

DEDICACES

Je dédie ce modeste travail a :

- Ma mère et Mon père
- Ma femme
- Mes enfants
- Mes amis

REMERCEMENTS

Mes remerciements particuliers s'adressent au Dr. S.BENSAADA chef d'équipe de recherche au laboratoire LARHYSS (Université de Biskra), qui a assuré l'encadrement avec compétence et responsabilité. Je remercie les responsables du laboratoire de physique pour leur aide à la réalisation de ce travail. Je remercie, Mr. N. MOUMMI (M.C.A à l'université Med Khider Biskra) d'avoir accepté de présider le jury et aussi les membres de jury Dr. HADID (M.C. A à l'université de Biskra) et Dr. M. T. BOUZIANE (M.C. A à l'université de Biskra) de m'avoir fait l'honneur d'accepter d'être membres du jury.

Mes remerciements vont surtout à toute la famille universitaire.

INTRODUCTION GENERALE

Les câbles électriques en cuivre et aluminium destiné pour le transport de l'énergie électrique nécessitent un compromis de caractéristiques mécaniques – résistivité électrique. Les caractéristiques électriques, mécaniques et cristallographiques du cuivre et de l'aluminium sont proches les unes des autres et le choix entre les deux, fait intervenir des facteurs économiques, techniques et même politiques.

Le cuivre et l'aluminium occupent une place importante dans le transport de l'énergie électrique, à cause de leur bonne conductibilité électrique et thermique. Associées à une conductibilité élevée donc la caractéristique principale du cuivre et de l'aluminium est leur qualité de bons conducteurs de l'électricité associée à une conductibilité élevée.

La solidité du fil de cuivre et de l'aluminium et la fiabilité des contacts électriques qu'il permet d'obtenir sont les raisons essentielles de leur emploi généralisé 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 électriques. A titre d'exemple, 95% des fils conducteurs d'un airbus sont en cuivre. Malheureusement, cette propriété est altérée par la présence de certaines impuretés par la matière première, et ce même à des concentrations tolérées par la norme (ASTM B49) pour qualité du cuivre (par exemple quelques ppm de S ou de Pb). Les impuretés retardent la recristallisation des fils de cuivre (importante pour les propriétés mécaniques, en particulier la diminution de l'allongement à rupture). Pour affiner la sélection des fils de cuivre en fonction de leur usage final, c'est-à-dire pour prédire les caractéristiques du fil (propriétés mécaniques, microstructure,...), il est nécessaire de pouvoir appréhender les mécanismes de déformation et de recristallisation du cuivre en présence d'impuretés, peu ou pas étudiés dans la littérature.

Ce problème nécessitant donc en premier lieu une étude faire de la microstructure et de son évaluation après différentes étapes du cycle thermodynamique.

Le tréfilage est accompagné par la formation de défauts cristallins, tels que lacunes et dislocations, conduisant l'élévation de la dureté, donc à l'augmentation de la résistivité, une caractéristique très importante pour la conductibilité et le rendement du câble. Aujourd'hui maîtriser les microstructures en vue d'optimiser telle ou telle propriété est réalisable par des traitements thermiques ou thermomécaniques appropriées. Donc des

traitements thermomécaniques appropriés peuvent améliorer les caractéristiques mécaniques, électriques et cristallographique du câble (l'affinement du grain est d'une importance capitale pour ces caractéristiques).

Ce qui nous Permet de connaître rapidement la qualité du cuivre et de l'aluminium utilisé en évaluant son aptitude au recuit, pour sélectionner les fils adaptés à subir de très fortes déformations, afin de les orienter vers des applications nécessitant des tréfilages en très fins diamètres et à grande vitesse.

Outre cela une faible teneur en oxygène est généralement introduite avant l'opération de continue, car il a été montré que l'ajout de 100 à 200 ppm en poids d'oxygène abaisse nettement la température de recristallisation du cuivre [Ravichandra et Prasad, 1992 et Pops, 1994], sans interférer sur sa conductivité électrique à l'état final [Hérenghuel, 1960].

La déformation des métaux à température ambiante implique un écrouissage, lequel est considéré parfois le seul moyen d'élever la limite élastique et la dureté du matériau, mais lorsqu'on dépasse un certain taux de déformation (taux critique), il peut présenter des inconvénients en causant la fragilité au métal. Le taux critique d'écrouissage dépend essentiellement du matériau et des conditions d'emploi.

Une structure écrouie est caractérisée par des perturbations structurales ne se trouvant pas généralement en équilibre thermodynamique. Pratiquement une telle structure ne peut pas être adaptée à un usage industriel quelconque, car les propriétés d'emploi des métaux et alliages sont déterminés en très grandes partie par la morphologie et le degré de dispersion des phases qui les constitue. Un apport d'énergie est nécessaire pour restaurer les propriétés et la structure que le métal possédait avant écrouissage.

La taille des grains obtenus après recuit de recristallisation, qui ne peut se produire qu'à partir d'un certain taux critique de déformation, influe beaucoup sur les propriétés du métal. Il faut éviter lors du formage à faible taux de déformation de procéder à un recuit de recristallisation, car on cherche toujours à obtenir une structure à grains fins, qui est plus résiliente est présente une rupture plus ductile qu'une structure à gros grains, qui n'est pas favorable pour des sollicitations mécaniques. Le choix de la température de recristallisation est fonction d'une part du taux d'écrouissage et d'autre part de la durée de recuit. Pour que les grains restent fins il faut choisir des températures de recuit non élevées

et des durées de maintien courtes, car les températures élevées conduisent parfois au lieu d'une croissance normale des grains, la soudaine d'un petit nombre de grains qui envahissent très rapidement toute la masse recristallisée. Le nombre de sites favorables à la germination est influencé principalement par le taux d'écrouissage. Cependant pour des taux d'écrouissage faibles il a été observé une germination avec distorsion des joints de grains et pour des taux d'écrouissage élevés, les limites à grands angles produites par les bandes de cisaillement dans les grains initiaux, agissent comme lieu de germination.

Dans ce contexte, le travail présenté dans ce mémoire reste d'actualité à cause de son importance industrielle et son but est d'une part, mettre en évidence les différents facteurs ayant des effets sur les caractéristiques ci-dessus citées et d'autre part apporter une nouvelle gamme de traitements thermomécaniques appropriée à l'amélioration des propriétés.

✚ Le plan de ce travail est le suivant :

- Le premier chapitre est consacré à une présentation générale du procédé de la processus technologique du tréfilage du cuivre et l'aluminium
- Le deuxième chapitre consiste à décrire un bilan des connaissances acquises sur la déformation et la recristallisation
- Dans le troisième chapitre sont décrites les techniques expérimentales de préparation et de caractérisation des échantillons. Ainsi que la présentation et discussion des résultats expérimentaux.
- Enfin la dernière partie de ce travail est consacrée à la conclusion.

CHAPITRE I

PROCESSUS TECHNOLOGIQUE

DU TREFILAGE DU CUIVRE ET L'ALUMINIUM

1. Processus technologique du tréfilage du cuivre et l'aluminium

1.1. Introduction

Le tréfilage est une technique de mise en forme à froid des métaux qui permet de réduire la section d'un fil, par déformation plastique, en le tirant à travers l'orifice calibré d'une filière sous l'effet combiné d'application d'un effort de traction et d'un effort radial de compression et en présence d'un lubrifiant[1]. Cette déformation s'obtient par glissement suivant certains plans et directions de glissement grâce au déplacement de dislocations. Après déformation, une partie de ces dislocations reste piégée à l'intérieur des grains. Dans ce cas, la structure est dite écrouie et les propriétés du métal sont modifiées. Le tréfilage a pour effet de (durcir) le métal et de diminuer ses possibilités de déformation ultérieure. Voilà pourquoi on est amené à recuire le métal soit pour poursuivre le tréfilage à froid, soit pour redonner aux produits finis des propriétés de plasticité suffisante.

La technique du tréfilage, en tant que procédé de mise en forme d'un matériau est caractérisée par différents paramètres, à savoir la vitesse et la température de tréfilage, la géométrie des filières et les conditions de frottement, jouent un rôle important sur la structure et les propriétés du matériau qui déterminent sa capacité à une déformation élevée en tréfilage.

Les matériaux le plus utilisés dans le cadre d'applications industrielles sont l'acier, le cuivre, l'aluminium et le tungstène. Les applications des produits mise en oeuvre par cette technique, qui peut être utilisé en soudage, câbles, agrafes, vis et boulons, ressorts, aiguilles, anneaux, boucles et crochets, armatures de pneumatiques [2].

En général, le cuivre et l'aluminium peuvent être transformés en fil par tréfilage. La modification du fil au moment de son passage dans la filière a pour conséquence une modification générale de la plupart de ses propriétés ; ce qui constitue un fait capital pour l'industrie du tréfilage. Au fur et à mesure que le fil s'écrouit cela veut dire :

- Sa limite d'élasticité croît plus rapidement que la résistance et finit par tendre vers la même valeur
- Sa résistance à la traction augmente et sensible tendre vers une valeur limite
- L'allongement baisse rapidement et ne décroît par la suite que lentement

Ces caractéristiques sont exploitées en tréfilage pour obtenir des fils avec résistance à la traction, de limite d'élasticité et l'allongement définis en fonction de l'utilisation. L'augmentation du taux de déformation au cours de la déformation à froid par tréfilage de fil du cuivre ou d'aluminium provoque le durcissement du fil.

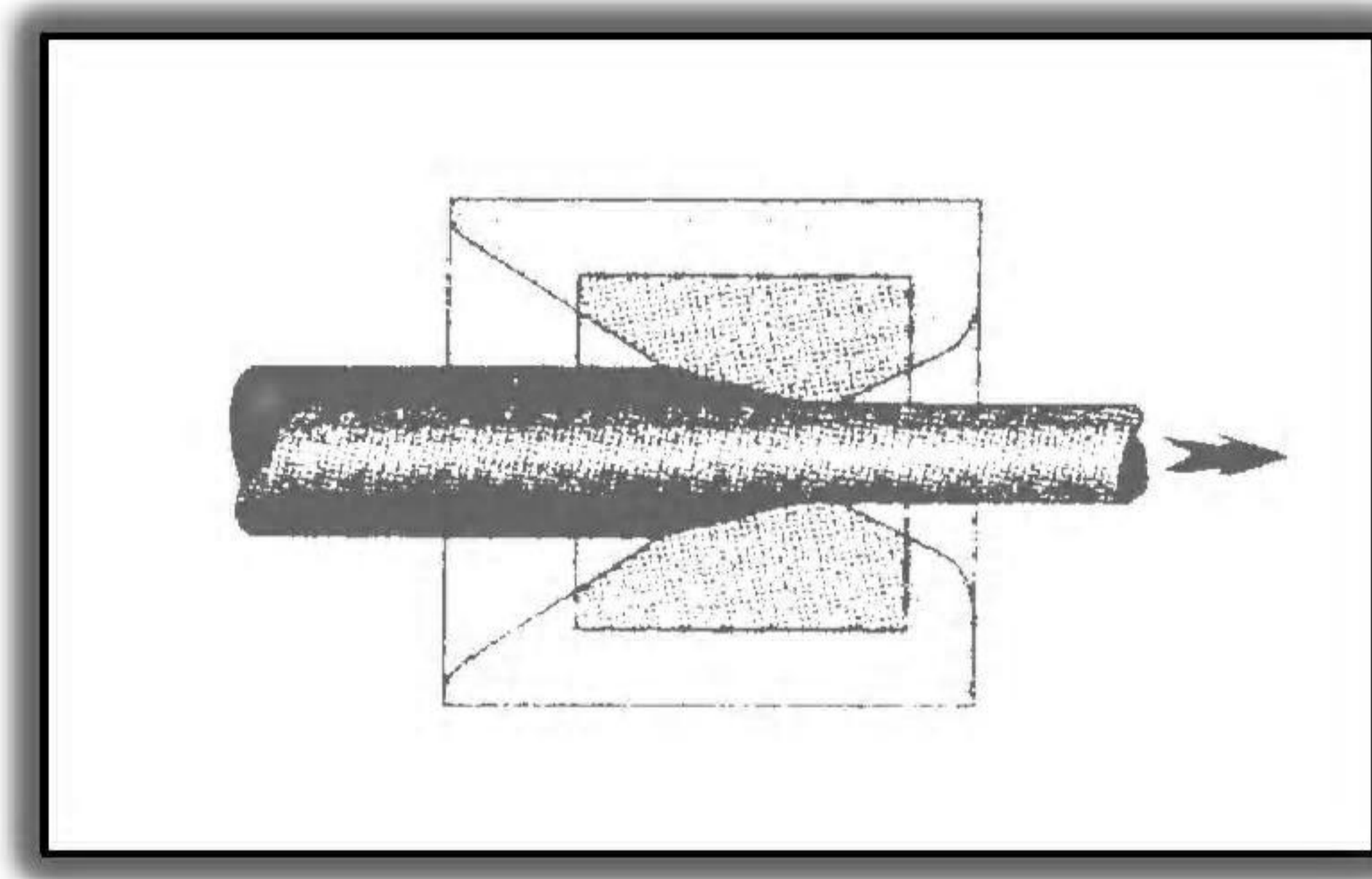
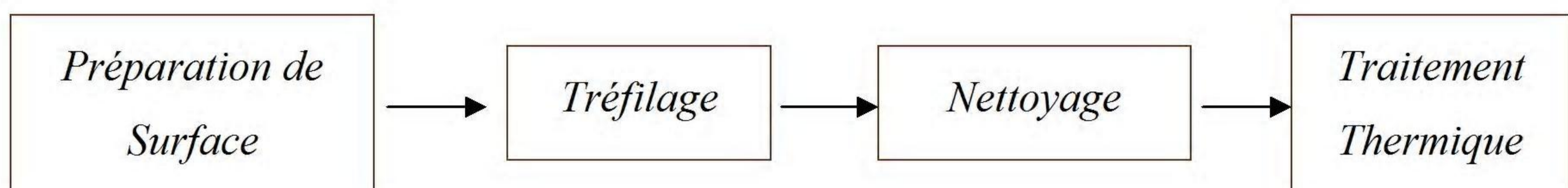


Figure 1. Principe de Tréfilage [3]

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



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

-L'allongement du fil λ :

La conservation du volume, entre l'entrée et la sortie de filière, au cours de la déformation plastique permet d'écrire que $S_e \cdot l_e = S_s \cdot l_s$. nous avons alors $\lambda = \frac{l_s}{l_e} = \left[\frac{R_e}{R_s} \right]^2$ avec l_e, l_s : les longueurs initiales et finales de fil

-la réduction du fil : $r = 1 - \left[\frac{R_s}{R_e} \right]^2$

-la déformation: $\varepsilon = \ln \lambda = 2 \ln \left[\frac{R_e}{R_s} \right]$

R_e : Rayon d'entrée

R_s : Rayon de sortie

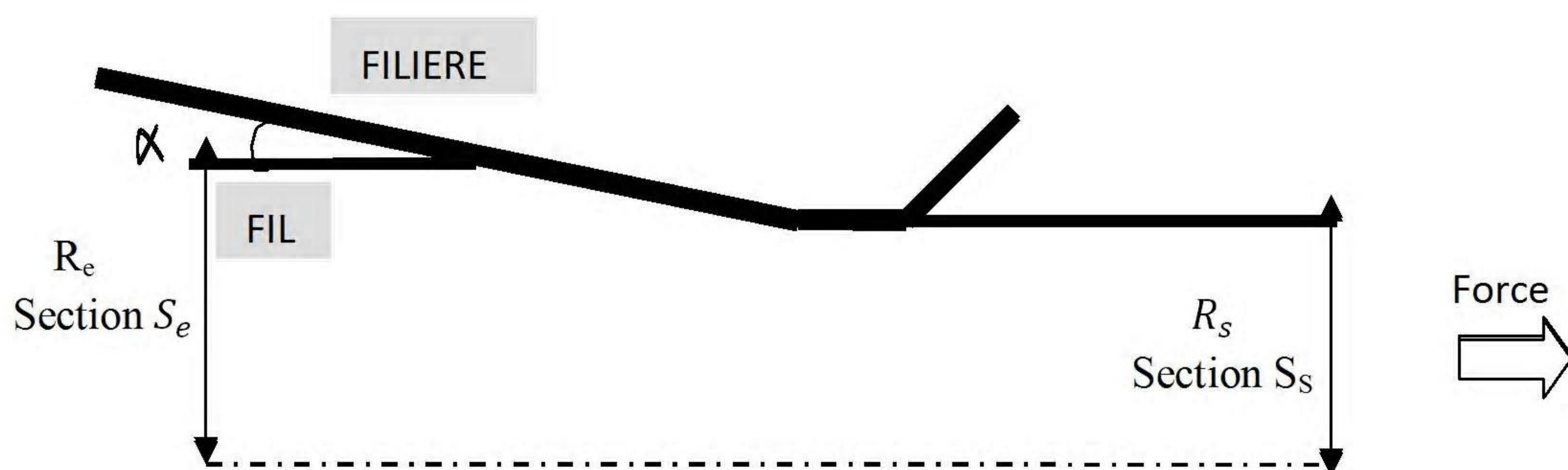


Figure 2. Schéma d'une passe de tréfilage [3]

1.2. Outils et équipements industriels du tréfilage

Comme nous l'avons évoqué, le principe de tréfilage est basé sur la plasticité du métal pour réduire le diamètre du fil, la machine de tréfilage est appelée tréfileuse, l'ensemble du matériel principal de tréfilage comporte trois éléments [2].

- un dispositif de dévidage du fil,
- une machine à tréfiler,
- un dispositif de récupération du fil écroui

1.2.1. Machine simple

Elle ne comporte qu'une bobine est ajusté pour des réductions de section de l'ordre de 35% c'est la configuration de base qui ne peut effectuer qu'une seule réduction[2]. Elle se compose d'un système de dévidage du fil, d'un bloc à tréfiler et d'un dispositif de traction /réception (figure 3).

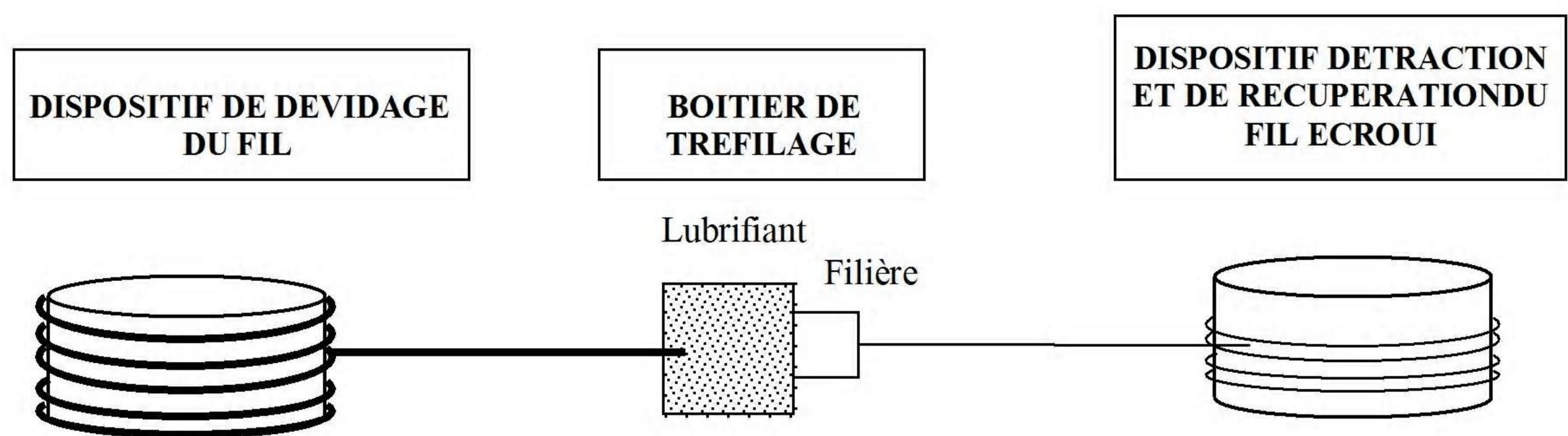


Figure 3. Schéma de principe d'une machine à tréfiler simple (mono passe) [3]

Le boîtier de tréfilage comprend le réservoir de lubrifiant et le support de filière dans lequel est logé l'outil calibrant.

1.2.2. Le lubrifiant

La déformation brutale est continue du métal dans une filière de tréfilage nécessite l'emploi d'un lubrifiant, l'utilisation d'un lubrifiant est capitale au cours du procédé pour limiter le frottement et l'usure et assurer un régime de lubrification stable. son rôle est diminuer les forces d'étirage, d'éviter les échauffements excessifs aux grandes vitesse, et d'améliorer ainsi la durée de vie des outils et du fil le rôle de lubrifiant (graisse, huile minéral) des différents type est de former un film mince suffisamment épais sur le fil de manière à éviter toute interaction entre le métal et la filière qui pourrait conduire à une dégradation de l'état de surface. il permet aussi de réduction successive, mais donne un aspect terne au fil. Suivant les applications ultérieures du fil. On peut dire que le lubrifiant fait le rôle de :

- limiter l'effort à exercer pour obtenir la déformation du métal ;
- assurer un régime de lubrification stable ;
- *éviter l'apparition de défauts en surface du fil.*

Un bon lubrifiant de tréfilage doit donc posséder comme propriétés :

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

En pratique, selon les tréfileuses, le lubrifiant est soit une huile minérale, soit une graisse soluble

1.2.3 La filière

La filière constitue l'élément fondamental de l'opération de tréfilage elle se compose de deux parties : un noyau, très dur, généralement en carbure de tungstène ou en diamant qui va assurer la réduction du diamètre du fil et une frette en acier qui maintient le noyau et lui permet de résister aux fortes pressions développées au cours du tréfilage, elle se compose de plusieurs parties (figure 4).

- Un cône d'entrée jouant le rôle d'un entonnoir d'engagement, de répartiteur et d'entraîneur de lubrifiant ;
- Un cône de travail, de demi-angle α , dans lequel s'effectue la réduction de section par déformation progressive du fil ;
- Une portée cylindrique qui calibre le diamètre du fil ;
- Un cône de sortie qui décharge progressivement la filière des efforts et permet l'évacuation du lubrifiant.

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

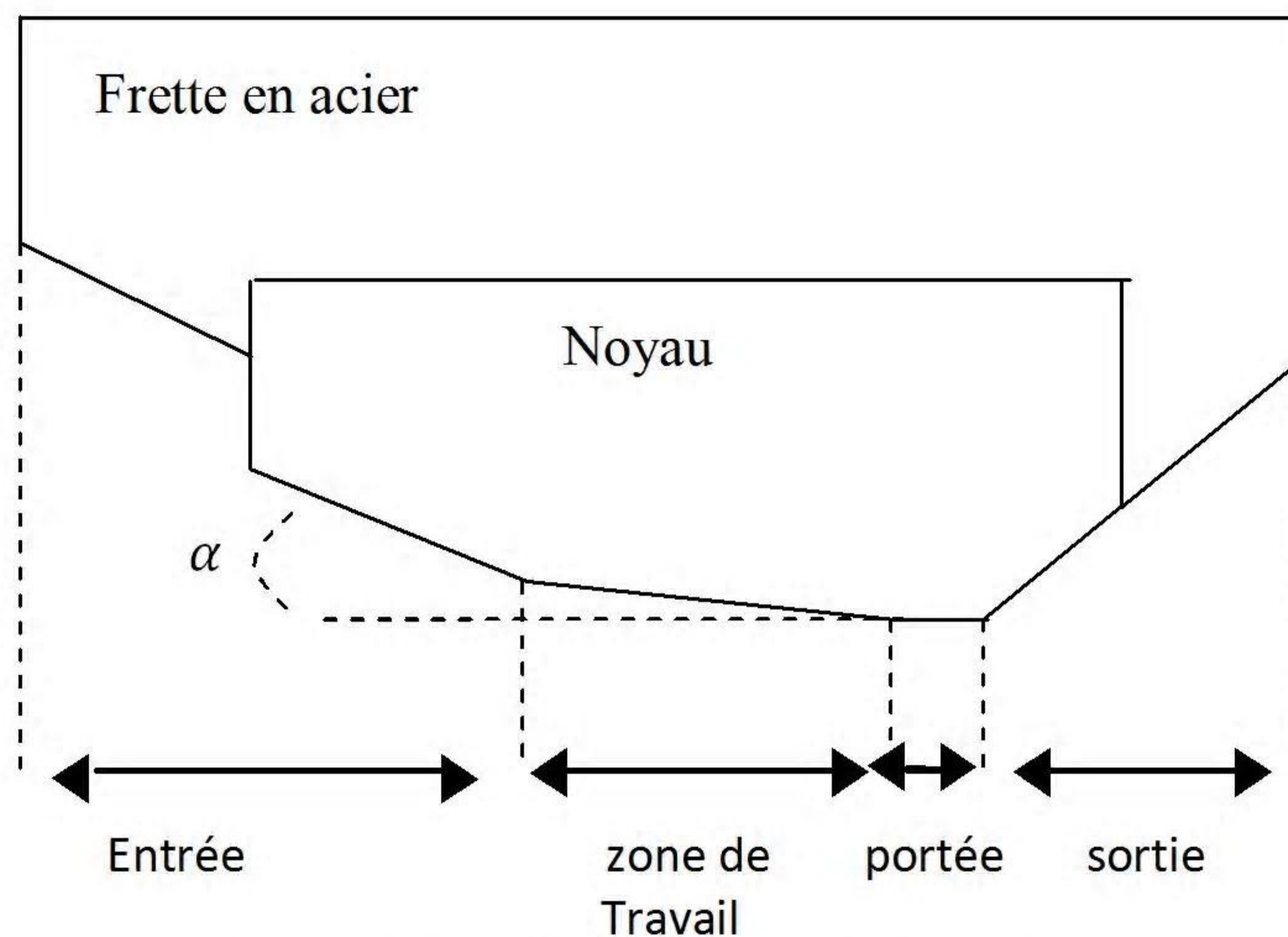


Figure 4. Schéma d'une filière de tréfilage [3]

1.2.4. Machines multiples

Elles permettent des réductions de section importantes sont obtenues par des réductions successives grâce à un enchaînement de filières. Dans ce cas, le fil passe d'une bobine à une autre en traversant une filière, et il subit à chaque fois une réduction de section et une accroissement de vitesse. Il existe trois types de machines [2].

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

même type ou bien en milieu humide sur des bancs fonctionnant en immergé pour l'obtention de fil très propres.

1.3. Etats de déformation

En général les études appliquées sur les propriétés mécaniques des métaux sont fondamentales celles de leurs propriétés plastique .ce sont celles-ci qui ont un intérêt pratique. Soit pour mettre directement au cours des opérations industrielles de formage. Soit pour éliminer ou réduire au maximum toute déformation ultérieure dans les pièces d'usinage métalliques et dans les constructions mécaniques .La déformation plastique peut être étudiée au moyen d'essais de laboratoire en particulier l'essai de traction. Dont l'interprétation est relativement simple et qui permet la caractérisation détaillée. Dans les études fondamentales.la considérations du comportement d'éprouvettes monocristallins est parfois nécessaire afin de comprendre et déduire les lois de comportement des polycristaux

1.3.1. Déformation plastique dans les matériaux c.f.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). En effet, la déformation à froid entraîne une importante augmentation de la densité de dislocations (énergie élastique stockée) dans le matériau.[4]. Il s'ensuit une hétérogénéité de la microstructure et de la texture cristallographique à l'intérieur des grains. Pour conférer au matériau les propriétés mécaniques souhaitées, celui-ci est recuit après déformation. Ce recuit conduit à une réorganisation de la microstructure par diminution ou suppression des obstacles les plus importants aux mouvements des dislocations. Lors du traitement thermique après déformation, deux phénomènes plus ou moins concurrents ont lieu : la restauration et la recristallisation. Ces deux types d'évolution structurale ont la même force motrice c'est-à-dire l'énergie élastique emmagasinée au cours de la déformation à froid [5].

1.3.2. Mécanismes de déformation plastique

Dans le cas où un matériau poly cristallin est soumis à l'action d'une contrainte mécanique extérieure, une déformation plastique se produit. Celle-ci est générée principalement par un mécanisme de glissement des dislocations sur des plans cristallins précis et /ou par un maclage mécanique. Le déclenchement d'un mécanisme ou de l'autre dépend de l'énergie de défaut d'empilement du matériau [6].

Des remarques et des observations ont montré que l'évolution de la microstructure est commune à plusieurs métaux et alliages de moyenne et forte énergie de faute d'empilement (Al, Cu, Ni, Ni-Co), déformés selon des modes différents (laminage, torsion).

Dans 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. (Figure 5).

La subdivision des grains donne lieu à une configuration cellulaire (blocs de cellules) constituées de (parois) à forte densité de dislocations entourant des volumes à faible densité de dislocations [7].

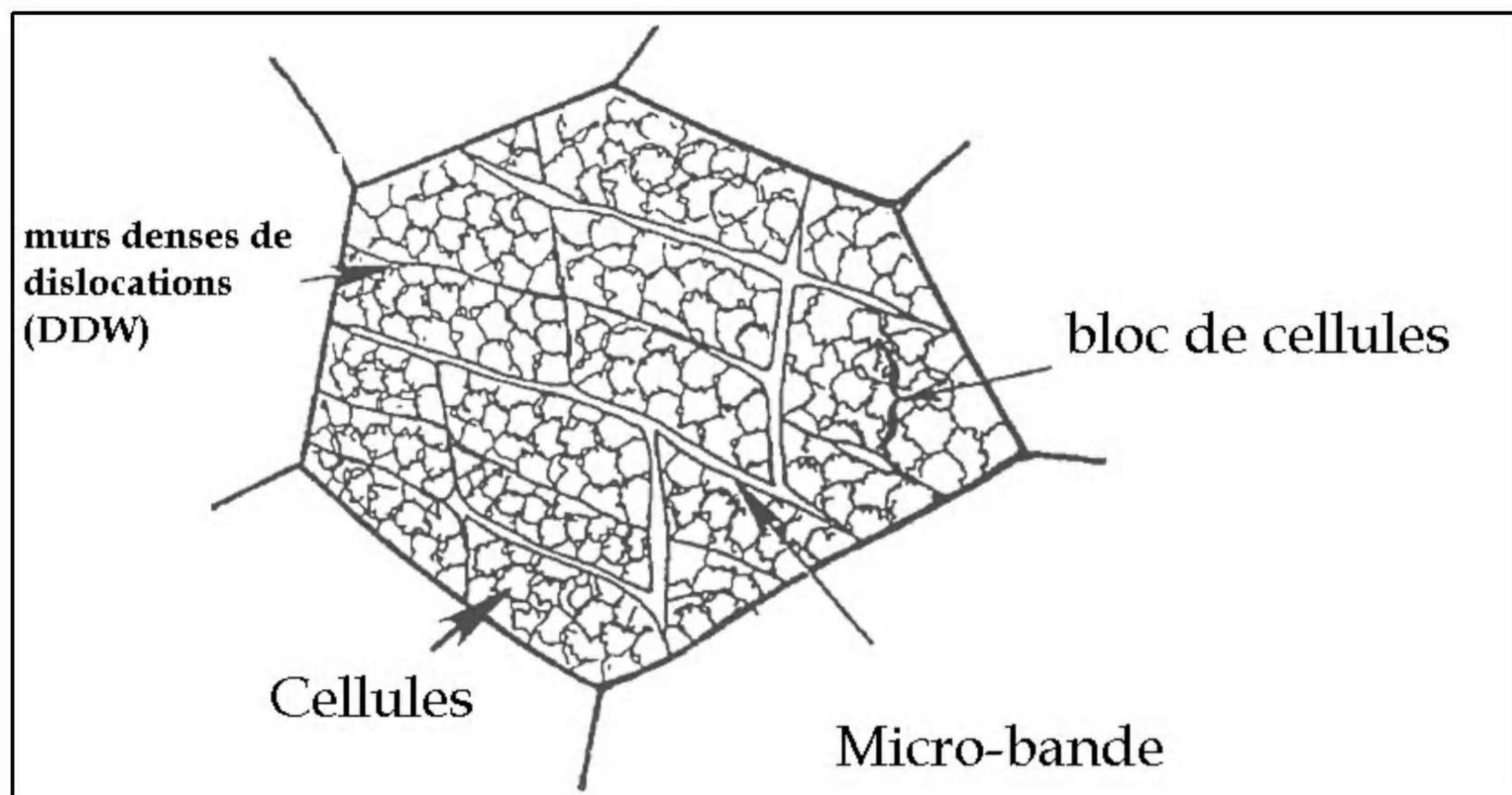


Figure 5. Blocs de cellules et murs denses de dislocations [8]

1.3.3. Plasticité des monocristaux

L'hétérogénéité de la déformation se manifeste par la présence de marques rectilignes et régulièrement espacées sur la surface. Ces lignes sont les traces de plans d'orientation cristallographique de faibles indices. Dans le cas le plus simple, un seul type de plans est observé : c'est le glissement simple (figure 6) les lignes de glissement sont observées sur la face de l'éprouvette perpendiculaire à la direction de glissement : ce sont en fait des marches, dont la hauteur mesure l'amplitude du glissement. Rappelons que le glissement est caractérisé par un plan $\{hkl\}$ et une direction dense $\langle uvw \rangle$ appartenant à ce plan. Dans des cas moins simples, plusieurs systèmes de glissement peuvent être observés (figure 7). ces observations sont expliqués à partir : du glissement des dislocations sur des plans cristallographiques simples et des directions également simples. Sur les éprouvettes de traction, les marches observées ont une hauteur égale à la vecteurs Burgers fois le nombre de dislocations qui ont glissé et émergé. Ce

nombre est tellement élevé qu'il exige plusieurs centaines de dislocations que le cristal ne peut contenir au départ. Deux grandes questions se posent :

Quelle est l'origine de ces dislocations? leur glissement va-t-il s'effectuer sur un petit nombre de plans ou sur un très grand nombre? Le premier cas conduirait à quelques rares lignes de glissement très fortes, tandis que le second se traduirait par une très grande densité de lignes de glissement, des cas intermédiaires sont observés des bandes de glissement constituées de paquets de fins lignes de glissement (figure 8) [9].

