

UNIVERSITE KASDI MERBAH OUARGLA

**Faculté des Sciences Appliquées
Département de Génie Mécanique**



Mémoire

MASTER PROFESSIONNEL

Domaine : Sciences et Technologie

Filière : Génie Mécanique

Spécialité : Fabrication mécanique et Productique

Présenté par : **SOUIGAT Okba**

HAFIANE Ouali

Thème

**Etude du comportement des fils électriques
métalliques au cours de la fabrication et
après traitement thermique de recuit**

Soutenu le : .../09/2020

Devant le jury :

Dr. KHALFI Mehdi	MCA	Univ. Kasdi Merbah Ouargla	Président
Dr. FELLAH Lahcene	MCA	Univ. Kasdi Merbah Ouargla	Encadreur
Dr. LAHOUEL Ali	MCB	Univ. Kasdi Merbah Ouargla	Examineur

Année universitaire : 2019/2020

Remerciements

Au terme de ce travail, nous tenons à exprimer notre gratitude et nos sincères remerciements à tous ceux qui ont contribué, de près ou de loin, à l'élaboration de ce mémoire.

Nous remercions, en premier lieu Allah qui nous a donné la bonne santé, la volonté et la patience tout au long de nos études.

Nous tenons à remercier avec gratitude notre encadreur Lahcene Fellah, de nous avoir guidé et suivi tout au long de ce travail, de nous avoir conseillé, encouragé et aussi, Son aide et sa disponibilité nous ont permis d'avancer dans le travail et de finaliser cette étude.

*Notre remerciement les Jurys Mr Mehdi Khalfi (Le Président),
Mr Ali Lahouel (L'examineur).*

Nous remercions aussi el chef de département de génie mécanique et les membres de ce département pour l'aide qui nous ont prêté durant notre étude.

Sans oublier nos familles pour le soutien exemplaire moral et matériel continu tout au long de nos parcours.

Nous tenons également à remercier tous les enseignants qui nous ont accompagnés durant tout notre cursus universitaire.

DEDICACE

*« Donnez à ceux que vous aimez des ailes pour voler,
des racines pour revenir, et des raisons de rester. »*

Je dédie ce modeste travail à :

A toi Père, à toi Mère, mes chers grands-parents.

*Mes frères, mes sœurs et toute ma famille **Souigat et Hafiane**
petits et grands.*

*A mon promoteur **Mr Fellah Lahcene** qui était pour moi l'exemple,
le conseiller et le soutien.*

*A mes inoubliables amis : **tout les Groupe.***

Tous les étudiants et les étudiantes de Génie Mécanique

Tous mes amis et tous qui m'ont aidé de près ou de loin.

Hafiane Ouali

DEDICACE

*« Donnez à ceux que vous aimez des ailes pour voler,
des racines pour revenir, et des raisons de rester. »*

Je dédie ce modeste travail à :

A toi Père, à toi Mère, mes chers grands-parents.

*Mes frères, mes sœurs et toute ma famille **Souigat et Hafiane**
petits et grands.*

*A mon promoteur **Mr Fellah Lahcene** qui était pour moi l'exemple,
le conseiller et le soutien.*

*A mes inoubliables amis : **tout les Groupe.***

Tous les étudiants et les étudiantes de Génie Mécanique

Tous mes amis et tous qui m'ont aidé de près ou de loin.

Souigat Okba

Liste des Figures

Figure 1. Blocs de cellules et murs denses de dislocations [8].....	6
Figure 2. Diverses caractéristiques des microstructures déformées; (a) Structure cellulaire en 25% de cuivre laminé à froid (barre de microns illustrée), (b) Détails de la structure cellulaire, (c) Laiton 70:30 comprimé à 12%, montrant les bandes de déformation	6
Figure 3. (a) Bandes de cisaillement développées par léger laminage sur une surface pré-polie et légèrement rayée de 83% de cuivre laminé à froid, (b) Bandes de cisaillement en Alliage Al – Zn – Mg laminé à froid à 90%[9, 15].	7
Figure 4. La hiérarchie de la microstructure dans un métal polycristallin se déformant par glissement. Les différentes caractéristiques sont représentées à une échelle croissante : (a) Dislocations, (b) Limites de dislocation, (c) Déformation et bandes de transition dans un grain, (d) Échantillon et bandes de cisaillement à l'échelle des grains.	7
Figure 5. Structure de la cellule de dislocation montrant des dislocations de vis incurvées (comme indiqué par des flèches) s'inclinant vers et glissant à l'intérieur de la cellule [16]......	9
Figure 6. Le développement de la microstructure lors de la recristallisation dynamique. (a) - (d) Grande taille de grain initiale, (e) petite taille de grain initiale. Les lignes pointillées montrent les joints de grains précédents [3, 17].	10
Figure 7. Recristallisation dynamique aux joints de grains antérieurs dans du cuivre polycristallin à 400 ° C, (Ardakani et Humphreys 1992)[17].	10
Figure 8. Relation entre la taille des grains dynamiquement recristallisés et la fraction recristallisée dans le nickel déformé à 880 °C.....	11
Figure 9. Loi de Schmid qui régit l'activation d'un glissement.	12
Figure 10. Déformation par maclage.....	12
Figure 11. Polygonisation d'un cristal courbé contenant des dislocations coins. a- déformé, b- après annihilation des dislocations, c- formation de joints inclinés [3]......	14
Figure 12. Modèle de migration induite par déformation ($E_1 > E_2$)[18]	15
Figure 13. Schéma de la SIBM impliquant le développement coopératif de plusieurs sous-grains [20].	15
Figure 14. Schéma de principe de tréfilage[22].	18
Figure 15. Schéma d'un banc à tréfiler.....	18
Figure 16. Travail redondant dans une filière.	19
Figure 18. Criques de surface appelées pattes de corbeaux [25]......	21
Figure 17. Bourrage d'une filière générant la rayure du fil.....	21
Figure 19. Rupture en cup and cone d'un fil [26].	22
Figure 20. Courbe de fluage expérimental.	23
Figure 21. Types d'éprouvettes de fluage.	24
Figure 22. Machine de fluage.....	24
Figure 23. Four tubulaire.....	25
Figure 24. Dispositif de mesure de la déformation pour essai de fluage[26]......	26
Figure 25. (a) Allure générale d'une courbe de fluage, Evolution de la déformation et (b) la vitesse de déformation en fonction du temps.	26

Liste des Figures

Figure 26. Courbe de la vitesse de déformation en fonction du temps.	27
Figure 27. Courbe d'Arrhenius.....	29
Figure 28. Fluage logarithmique.	29
Figure 29. Fluage de puissance [29].....	30
Figure 30. Représentation schématique des modes de déformation en fonction de la température.	31
Figure 31. Halle de Bobinage (a) Halle de production(b) dans l'usine ENICAB.....	32
Figure 32. Echantillons prélevés du banc de production des fils de cuivres (ENICAB).	33
Figure 33. Polisseuse mécanique de marque "Analisis".	34
Figure 34. Echantillons découpés et polis.	35
Figure 35. Four tubulaire programmable pour traitements thermiques.....	36
Figure 36. Microscope optique Hund-T100.	37
Figure 37. Microduromètre statique de marque HVS-1000Z.....	37
Figure 38 . Porte échantillon et pénétrateur.	38
Figure 39. Mires de réajustement à l'aide des barilletts.	38
Figure 40. Satisfaction de la condition de Bragg pour l'occurrence de diffraction.	39
Figure 41. Diffractomètre Panalytical X'Pert PRO.....	40
Figure 42. Diffractogramme du Cuivre pure simulé à partir des données ICSD.	41
Figure 43. Fiche ICSD(ASTM) du cuivre.	41
Figure 44. Banc de mesure électrique.	44
Figure 45. Diagramme de diffraction des rayons X du fil machine.	45
Figure 46. Hauteurs des raies de de diffraction.	47
Figure 47. Type de déplacements des pics selon les modes de contrainte.	48
Figure 48. Déplacement des pics de diffraction sous l'effet du tréfilage.....	48
Figure 49. Variation de la densité de dislocations et la taille des cristallites avec le taux de réduction.	49
Figure 50. Evolution de la microstructure d'un fil en cuivre durant le tréfilage ; (a) fil machine ; (b) 21,23% ; (c) 43,75% ; (d) 58.56% ; (e) 69.75% ; (f) 77.44% ; (g) 87.75% ; (h) 96.48%.....	51
Figure 51. Microstructure du fil en cuivre tréfilé, réduit à $r = 87,75\%$ de sa section, recuit à $T=400^{\circ}\text{C}$, pendant: (a)1 min, (b) 2 min, (c) 4 min, (d) 8 min ;(e)16 min ;(f) 32 min ; (g) 64 min ;(h) 128 min.	52
Figure 52. Courbe de la microdureté Vickers HV des fils en cuivre au cours de tréfilage.	53
Figure 53. Courbe de la microdureté Vickers HV en fonction du temps, du fil en cuivre tréfilé à 87,75% et recuit à $T=400^{\circ}\text{C}$	54
Figure 54. Représentation de la fraction transformée X du fil en cuivre tréfilé à 87,75% et recuit à $T=400^{\circ}\text{C}$	55
Figure 55. Courbe de déformation de fluage en fonction du temps d'un fil de cuivre tréfilé ($r=83.50\%$) à charge de 550 MPa et $T= 110^{\circ}\text{C}$	56
Figure 56. Diagramme de fluage en tension.[40]	57

Liste des Figures

Figure 57. Courbe de vitesse de déformation de fluage en fonction du temps d'un fil de cuivre tréfilé ($r=83.50\%$) à charge de 550 MPa et $T=110\text{ °C}$	57
Figure 58. Courbe de déformation de fluage en fonction du temps d'un fil de cuivre tréfilé ($r=96.48\%$) ($d=1.50\text{ mm}$ $\sigma=165\text{ MPa}$ et $T=200\text{ °C}$).....	58
Figure 59. Vitesse de déformation de fluage en fonction du temps d'un fil de cuivre tréfilé ($r=96.48\%$) ($d=1.50\text{ mm}$ $\sigma=165\text{ MPa}$ et $T=200\text{ °C}$).....	59
Figure 60. Courbe de déformation de fluage en fonction du temps d'un fil de cuivre tréfilé ($r=96.48\%$) ($d=1.50\text{ mm}$ $\sigma=145\text{ MPa}$ et $T=200\text{ °C}$).....	59
Figure 61. Vitesse de déformation de fluage en fonction du temps d'un fil de cuivre tréfilé ($r=96.48\%$) ($d=1.50\text{ mm}$ $\sigma=145\text{ MPa}$ et $T=200\text{ °C}$).....	60
Figure 62. Courbe de déformation de fluage en fonction du temps d'un fil de cuivre tréfilé ($r=96.48\%$) ($d=1.50\text{ mm}$ $\sigma=125\text{ MPa}$ et $T=200\text{ °C}$).....	60
Figure 63. Courbe de vitesse de fluage en fonction du temps d'un fil de cuivre tréfilé ($r=96.48\%$) ($d=1.50\text{ mm}$ $\sigma=125\text{ MPa}$ et $T=200\text{ °C}$).....	61
Figure 64. Courbes d'essais de fluage des fils de cuivre tréfilé déformé à $r=96.48\%$; à température constante($T=200\text{ °C}$) et pour trois contraintes différentes.	62
Figure 65. Effet conjugué de la température et de la contrainte au cours d'un fluage : Courbes typiques de fluage des métaux.[41]	63
Figure 66. Evolution de la conductivité électrique en fonction du taux de déformation.	64

Liste des Tableaux

Tableau 1. Températures de recristallisation de quelques métaux (Dimitrov et al. 1978)[4].4
Tableau 2. Composition massique en pourcentage en impuretés (ppm).33
Tableau 3. Caractéristiques du cuivre utilisé à ENICAB.33
Tableau 4. Réactifs d'attaque pour les observations métallographiques du cuivre et ses alliages.[32]35
Tableau 5. Valeurs des charges disponibles.37
Tableau 6. Valeurs des coefficients d'orientation préférentielles.47
Tableau 7. Paramètres microstructuraux des fils tréfilés.49
Tableau 8. Valeur de la microdureté du fil ($r=87,75\%$) pendant le recuit à 400°C54
Tableau 9. Récapitulation des résultats des essais.61

Sommaire

I Déformation Plastique et Recristallisation	2
<hr/>	
I.1 Introduction.....	2
I.2 Notions sur la déformation et la recristallisation	2
I.2.1 Définition de la déformation	2
I.2.2 Déformation élastique	3
I.2.3 Déformation plastique	3
I.3 Types de déformations	3
I.3.1 Déformation à froid	3
I.3.2 Déformation à chaud	4
I.4 Evolution microstructurale lors de la déformation	5
I.4.1 Evolution microstructurale lors de la déformation à froid	5
I.4.1.1 Apparition d'une sous-structure de dislocations	5
I.4.1.1.1.a Apparition d'une sous-structure de dislocations aux faibles déformations	5
I.4.1.1.1.b Apparition d'une sous-structure de dislocations aux fortes déformations	7
I.4.2 Evolution microstructurale lors de la déformation à chaud	8
I.4.2.1 Restauration dynamique	8
I.4.2.2 Recristallisation dynamique discontinue	9
I.5 Mécanismes de la déformation plastique	11
I.5.1 Déformation plastique par glissement	11
I.5.2 Activation des systèmes de glissement	11
I.5.3 Déformation plastique par maclage	12
I.6 Liens entre énergie stockées et déformation plastique	13
I.7 Etapes de restauration et de recristallisation	13
I.7.1 Théories de la restauration et de la recristallisation	13
I.7.1.1 Mécanisme de la restauration	13
I.7.1.2 Mécanisme de la recristallisation	14
I.7.1.2.1.a Germination	14
I.7.1.2.1.b Croissance des grains	14
I.7.1.2.1.c Migration des joints de grains	15
II Généralités sur le procédé de tréfilage et le fluage	16
<hr/>	
II.1 Introduction.....	16
II.2 Procédés de mise en forme	16
II.2.1 Le forgeage :	16
II.2.2 La fonderie :	16
II.2.3 Le frittage :	17
II.3 Essais mécaniques.....	17
II.4 Tréfilage.....	17
II.4.1 Définition de tréfilage (historique)	17

Sommaire

II.4.2 Principe du tréfilage.....	17
II.4.2.1 Machine simple ou machine monopasse.....	18
II.4.2.2 Machine multiple ou machine multi passe.....	18
II.4.3 Paramètres de tréfilage.....	19
II.4.3.1 La déformation équivalente	19
II.4.3.2 Le travail redondant et la déformation redondante	19
II.4.3.3 L'effort de tréfilage.....	20
II.4.3.4 Le coefficient de frottement μ	20
II.4.3.5 L'angle d'ouverture	20
II.4.3.6 Température d'interface et échauffement du fil.....	20
II.4.4 Les incidents au cours de tréfilage :.....	21
II.4.4.1 La rayure	21
II.4.4.2 Les cassures	21
II.4.5 Lubrification :	22
II.4.5.1 Fonctions du lubrifiant.....	22
II.4.5.2 Principales catégories des lubrifiants	22
II.4.6 Traitements thermiques des fils tréfilés	22
II.5 Essai de fluage.....	23
II.5.1 Définition	23
II.5.2 Principe du fluage	23
II.5.3 Dispositif et Protocole de l'essai :	23
II.5.3.1 Eprouvette	23
II.5.3.2 Dispositif d'application de la charge	24
II.5.3.3 Four.....	25
II.5.3.4 Mesure du déplacement	25
II.5.4 Diagramme typique de fluage.....	26
II.5.5 Différents stade de fluage	26
II.5.6 Facteurs influents sur le fluage	27
II.5.6.1 Effets de la température	27
II.5.6.2 Effets de la taille de grain	28
II.5.7 Variations de ϵ et de $\dot{\epsilon}$ avec le temps	28
II.5.8 Variation de la vitesse de déformation ($\dot{\epsilon}$) avec la température.....	28
II.5.9 Caractéristiques de fluage	29
II.5.9.1 Fluage logarithmique	29
II.5.9.2 Fluage de puissance	30
II.5.10 Les différents mécanismes de fluage	30
III Matériaux et Méthodes d'analyses utilisées	32
<hr/>	
III.1 Introduction	32
III.2 Préparation des échantillons pour l'observation au microscope optique	33

Sommaire

<i>III.3</i> Traitement thermique de recuit.....	35
<i>III.4</i> Microscopie optique	36
<i>III.5</i> Essais de microdureté	36
<i>III.5.1</i> Principe de mesure.....	36
<i>III.5.2</i> Méthode de détermination de la fraction recristallisée.....	38
<i>III.6</i> Caractérisation par la diffraction des rayons X	38
<i>III.6.1</i> Diffraction des rayons X.....	38
<i>III.6.2</i> Principe de la diffraction des rayons X	39
<i>III.6.3</i> Diffractomètre et conditions d'utilisation.....	39
<i>III.6.4</i> Indices de Miller	40
<i>III.6.5</i> Distance interréticulaire.....	41
<i>III.6.6</i> Déformation du matériau.....	42
<i>III.6.7</i> Taille des cristallites	42
<i>III.6.8</i> Densité de dislocations	42
<i>III.6.9</i> Orientation Préférentielle	42
<i>III.7</i> L'appareil d'essai de fluage	43
<i>III.8</i> Mesure électrique	43
IV Les résultats et interprétations	45
<hr/>	
<i>IV.1</i> Caractérisation par la diffraction des rayons X	45
IV.1.1 Etude préliminaire des diagrammes de diffraction.....	45
IV.1.2 Orientation préférentielle (Facteur de texturation).....	46
IV.1.3 Déplacement des pics de diffraction	47
IV.1.4 Paramètres microstructuraux	49
<i>IV.2</i> Caractérisation par la microscopie optique	50
IV.2.1 Observation au Microscope Optique des fils de cuivre tréfilés à froid.....	50
IV.2.2 Observation au Microscope Optique des fils de cuivre tréfilés recuits.....	50
<i>IV.3</i> Etude de l'évolution de la microdureté HV.....	53
IV.3.1 Microdureté HV des fils de cuivre mis en forme par tréfilage.....	53
IV.3.2 Effet du recuit sur la microdureté Vickers des fils de cuivre tréfilés	54
IV.3.3 Détermination de la fraction transformée.....	55
<i>IV.4</i> Essai de fluage du fil tréfilé.....	55
IV.4.1 Essai d'un fluage typique à température et sous contrainte constantes.....	55
IV.4.2 Essai d'un fluage à température constante et sous différentes contraintes.....	58
<i>IV.5</i> Caractérisation électrique des fils tréfilés	63

Introduction Générale

Le cuivre est un métal connu par l'homme depuis des milliers d'années, il a été utilisé seul ou en des alliages. D'ailleurs une ère reculée de l'histoire est nommée « l'âge de bronze ». Jusqu'à nos jours, le cuivre est largement utilisé vu ses qualités physique et mécanique, en particulier sa conductivité électrique, thermique, et sa ductilité.

En 1913, la conductibilité électrique du cuivre a été prise comme référence par la Commission Électrotechnique Internationale « C.E.I » dont le siège est à Genève, et on avait pris comme étalon du « *cuivre pure à l'état recuit* », dont la résistivité a une valeur mesurée qui vaut $\rho_0 = 1,724 \mu \cdot \Omega \cdot cm$. 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 avion sont en cuivre.

Comme tout métal, les propriétés du cuivre sont dégradées par les procédés de mise en forme, comme le tréfilage, le laminage, et l'extrusion. Afin de contourner ce problème, il est indispensable de trouver un mécanisme ou un procédé technique adéquat. Les techniques les plus connues sont les traitements thermiques, tel que le recuit.

Le but de ce travail est l'étude des effets de la déformation plastique par tréfilage et de recuit des fils en cuivre de pureté industrielle (99,9 %) sur les phénomènes de restauration et de recristallisation. Pour la réalisation de ce mémoire, nous avons utilisé en particulier, la microscopie optique, la microdureté Vickers, la diffraction de rayons X, et la mesure électrique.

En plus d'une introduction, d'une conclusion, et d'un résumé, ce mémoire comporte quatre chapitres :

- Le premier chapitre rassemble les généralités sur la théorie de la déformation plastique et la recristallisation.
- Le second chapitre donne un aperçu sur le procédé de la déformation plastique par tréfilage et quelques principes théoriques sur l'essai de fluage.
- Le troisième chapitre présente les techniques expérimentales utilisées dans ce mémoire et les équations principales utilisées dans nos calculs.
- Le quatrième chapitre réunit les quelques résultats expérimentaux obtenus, les discussions et les interprétations.

Premier Chapitre

I Déformation Plastique et Recristallisation

I.1 Introduction

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

La déformation plastique à froid conduit à un durcissement plastique du matériau désigné communément par le terme « écrouissage », donc à son durcissement. Cet écrouissage dépend de la composition chimique du matériau, du taux de déformation appliquée et des conditions de déformation (température, vitesse et mode de déformation). 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.

I.2 Notions sur la déformation et la recristallisation

I.2.1 Définition de la déformation

On définit la déformation à la modification des dimensions et de la forme d'un matériau sous l'action de forces appliquées. La déformation est provoquée par l'application des forces extérieures ou par des processus physiques et mécaniques variés, dont le corps est le siège (par exemple, variation du volume d'un barreau d'acier sous l'effet de la température ; la flexion d'une poutre sous une charge ; changement de volume d'un cristal piézoélectrique soumis à une tension électrique) [1].

I.2.2 Déformation élastique

En physique, l'élasticité est la propriété d'un matériau solide à retrouver sa forme d'origine après avoir été déformé. La déformation élastique est une déformation réversible. Un matériau solide se déforme lorsque des forces lui sont appliquées. Un matériau élastique retrouve sa forme et sa taille initiales quand ces forces ne s'exercent plus, jusqu'à une certaine limite de la valeur de ces forces [1].

Ainsi, la déformation élastique est une déformation dont l'action sur la forme, la structure et les propriétés d'un corps cesse complètement lorsque la sollicitation extérieure appliquée est supprimée. Cette déformation ne provoque pas de modifications permanentes perceptibles de structures et de propriétés du métal ; la charge appliquée ne produit qu'un déplacement relatif des atomes ou le pivotement des blocs de cristal, elle est parfaitement réversible [2].

I.2.3 Déformation plastique

Pour les matériaux dits ductiles, une augmentation suffisante de la sollicitation entraîne une déformation définitive ; à l'arrêt de la sollicitation, la pièce reste déformée. C'est par exemple le cas d'une barre en fer qui a été tordue : elle ne pourra jamais se redresser pour reprendre sa forme initiale. On dit qu'elle a subi une déformation plastique.

La déformation plastique est la déformation irréversible d'un objet ; elle se produit par un réarrangement de la position relative des atomes, ou plus généralement des éléments constitutifs du matériau [2].

L'étude des propriétés mécaniques des métaux et en particulier leurs propriétés plastiques, présente un intérêt pratique considérable dans l'industrie. Une grande partie de la recherche en métallurgie a pour but la mise au point d'alliages à résistance mécanique. L'effort de traction à vitesse constante d'allongement permet l'étude détaillée des propriétés mécaniques de base, mais cette étude peut être complétée par des observations micrographiques, qui peuvent mettre en évidence les modes de déformation plastique, l'étape de perfection de la structure cristalline (présence de défauts cristallins).

I.3 Types de déformations

I.3.1 Déformation à froid

On appelle déformation à froid celle qui s'effectue aux températures inférieures à la température de recristallisation [3]. Il faut noter que la température d'un matériau dépend de

pureté et du mode et taux de déformation. Le tableau (1) montre quelques températures de recristallisation pour divers métaux après d'importantes réductions de laminage.

Tableau 1. Températures de recristallisation de quelques métaux (Dimitrov et al. 1978)[4].

Métal (Pureté commerciale)	Température de recristallisation
Aluminium	200°C
Cuivre	180°C
Fer	480°C
Nickel	600°C
Zirconium	450°C

La déformation plastique à froid conduit à l'écrouissage du matériau, donc à son durcissement. Cet écrouissage dépend de la composition chimique du matériau, du taux de déformation appliqué et des conditions de déformation (température, vitesse et mode de déformation) [2]. En effet, la déformation à froid entraîne une importante augmentation de la densité de dislocations dans le matériau. La présence de fortes densités de dislocations se traduit par le stockage d'une énergie potentielle élastique [3, 4].

D'autre part, il s'ensuit une hétérogénéité de la microstructure et de la texture cristallographique à l'intérieur des grains. Pour redonner au matériau les propriétés mécaniques souhaitées, on le soumet à un recuit après la déformation [2]. Ce recuit conduit à une réorganisation de la microstructure par diminution ou suppression des obstacles les plus importants aux mouvements des dislocations. Lors du traitement thermique après la déformation, deux phénomènes plus ou moins concurrents ont lieu : la restauration et la recristallisation [3]. Ces deux types de transformations ont la même force motrice, c'est-à-dire qu'ils s'alimentent de la même énergie, c'est l'énergie élastique emmagasinée au cours de la déformation à froid sous forme de dislocations [1, 3, 5].

I.3.2 Déformation à chaud

On définit une déformation à chaud si elle se fait à une température supérieure à celle de recristallisation. A ces températures, la déformation produit également un effet durcissant (écrouissage à chaud), éliminée partiellement ou complètement par polygonisation et recristallisation réalisées aux températures de traitement et suivis de refroidissement. A la différence d'une polygonisation et d'une recristallisation statique examinées dans ce qui précède, les processus de polygonisation et recristallisation associées à la déformation sont dits

dynamiques [3, 6]. Dans le traitement à chaud (laminage, formage, forgeage, estampage, etc.), le durcissement par écrouissage (augmentation de la densité de dislocation) directement au cours de la déformation alterne avec le processus d'adoucissement (diminution de la densité de dislocation) par polygonisation et recristallisation dynamiques pendant la déformation et le refroidissement [3].

