synthèse des résultats

- Le produit de départ (fil machine) et de microstructure maclée correspondant à un état isotopique (sans texture). Cette microstructure est relativement hétérogène dans la section du fil. Nous avons attribué ces hétérogénéités de la taille des grains à la variation de la vitesse de refroidissement lors de la mise en forme de fil entre la zone centrale et la périphérie.
- Le tréfilage des fils de cuivre provoque un développement d'une texture fibreuse accompagnée d'un durcissement du matériau avec la déformation.
- La texture de la déformation est principalement composée de la fibre $\langle 111 \rangle$ majoritaire // ND (ND // axe de tréfilage) et de la fibre $\langle 001 \rangle$ minoritaire // ND (ND // axe de tréfilage) dont l'acuité des deux fibres augmente avec le taux de déformation.
- La fibre $\langle 001 \rangle$ // ND consiste en un renforcement $\{001\} \langle 110 \rangle$ qui est convolé avec le composant $\{001\} \langle 120 \rangle$. D'autre part, on constate que la fibre

$\langle 111 \rangle // ND$ consiste en un renforcement principal du composant $\{111\} \langle 112 \rangle$, cette composante est très marquée et s'étend de chaque côté à la composante $\{111\} \langle 110 \rangle$.

- L'étude des propriétés mécaniques et électriques des fils tréfilés montre que la dureté, la résistance mécanique (résistance à la rupture et la limite élastique) et la résistivité électrique augmentent avec la déformation par tréfilage mais, en contre partie, une diminution de la plasticité de fil tréfilé, c'est-à-dire son allongement à la rupture et son aptitude à la déformation est remarquée.

L'évolution de la taille des grains mesurée par EBSD en fonction du taux de réduction par tréfilage montre que plus le taux de déformation augmente et plus la taille des grains diminue.

- Le recuit à 260°C provoque une recristallisation des grains déformés. Le mécanisme de recristallisation a lieu immédiatement après les premières minutes de maintien (10 minutes), en particulier pour le fil plus déformé, et de même la cinétique de recristallisation est accélérée avec le prolongement du temps de maintien.

- Le recuit à 260°C permet le retour progressif des propriétés mécaniques des fils tréfilés vers un état proche de l'état initial. D'autre part les valeurs de la résistivité électrique de l'ensemble des fils tréfilés et recuits pendant (10,30 et 60 minutes) sont supérieures à celle des fils déformés (non recuit).

- La fraction recristallisée est de l'ordre de ~15 à 20% pour l'ensemble des fils tréfilés après 10 minutes de recuit. Cette durée représente le temps d'amorce de la recristallisation à 260°C et de ~100% pour les fils fortement déformés après 60 minutes de maintien, contre ~80% après le même maintien du fil faiblement et moyennement tréfilés

- La texture de fibre majoritaire $\langle 111 \rangle // DN$ est moins marquée que la fibre minoritaire $\langle 001 \rangle // DN$ après 10 minutes de maintien à 260°C des fils tréfilés.

- L'analyse par EBSD de la taille moyenne de grains de fil machine après 10 minutes de recuit à 260°C montre une différence remarquable (la taille moyenne des

grains du fil machine avec macles et sans macles sont respectivement de l'ordre de 12,8 μm et 23,7 μm). Cette taille moyenne des grains maclés et non maclés diminue avec l'augmentation du taux de déformation jusqu'à atteindre une valeur pratiquement quasiment identique de 3 μm après 88% de déformation.

- La taille moyenne des grains recristallisés après recuit à 260°C pendant 30 minutes mesurée par EBSD est inférieure à celle des grains déformés (état tréfilé). Cette diminution est remarquable avec la déformation et tend vers une valeur relativement similaire après 60% de déformation. En revanche le recuit à 260°C pendant 30 minutes conduit à une nouvelle microstructure relativement homogène en particulier pour les fils fortement déformés.
- la texture de recristallisation est composée des mêmes composants principaux comme la texture de tréfilage, fibres $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ et $\langle 001 \rangle // \text{ND}$. L'acuité de la fibre $\langle 001 \rangle // \text{ND}$ semble maintenir moins que la fibre $\langle 111 \rangle // \text{ND}$. Les intensités $\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ sont plus proches que dans l'état déformé.
- la fraction volumique de la fibre majoritaire $\langle 111 \rangle // \text{DN}$ (renforcements inclus) augmente avec la déformation lors de recuit à 260°C pendant 30 minutes. Par contre la fraction volumique de la fibre minoritaire $\langle 001 \rangle // \text{DN}$ diminue d'une façon remarquable avec la déformation. Tandis que la fraction volumique de la fibre aléatoire (renforcements inclus) reste pratiquement stationnaire en fonction de la déformation lors de recuit.