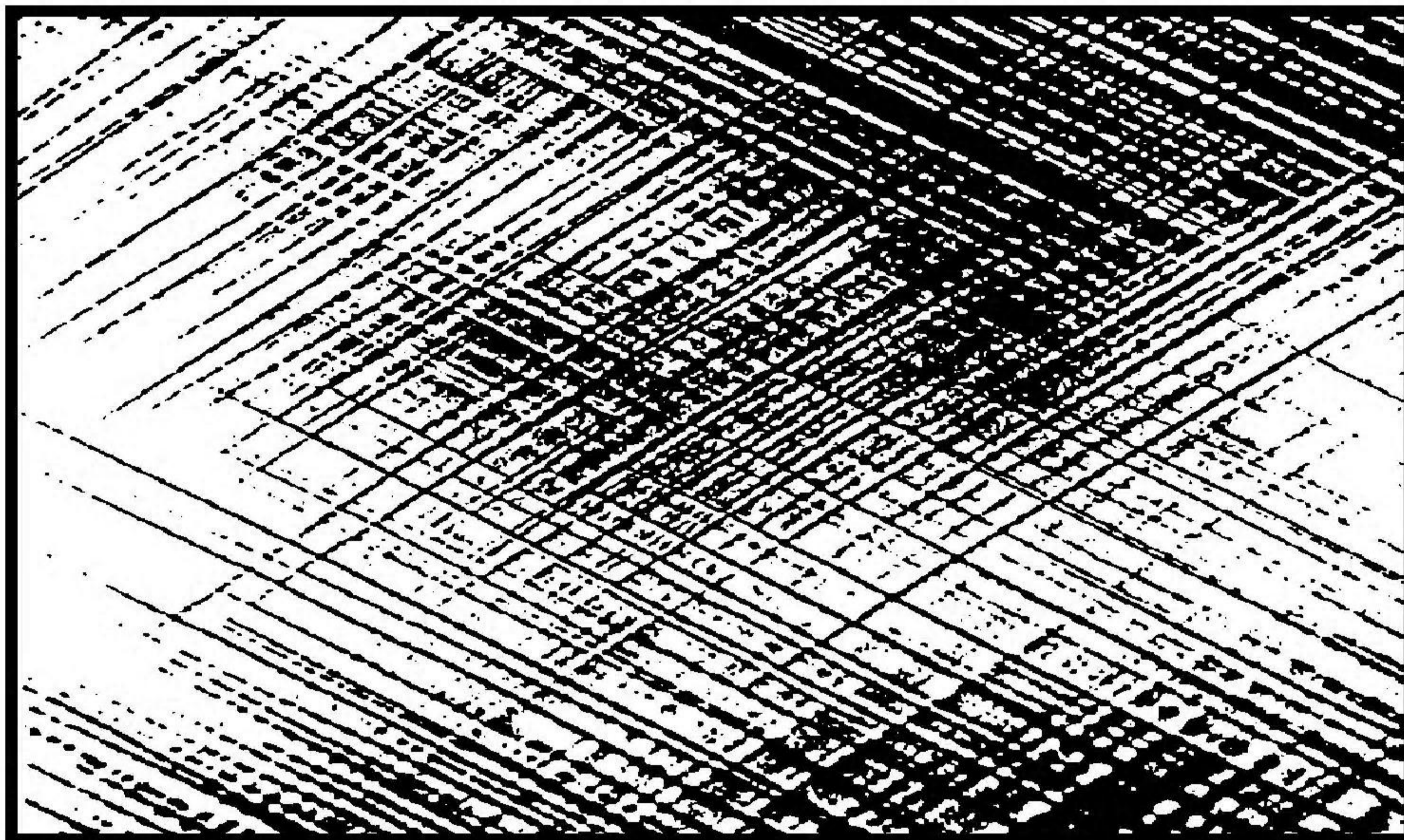


Figure 6. Glissement simple (dans un whisker) de zinc [9]

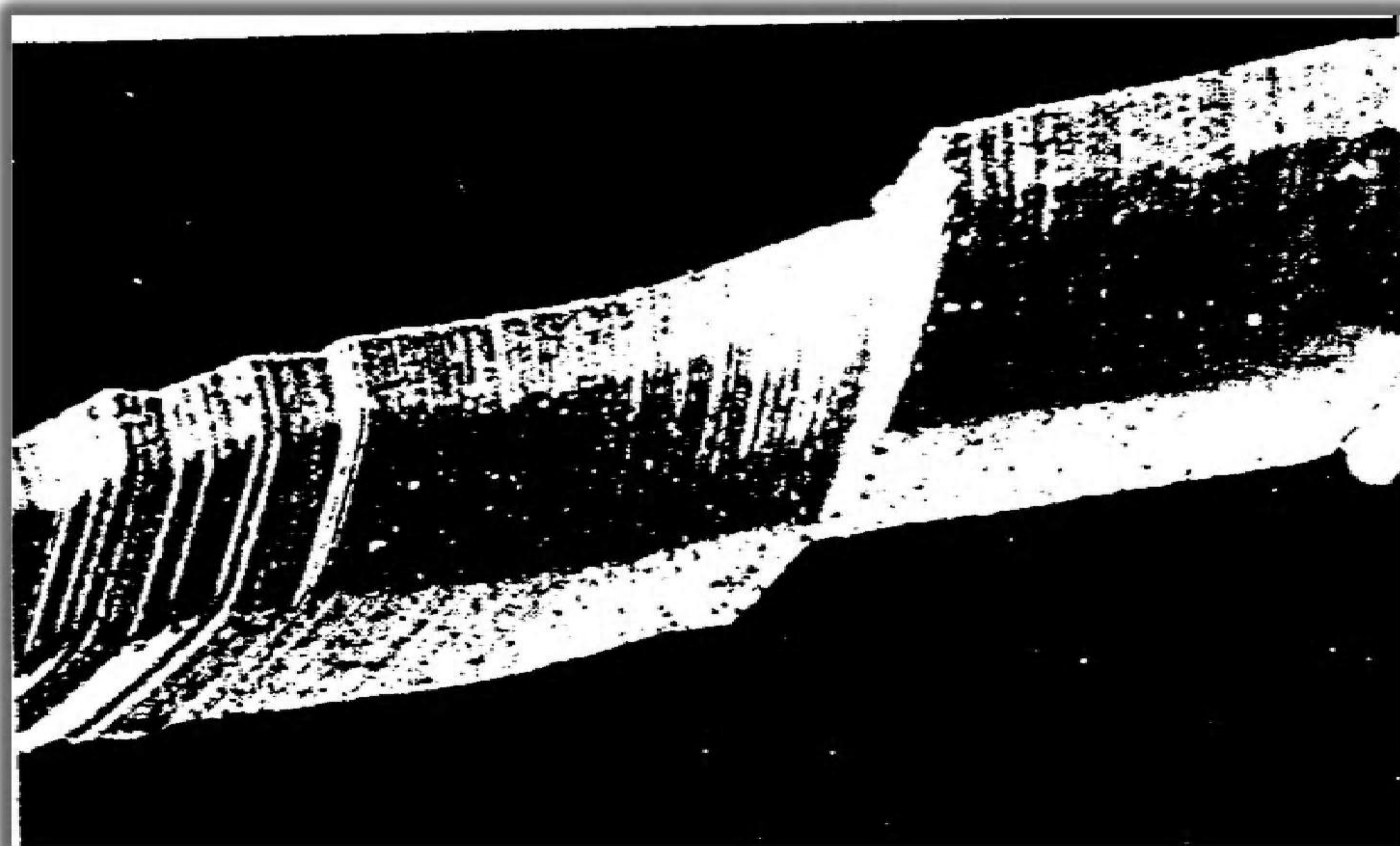


Figure 7. Glissement double observé sur une éprouvette d'aluminium [9]

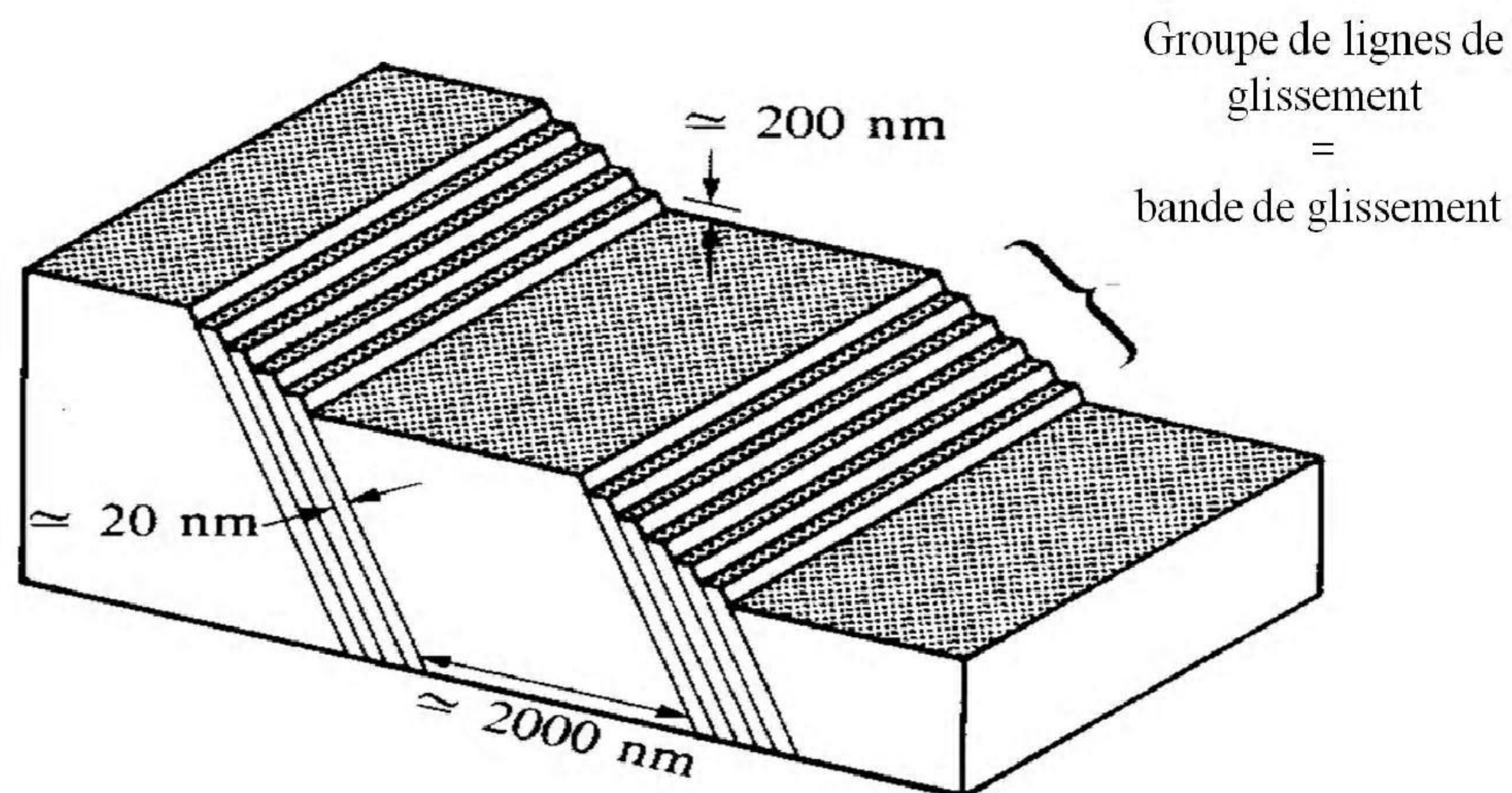


Figure 8. représentation schématique des bandes de glissement [9]

1.3.4. Systèmes de glissement

Ils sont caractérisés par un plan et une direction appartenant à ce plan.

- Une direction de glissement : c'est la direction du vecteur des burgers b . Elle représente la direction cristallographique de densité atomique maximale, car c'est dans ce cas que le déplacement nécessaire à une déformation permanente est le plus faible (c'est –à– dire que l'énergie nécessaire pour avoir un déplacement de dislocations est la plus faible).
- Un plan de glissement : à priori ce sont les plans où le frottement de réseau est le plus faible, c'est –à– dire les plans les plus compacts.

Le tableau 1. Regroupe les systèmes de glissement des structures cubiques. Dans les métaux (cc), le glissement se produit dans les directions les plus denses $\langle 111 \rangle$, mais dans différentes familles de plans contenant ces directions telles que: $\{110\}$, $\{112\}$ et $\{123\}$. Le choix du plan de glissement est influencé par la température de déformation [10].

structures	Systèmes de glissement	
	Plans	Directions
CFC	$\{111\}$	$\{110\}$
CC	$\{110\}$	$\{111\}$
	$\{112\}$	$\{111\}$
	$\{123\}$	$\{111\}$

Tableau 1. Systèmes de glissement des structures cubiques [10].

D'après le tableau 1, la cristallographique de glissement des métaux CFC est simple. En général, le glissement se produit dans les plans les plus denses suivant les directions les plus denses. Ces deux facteurs définissent le système de glissement $\{111\} \langle 110 \rangle$. Cependant, d'autres systèmes [11, 12] peuvent opérer à haute température et particulièrement pour les métaux d'énergie de faute d'empilement élevée, par exemple sur les plans $\{100\}$, $\{110\}$, $\{112\}$, et $\{122\}$.

1.3.5. Maclage

Le maclage est un mode de déformation beaucoup plus compliqué que le glissement. En effet, contrairement au glissement qui ne concerne qu'un plan, le maclage met en jeu toute une tranche de cristal qui bascule dans une nouvelle orientation. Les macles apparaissent sous forme de lamelles bordées par deux joints de macle suivant lesquels les réseaux sont cohérents. Le paramètre caractéristique du mode de déformation glissement ou maclage, est l'énergie défauts d'empilement (γ_{fe}), le tableau 2. Donne des valeurs de (γ_{fe}) pour quelques métaux, elles varient considérablement suivant la méthode de mesure

Métal	Al	Cu	Ag	Au	Ni	Co	Zn	Mg	Zr	Aciers (340)
γ_{fe}	166	78	22	45	128	15	140	125	240	21

Tableau 2. Energie défauts d'empilement pour quelques métaux [10]

L'énergie défauts d'empilement normalisée ou réduite (γ_{fe}) peut être utilisée sous forme :

$$\gamma_{fe} = \frac{\gamma_{fe}}{G b}$$

G : module de cisaillement

B : vecteur de burgers.

Généralement, les métaux cubiques centrés se déforment par glissement, de même que les métaux cubiques à faces centrées avec des valeurs moyennes et élevées de γ_{fe} tels que Cu et Al.

1.3.6. Ecrouissage d'un matériau

L'écrouissage se traduit par le durcissement d'un métal ou d'un alliage provenant de la déformation plastique, il correspond à une modification structurale. La déformation plastique d'un matériau cristallin modifie ses propriétés de par son influence sur sa structure interne, ces évaluations de propriétés et de microstructure, appelées écrouissage, jouent un rôle très important pour les caractéristiques mécanique. Dans le premier cas, l'écrouissage a lieu façon très local au fond de la fissure dans un matériau endommagé par exemple, et permet d'absorber l'énergie de sollicitation mécanique. Dans le deuxième cas, c'est l'ensemble du matériau

subissant l'opération de mise en forme par grandes déformations plastiques qui sont susceptibles de s'écrouir [13].

L'écrouissage dépend du matériau, de la quantité de déformation appliquée et des conditions de déformation (température, vitesse et mode de déformation). En particulier, on distingue la déformation à froid (température inférieure à environ 1/3 de la température absolue de fusion) et la déformation à chaud ($T_{\text{déf}} > T_f / 3$). Généralement on peut dire que l'écrouissage engendre une augmentation des caractéristiques de ductilité (allongement, striction....). L'écrouissage est produit par une déformation effectuée au-dessous de la température de recristallisation. Le plus souvent obtenu à froid, un durcissement par déformation est possible à chaud mais largement réduit par la restauration et la recristallisation.

L'écrouissage apporte au métal, surtout dans le cas des fils certaines propriétés mécaniques que ne peuvent conférer les traitements thermiques. On peut supprimer les effets de l'écrouissage par un recuit ou une recristallisation. Le taux d'écrouissage est aussi défini comme la pente Θ de la courbe $\tau(\gamma) : \Theta = \frac{d\tau}{d\gamma}$ où τ est la cession résolue et γ est le taux de glissement (tableau 3). Et la figure 9. Présentent une synthèse de l'écrouissage pour des cristaux de différentes structures [14].

	Cession critique	Ecrouissage
CFC	Faible	Fort après un court stade de glissement simple
CC	Forte	Faible, pour de durcissement par écrouissage
HC	Faible	Faible, mais grande déformation en glissement

Tableau 3. Cession critique et écrouissage pour les différentes structures [14].

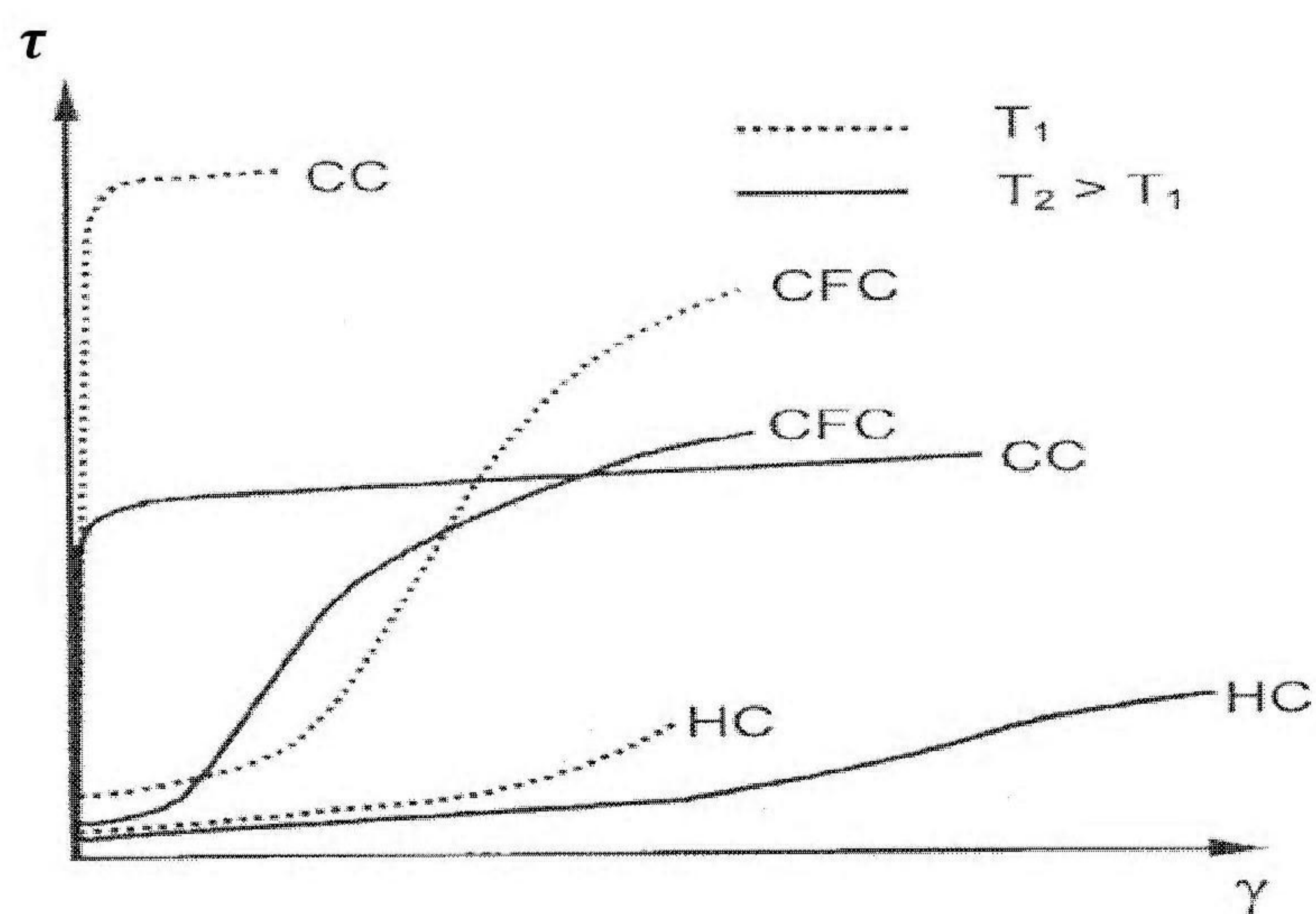


Figure 9. Comparaison des courbes d'écrouissage d'un monocristal pour les différentes structures pour deux températures [14]

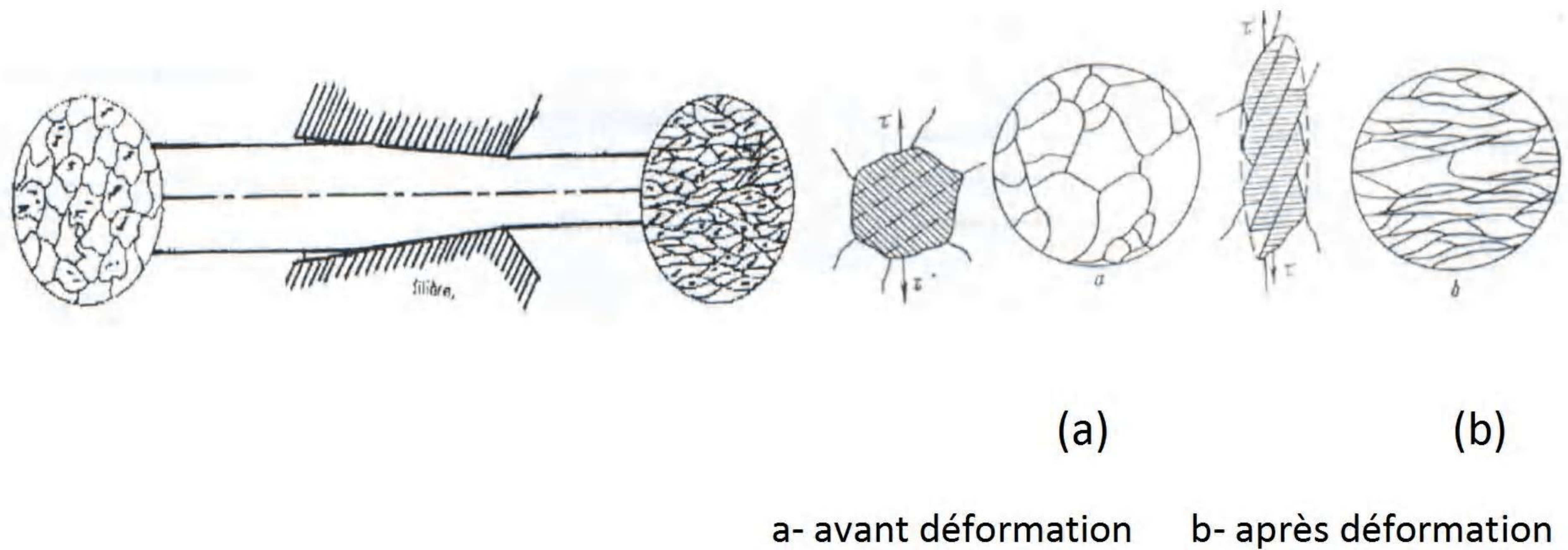


Figure 10. Texture de déformation [15]



Figure 11. Câble fini [15]

1.3.7. Traitement thermique des matériaux écrouis

Plusieurs types d'applications sont concernés par l'opération de recuit, suppression complète ou partielle de l'écrouissage. L'écrouissage permet d'augmenter les caractéristiques de résistance (limite d'élasticité, dureté) et de diminuer les caractéristiques de ductilité (allongement, striction). Suivant les temps de maintien ou d'élévation de température, plusieurs actions peuvent être envisagées :

- ✓ Le recuit de détente, réalisé à des températures relativement faibles, fait disparaître ou atténue les contraintes résiduelles, tout en maintenant les propriétés mécaniques du matériau ;

- ✓ Le recuit ménagé ou recuit partiel, réalisé à une température inférieure à la température de début de recristallisation, permet d'obtenir des caractéristiques mécaniques précises, en particulier sur des demi-produits intentionnellement écrouis.
- ✓ Le recuit de recristallisation ou recuit complet se pratique sur les produits écrouis afin de retrouver la ductilité nécessaire pour suivre, par exemple, l'opération de tréfilage pour les métaux (cuivre, aluminium, les alliages et l'acier).

Lors du tréfilage, le comportement d'un fil est en fonction de la nature de l'alliage et de son état métallurgique. Certains alliages peuvent être tréfilés au diamètre final sans recuit intermédiaire, d'autres non. Un recuit intermédiaire permet d'adoucir le métal en lui redonnant une ductilité perdue par écrouissage lors de sa déformation au tréfilage.

Les recuits pratiques en intermédiaire dans une gamme de tréfilage sont réalisés dans des conditions bien définies selon l'alliage le tableau 4. En donne quelques exemples et précise dans les conditions industrielles de l'écrouissage maximal admis [16].

Métal	Température de détente (C°)	Température de recuit complet (C°)
Cuivre	150 à 300	400 à 700
Aluminium	100 à 350	350 à 450
Laiton 90/10	300 à 400	600 à 700
Acier	500 à 600	750 à 950
Nickel	200 à 700	700 à 900

Tableau 4. Températures de recuit pour quelques métaux et alliages [16].

Généralement pour suivre la mise en forme à froid, il est nécessaire d'éliminer tous les effets du corroyage à froid et, en particulier, de régénérer une capacité de déformation élevée, pour obtenir ce résultat, il suffit de porter le produit à une température suffisante pendant un temps déterminé. C'est le recuit de recristallisation dénommé, à ce stade de la fabrication, recuit intermédiaire.

Le recuit de recristallisation a pour but la formation et la croissance de nouveaux cristaux qui modifient profondément la structure d'écrouissage. Il faut préciser que, pour retrouver les caractéristiques physiques et mécaniques et, en particulier, la plasticité qu'avait le métal avant la déformation à froid, il faut en général rechercher, lors du recuit intermédiaire, par une association correcte des facteurs température et temps de maintien, le recuit complet lequel correspond à un grossissement homogène des grains recristallisés.

1.3.8. Conductivités et résistances du cuivre et l'aluminium

Dans tous les solides, l'argent est le meilleur conducteur d'électricité mais, en raison de son coût prohibitif. Son usage est restreint aux contacts destinés à l'ouverture et à la fermeture

des circuits électriques. Paradoxalement, il sert aussi comme élément résistif dans certains fusibles.

Dans les applications générales, le matériau le plus employé est le cuivre. Actuellement, on a tendance à utiliser des conducteurs d'aluminium (seuls ou avec des fils d'acier) pour les lignes de transport d'énergie, car, pour une même longueur et un même poids, la résistance électrique de l'aluminium est sensiblement la moitié de celle du cuivre. Cependant, pour une résistance donnée, son volume est 1,7 fois plus grand que celui du cuivre, ce qui le rend moins intéressant comme conducteur dans les machines électriques. Suivant leurs applications, les conducteurs prennent une grande variété de formes : on les rencontre sous forme de fils de section ronde, carrée ou plate, sous forme de barres (barres omnibus). Les conducteurs se présentent généralement sous forme de fils de section ronde, obtenus directement par tréfilage. Les fils bons conducteurs de sections carrés et rectangulaires sont employés pour les enroulements à grande section des transformateurs dans les moteurs et génératrices permet une meilleure utilisation des encoches [17].

1.3.8.1. Propriétés mécaniques des conducteurs

Les propriétés mécaniques, comme la résistance des conducteurs à la traction jouent un rôle important lors de la pose des lignes aériennes et du bobinage des enroulements. D'abord, il ne faut pas que la tension subie par le conducteur dépasse la tension de rupture. On ne doit pas non plus provoquer un allongement tel que le conducteur ne puisse plus reprendre sa longueur et sa forme originales. Ces deux considérations demandent une connaissance des forces qui peuvent changer sa longueur de façon permanente.

Si l'on augmente la force de traction F exercée sur un fil métallique, tout en observant son allongement (d) figure 10. On obtient une série de valeurs que l'on peut porter sur un graphique (figure 11) [18].

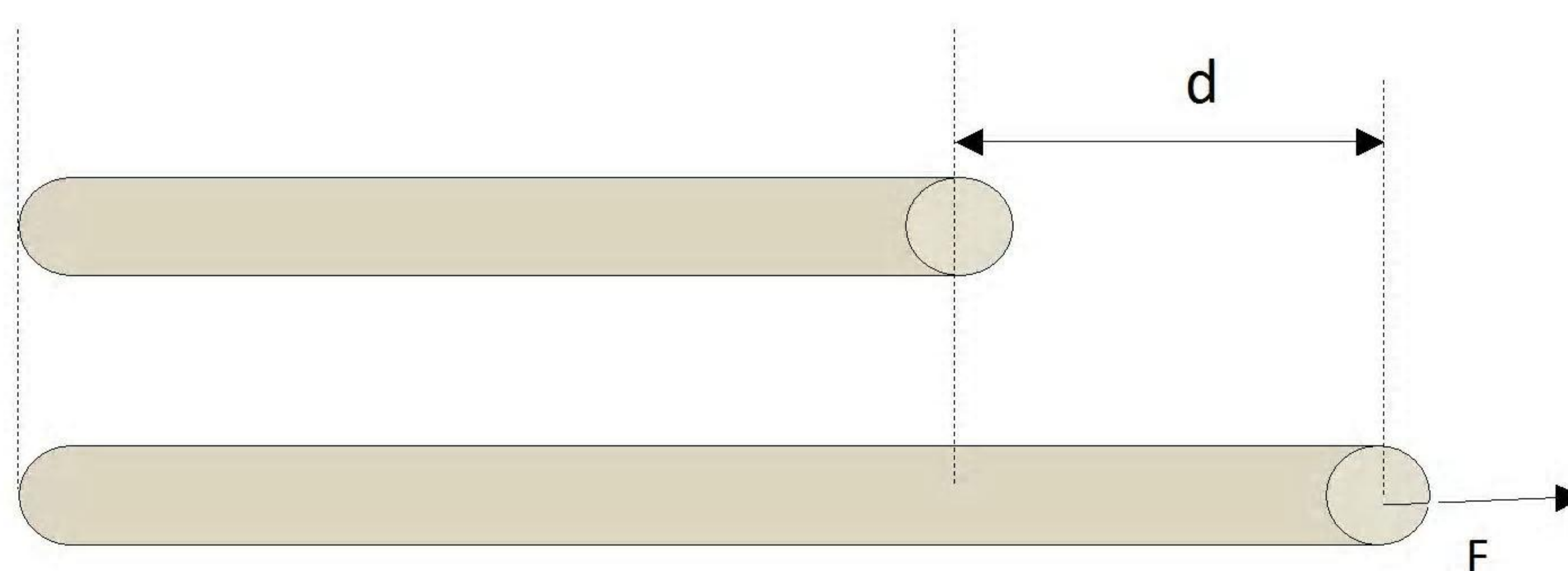


Figure12. Allongement d'un conducteur [18]

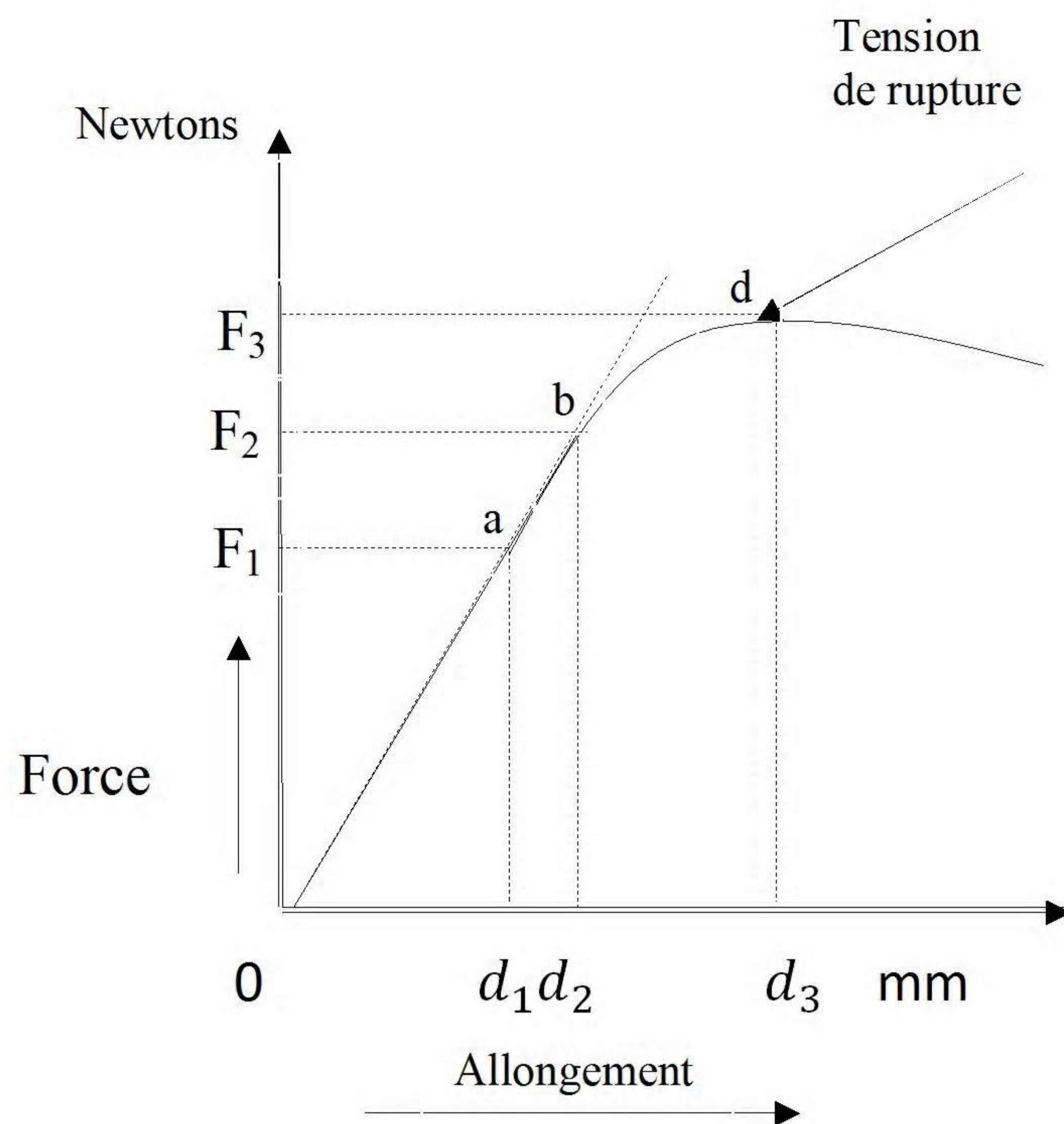


Figure 13. Allongement d'un fil en traction de la force de traction [18]

Suite à l'essai expérimental les valeurs fournies pour le cuivre recuit. On constate que la limite élastique est de 35 Mpa, que la contrainte de rupture est de 220 Mpa et que le fil s'allonge de 60% avant que ce point de rupture soit atteint, le tableau 5. Illustre aussi la grande différence entre le cuivre recuit et le cuivre durci. Le premier est utilisé pour les bobines, tandis que le second trouve son application dans les lignes aérienne.

Métal	Limite élastique(MPa)	Contrainte de Rupture (MPa)	Allongement à la rupture (%)
Aluminium	21	62	50
Aluminium durci	140	160	2
Cuivre recuit	35	220	60
Cuivre durci	410	470	14
Acier	1170	1300	15

Tableau 5. Résistance à l'étirement [18]

1.3.8.2. Procèdes de fabrication des conducteurs en cuivre et aluminium

Le cuivre a été de tout temps le matériau le plus couramment employé pour les conducteurs des câbles en raison de sa remarquable conductivité électrique .Il est nécessaire pour cela de l'affiner pour lui conférer un niveau élevé de pureté .l'affinage du cuivre à partir de minerai de cuivre ou de métal de récupération est un processus en deux étapes :

1-L'affinage par fusion dans de grands fours pour éliminer les impuretés indésirables et couler une anode de cuivre.

2-L'affinage électrolytique dans un bain contenant de l'acide sulfurique pour fixer sur le cathode au dépôt de cuivre très pur.

Dans les usines modernes, le cuivre est fondu dans un four à cuve à coulée continue, puis laminé en barres.ces barres chauffées au rouge sont tréfilées a la section voulue par passage dans un série de filières de précision, le tréfilage s'effe tait autre fois dans un site central unique regroupant de nombreuses machines produisant différents calibres de fils.

Les usines ressenties, moins importantes et autonomes, ont leurs propres installations de tréfilage de plus petite capacité .pour certaines applications spéciales, le conducteur de cuivre reçoit un placage métallique, par exemple à l'étain à l'argent ou au zinc [18].

On utilise aujourd'hui des conducteurs d'aluminium pour les lignes aériennes, car le gain de poids ainsi obtenu compense largement la perte de conductivité par rapport au cuivre .ils sont fabriqués par extrusion à la presse, à travers une filière d'une bielle d'aluminium chauffée.

Les caractéristiques mécaniques, électriques et cristallographiques de cuivre et l'aluminium, alliés ou non, ne sont pas si éloignées les unes des autres qu'il puisse apparaitre à priori un large domaine d'exclusion pour l'un deux. Le choix entre ces deux métaux est donc un cas d'espèce, qui fait intervenir des facteurs techniques, économiques et même politiques .car les deux métaux possèdent la même structure cristalline (cubique à faces centrées). Des bonnes conductibilités électrique et thermique ; les deux métaux sont ductiles, leur mise en forme à froid et leur comportement à chaud, sont très appréciables. Leurs résistances à la corrosion font qu'ils soient employés dans des domaines où le contact avec les milieux hostiles n'est pas recommandé .ils peuvent ainsi concurrencer d'autres matériaux tels que les aciers. Dans l'industrie électrique et dans les télécommunications, les métaux occupent la première place dans le transport de l'énergie électrique, à cause de leur bonne conductibilité électrique et thermique, mais l'aluminium est nettement plus léger que le cuivre et sa résistivité électrique étant environ 1,6 fois plus grande que celle du cuivre[19].

Propriétés	Cuivre	Aluminium
-Numéro atomique	29	13
-Diamètre atomique	0,106 nm	0,282 nm
-Distance interatomique moyenne	0,255	0,285 nm
-Forme cristalline	Cubique à face centrées	Cubique à face centrées
-Potentiel d'ionisation	7,724 v	5,984 v
-Masse atomique	63,54 g	26,98 g
-Masse volumique (à 20°C)	8,89 g/cm ³	2,703 g/cm ³
-Température de fusion	1083 °C	600 °C
-Conductivité thermique (à20°C)	3,93 w/cm.k	2,22 w/cm.k
-Coefficient de dilatation linéique (à20°C)	17.10 ⁻⁶ k ⁻¹	23. 10 ⁻⁶ k ⁻¹
-Résistivité électrique (à20°C)	1,7241.10 ⁻⁸ Ω. m	2,826.10 ⁻⁸ Ω. m
-Coefficient de température (à20°C)	3,93.10 ⁻³ k ⁻¹	4,03. 10 ⁻³ k ⁻¹
Résistance à la température à la traction (à 20°C)		
-Recuit	220 MPa	80 MPa
-Ecroûi dur	450 MPa	170 MPa
limite d'élasticité (à 20 °C) :		
-Recuit	55 MPa	40 MPa
-Ecroûi dur	90 MPa	150 MPa
Limite de striction (à 20°C) :		
-Recuit	110 000 MPa	68 000 MPa
-Ecroûi dur	130 000 MPa	80 000 MPa
-Coefficient de poisson	0,34	0, 34

Tableau 6. Les caractéristiques électriques, mécaniques et physiques du Cu et L'Al [19]

1.3.8.3. La résistivité électrique

Les conductivités thermique et électrique sont deux propriétés qui dépendent de la nature des liaisons, elles sont dues principalement à la possibilité de déplacement des électrons sous l'effet d'un champ électrique ou d'un gradient de température. Plus ces électrons sont libres de se mouvoir, plus les conductibilités électrique et thermique sont élevées.

C'est pourquoi les métaux dont les électrons de valence sont délocalisés sont bien meilleurs conducteurs d'électricité et de chaleur que les matériaux covalents ou ioniques, dans lesquels la localisation des électrons de valence est très marquée. On peut dire que la résistivité électrique des métaux diminue avec la température décroissante que le taux d'impuretés est plus faible, et lorsque tend aux plus basses températures on arrive vers une limite dite résistivité résiduelle (les impuretés presque nul)

La résistivité d'un conducteur d'un certain nombre de facteurs, dont la résistivité de la plupart des métaux augmente en fonction de la température et, dans une marge de température donnée, cette fonction est linéaire et donnée par l'expression :

$$\rho = (1 + \alpha [T - T_0])$$

ρ : étant la résistivité à la température T quelconque (en $^{\circ}\text{C}$), ρ_0 : la résistivité à une température de référence, T_0 (habituellement fixée à 20°C) et α : le coefficient thermique de résistance du métal.

Expérimentalement la résistivité d'un fil métallique homogène est directement proportionnelle à sa longueur (L) est inversement proportionnelle à son coupe de section (A)

$$R = \rho \frac{L}{A}$$

Où la constante de proportionnalité ρ , appelée résistivité, du matériau utilisée. ce rapport est logique, car on s'attend que la résistance d'un fil épais soit moindre que celle d'un fil mince étant donné qu'il offre une aire de passage plus large aux électrons. En outre, la résistance augmente avec la longueur du fil ; plus celui-ci s'allonge, plus il y a d'obstacles au déplacement des électrons.

Les valeurs de (ρ) qui apparaissent dans la première colonne du tableau (7) dépendent jusqu'à un certain point de la pureté des matériaux, de leur réaction à la chaleur, de la température et d'autres facteurs. Comme nous indiquons que l'argent, présentant la résistivité la plus faible, constitue le meilleur conducteur. Le cuivre possède à peu près les mêmes caractéristiques il sert d'ailleurs à la fabrication de la plupart des fils électriques [20]. Malgré une résistivité nettement plus élevée, l'aluminium a une masse volumique inférieure à celle du cuivre ; on préfère l'utiliser dans le cas, par exemple, des lignes de transmission. En effet, à poids égal, il oppose moins de résistance au courant que le cuivre ; l'inverse de la résistivité, $\sigma = \frac{1}{\rho}$ porte le nom de conductivité. Il s'agit d'une propriété importante en électricité et elle s'exprime en $(\Omega \cdot \text{m})^{-1}$.

Matériau conducteurs	Résistivité ρ ($\Omega \cdot m$)	Coefficient thermique α ($^{\circ}C^{-1}$)
Argent	$1,59 \cdot 10^{-8}$	0,0061
cuivre	$1,68 \cdot 10^{-8}$	0,0068
Aluminium	$2,65 \cdot 10^{-8}$	0,00429
Tungstène	$5,6 \cdot 10^{-8}$	0,0045
Fer	$9,71 \cdot 10^{-8}$	0,00651
Platine	$10,6 \cdot 10^{-8}$	0,003927
Mercure	$98 \cdot 10^{-8}$	0,0004

Tableau 7. Coefficient de résistivité et coefficient thermique (à 20 °C) [20]

Remarque : ces valeurs varient fortement en présence de quantités insignifiantes d'impuretés.