Lorsque les degrés de déformation sont très faibles, le chauffage ne provoque pas de recristallisation. A la déformation de 3% à 15%, la grosseur de grain après recuit augmente brusquement et peut dépasser de nombreuse fois la dimension du grain initial. Ce niveau de déformation est dit critique ; il ne déclenche pas non plus le processus de recristallisation suivant le mécanisme de formation de nouveaux grains et de leur croissance [3]. Lorsque le degré de déformation est élevée, la vitesse de germination produite par la recristallisation croît plus vite que la vitesse de croissance des grains ; il en résulte la formation des grains fins. Il convient de souligner que les limites entre la déformation à chaud et à froid sont conventionnelle et dépendent de la vitesse, du mode et de la température de traitement, des conditions de refroidissement, ainsi que de la vitesse de recristallisation du métal (alliage)[2].

I.4 Evolution microstructurale lors de la déformation

I.4.1 Evolution microstructurale lors de la déformation à froid

Si on soumet un matériau polycristallin à l'action d'une déformation plastique, il en résulte une grande augmentation dans la densité de dislocations. Les observations faites au microscope électronique transmission (MET) montrent d'une façon tangible que les dislocations issues déformation ont tendance à se répartir de façon hétérogène et former des sous-structures de dislocations. Plusieurs auteurs ont fait des observations, et ont montré que l'évolution de la microstructure est commune à différents métaux et alliages, de moyenne et de forte énergie de défaut d'empilement (Al, Cu, Ni, Ni-Co), déformés selon des méthodes différents (laminage, torsion) [7-11].

I.4.1.1 Apparition d'une sous-structure de dislocations

I.4.1.1.a Apparition d'une sous-structure de dislocations aux faibles déformations

Lors d'une déformation à froid, la microstructure évolue en fonction du taux de déformation. Au cours du premier stade de déformation, les grains se subdivisent, changent de forme et s'allongent selon la direction de sollicitation. Une sous-structure de dislocations apparaît à l'intérieur des grains, dépendant de leur orientation cristallographique [1, 12, 13]. La subdivision des grains donne lieu à une configuration cellulaire (blocs de cellules) constituée de "parois" à forte densité de dislocations entourant des volumes à faible densité de dislocations. Quand le

taux de déformation augmente, les parois des cellules s'affinent pour former des sous-joints (Figure 1). Cette transformation est accompagnée par une diminution de la taille des cellules [1, 8, 9, 13].

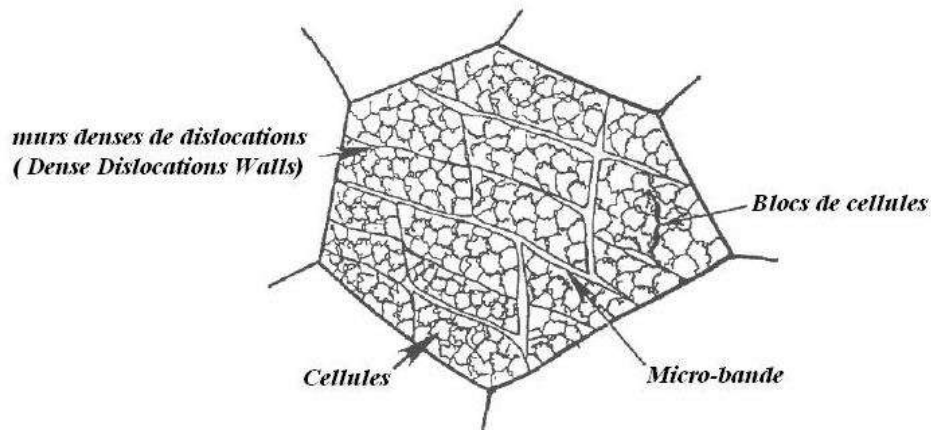


Figure 1. Blocs de cellules et murs denses de dislocations [8].

Ainsi que par une augmentation progressive de leur désorientation (1° à environ 5°). Les joints de blocs des cellules sont identifiés comme étant des murs denses de dislocations (Dense Dislocations Walls DDW) [1, 6, 14]. Des exemples sont présentés dans les figures (2a-2d) [9, 15] et la figure (3a, 3b).

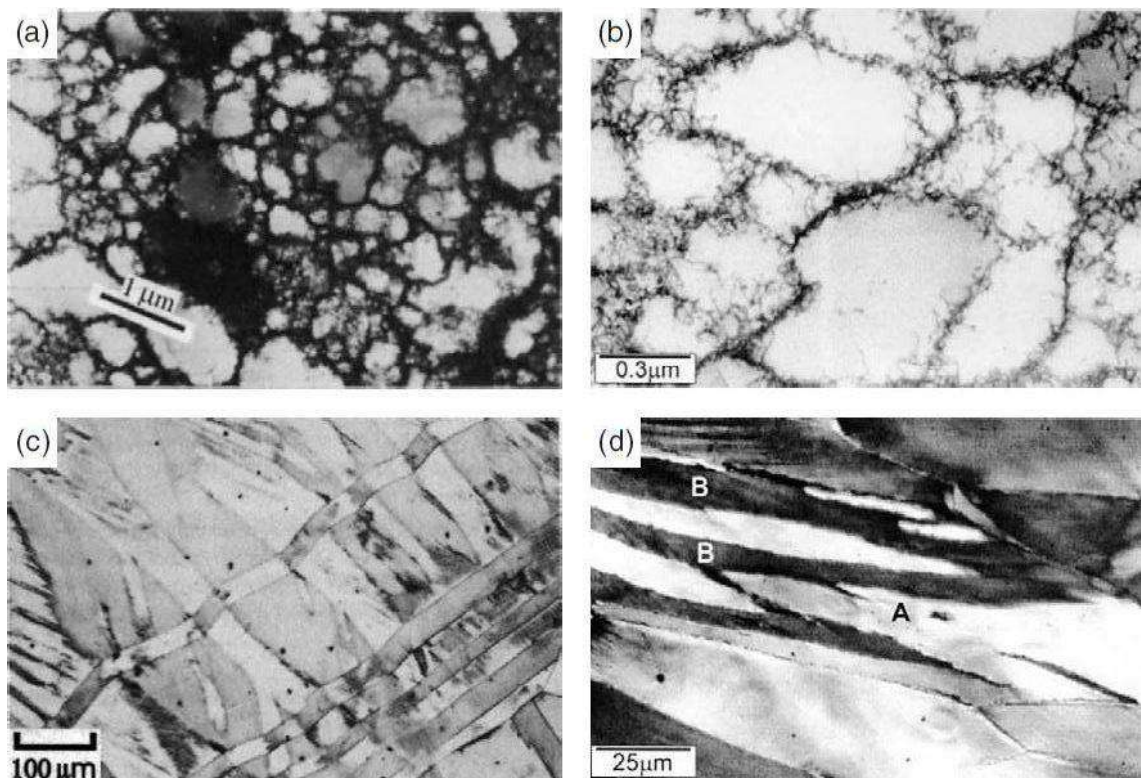


Figure 2. Diverses caractéristiques des microstructures déformées; (a) Structure cellulaire en 25% de cuivre laminé à froid (barre de microns illustrée), (b) Détails de la structure cellulaire, (c) Laiton 70:30 comprimé à 12%, montrant les bandes de déformation .

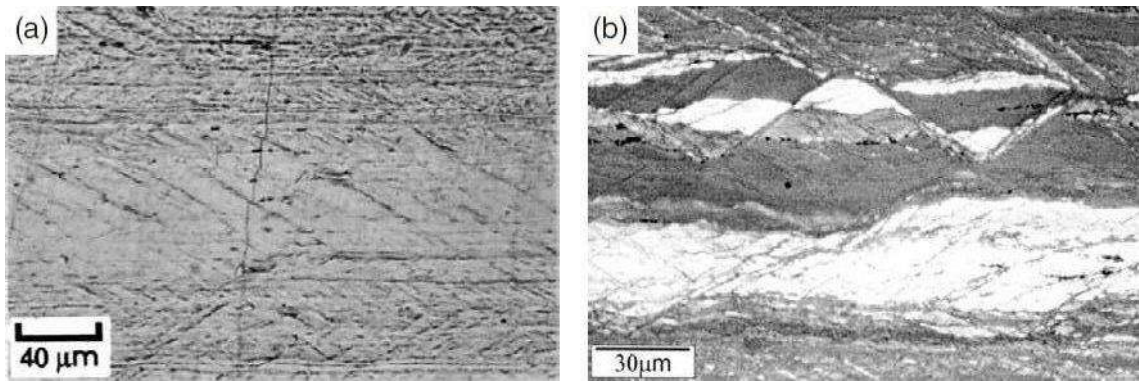


Figure 3. (a) Bandes de cisaillement développées par léger laminage sur une surface pré-polie et légèrement rayée de 83% de cuivre laminé à froid, (b) Bandes de cisaillement en Alliage Al – Zn – Mg laminé à froid à 90%[9, 15].

I.4.1.1.b Apparition d'une sous-structure de dislocations aux fortes déformations

On peut rencontrer d'autres formes d'hétérogénéités lorsque le matériau est soumis à de fortes déformations, dont on dénombre quelques unes (Figure 4) [8]:

- - Des microbandes constituées par des cellules de dislocations de taille plus faible que la valeur moyenne des cellules de dislocations au sein du même matériau[8].
- - Des bandes de cisaillement, typiquement à 30 ou 40° de la direction de sollicitation, sous forme de longues bandes d'épaisseur 0,1 à 2 μm et de longueur 10 à 100 μm [6, 14].
- - La localisation de la déformation dans ces bandes est d'autant plus importante que la température et l'énergie de défauts d'empilement sont faibles [8].

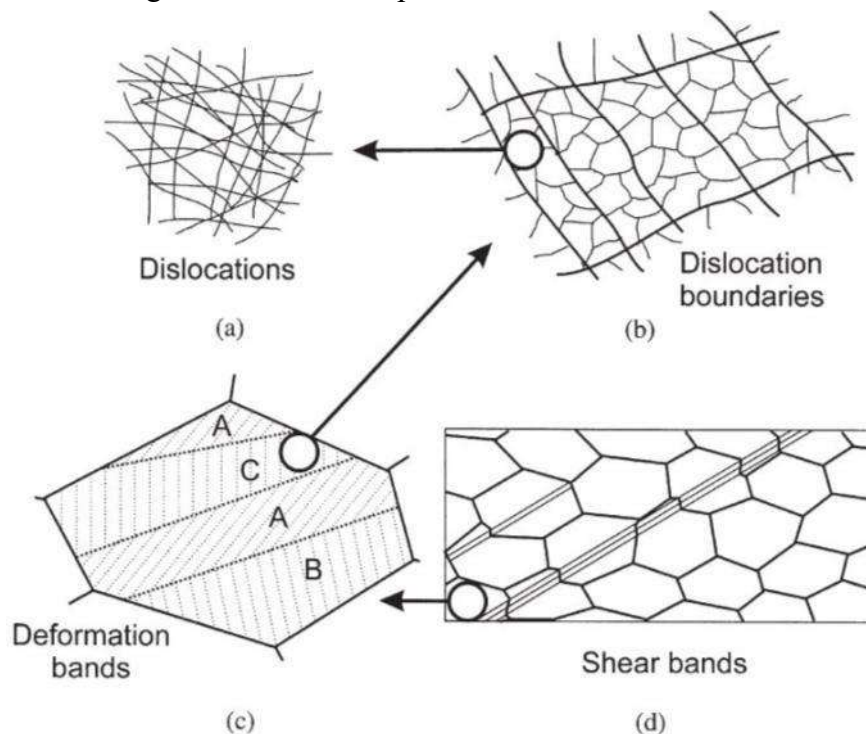


Figure 4. La hiérarchie de la microstructure dans un métal polycristallin se déformant par glissement. Les différentes caractéristiques sont représentées à une échelle croissante : (a) Dislocations, (b) Limites de dislocation, (c) Déformation et bandes de transition dans un grain, (d) Échantillon et bandes de cisaillement à l'échelle des grains.

- - Des bandes de transition séparent des zones adjacentes fortement désorientées d'un même grain. Elles sont souvent parallèles à la direction de déformation principale et accommodent des désorientations supérieures à 20° sur des épaisseurs de 1 à 2 μm . La déformation plastique crée également une quantité importante de défauts ponctuels (lacunes et interstitiels), mais qui s'éliminent en grande partie soit pendant la déformation (restauration dynamique si $T \geq 0,2 T_f$), soit lors d'un recuit ultérieur même à basse température [1, 3, 8].

I.4.2 Evolution microstructurale lors de la déformation à chaud

On distingue deux classes de sollicitations des solides en fonction de la température, celles à basses températures et celles à hautes températures. En effet, au-delà d'environ $0,5 T_f$ (T_f désignant la température de fusion en Kelvin), l'agitation thermique est telle que des mécanismes de réorganisations atomiques spécifiques apparaissent. La diffusion peut en effet changer les conditions de mobilité des atomes, ou des dislocations et donc les modes de déformation. Le taux de déformation imposé et la vitesse à laquelle on sollicite le matériau jouent également un rôle notable dans l'activation de ces mécanismes. Si l'on s'intéresse à la mise en forme à chaud (opérations industrielles telles que le forgeage, le matriçage, l'estampage ou le laminage à chaud), on est amené à considérer des quantités de déformation souvent très importantes réalisées sur des périodes de temps relativement courtes, c'est à dire à des vitesses de déformation typiquement comprises entre 0.1 et 100 s^{-1} . Au cours de ces opérations, les matériaux vont être le siège d'évolutions microstructurales importantes qui vont permettre d'agir sur l'organisation atomique et l'architecture, et donc conditionner leurs caractéristiques mécaniques finales. Ces évolutions microstructurales pendant la déformation à chaud sont essentiellement des combinaisons de l'écroutissage avec la restauration dynamique et avec la recristallisation dynamique.

I.4.2.1 Restauration dynamique

La déformation induit une création de dislocations, qui, comme nous l'avons vu précédemment peuvent se déplacer et amener le développement de sous-structures. Lorsque les dislocations sont effectivement très mobiles, on voit se former, à l'intérieur des grains initiaux, des sous-grains, c'est à dire des cellules contenant peu de dislocations et désorientées les unes par rapport aux autres de quelques degrés (Figure 5) [16]. Pendant la suite de la déformation, les sous-grains se détruisent et se reforment continuellement lors d'une étape appelée repolygonisation, avant d'atteindre un état quasi stationnaire qui repose sur un équilibre entre la création de dislocations, et l'arrangement et l'annihilation de dislocations. L'ensemble de ces phénomènes constitue les caractéristiques de la restauration dynamique. Quand les sous-grains

adjacents présentent des désorientations importantes (supérieures à 15°), on peut alors parler de développement de grains nouveaux et de processus de recristallisation dynamique continue.

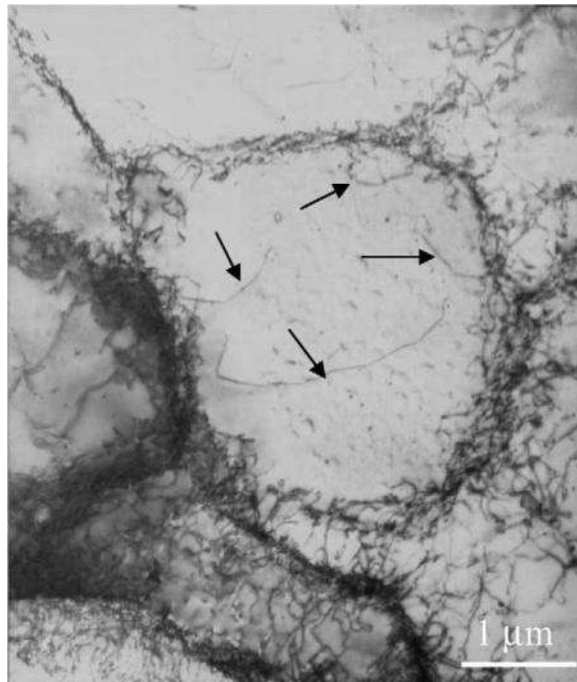


Figure 5. Structure de la cellule de dislocation montrant des dislocations de vis incurvées (comme indiqué par des flèches) s'inclinant vers et glissant à l'intérieur de la cellule [16].

I.4.2.2 Recristallisation dynamique discontinue

Dans les métaux dont les processus de récupération sont lents, tels que ceux avec une énergie de défaut d'empilement faible ou moyenne (cuivre, nickel et fer austénitique), une recristallisation dynamique peut avoir lieu lorsqu'une condition de déformation critique est atteinte. Une description simplifiée du phénomène de recristallisation dynamique est la suivante. Les nouveaux grains proviennent des anciens joints de grains, mais, à mesure que le matériau continue de se déformer, la densité de dislocation des nouveaux grains augmente, réduisant ainsi la force motrice pour une croissance ultérieure, et les grains de recristallisation cessent finalement de croître. Un facteur supplémentaire qui peut limiter la croissance des nouveaux grains est la nucléation d'autres grains aux limites de migration [3, 17].

Ce type de recristallisation dynamique, qui a des stades de nucléation et de croissance clairs, peut être classé comme un processus discontinu. Il existe d'autres mécanismes qui produisent des joints de grains à angle élevé pendant la déformation à haute température, et qui peuvent être considérés comme des types de recristallisation dynamique [3, 17].

La recristallisation dynamique commence généralement aux anciens joints de grains comme le montre schématiquement la figure (6a). De nouveaux grains sont ensuite nucléés aux limites des grains en croissance (fig. 6b), et de cette manière une bande épaisse de grains

recristallisés est formée comme le montre la figure (6c). S'il y a une grande différence entre la taille de grain initiale (D_0) et la taille de grain recristallisé (D_R), alors une structure en «collier» de grains peut se former (fig. 6b-6c), et finalement le matériau deviendra complètement recristallisé (6d) [3, 17].

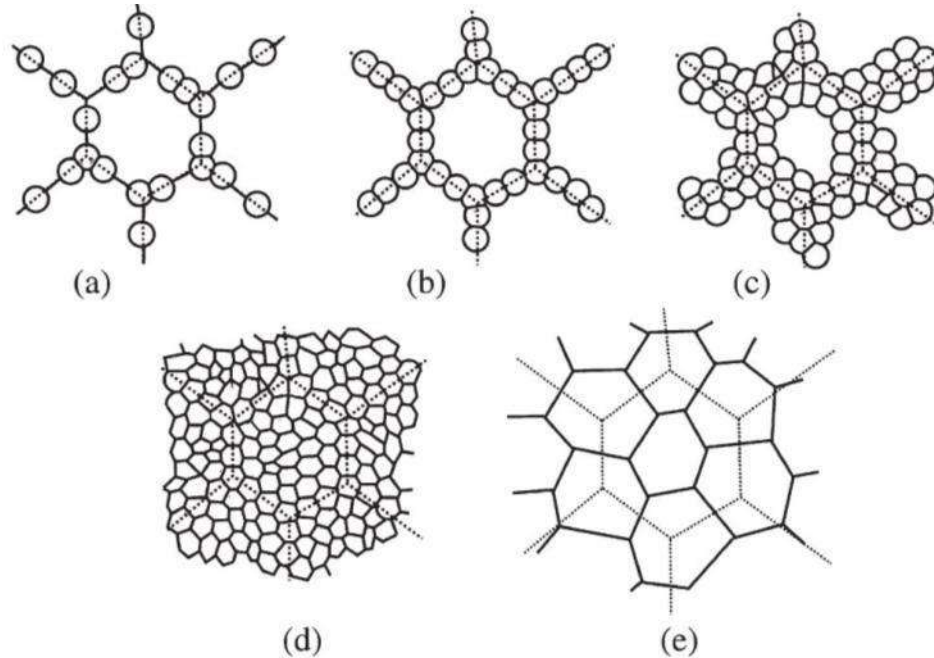


Figure 6. Le développement de la microstructure lors de la recristallisation dynamique. (a) - (d) Grande taille de grain initiale, (e) petite taille de grain initiale. Les lignes pointillées montrent les joints de grains précédents [3, 17].

Une micrographie du cuivre qui a subi une recristallisation dynamique partielle est représentée sur la figure (7)[17].

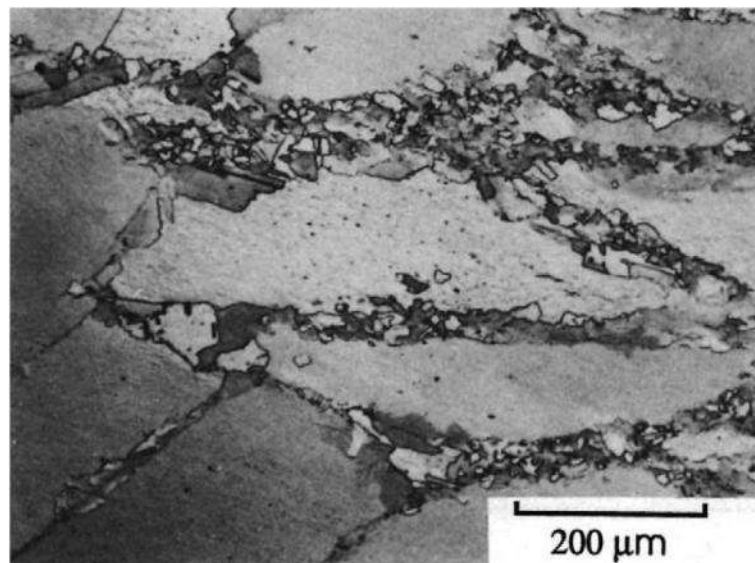


Figure 7. Recristallisation dynamique aux joints de grains antérieurs dans du cuivre polycristallin à 400 ° C, (Ardakani et Humphreys 1992)[17].

Contrairement à la recristallisation statique, la taille moyenne des grains recristallisés dynamiquement ne change pas au fur et à mesure de la recristallisation, comme le montre la figure (8).

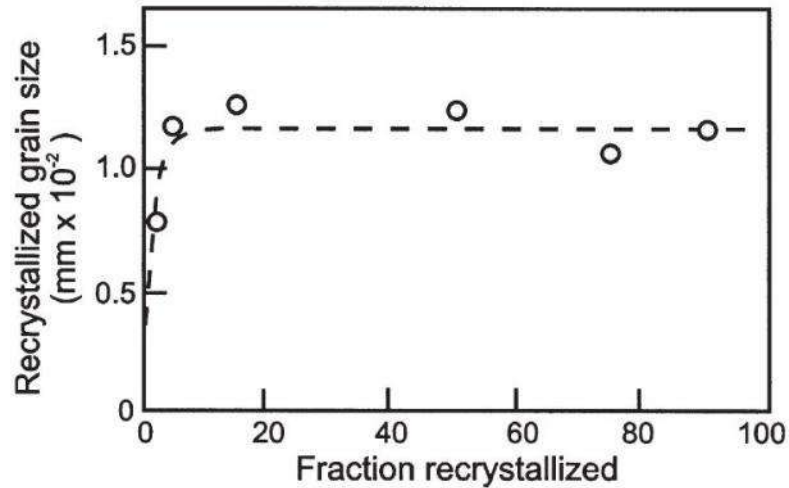


Figure 8. Relation entre la taille des grains dynamiquement recristallisés et la fraction recristallisée dans le nickel déformé à 880 °C.

I.5 Mécanismes de la déformation plastique

I.5.1 Déformation plastique par glissement

La déformation par glissement se produit sur les plans et le long de directions cristallins caractérisés par une forte densité atomique et la présence de défauts dans le réseau. Ces plans et directions ont le privilège d'être les sièges de ces mouvements, ils possèdent un grand nombre d'atomes par unité de surface et une distance interatomique minimale.

La nature des défauts qui aident l'occurrence des glissements sont variés :

- -Les lacunes : absence d'atomes dans certains sites.
- -Les dislocations : des anomalies de distribution.
- -Les inclusions : des défauts induits par des impuretés.

I.5.2 Activation des systèmes de glissement

La déformation plastique s'effectue donc suivant un nombre discret de modes de déformation. Quand un échantillon monocristallin est sollicité par une force \vec{F} en traction ou compression simples ; Il n'y a que la composante projetée sur un système de glissement activable qui est capable de produire une déformation plastique. Considérons la composante tangentielle τ au plan de glissement et dans la direction de glissement. En prenant en considération les notations illustrées sur la figure (9), alors l'expression de la cission résolue est donnée par :

$$\tau = \frac{F}{S_0} \cdot \cos \theta \cdot \cos \chi \tag{1}$$

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

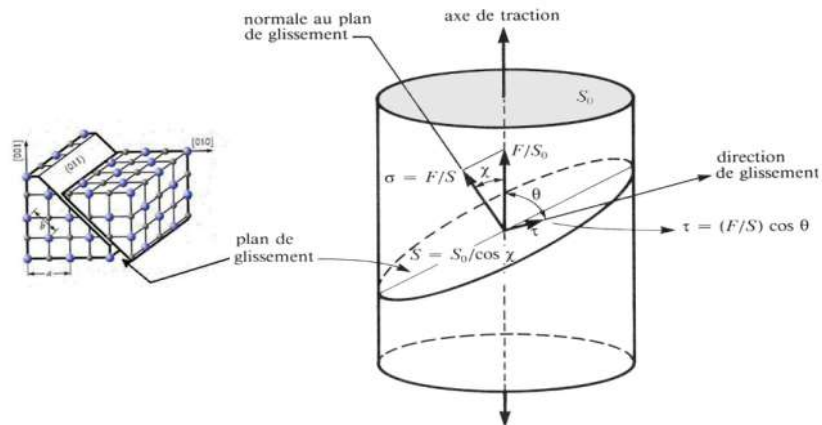


Figure 9. Loi de Schmid qui régit l'activation d'un glissement.