Perspectives

Pour approfondir la compréhension de ces mécanismes, plusieurs axes de recherche sont proposés:

- Etude de la variation de l'énergie stockée après chaque taux de déformation par tréfilage, en utilisant différentes techniques de mesure, telles que : la diffraction de neutrons qui permet de déterminer l'énergie stockée en fonction de l'orientation cristallographique des grains, et la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) qui donne une estimation globale.
- Il sera très utile de mener une caractérisation de la sous-structure de déformation par Microscopie électronique en transmission (MET) pour bien expliquer les différences de structure et texture observées entre ces déformations.
- D'après la littérature, la texture de recristallisation est due au développement préférentiel des premiers germes présents dans la structure déformée. Pour cette raison, une caractérisation locale par MET des premiers stades de la recristallisation, permet de déterminer les mécanismes mis en jeu lors de la germination et de la croissance des nouveaux grains.

Annexes

*Production
scientifique au cours
de la thèse*

Annexes

Productions scientifiques au cours de la thèse

Publications Internationales

- M. ZIDANI, M.D. HADID, S. MESSAOUDI, F. DENDOUGA, L. BESSAIS, **F. BAIRA**, M. BAYARASSOU, A.L. HELBERT, M.H.MATHON and T. BAUDIN, *The drawing process of the wires of copper and aluminium; Evolution of the microstructure and (mechanical/electrical) properties*; Proceeding METAL 2014 Brno, Czech Republic, EU, (indexed by: Thomson Reuters /Scopus -Elsevier), p.442-446 (2014).
- **F. BAIRA**, M. ZIDANI, H. FARH, S. MESSAOUDI, T. ZIAR, A.L. HELBERT and T.BAUDIN, *Deformation and Recrystallised texture evolution and follows the mechanical and electrical properties of drawn and annealed copper wires*, International Journal JERA (TTP indexed by: Thomson Reuters /Scopus -Elsevier) Vol. 31, pp. 20-28, (2017).

Publications Nationales

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

Conférences Internationales

- M. Zidani, M.D. Hadid, S. Messaoudi, F. DENDOUGA, L.BESSAIS, **F. BAIRA**, M. BAYARASSOU, A.L. HELBERT, M.H.MATHON and T. BAUDIN, *The drawing process of the wires of copper and aluminium: Evolution of the microstructure and (mechanical/electrical) properties*; 23th Int. Metallurgical & Material Conf. (METAL 2014), Brno, Czech Republic, May 21-23 (2014).
- M.D. HADID, M. ZIDANI, S. MESSAOUDI, L. BESSAIS, **F. BAIRA**, M.H. MATHON et T. BAUDIN, *Caractérisation de la (microstructure/texture) et étude de comportement mécanique et électrique d'un fil d'aluminium tréfilé destiné au câblage électrique*, 2nd International Symposium on Materials and Sustainable Development (2CIMDD'15), Boumerdes, 9-10 Novembre (2015).
- M.D. HADID, M. ZIDANI, S. MESSAOUDI, L. BESSAIS, **F. BAIRA**, M.H. MATHON et T.BAUDIN, *Effet de la déformation mécanique sur les propriétés d'un alliage d'aluminium*, 3^{ème} Conférence Internationale sur: La Maintenance et la Sécurité industrielle (CIMSI'15), Skikda, 9-10 Novembre (2015).
- M.D. HADID, M. ZIDANI, S. MESSAOUDI, L. BESSAIS, **F. BAIRA**, M.H. MATHON et T. BAUDIN, *Effet de la formation de précipités Mg₂Si sur la microstructure et les propriétés mécaniques d'un alliage d'aluminium*", First Conference on Mechanical, Energy and Material (CMEME 2015), Biskra, 8-9 December (2015).
- B. METLOUG, M. ZIDANI, T. DJIMAOUIS, MESSAOUDI, **F. BAIRA** et T. BAUDIN,

Effet du taux de déformation sur la cinétique de recristallisation des fils de cuivre tréfilés industriellement à l'ENICAB, First Conference on Mechanical, Energy and Material (CMEME 2015), Biskra, 8-9 December (2015).