1.3.8.4. Effet des impuretés sur les conductivités et la résistivité électrique

L'influence des impuretés sur la résistivité électrique des est moindre. En général, dans un métal, les impuretés tendent à augmenter la résistivité. L'effet se traduit principalement par un accroissement de la résistivité résiduelle à très basse température qui est précisément due à la présence des défauts. D'autre part, il est clair que les électrons vont être diffusés par les défauts cristallins tel que les impuretés. Les résultats expérimentaux montrent bien que la résistivité croît en fonction de la concentration d'impuretés et dépend de leur nature. Un électron qui s'approche d'une impureté voit sa trajectoire déviée par interaction avec le potentiel coulombien de l'impureté. Contrairement au cas de la diffusion par des phonons, l'énergie de l'électron est conservée le long de la trajectoire. A grande distance l'électron retrouve la même énergie cinétique. Une telle collision est dite élastique, et ne modifie que la direction de la vitesse de l'électron. La trajectoire et les probabilités de diffusion de l'électron sont indépendantes de la température, ce qui explique le fait que la résistivité associée à ce mécanisme soit indépendante de température. Remarquons qu'il existe bien d'autres défauts que les impuretés dans un cristal qui peuvent jouer le rôle de centres diffuseurs. une absence d'ion sur un site cristallin déterminé que l'on appelle lacune, un ion en position interstitielle dans le réseau cristallin constituent des défauts structuraux efficaces pour diffuser les électrons. A très basse température la résistivité d'un métal est donc déterminée principalement par sa pureté. Toute fois même pour les métaux les plus purs que peut obtenir la résistivité n'est au mieux que 10^6 fois plus faible que la résistivité à température ambiante. Le libre parcours moyen électrique peut alors atteindre des dimensions millimétriques pour le cuivre, voire centimétriques pour l'aluminium.

Les impuretés, issues des matières premières et /ou ajoutées (oxygène) au cours du procédé d'élaboration, sont considérés comme un facteur déterminant de la qualité du cuivre industriel. La plupart des antérieures ont conclu que la présence des impuretés ralentit la cinétique de recristallisation [21].

Les principales impuretés mentionnées dans la littérature sont Te , Se ,Bi ,Sb ,As ,Pb ,Fe ,Ni , S et Ag , représentant une teneur totale d'éléments étrangers hors oxygène d'environ 65 ppm dans le cuivre industriel .Certaines d'entre elles (P , Fe et Si) sont dramatiques pour les propriétés électriques[Hérenguel,1960] , ce qui impose de conserver une teneur très faible. D'autres, par contre, influent peu sur les propriétés électriques mais sont déterminantes pour les propriétés mécaniques du fil : c'est le cas du soufre et du plomb, qui dégradent l'allongement à rupture à partir de 5ppm et de 1ppm respectivement [22].

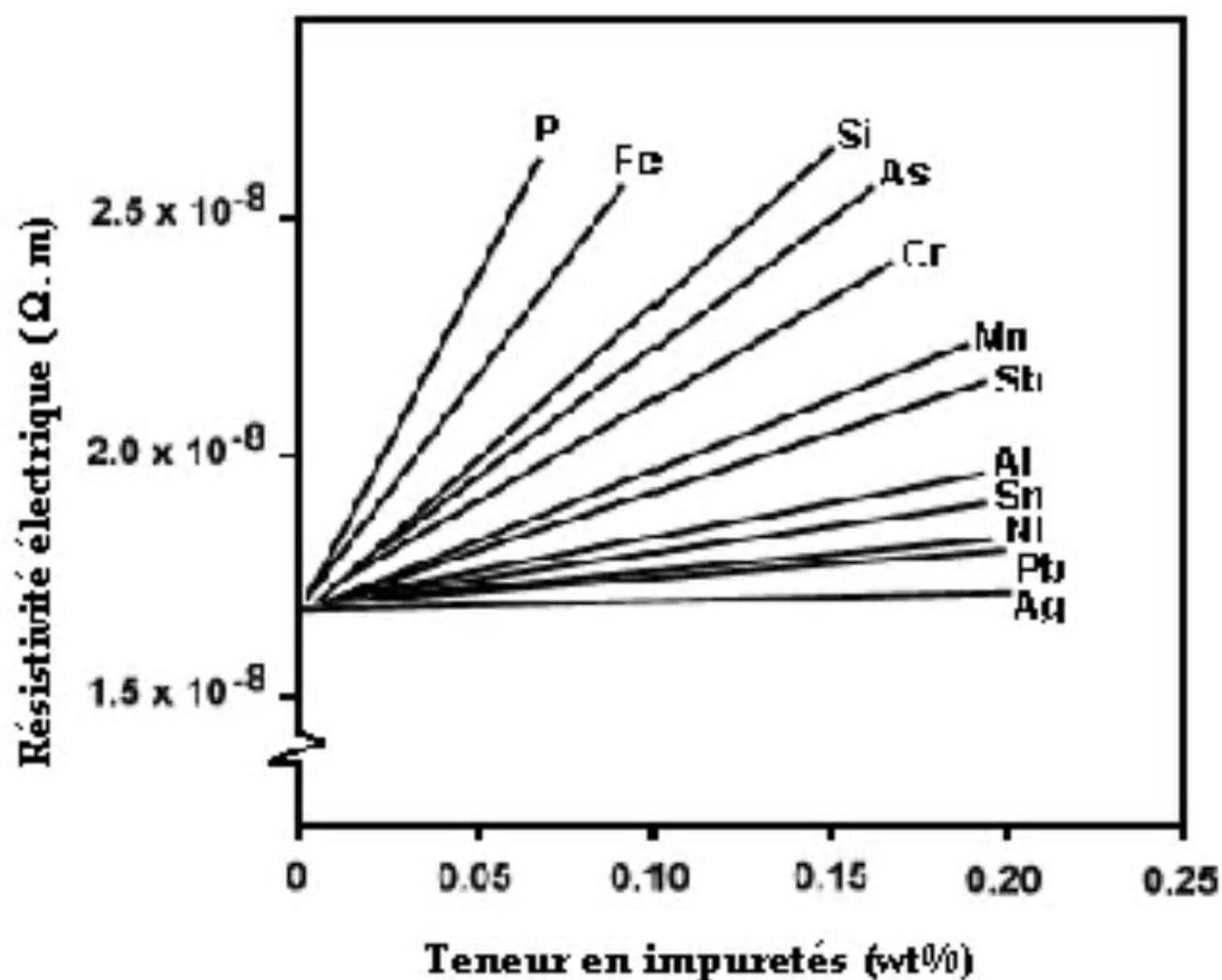


Figure14. La variation de la résistivité électrique en fonction du taux d'impuretés [23]

CHAPITRE II

RECRISTALLISATION

ET PROPRIETES

CHIMIQUES

2. RCRISTALLISATION

2.1 Ecouissage et défauts cristallins

Les propriétés mécaniques des matériaux métalliques sont étroitement liées à la microstructure. Par conséquent, le contrôle de la microstructure pendant l'utilisation joue un rôle important dans l'optimisation des propriétés mécaniques des matériaux traités. On peut dire que le traitement thermique est des outils les plus importants pour améliorer l'aptitude à la mise en forme et contrôler la microstructure. Le traitement thermique des matériaux déformés regroupe des processus de relaxation de la microstructure, la restauration et plus particulièrement la recristallisation. Autrement dit qu'un métal est écroui, lorsqu'il a subi une déformation plastique à froid ; sa microstructure a été modifiée, ses propriétés physiques et mécaniques ont été altérées, une certaine quantité de l'énergie a été emmagasinée, car la plus grande partie du travail absorbé par la déformation du métal se transforme en chaleur; alors la partie restante s'accumule sous forme d'énergie potentielle est conduit à l'augmentation des défauts dans les structures cristallines, on distingue généralement les défauts selon leur géométrie et leur nombre de dimension[24].

- Défauts ponctuels : Lacunes et interstitielles.
- Défauts linéaires : Dislocations.
- Défauts de surface : Défauts d'empilement, macles et sous grains

à l'état écroui, les matériaux se trouvent dans un état thermodynamiquement instable[25], les propriétés physiques et mécaniques ont été altérées et la microstructure est modifiée de la façon suivante :

- Changement de la forme des grains.
- Durcissement par écouissage.
- Augmentation de la densité des dislocations (défauts).

La majeure partie du travail de déformation est perdue sous forme de chaleur, l'énergie emmagasinée par le matériau ne représente qu'une faible proportion ($\sim 2 - 10\%$)[26, 27]. Cette énergie qui est fortement liée à tous les changements des propriétés du métal déformé, est dérivée des défauts ponctuels n'ont pas une contribution significative dans l'énergie de déformation emmagasinée. Dans le cas de la déformation à froid, l'origine de l'énergie emmagasinée est l'accumulation des dislocations. la différence essentielle entre l'état de

déformation et l'état de recuit se trouve dans le contenu et l'arrangement de dislocations. De ce fait, la discussion sur l'influence des microstructures de déformation, sur les processus de restauration et de recristallisation, doit être basée sur la densité, la distribution et l'arrangement des dislocations. L'augmentation de la densité de dislocations est due au piégeage continu des nouvelles dislocations mobiles, par les dislocations immobiles, et leur incorporation dans différentes caractéristiques microstructurales de l'état déformé, comme l'augmentation de l'aire des joints des grains, ou encore l'apparition d'une structure interne de différentes formes à l'intérieur des grains, ce qui implique la création de quelques joints de grains par l'intermédiaire de nouvelles dislocations. Une autre source de création de dislocations, et donc d'augmentation de l'énergie emmagasinée, est la présence de particules d'une seconde phase.

Mais pour restaurer les propriétés et la structure que le métal possédait avant la déformation, un apport d'énergie est nécessaire, c'est –à –dire il faut le réchauffer, sauf, bien sûr si la déformation a été appliquée à température assez élevée, par exemple le cas du fluage. Le réchauffage d'un tel métal provoque différents processus tels que la restauration et la recristallisation, qui ont pour but de détruire totalement l'écrouissage et de recréer une structure adaptée à un usage industriel quelconque. Pour une structure écrouie est caractérisée par une forte déformation orientée des grains et même disparition des joints de grains, d'après la figure (10) les grains (b) ont un volume équivalent à celui des grains (a). Les espaces clairs schématisent la fragmentation du réseau initial et les formes en trapèze symbolisent les déformations élastiques accompagnées de tensions. D'autre part au point de vue macroscopique, l'écrouissage d'un métal conduit à une augmentation de la dureté (HV), de la résistance à la rupture (R_r) et de la limite élastique (R_e), mais en contrepartie conduit à la diminution de l'allongement à la rupture (A%) et de l'aptitude à la déformation [28].

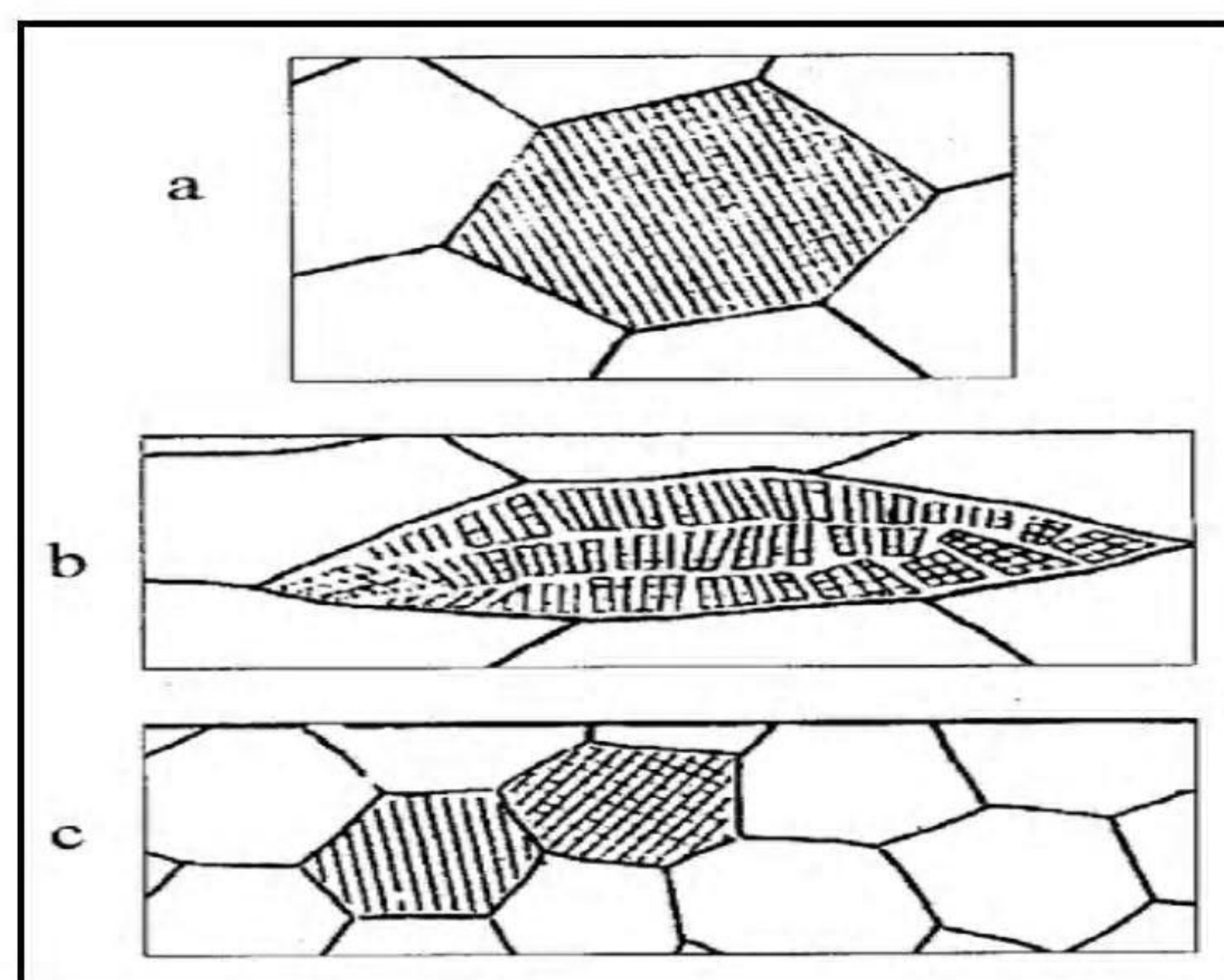


Figure 15. Déformation orientée du grain (a), Grain avant écrouissage (b) Grain après écrouissage et (c) Grain recristallisé [24]

L'écrouissage peut constituer un moyen et parfois le seul, d'élever la limite élastique et la dureté d'un métal, mais quand il dépasse un certain taux d'écrouissage, il peut présenter des inconvénients et peut être dangereux lorsqu'il devient une cause de fragilité. Le recuit provoque un retour plus ou moins important aux propriétés mécaniques et structurales et comprend deux grandes étapes : la restauration et la recristallisation

2.2. Minimisation de l'énergie libre

La densité de défauts acquise pendant la déformation plastique constitue un état instable, le simple fait d'élever la température du matériau conduit à l'apparition de certains processus thermiques qui diminuent son énergie libre. En effet, l'activation thermique des atomes leur permet de remonter facilement la barrière de potentiel qui les sépare de l'état d'équilibre perdu après déformation. Les processus fondamentaux de relaxation peuvent se répartir en :

- Annihilation de défauts ponctuels ;
- Annihilation de dislocations et rétrécissement des boucles ;
- Réarrangement des dislocations en configuration plus stables ;
- Absorption des dislocations et défauts ponctuels par les joints en mouvement ;
- Réduction de la surface totale des joints de grains

Les trois premiers processus correspondent à la restauration et les deux derniers à la recristallisation. Si le troisième processus contribue à la formation de joints à grands angles, il peut être considéré comme le premier stade de la recristallisation, c'est – à – dire, la germination. Le réarrangement des dislocations conduisant à la formation des joints à faibles angles (formation de sous-grains) est appelé parfois (polygonisation). Si la déformation s'opère à haute température, on parle de restauration et/ou à la recristallisation dynamique [29].

2.3. Concentration des contraintes et écrouissage local

Dans le cas où la pièce comporte une variation de section ou un défaut ou une cavité, inclusion (précipité) plus dur ou moins dur que le reste du matériau il peut se produire localement une concentration de contraintes. Alors que l'on pense être dans le domaine élastique, on entre localement dans le domaine plastique. Il peut donc se produire un écrouissage local. Ce phénomène est une des principales causes de la naissance de fissures dans les phénomènes de fatigue.

2.4. Multiplication des dislocations

Pour la déformation plastique d'une pièce métallique se fait par le mouvement des dislocations. Ces dislocations se multiplient selon le mécanisme de Franck et Reed. Elles sont épinglées (par des défauts ponctuels, des précipités ou d'autres dislocations normales au plan de mouvement) ; les parties épinglées restent fixes, les parties mobiles s'étendent autour de l'épinglage. Lorsque les parties mobiles se rejoignent, cela forme une boucle de dislocation qui bouge (s'étend) librement tandis que la partie épinglée recommence le cycle [30].

Or, les dislocations se gênent mutuellement, si elles sont dans le même plan de glissement, elles s'attirent ou se repoussent et, si elles sont dans des plans orthogonaux, elles s'épinglent mutuellement (phénomène des « arbres de la forêt »). Donc plus il y a de dislocations, plus il y a de déformations possibles, mais moins les dislocations sont mobiles car elles se gênent.

La perte de mobilité des dislocations entraîne une élévation de la limite d'élasticité, donc de la dureté, ce qui constitue l'écrouissage. Après écrouissage une certaine quantité d'énergie a été emmagasinée dans le métal. Le métal peut être utilisé dans cet état en fonction des propriétés désirées : par exemple une très grande dureté. L'élévation de la température permet d'activer des divers processus, qui conduisent à une restauration de la microstructure. C'est-à-dire vers un état de moindre énergie interne requiert une réduction du nombre de ces défauts.

Pour des déformations plastiques importantes cette réduction se fait par la formation de nouveaux grains.

La déformation plastique de l'alliage altère ses propriétés physiques et mécaniques. Après déformation (par exemple : laminage, tréfilage, emboutissage ou tout autre procédé de mise en forme), l'alliage est dans un état dit (écroui). Cet état se caractérise par une densité de défauts supérieure aux densités d'équilibre. Le réarrangement et l'élimination des défauts d'écrouissage lors de recuits à des températures supérieures à la température de déformation, conduisent à la formation de nouveaux cristaux d'orientation différente de celle de la matrice dont ils sont issus : c'est la recristallisation.

2.5. Recristallisation

La recristallisation se caractérise par le développement de nouveaux grains aux dépens des grains écrouis. Elle a pour but de remplacer la structure écrouie par une nouvelle structure à grains reformés d'orientation tout à fait différentes c'est –à-dire que certaines orientations sont renforcées [31]. La recristallisation d'un métal comprend généralement deux stades : la germination et la croissance de ces germes l'énergie motrice de cette transformation structurale est l'énergie d'écrouissage. La recristallisation peut se subdiviser en :

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

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

$$V = N \cdot G$$

Où N est le nombre de nouveaux germes par unité de temps et G leur vitesse de croissance volumique. Comme ces deux quantités dépendent du temps, la cinétique de recristallisation n'est pas une fonction simple du temps. Expérimentalement, le problème consiste à mesurer séparément N et G.[32].

2.6. Restauration

La restauration se produit dans le matériau écroui, et rassemble tous les phénomènes qui ne mettent pas en jeu le mouvement de joint de grains de forte désorientation. La restauration permet de récupérer totalement ou partiellement les propriétés mécaniques initiales du métal, elle est discutée essentiellement en termes de changement de structures de dislocations.[33].

Le recuit d'un métal écroui donne lieu à un premier stade appelé : Restauration des propriétés mécaniques et physiques, diminution de la dureté, modification de la résistivité électrique par exemple. A ce stade il n'y a ni apparition de nouveaux grains, ni migration des joints de grains existants. Le réseau cristallin conserve son orientation.

La diminution de l'énergie libre est alors due à :

- La réduction de la densité des défauts ponctuels : lacunes et interstitiels qui s'annihilent réciproquement.
- A l'annihilation des dislocations de signes opposés.
- A la résorption des boucles de dislocation.

Cependant au stade de la restauration, la densité globale des dislocations varie peu. Celles qui restent se réarrangent en réseau plus stable. Elles se regroupent en parois ou sous-joints de grains par le mécanisme de (montée) [34].

Ces parois délimitent des cellules dites de polygonisation. Le recuit apporte suffisamment d'énergie pour mettre en mouvement les dislocations et leur permettre de s'annihiler soit par glissement soit par montée (figure.14)

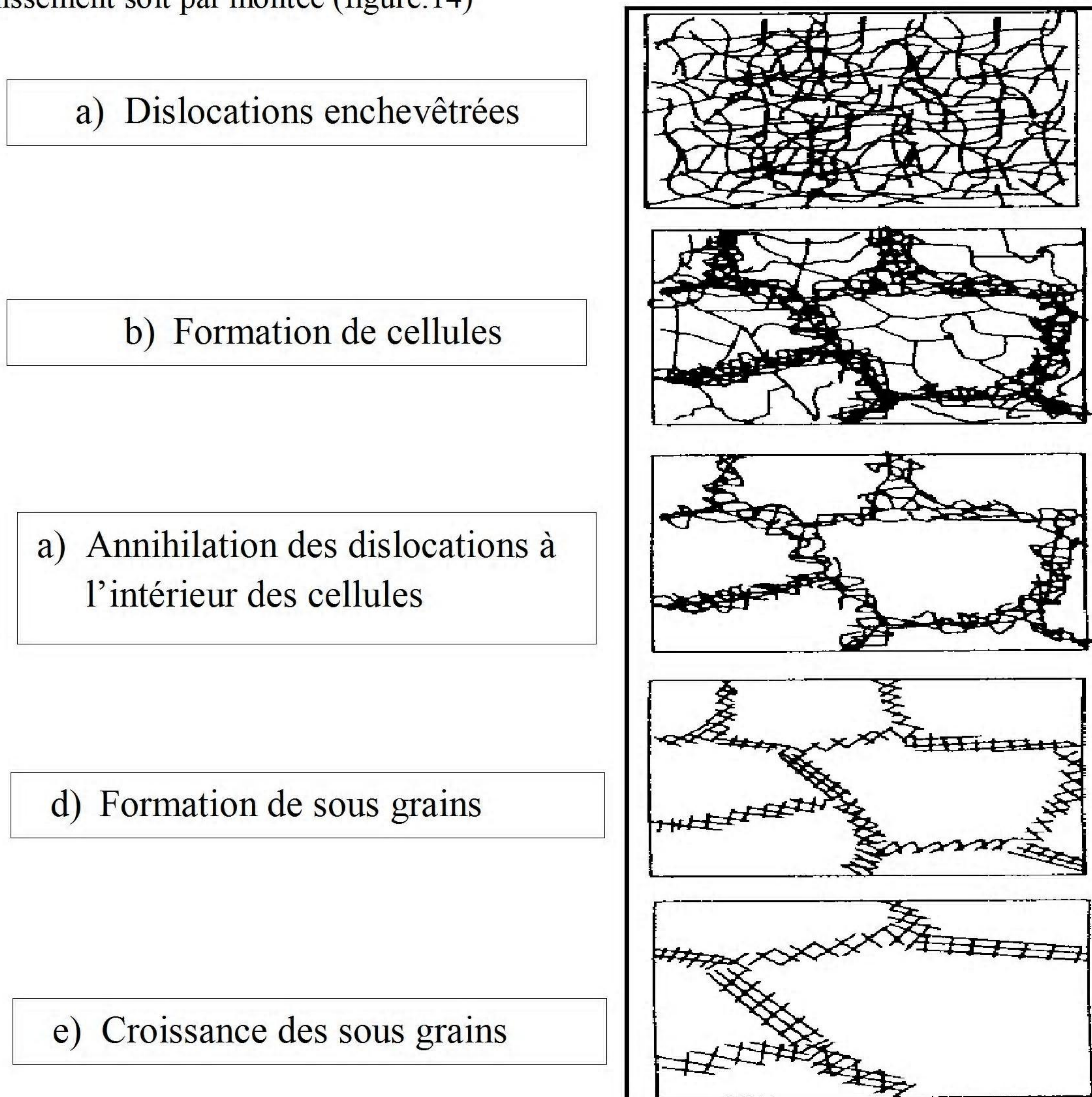


Figure 16. Récapitulation des différentes étapes de la restauration[33]

La cinétique de la restauration est très caractéristique et bien différentes de celle de la recristallisation, la vitesse de restauration est d'autant plus importante que la température est élevée, mais elle varie dans le sens inverse avec le temps de recuit.

2.7. Polygonisation

Le phénomène de chauffer un métal après la déformation, les défauts ponctuels (lacunes et atomes interstitiels), engendrés par l'écrouissage disparaissent rapidement ;

La seule conséquence importante de cette diminution des défauts ponctuels est une baisse de la résistivité, car c'est une propriété très sensible à la présence de tels défauts.

Ensuite, il se produit une nouvelle répartition des dislocations en réseaux dont l'énergie est plus faible, ce rangement des dislocations est dû à une diminution de l'énergie totale du système, s'alignent selon des configurations plus stables dont l'énergie totale est moindre.

Ces nouveaux réseaux de dislocation forment des parois de cellules polygonales ; de là vient le nom de ce processus : polygonisation figure 15 illustre schématiquement la polygonisation d'un cristal déformé par flexion. A la cour de la restauration, les dislocations s'alignent pour former des joints de flexion ce qui fait que les zones du cristal bordées par ces joints sont libres de dislocation.[35].

D'autre part on peut dire que dans un second temps ou durant la deuxième étape de restauration, appelée aussi polygonisation, est une fragmentation des grains en blocs plus petits légèrement désorientés les uns par rapport aux autres c'est –à-dire les cellules constituent alors des cristallites faiblement désorientés entre eux, aux formes polygonales caractéristiques.

La déformation d'un cristal, sous l'effet de flexion, produit des dislocations à distribution chaotique dans les plans de glissement. Le chauffage qui rend possible l'autodiffusion formée à partir des dislocations en excès de même signe une paroi, ce qui aboutit à la constitution dans un monocristal ou dans les grains d'un polycristal de blocs (polygones) sans dislocations et séparés entre eux par des joints légèrement désorientés souvent de forme incurvée.

Ce type de polygonisation se manifeste généralement après faible déformation accompagnée de chauffage à la température $T = (0,25 \div 0,3T_f)$.

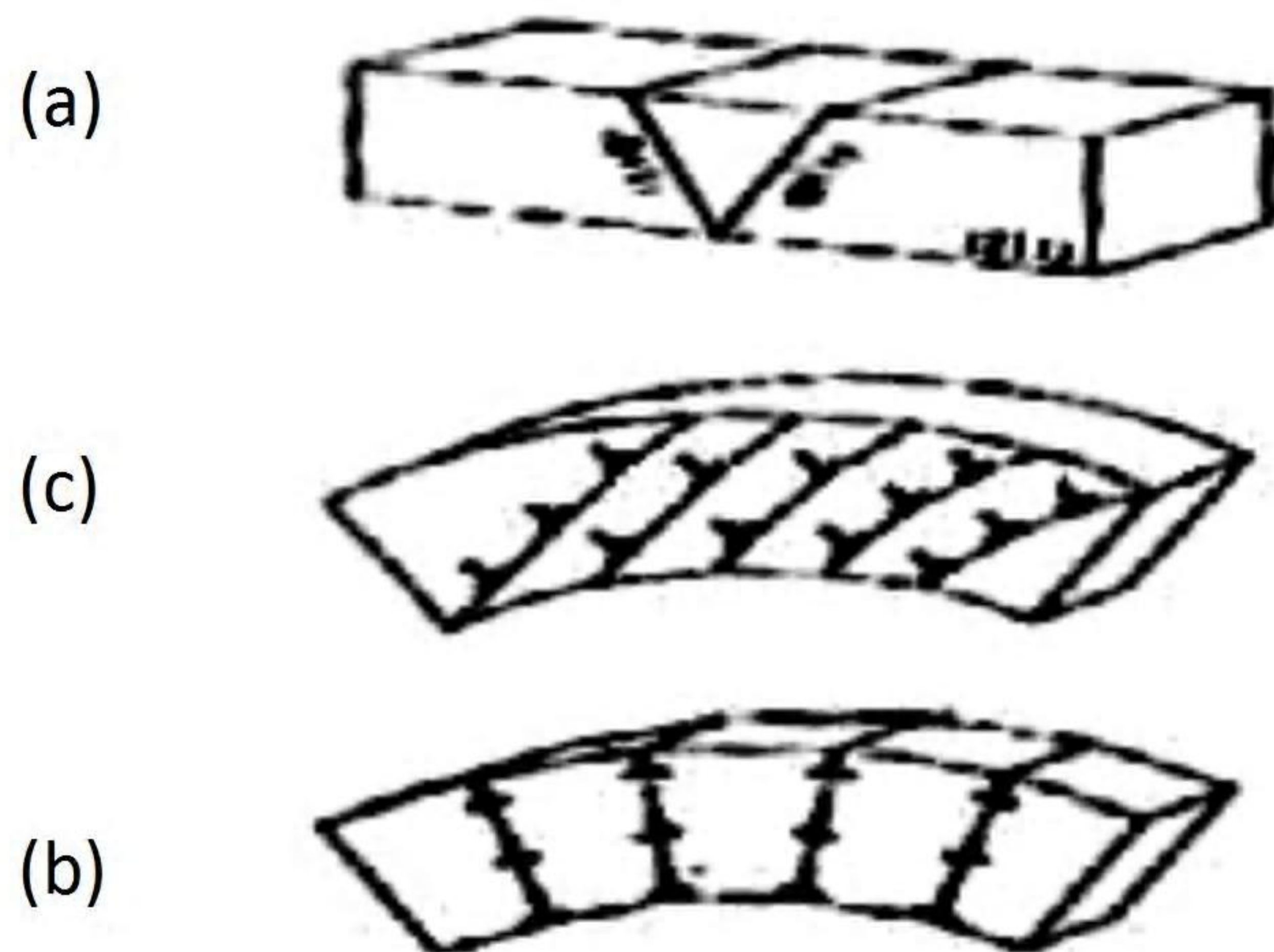


Figure 17. Evaluation de la microstructure au cours de la restauration. Polygonisation après flexion d'un monocristal. (a) Orientation de l'éprouvette, (b) glissement au cours de la flexion, (c) polygonisation[28]

2.8. Recristallisation primaire

La recristallisation primaire est caractérisée par le développement de nouveaux grains qui se forment par germination et croissance au dépend de la matrice se trouvant dans un état structural moins parfait. Au cours du recuit de recristallisation des germes apparaissent par la formation de région de petits volumes exempts de défauts susceptibles de croître dans la matrice séparés par des joints à grands angles. Des sites de germination sont prédéterminés par la déformation dans les régions les plus écrouies de la matrice telles que les joints de grains et les enchevêtrements de dislocations, ainsi qu'au voisinage d'une particule de seconde phase.

La recristallisation est précédée par la formation de nouveaux grains à partir de ces sites de germination a été observée dans divers métaux C.F.C tels que l'aluminium[36].

Les germes d'orientation différente de la matrice mère qui auront atteint une taille critique, croissent en se nourrissant de celle-ci (sous l'effet de l'énergie élastique libérée par l'annihilation des dislocations de la matrice voisine) avec des formes plus ou moins régulières dues à une anisotropie de leur vitesse de croissance. La cinétique de développement des germes contrôlée par la migration des joints de grains de forte désorientation. Quand ces nouveaux grains arrivent au contact les uns des autres la recristallisation primaire est achevée.

2.9. Lois de la recristallisation primaire

On peut dire que les lois de la recristallisation primaire peuvent être résumées comme suit :

- la recristallisation ne se produit qu'après une certaine déformation minimale, dite écrouissage critique.
- plus la déformation est faible, plus la température de recristallisation est élevée :
- La température de recristallisation est la température minimale à laquelle le métal doit être recuit pour que la recristallisation se produise en un temps donné.
- La température de recristallisation est d'autant plus basse que le temps de recuit est plus long (pour une même déformation)
- plus la dimension des grains initiaux est grande, plus la déformation requise pour produire la recristallisation, dans des conditions de température et de temps données, est élevée.
- les nouveaux grains croissent pas aux dépens de grains déformés d'orientation voisine.
- A une température donnée (au cours d'un recuit isotherme), la vitesse de recristallisation (volume recristallisé par unité de temps) part d'une valeur nulle, croit et passe par une valeur maximale ; d'où la forme caractéristique des courbes de cinétique de recristallisation primaire qui commence par une « période d'incubation » avant que la recristallisation ne soit détectée, ce stade est suivi par une vitesse croissante de la recristallisation représentée schématiquement dans la Figure(16)[37].
- La température de recristallisation est d'autant plus basse que la pureté du métal est plus élevée.

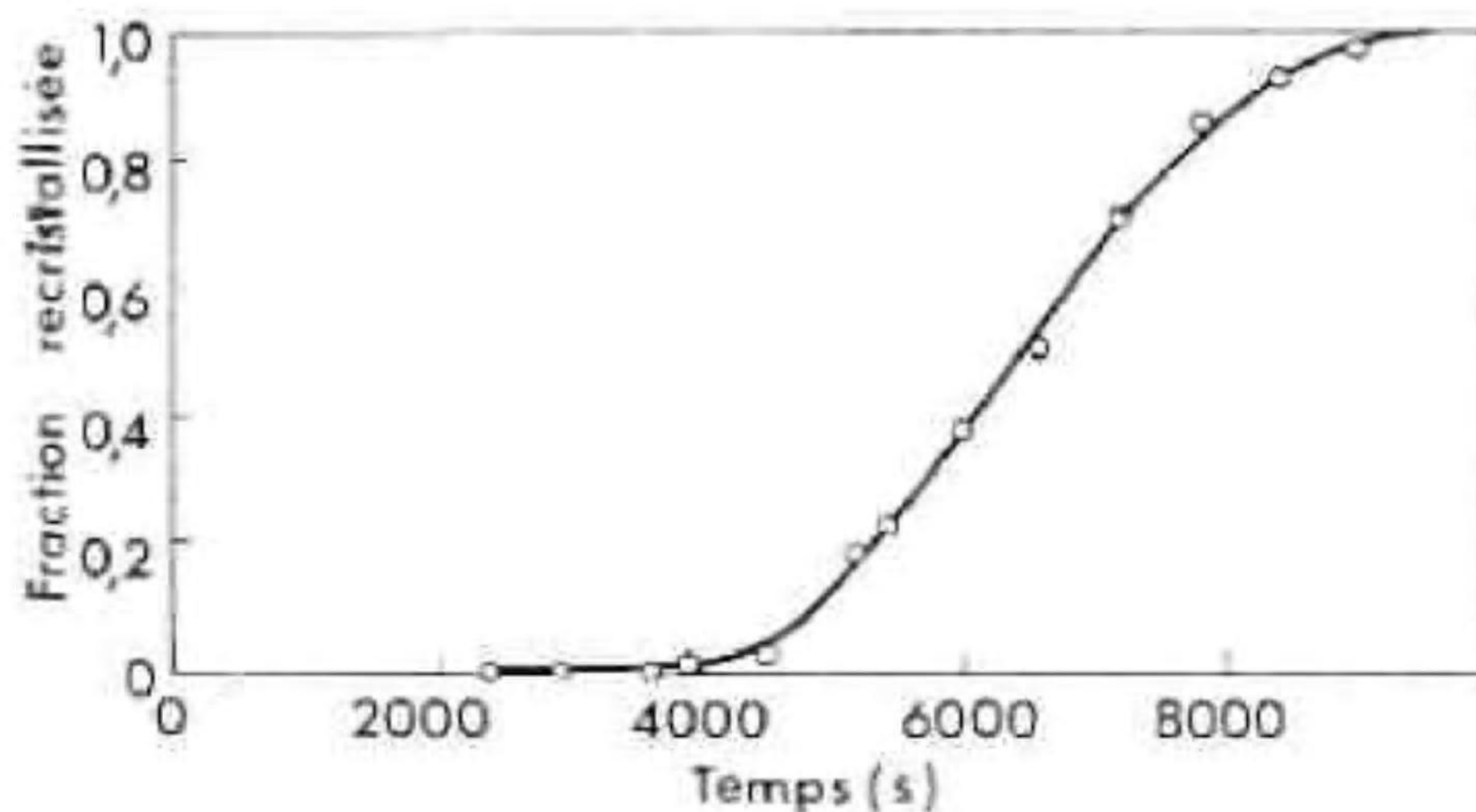


Figure18. Cinétiques de recristallisation de l'aluminium à 350°C après une Déformation de traction de 5%[37]

Il admet depuis longtemps que la recristallisation primaire se produit par l'apparition (germination) et la croissance de petits domaines presque parfaits et délimités par des joints à forte désorientation. Au cours de leur migration, les joints à forte désorientation vont balayer les défauts de structure de la matrice écrouie, défauts qui pour la plus grosse part sont les dislocations. La disparition de ces dislocations constitue le moteur de la recristallisation primaire [38].

2.10. 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 déterminant 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.

De multiples observations expérimentales ont montré que la germination ne prend place que dans des sites préférentiels prédéterminés par la déformation. Le plus souvent, elle est observée dans les zones d'hétérogénéité et de localisation de la déformation plastique (les bandes de transition et bandes de cisaillement qui sont associées à de fortes désorientations et / ou à de fortes densités de dislocations) ainsi qu'au voisinage d'une particule de seconde phase. La recristallisation de germination à partir de ces sites de germination a été observée dans divers métaux c.f.c. tels que le cuivre [39].