I.5.3 Déformation plastique par maclage

La déformation le mode « maclage » est beaucoup plus compliqué que la déformation par « le glissement ». Dans ce cas, les atomes du matériau se déplacent de telle manière que le réseau non transformé et le réseau maclé deviennent symétriques par rapport à un plan, dit « plan de macle » (Figure 10). Ce mode de déformation est fréquent chez les matériaux à structures cristallines « cubique centrée » ou « cubique à faces centrées ».



Figure 10. Déformation par maclage.

La tendance pour qu'une déformation plastique par maclage se réalise, augmente pour les basses températures, les fortes vitesses de déformation, et pour des taux de déformations assez élevés.

I.6 Liens entre énergie stockées et déformation plastique

Dans la littérature, on rencontre la formule citée par Humphreys et Hatherly [3], et qui donne l'énergie stockée de manière approchée :

$$E = E_{dislocations} + E_{sous-joints} \quad (2)$$

$$E_{dislocations} = c \cdot \rho \cdot G \cdot b^2 \quad (3)$$

$$E_{sous-joints} = \frac{\alpha \cdot \gamma_s}{R} \quad (4)$$

Où :

ρ est la densité de dislocations

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

α un facteur géométrique

γ_s l'énergie des sous-joints

I.7 Etapes de restauration et de recristallisation

I.7.1 Théories de la restauration et de la recristallisation

I.7.1.1 Mécanisme de la restauration

La restauration se fait en plusieurs étapes. Dans un premier temps, on assiste à une réorganisation de la sous-structure de dislocations. En favorisant la montée des dislocations par élévation de la température, on diminue la densité totale de dislocations par annihilation. Les dislocations et les parois se structurent pour former des sous-joints, c'est l'étape de *polygonisation* [3]. Puis, les sous-grains évoluent par mouvements des sous-joints pour atteindre une structure minimisant l'énergie stockée (Figure 11).

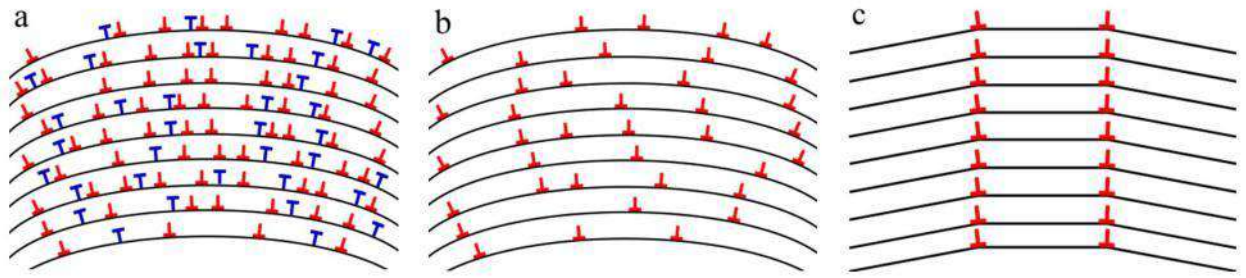


Figure 11. Polyгонisation d'un cristal courbé contenant des dislocations coins. a- déformé, b- après annihilation des dislocations, c- formation de joints inclinés [3].

Chaque grain présente donc une sous-structure constituée de cellules ou de sous-grains désorientés de quelques degrés par rapport à l'orientation initiale du grain. Cette restauration peut être influencée par le taux de déformation, la température de recuit et les caractéristiques du matériau (énergie de défaut d'empilement, éléments 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.

I.7.1.2 Mécanisme de la recristallisation

I.7.1.2.1.a 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.

I.7.1.2.1.b Croissance des grains

Lorsqu'un germe atteint la taille critique et qu'il est suffisamment désorienté par rapport à son environnement, il peut croître dans la matrice sous l'action de l'énergie de déformation stockée. La vitesse de migration du joint qui sépare le germe potentiel en cours de croissance de la matrice écrouie dépend fortement de [3] :

- La température,
- La désorientation du grain en croissance avec la matrice,
- La pureté du métal.

1.7.1.2.1.c Migration des joints de grains

Le déplacement du joint de grains dans le réseau est un problème très complexe du fait des interactions du joint avec, d'une part les défauts cristallins, et d'autre part les impuretés et les précipités.

La vitesse de migration des joints de grains est donnée par l'équation :

$$\frac{dV}{dt} = M \times \Delta f \tag{5}$$

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

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 [18] ont établi cette condition (Figure 12) qui est donnée par la relation suivante :

$$L > \frac{2 \cdot \gamma_b}{\Delta E} \tag{6}$$

Où γ_b est l'énergie interfaciale du joint, et $\Delta E = E_1 - E_2$ la différence d'énergie stockée.

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.

Humphreys et al. [19], ont expliqué ce mécanisme de migration de joint de grain induite par déformation (S.B.I.M.= Strain Induced Boundary Migration), en proposant un modèle pour la recristallisation de l'Aluminium monophasé (Figure 13).

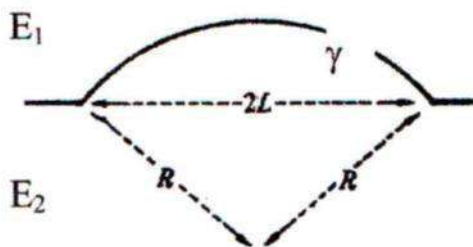


Figure 12. Modèle de migration induite par déformation ($E_1 > E_2$) [18].

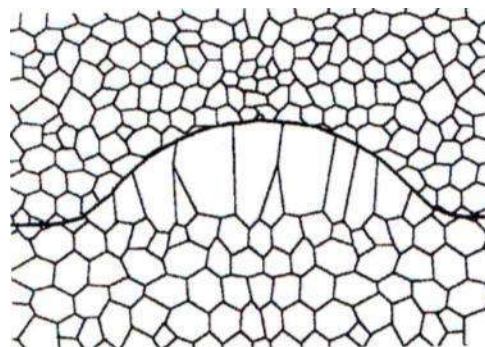


Figure 13. Schéma de la SIBM impliquant le développement coopératif de plusieurs sous-grains [20].

Deuxième Chapitre

II Généralités sur le procédé de tréfilage et le fluage

II.1 Introduction

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

II.2 Procédés de mise en forme

Les techniques de mise en forme des matériaux ont pour objectif de donner une **forme** déterminée au **matériau** tout en lui imposant une certaine **géométrie**, afin d'obtenir un objet ayant les **propriétés** souhaitées. Les techniques de mise en forme diffèrent selon les matériaux. Pour les métaux les principaux procédés sont

II.2.1 Le forgeage :

C'est la technique de mise en œuvre la plus ancienne (5 000 ans av. J.-C.), elle consiste à exercer une force sur la matière afin de la former et regroupe aujourd'hui plusieurs méthodes telles que :

- L'emboutissage,
- Le laminage,
- Le filage ;
- Le tréfilage.

II.2.2 La fonderie :

Cette technique consiste à fondre et à couler le métal dans un moule. Le choix du moule est un critère à prendre en compte. Il existe ainsi plusieurs méthodes de moulage :

- Moulage sable,
- Moulage coquille :

- Moulage en cire perdue.

II.2.3 Le frittage :

Ce procédé fait appel à la métallurgie des poudres. Il permet de consolider la poudre sous l'action de la chaleur et la rend ainsi compacte

II.3 Essais mécaniques

Les essais mécaniques sont des expériences dont le but est de caractériser les lois de comportements des matériaux (mécanique des milieux continus). La loi de comportement établit une relation entre les contraintes (pression=force/surface) et les déformations (allongement unitaire sans dimensions). Il est à noter qu'il ne faut pas confondre une déformation avec un déplacement ou une dilatation.

II.4 Tréfilage

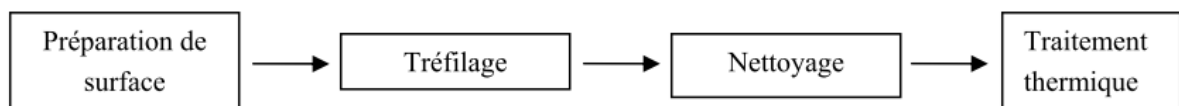
II.4.1 Définition de tréfilage (historique)

Le tréfilage est un procédé de mise en forme largement utilisé pour la fabrication de fils métalliques. Cette partie a pour but de présenter les techniques propres au tréfilage des fils ultrafins en cuivre et en alliages cuivreux recouverts d'un revêtement métallique ou non, dont le diamètre est de l'ordre du centième de millimètre [21].

II.4.2 Principe du tréfilage

Le principe du tréfilage est de faire passer le fil machine préalablement décapé, traité et lubrifié à travers une série d'orifices calibrés appelés filières (Figure 14). La filière est l'élément essentiel du tréfilage. Elle est constituée d'un élément dur en carbure de tungstène contenu dans un support d'acier. La partie active de la filière est constituée du cône de travail ou cône de tréfilage.

Une opération industrielle de tréfilage se compose de quatre étapes élémentaires :



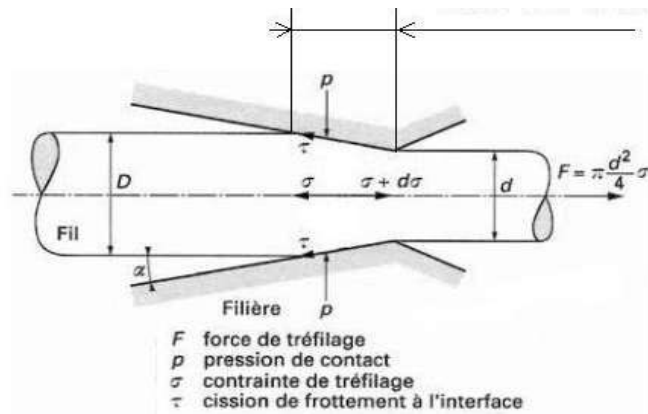


Figure 14. Schéma de principe de tréfilage[22].

II.4.2.1 Machine simple ou machine monopasse

On distingue :

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

II.4.2.2 Machine multiple ou machine multi passe

La figure (15) représente un modèle type d'une tréfileuse qui se compose de :

- Le dévidoir : qui permet le déroulement continu de couronne de fil.
- La boîte à savon : qui permet de logement de la porte-filière et le logement du lubrifiant.
- porte de filière : qui permet le positionnement de la filière et le refroidissement de celles-ci.
- La bobine : qui permet de tirer le fil à travers la filière et l'enrouler en spire.

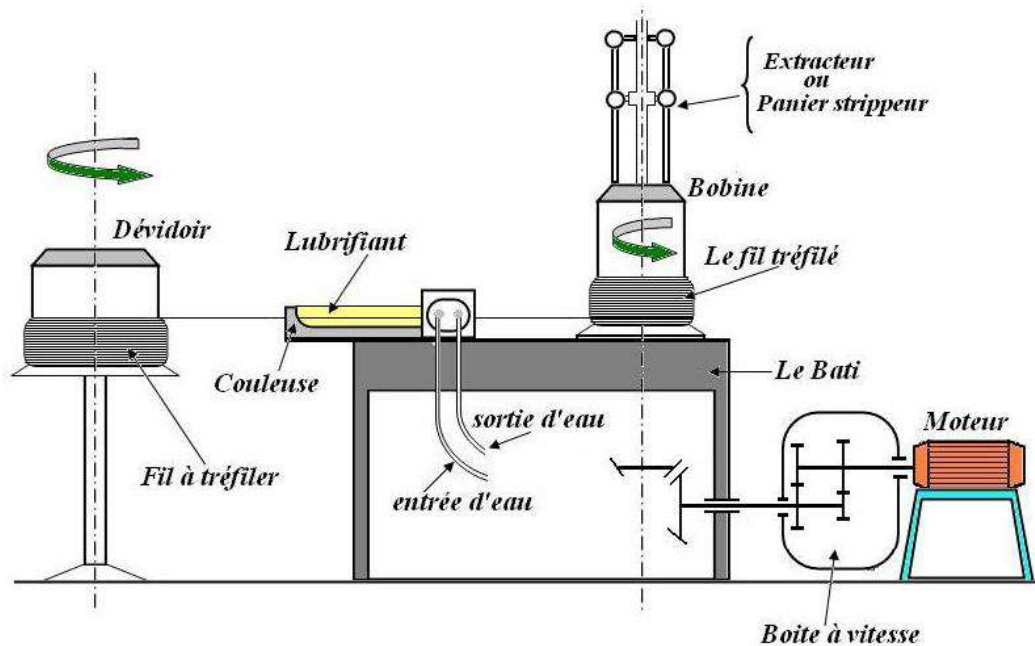


Figure 15. Schéma d'un banc à tréfiler.

- L'extracteur : permettant d'enlever la couronne de fil de la bobine.
- La boîte de vitesse : qui permet de varier la vitesse de rotation de la bobine.
- La filière (passe) : est un bloc en générale cylindrique percé en orifice calibré ayant les dimensions et la forme du produit que l'on désire à tréfilé.

II.4.3 Paramètres de tréfilage

II.4.3.1 La déformation équivalente

La déformation équivalente est la somme de toutes les souches locales qui la provoquent tréfilage sous l'influence de la contrainte de traction. Il affecte les propriétés mécaniques de fil [23].

II.4.3.2 Le travail redondant et la déformation redondante

Dans le but de comprendre le concept de travail redondant en tréfilage, il est plus simple de considérer la géométrie de la zone de déformation à l'intérieur de la filière. Une forme conique, avec des parois internes convergentes, comme il est illustré sur la (Figure 16).

La figure II.3 montre un exemple de comment un redondant ou excès, de travail est nécessaire pour réduire la section du fil au cours de tréfilage à travers une filière conique. En se rapprochant des parois de la filière de conversion (zone de travail), le volume élémentaire dv parcourt son chemin lors de la traversée de filière sur ligne droite parallèle à l'axe de tréfilage jusqu'à ce qu'au point A, il doit être dévié vers l'axe central, tout en étant charrié vers l'avant. Au point B, il est une fois encore dévié mais vers son parcours original.

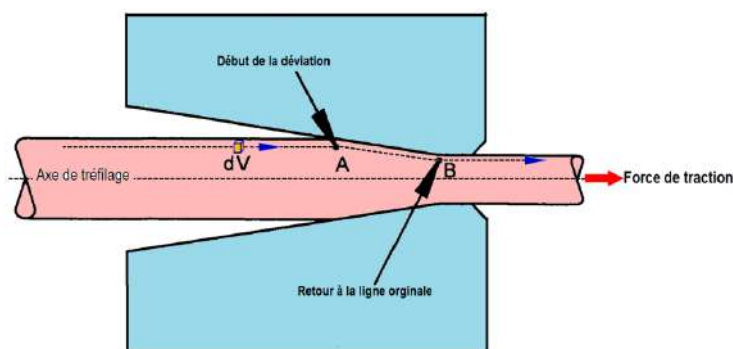


Figure 16. Travail redondant dans une filière.

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

II.4.3.3 L'effort de tréfilage

Lorsque le fil est tiré à travers la matrice, les contraintes affectent grandement le traitement de tréfilage. La déformation élastomère se produit dans le moule sous l'action combinée de la force de traction appliquée sur le fil et de la pression latérale qui apparaît le long des parois du moule comme force de réaction. Les forces de frottement se produisent à l'interface fil / filière, puis s'ajoutent à la pression latérale, de sorte que la force requise pour tirer le fil sera le résultat de la force requise pour déformer le fil plastiquement et de la force nécessaire pour surmonter le frottement.

II.4.3.4 Le coefficient de frottement μ

Le frottement est une interaction qui s'oppose au mouvement relatif entre deux systèmes en contact. C'est un phénomène ennuyeux et nocif pour le processus de tréfilage.

Le frottement provoque une augmentation de l'amplitude de la force d'étirage, de l'échauffement pendant le fonctionnement, et donc de la température du système (fil / moule).

Il en résulte l'apparition du phénomène de restauration partielle et de recristallisation entre les différentes passes, ce qui conduit à des accidents tels que des rayures dans le fil, et une usure de la filière.

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

II.4.3.5 L'angle d'ouverture

Dans la pratique de l'industrie de câblerie, les valeurs généralement adoptées pour l'angle 2α varient entre 8° et 20° en fonction de tous les paramètres discutés précédemment.

Si le but final d'un tréfileur est de tréfiler le fil avec les plus fortes passes possibles afin de diminuer rapidement sa section, on a intérêt à donner à l'angle de travail α une valeur la plus voisine que possible de l'angle correspondant à l'effort de traction minimum au centre du fil, afin d'éviter non seulement la rupture, mais aussi un calibrage irrégulier [24].

II.4.3.6 Température d'interface et échauffement du fil

Au cours du procédé de tréfilage, il se produit des pertes de puissance, cette perte énergie pendant le temps de passage à travers la filière, provoque l'échauffement du fil. Parmi les parts des puissances dissipées connues, on peut citer : L'énergie dissipée par frottement

(W_{fr}) ; L'énergie dissipée due à la déformation plastique internes du fil (W_{int}) ; et l'énergie dissipée par cisaillement.

II.4.4 Les incidents au cours de tréfilage :

II.4.4.1 La rayure

Une des origines de ces rayures est le bourrage de la filière avec des copeaux de métal. Un tel bourrage (Figure 17) entraîne localement une mauvaise lubrification du fil.

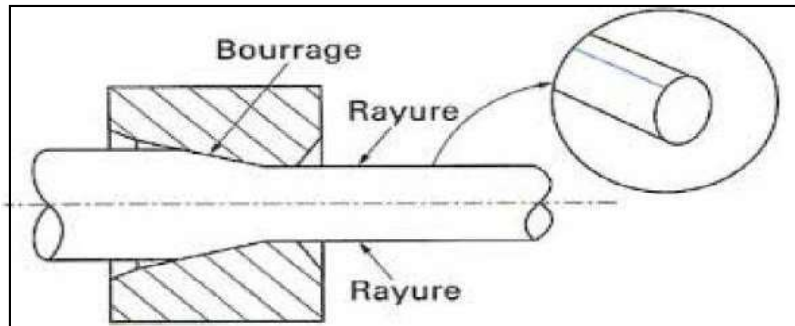


Figure 17. Bourrage d'une filière générant la rayure du fil.

D'autres défauts peuvent avoir pour origine l'état du métal. Ils ne mettent pas en cause le tréfilage, bien que des ruptures ou une mauvaise surface du fil apparaissent en cours de déformation. Par exemple, des inclusions grossières conduisent à des ruptures du fil, des incrustations de métal en surface provoquent des défauts de surface tels que des pattes de corbeaux.



Figure 18. Criques de surface appelées pattes de corbeaux [25].

II.4.4.2 Les cassures

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

- Ecouissage trop important
- Réduction trop importante
- Mauvais réglage de la machine
- un angle du cône de travail trop ouvert, provoque une rupture en « cup and cone » (Figure 19).

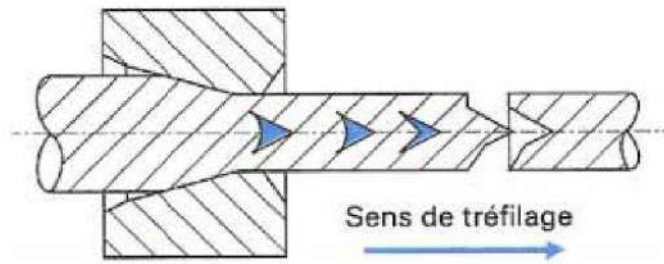


Figure 19. Rupture en cup and cone d'un fil [26].

II.4.5 Lubrification :

Ce sont en fait des mélanges complexes de graisses, de charges minérales, de divers additifs et de produits de réaction.

II.4.5.1 Fonctions du lubrifiant

Le lubrifiant joue le rôle produit liquide ou pulvérulent suivant le procédé choisi, il s'intercale, sous forme d'un film mince, entre les deux antagonistes, il joue un rôle très important pendant la mise en forme et possède également des propriétés qui facilitent les opérations ultérieures (assemblage, câblage, tournage,...).

II.4.5.2 Principales catégories des lubrifiants

Un bon lubrifiant favorise la formation d'un film superficiel suffisamment épais et homogène pour éviter toute interaction directe entre la filière et le fil. Il doit également résister aux fortes pressions et hautes températures développées pendant le tréfilage. Il doit contribuer à refroidir l'outillage ainsi que le fil afin d'éviter certaines transformations métallurgiques rencontrées à hautes températures et doit également limiter l'usure de l'outillage afin d'augmenter sa durée de vie et assurer un bon état de surface du fil fini.

II.4.6 Traitements thermiques des fils tréfilés

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

II.5 Essaie de fluage

II.5.1 Définition

Le fluage est la déformation isotherme sous contrainte constante en fonction du temps. Le fluage d'un matériau se produit à haute température et correspond à un régime de déformation lente, sous charge constante, la contrainte étant potentiellement inférieure à la limite d'élasticité. Ces essais intéressent donc les domaines où les matériaux sont soumis à des températures élevées, tels que l'aéronautique ou le nucléaire.

II.5.2 Principe du fluage

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

Un essai de fluage se déroule en deux grandes étapes : la première concerne la mise en charge

(Période pendant laquelle la contrainte augmente progressivement pour atteindre la valeur souhaitée (Figure 20) puis le fluage proprement dit.

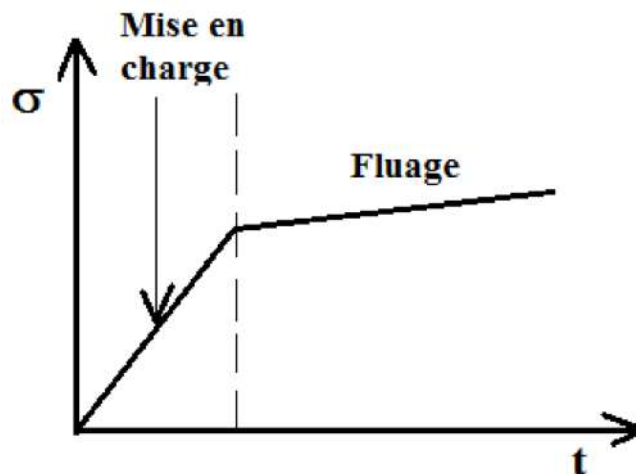


Figure 20. Courbe de fluage expérimental.

II.5.3 Dispositif et Protocole de l'essai :

II.5.3.1 Epreuve

Les éprouvettes de fluage sont analogues à celles utilisées en pour les essais de traction uniaxiale ordinaires, éprouvettes cylindriques (Figure 21) ou plates, encore que d'autres géométries peuvent être utilisées selon la disponibilité du matériau ou les contraintes géométriques. Il est préférable, toutefois, étant donnée la faible vitesse de déformation, de disposer d'éprouvettes relativement longues pour augmenter la précision de la mesure du déplacement.

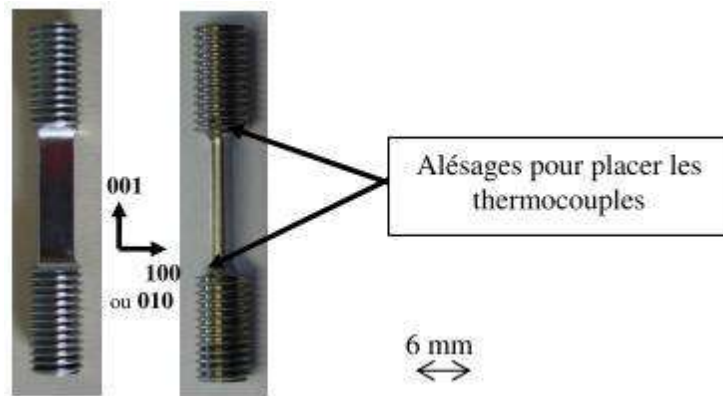


Figure 21. Types d'éprouvettes de fluage.

II.5.3.2 Dispositif d'application de la charge

Lors d'une expérience de fluage, il est plus courant de travailler à charge qu'à contrainte constante, toutefois il est possible d'effectuer des essais à contrainte constante, ce qui implique de faire varier la charge appliquée au fur et à mesure de la déformation de l'échantillon. Les dispositifs de fluage sont généralement composés d'un poids et d'un bras de levier relié à un mors sur lequel l'éprouvette est fixée (Figure 22).

