

Université Mohamed Khider – Biskra
Faculté des Sciences et de la technologie
Département : Génie Mécanique
Ref :



جامعة محمد خيضر بسكرة
كلية العلوم و التكنولوجيا
قسم: الهندسة الميكانيكية
المرجع:.....

Thèse présentée en vue de l'obtention
Du diplôme de
Doctorat en sciences
Spécialité : **Génie Mécanique**

Option : Métallurgie

**Etude et caractérisation de la réaction de
recristallisation des fils d'aluminium tréfilés
industriellement à E.N.I.CA.BISKRA**

Présentée par :
BESSAIS Lakhdar

Soutenue publiquement le 22/11/2017

Devant le jury composé de :

Mr. MOUMMI Nouredine	Professeur	Président	Université de Biskra
Mr. ZIDANI Mosbah	Professeur	Rapporteur	Université de Biskra
Mr. BRIOUA Mourad	Professeur	Examineur	Université de Batna 2
Mr. BENBOUTA Rachid	Professeur	Examineur	Université de Batna 2

Remerciements

Tout d'abord remerçons Dieu tout puissant qui nous a guidé vers le bon chemin.

Mes remerciements vont avant tout à mon Directeur de Thèse, Monsieur Mosbah ZIDANI, Professeur à l'Université de Biskra, pour m'avoir accordé son temps et toute sa compétence avec une grande générosité tout au long des quatre années nécessaires à l'aboutissement de ces travaux.

Je remercie Monsieur Noureddine MOUMMI, Professeur à l'Université de Biskra pour l'honneur qu'il m'a fait de bien vouloir accepter la présidence de ce jury.

Mes remerciements s'adressent également à Monsieur Mourad BRIOUA, Professeur à l'université de Batna 2, Monsieur Rachid BENBOUTA, Professeur à l'université de Batna 2, d'avoir accepté de participer à la commission d'examen de cette thèse.

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

J'exprime ma gratitude à Monsieur Djamel MIROUD, Professeur à USTHB et Directeur de laboratoire des Sciences et Génie des Matériaux (LSGM), USTHB, Alger, qui m'a permis de faire les caractérisations de la structure ainsi que la composition chimique par (MEB/EDS). Ses conseils et sa patience ainsi que son apport considérable lors des analyses expérimentales.

Je tiens plus particulièrement à remercier Monsieur Thierry BAUDIN, Directeur de recherche CNRS, Laboratoire de Synthèse et Propriétés des Matériaux Modélisation (SP2M), ICMMO, Université Paris-Sud, Orsay, pour son apport considérable lors des caractérisations et analyses expérimentales des échantillons par (RX et EBSD).

De même, je remercie infiniment Madame Marie Hélène MATHON, Ingénieur de recherche CNRS, laboratoire Léon Brillouin (LLB), CEA, Saclay, pour son apport considérable lors de la réalisation des analyses de la texture de déformation ainsi l'estimation de l'énergie stockée dans les grains déformés par la diffraction des neutrons.

Mes vifs remerciements vont aux membres de laboratoire d'analyse des rayons X et laboratoire de physique à l'université de Biskra, particulièrement Monsieur Ibrahim GUASMI et Madame Saïda SGHIROU, pour leurs apports lors de la réalisation des essais expérimentales (RX, MO et les mesures de la microdureté)

Mes remerciements s'adressent également à Monsieur R. BADI, Attaché de Recherche du centre de recherche en technologies industrielles CRTI (Cheraga - Alger).

Mes discussions avec Monsieur Salim MESSAOUDI, Maître de conférences à l'Université de Biskra, étaient particulièrement enrichissantes et ses remarques pertinentes m'ont été d'une grande utilité et également je le remercie pour la correction linguistique de ce manuscrit finale de la thèse. Finalement je remercie tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Sommaire

Liste des figures.....	i
Liste des tableaux.....	ii
Introduction générale.....	1

CHAPITRE 1 : Etude de Mise en Forme à Froid du fil d'aluminium AGS

Partie 1: Généralité sur les alliages d'aluminium (AGS)