Les zones proches des joints de grains sont également des sites privilégiés de sites privilégiés de germination [40]. La germination peut dans ce cas être définie par le mécanisme de SIBM (Strain Induced Migration) schématisé sur la figure 19, souvent observé pour les faibles taux de déformation dans divers métaux tels que l'aluminium ou le cuivre. 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[41]. Ont établi cette condition figure (19-a), qui est donnée par la relation suivante :

$$L = 2\gamma\Delta E$$

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

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

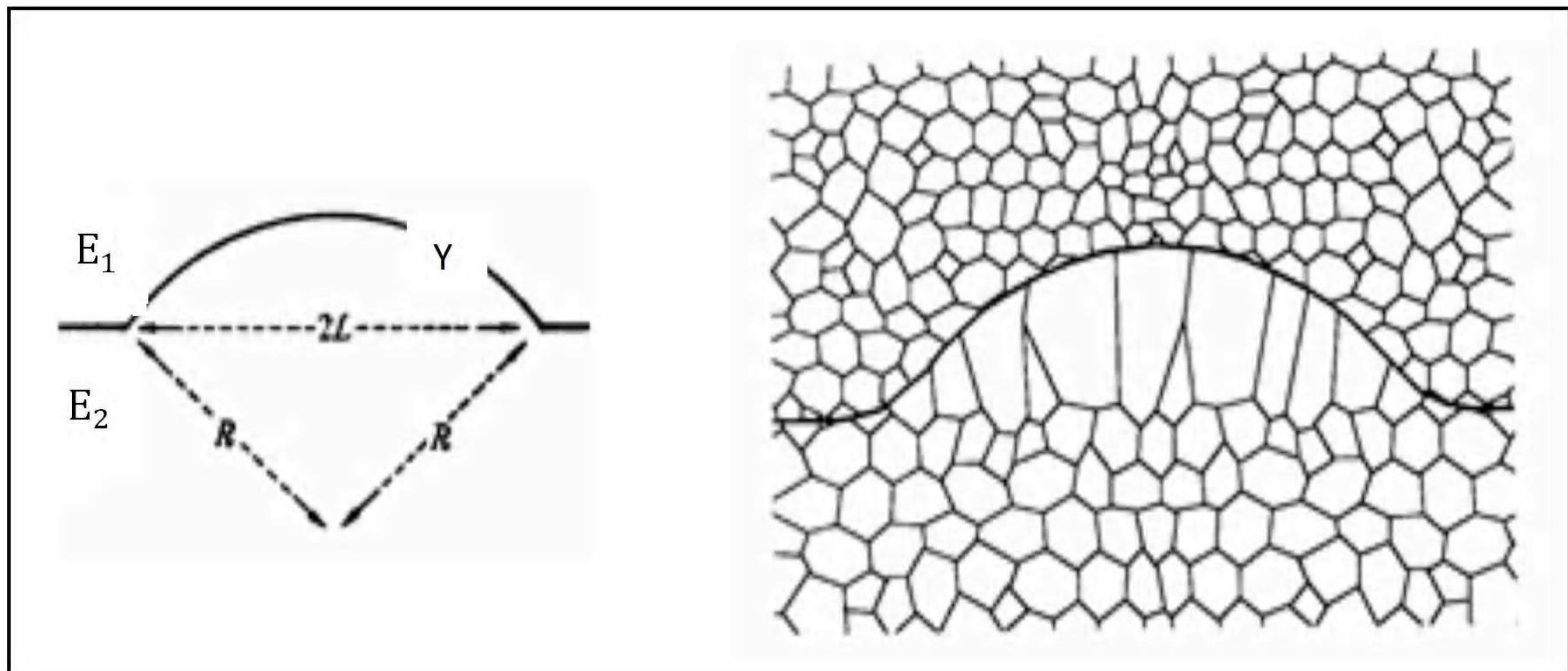


Figure19. a) Modèle de migration induite par la déformation ($E_1 > E_2$)

b) Schéma de la SIBM impliquant le développement coopératif de plusieurs sous-grains [41].

D'autre part la germination consiste en une accumulation d'atomes dans certaines régions de la phase mère pour prendre une forme de germe. Les germes apparaissent avec une orientation différente de celle de la matrice ou ils sont nés ; ils croissent progressivement aux dépens des anciens grains déformés jusqu'à ce qu'ils arrivent en contact les uns avec les autres voir la figure 20.

Aucune technique expérimentale n'a permis jusqu'à présent l'observation directe de la formation d'un germe. Il est donc nécessaire d'avoir recours à des moyens d'études indirects. Le procédé général est d'imaginer un modèle de germe, de calculer la vitesse à laquelle un tel germe se formerait en fonction de la température, composition et autres variables appropriées, puis de tester la validité du modèle par comparaison avec des mesures expérimentales de la vitesse de la germination [42].

La croissance de nouveaux grains est conditionnée par l'énergie de distorsion emmagasinée, c'est –à-dire pour diminuer l'énergie inter faciale total il peut y avoir un grossissement du grain de recristallisation primaire par migration des joints de grains, les gros grains absorbent en général les petits. La force motrice de recristallisation primaire n'existe plus, cependant le métal recristallisé possède donc un excès d'énergie sous forme de joints de grains, La force motrice est alors un énergie inter faciale des joints.

La croissance des grains se fait dans la direction ou la désorientation est plus faible. Pour qu'un germe consume la structure qui l'entoure, il doit avoir une dimension suffisante et une certaine différence d'orientation par rapport au voisinage Nous envisagerons les types de germination.[43]

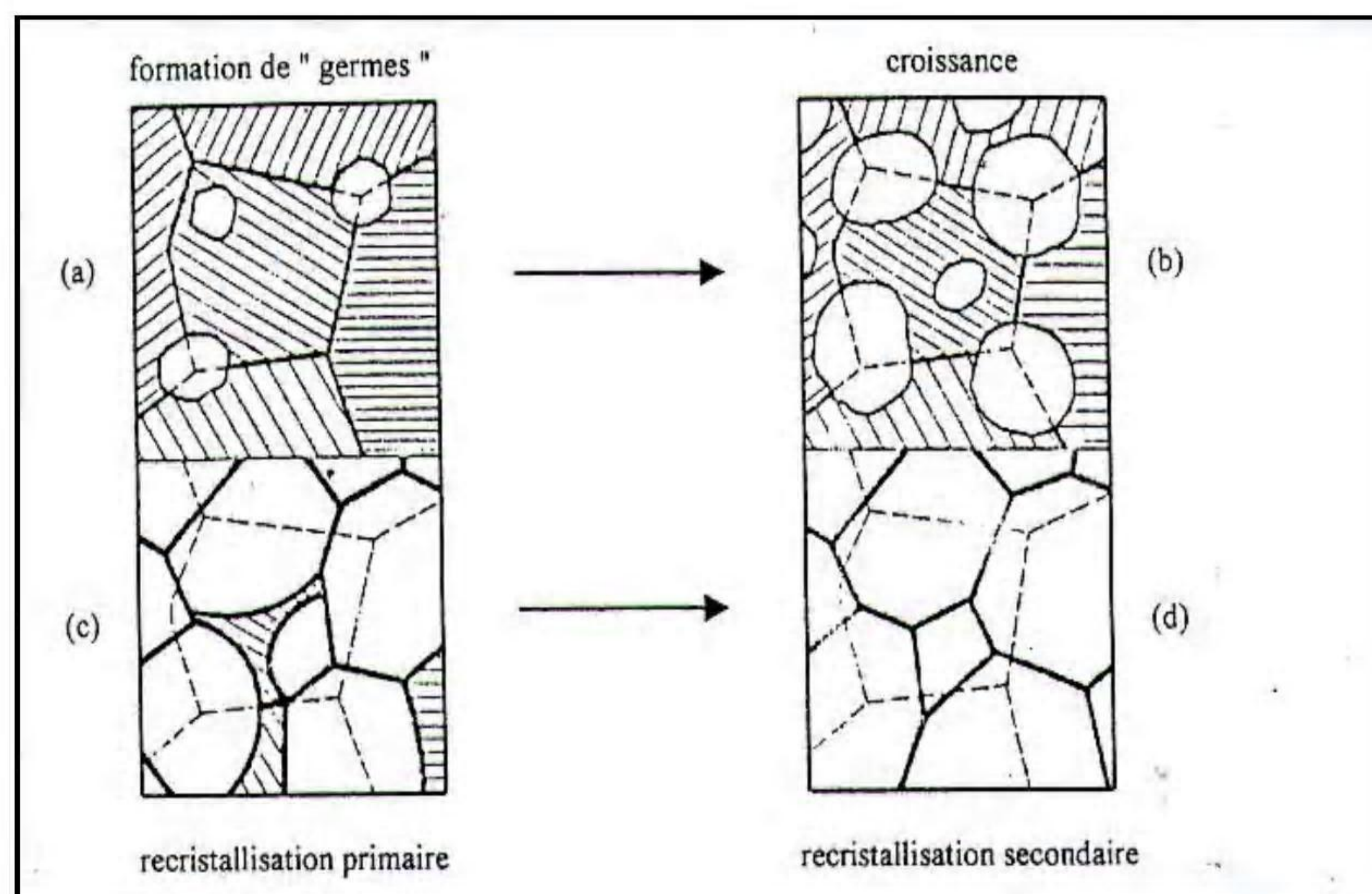


Figure20. Schéma de la recristallisation[43]

2.11. Germination homogène

D'après la théorie classique de la germination, les embryons formés par des fluctuations thermiquement activées ont la même structure, La même composition et les mêmes propriétés que la phase finale produite à l'échelle macroscopique. Lors de l'apparition d'une nouvelle phase, deux énergies tendent à s'opposer à sa formation : l'énergie d'interface et l'énergie élastique provenant de la déformation accompagnant le changement de structure. Ces deux contributions forment une barrière à la germination. En supposant que les précipités sont sphériques et que l'énergie d'interface précipité/matrice est indépendante de l'orientation cristallographique, [44] c'est- à –dire isotrope, l'énergie de Gibbs de formation d'un embryon de rayon R s'écrit :

$$\Delta G = \frac{4}{3} \pi R^3 (\Delta G_v + \Delta G_e) + 4\pi R^2 \sigma$$

Où ΔG_v est la variation (négative dans un cas favorable) d'énergie de Gibbs chimique par unité de volume de précipité (ce qui constitue la force motrice de la germination), ΔG_e est la variation d'énergie élastique par unité de volume de précipité, et δ l'énergie de l'interface précipité/matrice. Nous avons :

$$\Delta G_v = \frac{\Delta G_m}{V_m}$$

Où ΔG_m est la force motrice molaire d'origine chimique et V_m le volume molaire du précipité

La figure(20) montre l'évolution de ΔG avec la taille de l'embryon. Il existe un rayon critique R^* qui correspond au maximum de ΔG , noté ΔG^* . Ce terme représente la barrière énergétique à franchir pour la formation d'un germe. On obtient son expression par différentiation de l'équation (3) par rapport au rayon R :

$$\Delta G^* = \frac{16\pi\delta^3}{3(\Delta G_v + \Delta G_e)^2}$$

Le rayon critique s'écrit alors :

$$R^* = \frac{-2\delta}{(\Delta G_v + \Delta G_e)}$$

La théorie de germination et croissance tient compte du fait qu'une barrière d'énergie doit être franchie afin que les embryons puissent se stabiliser. Cette barrière d'énergie résulte du compromis existant entre une énergie de volume qui stimule la germination et l'énergie de création de l'interface qui retarde celle-ci.

2.12. Germination hétérogène

Dans le cas de la germination hétérogène, les germes se forment sur les défauts de la matrice : joints des grains, dislocations, etc. l'énergie libérée par le défaut sur lequel la germination est alors modifiée par rapport à celle de la germination homogène ΔG^* et devient :

$$\Delta G_{het} = \xi \Delta G^*$$

Où ξ est facteur de correction : $\xi=1$ pour la germination homogène et $0 < \xi < 1$ pour la germination hétérogène.

La germination de nouveaux grains par croissance de sous-grains (modèle de cahn-cottrell), ce modèle a été suggéré indépendamment par cahn[45] et part beck[46]. Il a été étudié par la suite par cotterell [47]. Pendant la croissance des cellules de polygonisation, les dislocations de ces derniers, les sous-joints se transformant alors en joints fortement désorientés et mobiles. Ainsi apparaissent des zones de faibles densités de dislocations limitées par des joints thermodynamiquement aptes à migrer.

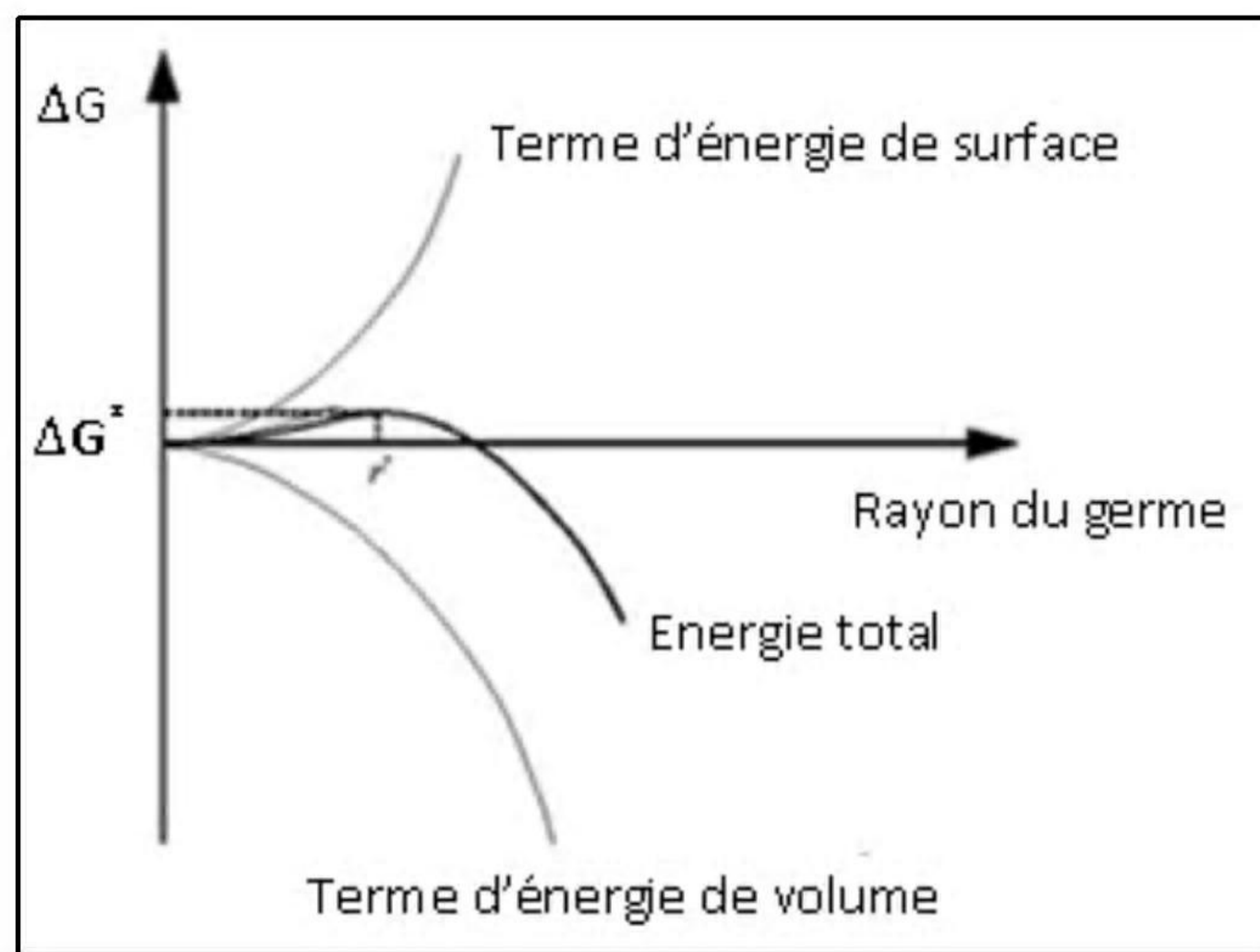


Figure 21. Evolution de ΔG en fonction de la taille de l'embryon [48]

2.13. Germination par coalescence des sous grains

En 1961 Fujita [49] a observé que la coalescence de deux ou plusieurs sous-grains. Les mécanismes de cette coalescence ont été étudiés par Hu [50] et par Li[51,52]. Ils ont établi qu'il peut y avoir coalescence de deux sous-grains voisins par rotation de l'un des deux. Cette rotation place leurs réseaux parallèlement l'un à l'autre. Il y a alors transfert des dislocations du sous-joint qui disparaît au joint délimitant la nouvelle cellule formée.

La nouvelle cellule est plus grande que les anciennes et certains de ses joints peuvent présenter une forte désorientation et devenir mobiles. Les recherches de Hu et Li ont été complétées par ceux de Ryum [53]. Ce dernier a montré que les sous-joints ont tendance à se dissoudre lorsqu'ils sont adjacents à des joints de forte désorientation.

2.14. Croissance

La recristallisation primaire s'achève si l'état écroui disparaît complètement. Il en résulte généralement une structure instable, conduisant à une croissance homogène des grains recristallisés. On parle de croissance normale ou continue. La force motrice de cette croissance est l'énergie emmagasinée dans le matériau sous forme de joints de grains. La vitesse de la croissance normale est inférieure à celle de la recristallisation primaire. La vitesse des joints de grains est plus faible relativement à la recristallisation primaire et est plus affectée par les effets d'épinglage (pinning) des grains par les impuretés et les particules d'une seconde phase [52, 54].

Il existe des circonstances où quelques grains peuvent croître excessivement en consommant d'autres grains recristallisés, cette croissance est qualifiée indifféremment d'anormale, d'exagérée ou de discontinue. Elle ne peut démarrer que si la croissance normale est bloquée.

L'intérêt technologique de l'étude de la croissance se trouve dans les propriétés mécaniques qui peuvent être obtenues en particulier la taille de grains. Une bonne compréhension de la croissance permet un meilleur contrôle de la microstructure et une bonne prédiction du comportement mécanique ultérieur, au cours d'un nouveau cycle de déformation.

2.15. Recristallisation secondaire

À la fin de la recristallisation primaire le métal est constitué de grains de taille et forme très divers, toute la matrice écrouie a été remplacée par de nouveaux grains. L'élimination de la dislocation d'écrouissage a conduit à une diminution sensible de l'énergie libre du métal. Si toutefois, il subsiste une forte énergie libre due à l'énergie de surface des joints de grains, le matériau continuera à évoluer de façon à réduire de ces interfaces. La croissance de certains grains au dépend des autres dont le rapport énergie de volume sur énergie de surface est plus défavorable, caractérise le phénomène de recristallisation secondaire. Cette croissance généralement très forte, d'une partie seulement des grains est dite (anormale), (exagérée) ou (discontinue)[55]. Elle diffère de la croissance normale ou continue, ayant lieu pendant la recristallisation primaire, par une distribution plus irrégulière de la taille des grains. Au cours de la recristallisation secondaire, la structure est momentanément constituée de deux familles de grains de grosseurs différentes, jusqu'à ce que les nouveaux cristaux aient envahi toute la masse, alors les joints de grains en croissance migrent dans la direction de leur centre de courbure (figure 22).

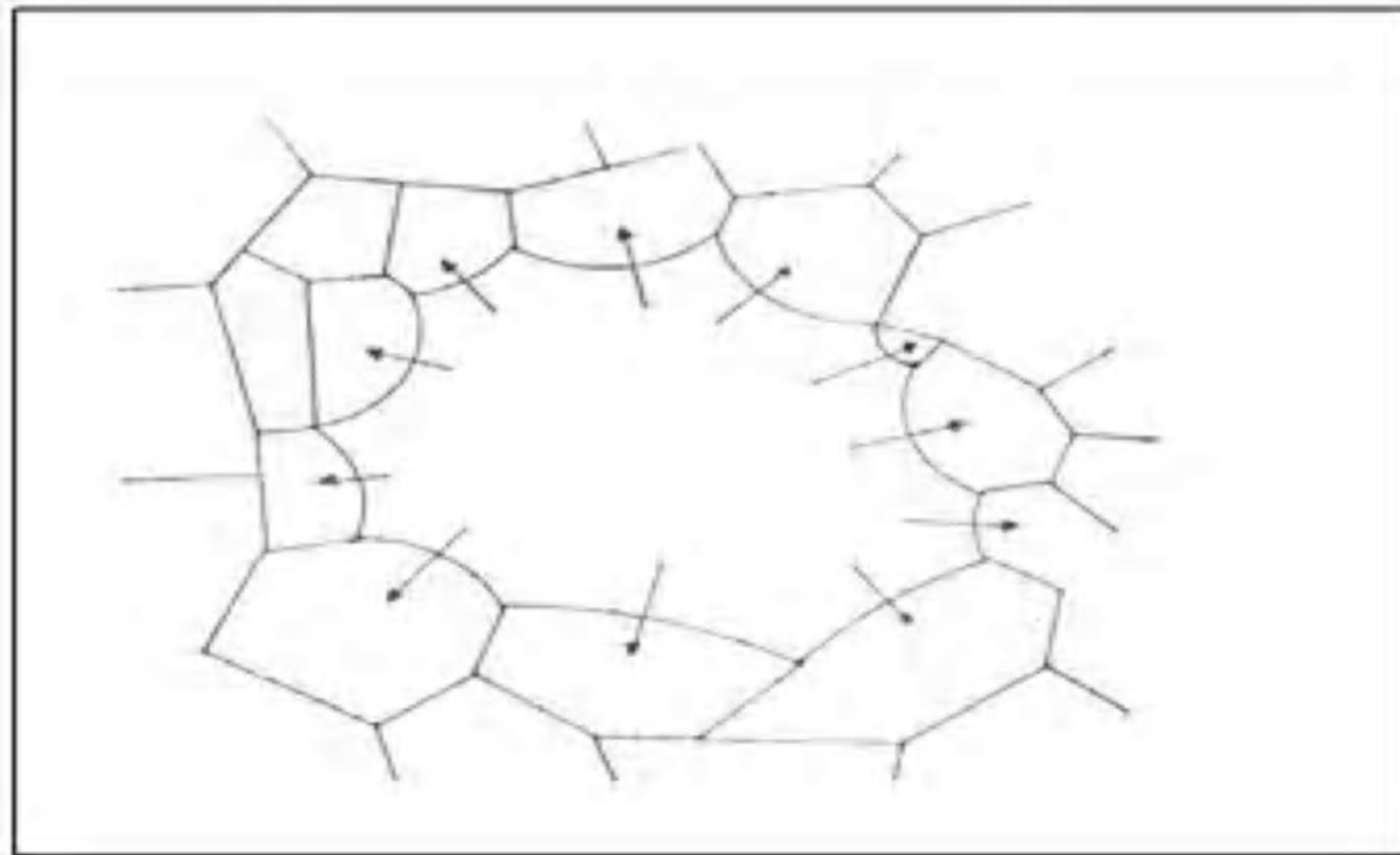


Figure 22. Croissance des grains[56]

Ceux-ci atteignent alors une taille moyenne d'équilibre, qui est fonction de plusieurs paramètres, tels que les inclusions finement disséminées, conduisent à la modification de la cinétique de grossissement du grain [56]. Si leur répartition n'est pas uniforme, la taille finale du grain peut-être hétérogène. La température du recuit est le facteur le plus important pour un métal, dans des conditions d'érouissage déterminés, les grains grossit d'autant plus vite que la température est élevée. Le taux d'érouissage intervient indirectement, en affinant d'abord le grain de recristallisation de manière qu'après grossissement dans des conditions déterminées (température et temps de recuit déterminé), le grain est encore d'autant plus fin que l'érouissage est plus fort. La majeure partie du grossissement du grain s'effectue assez rapidement (durant les premières minutes), et le phénomène n'évolue ensuite que très lentement. Les longues durées de maintien donnent néanmoins des grains sensiblement plus gros. Le choix de la température de recristallisation est du taux d'érouissage et de la durée de recuit.

Pour que les grains restent fins il faut choisir des températures de recuit non élevées et des durées de maintien courtes, car les températures élevées conduisent parfois au lieu d'une croissance normale des grains à une croissance anormale [57]. Le nombre de sites favorables à la germination est influencé principalement par le taux d'érouissage. Cependant pour des taux d'érouissage faibles il a été observé une germination avec distorsion des joints de grains et pour des taux d'érouissage élevés, les limites à grands angles produites par les bandes de cisaillement dans les grains initiaux, agissent comme lieu de germination [58].

2.16. Facteurs influant sur la cinétique de recristallisation

La cinétique de recristallisation dépend de plusieurs paramètres mentionnés ci-dessous.

2.16.1. Le taux de déformation

La vitesse de recristallisation dépend le taux de déformation, parce que la déformation change la quantité d'énergie emmagasinée et le nombre des germes effectif. Ont montré que les sites de germination pouvaient être fonction du taux de déformation. Au dessous d'une déformation minimale, la recristallisation n'aura pas lieu. Au-dessus de cette valeur, la vitesse de recristallisation augmente jusqu'à une valeur maximale. L'effet du taux de déformation par traction sur la cinétique de recristallisation d'aluminium est représenté par la figure 23[59].

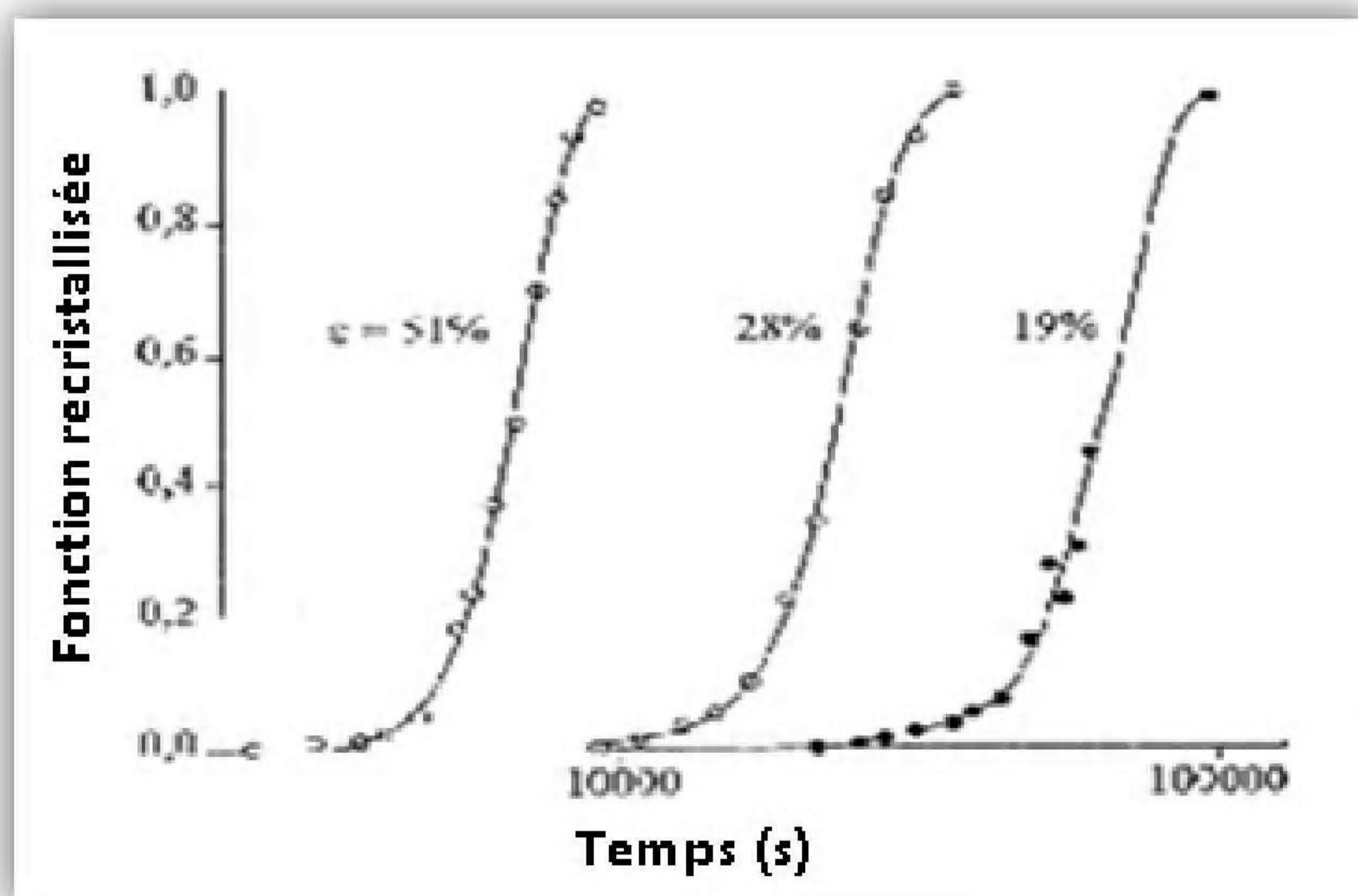


Figure23. Effet de la déformation de traction sur la cinétique de recristallisation de l'aluminium recuit à 300°[59]

2.16.2. Impuretés

L'effet habituel des solutés est de retarder la recristallisation[60]. L'effet quantitatif d'un soluté sur la recristallisation dépend de la nature du couple solvant soluté. Les impuretés augmentent la valeur de la température de recristallisation[61]. Le fer dans l'aluminium constitue un bon exemple de soluté très actif sur la recristallisation, de faibles additions de fer en solution solide dans l'aluminium de haute pureté peuvent augmenter la température de recristallisation de plus de 100°C[62]. La majorité des travaux expérimentaux suggère que

l'influence principale des solutés s'exerce sur la mobilité des joints de grains et donc sur la vitesse de croissance des grains en cours de recristallisation.

2.16.3. Orientation des grains par rapport à la matrice

Dans le cas des matériaux C.F.C[63] il a été observé une croissance préférentielle de germes ressentant une désorientation de 38° autour d'un axe $\langle 111 \rangle$ et 28° autour de $\langle 001 \rangle$

2.16.4. Paramètres du recuit

a)-la température du recuit :

Elle influe sur la cinétique de recristallisation. L'augmentation de la température provoque la diminution de la période d'incubation représentée schématiquement dans la figure 24 [64].

b)- vitesse de chauffage :

La vitesse de chauffage pour amener l'échantillon à la température de recuit peut également être importante parce qu'une vitesse de chauffage élevée peut réduire le taux de restauration. De nombreux travaux ont été publiés sur l'effet de la vitesse de chauffage sur recristallisation des alliages. Ils ont montré qu'une vitesse de chauffage élevée accélère la recristallisation et donc aboutit à une taille de grains plus petite dans les alliages aluminium-lithium[65]. Ces effets ont été attribués au rôle des solutés et des particules de phase secondaire dans le retard à la restauration.

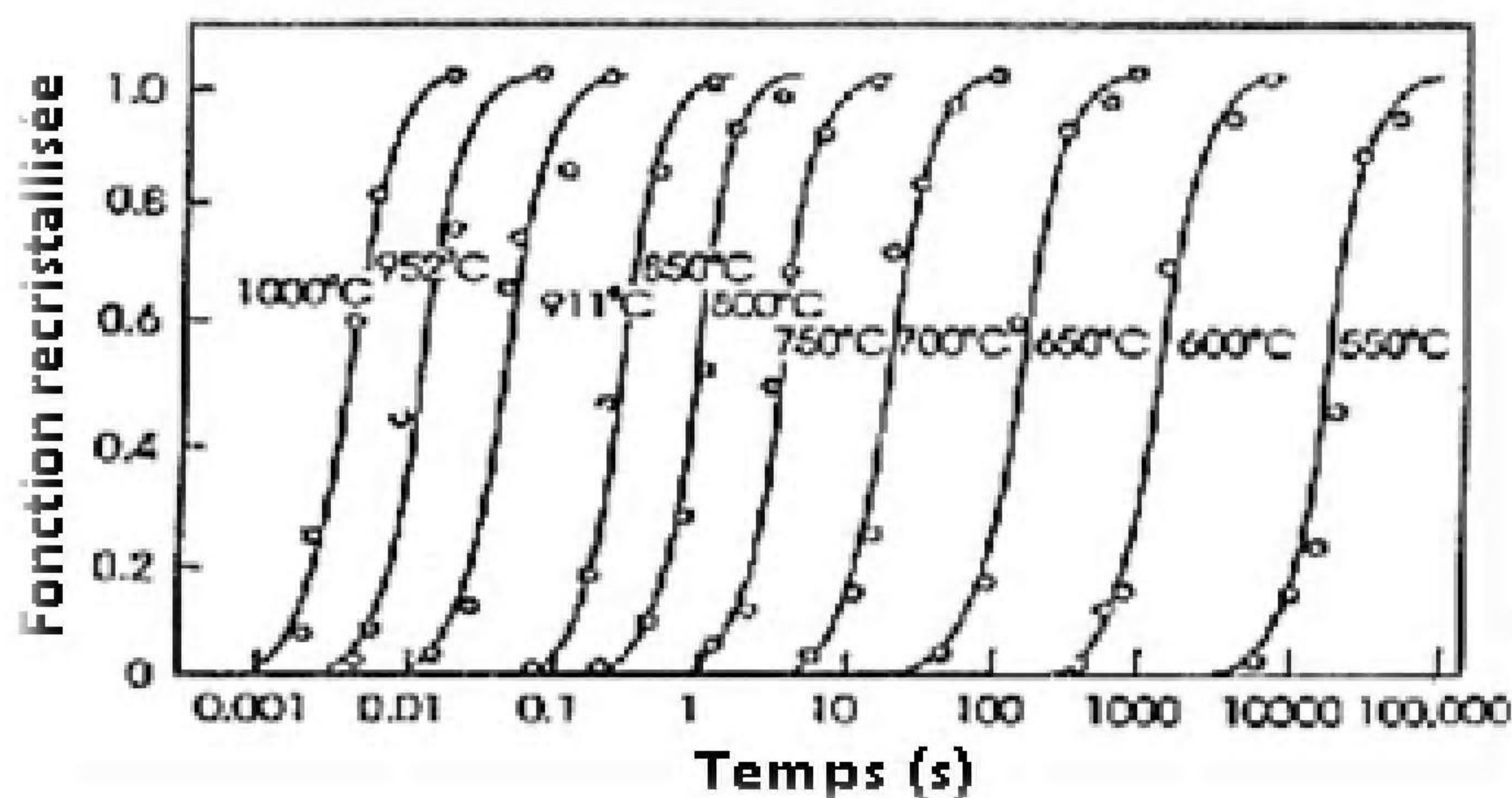


Figure24. Effet de la température sur la cinétique de recuit de Fe-3,5%Si déformé à 60%[64].

2.17. 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 par l'équation :

$$\frac{dv}{dt} = \mathbf{M} \times \Delta f.$$

Où M est 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 [66].

2.18. Texture de recristallisation du matériau tréfilé

Dans les composantes de la texture de recristallisation dans les fils de structure C.F.C.

(Cu, Ag, Al, etc.). Sont identiques à celles de la texture de déformation (fibres $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$).

Les grains d'orientations $\langle 111 \rangle$ s'observent après recuit à température élevée et selon ces auteurs se développent par croissance orientée à partir des régions fortement déformées du matériau [67]. Les grains d'orientation $\langle 001 \rangle$ s'observent essentiellement après recuit à basse température. Les grains $\langle 001 \rangle$ restaurant plus vite que les autres à basse température et se développent au détriment de leurs voisins des autres chercheurs, ont montré par exemple dans des fils tréfilés d'aluminium (71,8% de réduction d'aire), qu'après recuit les grains d'orientations $\langle 001 \rangle$ possèdent un avantage de taille par rapport aux autres grains d'orientations différentes (soit par coalescence des cellules ou / et soit par croissance des sous-grains).

2.19. Corrosion de l'aluminium et du cuivre

2.19.1. Corrosion de l'Aluminium

2.19.1.1. Couches d'Oxydes

Au contact de l'air et de nombreux milieux oxydants, les surfaces d'aluminium se recouvrent naturellement d'un film d'oxyde chimiquement inerte. Celui-ci, dont la croissance réalise la condition de Pilling et Bedworth [68], isole le métal de l'ambiance, lui conférant ainsi un excellent tenue à la corrosion, en apparence contradiction avec ses propriétés chimiques générales. Le comportement de l'aluminium à la corrosion dépend considérablement des

propriétés de sa surface et/ou des couches à proximité de celle-ci. La bonne résistance de l'aluminium à la corrosion est due à la capacité de sa surface à devenir passive. Ceci est lié à une réaction rapide de l'aluminium avec l'oxygène de l'environnement qui permet de créer une couche d'oxyde fine et amorphe formée par l'air (également appelée couche d'alumine, d'une épaisseur de 1-10 nm) et qui protège le métal contre une corrosion plus importante. Pour les surfaces très lisses, l'aluminium sera protégé dans l'idéal par une couche d'oxyde continue. La composition chimique de la couche d'oxyde Malheureusement, dans la réalité les surfaces d'aluminium ne sont pas parfaites. L'aptitude à protéger de la couche d'alumine formée par l'air est détériorée par les défauts de surface. Ceux-ci peuvent être classés en deux groupes :

Défauts créés lors d'un processus de fabrication ou de la manipulation d'un produit, tels que :

- Rayures
- Macro-rugosité (c.-à-d. traces de laminage)
- Calamine ou lubrifiants de procès
- Défauts liés à la microstructure du produit, tels que :
- Joints des cellules ou des dendrites
- Joints de grain
- Intermétalliques

2.19.2. Corrosion du cuivre

Le cuivre et ses alliages sont plus nobles que la plupart des autres métaux vis-à-vis des eaux.

De ce fait le cuivre est par nature peu réactif. Il ne peut réduire l'hydrogène de l'eau, et ne se corrode donc en principe que dans les eaux aérées, la réaction cathodique étant alors la réduction en ions OH^- de l'oxygène dissous.

Mais cette corrosion en présence d'oxygène dissous, loin d'être nuisible, est au contraire essentielle, dans la mesure où elle permet la formation sur le métal d'une couche isolante de produits de corrosion (oxydes, carbonates, etc.) qui protège le cuivre de toute attaque ultérieure. En pratique, le bon comportement du cuivre et ses alliages dépend, pour une part très importante, de la formation et de la bonne tenue de ce film continu et protecteur de produits insolubles de corrosion [69].

2.19.2.1. Oxydation du cuivre

Il existe deux oxydes de cuivre, le Cu_2O et le CuO [70]. Malheureusement il y a une impossibilité de coexistence de cuivre avec ces deux oxydes simultanément. En effet, l'oxyde CuO se forme toujours par l'oxydation de l'oxyde Cu_2O à une température donnée, pour

s'oxyder en Cu_2O , le cuivre doit passer par plusieurs étapes, la première étape est celle de la nucléation, la seconde étape est la formation d'un film mince d'oxyde pouvant atteindre quelques centaines de nanomètres [71].

En effet, pour des températures assez élevées, supérieures à 200°C , l'épaisseur de la couche atteint rapidement quelques centaines de nanomètres en suivant une loi cubique de la forme $x^3 = k \cdot t$, où x est l'épaisseur de la couche, t le temps d'exposition à l'atmosphère oxydante et k une constante de vitesse d'oxydation fonction de la température et de la pression en oxygène. La troisième étape consiste en croissance d'un film épais d'oxyde. La loi de croissance de l'épaisseur x de Cu_2O est alors donnée par une loi parabolique $x^2 = x_0^2 + k \cdot t$, (x_0 est l'épaisseur x de centaines de nanomètres à l'instant $t=0$ et k la constante de vitesse de la loi parabolique. Cette dernière est une fonction croissante de la température et de la pression de l'oxygène, reste l'étape la plus lente de l'oxydation qui est la diffusion conditionne la vitesse de l'oxydation, traduite par $\frac{dx}{dt} = \frac{k}{x}$, ce qui par intégration justifie la loi parabolique.

Les métaux et alliages se distinguent des autres matériaux par un ensemble de propriétés avantageuses, mais ils possèdent des inconvénients dus à leur instabilité au contact de certains milieux, qui conduisent à la diminution de leur résistance à la corrosion, dont les coûts imputables à ses conséquences sont énormes, surtout dans les pays industrialisés et en particulier en Amérique du nord. Ces coûts pouvaient être supérieurs s'il n'y avait pas la protection contre la corrosion.

Les causes de la corrosion sont multiples et complexes et elles résultent d'interactions chimiques et / ou physiques entre le matériau et son environnement.