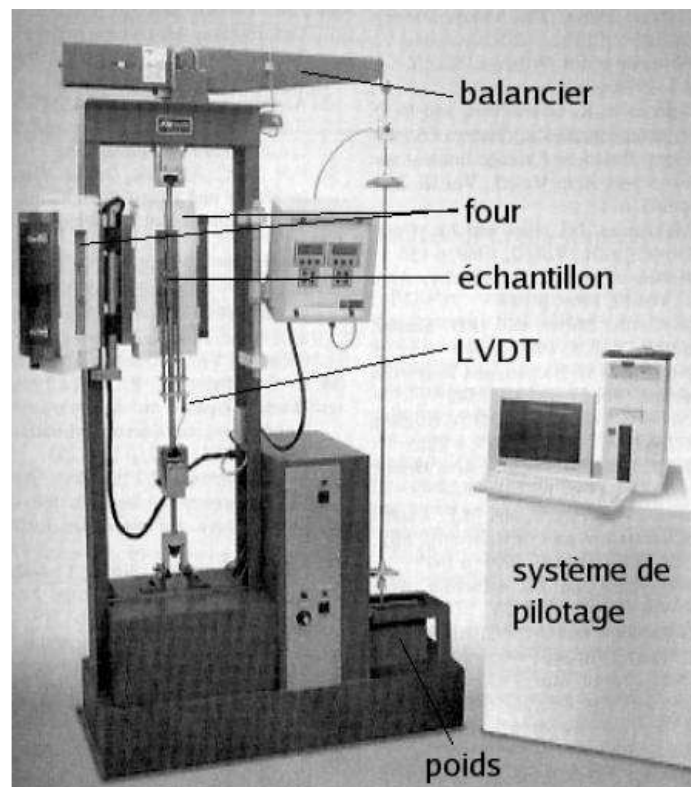


Figure 22. Machine de fluage.

Il peut être nécessaire, pour conserver l'équilibre de cette balance, de disposer d'un moteur qui compense l'élongation de l'éprouvette, les dispositifs correctement conçus pouvant tout de même assurer une précision satisfaisant les normes pour des angles du bras de levier de l'ordre de 10° . Il

faut porter une attention particulière à l'alignement des têtes d'amarrage, an de limiter les moments déflexion imposés à l'éprouvette (la norme ASTM recommande une déformation en flexion inférieure à 10 % de la déformation axiale).

II.5.3.3 Four

Les fours utilisés sont en général des fours tubulaires à résistance électrique qui chauffe par radiation (Figure23). Les variations de température ayant un impact fort sur les résultats de fluage, il est important d'assurer un contrôle précis de la température (la norme fixe une variation maximale de $\pm 1,7$ °C au-dessous de 980 °C et $\pm 2,8$ °C au-dessus. La montée en température à elle seule peut durer plusieurs heures pour éviter de dépasser la température d'essai, ce qui invaliderait les résultats. La mesure de température est généralement effectuée par un thermocouple fixé sur l'échantillon. Les éprouvettes longues peuvent imposer d'utiliser plusieurs thermocouples an de s'assurer de l'homogénéité de la température [26].



Figure 23. Four tubulaire.

II.5.3.4 Mesure du déplacement

La mesure du déplacement est effectuée par un extensomètre. Dans le cas des essais de fluage, la température élevée interdit le plus souvent de placer l'extensomètre directement dans le four et on utilise un système de tiges capables de supporter la température d'essai, transférant la déformation à un LVDT .comme présenté sur la (Figure 24). Il est aussi possible de faire appel à de l'extensomètre sans contact, ce qui implique de disposer d'une fenêtre dans le four pour suivre la déplacement des points de la surface pris comme repères[26]

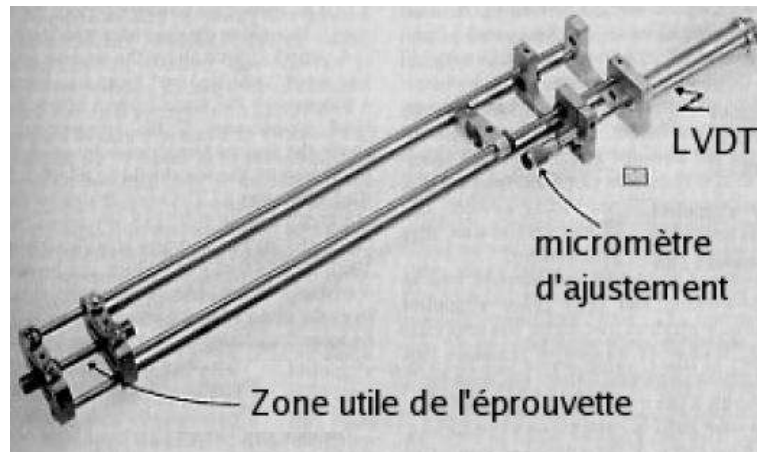


Figure 24. Dispositif de mesure de la déformation pour essai de fluage[26].

II.5.4 Diagramme typique de fluage

Typiquement, le fluage des matériaux présente trois phases : le fluage primaire, pendant lequel la vitesse de déformation décroît continûment, le fluage secondaire, à vitesse de déformation minimum, et enfin le fluage tertiaire pendant lequel la vitesse de déformation augmente jusqu'à la rupture de l'échantillon. La figure (25a, 25b) présente une courbe type d'essai de fluage et une courbe de vitesse de fluage[27].

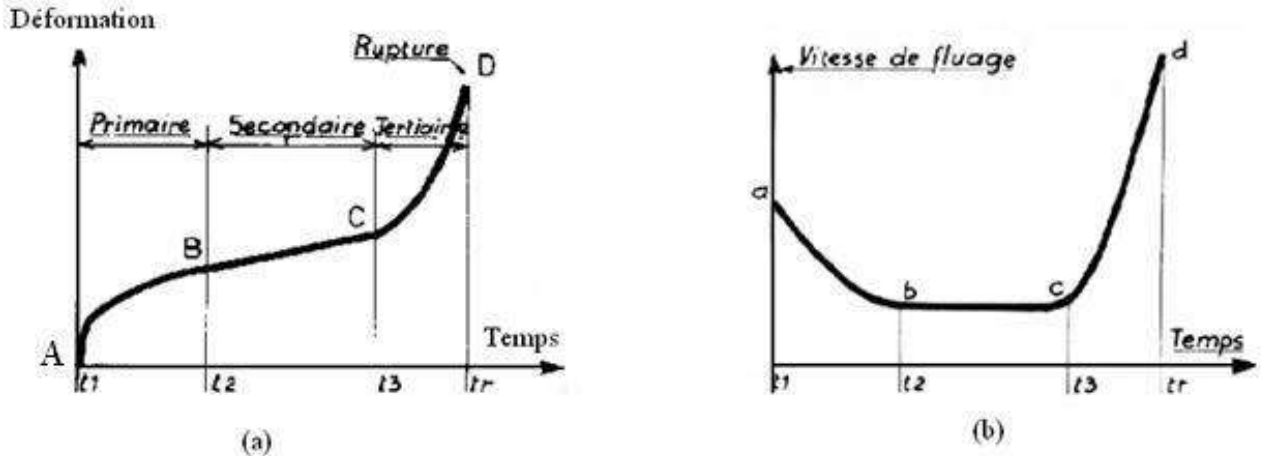


Figure 25. (a) Allure générale d'une courbe de fluage, Evolution de la déformation et (b) la vitesse de déformation en fonction du temps.

II.5.5 Différents stade de fluage

On distingue généralement trois stades d'évolution de la déformation :

1. Le stade primaire, ou transitoire (AB) : pendant lequel la vitesse de déformation diminue avec le temps, ce qui traduit une augmentation de la résistance du matériau. Cette tendance provient en général d'un accroissement de la densité de dislocations jusqu'à saturation

2. Le stade secondaire, ou stationnaire (BC) : pendant lequel la vitesse de déformation se stabilise. Cette phase correspond à l'équilibre atteint entre les phénomènes de durcissement et ceux de restauration à l'échelle des dislocations.
3. Le stade tertiaire (CD): où la vitesse de déformation augmente jusqu'à rupture de l'éprouvette. La densité et la mobilité des dislocations augmentent. En parallèle, des phénomènes de cavitation interne et d'endommagement en surface vont mener à la création de fissures. Ces dernières vont diminuer la surface portante de l'éprouvette entraînant la rupture par augmentation de la contrainte macroscopique (Figure 26).

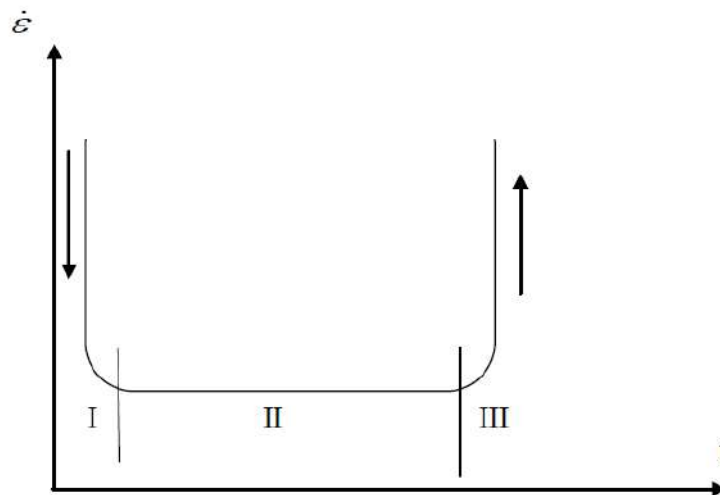


Figure 26. Courbe de la vitesse de déformation en fonction du temps.

II.5.6 Facteurs influents sur le fluage

II.5.6.1 Effets de la température

On a vu différents types de fluage que le fluage présentait trois stades différents si la température était supérieure à environ $0,3 T_f$ et se réduisait à un fluage de nature logarithmique pour des températures inférieures.

On distingue aussi les essais réalisés à des contraintes σ inférieures à la limite d'élasticité σ_e et ceux réalisés à des contraintes supérieures. Dans ce dernier cas, le stade secondaire est d'autant plus réduit que le taux d'écrouissage $\frac{d\varepsilon}{d\sigma}$ du matériau est faible lors d'un essai de traction

C'est le cas, en particulier, pour les superalliages base nickel. D'une manière générale, la vitesse de fluage augmente avec la contrainte σ et la température T . La durée du fluage primaire et tertiaire augmente avec σ et T , tandis que celle du fluage secondaire diminue

II.5.6.2 Effets de la taille de grain

La vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$ varie de façon inversement proportionnelle à la taille de grain. Pour augmenter la résistance au fluage, il faut augmenter la taille de grain [28].

II.5.7 Variations de ε et de $\dot{\varepsilon}$ avec le temps

Les variations de ε (et de $\dot{\varepsilon}$) avec le temps sont souvent données par la somme de quatre fonctions ε (ou $\dot{\varepsilon}$), avec :

- ε_1 Déformation instantanée correspondant à la mise en charge,
- ε_2 fonction du temps de type λt^x , avec $x < 1$ (stade primaire),
- ε_3 fonction linéaire du temps (stade secondaire),
- ε_4 fonction du temps de type λt^y , avec $y > 1$ (stade tertiaire).

Cette expression permet de décrire une courbe de fluage à une température et une contrainte données. Pour chacune des fonctions ε_2 , ε_3 et ε_4 , il existe un très grand nombre d'équations différentes. Les fonctions ε qui décrivent le mieux les courbes de fluage sont la somme d'une fonction puissance avec une fonction linéaire et une fonction logarithmique.

Il faut garder à l'esprit que bien souvent ces fonctions ne sont valables que dans un intervalle de contrainte set de températures données. L'expression la plus courante est la loi d'Andrade [28] :

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \lg(1 + k t) \quad (7)$$

Ou encore, pour la vitesse de déformation :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\beta}{3 \left(1 + \beta t^{\frac{1}{3}}\right)^{\frac{2}{3}}} + k \quad (8)$$

Où k et β sont des paramètres ajustables.

II.5.8 Variation de la vitesse de déformation ($\dot{\varepsilon}$) avec la température

La vitesse de déformation ($\dot{\varepsilon}$) augmente avec la température : elle est thermiquement activée. La fonction ($\dot{\varepsilon}$) suit une loi de type Arrhenius [28] :

$$\dot{\varepsilon} = \varepsilon_d \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (9)$$

Avec $\dot{\varepsilon}$: vitesse de déformation pendant le fluage secondaire.

Q (J. mol⁻¹) : énergie d'activation.

R : constante molaire des gaz (8.314 J. mol⁻¹ . K⁻¹).

T (K) : température.

ε_d (s⁻¹) : Paramètre de dimensionnement.

La figure (27) présente une courbe d'Arrhenius et qui permet de déterminer l'énergie d'activation Q.

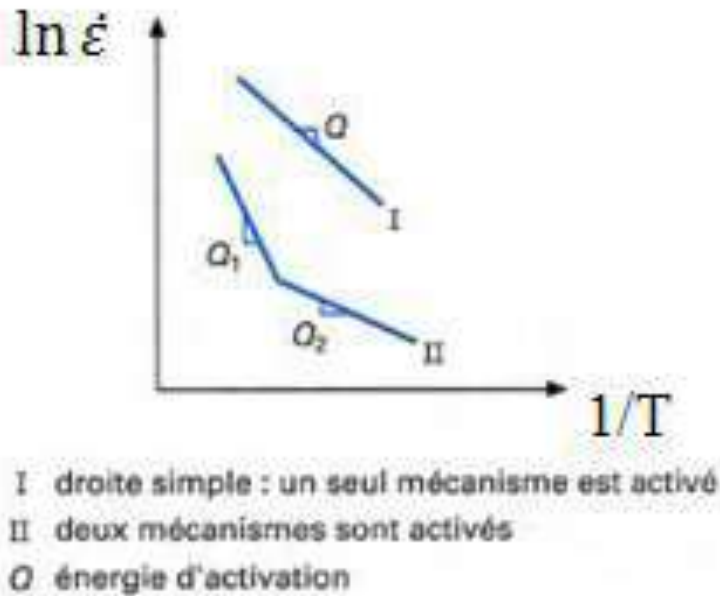


Figure 27. Courbe d'Arrhenius.

II.5.9 Caractéristiques de fluage

II.5.9.1 Fluage logarithmique

A basse température et à faible contrainte la courbe montre seulement la transition du fluage avant que la déformation devient constante (Figure 28). Ce fluage est décrit par l'équation [29]:

$$\epsilon = \epsilon_0 + a \cdot \log t \tag{10}$$

Où ϵ : représente la déformation après un temps t.

a: est une constante.

ϵ_0 : est la déformation instantanée.

Ce type de fluage est appelé logarithmique.

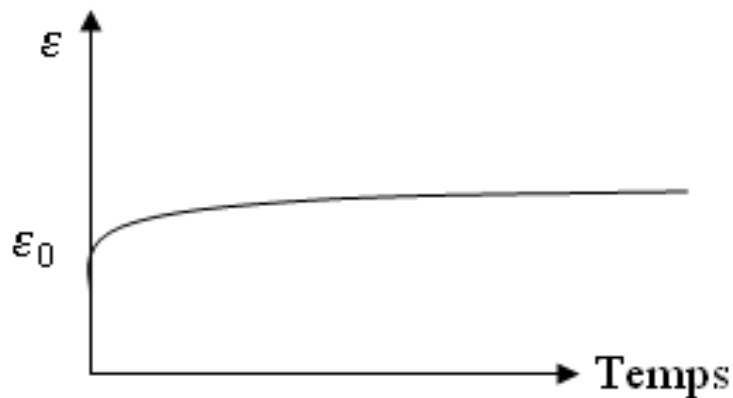


Figure 28. Fluage logarithmique.

II.5.9.2 Fluage de puissance

A haute température et forte contrainte l'équation de fluage est de la forme :

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \beta t^m \quad (11)$$

Où β et m sont des constantes avec la valeur de m compris entre 0 et 1.

Pour plusieurs matériaux polycristallins à température élevée $m = 1/3$

β : Constante en fonction de la température et la contrainte.

Ce type est appelé fluage de puissance (Figure 29).

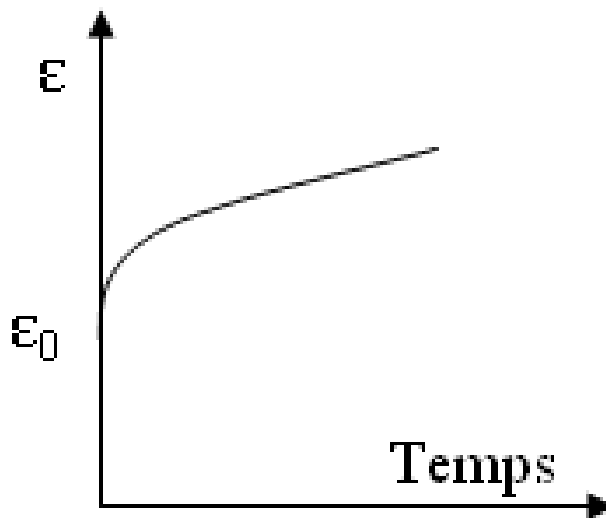


Figure 29. Fluage de puissance [29].

II.5.10 Les différents mécanismes de fluage

Il existe deux grandes classes de mécanismes à l'origine de la déformation plastique à haute température : le fluage dislocation et le fluage diffusion. La déformation du matériau est gouvernée par l'un ou l'autre des mécanismes, en fonction de la température ou de la contrainte appliquée. Nous exposerons ici les mécanismes prédominants par ordre croissant de température, ce qui correspond à un ordre décroissant de la contrainte [30, 31]. La figure (30) présente schématiquement les différents modes de déformation en fonction de la température.

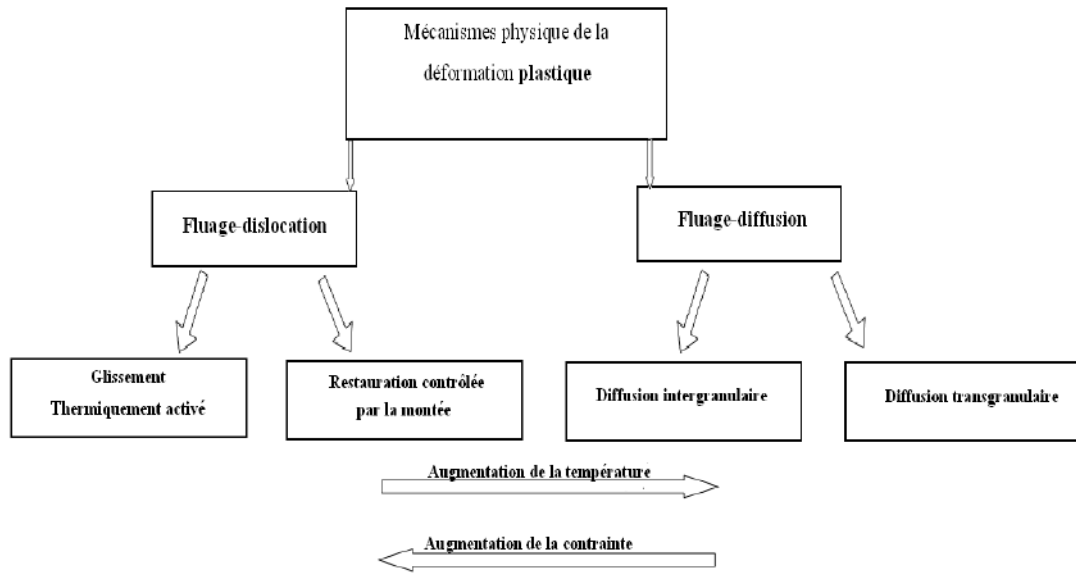


Figure 30. Représentation schématique des modes de déformation en fonction de la température.

Troisième Chapitre

III Matériaux et Méthodes d'analyses utilisées

III.1 Introduction

Dans ce chapitre nous présentons une description du matériau utilisé dans la fabrication des fils électriques, nous expliquons la préparation des échantillons étudiés, et les techniques de caractérisations utilisées dans notre travail.

Nous présenterons aussi quelques notions théoriques pour chaque type de caractérisation et les formules que nous avons utilisées dans calculs.

Dans notre étude, nous avons étudié les fils tréfilés à partir d'un fil machine en cuivre industriel pur de diamètre initial égal à 8.00 mm et dont la composition chimique, caractéristiques géométriques et mécaniques sont données sur les fiches techniques d'importation (Tableau 2). Ce fil machine est utilisé par l'entreprise E.N.I.CA.Biskra dans la fabrication des fils électriques en cuivre de différents taux de réduction. Ces fils ont destinés à l'industrie du bobinage, électrification des bâtiments ou la fabrication des câbles de transport d'énergie à haute tension.

Le taux de réduction $r(\%)$ ou de déformation d'un fil tréfilé est par la relation suivante :

$$r = \frac{d_0 - d_{tréf}}{d_0} \quad (\%) \quad (12)$$

Où d_0 diamètre initial, $d_{tréf}$ est le diamètre du fil tréfilé.

Les fils ont été déformés de telle façon que leurs sections étaient réduites en diamètre à 21,23% ; 43,75% ; 69,75% ; 77,44% ; 87,75% ; 96,48% ; et 97,36%



Figure 31. Halle de Bobinage (a) Halle de production(b) dans l'usine ENICAB.

Tableau 2. Composition massique en pourcentage en impuretés (ppm).

Elements	Ag	S	Fe	Pb	P	Zn	As	Se, Te, Bi, Ni, Cd, Mn...
Résultats (ppm)	6.50	3.50	3.40	1.70	1.40	1.00	1.00	< 13



Figure 32. Echantillons prélevés du banc de production des fils de cuivres (ENICAB).

Les caractéristiques mécaniques, électrique, et géométrique sont récapitulées dans le (Tableau 3).

Tableau 3. Caractéristiques du cuivre utilisé à ENICAB.

Diamètre	Résistance à la traction	Allongement relatif	Résistivité électrique
Ø [mm]	Rm [MPa]	A [%]	ρ [Ω·mm ² /m]
8,0 ± 0,5	200 – 250	39	0,01639

III.2 Préparation des échantillons pour l'observation au microscope optique

L'observation au microscope optique a pour principal objectif la description de la microstructure de l'échantillon avant et après la déformation par tréfilage, et après les traitements thermiques de recuit. L'observation au microscope optique se fait sur des surfaces polies et préalablement soumises à une attaque chimique.

L'obtention de ces surfaces pour nos échantillons étudiés en cuivre pur, nécessite différentes étapes :

1-Le découpage des fils de différentes de différents taux de déformation, en petits cylindres de hauteur : 1cm.

2-Le découpage se fait sous une coulée d'eau froide afin d'éviter l'échauffement des échantillons.

3-Sectionnement longitudinal des échantillons.

4-Polissage des surfaces planes des échantillons préparés (Figure 34).

Pour la sécurité, on doit polir de manière grossière les faces et les arêtes pour ne pas se couper la main.

En suit, on passe au polissage des surfaces ciblées, l'opération se fait en plusieurs étapes. On commence par utiliser un papier abrasif en carbure de silicium en démarrant par un papier à gros gains (#200) et finissant par un papier à gains fins (#2400).

A la fin de chaque polissage les échantillons sont nettoyés des petites bavures avec de l'eau puis séchés à l'air froid en utilisant un séchoir à cheveux.

On termine le polissage par l'utilisation d'une pate diamantée diluée et étalée sur un tissu en feutre, jusqu'à obtenir une surface lisse miroitée.

On lave des les surfaces avec de l'eau distillée suivie d'un rinçage à l'alcool éthylique puis un séchage sous un courant d'air froid.

5-Pour pouvoir observer les microstructures, on fait une attaque chimique des surfaces polies avec une solution d'acide nitrique concentré à 55% (HNO_3). Le temps d'attaque est d'environ 1 seconde.

Le polissage a été réalisé grâce à une polisseuse de type PHOENIX ALPHA de marque ANALIS (Figure 33).

Il faut indiquer que chaque matériau est caractérisé par un réactif chimique d'attaque qui lui est spécifique dont les conditions d'utilisation sont bien définies (Tableau 4). Les attaques chimiques peuvent être électrolytiques.



Figure 33. Polisseuse mécanique de marque "Analis".

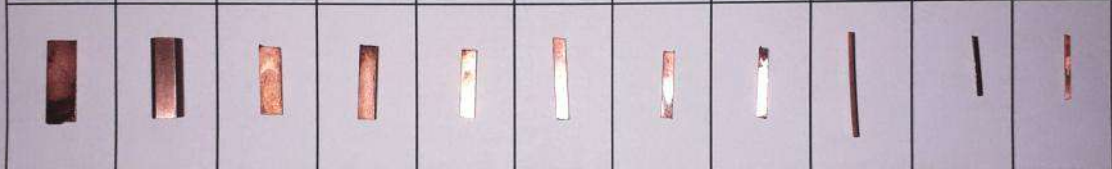
Découpage des échantillons pour Master Génie Mécanique Université d'Ouargla										05 Mars 2020
Diamètre	8,00 mm	7,10 mm	6,00 mm	5,15 mm	4,40 mm	3,80 mm	2,80 mm	2,35 mm	1,50 mm	1,30 mm
Réduction	Fil machine	21,23%	43,75%	58,56%	69,75%	77,44%	87,75%	91,37%	96,48%	97,36%
										

Figure 34. Echantillons découpés et polis.

Tableau 4. Réactifs d'attaque pour les observations métallographiques du cuivre et ses alliages.[32]

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

III.3 Traitement thermique de recuit

Les traitements thermiques de recuit ont été faites en utilisant un four de forme tubulaire programmable, de marque THERMOLYNE, type 21100 TUBE FURNACE (Figure 35), avec enceinte chauffante ouverte des deux côtés. Les températures appliquées aux échantillons pour le recuit sont $T=110^\circ C$ et $T=200^\circ C$ pour les fils destinés aux essais de fluage, et $T=400^\circ C$ pour les fils destinés à l'examen par la microscopie optique et les essais de la microdureté. Pour l'examen la microscopie optique, les temps de recuit s'étalent de 1 minute jusqu'à 2 heures, ensuite ils sont trempés à l'air libre.



Figure 35. Four tubulaire programmable pour traitements thermiques.

III.4 Microscopie optique

Pour les observations de la microstructure, nous avons utilisé un microscope optique métallurgique inversé (Figure 36) de marque Hund T100. Ce microscope est muni de quatre objectifs de la type Karlzeiss et équipé d'un appareil photographique digital.