- M.D. HADID, M.ZIDANI, T.DJIMAOUI, S.MESSAOUDI, L.BESSAIS, **F.BAIRA**, M.H.MATHON and T. BAUDIN, *Evolution de la microstructure et des propriétés mécanique et l'environnement JEFE '16*, Annaba-Algérie, 10-12 Mai (2016).

Conférences Nationales

- M.D. HADID, M. ZIDANI, S. MESSAOUDI, L. BESSAIS, M. BAYARASSOU, **F. BAIRA**, M.H. MATHON, T. BAUDIN, *Etude d'un alliage d'aluminium à durcissement structural de nuance 6101*, Deuxièmes journées d'étude sur les matériaux en génie mécanique, JEMGM-II, Biskra-Algérie, 22- 23 avril (2014).
- M. ZIDANI, L. BESSAIS, S. MESSAOUDI, M.D. HADID, **F. BAIRA**, A.L. HELBERT, T. BAUDIN, *Etude comparative (mécaniques/ électriques) des deux fils (Cu/Al) tréfilés industriellement utilisés dans la fabrication des câbles de transport d'énergie électrique*, Deuxièmes journées d'étude sur les matériaux en génie mécanique, JEMGM-II, 22,23 avril (2014). Biskra-Algérie.
- M.D. HADID, M. ZIDANI, S. MESSAOUDI, L. BESSAIS, **F. BAIRA**, A.L. HELBERT, T. BAUDIN, *Etude de l'évolution de la microstructure et des propriétés mécaniques d'un fil en alliage d'aluminium tréfilé industriellement à froid*, Journées d'étude sur la fonderie et l'environnement JEFE, Annaba-Algérie, 7-8 Mai (2014).
- M. ZIDANI, M.D. HADID, S. MESSAOUDI, L. BESSAIS, **F. BAIRA**, A.L. HELBERT, A.L. HELBERT, T. BAUDIN, *Etude des propriétés (Mécaniques/ Electrique) des deux fils de cuivre et d'aluminium tréfilés industriellement utilisés dans la fabrication des câbles de transport d'énergie électrique*. Cinquième séminaire nationale sur les matériaux, procédés et environnement, Boumerdès-Algérie, 11-12 Mai (2014).
- **F. BAIRA**, M. ZIDANI, S. MESSAOUDI, M.D. HADID, L. BESSAIS, T. BAUDIN, *Etude de comportement mécanique et structurale d'un fil de cuivre tréfilé à froid à l'ENICAB : application dans la fabrication des câbles de transport d'énergie électrique*, Conférence nationale de la mécanique et d'industrie, Mostaganem-Algérie, 09-10 Décembre (2014).
- M.D. HADID, M. ZIDANI, S. MESSAOUDI, T. DJIMAOUI, **F. BAIRA**, T. BAUDIN, *Effet de la seconde phase sur les propriétés des alliages d'aluminium 6101 utilisés dans la câblerie électrique*, Conférences Formation doctorale, Matériaux et Structures (CFD/MS'17), Biskra-Algérie, 09 Février (2017).

Project de Recherche

- **Member of Research Project:** Study of the (Precipitation / Crystallization) and Structural Changes in Wires of Aluminum Alloys (AGS- type 6101 and Following the Mechanical and Electrical Properties of Drawn Wires, agréée à partir 01/01/2015, code de projet : J0301420140055.

ملخص

تمت هذه الدراسة في إطار التعاون العلمي مع الشركة المتخصصة في صناعة النواقل ENICAB ببسكرة. الهدف من هذا العمل هو إيجاد العلاقة بين تطور البنية المجهرية و النسيجية و كذا الخصائص الميكانيكية و الكهربائية لأسلاك النحاس المقطوؤ. مع التأثير المزدوج بالنسبة لدرجة الحرارة عند 260 °م و نسبة التشوه على حركية إعادة التبلور و تطور النسيجية للبنية البلورية خلال المعالجة الحرارية لأسلاك النحاس المقطوؤ.