D'une manière générale, la corrosion est définie comme une interaction physico-chimique entre un métal et son environnement conduisant à une modification des propriétés du métal, une dégradation significative de la fonction du métal et de son environnement. La majorité des métaux et des alliages placés dans les environnements variés sont affectés par différentes formes de corrosion, à savoir la corrosion uniforme ou localisée. Ces attaques sont particulièrement dangereuses lorsqu'elles sont localisées. L'adoption de mesures préventives contre la corrosion est donc nécessaire et l'utilisation des inhibiteurs est une méthode adaptée et pratique pour protéger les métaux.

2.20. Aspects électrochimiques de la corrosion

2.20.1. Potentiel de corrosion

Le potentiel standard d'électrode d'un couple redox M^{n+}/M est un paramètre thermodynamique, lié à l'enthalpie de la réaction et correspondant au transfert des n électrons. Ce potentiel représente un équilibre entre le métal et la solution et n'est pas représentatif de la corrosion réelle du matériau. En réalité, dans un milieu aqueux, une électrode peut être le siège de plusieurs réactions électrochimiques. Dans le cas, le potentiel métal / solution prend une valeur comprise entre les potentiels d'équilibre des diverses réactions : C'est le potentiel, on fait appel à la méthode dite potentiométrique, elle consiste à suivre l'évolution du potentiel en fonction du temps $E=f(t)$. En effet, ce potentiel exprime la tension d'une électrode mesurée par rapport à une électrode de référence [72].

Lorsqu'aucun courant ne circule à travers l'électrode de travail, la détermination du potentiel est indispensable avant chaque mesure électrochimique.

Son évolution dans le temps, fournit une indication sur les changements qui se produisent à la surface de l'électrode.

Le suivi du potentiel en fonction du temps, permet aussi de déterminer le temps de stabilisations et / ou équilibre et de montrer les aptitudes de l'échantillon à la réactivité ou à la passivité.

Ce potentiel est caractéristique du métal et dépend des conditions expérimentales, en particulier de la nature du milieu, de la concentration et de la température du milieu.

Elément	Réaction	Potentiel standard d'équilibre E(V)
Or	$\text{Au} \rightarrow \text{Au}^{+++} + 3\text{é}$	+1,49
Platine	$\text{Pt} \rightarrow \text{Pt}^{++} + 2\text{é}$	+1,20
Argent	$\text{Ag} \rightarrow \text{Ag}^+ + \text{é}$	+0,80
Mercure	$2\text{Hg} \rightarrow \text{Hg}_2^{++} + 2\text{é}$	+0,79
Cuivre	$\text{Cu} \rightarrow \text{Cu}^{++} + 2\text{é}$	+0,34
Hydrogène	$\text{H}_2 \rightarrow 2\text{H}^+ + 2\text{é}$	0,000
Plomb	$\text{Pb} \rightarrow \text{Pb}^{++} + 2\text{é}$	-0,126
Etain	$\text{Sn} \rightarrow \text{Sn}^{++} + 2\text{é}$	-0,13
Nickel	$\text{Ni} \rightarrow \text{Ni}^{++} + 2\text{é}$	-0,25
Cobalt	$\text{Co} \rightarrow \text{Co}^{++} + 2\text{é}$	-0,27
Cadmium	$\text{Cd} \rightarrow \text{Cd}^{++} + 2\text{é}$	-0,40
Fer	$\text{Fe} \rightarrow \text{Fe}^{++} + 2\text{é}$	-0,44
Chrome	$\text{Cr} \rightarrow \text{Cr}^{+++} + 3\text{é}$	-0,74
Zinc	$\text{Zn} \rightarrow \text{Zn}^{++} + 2\text{é}$	-0,76
Manganèse	$\text{Mn} \rightarrow \text{Mn}^{++} + 2\text{é}$	-1,05
Titane	$\text{Ti} \rightarrow \text{Ti}^{++} + 2\text{é}$	-1,63
Aluminium	$\text{Al} \rightarrow \text{Al}^{+++} + 3\text{é}$	-1,67
Magnésium	$\text{Mg} \rightarrow \text{Mg}^{++} + 2\text{é}$	-2,36
Sodium	$\text{Na} \rightarrow \text{Na}^+ + \text{é}$	-2,71
Potassium	$\text{K} \rightarrow \text{K}^+ + \text{é}$	-2,92

Tableau 9. Potentiale standard d'oxydoréduction [73]

2.20.2. Courants anodique et cathodique

En électrochimie, on appelle par définition courant anodique un courant circulant dans le sens métal vers solution et courant cathodique un courant circulant en sens inverse.

Les réactions sont dites anodiques ou cathodiques selon qu'elles correspondent à un courant respectivement anodique ou cathodique. Les réactions anodiques correspondent en termes de chimie à des oxydations, et les réactions cathodiques à des réductions [74].

2.21. Propriétés chimiques du cuivre et l'aluminium

2.21.1. Propriétés chimiques du cuivre

Le cuivre ne réagit pas avec l'eau, mais réagit lentement avec l'oxygène de l'air en formant une couche d'oxyde de cuivre brun-noir. Contrairement à l'oxydation du fer par une atmosphère humide, cette couche d'oxyde empêche toute corrosion en masse. Une couche verte de carbonate de cuivre, appelée vert-de-gris, se remarque souvent sur les constructions anciennes en cuivre, telles que la statue de la Liberté. La toxicité alimentaire des oxydes formés a justifié l'étamage

traditionnel des instruments et récipients en cuivre Lorsque le cuivre est en contact avec des métaux présentant un potentiel électrochimique différent (par exemple le fer), en particulier en présence d'humidité, la fermeture d'un circuit électrique fera que la jonction se comportera comme une pile électrochimique. Dans le cas par exemple d'une canalisation en cuivre raccordée à une canalisation en fer, la réaction électrochimique entraîne la transformation du fer en d'autres composés et peut éventuellement endommager le raccord linéaire en cuivre. Les propriétés du cuivre (haute conductibilité électrique, résistance à la corrosion, recyclabilité) font de ce métal une ressource naturelle très utilisée[75]. Dans l'électricité, l'électronique, les télécommunications (réseaux câblés, microprocesseurs, batteries), dans la construction (tuyauterie d'eau, couverture), dans l'architecture, les transports (composants électromécaniques, refroidisseurs d'huile, réservoirs, hélices), les machines-outils, des produits d'équipement (plateformes pétrolières) et de consommation (ustensiles de cuisine) mais aussi des pièces de monnaie.

2.21.2. Propriétés chimiques de l'aluminium

L'aluminium se recouvre rapidement d'une couche d'alumine de faible épaisseur ($\approx 1\mu\text{m}$) qui le rend stable chimiquement. Il résiste à l'action des graisses, huiles, hydrocarbures, alcools, acide nitrique, ... Il est attaqué par les acides chlorhydrique et fluorhydrique, la soude, la potasse, le mercure. Au contact du cuivre, du fer, du plomb et en milieu humide corrosif, l'aluminium est altéré par corrosion électrolytique, cela veut dire il faut garder l'aluminium en milieu sec. 75% du poids à vide d'un avion moderne est dû à des alliages d'aluminium. Le TGV à deux niveaux est fabriqué en alliage d'aluminium, ainsi que de nombreux objets de la vie courante[76].

Malheureusement, il serait impensable de fabriquer ces objets en aluminium Pur. Pourtant, l'avantage serait certain car l'aluminium pur résiste très bien à la Corrosion, alors que, soumis à un environnement agressif, ses alliages se détériorent. Les problèmes de corrosion sont dus aux particules des métaux ajoutés à l'aluminium pour former l'alliage. Ces problèmes peuvent être de plusieurs Natures :

- La corrosion par piqûre : L'aluminium pur lutte naturellement contre la Corrosion en se recouvrant d'une couche protectrice. Mais dans les alliages, les métaux Ajoutés créent des micros - zones où la couche est moins protectrice. Ainsi des piqûres peuvent se former et atteindre dangereusement l'intérieur de l'alliage.
- Les piles électriques : Dans l'alliage, les composés métalliques et l'aluminium sont reliés électriquement. Dans un milieu humide, ils peuvent former une pile, dans laquelle l'aluminium ou le composé métallique se détériore. Cette détérioration peut Également favoriser l'initiation d'une piqûre.

CHAPITRE III

ALLIAGES ETUDIES ET METHODES

EXPERIMENTALES

3. 1. ALLIAGES ETUDIÉS ET METHODES EXPERIMENTALES

3.1.1. Alliages étudiés

Notre choix s'est porté sur deux métaux utilisés pour le transport de l'énergie et produit par l'ENICAB de Biskra, à savoir le cuivre et l'aluminium dont les caractéristiques sont données sur le tableau 10. Le cuivre et l'aluminium occupent une place importante dans le transport de l'énergie électrique à cause de leur bonne conductibilité électrique et thermique.

Propriétés	Cuivre	Aluminium
Numero atomique	29	13
Diarnetre atomique	0 106rtm	0,282nm
Distance inter atomique moyenne	0,25511m	0,285nrn
Structure cristalline	Cubique à face Centrée	Cubique à face Centrée
Potentiel d'ionisation	7,724	5,984 V
Masse atomique	63,54g	26,98g
Masse volumique (a 20°C)	8,89 g/cm ³	2,703 g/cm ³
Temperature de fusion	1083°C	660°C
Conductivite thermique (a 20°C)	3,93W/ (cm.k)	2,22W/ (cm.K)
Coefficient de dilatation lineique (a 20°C)	17.10 ⁻⁶ K ⁻¹	23.10-6K-
Resistivité electrique (a 20°C)	1,7241.10-8E2.m	2,826.10 -8 S2.in
Coefficient de température (a 20°C)	3 93.10'K ⁻¹	4 0310 ⁻³ K"
Resistance (à 20°C) à la traction	220Mpa	80 Mpa
Recuit et écroui dur	450Mpa	170Mpa
Limite d'élasticité (a 20°C) Recuit	55Mpa	40Mpa
Ecroui dur	90Mpa	150Mpa
Lignite de striction	60 A 90Mpa	60A 200Mpa
Module d'elasticite (a 20°C) Recuit	110 000Mpa	68 000Mpa
Ecroui dur	130 000Mpa	80 000Mpa
Coefficient de poisson	0,34	0,34

Tableau 10. Caractéristiques du cuivre et de l'aluminium produit par l'ENICAB Biskra

Les fils machine utilisés dans notre étude sont des fils produits par le procédé de coulée continue. Ils présentent une surface lisse et brillante de section circulaire de diamètre 10 mm. Le prélèvement des échantillons est effectué sur le tréfilé (cuivre et aluminium) lors des différentes étapes de tréfilage. Le prélèvement des échantillons est une opération d'une grande importance, car on doit tenir compte des hétérogénéités qui peuvent se présenter dans les échantillons, et en particulier entre les zones intérieures (cœur) et superficielles (peau). La direction du prélèvement a aussi une importance, car la structure n'est pas la même dans la direction longitudinale et transversale. Le schéma de la figure 25, donne un aperçu global des importantes étapes de fabrication du câble électrique.

On note que la réduction de la section du fil a été effectuée par des tréfileuses à glissement horizontal, de type UDZ WG 1250/10 gi-F. Les filières sont en métal dur (carbure de tungstène), ou en diamant : ces dernières sont surtout utilisées à la fin du tréfilage pour rectifier les défauts qui peuvent apparaître, elles ont une bonne résistance à l'usure. La lubrification au cours de tréfilage est faite avec de l'huile ou, un mélange d'eau et d'huile.

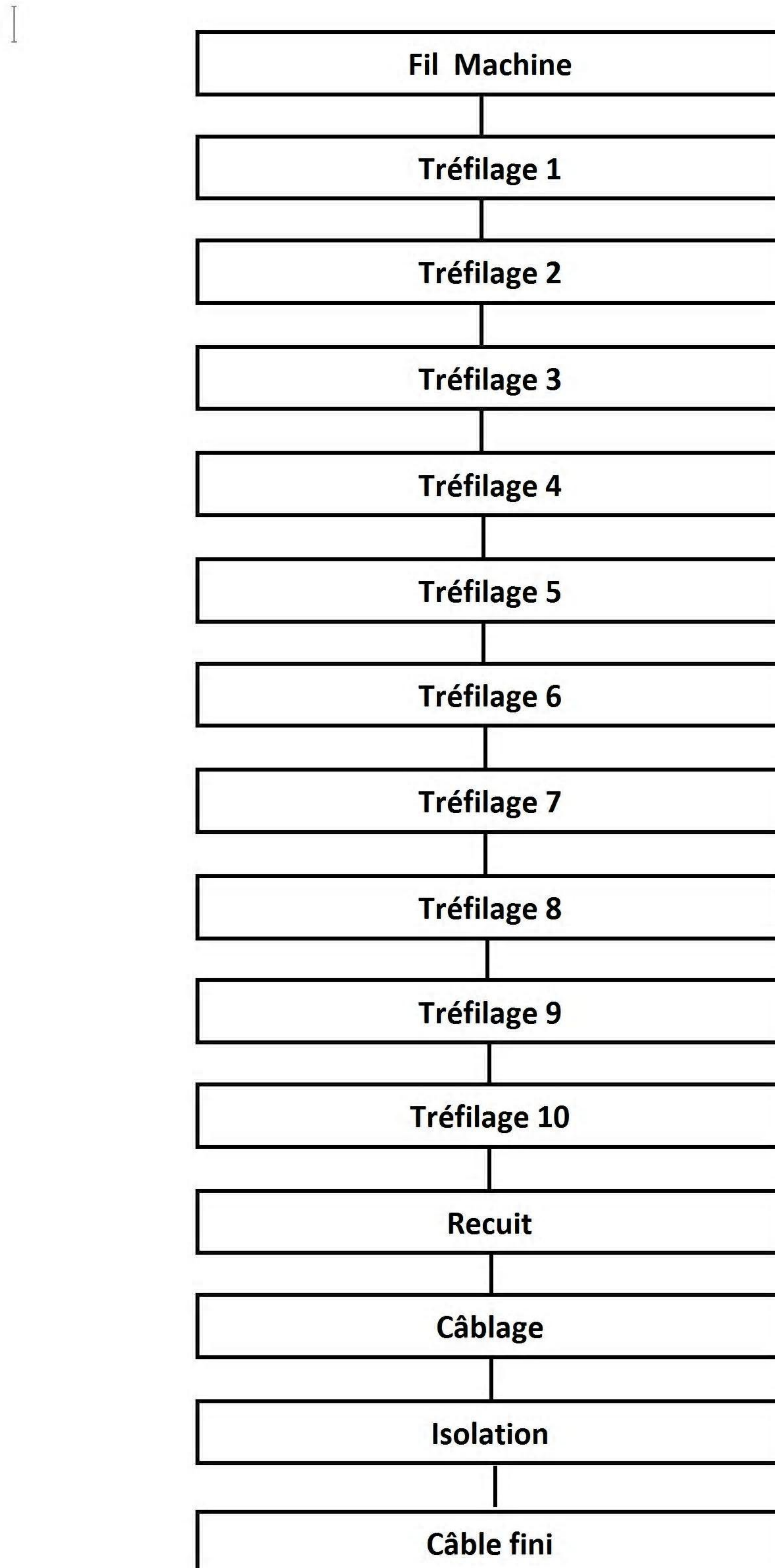


Figure 25. Etapes de fabrication du câble électrique

3.1.2. Traitements thermomécaniques

Afin que les échantillons ne subissent pas d'oxydation lors des traitements thermiques (recuit de recristallisation) un ensemble de recuit sous vide a été conçu à cet égard figure 26. Les températures de recuit de recristallisation choisies pour le cuivre et l'aluminium sont respectivement de 250°C et 200°C.

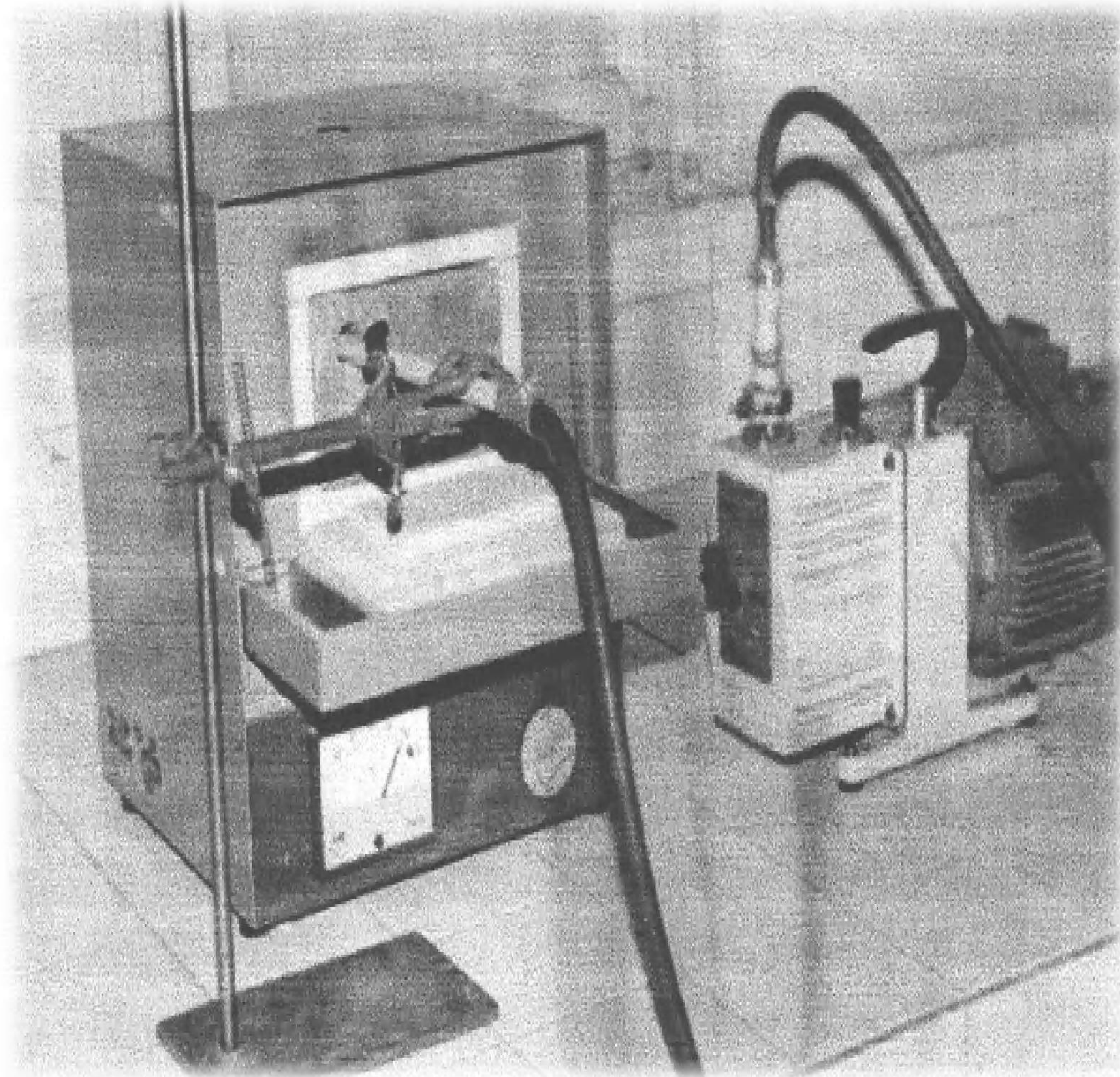


Figure 26. Four +Pompe à vide

Dans le but de mettre en évidence l'influence du taux de déformation sur les mécanismes de la recristallisation et des propriétés mécaniques, la déformation des échantillons est obtenue par laminage à froid en une seule passe, dont les taux d'écroutissage sont indiqués sur les tableaux 11 et 12.

Les échantillons du cuivre et de l'aluminium avant déformation possèdent respectivement des duretés HV de 94 et de 43

Echantillons	Taux de déformation ε (%)	HV _{0,3}
1	10	99,4
2	20	101
3	30	105,4
4	40	109
5	50	110,9
6	60	111,5

Tableau 11. Etat des échantillons du cuivre utilisés lors de l'expérimentation

Echantillons	Taux de déformation ε (%)	HV _{0,3}
1	10	42.8
2	20	45.8
3	30	52.5
4	40	54.1
5	50	56.4
6	60	59.3

Tableau12. Etat des échantillons de l'aluminium utilisés lors de l'expérimentation

3.1.3. Préparation des échantillons

Pour les observations aux microscopes optique, les échantillons sont polis sur une polisseuse mécanique figure 27. avec papiers abrasifs de différentes granulométries du 180 au 1000, ensuite sur tissus feutré avec addition du lubrifiant et de la patte diamantée de granulométrie 4, 1 et ½ . Après chaque polissage, les échantillons sont nettoyés à l'eau distillée, séchés, puis attaqués chimiquement par un réactif approprié voir tableau 13.

Métal	Réactifs utilisés	Durée d'attaque
Cuivre	Solutions concentrée de HNO ₃ à 55%	1 à 3 secondes
Aluminium	Keller (10ml HF + 17ml HCL + 48 ml HNO ₃ +174 H ₂ O)	2 à 4 minutes

Tableau 13. Principaux réactifs utilisés



Figure 27. Polisseuse (Phoenix alpha)

3.2. Méthodes expérimentales

Les techniques d'analyse utilisées dans ce travail sont :

- La microscopie optique.
- La dureté Vickers (HV).
- Essais de corrosion

3.2.1. Microscope optique (MO)

L'utilisation du microscope optique nous a permis de suivre l'évolution de la microstructure des échantillons (évolution des grains) durant les traitements thermomécaniques, et aussi de prendre des micrographies de la structure des échantillons en question avec différents grossissements (figure 28).



Figure 28. Microscope Optique

3.2.2. Dureté Vickers (HV)

La dureté Vickers (HV) est l'une des caractéristiques mécaniques des alliages suivie durant les traitements thermomécaniques. En général la dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la déformation, sa mesure est basée sur la détermination des dimensions d'empreintes produites dans le matériau par enfoncement d'un pénétrateur, sous l'action d'une charge appliquée. Le rapport de la force appliquée F à la surface en cours S de l'empreinte donne la dureté $H=F/S$

Nous avons utilisé un duromètre Vickers du type Wolpert, équipé d'un écran pour permettre de positionner l'empreinte sur la phase désirée et par la suite mesurer le diamètre moyen des diagonales de l'empreinte, qui est nécessaire pour déterminer HV à partir des tableaux appropriés au duromètre (figure29) en question.

Les variations de dureté avec les traitements thermiques peuvent-être déterminées à l'aide de la formule :

$$HV= 1854.4 P/d^2$$

Où :

P : charge appliquée (gf).

d : longueur moyenne des diagonales de l'empreinte (μ m).



Figure 29. Appareil de mesure de la dureté HV

3.2.3. Essais de corrosion

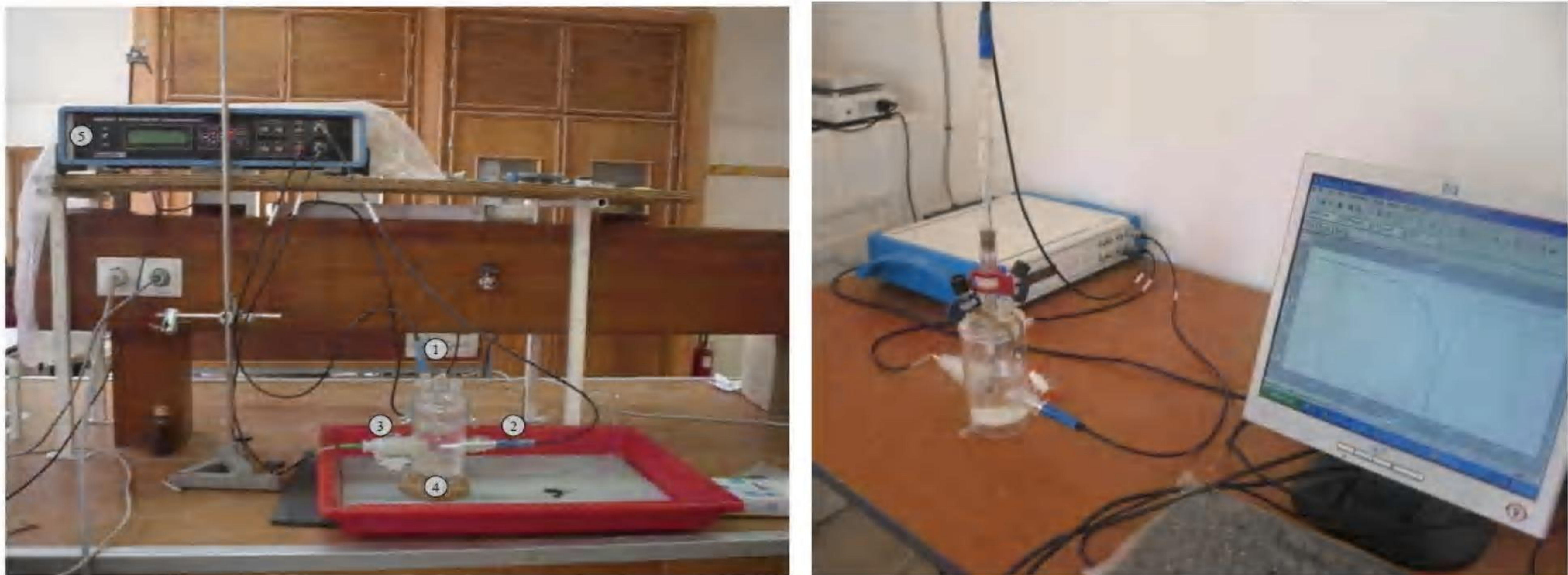
3.2.3.1. Mesures électrochimiques

La réactivité des matériaux étudiés est déterminée par le tracé des courbes de polarisation courant-potentiel qui donnent en outre accès aux paramètres cinétiques des réactions d'oxydoréduction du processus de corrosion.

L'application de la polarisation non stationnaire (non agitation) et la mesure de la réponse en courant nécessitent un appareillage comprenant trois électrodes reliées à un potentiostat : une électrode de travail (matériau étudié), une électrode de référence (au calomel saturé) et une contre-électrode inerte chimiquement (en platine). Un potentiel est imposé entre l'électrode de

travail et l'électrode de référence et la réponse en courant est mesurée entre l'électrode de travail et la contre-électrode, le potentiostat équipé par un microordinateur pour tracer les courbes de polarisation à l'aide d'un logiciel.

Pour obtenir des courbes $i = f(E)$ dans des conditions identiques pour tous les matériaux, une cellule spécialement conçue pour les mesures électrochimiques est utilisée (Fig30), Le milieu utilisé est une solution se composant de HCl 85ml (1M) + H₂O 915ml à T= 27°C.



- ① - électrode de référence, ② - électrode inerte,
 ③ - électrode de travail, ④ - cellule électrochimique,
 ⑤ - potentiostat

Figure 30. Montage de la cellule des tests de polarisation

3.3. Résultats et interprétation

3.3.1. Le cas du cuivre

Après une déformation plastique à froid, le matériau emmagasine à l'intérieur des grains écrouis, principalement sous forme de dislocations, une certaine fraction d'énergie, le reste étant dissipé sous forme de chaleur. Il est bien connu que cette énergie (stockée) joue un rôle primordial dans les mécanismes de la recristallisation; en particulier ; elle influe considérablement la mobilité des joints de grains lors du recuit

Les résultats de cette étude mettent en évidence, l'influence notable du taux de déformation sur la taille des grains lors du recuit Cuivre écroui et recuit à 250°C, c'est le stade initial qui est le plus sensible à la différence du taux de déformation. La recristallisation s'est produite instantanément et dans tous les échantillons quelque soit leur taux de déformation.

La croissance du grain n'a pas évolué de la même cinétique pour tous les échantillons et elle est accompagnée d'une diminution de la dureté HV (élévation de la ductilité). Les valeurs maximales du degré d'affinement du grain sont obtenues dans le cas des échantillons à taux de déformation supérieur à 30% et enfin une compétition entre la germination et la croissance du grain a été observée à cette température.

Les figures 31 à 36 montrent l'état structural des échantillons a) à l'état brut, b) écroui, c) et d) recuit à 250°C pendant 30 minutes et pendant 120 minutes. Aux premiers stades du recuit, la germination et l'affinement du grain sont plus prononcés pour les taux de déformation élevés et elles sont accompagnées d'une chute de la dureté HV figures 34,35 et 36. Après 30 minutes de recuit, les grains obtenus sont de taille hétérogènes et relativement plus fins pour le cas des échantillons à taux de déformation élevé. Cependant le prolongement de la durée de recuit jusqu'à 120 minutes a conduit à une croissance du grain pour tous les échantillons.

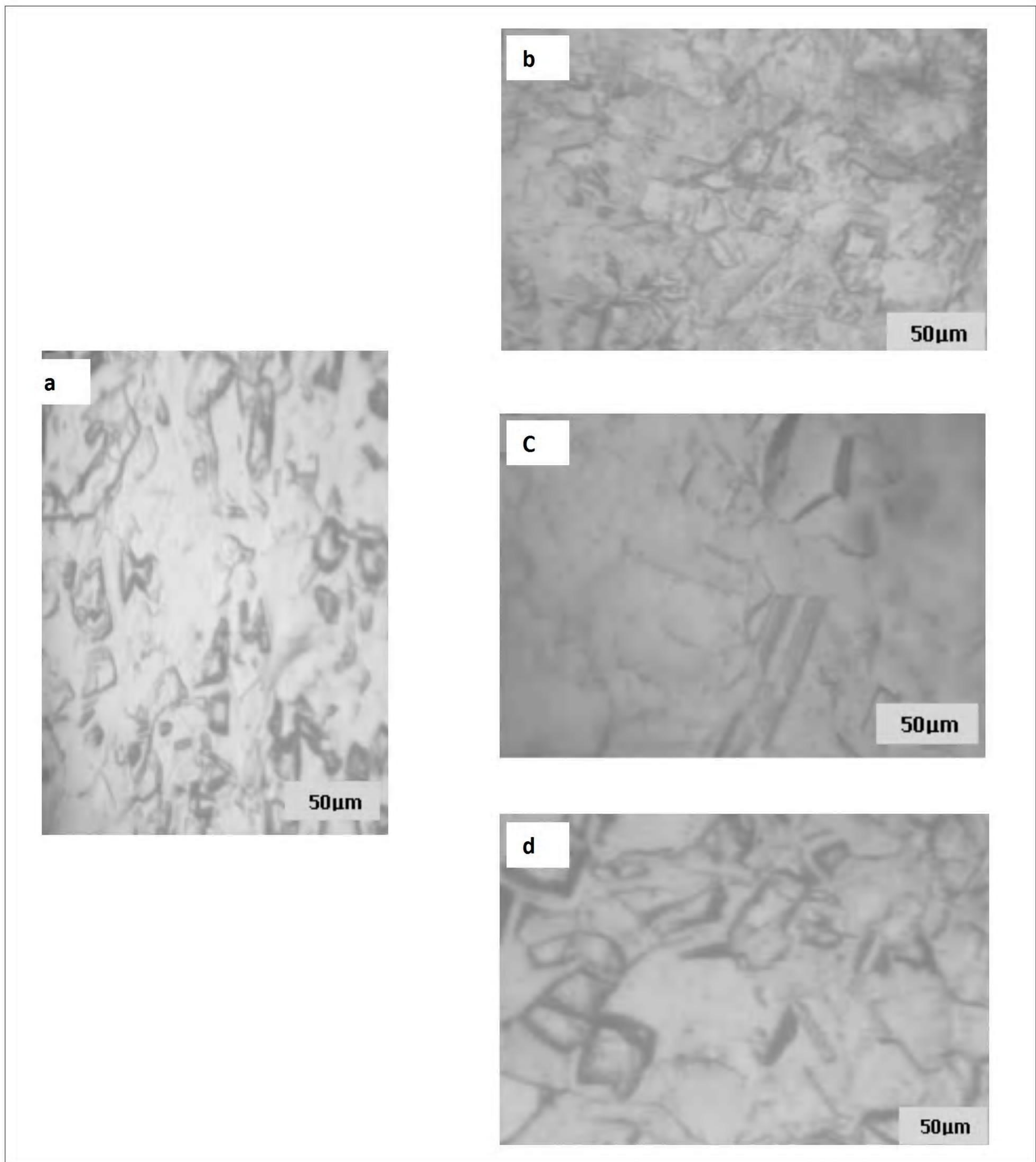


Figure31. Evolution structurale du cuivre a- état brut, b- écroui ($\epsilon=10\%$), c- recuit à 250°C pendant 30 minutes et d- recuit à 250°C pendant 120 minutes.

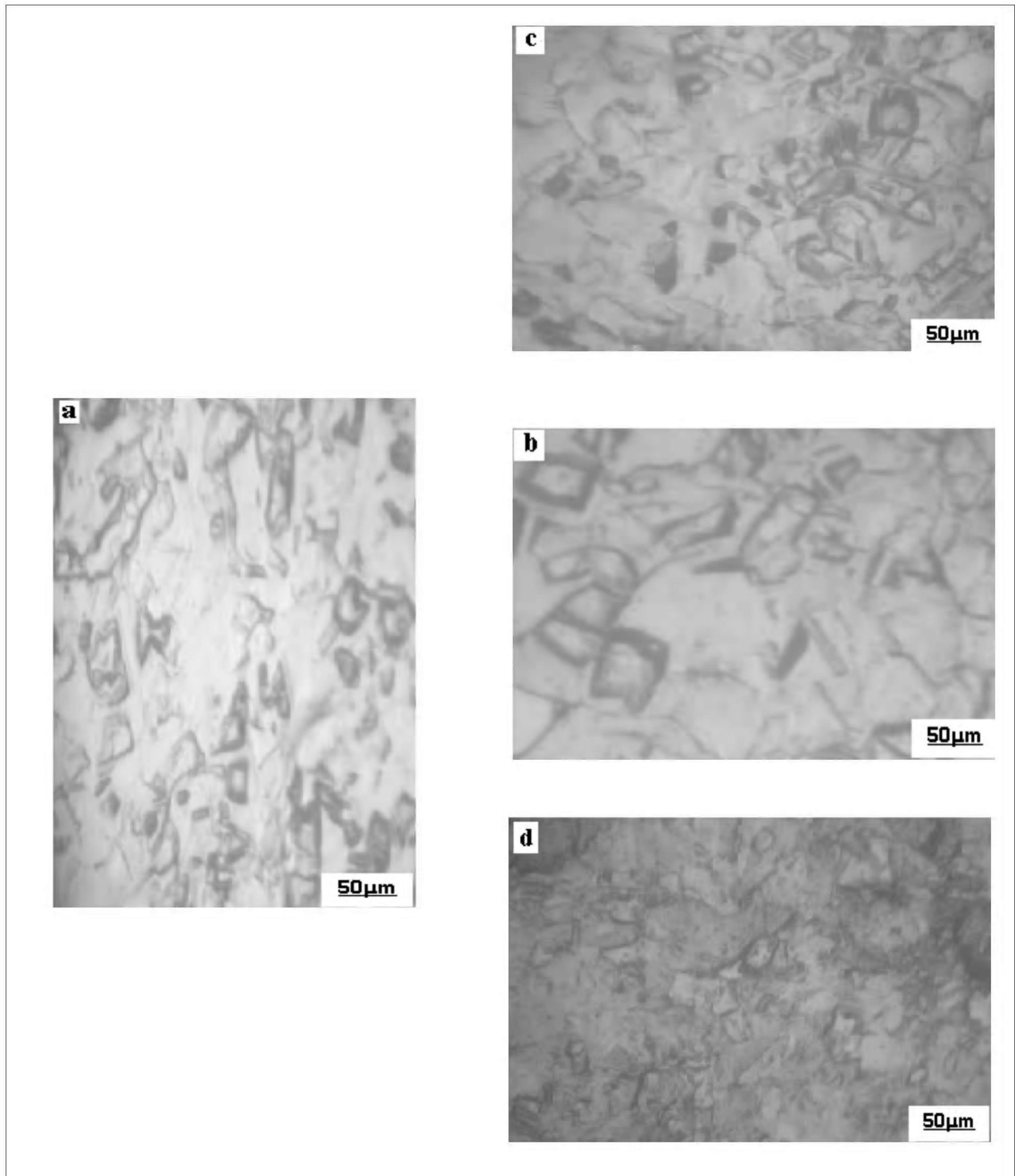


Figure 32. Evolution structurale du cuivre a- état brut, b- écroui ($\epsilon=20\%$), c- recuit à 250°C pendant 30 minutes et d- recuit à 250°C pendant 120 minutes.

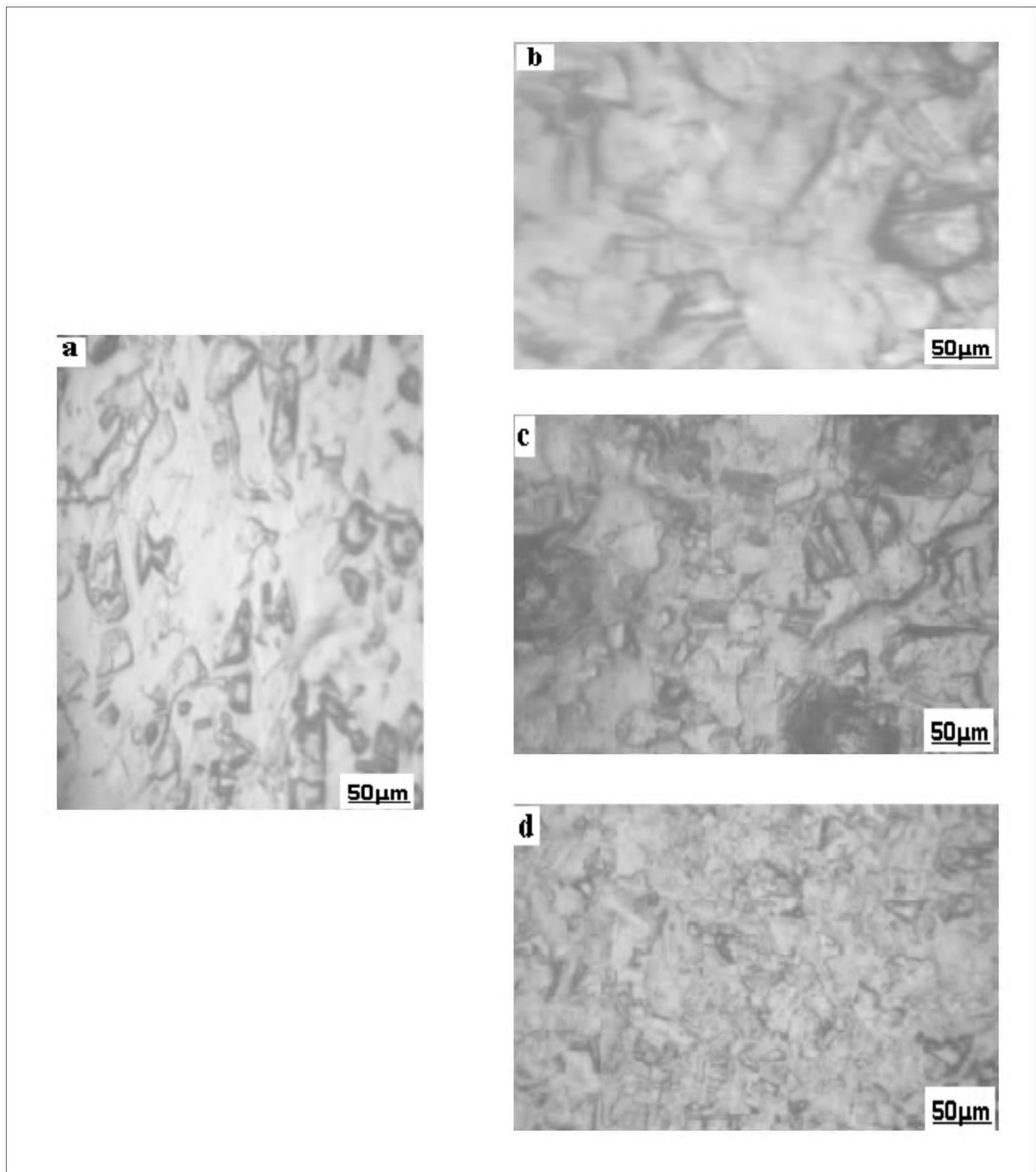


Figure 33. Evolution structurale du cuivre a- état brut, b- écroui ($\epsilon=30\%$), c- recuit à 250°C pendant 30 minutes et d- recuit à 250°C pendant 120 minutes.