III.5 Essais de microdureté

III.5.1 Principe de mesure

Les essais de microdureté Vickers consistent à estimer la valeur de la microdureté HV, à partir des diagonales de l'empreinte (ou indentation) laissée par le pénétrateur (Figures 38, 39) sur la surface polie de l'échantillon.

On applique une charge P constante pour faire enfoncer le pénétrateur dans la surface de l'échantillon avec une vitesse constante pendant une durée de 15 secondes. Pour le cuivre, il est recommandé par ASTM une charge de 200gf, mais cette valeur peut changer pour d'autres matériaux.

Dans notre travail, nous avons utilisé un microduromètre automatique de marque HVS1000Z (Figure 37), piloté par un logiciel. Les charges permises par cet appareil sont indiquées sur le tableau suivant (Tableau 5).



Figure 36. Microscope optique Hund-T100.



Figure 37. Microduromètre statique de marque HVS-1000Z.

Tableau 5. Valeurs des charges disponibles.

indice	charge	force
0.01	10 gf	0.098 N
0.025	25 gf	0.245 N
0.05	50 gf	0.490 N
0.1	100 gf	0.980 N
0.2	200 gf	1.960 N
0.3	300 gf	2.940 N
0.5	500 gf	4.900 N
1	1000 gf	9.800 N

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

$$HV_p = 1854.4 \times \frac{P}{d^2} \quad (13)$$

Si la charge P est donnée en gramme-force (gf) ; et la diagonale en micron (μm), alors la microdureté HV sera estimée en kg/mm^2 . Généralement, l'unité n'est pas indiquée pour une mesure, on indique la charge seulement sous forme d'indice, comme $HV_{0.2}=94$.

Dans notre travail, nous avons répété 5 fois la même mesure et avons pris la moyenne.

III.5.2 Méthode de détermination de la fraction recristallisée

Dans le but d'évaluer la cinétique de la transformation de recristallisation, nous avons calculé la fraction transformée pour chaque durée de recuit, puis tracé la courbe d'avancement. La fraction transformée a été calculée par l'expression suivante :

$$X_v(t) = \frac{HV_{in} - HV(t)}{HV_{in} - HV_{fin}} \quad (14)$$

Où HV_{fin} est la valeur moyenne de la micro-dureté du matériau complètement recristallisé, HV_{in} est la valeur moyenne de la micro-dureté initiale du matériau déformé, et $HV(t)$ est la valeur à l'instant t .



Figure 38. Porte échantillon et pénétrateur.

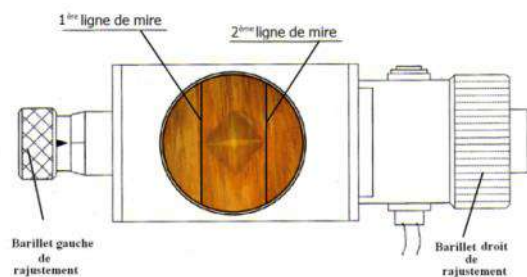


Figure 39. Mires de réajustement à l'aide des barillets.

III.6 Caractérisation par la diffraction des rayons X

III.6.1 Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X est une méthode largement utilisée pour décrire la structure cristalline et déterminer les phases présentes dans un matériau ainsi que le degré de sa cristallinité. Cette technique permet également d'étudier d'autres caractéristiques telles que le degré de déformation et l'évaluation des contraintes internes. La technique de diffraction des rayons X est utilisée sur des milieux cristallins (totalement ou partiellement) qui ont une disposition périodique ordonnée. Pour identifier les phases cristallines existantes, on fait une comparaison des composés décrits répertoriés sur les cartes. Il existe plusieurs bases de données payantes ou gratuites. Nous pouvons citer [Base de données de la structure cristalline inorganique (ICSD)] qui contient plus de 150035 composés répertoriés ; la base de données (PDF-4) de l'organisation nommée maintenant connue sous le nom de [Centre international pour les données de diffraction (ICDD)] et auparavant connue sous le nom de [Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS)], cette base compte plus de 1004568 cartes ; et (Crystallography Open Database COD) qui renferme plus 459555 cartes.

III.6.2 Principe de la diffraction des rayons X

Les rayons X sont des rayonnements électromagnétiques d'une longueur d'onde comprise entre [0,01 et 10 Å]. Mais le domaine utilisé pour caractériser les matériaux est (0,1 à 10 Å). La diffraction des rayons X est un phénomène de diffusion cohérent qui se produit lorsqu'elle interagit avec de la matière structurée. L'onde diffractée résulte de l'interférence d'ondes diffusées sur chaque atome. Par conséquent, la diffraction des rayons X est liée au type et aux caractéristiques de la structure cristalline.

Lorsque le rayon incident de rayons X monochromatiques se concentre sur l'échantillon (Figure 40), le rayon incident interagit avec le nuage électronique des atomes. Si l'échantillon a une structure cristalline, alors le phénomène de diffraction se produira. Si les rayons réfléchis sont en phase, ils sont constructifs et ils sont de plus grande intensité, ce qui se produit lorsque la condition de Bragg exprimée par l'équation suivante est satisfaite :

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \sin \theta \quad (15)$$

Avec λ la longueur d'onde,
 d distance interréticulaire
 θ angle de Bragg,
 n ordre de diffraction.

La condition de Bragg est basée sur la distance entre les plans réticulaires du réseau cristallin, de sorte que chaque famille de plans atomiques (hkl) avec la distance (d) est une source d'un faisceau de rayons X diffracté avec l'angle d'incidence (θ).

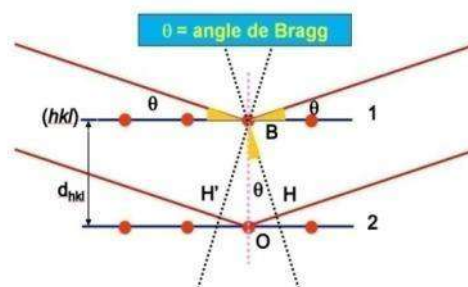


Figure 40. Satisfaction de la condition de Bragg pour l'occurrence de diffraction.

III.6.3 Diffractomètre et conditions d'utilisation

Les diffractogrammes ont été réalisés sur grâce à un diffractomètre X'Pert-PRO MRD-Philips (Figure 41), à configuration Bragg-Brentano, opérant avec une anticathode en Cuivre sous 40 kV et 30mA. Les rayons X produits sont de type $K\alpha$, dont les longueurs d'ondes sont $\lambda_{\alpha 1} = 0.15406$ nm et $\lambda_{\alpha 2} = 0.154443$ nm. Le rayon du goniomètre est de 240 mm.

Pour les mesures, le mode de balayage est un « continuous scanning » avec un pas de $\Delta\theta = 0.017^\circ$ et un temps de comptage d'environ 5 seconde pour chaque pas.

Les calculs sont faits grâce au logiciel « HighScore_Plus-version_3.0 » muni d'une base de données « ICSD data-base FIZ Karlsruhe » [33] .

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



Figure 41. Diffractomètre Panalytical X'Pert PRO.

III.6.4 Indices de Miller

La figure (42) montre le diagramme de diffraction des rayons X (XRD) de la poudre du cuivre pure standard, correspondant à la carte n ° (00-004-0836) (Figure 43). Nous avons adopté cette carte et son diagramme de diffraction comme référence.

La comparaison entre la carte de référence sélectionnée et les enregistrements obtenus pour les échantillons étudiés nous a permis de déterminer les indices de Miller des cinq premiers plans de diffraction, qui sont dans l'ordre à partir des petits angles (111), (200), (220), (311), et (222).

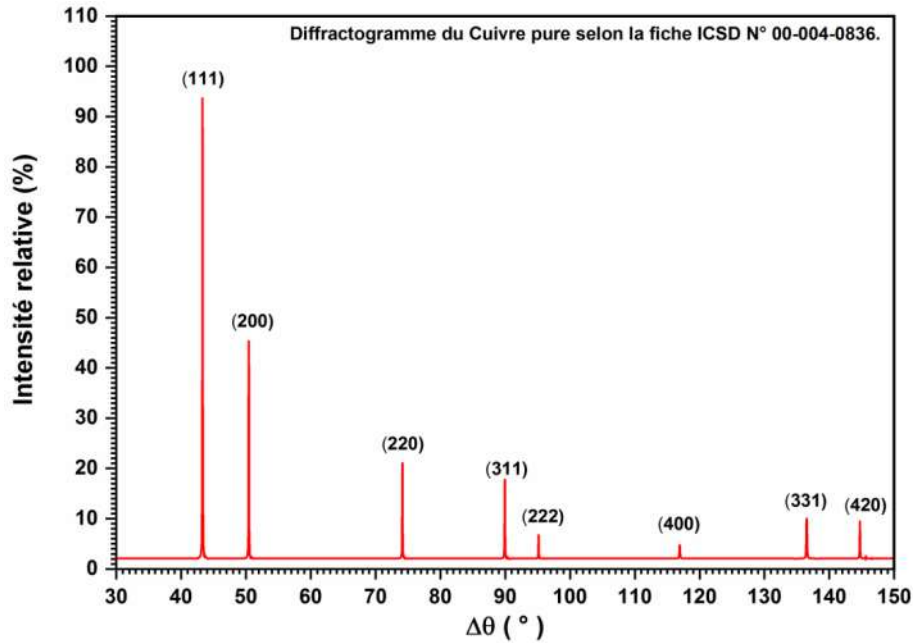


Figure 42. Diffractogramme du Cuivre pure simulé à partir des données ICSD.

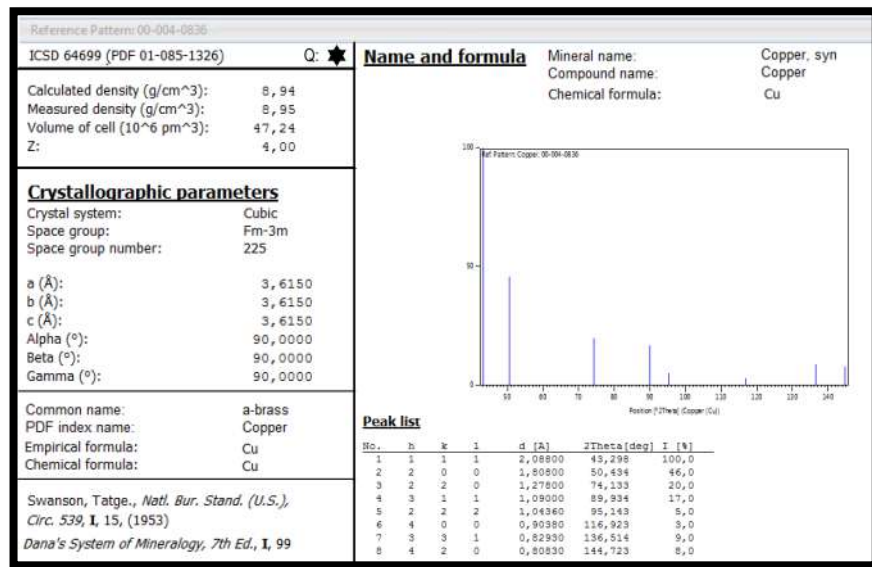


Figure 43. Fiche ICSD(ASTM) du cuivre.

III.6.5 Distance interréticulaire

En fait, chaque angle de diffraction (θ) correspond à un plan (hkl) qui représente la somme des plans atomiques qui réfléchissent les rayons sous le même angle, et la distance (d) entre deux plans successifs d'une même famille réfléchissante. La relation de Bragg relie l'angle de diffraction, la distance entre les plans atomiques et la longueur d'onde du rayonnement réfléchi selon l'équation (16).

Cependant, nous savons que pour une maille cristalline, il existe une relation entre les plans d'indices de Miller (hkl) et la distance entre les plans atomiques dans ce réseau cristallin de la matière en question et les constantes de ce réseau.

Dans notre cas, le cuivre possède une structure cristalline cubique à faces centrées (CFC), la distance entre les plans atomiques de ce réseau est donnée par la relation suivante :

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (16)$$

Où a est le paramètre de maille,
(hkl) es indices de Miller des plans considérés.

III.6.6 Déformation du matériau

Pour déterminer la déformation dans le réseau cristallin du matériau, on applique la relation de Scherrer donnée par :

$$\varepsilon = \frac{\beta}{4. \tan \theta} \quad [\%] \quad (17)$$

III.6.7 Taille des cristallites

L'une des informations que l'on peut déduire d'un diagramme de diffraction des rayons X est la taille des cristallites (taille moyenne des grains) qui forme le matériau polycristallin. Pour calculer la taille des cristallites, nous utilisons la relation de Scherrer [34-36], qui donne la valeur de la longueur de β , qui représente la valeur de la largeur à mi-hauteur du pic de diffraction (Full Width Half Maximum) :

$$D = \frac{k. \lambda}{\beta. \cos \theta} \quad [m] \quad (18)$$

Où λ est la longueur d'onde, θ angle de Bragg, β est la largeur à mi-hauteur du pic, et k une certaine constante que l'on choisie selon la forme de la cristallite (0.8-1.16).

III.6.8 Densité de dislocations

Pour calculer la densité de dislocations dans le matériau déformé, on utilise la relation qui la taille des cristallites avec la densité de dislocations.

$$d = \frac{1}{D^2} \quad [m^{-2}] \quad (19)$$

III.6.9 Orientation Préférentielle

La connaissance de l'orientation de préférentielle est très importante, car elle nous donne une idée de la direction des cristallites dans le matériau après avoir subi une déformation, et donc sur sa texture ; Il nous permet également d'établir un lien entre le taux de déformation et 'évolution des paramètres microstructuraux et ses propriétés mécaniques, ainsi le pouvoir de les contrôler.

L'orientation préférentielle est définie par un certain coefficient indicateur, noté $P_o(hkl)$. La valeur de ce coefficient est calculée par la formule suivante :

$$P_o(hkl) = \frac{I(hkl)}{\sum_{\text{tous les pics}} I(hkl)} \quad (20)$$

Où $I(hkl)$ est l'intensité mesurée du sommet.

C'est ce qu'on appelle la relation (Muller-Nowoczin-Schmitt) [37] car elle décrit la direction dominante ou préférentielle du niveau cristallin (hkl) dans les matériaux polycristallins. Si le niveau cristallin (hkl) est le seul présent et donc complètement dominant, alors son coefficient d'orientation de préférentielle est égal à l'unité c'est-à-dire [$P_o(hkl) = 1$].

III.7 L'appareil d'essai de fluage

Les essais du fluage à force constante (charge morte) ont été réalisés par les ingénieurs du laboratoire de mécanique de l'université de Biskra, sur le banc du fluage horizontal réalisé au niveau de la même l'université. Cet appareil est composé de :

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

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

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

L'allongement est mesuré et enregistré in-situ, avec une précision de 50 μm grâce à un système d'acquisition des données automatique.

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

III.8 Mesure électrique

Les mesures électriques de la résistivité et de la conductivité ont été faites au niveau du laboratoire de l'entreprise ENICAB de Biskra, à l'aide d'un ohmmètre type Résistomat (Figure 44). Le but de ces mesures est de suivre l'évolution des paramètres électriques au cours du processus de tréfilage.



Figure 44. Banc de mesure électrique.

Quatrième Chapitre

IV Les résultats et interprétations

IV.1 Caractérisation par la diffraction des rayons X

IV.1.1 Etude préliminaire des diagrammes de diffraction

De manière à étudier d'une manière plus précise les changements structuraux à l'issue de traitement mécanique (tréfilage à froid), nous avons réalisé des diagrammes de diffraction des rayons X sur six échantillons. Le premier correspond au spectre du fil machine à l'état initial c'est-à-dire non déformé par tréfilage (Figure 46), les cinq autres correspondent aux fils soumis des déformations plastiques par tréfilage à froid. Nous avons pris les fils de réduction : 43,75% ; 69,75% ; 77,44% ; 87,75% ; et 96,48%.

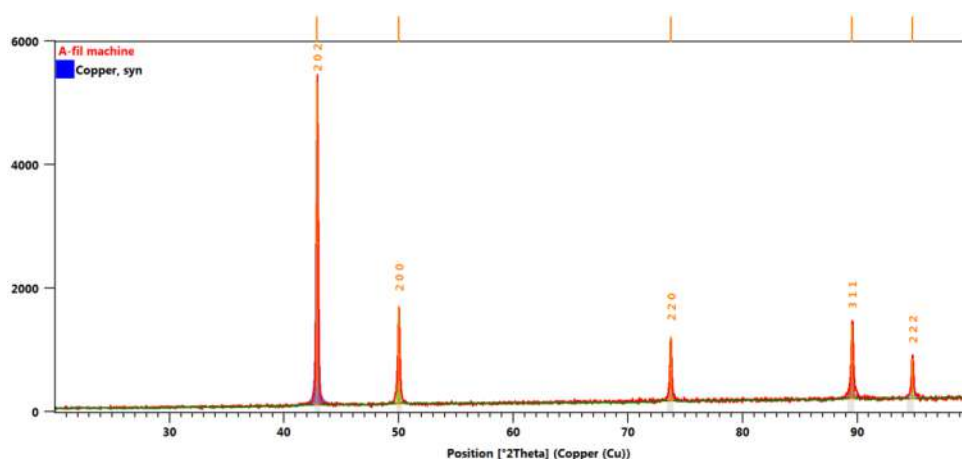
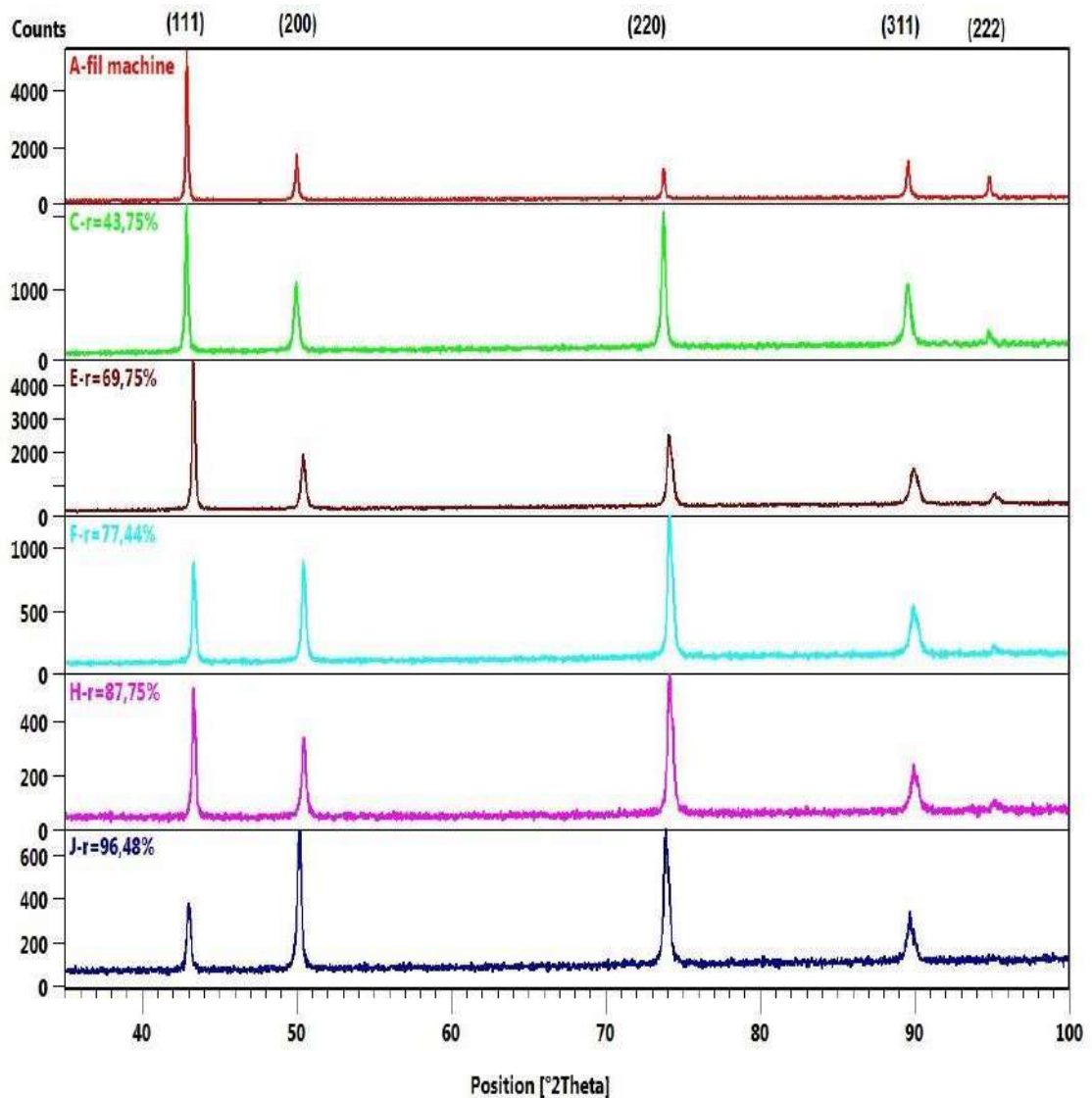


Figure 45. Diagramme de diffraction des rayons X du fil machine.

Les diagrammes de diffraction révèlent les raies de diffraction relatives à une phase de structure cubique à faces centrées. L'examen du diagramme de diffraction de RX de l'état initial (Fil machine) présenté la figure (45), on constate que les intensités relatives de ses pics sont identiques à ceux données par les fiches ICSD et PDF-2, N° 00-004-0836 (Figure 43), ce qui permet de déduire que notre matériau de référence est isotrope (absence de texture).

A l'état déformé (Figure 46), on observe une variation des intensités de pics de diffraction par rapport à l'état initial. L'intensité du pic (111) diminue remarquablement alors que les intensités des pics (200) et (222) augmentent d'une manière considérable.



IV.1.2 Orientation préférentielle (Facteur de texturation)

La figure (46) montre les valeurs des hauteurs des pics de diffractions enregistrés pour les différents échantillons ; grâce à ces valeurs que nous avons calculé les coefficients d'orientation préférentielles $P_o(hkl)$ relatifs à chaque pic.

Comme premier résultat, on peut voir sur le tableau (6) que pour la valeur du coefficient d'orientation préférentielle du le fil machine vaut 0,54 pour le pic(111). La valeur et les échantillons dont le taux de réduction est inférieur à 70% déposés, les valeurs de P_o les plus grandes pour le pic(111), donc pour ces fils la tendance générale est l'orientation dans le sens normal aux plans (111).

On remarque plus le taux de réduction augmente plus cette tendance vire vers la normale des plans (220). Quantitativement, on peut dire que le nombre de cristallites qui sont orientées vers une direction ou vers une autre est lié à ce facteur indicateur.

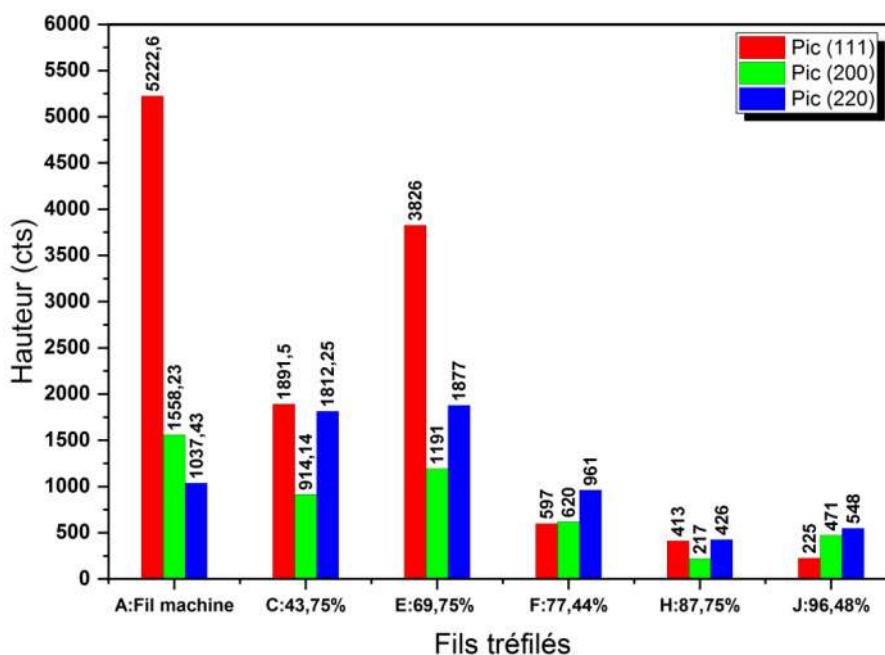


Figure 46. Hauteurs des raies de de diffraction.

Tableau 6. Valeurs des coefficients d'orientation préférentielles.

	Po ₁₁₁	Po ₂₀₀	Po ₂₂₀	Po ₃₁₁	Po ₁₁₁
A: Fil machine	0,54	0,16	0,11	0,12	0,07
C: 43,75%	0,34	0,16	0,33	0,15	0,02
E: 69,75%	0,48	0,15	0,23	0,11	0,03
F: 77,44%	0,24	0,24	0,38	0,12	0,02
H: 87,75%	0,34	0,18	0,35	0,10	0,02
J: 96,48%	0,16	0,33	0,39	0,11	0,00

IV.1.3 Déplacement des pics de diffraction

La figure (48) montre les déplacements des cinq premiers pics de diffraction par rapport aux pics enregistrés pour le fil machine pris comme références dans les calculs.