أجريت هذه الدراسة على أسلاك النحاس من نوع DUCAB الأكثر استعمالا من طرف الشركة. و من أجل ذلك قمنا بالإعتماد على عدة طرق في الوصف و التحليل وهي كالتالي: المجهرية البصرية، المجهر الماسح الإلكتروني، تقنية إنعراج الإلكترونات المتدفقة، الأشعة السينية ، قياس الصلادة، قياس الشد، و قياس المقاومة النوعية للنحاس. كما تسمح بعض القياسات بالربط بين البنية المجهرية و النسيجية مع الخصائص الميكانيكية و الكهربائية للأسلاك المقطوؤة.

من جهة أخرى هناك عدة محاور للدراسة في هذا الموضوع، نذكر على سبيل المثال البعض منها: دراسة التغير في الطاقة المخزنة في الحبيبات التي تعرضت للتشوه عن طريق الإنعراج النيتروني و كذا يمكن دراسة التحليل الموضوعي للبنية الداخلية المشوهة و المراحل الأولية لإعادة التبلور عن طريق الاستعانة بالمجهر الإلكتروني للإرسال من أجل التعرف على تطور الحبيبات الأولية في البنية المشوهة.

الكلمات الدالة: البنية، معالجة إعادة التبلور، تشوه بالقلد، النحاس، المقاومة الكهربائية، خصائص ميكانيكية.

Abstract

This study is proposed in the framework of a scientific collaboration with the company of manufacture of cables of transport of electrical energy ENICAB of Biskra. The purpose of this research is to show the relationship between the (microstructure / texture) evolution and the (mechanical / electrical) properties of copper wires drawn, and the combined influence of the deformation rate and annealing temperature at 260 ° C. on the recrystallization kinetics and the evolution of the crystallographic texture during recrystallization annealing of the drawn wire. Our study was carried out on a copper wire of type DUCAB most used by the company ENICAB in the manufacture of cables of transport of electric energy. For this study, several experimental techniques of measurement and characterization allowed us to carry out this work. These are: optical microscopy (MO), scanning electron microscopy (SEM), backscattered electron diffraction (EBSD), X-ray diffraction (FDP: direct poles), X-ray diffraction (peaks), Vickers microhardness, Tensile tests and electrical resistivity measurements, some of which have correlated microstructure to texture.

On the other hand, new research perspectives are open in this research topic, such as the study of the variation of the energy stored in the deformed grains by neutron diffraction. Thus, it will be useful to conduct a local characterization of the deformation substructure and the early stages of recrystallization by transmission electron microscopy (TEM), in order to understand the preferential development of the first nuclei present in the deformed structure.

Key Words: Texture, Recrystallization annealing, Wire drawing deformation, copper, electrical resistivity.

Résumé

Cette étude proposée dans le cadre d'une collaboration scientifique avec l'entreprise de fabrication des câbles de transport d'énergie électrique ENICAB de Biskra. Ce travail de recherche a pour but de mettre en évidence la relation entre l'évolution de la (microstructure/ texture) et les propriétés (mécaniques/électriques) des fils de cuivre tréfilés ainsi que, l'influence combinée du taux de déformation et la température de recuit à 260°C sur la cinétique de recristallisation et l'évolution de la texture cristallographique au cours de recuit de recristallisation des fils de cuivre tréfilés. Notre étude a été menée sur un fil machine de cuivre de type DUCAB les plus utilisé par l'entreprise ENICAB dans la fabrication des câbles de transport d'énergie électrique. Pour cette étude plusieurs techniques expérimentales de mesure et de caractérisation nous ont permis de mener à bien ce travail. Il s'agit de: la microscopie optique (MO), la microscopie électronique à balayage (MEB), la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD), la diffraction des rayons X (FDP : figure des pôles directe), la diffraction des RX (pics), la microdureté Vickers, Essais de traction et des mesures de la résistivité électrique dont certaines ont permis de corréler la microstructure à la texture.

D'autre part, de nouvelles perspectives de recherche sont ouvertes dans ce sujet de recherche, comme par exemple, l'étude de la variation de l'énergie stockée dans les grains déformés par la diffraction des neutrons. Ainsi, il sera utile de mener une caractérisation locale de la sous-structure de déformation et des premiers stades de la recristallisation par Microscopie électronique en transmission (MET), afin de comprendre le développement préférentiel des premiers germes présents dans la structure déformée.

Mots Clés : Texture, Recuit de Recristallisation, Déformation par Tréfilage, cuivre, résistivité électrique.