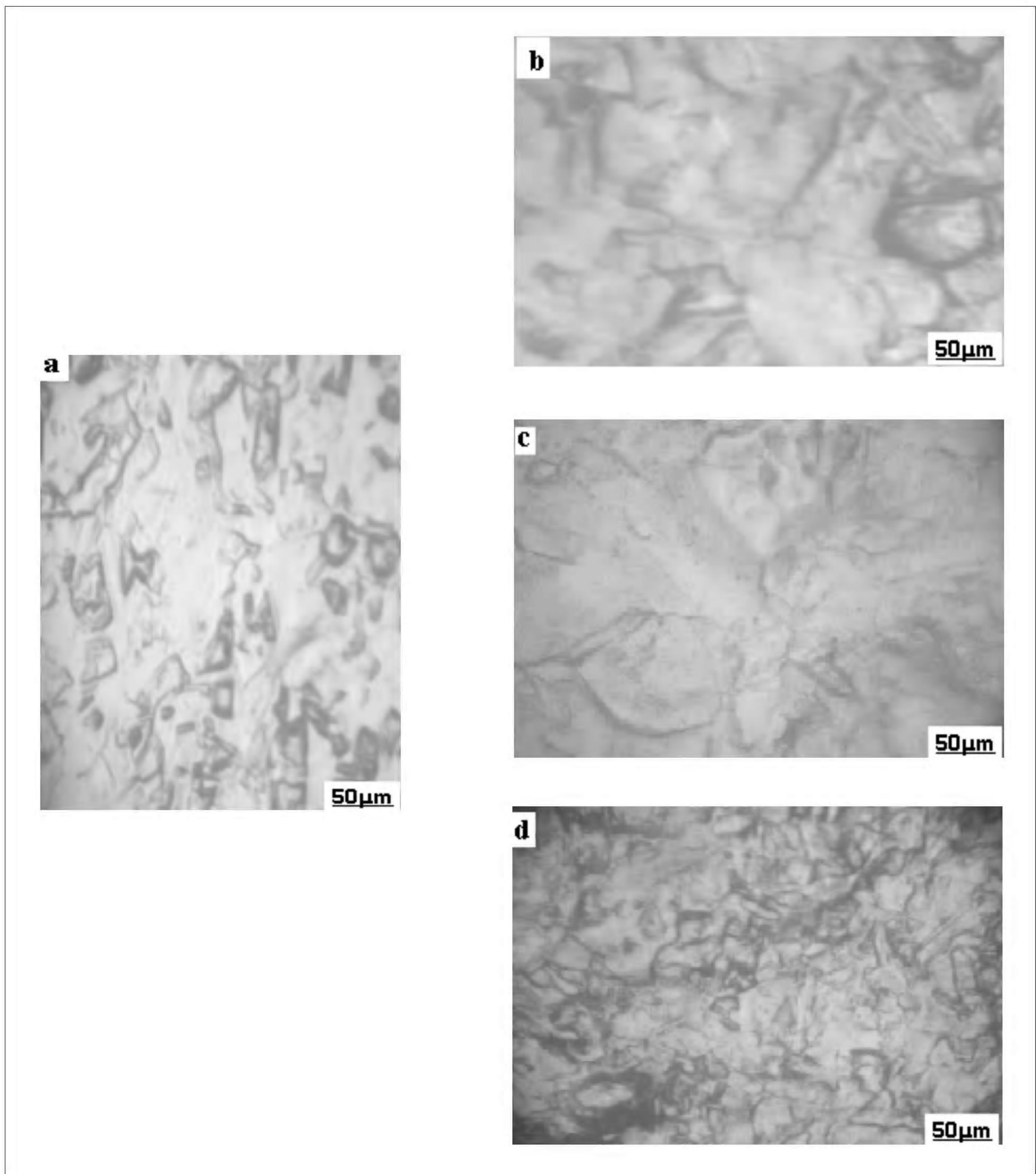


Figure 34. Evolution structurale du cuivre a- état brut, b- écroui ($\epsilon = 40\%$), c- recuit à 250°C pendant 30 minutes et d- recuit à 250°C pendant 120 minutes.

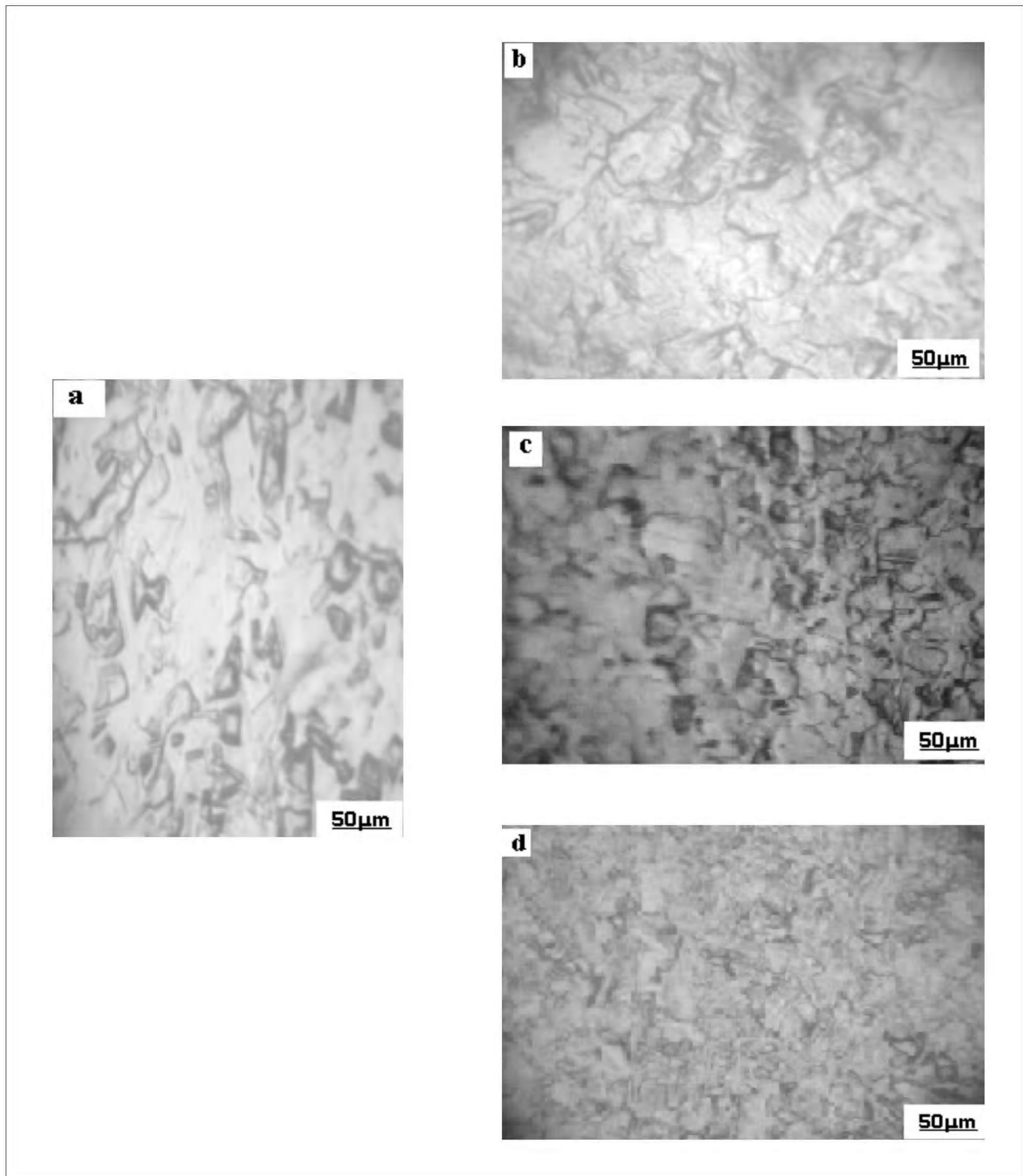


Figure 35. Evolution structurale du cuivre a- état brut, b- écroui ($\epsilon= 50\%$), c- recuit à 250°C pendant 30 minutes et d- recuit à 250°C pendant 120 minutes.

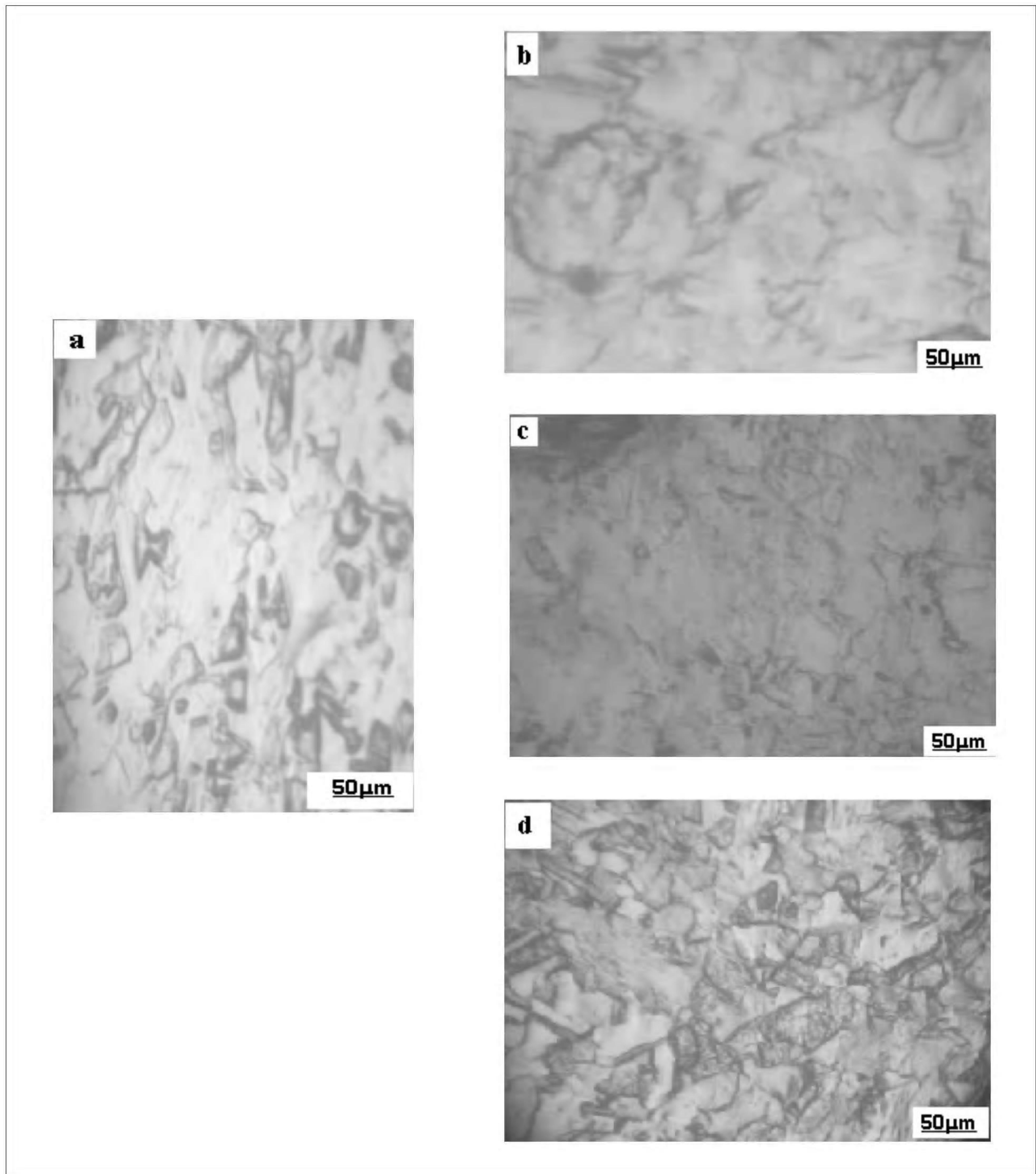


Figure 36. Evolution structurale du cuivre a- état brut, b- écroui ($\epsilon=60\%$), c- recuit à 250°C pendant 30 minutes et d- recuit à 250°C pendant 120 minutes.

la HV pour chaque T.th l'échantillon	H,V						
	Avant les T.th	10min	20min	30min	60min	90min	120min
$ch = 01$ $\varepsilon = 10\%$	99,4	96,8	104,1	107,8	54,8	50,1	55,5
$ch = 02$ $\varepsilon = 20\%$	101	86,4	106,4	109,8	52,1	58,7	51,7
$ch = 03$ $\varepsilon = 30\%$	105,4	78,3	111,9	100,3	64,5	51,1	61,6
$ch = 04$ $\varepsilon = 40\%$	109	74,2	111,7	94,1	68,7	51,4	54,4
$ch = 05$ $\varepsilon = 50\%$	110,9	70,8	65,9	53	53,7	54,1	67,2
$ch = 06$ $\varepsilon = 60\%$	111,5	61,7	67,7	56,5	55,6	59,1	58,1

Tableau 14. Evolution de la dureté HV du cuivre en fonction du temps de recristallisation

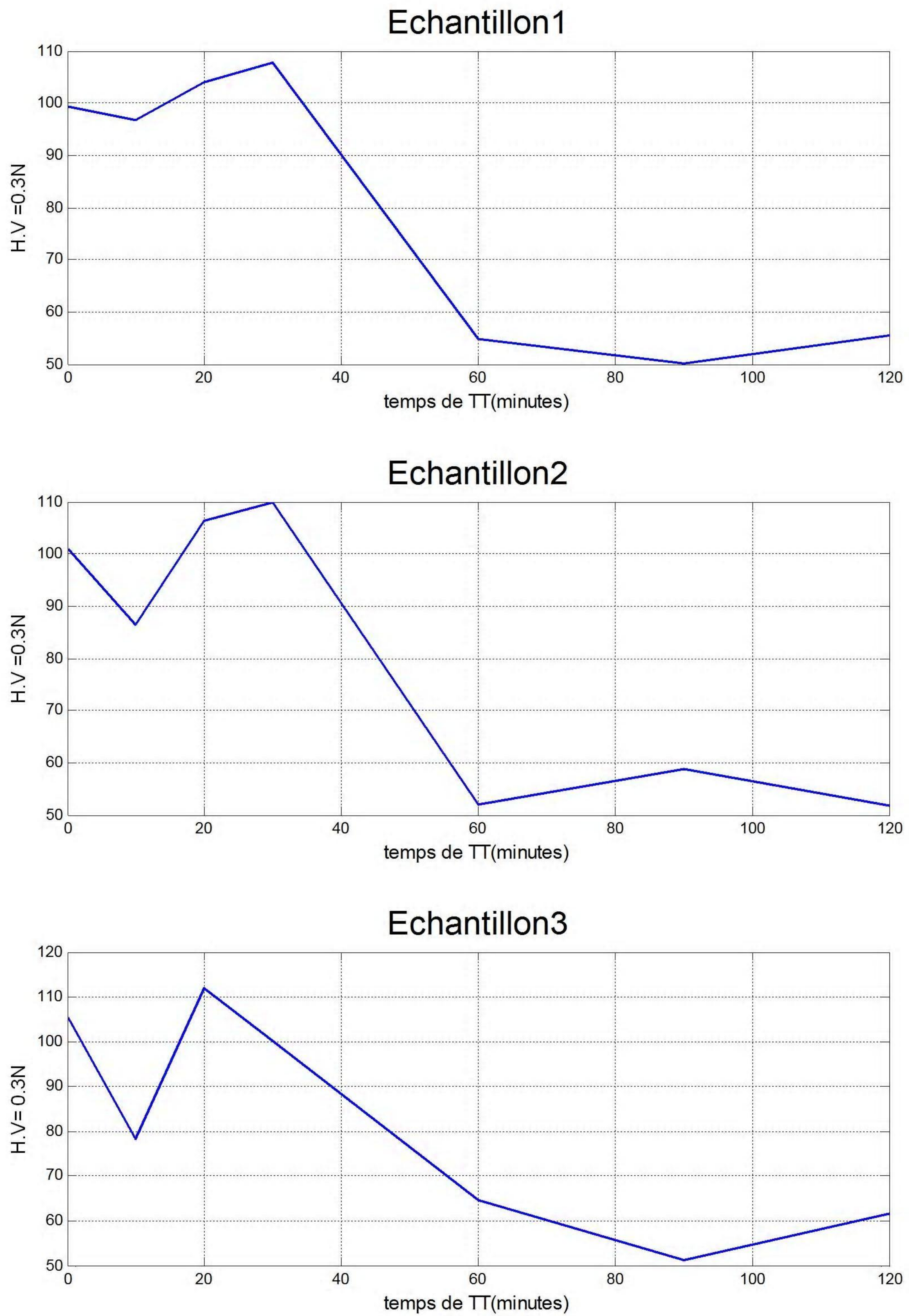


Figure 37. Evolution de la dureté HV du cuivre en fonction de la durée de recuit de recristallisation (a) échantillon 1 ($\epsilon = 10\%$), (b) échantillon 2 ($\epsilon = 20\%$), (c) échantillon 3 ($\epsilon = 30\%$)

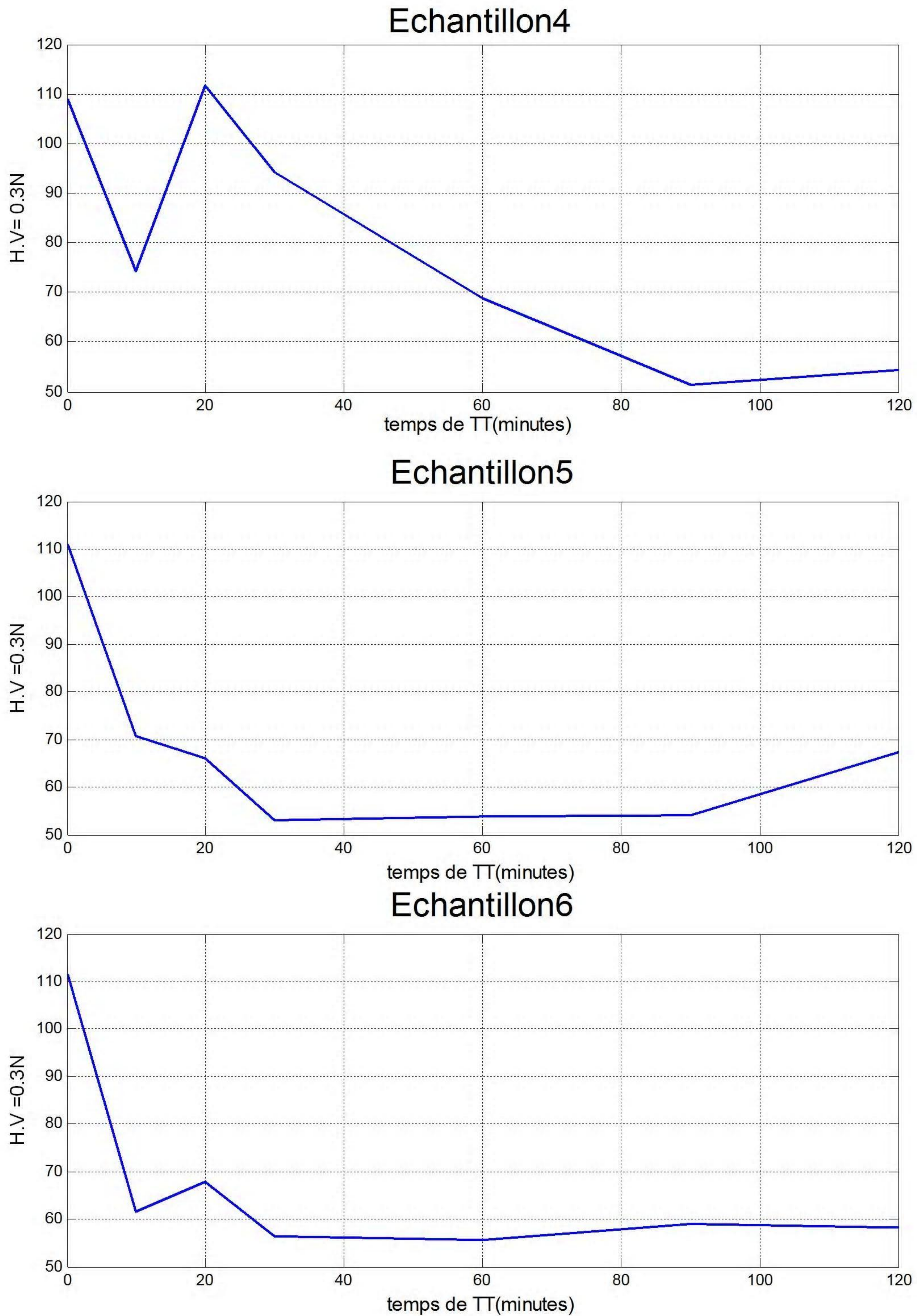


Figure 38. Evolution de la dureté HV du cuivre en fonction de la durée de recuit de (d) échantillon 4 ($\epsilon= 40\%$), (e) échantillon 5, ($\epsilon= 50\%$), (f) échantillon 6 ($\epsilon= 60\%$)

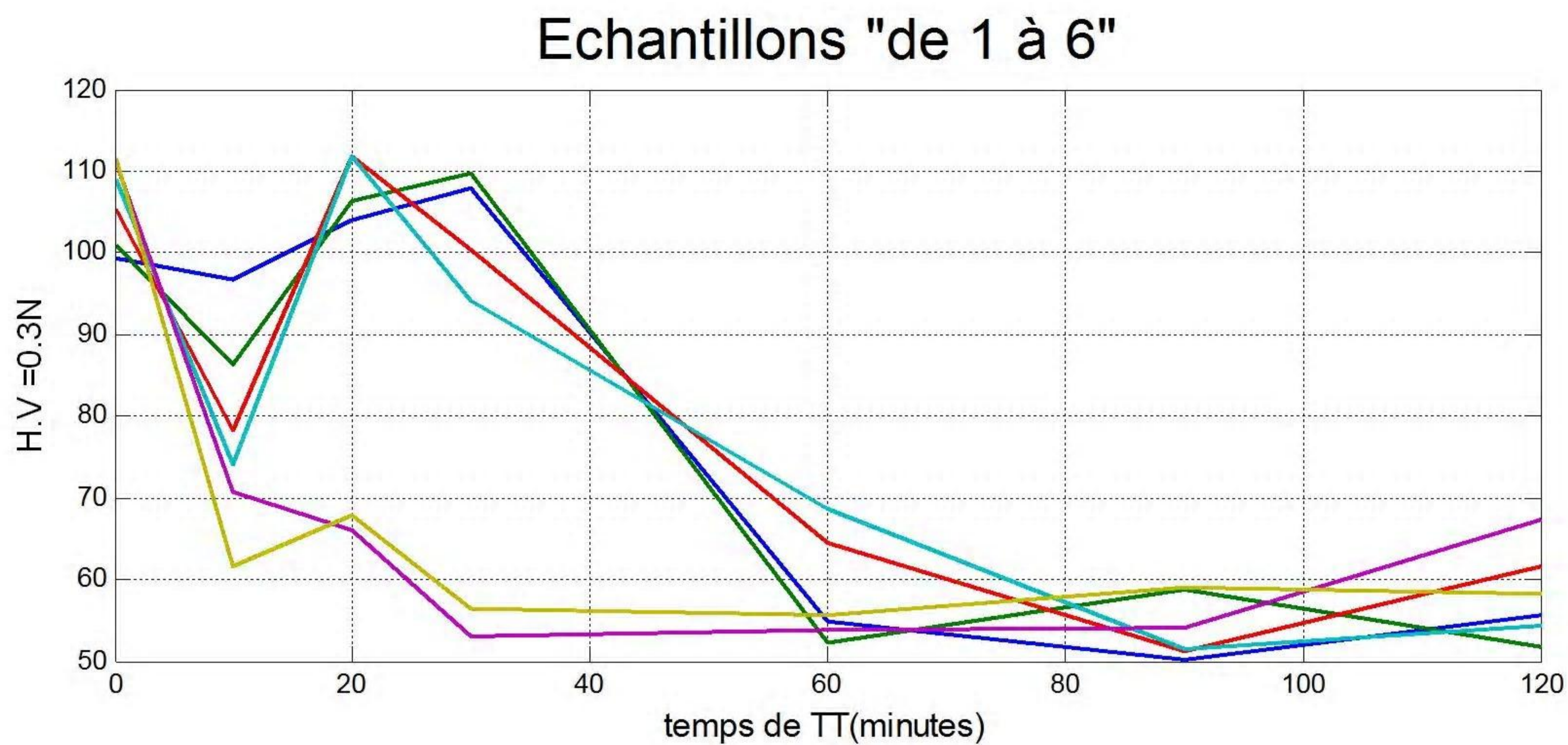


Figure 39. Evolution de la dureté HV du cuivre en fonction de la durée de recuit de recristallisation (a) échantillon 1 ($\epsilon=10\%$), (b) échantillon 2, ($\epsilon=20\%$), (c) échantillon 3 ($\epsilon=30\%$) (d) échantillon 4 ($\epsilon=40\%$), (e) échantillon 5, ($\epsilon=50\%$), (f) échantillon 6 ($\epsilon=60\%$)

3.3.2. Le cas de l'aluminium

Deuxième métal étudié dans le cadre de ce travail est l'aluminium pur, utilisé comme câbles électriques dans le transport de l'énergie électrique. Donc comme il a été mentionné auparavant que Le tréfilage conduit à la formation de défauts cristallins, tels que lacunes et dislocations, conduisant à l'élévation de la dureté, donc à l'augmentation de la résistivité, une caractéristique très importante pour la conductibilité et le rendement du câble. Donc des traitements thermomécaniques appropriés peuvent améliorer les caractéristiques mécaniques, électriques et cristallographiques du câble (l'affinement du grain est aussi d'une importance capitale pour ces caractéristiques).

Pour la mise en évidence de l'effet de taux de déformation sur la structure et les propriétés mécaniques lors des recuits de recristallisation, plusieurs échantillons à différents taux de déformation ont été utilisés et deux techniques expérimentales ont été utilisées à cet égard à savoir la microscopie optique et la dureté Vickers (HV)

Pour les premiers temps de recuit (10 et 20 minutes) et pour tous les taux de déformation, la structure évolue vers un état où la texture est beaucoup moins prononcée figures 40c, 41c, 42c, 43c, 44c et 45c, ceci s'accompagne par un léger adoucissement de l'aluminium (chute de la dureté HV) figures 46, 47 et 48 Ce stade peut être considéré comme la restauration.

Après des temps de recuit plus longs (plus de 20 minutes), l'effet du taux de déformation est appréciable, et on peut constater que l'affinement du grain est plus prononcé dans les échantillons à taux de déformation élevés (plus de 35%) figures 40d, 41d, 42d, 43d, 44d et 45d. De même l'adoucissement du métal n'est pas aussi à négliger, figures 46, 47 et 48. La diminution de HV s'effectue dans le même sens que l'affinement du grain.

Cependant le prolongement de la durée de recuit a conduit à un grossissement des grains pour tous les taux de déformation.

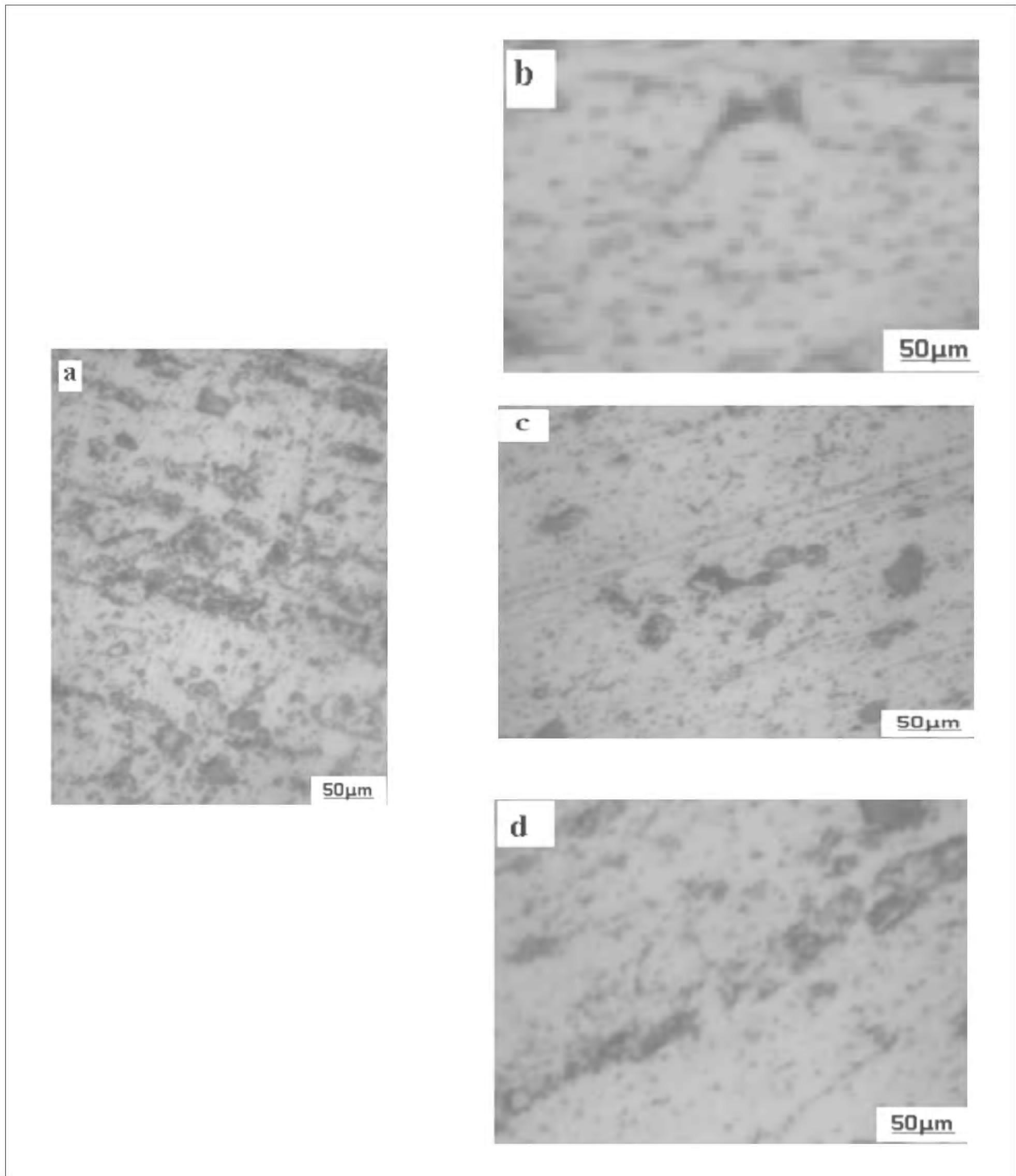


Figure 40. Evolution structurale de l'aluminium a- état brut, b- écroui ($\epsilon = 10\%$), c- recuit à 200 C° pendant 30 min et d- recuit 200 C° pendant 120 min

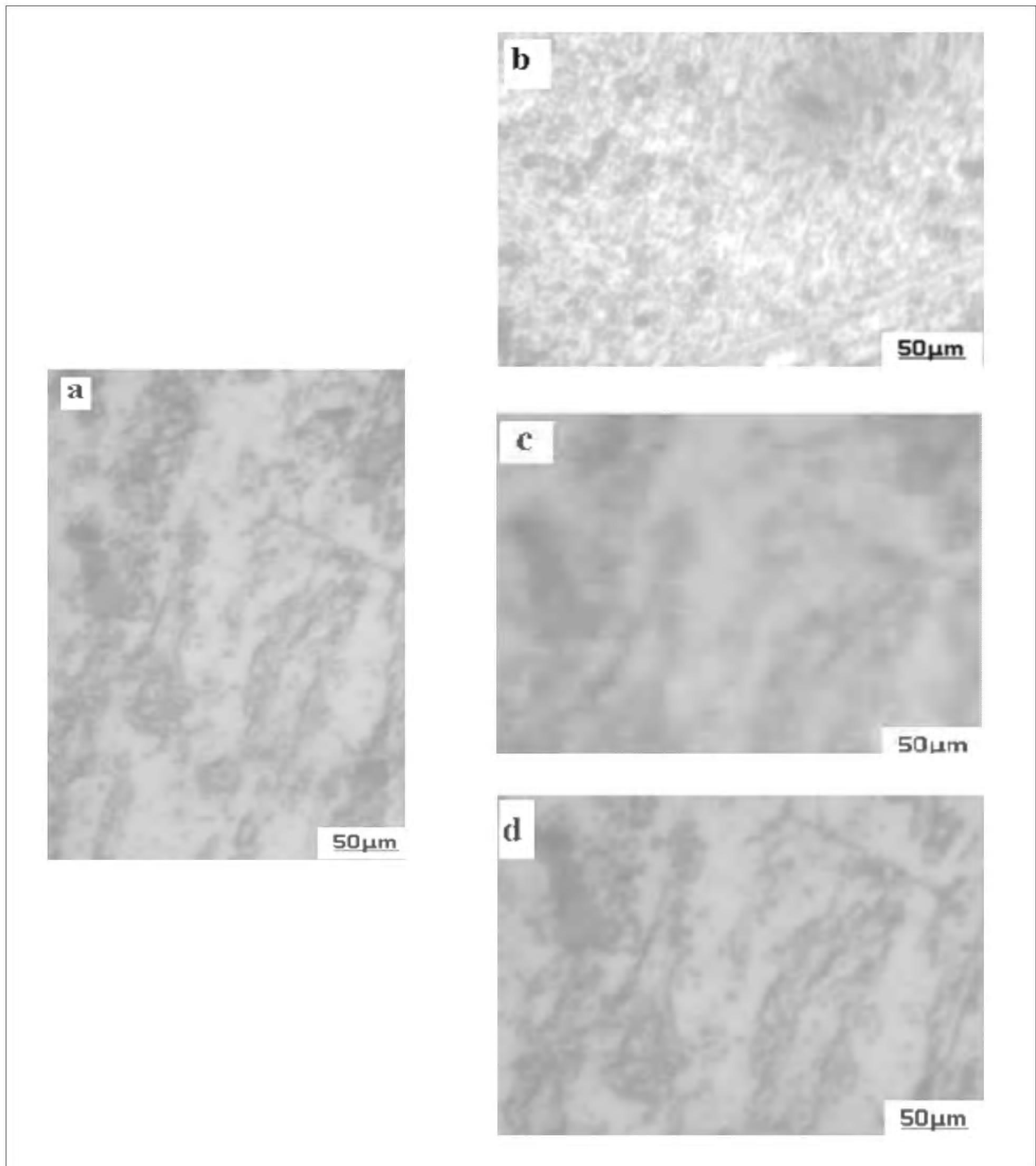


Figure 41. Evolution structurale de l'aluminium a- état brut, b- écroui ($\varepsilon = 20\%$), c- recuit à 200 C° pendant 30 min et d- recuit 200 C° pendant 120 min

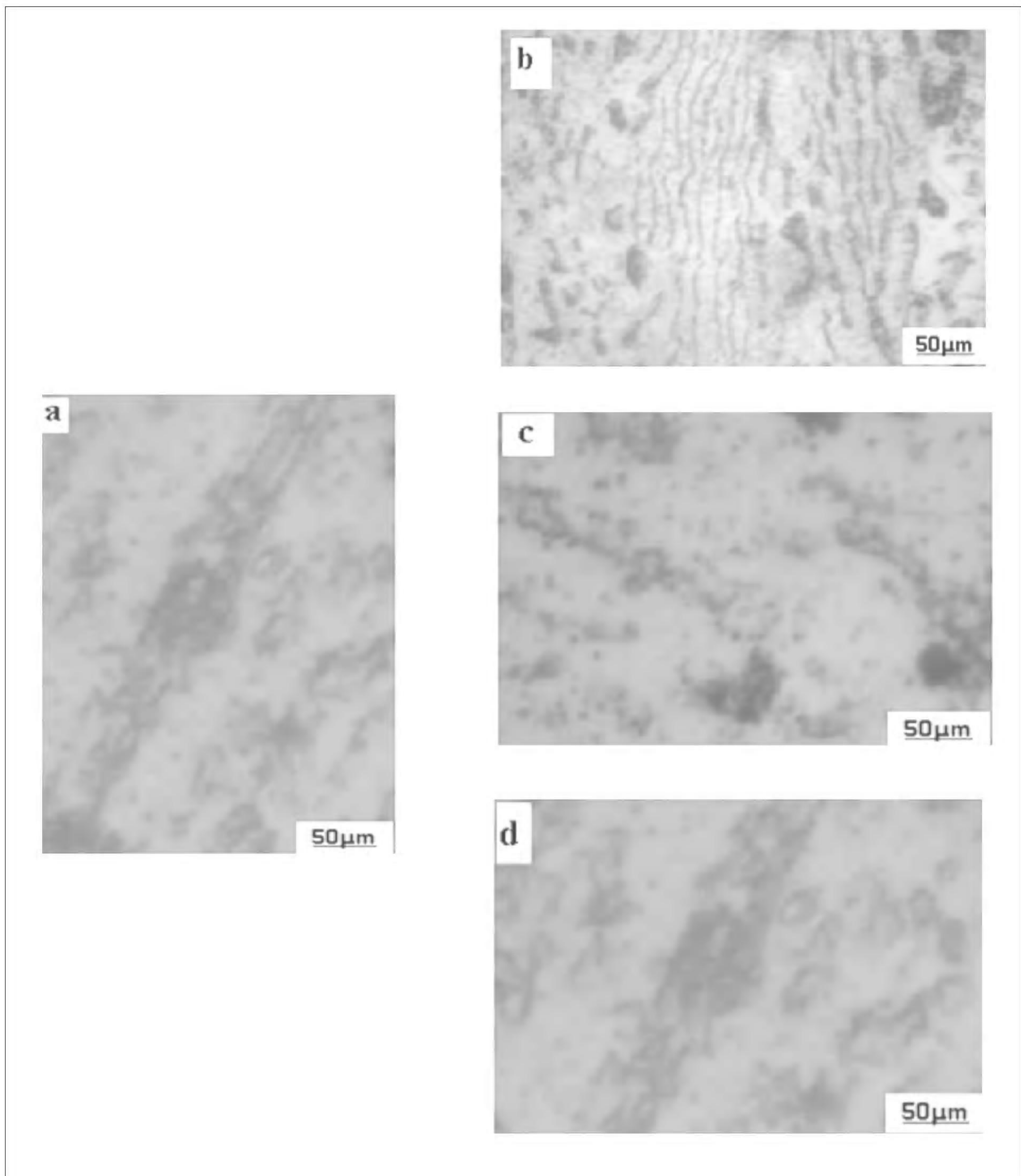


Figure 42. Evolution structurelle de l'aluminium a- état brut, b- écroui ($\epsilon = 30\%$), c- recuit à 200 C° pendant 30 min et d- recuit 200 C° pendant 120 min