Au cours de tréfilage, le pic (111) initialement localisé par l'angle $2\theta=42,8632^\circ$, pour le fil machine, se déplace dans le sens des grands angles pour avoir une nouvelle position localisée par $2\theta=42,9640^\circ$ pour le fil tréfilé à $r = 43,75\%$, soit une variation positive de $\Delta\theta = +0,1008^\circ$. De la même façon, on note que le deuxième pic (200) initialement à $2\theta=49,9911^\circ$ se déplace vers une nouvelle position d'angle $2\theta=50,4167^\circ$ quand le fil subit une réduction de $r = 69,75\%$, donc un déplacement vers les grands angles de $\Delta\theta = +0,4256^\circ$.

Globalement, on remarque tous les pics de diffractions correspondant aux plans (111), (200), (220), (311), et (222) sont déplacés vers la direction des grands angles avec des amplitudes plus moins grandes.

On remarque sur cette figure que la variation des déplacements n'est pas ni linéaire, ni monotone, on peut expliquer ce phénomène du fait que la déformation plastique par tréfilage des fils n'est pas linéaire et provoque transformations mécaniques et microstructurales internes non-linéaires. Il est connu que lorsqu'un matériau subit une déformation qui provoque le déplacement de ses pics de diffraction vers la droite c'est-à-dire vers les grands angles de Bragg, on dit que les contraintes internes qui naissent causent une compression de sa microstructure, comme il est montré par le schéma (Figure 47) [38].

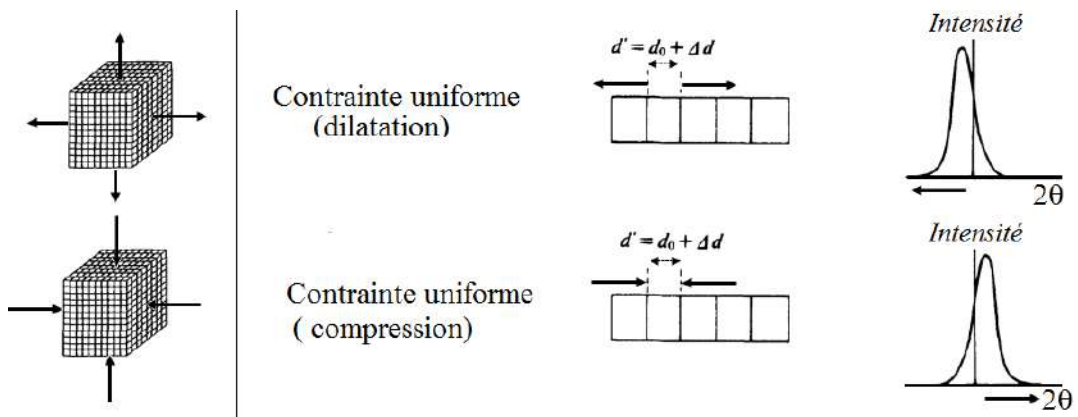


Figure 47. Type de déplacements des pics selon les modes de contrainte.

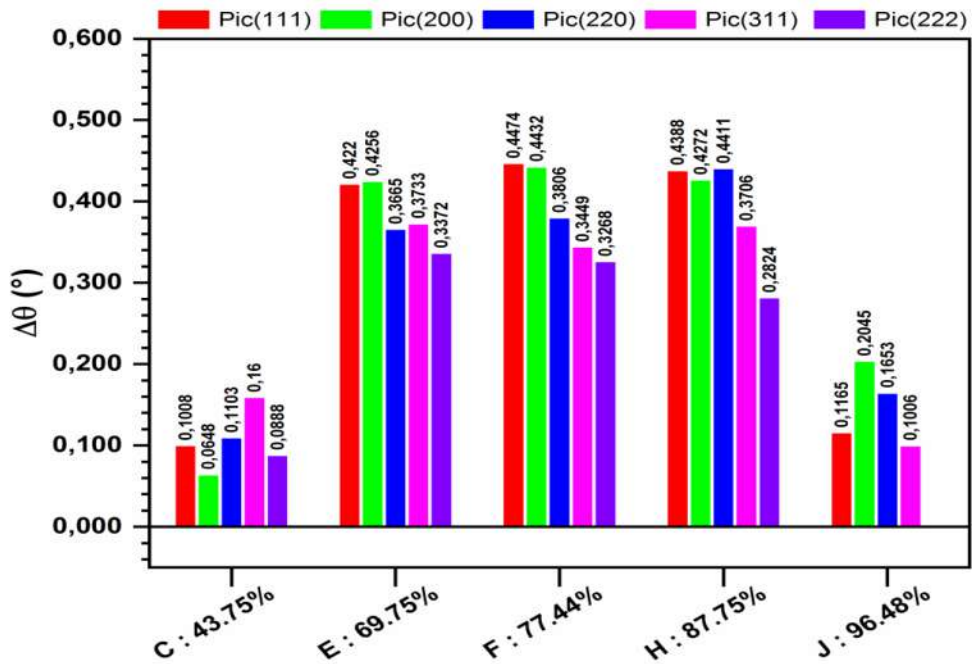


Figure 48. Déplacement des pics de diffraction sous l'effet du tréfilage.

IV.1.4 Paramètres microstructuraux

Dans cette partie, les calculs ont été faits par des membres du laboratoire de métallurgie physique de l’université Houari Boumédiène. Les diagrammes de diffraction des rayons X avaient été affinés grâce à un logiciel qui utilise un programme basé sur la méthode de Rietveld.

D’après les résultats obtenus, on remarque le paramètre de la maille cubique du cuivre n’a pas changé, elle est resté constante ($a = 0,36153 \text{ nm}$) dans l’intervalle des erreurs admises ($\pm 0,0001 \text{ nm}$), donc la déformation par tréfilage n’affecte pas la maille cristalline de ce réseau (Tableau7).

Les résultats montrent que la densité de dislocations augmente lorsque le taux de réduction des fils augmente jusqu’à atteindre la valeur de $14,056 \times 10^{14} \text{ m}^3$ pour le fil le plus déformé ; en contre partie, la taille des cristallites diminuent quand le taux de réduction augmente. On remarque la taille des cristallites et la densité de dislocations sont varient de façon inverse(Figure 49).

Tableau 7. Paramètres microstructuraux des fils tréfilés.

Echantillon	Taux de réduction	paramètre de maille	Densité de dislocation	Taille Des cristallites
	r[%]	a [nm]	$d \times 10^{14} [\text{m}^{-2}]$	D [nm]
N°1	0,00%	0,36162	2,948	463,49
N°2	43,75%	0,36155	8,213	159,15
N°3	69,75%	0,36153	10,254	281,38
N°4	77,44%	0,36157	11,185	102,15
N°5	87,75%	0,36151	13,442	62,78
N°6	96,48%	0,36141	14,056	34,50

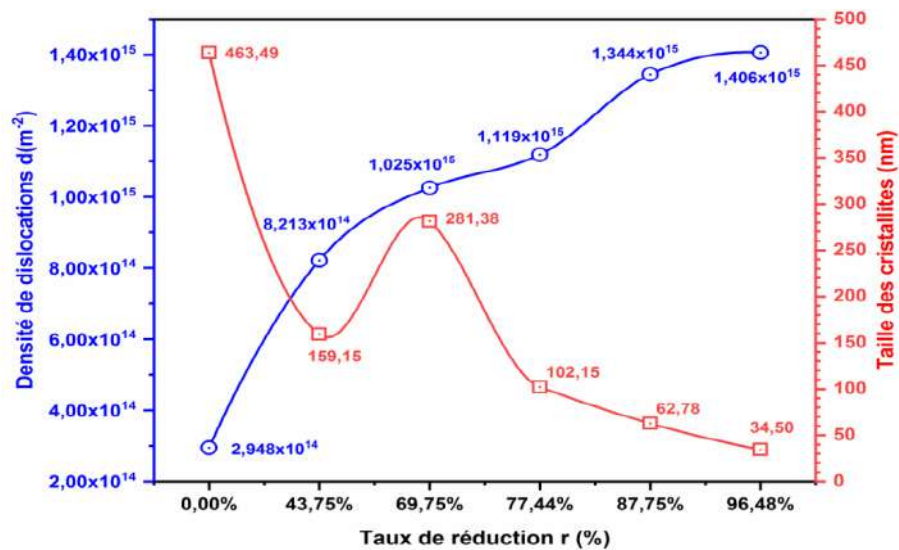


Figure 49. Variation de la densité de dislocations et la taille des cristallites avec le taux de réduction.

IV.2 Caractérisation par la microscopie optique

IV.2.1 Observation au Microscope Optique des fils de cuivre tréfilés à froid

L'étude métallographique faite grâce à un microscope optique a montré l'évolution de la forme et la morphologie des grains dans les fils de cuivre déformés par le tréfilage. La mise à forme par tréfilage s'est à froid et en utilisant un mélange liquide comme lubrifiant pour éviter les rayures du produit.

Pendant le processus de tréfilage à froid, la déformation plastique induit une anisotropie morphologique de la structure des grains ; les grains s'allongent et s'orientent parallèlement à l'axe principal de tréfilage. Les grains s'organisent selon une orientation privilégiée déterminée par le mode de déformation et le type de structure cristalline du matériau. L'orientation régulière des cristallites déterminée par les efforts extérieurs est désignée par « la texture cristallographique de déformation ».

Sur les photos indiquées sur les (Figures 50a – 50j), On remarque que les grains se déforment de plus en plus que le taux de déformation est grand. La forme des grains devient allongée et ceux-ci se disposent parallèlement à l'axe principal de tréfilage. On dit alors que la texture est fibreuse [39].

IV.2.2 Observation au Microscope Optique des fils de cuivre tréfilés recuits

Dans cette partie, nous allons étudier l'effet d'un traitement thermique de recuit. Pour cela nous avons choisi la température de $T=400^{\circ}\text{C}$ et suivre l'évolution de la microstructure dans le temps. Il faut souligner que l'observation au microscope optique nous permet l'occurrence de la recristallisation du début jusqu'à la recristallisation secondaire si elle a lieu.

Nous avons pris les échantillons préparés à partir d'un fil de cuivre tréfilé à $r = 87.75\%$ c'est-à-dire dont la section a été réduite de $\varnothing=8.00$ mm jusqu'à $\varnothing=2.80$ mm. Les échantillons ont été préparés de la même manière et ayant les mêmes caractéristiques géométriques. Ensuite, nous les avons fait soumettre à un chauffage à la température fixe de 400°C dans un four sous vide primaire. Après des laps de temps bien déterminés (1 min, 2 min, 4 min, 8 min, 16 min, 32 min, 64 min, et 128 min), nous retirons les échantillons successivement. Enfin, nous procédons à l'examen au microscope optique. Sur la série de photos illustrées dans les (Figures 51.a - 51.h), On présente les différentes étapes de l'évolution de la microstructure du fil en cuivre tréfilé.

On remarque que pour ce taux de réduction et sous cette température de recuit, la recristallisation du matériau se déclenche dès la 4^{ème} minute (Figure 51c) à partir du début de recuit, et au bout de la 8^{ème} minute (Figure 51d) le matériau est entièrement recristallisé.

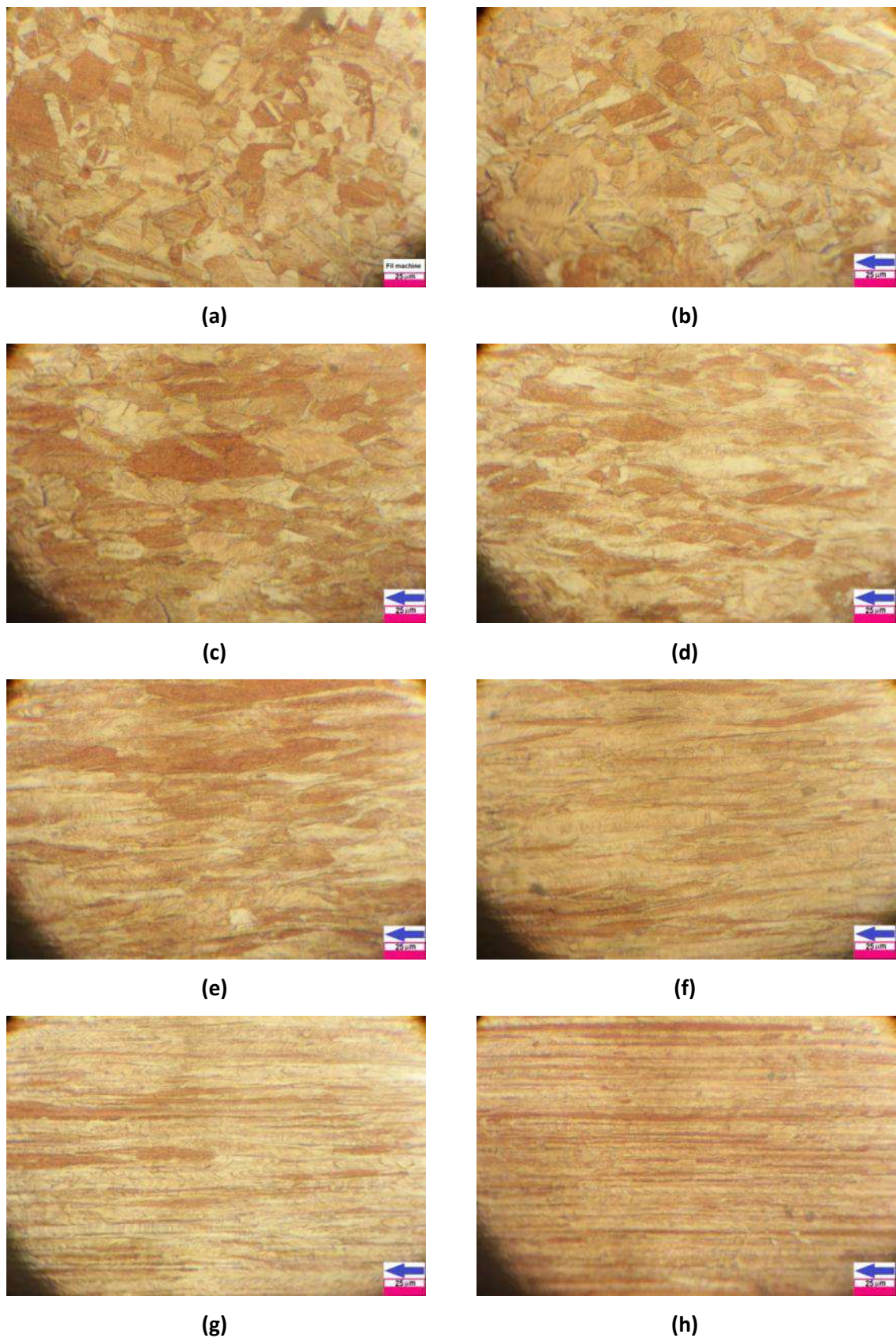


Figure 50. Evolution de la microstructure d'un fil en cuivre durant le tréfilage ; (a) fil machine ; (b) 21,23% ; (c) 43,75% ; (d) 58.56% ; (e) 69.75% ; (f) 77.44% ; (g) 87.75% ; (h) 96.48%.

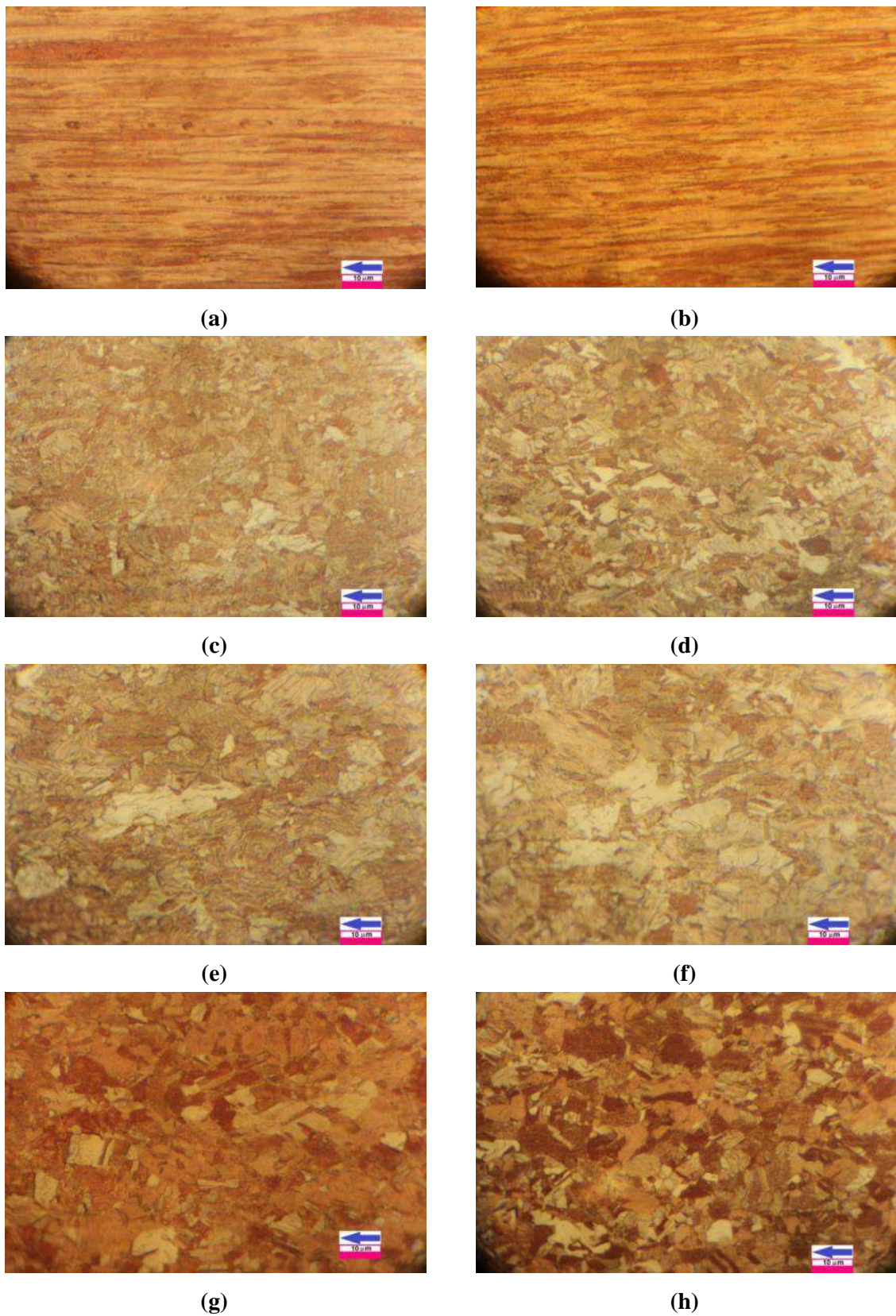


Figure 51. Microstructure du fil en cuivre tréfilé, réduit à $r=87,75\%$ de sa section, recuit à $T=400^{\circ}\text{C}$, pendant: (a) 1 min, (b) 2 min, (c) 4 min, (d) 8 min ;(e) 16 min ;(f) 32 min ; (g) 64 min ;(h) 128 min.

La recristallisation se manifeste par la reconstruction de la microstructure et l'apparition des grains de forme habituelle qui caractérise l'état non-déformé. La fin de la recristallisation tous les grains se constituent. Si le temps de recuit se prolonge ou bien la température appliquée est assez élevée, alors la recristallisation secondaire se produit, les grains coalescent et donnent naissance à de gros grains, on dit qu'on a une coalescence.

IV.3 Etude de l'évolution de la microdureté HV

IV.3.1 Microdureté HV des fils de cuivre mis en forme par tréfilage

La figure (52) montre la variation de la microdureté Vickers en fonction du pourcentage de réduction des fils tréfilés à température ambiante ; on constate que la valeur de la microdureté Vickers augmente avec le taux de réduction r (%).

La déformation plastique provoque le durcissement du matériau, ce phénomène est appelé durcissement par écrouissage.

On explique le phénomène d'écrouissage par l'augmentation des défauts introduits dans le matériau déformé, comme les lacunes, les interstitiels, les dislocations et éventuellement des macles dans le cas du cuivre. La caractérisation par la diffraction des rayons X, nous a montré la croissance de la densité de dislocations lorsque le taux de déformation augmente.

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

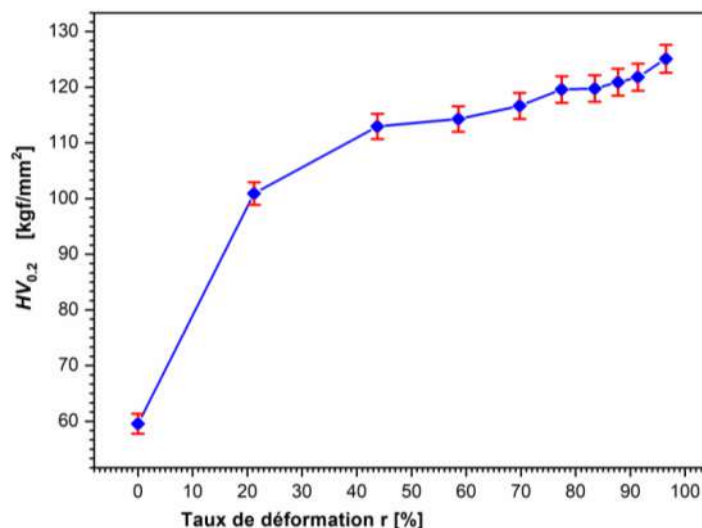


Figure 52. Courbe de la microdureté Vickers HV des fils en cuivre au cours de tréfilage.

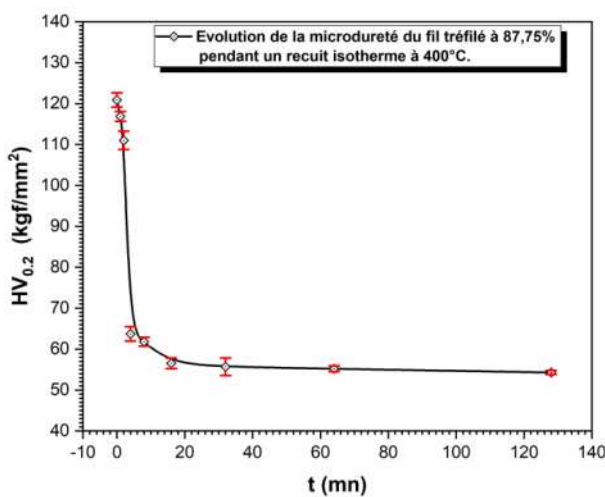
IV.3.2 Effet du recuit sur la microdureté Vickers des fils de cuivre tréfilés

La courbe de la microdureté du fil électrique tréfilé à $r = 87,75\%$ est représentée par la (figure 53), dont les valeurs sont présentées dans le (Tableau 8). On observe que la microdureté Vickers diminue doucement de la valeur initiale $HV_{0,2} = 120,88 \text{ kg/mm}^2$ jusqu'à $HV_{0,2} = 111 \text{ kg/mm}^2$, puis elle chute manière brutale jusqu'à la valeur $HV_{0,2} = 63,74 \text{ kg/mm}^2$, ensuite elle continue de décroître uniformément jusqu'à atteindre la valeur finale $HV_{0,2} = 54,30 \text{ kg/mm}^2$.

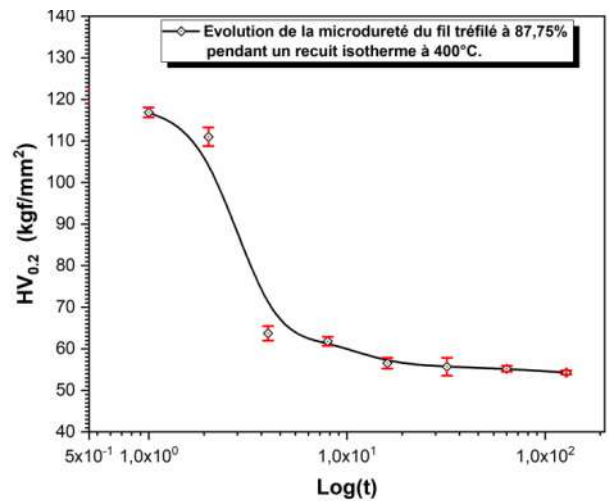
Durant les premières quatre minutes, il y a eu le phénomène de restauration, au cours duquel il y a eu disparition des dislocations de pour former des joints de grains c'est à de nouveaux grains, et cela se traduit par le début de la recristallisation. D'après l'observation au microscope optique, on a vu que la recristallisation débute aux alentours de quatre minutes. D'autres la restauration et la recristallisation consomment une quantité importante de dislocations présentes dans le matériau déformé, ce qui induit une diminution de la microdureté, puisque l'écroutissage est lié à la présence de dislocations en quantité importante. Ces phénomènes (restauration et recristallisation) sont accélérés par la chaleur du recuit, car ils sont thermoactivés.

Tableau 8. Valeur de la microdureté du fil ($r=87,75\%$) pendant le recuit à 400°C .

temps (min)	avant	1	2	4	8	16	32	64	128
$HV_{0,2} \text{ (kg/mm}^2\text{)}$	120,88	116,88	111,00	63,74	61,80	56,54	55,68	55,20	54,30
Erreur (\pm)	1,74	1,18	2,24	1,77	1,08	1,30	2,15	0,72	0,48



Echelle normale du temps.



Echelle logarithmique.

Figure 53. Courbe de la microdureté Vickers HV en fonction du temps, du fil en cuivre tréfilé à $87,75\%$ et recuit à $T=400^\circ\text{C}$.

IV.3.3 Détermination de la fraction transformée

Pour suivre le comportement et la cinétique de la réaction de recristallisation au cours du temps, on utilise habituellement une fonction qui écrit l'évolution du volume transformé par recristallisation, on l'appelle « le facteur d'avancement ». Ce facteur peut être déduit à partir de n'importe quelle grandeur physique ou mécanique mesurable, comme la microdureté, la diffraction des rayons X.

La figure (54) montre l'évolution du facteur d'avancement de transformation (ou fraction transformée) $X(t)$ en fonction du temps à l'échelle logarithmique. En examinant la courbe, on remarque le temps pour que 50% du volume de la matière soit recristallisé est d'environ 3 minutes (2 min 50s) et le matériau sera recristallisé à plus de 90% après 4 minutes de recuit.

Cela s'explique par le fait que les mécanismes de restauration et de recristallisation sont rapides dans le fil fortement déformé et traité thermiquement à grande température.

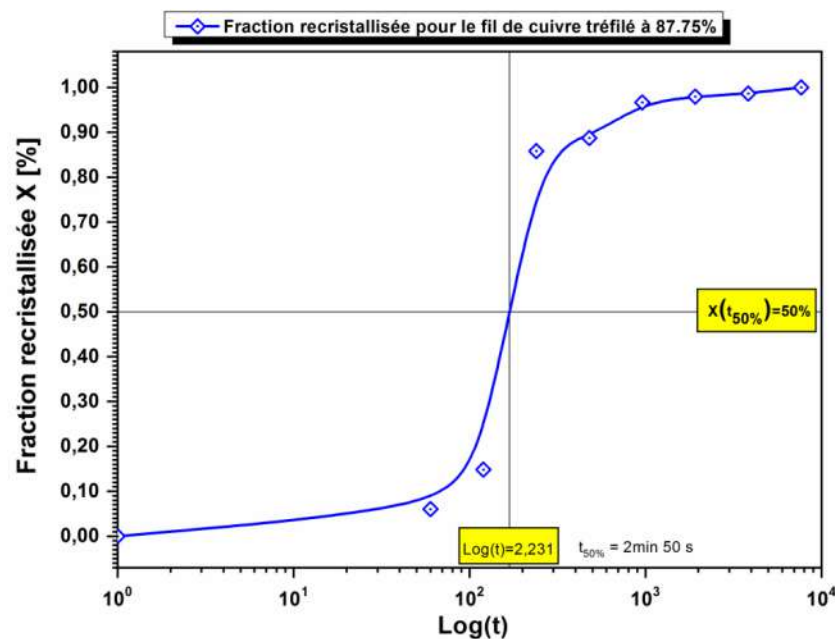


Figure 54. Représentation de la fraction transformée X du fil en cuivre tréfilé à 87,75% et recuit à $T=400^{\circ}\text{C}$.

IV.4 Essai de fluage du fil tréfilé

IV.4.1 Essai d'un fluage typique à température et sous contrainte constantes

Dans cette partie d'étude, on présente le comportement du fil tréfilé et non recuit, mais sous différentes conditions d'essai de fluage (σ et T).

La figure (55) illustre la variation de la déformation en fonction du temps d'un fil tréfilé de taux de réduction $r = 83,50\%$ ($d=3,25\text{ mm}$) sous une contrainte $\sigma = 550\text{ MPa}$ et une température $T=110^{\circ}\text{C}$. On remarque que les courbes obtenues sont conformes au diagramme de fluage

typique (Figure 56), il est possible de distinguer trois parties différentes, que chacune exprime le comportement du matériau dans un stade défini :

Stade primaire ou transitoire : Initialement, le taux de déformation ralentit avec l'augmentation de la déformation ; ce stade est caractérisé par une vitesse de fluage ($\dot{\epsilon}$) décroissante tandis que le matériau se durcit.

Stade secondaire ou stationnaire caractérisé par une vitesse de déformation pratiquement constante, et qui atteint sa valeur la plus minimale.

Stade tertiaire : le taux de déformation augmente avec la déformation, où la vitesse de fluage croît jusqu'à l'endommagement rapide du matériau (Cavités, Déformations localisées,...).

Les courbes de fluages que nous avons obtenues sont en accord avec les courbes de fluages typiques des métaux [40].

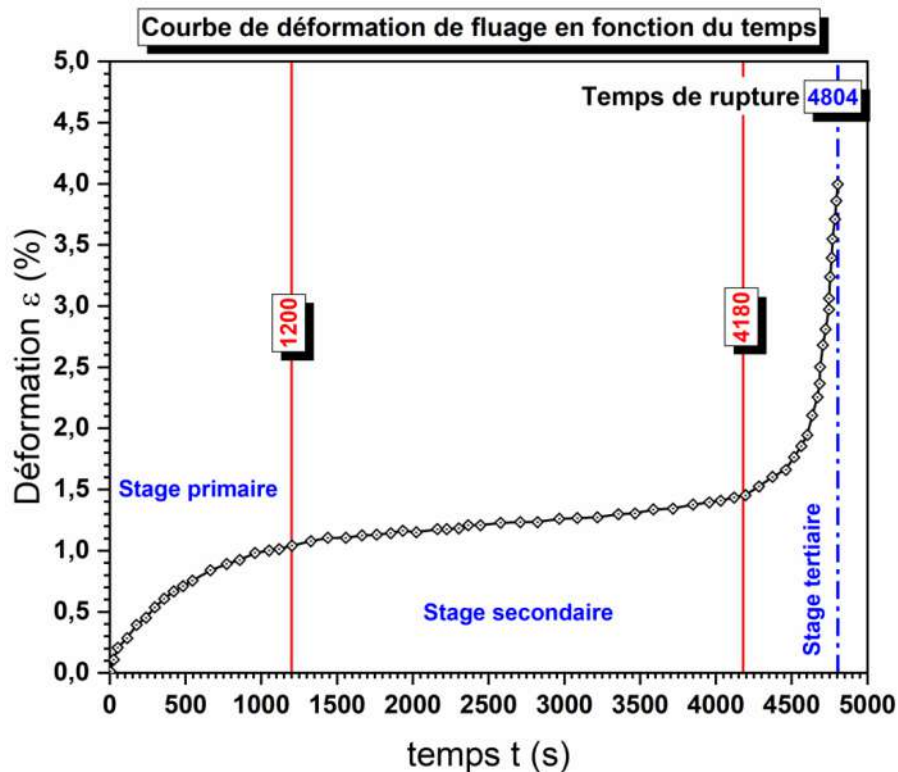


Figure 55. Courbe de déformation de fluage en fonction du temps d'un fil de cuivre tréfilé ($r=83.50\%$) à charge de 550 MPa et $T=110\text{ }^{\circ}\text{C}$.

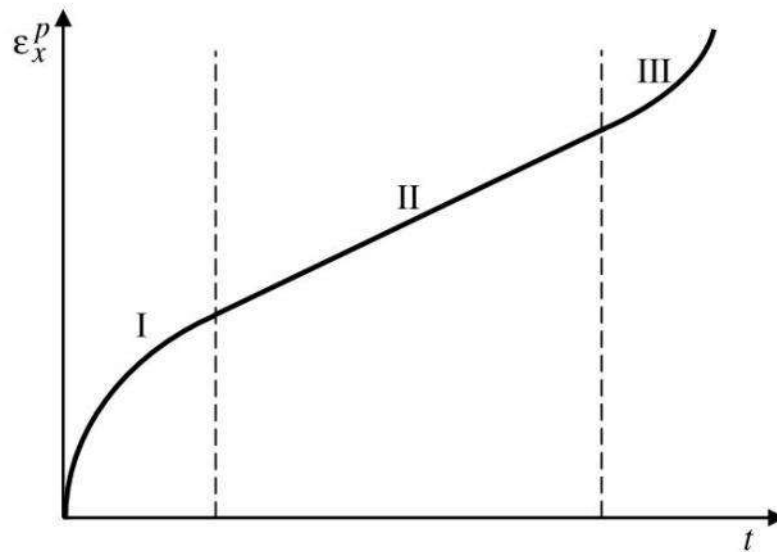
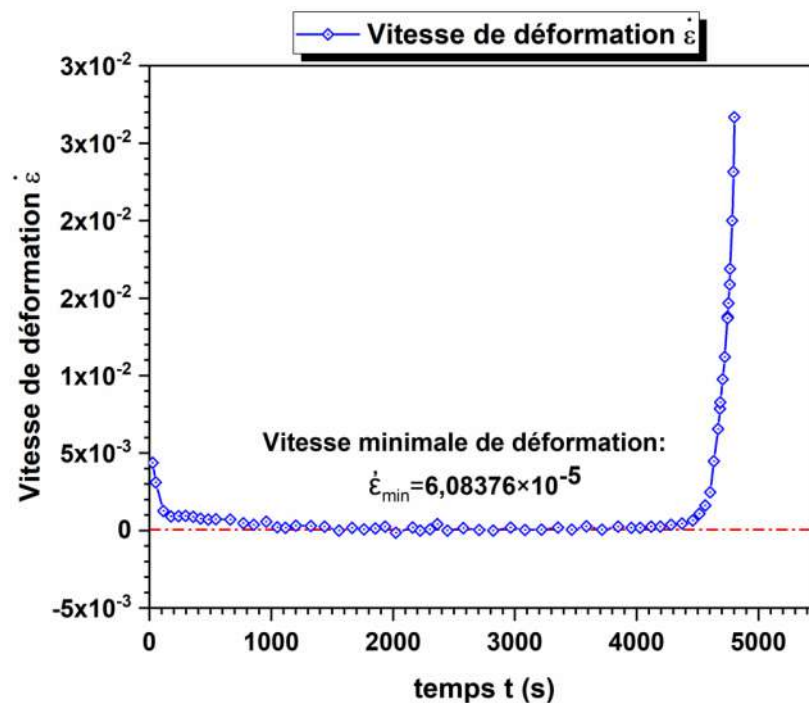


Figure 56. Diagramme de fluage en tension. [40]

La figure (57) présente la courbe de variation de la vitesse de déformation ($\dot{\varepsilon}$) en fonction du temps de fluage du matériau précédent. La vitesse minimale stationnaire $\dot{\varepsilon}_{\min}$ déduite de la courbe est de $6,08376 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, appelé vitesse de fluage et qui est une caractéristique très importante du matériau lors du fluage.

Figure 57. Courbe de vitesse de déformation de fluage en fonction du temps d'un fil de cuivre tréfilé ($r=83.50\%$) à charge de 550 MPa et $T=110^\circ\text{C}$.

IV.4.2 Essai d'un fluage à température constante et sous différentes contraintes

Dans cette partie, notre objectif est de présenter l'effet de la contrainte sur le comportement du fil tréfilé $d = 1.50 \text{ mm}$ ($r = 96.48 \%$).

Les figures (58, 60, 62) présentent les courbes de fluage ; ces courbes montrent la variation de la déformation subite par les échantillons sous l'influence d'une charge statique en fonction du temps. Les échantillons de même longueur et même diamètre ont été soumis à trois contraintes différentes : $\sigma_1 = 165 \text{ MPa}$, $\sigma_2 = 145 \text{ MPa}$ et $\sigma_3 = 125 \text{ MPa}$, respectivement. Ces trois expériences ont été réalisées sous les mêmes conditions de température constante ($T = 200 \text{ °C}$).

De même, les courbes de variations des vitesses de déformations de ces mêmes échantillons sont aussi présentées successivement (figures 59, 61, 63). D'autre part, les valeurs de vitesse minimale sont aussi déduites.

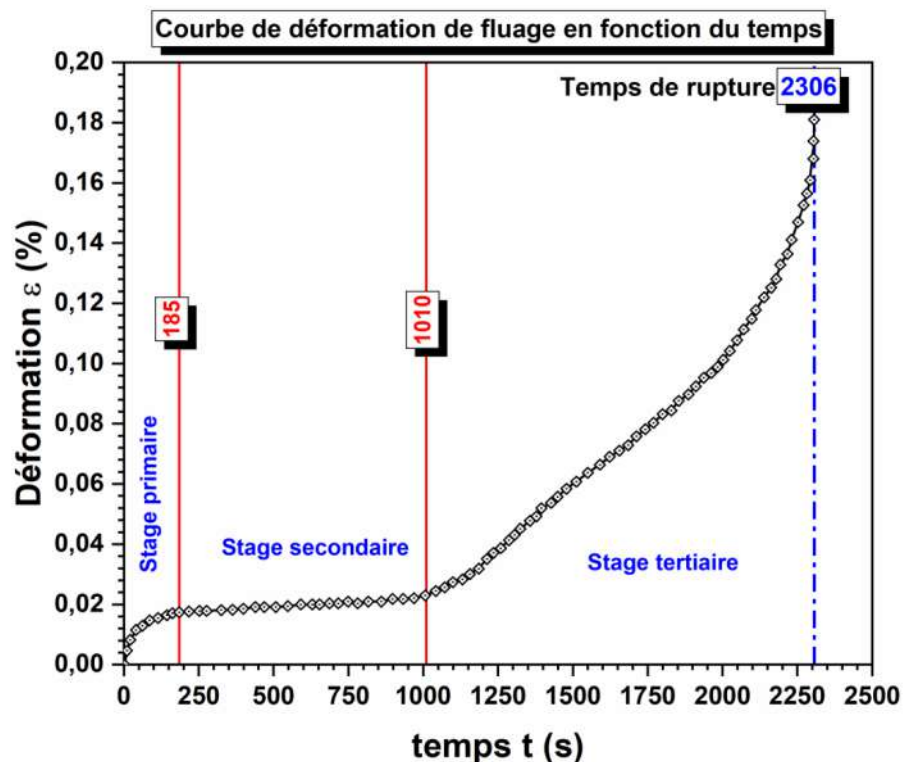


Figure 58. Courbe de déformation de fluage en fonction du temps d'un fil de cuivre tréfilé ($r=96.48 \%$) ($d=1.50 \text{ mm}$ $\sigma=165 \text{ MPa}$ et $T=200 \text{ °C}$).

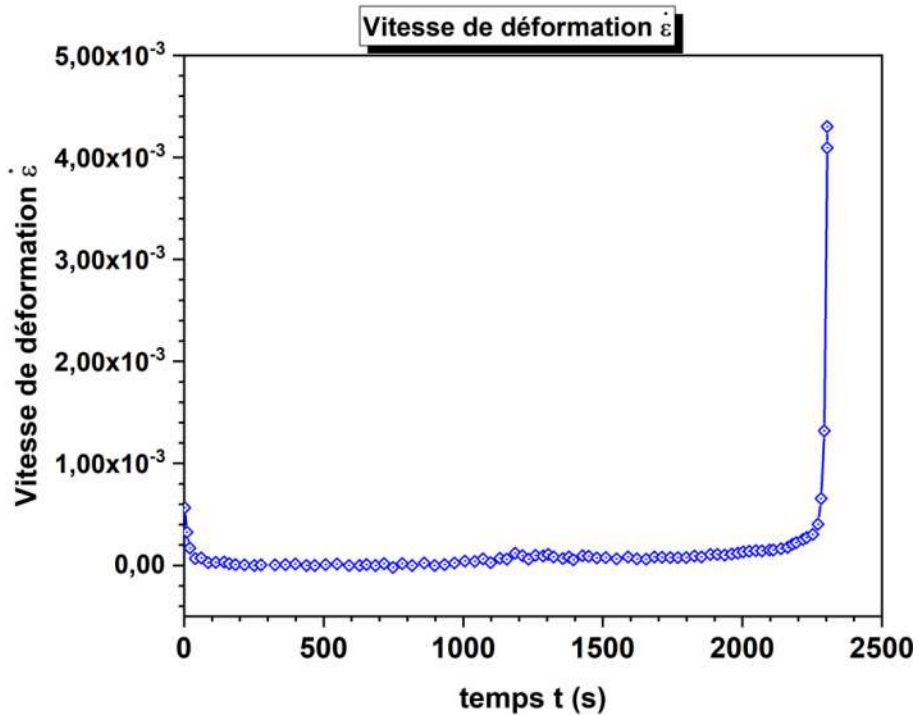


Figure 59. Vitesse de déformation de fluage en fonction du temps d'un fil de cuivre tréfilé ($r=96.48\%$) ($d=1.50\text{ mm}$ $\sigma=165\text{ MPa}$ et $T=200\text{ }^\circ\text{C}$).

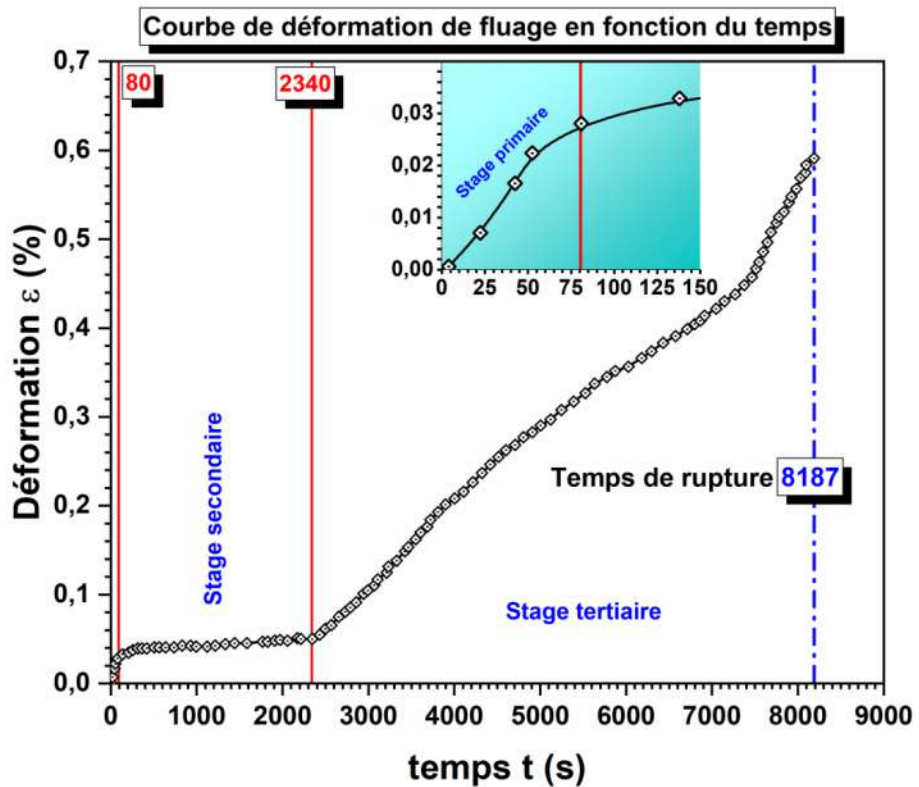


Figure 60. Courbe de déformation de fluage en fonction du temps d'un fil de cuivre tréfilé ($r=96.48\%$) ($d=1.50\text{ mm}$ $\sigma=145\text{ MPa}$ et $T=200\text{ }^\circ\text{C}$).

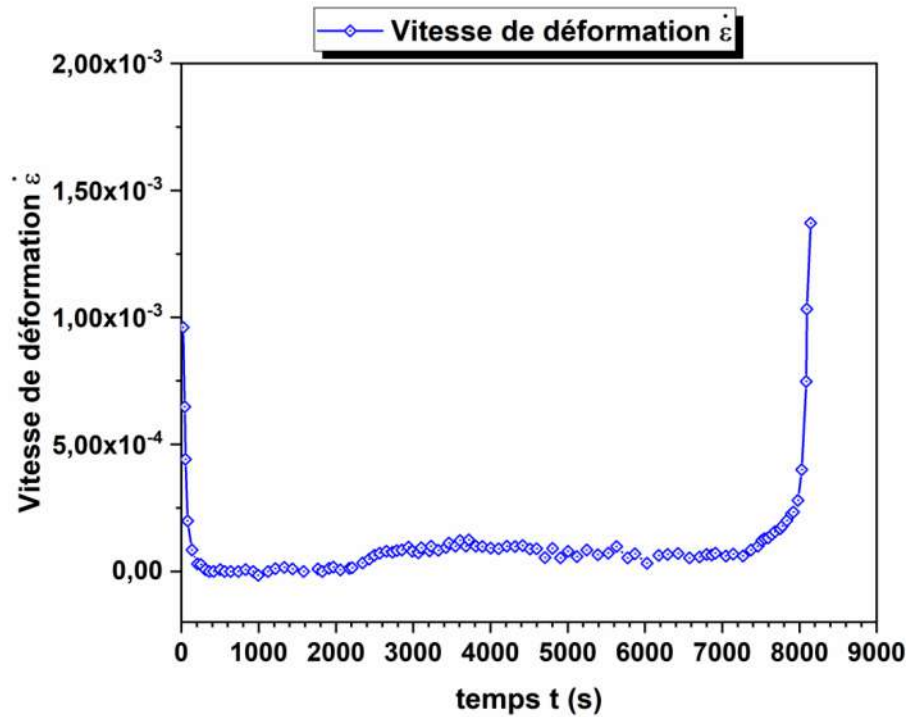


Figure 61. Vitesse de déformation de fluage en fonction du temps d'un fil de cuivre tréfilé ($r=96.48\%$) ($d=1.50\text{ mm}$ $\sigma=145\text{ MPa}$ et $T=200\text{ }^\circ\text{C}$).

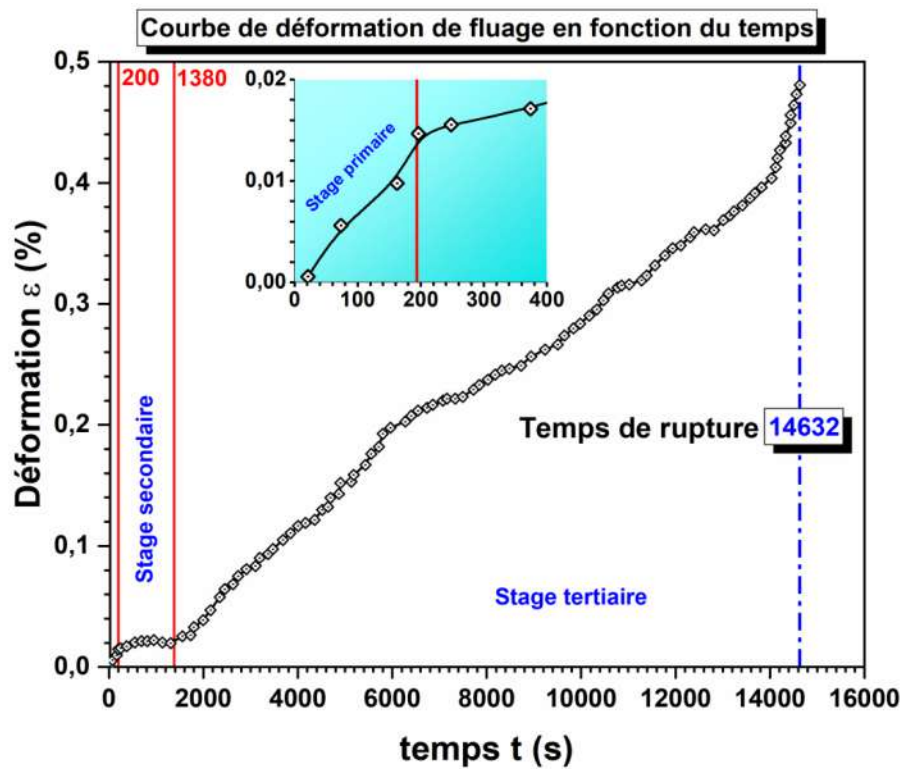


Figure 62. Courbe de déformation de fluage en fonction du temps d'un fil de cuivre tréfilé ($r=96.48\%$) ($d=1.50\text{ mm}$ $\sigma=125\text{ MPa}$ et $T=200\text{ }^\circ\text{C}$).

La figure (64) illustre les courbes de déformation en fonction du temps du fil tréfilé avec une pré-déformation de ($\epsilon=96.48\%$; $d=1.50$ mm), on constate que la valeur de la déformation enregistrée (ϵ %) augmente avec la contrainte, ainsi que l'augmentation de la vitesse de déformation ($\dot{\epsilon}$), cela a entraîné une diminution du temps de rupture (Tableau 9).

D'autre part, la figure (64) est en accord avec la courbe typique de fluage des métaux (Figure 65)[41]

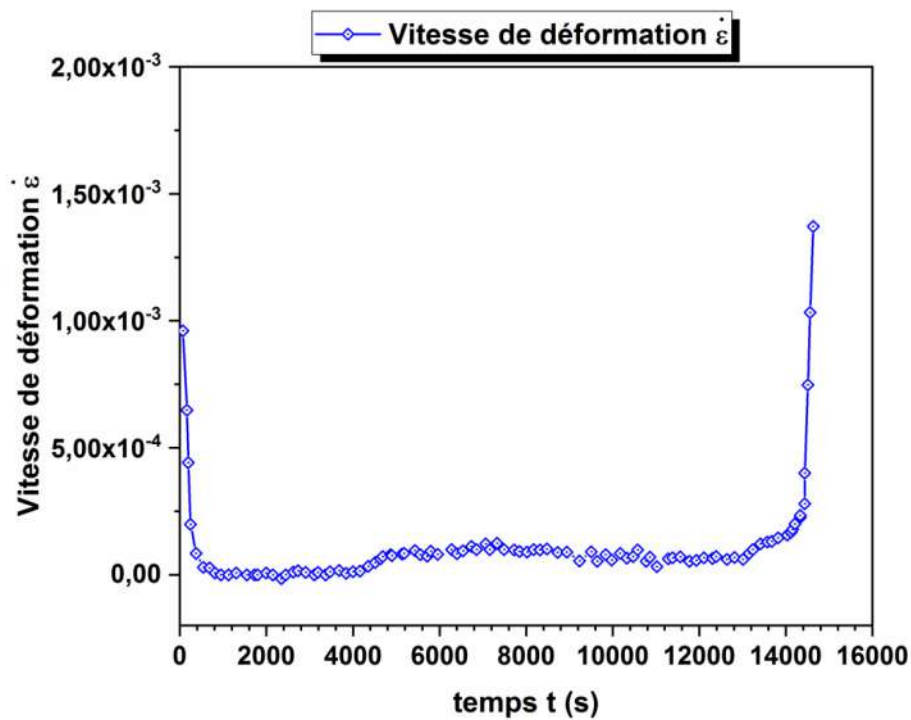


Figure 63. Courbe de vitesse de fluage en fonction du temps d'un fil de cuivre tréfilé ($r=96.48\%$) ($d=1.50$ mm $\sigma=125$ MPa et $T=200$ °C).