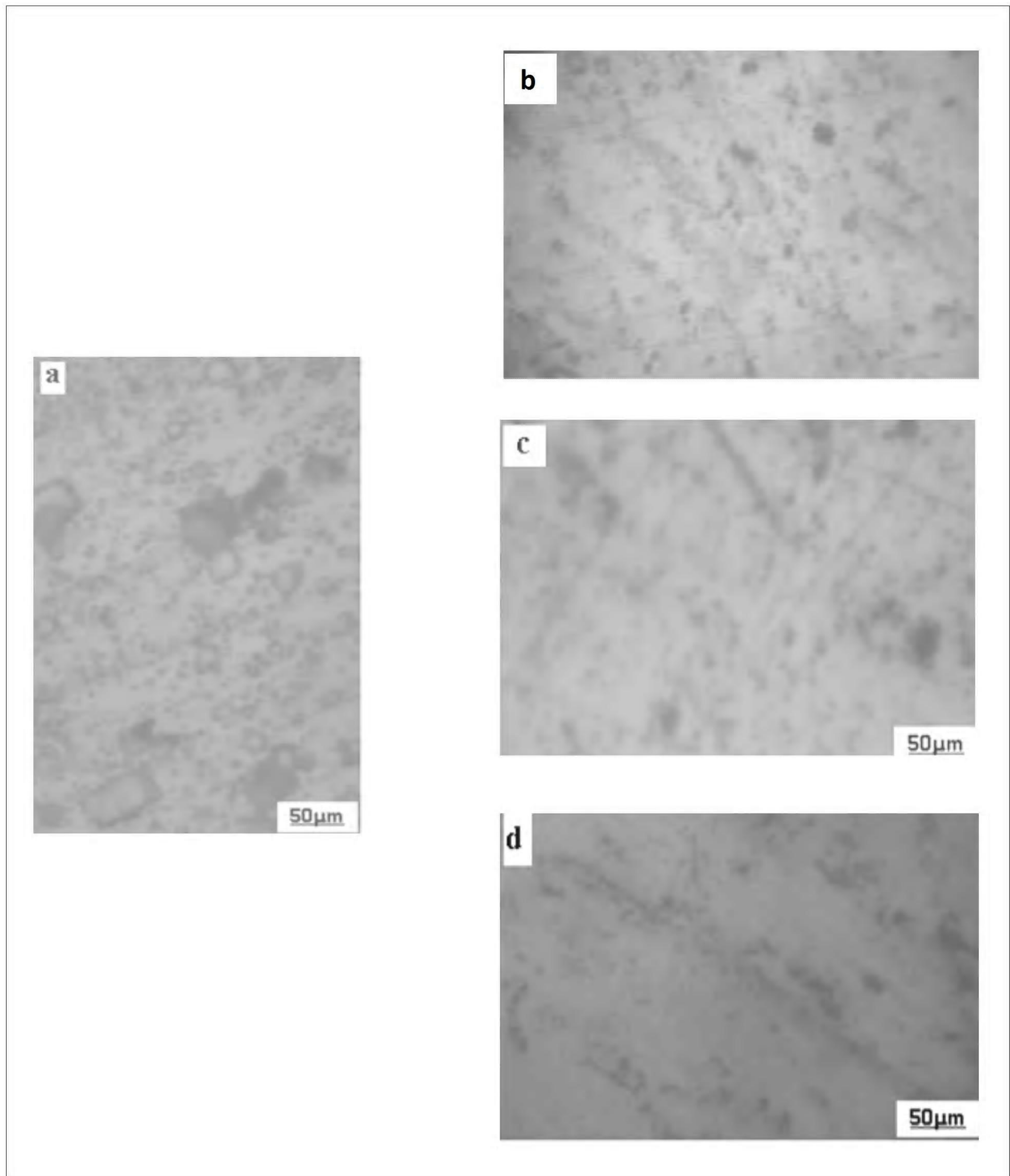


Figure 43. Evolution structurale I de l'aluminium a- état brut, b- écroui ($\epsilon = 40\%$), c- recuit à 200 C° pendant 30 min et d- recuit 200 C° pendant 120 min

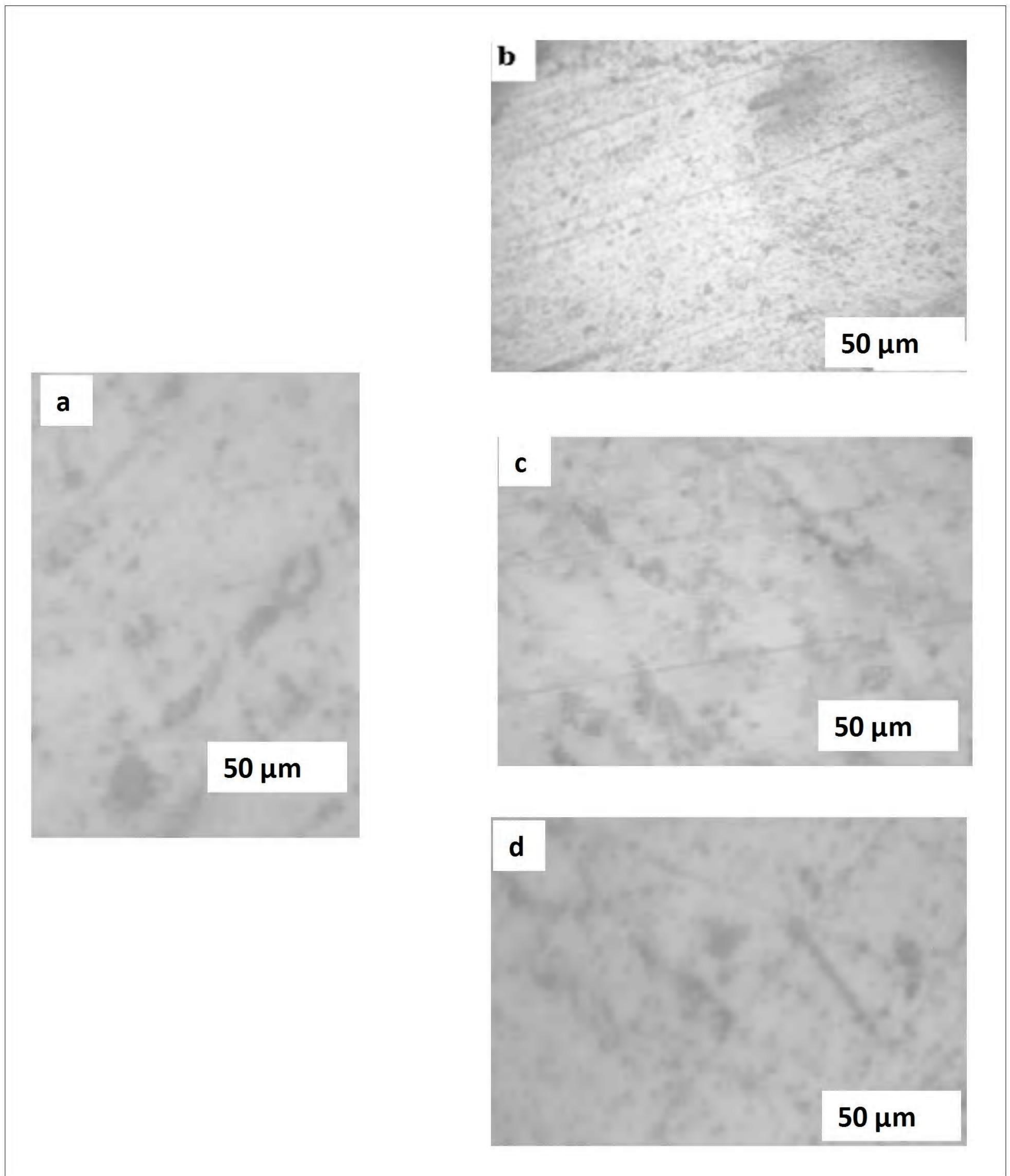


Figure 44. Evolution structurale de l'aluminium a- état brut, b- écroui ($\epsilon = 50\%$), c- recuit à 200 C° pendant 30 min et d- recuit 200 C° pendant 120 min

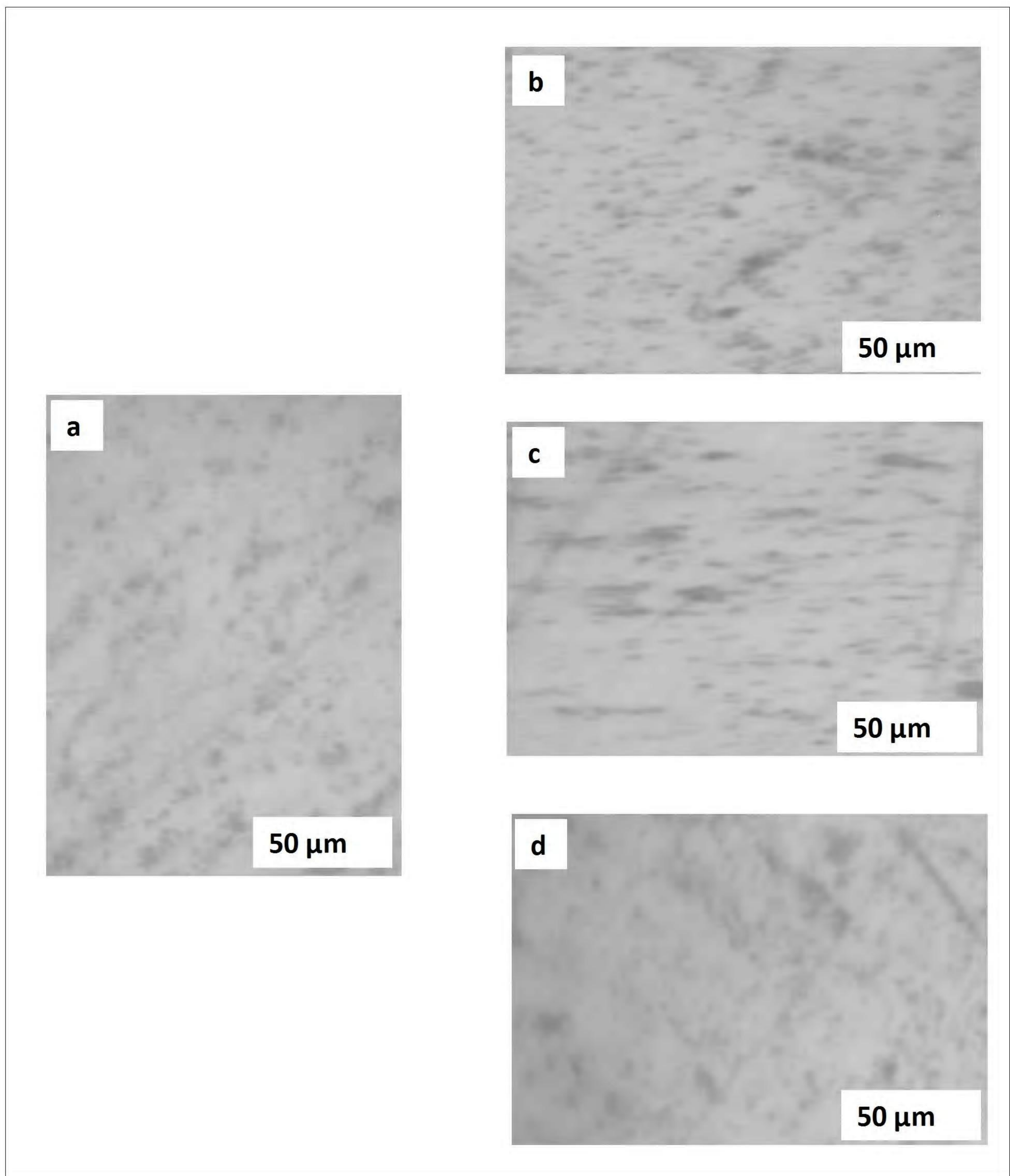


Figure 45. Evolution structurale de l'aluminium a- état brut, b- ecroui ($\epsilon = 60\%$), c- recuit à 200 °C pendant 30 min et d- recuit 200 °C pendant 120 min

Durté pour chaque TT Echan	H.V						
	Avant les T.thermiq ue	10m	20m	30m	60m	90m	120m
Ch=01 $\epsilon=10\%$	45.8	44.2	43.3	42.4	42.4	42	42
Ch=02 $\epsilon=20\%$	47.8	46.1	45.9	44.6	43.3	42,7	41,5
Ch=03 $\epsilon=30\%$	49.5	48.6	47.7	46.7	45.4	44,3	41.4
Ch=04 $\epsilon=40\%$	53.1	54.9	53.8	52.1	46.2	44,5	41.6
Ch=05% $\epsilon=50\%$	55.4	54.1	52.0	51.5	49.1	44,4	41.2
Ch=06 $\epsilon=60\%$	59.3	57.8	53.4	49.7	45.4	43	41.1

Tableau 15. Evolution de la dureté HV de l'aluminium en fonction du temps de recristallisation

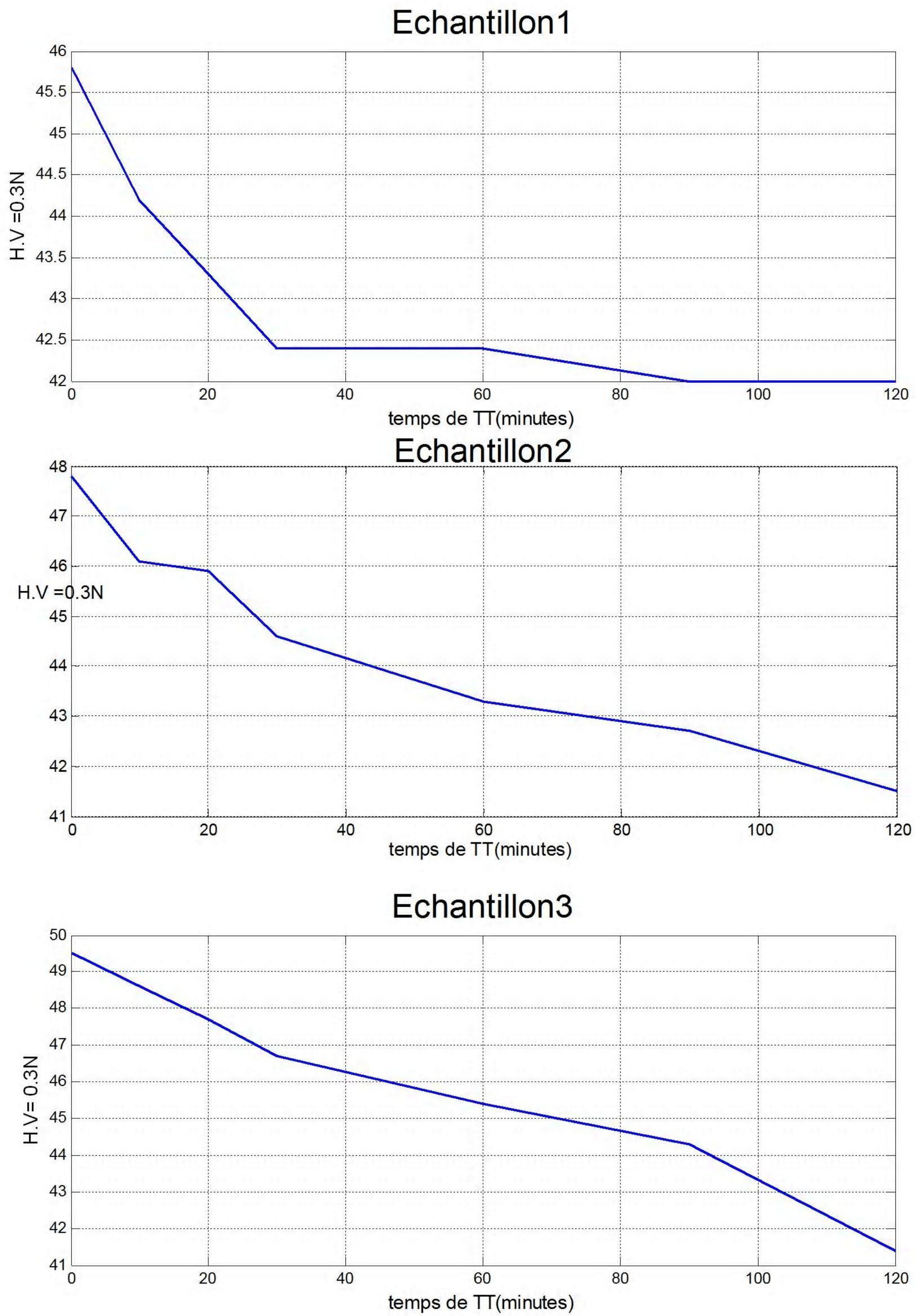


Figure 46. Evolution de la dureté HV de l'aluminium en fonction de la durée de recuit de recristallisation (a) échantillon 1 ($\epsilon = 10\%$), (b) échantillon 2, ($\epsilon = 20\%$), (c) échantillon 3 ($\epsilon = 30\%$)

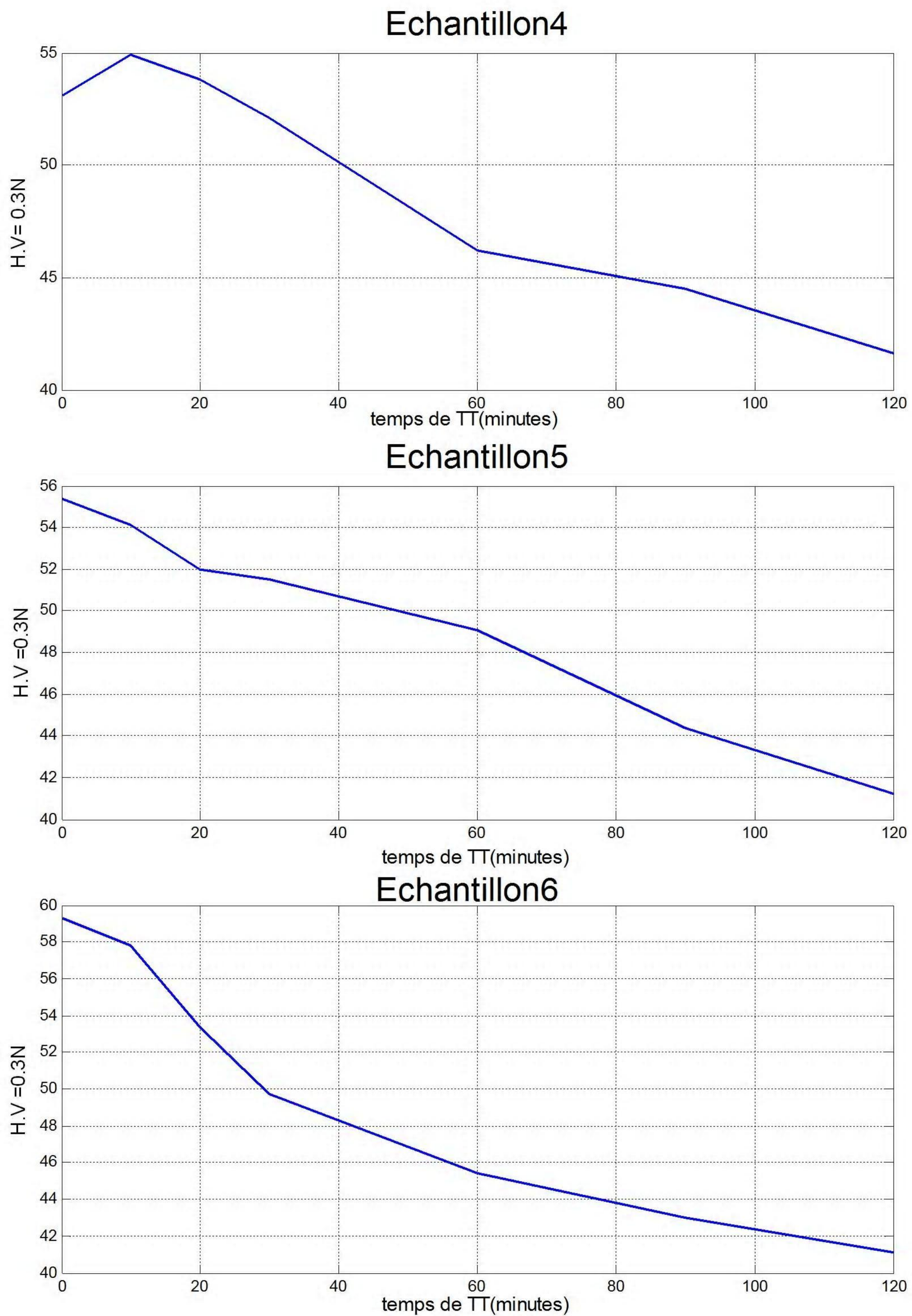


Figure 47. Evolution de la dureté HV de l'aluminium en fonction de la durée de recuit de recristallisation (d) échantillon 4 ($\epsilon= 40\%$), (e) échantillon 5, ($\epsilon= 50\%$), (f) échantillon 6 ($\epsilon= 60\%$)

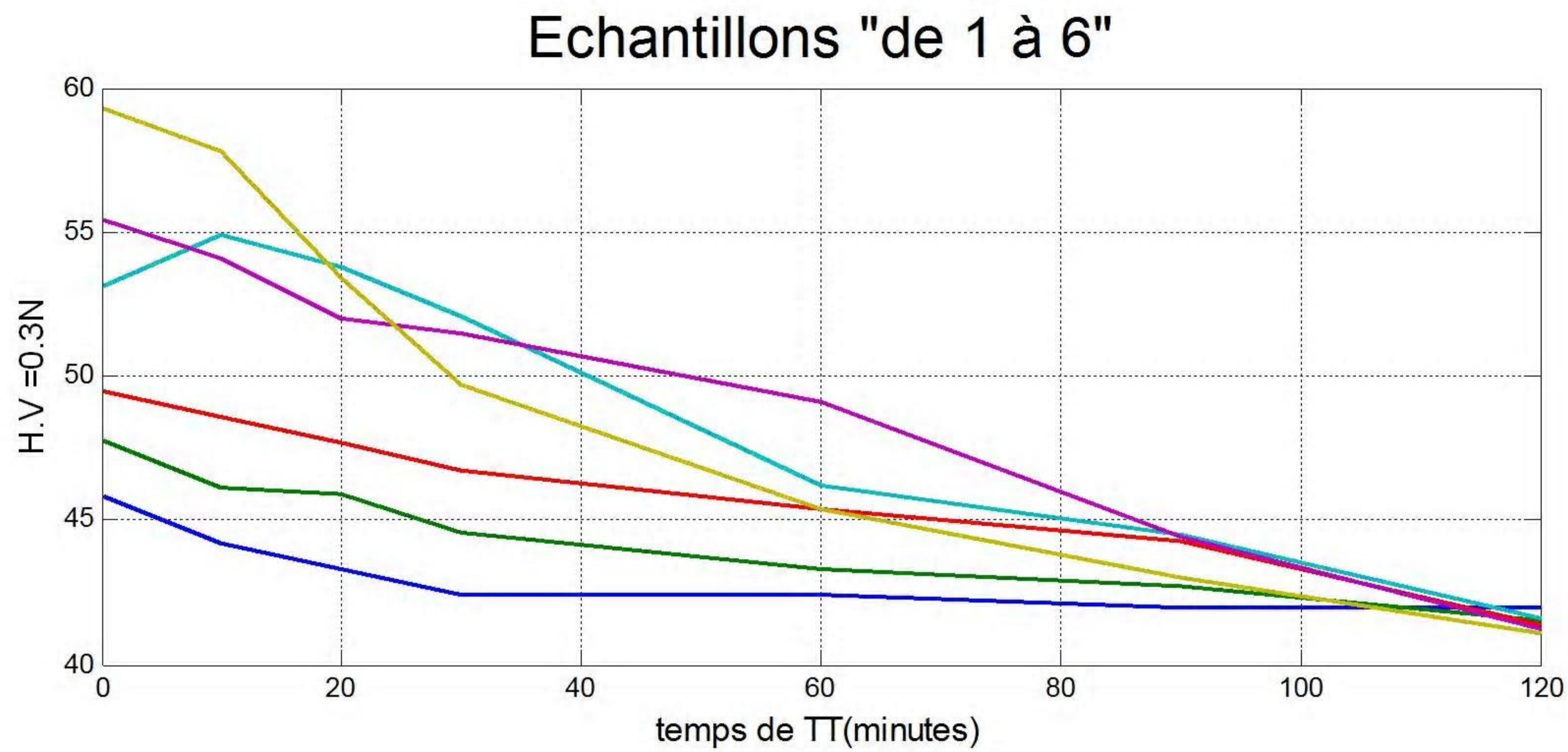


Figure 48. Evolution de la dureté HV de l’aluminium en fonction de la durée de recuit de recristallisation (a) échantillon 1 ($\epsilon= 10\%$), (b) échantillon 2, ($\epsilon= 20\%$), (c) échantillon 3 ($\epsilon= 30\%$) (d) échantillon 4 ($\epsilon= 40\%$), (e) échantillon 5, ($\epsilon= 50\%$), (f) échantillon 6 ($\epsilon= 60\%$)

3.3.3. Essais de corrosion

3.3.3.1. Le cas de l’aluminium

Les courbes de polarisation potentiodynamique pour l’aluminium pur en milieu acide Hcl (1m) sont présentées par les figures 49,50 et51. Le tableau16 présente les résultats d’expérience de polarisation potentiodynamique de l’aluminium dont le potentiel de corrosion de l’aluminium est de l’ordre de -737,7 mv (fig.50.). La polarisation anodique augmente dans le sens de la vitesse de dissolution active. La courbe de polarisation anodique de l’aluminium comporte donc dans le domaine actif situé entre E_{corr} et $E_{corr}+50mv$, une dissolution active de l’aluminium selon l’équation $Al \rightarrow Al^{+3} + 3e$.

Les électrons libérés de la dissolution active sont repris par H^+ selon l’équation $2H^+ + 2e \rightarrow H_2$

Le type de corrosion est uniforme à sa vitesse est lente $I_{corr} = 26,0486 Ma$.

E_{free} (mv)	E_{cor} (mv)	I_{cor} (mA/cm ²)	B_c (mv)	B_a (mv)	R_p (ohm.cm ²)
-750	-737.7	26.0486	-200.4	187.7	1.13

Tableau 16. Corrosion de l’aluminium

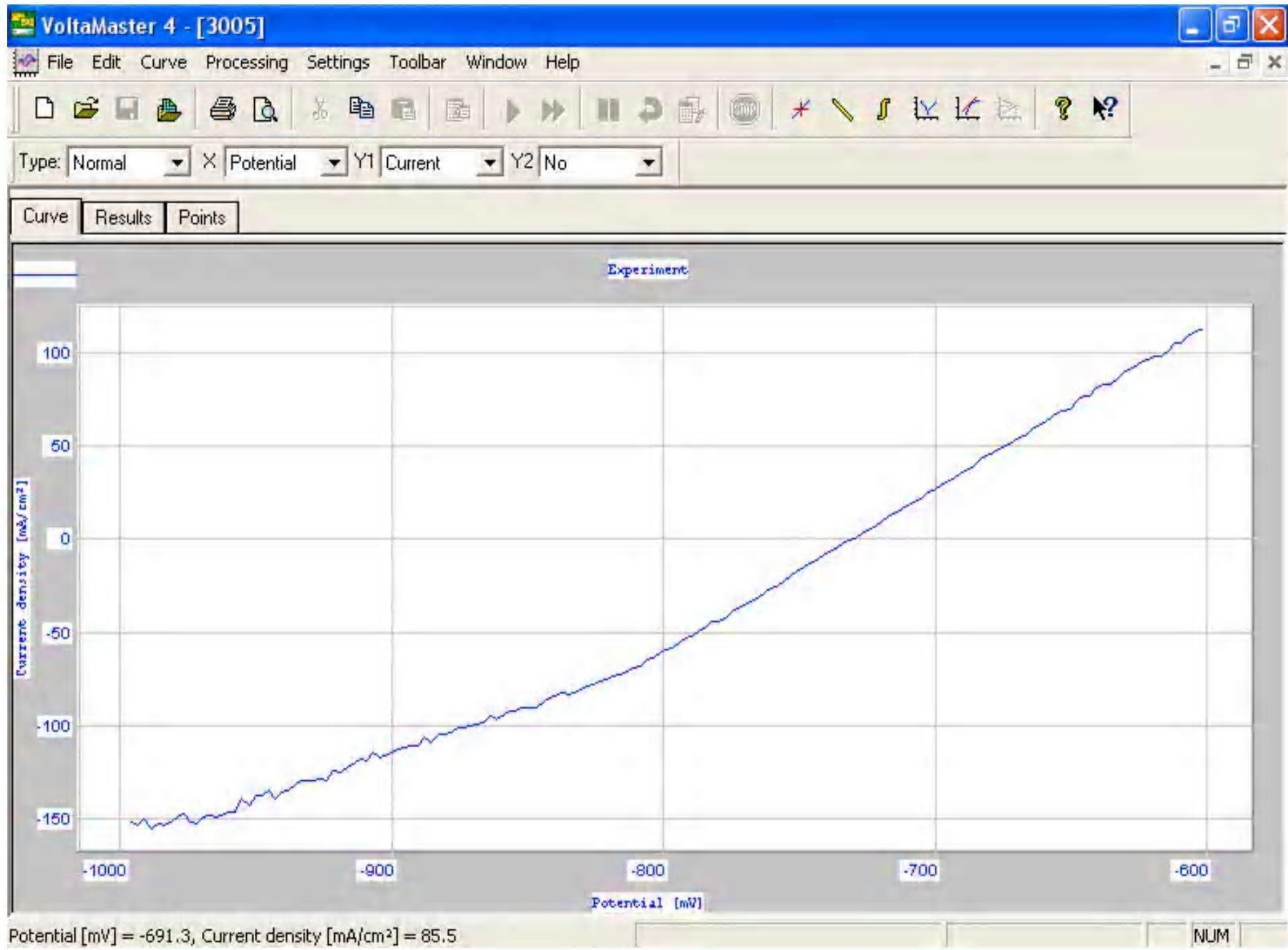


Figure 49. Courbe de polarisation linéaire d'Al de I (mA/cm²) en fonction de E (mv)

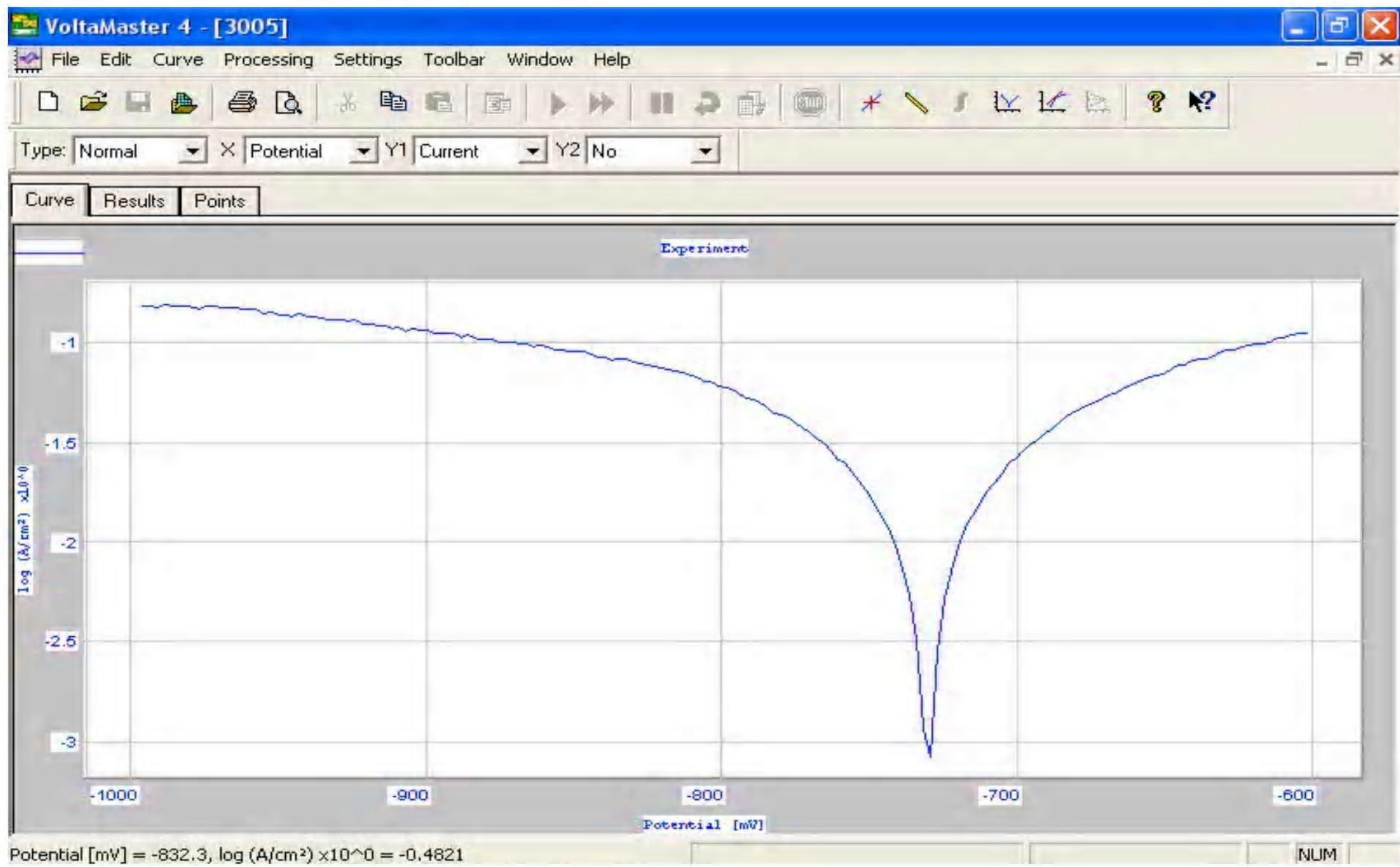


Figure 50. Courbe de polarisation logarithmique d'Al de I log (mA/cm²) en fonction de E (Mv)

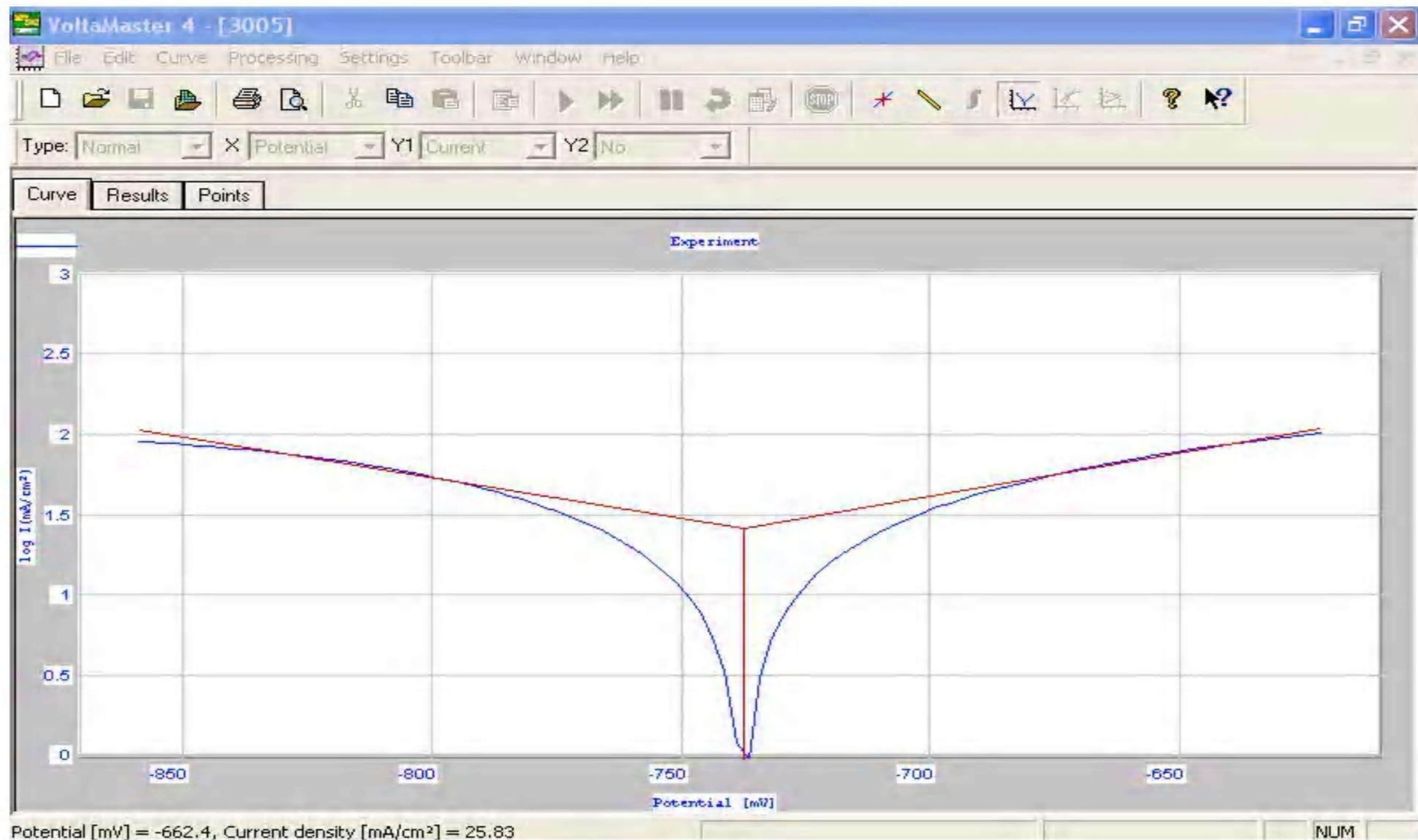


Figure 51. Courbe d'extrapolation droite de Tafel pour Al de $I(\text{mA}/\text{cm}^2)$ en fonction de E (mv)

3.3.3.2. Le cas du cuivre

Les courbes de polarisation potention-dynamique du cuivre pur en milieu acide HCl (1ml) sont présentées par les figures 52, 53 et 54. Le tableau.17. Présente les résultats de l'expérience de polarisation potentiodynamique du cuivre dont le potentiel de corrosion est de l'ordre de $-266,4$ mv (fig.53). La polarisation anodique augmente dans le sens de la vitesse de dissolution active. La courbe de polarisation anodique du cuivre comporte donc dans le domaine actif situé entre E_{corr} et $E_{\text{corr}}+50\text{mv}$, une dissolution active du cuivre selon l'équation $\text{Cu} \rightarrow \text{Cu}^{+2} + 2\text{e}$. Les électrons libérés de la dissolution active sont repris par H^+ selon l'équation $2\text{H}^+ + 2\text{e} \rightarrow \text{H}_2$. Le type de corrosion est uniforme à sa vitesse est lente $I_{\text{corr}} = 10,6793 \text{ Ma}$.