Tableau 9. Récapitulation des résultats des essais.

Contrainte appliquée	Vitesse de déformation au fluage	Temps de rupture au fluage
σ (MPa)	$\dot{\epsilon}$ (s^{-1})	t_R (s)
125	1.45×10^{-5}	14632
145	3.95×10^{-5}	8187
165	5.49×10^{-5}	2306

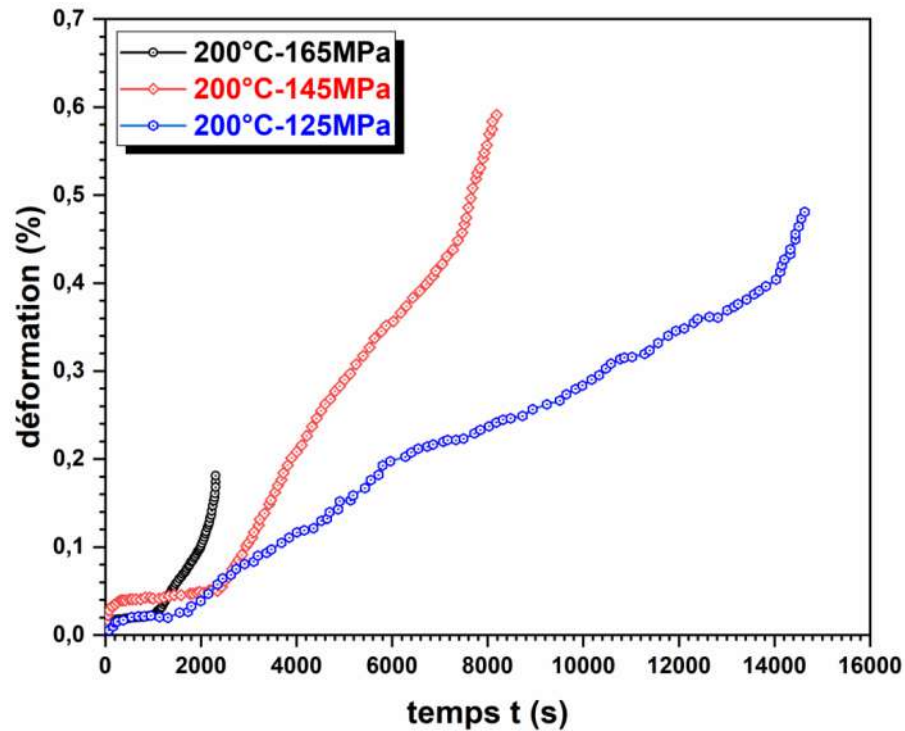


Figure 64. Courbes d'essais de fluage des fils de cuivre tréfilé déformé à $r=96.48\%$; à température constante ($T=200\text{ °C}$) et pour trois contraintes différentes.

Les sollicitations à haute température provoquent l'endommagement de fatigue fluage. Les fissures de fatigue se propageant dans un matériau endommagé par le fluage acquièrent une vitesse plus grande que celle de fatigue pure. La fatigue fluage s'accompagne en général d'interaction avec l'environnement, ce qui complique encore les phénomènes. Par exemple les fils et les câbles électriques qui sont soumis aux intempéries, vents, froid, chaleur,....

Dans ce cas, le matériau subit un endommagement mixte (fatigue-fluage), ce type de rupture est différé c'est-à-dire que le facteur « temps » y est très important [42].

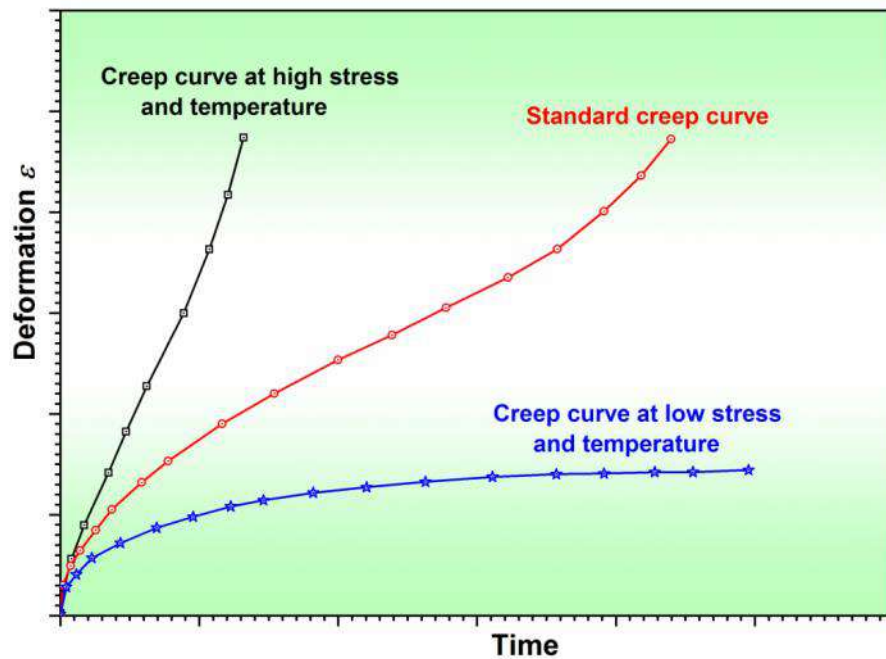


Figure 65. Effet conjugué de la température et de la contrainte au cours d'un fluage : Courbes typiques de fluage des métaux.[41]

IV.5 Caractérisation électrique des fils tréfilés

La conductivité et la résistivité électriques des métaux purs et des alliages métalliques dépendent de la structure électronique des atomes et de la densité des électrons libres dans la structure cristalline de leurs grains. L'état énergétique de la bande de conduction a un effet notable sur la conduction selon que la bande soit totalement ou partiellement remplie.

Matthiessen indique que la résistivité électrique des alliages dépend de la température, elle croît linéairement avec celle-ci au voisinage de la température ambiante, mais elle se comporte de manière complexe à très haute et à très basse températures. En première approximation, et selon le modèle de Drude cette loi prend la forme suivante (Eq. 21).

$$\rho(T) = \rho_0(1 + \alpha T) \quad [\Omega.m] \quad (21)$$

Où α est le coefficient de température du matériau [K^{-1}].

ρ_0 est la résistivité idéale du matériau à 273,15 K ($^{\circ}C$), exprimée en [$\Omega.m$],

T est la température exprimée en degré kelvin [K].

Actuellement, on a pu prouver que la résistivité d'un matériau métallique ou de son alliage est influée par plusieurs paramètres comme le taux des impuretés, la déformation, la présence de dislocations ou encore la densité des lacunes.

$$\rho_0 = \rho_{lacunes} + \rho_{impuretés} + \rho_{dislocations} + \dots \quad (22)$$

Par définition, la conductivité électrique est l'inverse de la résistivité électrique, on peut l'écrire comme :

$$\sigma(T) = \frac{1}{\rho(T)} = \frac{1}{\rho_0(1+\alpha T)} \quad [S.m^{-1}] \quad (23)$$

La figure (66) présente l'évolution de la conductivité électrique des fils électriques en cuivre tréfilés à froid, avec l'augmentation du taux de déformation, nous avons remarqué, qu'au cours du tréfilage, la conductivité électrique des fils de cuivre diminue avec le taux de réduction. La conductivité électrique mesurée pour le fil machine est $\sigma_{\text{fil machine}} = 51.013 \times 10^6 S.m^{-1}$, cette valeur diminue de manière significative jusqu'à $\sigma_{97,35\%} = 56.625 \times 10^6 S.m^{-1}$ pour le fil électrique tréfilé à un taux de $r = 97,35\%$.

On peut expliquer la diminution de la conductivité électrique des fils électriques de cuivre tréfilés par le fait que la déformation plastique à froid par tréfilage introduit des défauts. Ces défauts sont généralement des dislocations, des lacunes, et des macles.

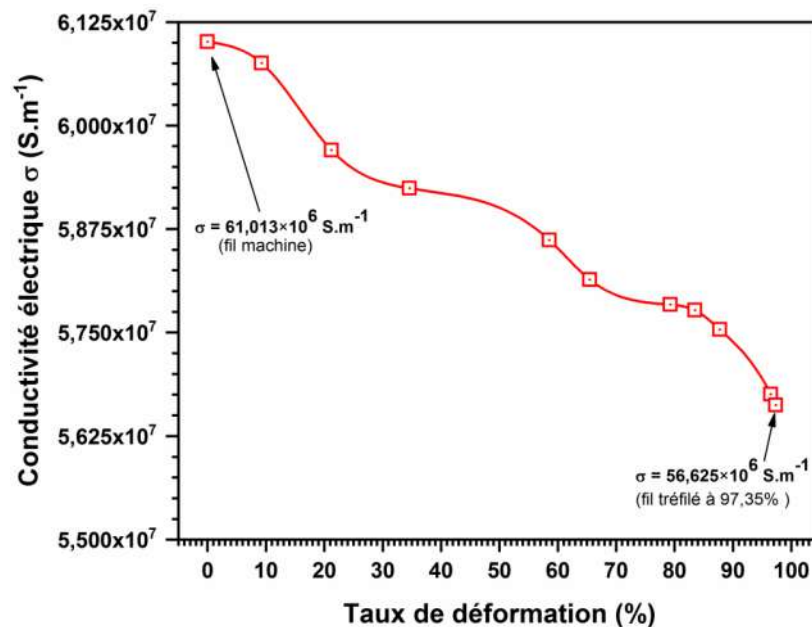


Figure 66. Evolution de la conductivité électrique en fonction du taux de déformation.

Conclusion Générale

Le but de notre travail est d'une part, comprendre comment le taux de déformation par tréfilage et la température influent sur la microstructure du matériau, et sur les mécanismes de la restauration et la recristallisation ; d'autre part, de comment améliorer les propriétés physiques et mécaniques des fils en cuivre tréfilés, par un recuit isotherme (température constante).

La démarche consiste à caractériser tout d'abord les étapes de déformation à froid, puis à suivre l'évolution de la microstructure et la cinétique de recristallisation au cours de recuit. Nous avons choisi pour ce travail le cuivre de pureté industrielle (99.9%) utilisé par l'entreprise nationale ENICAB pour fabriquer différents types de fils électriques.

Nous allons maintenant résumer les résultats obtenus lors de cette étude et dégager les questions encore ouvertes concernant les effets de déformation et du recuit.

Après tréfilage : La déformation par tréfilage des fils électriques de cuivre provoque des changements dans la microstructure du matériau :

- Les grains se déforment et s'allongent selon l'axe de tréfilage, les coupes transversales montrent l'évolution de la morphologie des grains au cours du tréfilage.
- La taille des domaines cohérents de diffraction diminue lorsque le taux de déformation augmente, nous avons remarqué que la taille de domaine décroît de la valeur $463,49 \text{ nm}$ pour le fil machine vers $34,50 \text{ nm}$ pour le fil tréfilé à $96,48 \%$.
- La densité de dislocations augmente avec l'augmentation du taux de déformation, cette densité avait la valeur de $2,948 \times 10^{+14} \text{ m}^{-2}$ dans le fil machine, et elle grimpe vers la valeur $14,06 \times 10^{+14} \text{ m}^{-2}$ pour le fil tréfilé à $96,48 \%$.
- Les fils électriques durcissent après tréfilage et deviennent difficilement malléables, nous avons trouvé une valeur de microdureté Vickers de $HV_{0,2} = 59,54$ pour le fil machine puis cette valeur augmente jusqu'à atteindre la valeur $HV_{0,2} = 125,10$ lorsque la déformation atteint le taux $96,48 \%$.
- La conductivité électrique des fils électriques diminue lorsque la déformation augmente, nous avons trouvé pour la conductivité électrique du fil machine non déformé égale à : $\sigma_{filmachine} = (61,013 \times 10^6 \%) S.m^{-1}$, cette valeur augmente de manière significative jusqu'à $\sigma_{97,48\%} = (56,625 \times 10^6 \%) S.m^{-1}$ pour le fil électrique tréfilé à un taux de $\varepsilon = 97,48\%$.

Après recuit : Après un recuit isotherme à la température de, $T=400^\circ\text{C}$, nous avons remarqué un retour marqué vers un état de stabilité, caractérisé par l'amélioration des propriétés du matériau indiquée par a chute de la microdureté. La restauration et la recristallisation du matériau se termine après environ quatre minutes de recuit sous vide.

Essai de fluage : L'effet de la contrainte selon les conditions de fluage choisi, que lors de l'augmentation de la contrainte et la fixation de la température qu'il y à une augmentation de la déformation enregistré ($\varepsilon\%$), et de la vitesse de déformation stationnaire ($\dot{\varepsilon}_{min}$) tandis que, le temps de rupture a diminué d'une manière générale.

Résumés

الهدف من هذا العمل هو دراسة آثار التشوه اللدن بالقلد و معالجة التلدين ، للأسلاك النحاسية الصناعية النقية المسحوبة ، على آليات الترميم وإعادة البلورة. استخدمنا بعض من طرق التوصيف ، مثل الملاحظة بالمجهر الضوئي ، وقياس الصلابة الدقيقة ، والتوصيف عن طريق حيود الأشعة السينية ، وأخيراً قياس الناقلية الكهربائية. تابعنا تطور البنية المجهرية ، وقمنا بحساب بعض المقادير الهيكلية المجهرية ، مثل المسافة بين المستويات الذرية البلورية ، والإجهاد الدقيق ، وكثافة الانخلاعات. كما قدرنا المعامل الحركي للتحويل يسمى الكسر التحويل $X(t)$ لعينة باستخدام الصلابة الدقيقة. أجرينا بعض اختبارات الزحف الكلاسيكية من خلال اللعب على درجة الحرارة والإجهاد المطبق على العينات. لقد لاحظنا أن درجة الحرارة المختارة تسمح بترميم بعض خصائص المادة وإعادة بلورتها في أقل من أربع دقائق.

الكلمات المفتاحية: النحاس النقي ، التشوه ، القلد ، إعادة التبلور ، طاقة التنشيط ، المسح الحراري التفاضلي ، إنعراج (حيود) الأشعة السينية.

The aim of this work is the study of the effects of plastic deformation by drawing and annealing, of pure industrial copper drawn wires, on the mechanisms of recovery and recrystallization. We used several characterization methods, such as observation by light microscopy, measurement of microhardness, and characterization by X-ray diffraction, and finally measurement of electrical resistivity. We followed the evolution of the microstructure, and calculated some microstructural parameters, such as interreticular distance, microstrain, and density of dislocations. We estimated a transformation kinetic parameter called the transformed fraction $X(t)$ for a sample using the microhardness. We made some classical creep tests by playing on the temperature and the applied stress. We have noticed that the chosen temperature allows the material to be recovered and recrystallized in less than four minutes.

Key words: pure copper, deformation, wire-drawing, dislocation density, recrystallization, energy of activation, DSC, X-Ray diffraction.

Le but de ce travail est l'étude des effets de la déformation plastique par tréfilage et de recuit, des fils en cuivre industriel pur tréfilés, sur les mécanismes de restauration et de recristallisation. Nous avons utilisé plusieurs méthodes de caractérisation, telles que l'observation par la microscopie optique, la mesure de la microdureté, et la caractérisation par la diffraction de rayons X, et enfin la mesure de la conductivité électrique. Nous avons suivi l'évolution de la microstructure, et calculé certains paramètres microstructuraux, comme la distance interréticulaire, la microdéformation, et la densité de dislocations. Nous avons estimé un paramètre cinétique de transformation appelé la fraction transformée $X(t)$ pour un échantillon grâce la microdureté. Nous avons fait quelques essais de fluage classique en jouant sur la température et la contrainte appliquée. Nous avons remarqué que la température choisie permet de restaurer et recristalliser le matériau en moins de quatre minutes.

Mots clés : cuivre pure, déformation, tréfilage, fluage, densité des dislocations, recristallisation, DRX.

Références

- [1] LAOUINI A. *Réalisation d'un appareil de fluage des métaux*, Magister, Département de Génie Mécanique, Université Mohamed Khider, Biskra, Algérie, **2012**, 133.
- [2] Lakhtine I. *Métallographie et traitements thermiques des métaux*. 3^{ème} Edition edn. 3^{ème} Ed., Editions Mir, **1982**, pp. 55-57,
- [3] Humphreys F.J., Hatherly M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. 2nd ed., Elsevier Pergamon Press, Oxford, UK, **2004**. 978-0-08-044164-1, 10.1016/B978-008044164-1/50007-4
- [4] Dimitrov O., Fromageau, R. and Dimitrov, C. *Recrystallization of Metallic Materials*. Dr. Riederer-Verlag, GMBH, Stuttgart, **1978**.
- [5] Jakani S. *Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé*, Ph.D., Université de Paris XI-Orsay, Paris, France, **2004**, 186.
- [6] Doherty R.D., Hughes D.A., Humphreys F.J., Jonas J.J., Jensen D.J., Kassner M.E., et al. *Current issues in recrystallization: a review*, Mater Sci Eng, A, 238(2) (**1997**), 219-274, [http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093\(97\)00424-3](http://dx.doi.org/10.1016/S0921-5093(97)00424-3)
- [7] Ananthan V.S., Leffers T., Hansen N. *Cell and band structures in cold rolled polycrystalline copper*, Materials Science and Technology, 7(12) (**1991**), 1069-1075, 10.1179/mst.1991.7.12.1069
- [8] Bay B., Hansen N., Hughes D.A., Kuhlmann-Wilsdorf D. *Overview no. 96 evolution of f.c.c. deformation structures in polyslip*, Acta Metallurgica et Materialia, 40(2) (**1992**), 205-219, [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(92\)90296-Q](https://doi.org/10.1016/0956-7151(92)90296-Q)
- [9] Hatherly M., Malin A.S. *Deformation of copper and low stacking-fault energy, copper-base alloys*, Met Tech, 6 (**1979**), 308-319,
- [10] Hansen N. *Cold deformation microstructures*, Materials Science and Technology, 6(11) (**1990**), 1039-1047, 10.1179/mst.1990.6.11.1039
- [11] Hansen N., Juul Jensen D. *Deformed metals – structure, recrystallisation and strength*, Materials Science and Technology, 27(8) (**2011**), 1229-1240, 10.1179/1743284711Y.0000000046
- [12] Hughes D.A., Hansen N. *High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms*, Acta Materialia, 45(9) (**1997**), 3871-3886, [http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454\(97\)00027-X](http://dx.doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00027-X)
- [13] N. Hansen, D. Juul Jensen, Liu Y.L. *Microstructural and crystallographic aspects of recrystallization : proceedings of the 16th Risø International Symposium on Materials Science, 4-8 September 1995*. In: Hansen N, ed. Roskilde, Denmark : Risø National Laboratory, **1995**.
- [14] Hansen N. *Deformation microstructures*, Scripta Metallurgica et Materialia, 27(11) (**1992**), 1447-1452, [https://doi.org/10.1016/0956-716X\(92\)90125-X](https://doi.org/10.1016/0956-716X(92)90125-X)
- [15] Ridha A.A., Hutchinson W.B. *Recrystallisation mechanisms and the origin of cube texture in copper*, Acta Metallurgica, 30(10) (**1982**), 1929-1939, [http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160\(82\)90033-5](http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160(82)90033-5)
- [16] El-Madhoun Y., Mohamed A., Bassim M.N. *Cyclic stress–strain response and dislocation structures in polycrystalline aluminum*, Materials Science and Engineering: A, 359(1) (**2003**), 220-227, [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(03\)00347-2](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(03)00347-2)
- [17] Ardakani M.G., Humphreys F.J. *The annealing behaviour of deformed particle-containing aluminium single crystals*, Acta Metallurgica et Materialia, 42(3) (**1994**), 763-780, [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(94\)90273-9](https://doi.org/10.1016/0956-7151(94)90273-9)
- [18] J. E. Bailey, P. B. Hirsch. *The recrystallization process in some polycrystalline metals. Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Science*, pp.11-30. 267. **1962**, 11-30.
- [19] Hurley P.J., Humphreys F.J. *Modelling the recrystallization of single-phase aluminium*, Acta Materialia, 51(13) (**2003**), 3779-3793,
- [20] Bate P., Hutchinson B. *A re-evaluation of the mechanism of SIBM*, Scripta Materialia; , 36(2) (**1997**), 195-198,
- [21] Ning Y.U., Jean-Paul L.R. *Tréfilage des fils cuivreux ultra-fins*, Techniques de l'ingénieur Mise en forme des aciers, aluminium, autres métaux et alliages, base documentaire : TIB356DUO(ref. article : m646) (**1995**),

Références

- [22] Levrau C. *Compréhension et modélisation des mécanismes de lubrification lors du tréfilage des aciers inoxydables avec les savons secs*, Thèse de Doctorat, en Sciences des matériaux, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, **2006**, 1-2.
- [23] Thiagarajan S. *The effect of wire drawing speed on the substructures and mechanical properties in OFHC copper*, Mster of science, The département of metallurgical and materials engineering, University of Texas , El Paso, **1991**, 76.
- [24] Guy S. *Tréfilage de l'acier*, Techniques de l'ingénieur [Archives] Mise en forme des métaux et fonderie, (ref. article : m645) (**1996**),
- [25] Thenon C.D., Devalloir J. *TRE: Instrumentation D'un Choc Charpy*, Ecole des Mines de Douai, PP, 5 (**2002**),
- [26] Blétry M. *Méthodes de caractérisation mécanique des matériaux*, École Nationale Supérieure des Mines de Paris (2006-2007), (**2006**),
- [27] Arnoux M. *Etude du comportement en fluage à haute température du superalliage monocristallin à base de nickel MCNG: Effet d'une surchauffe*, **2009**.
- [28] Saint-Antonin F. *Généralités Essais de fluage*, in : *Étude et propriétés des métaux* , réf: M140 v3, . Techniques de l'ingénieur. Saint-Denis, France, **1995**,
- [29] Jacobs J.A., Kilduff T.F. *Engineering materials technology*. Odile, **1985**. 0132782847,
- [30] Poirier J.-P. *Plasticité à haute température des solides cristallins*. Eyrolles, **1976**.
- [31] Kocks U.F. *Realistic constitutive relations for metal plasticity*, Materials Science and Engineering: A, 317(1) (**2001**), 181-187, [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01174-1](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01174-1)
- [32] E.Weidmann, A.Guersnier. *Préparation métallographiques du cuivre et des alliages de cuivre, Application notes*. RosendahlsBogtykkeri-Struers, Printed in Denmark, **2007**.
- [33] T. Degen M.S., E. Bron, U. König, G. Nénert. *The HighScore suite*, Powder Diffraction 29 (Supplement S2) (**December 2014**), S13-S18,
- [34] Jian S.-R., Chen H.-G., Chen G.-J., Jang J.S.C., Juang J.-Y. *Structural and nanomechanical properties of a-plane ZnO thin films deposited under different oxygen partial pressures*, Current Applied Physics, 12(3) (**2012**), 849-853, <https://doi.org/10.1016/j.cap.2011.11.018>
- [35] Epp J. *Chap. 4, X-ray diffraction (XRD) techniques for materials characterization*. In: Hübschen G, Altpeter I, Tschuncky R, Herrmann H-G, eds. Materials Characterization Using Nondestructive Evaluation (NDE) Methods. Woodhead Publishing, **2016**, pp. 81-124, ISBN: 978-0-08-100040-3, <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100040-3.00004-3>
- [36] J.-P.Eberhart. *Méthodes physiques d'étude des minéraux et des matériaux solides*. DOIN Editeurs, Paris, **1976**.
- [37] Müller J., Nowoczin J., Schmitt H. *Composition, structure and optical properties of sputtered thin films of CuInSe₂*, Thin Solid Films, 496(2) (**2006**), 364-370, <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2005.09.077>
- [38] Cullity B.D., Stock S.R. *Elements of X-ray diffraction*. 3rd ed., Addison-Wesley Publishing Company, Inc., Massachusetts, **1956**.
- [39] lordache V.E. *Suivi de l'état de contraintes, appliquées et internes, des alliages ferromagnétiques doux par mesure de leurs propriétés magnétiques.*, Thèse de doctorat, Université de Technologie de Compiègne, **2003**, p.28.
- [40] Rusinko A., Rusinko K. *Plasticity and Creep of Metals*. 1st ed., Springer Berlin Heidelberg, **2011**. 978-3-642-21213-0, 10.1007/978-3-642-21213-0
- [41] Lubliner J. *Plasticity Theory*. Dover Publications, **2008**. 9780486462905,
- [42] François D. *Endommagements et rupture de matériel*. EDP Sciences, **2004**. 2-86883- 714-X,