E_{free} (mv)	E_{cor} (mv)	I_{cor} (mA/cm ²)	B_c (mv)	B_a (mv)	R_p (kohm.cm ²)
-260	-266.4	10.6793	-121.8	77.6	1.28

Tableau.17. Corrosion du cuivre

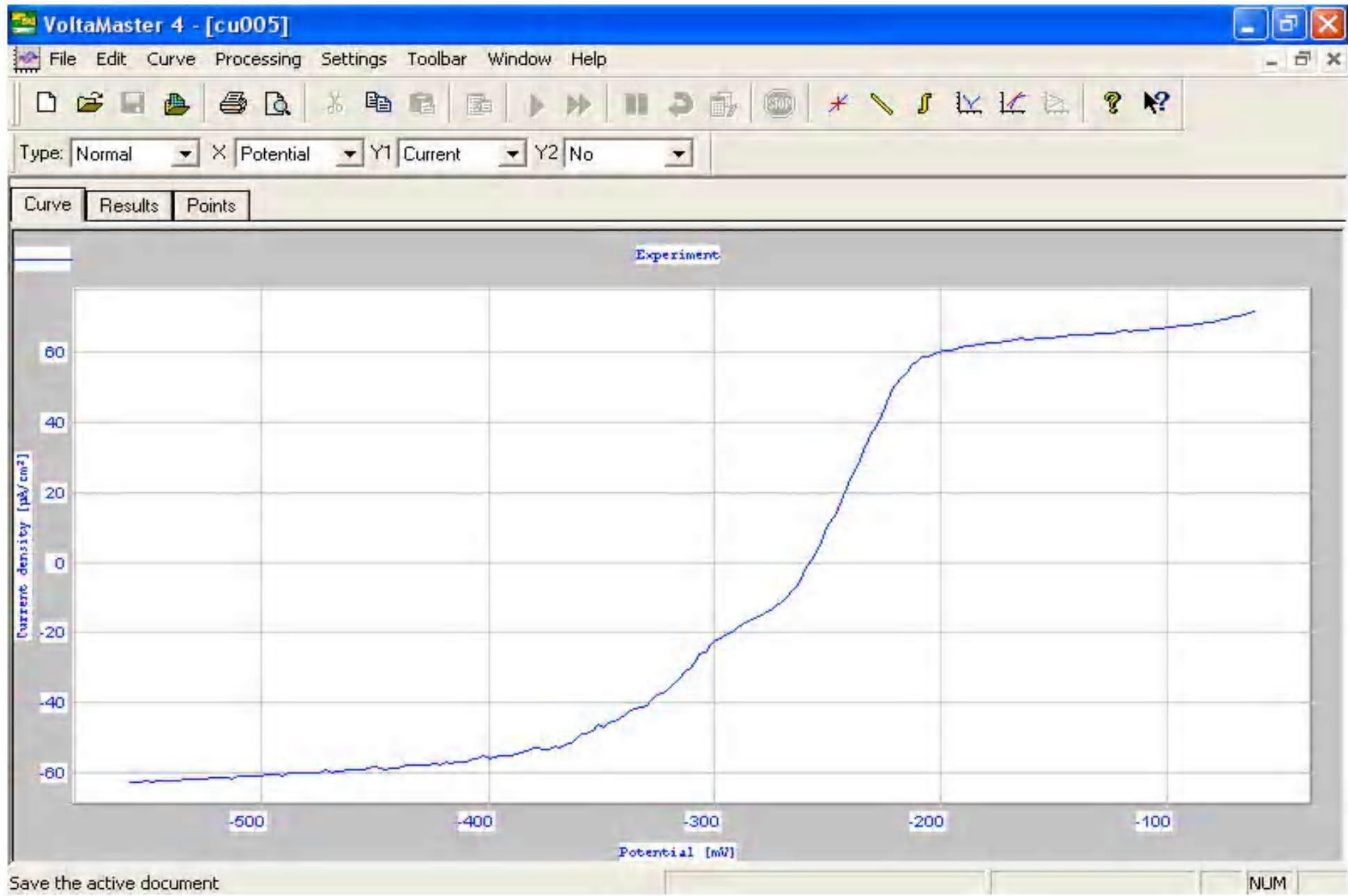


Figure 52. Courbe de polarisation linéaire du Cu de I (mA/cm²) en fonction de E (Mv)

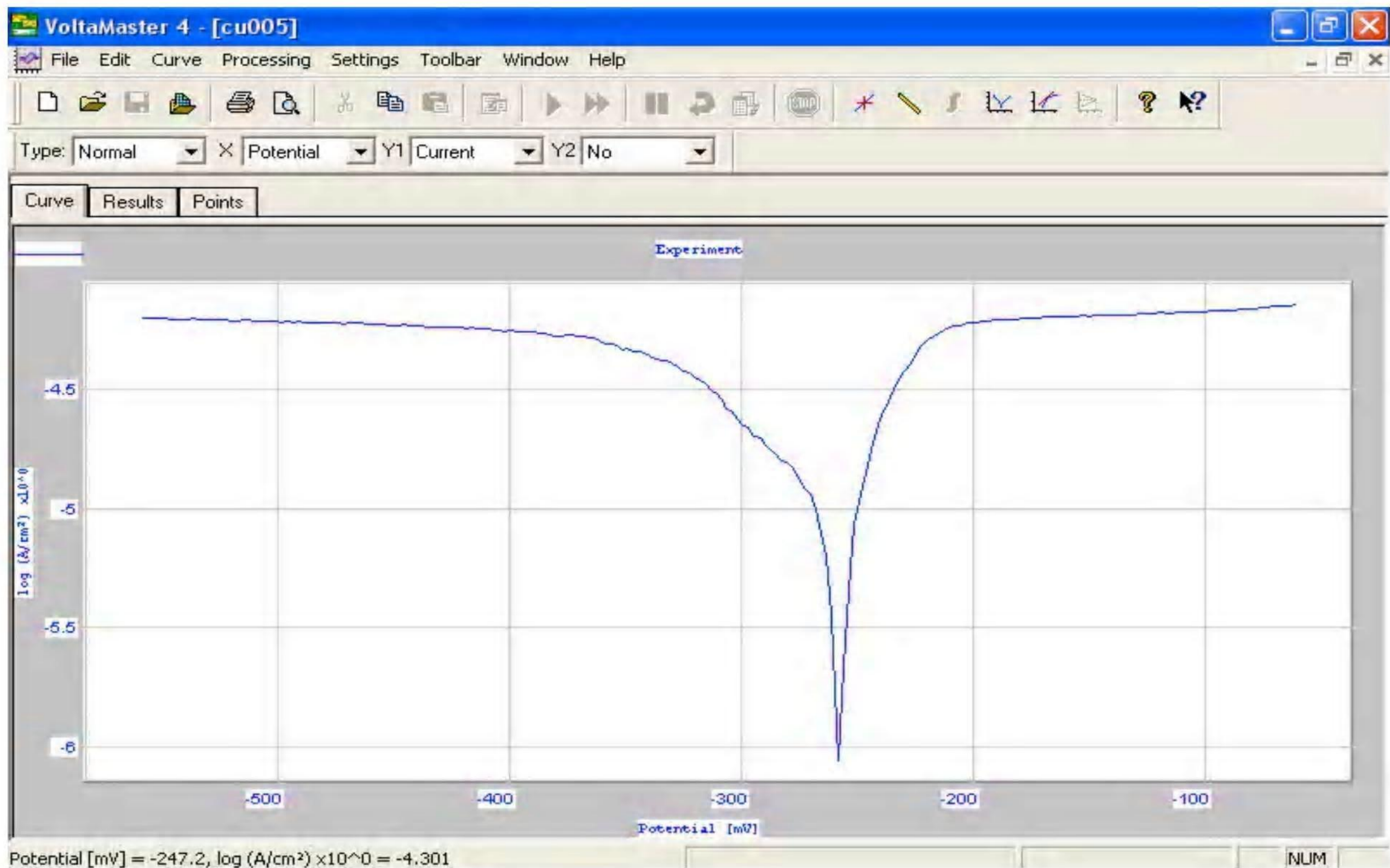


Figure 53. Courbe de polarisation logarithmique du Cu de Ilog (mA/cm²) en fonction d E (Mv)

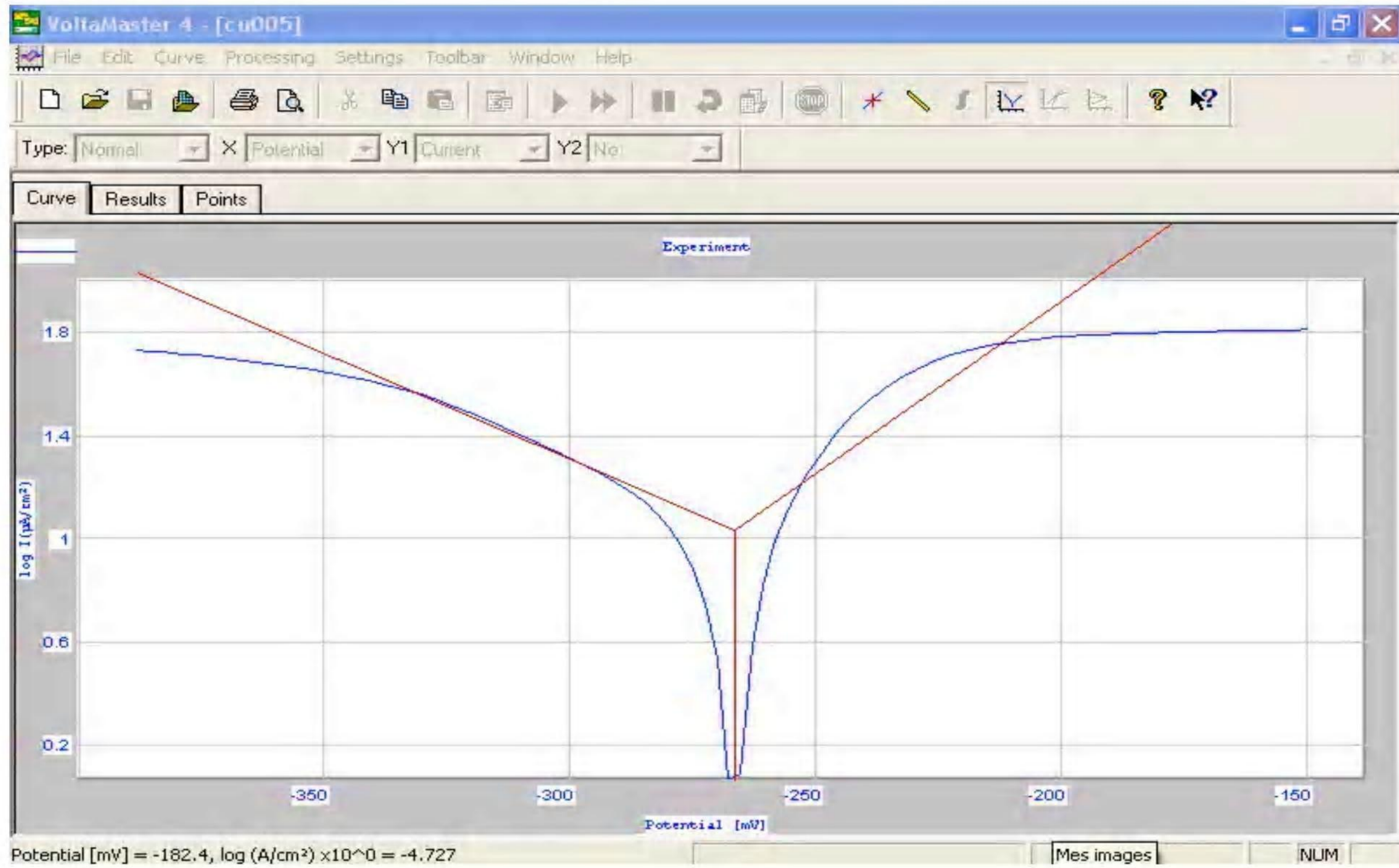
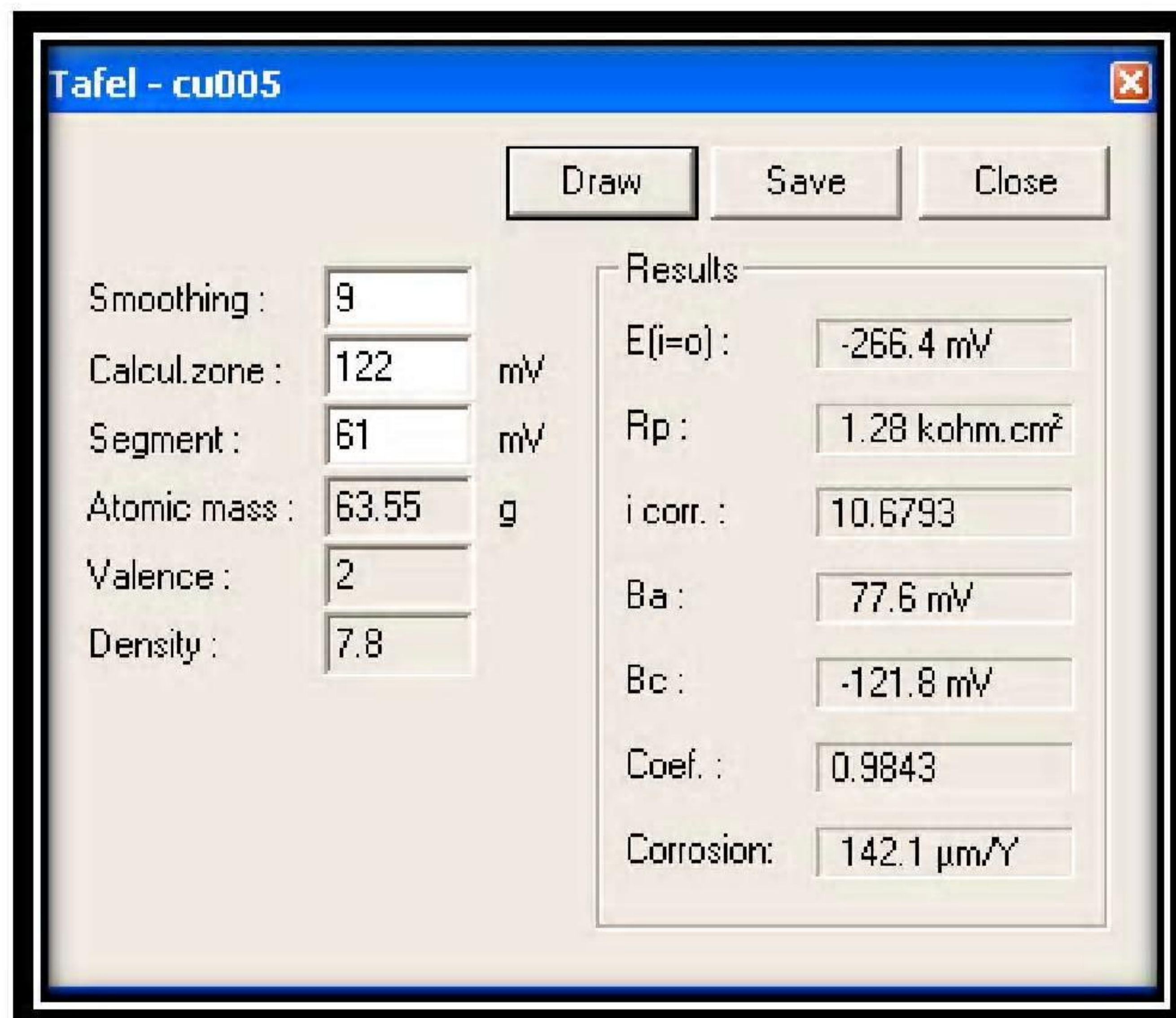


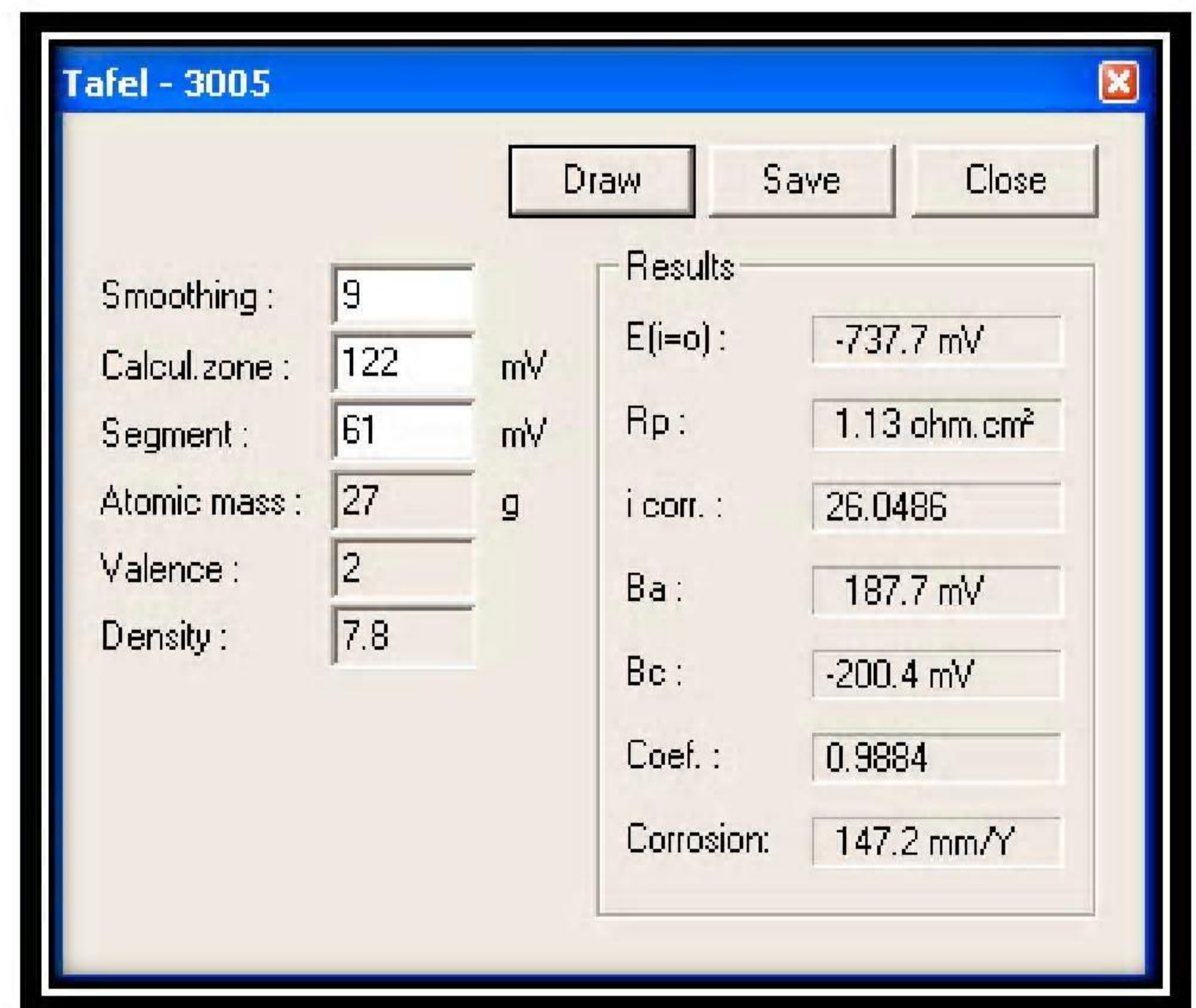
Figure 54. Courbe d'extrapolation droite de Tafel pour Cu de $I(\mu\text{A}/\text{cm}^2)$ en fonction de E (mV)

3.3.3.3. Comparaison entre le cuivre et l'aluminium

A partir des résultats cités on peut en conclure, que le cuivre a une vitesse de corrosion très lente que celle de l'aluminium (Figure 55). Donc le cuivre est plus résistant à la corrosion grâce à ses meilleures propriétés électrochimiques.



Tafel Cu



Tafel Al

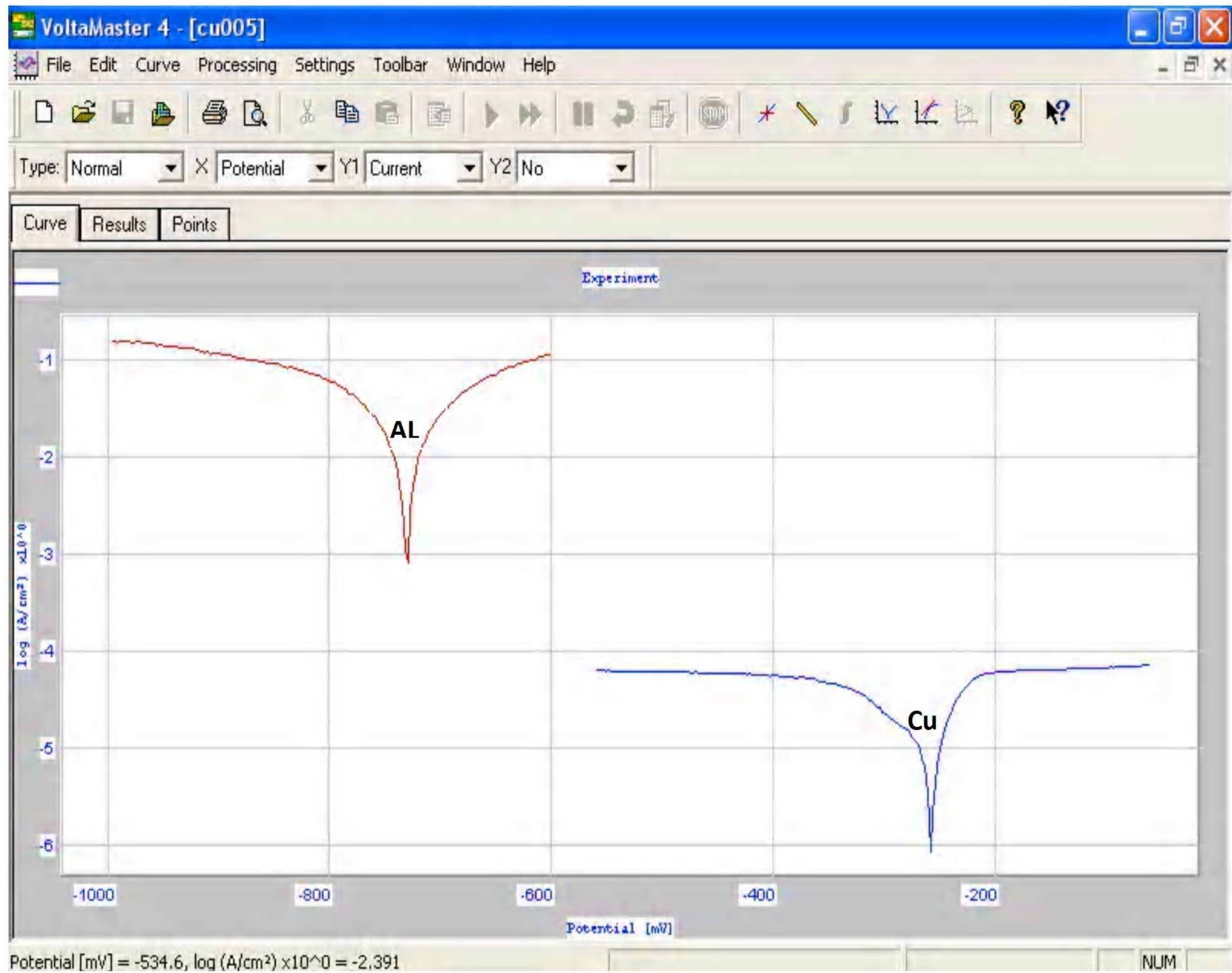


Figure.55. Courbe de polarisation logarithmique du Cu et Al de I_{log} (mA/cm²) en fonction de E (Mv)

CONCLUSION GENERALE

Les résultats de cette étude mettent en évidence l'influence du taux de déformation sur la taille des grains lors du recuit du Cuivre et de l'aluminium purs écrouis et recuits. C'est le stade initial qui est le plus sensible à la différence du taux de déformation. La recristallisation s'est produite instantanément et dans tous les échantillons quelque soit leur taux de déformation.

La croissance du grain n'a pas évoluée de la même cinétique pour tous les échantillons et elle est accompagnée d'une diminution de la dureté HV (élévation de la ductilité). Les valeurs maximales du degré d'affinement du grain sont obtenues dans le cas des échantillons à taux de déformation supérieur à 30% et enfin une compétition entre la germination et la croissance du grain a été observée à cette température.

Pour les premiers temps de recuit (10 et 20 minutes) et pour tous les taux de déformation, la structure évolue vers un état où la texture est beaucoup moins prononcée, ceci s'accompagne par un léger adoucissement de l'aluminium (chute de la dureté HV), ce stade peut être considéré comme la restauration

Après des temps de recuit plus longs plus de 20 minutes, l'effet du taux de déformation est appréciable, et on peut constater que l'affinement du grain est plus prononcé dans les échantillons à taux de déformation élevés. La diminution de HV s'effectue dans le même sens que l'affinement du grain.

Donc des traitements thermomécaniques appropriés peuvent améliorer les caractéristiques mécaniques, électriques et cristallographiques du câble (l'affinement du grain est aussi d'une importance capitale dans ce contexte.

Cependant le prolongement de la durée de recuit a conduit à un grossissement des grains pour tous les taux de déformation.

A partir des résultats cités on peut en conclure, que le cuivre a une vitesse de corrosion très lente que celle de l'aluminium.

Donc le cuivre est plus résistant à la corrosion grâce à ses meilleures propriétés électrochimiques.

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE.....	1
CHAPITRE 1 : PROCESSUS TECHNIQUE DU TREFLAGE CUIVRE ET L'ALUMINIUM	
1.1. INTRODUCTION	4
1.2. Outils et équipements industriels du tréfilage	6
1.2.1. La machine simple	6
1.2.2. Le lubrifiant	6
1.2.3. La filière	7
1.2.4. Les machines multiples	8
1.3. Etats de déformation	9
1.3.1. Déformation plastique dans les matériaux c.f.c	9
1.3.2. Mécanismes de déformation plastique	9
1.3.3. Plasticité des monocristaux	10
1.3.4. Systèmes de glissement.....	12
1.3.5. Maclage	13
1.3.6. Écrouissage d'un matériau	13
1.3.7. Traitement thermique des Matériaux écrouis	15
1.3.8. Conducteurs et résistances du cuivre et l'aluminium	16
1.3.8.1. Propriétés Mécaniques des conducteurs.....	17
1.3.8.2. Le cuivre –l'aluminium et les procédés de fabrication des conducteurs	19
1.3.8.3. La résistivité électrique	20
1.3.8.4. Effet des impuretés sur les conductivités et la résistivité électrique.....	22
CHAPITRE 2 : RECRISTALLISATION ET PROPRIETES CHIMIQUES	
2.1. Ecrouissage et défauts cristallins	24
2.2. Minimisation de l'énergie libre	26
2.3. Concentration de contraintes et écrouissage local.....	26

2.4. Multiplication des dislocations	27
2.5. Recristallisation	28
2.6. Restauration.....	28
2.7. Polygonisation	30
2.8. Recristallisation primaire	31
2.9. Les lois de la recristallisation primaire	32
2.10. Germination.....	33
2.11. Germination homogène	35
2.12. Germination hétérogène.....	36
2.13. Germination par coalescence des sous grains	37
2.14. Croissance	38
2.15. Recristallisation secondaire.....	38
2.16. Facteurs influant sur la cinétique de recristallisation.....	40
2.16.1. Le taux de déformation	40
2.16.2. Impuretés.....	40
2.16.3. Orientation des grains par rapport à la matrice	41
2.16.4. Paramètres du recuit	41
2.17. Migration des joints de grains	42
2.18. Texture de recristallisation du matériau tréfilé.....	42
2.19. Corrosion de l'aluminium et du cuivre	42
2.19.1. Corrosion du l'Aluminium.....	42
2.19.1.1. Couche d'Oxyde	42
2.19.2. Corrosion du cuivre.....	43
2.19.2.1. Oxydation du cuivre	43
2.20. Aspects électrochimique de la corrosion	45
2.20.1. Potentiel de corrosion	45
2.20.2. Courants anodique et cathodique	46
2.21. Propriétés chimiques du cuivre et l'aluminium.....	46

2.21.1. Propriétés chimiques du cuivre.....	46
2.21.2. Propriétés chimiques de l'Aluminium.....	47
CHAPITRE 3 : ALLIAGES ETUDIÉS ET METHODES EXPERIMENTALES	
3.1. Alliages étudiés	48
3.1.1. Traitements thermomécaniques	51
3.1.2. Préparation des échantillons	53
3.2. Méthodes expérimentales.....	54
3.2.1. Microscope optique (MO)	54
3.2.2. Dureté Vickers (HV)	54
3.2.3. Essais de corrosion.....	55
3.2.3.1. Mesures électrochimiques	55
3.3. Résultats et interprétation.....	56
3.3.1. Le cas du cuivre	56
3.3.2. Le cas de l'aluminium	67
3.3.3. Essais de corrosion	78
3.3.3.1. Le cas de l'aluminium	78
3.3.3.2. Le cas du cuivre	80
3.3.3.3. Comparaison entre le cuivre et l'aluminium	82
Conclusion Générale	84
Sommaire	85
Références bibliographiques.....	88

Références bibliographiques

- [1] Laverroix, M. Mise en forme des aciers inoxydables par tréfilage. La revue de métallurgie cite, (1993)
- [2] Simonnet, G. tréfilage de l'acier M645. Instruite des matériaux métalliques, techniques de l'ingénieur, 1996
- [3] Thèse de doctorat, Carole Levrau, Ecole des mines de paris (2006).
- [4] Mémoire de magister en physique, Abedlhak Ayad, Université de Constantine P4.
- [5] Thèse de doctorat, S. Jakani, Université de paris XI (2004).
- [6] G. Fontaine, journal de physique, vol 7. P201 (1991).
- [7] V.S. Ananthan, T. Leffers, N. Hansen, Materials Science and Technology, Vol7, P1069 (1991)
- [8] B.Bay, N. Hansen, D. A Hughes, D. Kahlman. Willsdorf, Acta Metallurgical and Materially, Vol40, P205 (1992)
- [9] Philibert.J. Cours de plasticité, ed, Paris onze, Université Paris-Sud (1991)
- [10] Humphreys. F. J et Hatherly. M. Recrystallization and related annealing phenomena. Pergamon (1995)
- [11] Bacroix. B et Jonas. J.J. Text microstruct. P267 (1988)
- [12] Maurice. C et Driver. J.H. Acta Métal. V41, P41, P1653 (1993)
- [13] Burno Chenal et Julian Driver, écrouissage d'alliages d'aluminium. M230. P1
- [14] thèse de doctorat. Fathallah Qods. Université Paul Verlaine de Metz P108 et P109 (2006)
- [15] Nouddine Bouaouadja. Matériaux métalliques, (OPU 1992)
- [16] Théodore Wilidi et Glibertsybill. Electronique 3^{ème} édition (1999)
- [17] Doglas et Giancoli. Physique général : électricité et magnétisme. P108 et 109
- [18] Francis lévy. Physique et technologie des semi conducteurs. P6 (1995)
- [19] Techniques de l'ingénieur, D292-7 (1994)
- [20] D. Willian. Sciences et génie des matériaux, 5^{ème} édition (2000)
- [21] K. E. Mackay and G. A Smith, Trans. Inst. Min. Vol. 75, P 269 (1966)
- [22] J. Hérenguel, □ Le cuivre et ses alliages □ , Métallurgie Spéciale, INSTN, Enseignement du 3^{ème} cycle
- [23] H. Pops, Influence des impuretés sur la résistivité électrique (1997)

- [24] V. Novikov, grain growth and control of microstructure and texture in polycrystalline, Matériels, CRC Press, Boca Roton, FL. USA, P24- 29 (1977)
- [25] Thèse de doctorat. S. Bensaada , Université de batna (2005)
- [26] Bernad. J, Michel. A, Philpert. J . Métal GénY, P405 (1972)
- [27] Martin. G, Levy. T, Oudar.J , Saada. G, Sainthort. G, Interfaces et surfaces en métallurgie, (1973)
- [28] R. Jank, Le tréfilage 39, Stuttgart, (1982)
- [29] Haessner. F. Recrys of Mettalic . Materials. Riedrer- verlag, GMBH (1978)
- [30] Wikipedia Encyclopedia
- [31] G. Liao, Etude expérimentale des cinétiques de recristallisation et de vitesses de migration des joints de grains dans le Nickel écroui, Université de Nantes (1988)
- [32] H. Hu, Proceedings of the Seventh Riso International symposium, edited by N. Hansen, D. Juul Jensen, T. Leffers, B. Ralph, Roskilde, Denmark, P75 (1986)
- [33] Mémoire magister. Smain Bourahla, Université de Constantine, P21 (2007)
- [34] Thèse de doctorat Chérif Diallo. Ecole Polytechnique Fédérale Lausanne, P5 (1983)
- [35] Mémoire magister, Boukharouba Abedelmalek. Université Med kheidre Biskra. P8 et 9
- [36] X. Huang, D. J. Jenssen and N. Hansen, proceeding of the Fourth international, Conférence on recristallisation related phenomena, the Japan institute of metals (1999)
- [37] G. Bernadn, Métallurgie générale, ed Maison. CIE (1969)
- [38] Thèse de doctorat Alain Isore. Ecole Polytechnique Fédérale Lausanne, P24 (1973)
- [39] J. Grewen, T. Nada, D. Scuer, Zeitschrift fur. Metallkunde, Vol67, P260 (1977)
- [40] P. A. Beck, P.R. Sperry, Journal of applied physics, vol. 21, P150 (1950)
- [41] J.E. Baily, P.B. Hirsch, proceedings society of London A, Vol 267, P11 (1962)
- [42] Mémoire magister, Biskri, Université de Constantine P26 (2009)
- [43] Mémoire magister, F. Abedlloaoua, Influence de la Déformation Plastique sur la Dilatation thermique des alliages à base de cuivre. P53 (2002)
- [44] Thèse de Doctorat, Yunnig. Wang, Institut Polytechnique de lorraine, P38 et 39 (2006)
- [45] R.W. Cahn proc. Phys 20. 60A. P323 (1950)
- [46] P.A. Beck J. Appl. Phys. 20 P 637 (1949)

- [47] A.H.Cottrel in progress in metal physics E. d. b. Chalmers. Pergamon press, London 4, P225 (1953)
- [48] J.W. Christian. Theory of Transformations in metals and allays, pergamon press, oxford, 1975
- [49] H. Fujita J. Phys. Soc. Japon. P397 (1961)
- [50] H. Hu in Recovery and Recrystallization of Metals ed, I. Himmel, John wiley and sons, Newyork. P31 (1964)
- [51] J.C.M.Li in Recrystallization, Grain Growth and textures, ASM, metals park, P45 (1966)
- [52] Mémoire de magister, Guessasma. S. Université de Constantine (1999)
- [53] N. Rym. Acta Met. P831 (1969)
- [54] Mémoire de magister. Afer. H. Université de Constantine (2003)
- [55] K. Detert in □ Recrystallization of metallic materials□ ed. F. Haessener, Dr. Riederer verlog GmbH, Stuttgart, P159 (1978)
- [56] J. Boily et P. Hirsch, proc. Royal Soc, A267, P11 (1962)
- [57] C. Zener, Private commucation to C.S. Smith, ibid, P15, P175 (1949)
- [58] N. E. Hannerz and F. Deka. Zuisky, J. Iron, Stell inst, P208, P475, (1970)
- [59] G. Bermadn; metallurgies general. P201
- [60] O. Dimitrov, R. Fromageau and C. Dimitrov, dans recrystallization of Metallic Materials ed haessner, Riederer verlog, Stuttgart P137 (1978)
- [61] A. Roos P. Bastin, précis de métallurgie Appliqué, ed Dound P56 (1963)
- [62] G.J. Marsol and R. A. Ricks, proc. Recrystallization, ed Fuents et Gil Sevillano, san scbastian, Spain P245 (1992)
- [63] K.T. Austand and J. W. Putter. Transitions of the Metallurgical of A.I.M.E, Vol 215 P119 (1959)
- [64] G.R. Speich and R.M. Fisher, Recrtallization, Grains Grouith and textures, ASM, Ohio. P 563 (1966)
- [65] A.W. Bouen, Meter. Scio Tech.6 , P1058 (1990)
- [66] E.M. Fridman, C.V. Kopezkyand and L.S. Schvind Lerman, Z. Medaled. P533 (1975)
- [67] H.J. Shin, H.T. Joeng and D.N. Lee, Mater Sci. Eng. Vol. A279 P244 (2000)
- [68] J. Oudar, l'oxydation des métaux, Tome II. Monographies Gaulhier-Villars 1964, P362

- [69] Dominique ARNAUD et Jean BARBERY, Propriétés du cuivre et des alliages M430, P26
- [70] Thèse de doctorat, Pan L., Comportement mécanique et thermomagnétique des métaux ; Fer- Nickel- Cuivre et Bronze, Institut Nationale Polytechnique de Lorraine, 1995
- [71] A. Bouchoucha et D. Paulmier, Influence des particules d'usure sur le comportement en frottement et en usure dans un contact électrodynamique cuivre / acier au chrome. Revue de L'Université de Constantine
- [72] Rozelenfeld (I.L.), corrosion inhibitors, Mc. Grow-Hill (1981).
- [73] Memoire magister AFAF Youcef Azouz. Université HADJ Lakhader Batna. P9 (2010).
- [74] J. L . CROLLET, interface et surface en métallurgie. Trans . Tech. Publications, Aeder-Mansdorf-Suisse (1975).
- [75] William F. Smith. Jand Hashemi (2003). Foundations of Materials Science and Engineering.
- [76] Tomas R. Dulski, A. manuel for the chemical analysis of metals, Vol.25, ASTM International, 1996.