1 Introduction.....	4
2 Présentation générale d'aluminium.	4
3 Propriétés mécaniques.....	5
4 Propriétés électriques.....	5
5 Comportement en corrosion des alliages aluminium.	5
6 Applications des alliages d'Aluminium.....	6
7 Fabrication de l'aluminium et de ses alliages.....	7
7.1 Minerai.....	8
7.2 Production d'alumine.....	8
7.3 Production de l'aluminium.....	8
8 Classement des alliages d'aluminium.....	8
9. Les alliages d'aluminium corroyés.....	8
9.1 Composition des alliages corroyés.....	8
10 Alliages à durcissement par écrouissage.....	9
11 Alliages à durcissement structural (Série 6xxx)	10
12 Effet des éléments d'aditions.....	11
13 Procédé de fabrication du Fil Machine.....	13
14 Procédé de tréfilage d'aluminium.....	14
15 Techniques de tréfilage	16
15.1 Machine de tréfilage.....	16
15.2 Outil de mise en forme : la Filière	17
15.3 Lubrifiant.....	18
15.4 Matériaux mis en forme.....	20
15.4.1 Classification des fils.....	20
15.4.2 Sélection des alliages.....	20
15.4.3 Écrouissage et traitement thermique.....	22

Partie 2: Mise en forme à froid des alliages aluminium (AGS)

1 Introduction.....	23
2 Mécanisme de la déformation plastique.....	23
2.1 Déformation par glissement.....	24
2.2 Déformation par maclage.....	25
3 Théorie des dislocations.....	26
3.1 Type de dislocations.....	27

3.1.1 Dislocation coin.....	27
3.1.2 Dislocation vis.....	27
4 Déplacement des dislocations.....	28
5 Défauts de surface.....	28
6 Défauts à trois dimensions.....	29

Partie 3: Texture de déformation des alliages d'Al (AGS)

1 Introduction.....	30
2 Texture cristallographique.....	30
3 Orientation cristallographique.....	30
3.1 Angles d'Euler.....	31
4 Représentation des Textures.....	32
4.1 Figures de pôles directes et inverses.....	33
5 Texture de déformation par tréfilage.....	34
Références bibliographiques.....	36

CHAPITRE 2 : Traitements Thermiques des fils d'aluminium déformés

Partie 1: Traitement thermique de recuit de recristallisation

1 Introduction.....	38
2 Traitements thermiques.....	38
3 Les Mécanismes de restauration et de recristallisation après déformation à froid.....	39
3.1 Restauration.....	39
3.2 Recristallisation.....	40
3.3 Facteurs affectant sur la cinétique de recristallisation.....	41
3.3.1 Le taux de déformation.....	41
3.3.2 Les éléments d'addition et impuretés.....	42
3.3.3 Les précipités préexistants.....	42
3.3.4 Température du recuit.....	43
3.3.5 Durée de maintien.....	44
3.4 Lois de la recristallisation.....	44

Partie 2: Texture de recristallisation des fils d'aluminium déformés

1 Introduction.....	46
2 Théories sur la formation des textures.....	46
3 Texture de recristallisation des métaux CFC.....	47
Références Bibliographiques.....	49

CHAPITRE 3 : Matériaux et Méthodes Expérimentales

1 Introduction.....	51
2 Choix de matériau.....	51
3 Traitements thermiques.....	53
4 Préparation métallographique.....	53
4.1 Découpage.....	53
4.2 Enrobage.....	54
4.3 Polissage.....	54
4.4 Attaque chimique.....	55
5 Techniques de caractérisation.....	55
5.1 Microscope optique (MO).....	55
5.2 Analyse de la microdureté.....	56
5.2.1 Principe de mesure.....	56
5.2.2 Méthode de détermination de la fraction recristallisée.....	57
5.3 Microscope électronique à balayage.....	57
5.4 Analyse EDX.....	58
5.5 Essais de traction.....	58
5.6 Mesure de résistivité électrique.....	58
5.7 Analyse par diffraction des rayons X (pics).....	59
5.7.1 Calcul du paramètre de maille.....	60
5.7.2 Méthodes du calcul de la taille de grains.....	61
5.8 Estimations de l'énergie stockée par la diffraction des neutrons.....	61
5.9 Analyse cristallographique avec l'EBSA.....	61
5.9.1 Préparation des échantillons de mesure.....	61
5.9.2 Principe de mesure.....	62
Références Bibliographiques.....	64

CHAPITRE 4 : Résultats et interprétations

Partie 1 : Etude et Caractérisation de l'état tréfilé

1 Introduction.....	65
2 Analyse micrographique.....	65
2.1 Observation par microscope optique MO.....	65
2.2 Observation par microscope électronique à balayage (MEB/EDX).....	66
3 Mesure de la microdureté.....	67
4 Essai de traction et mesure de la résistivité électrique.....	68
5 Analyse par diffraction des rayons X.....	70

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

1 Introduction.....	75
2 Caractérisation microstructural par MO et MEB/EDS des fils tréfilés et recuits.....	75
3 Analyses par microscopie électronique à balayage des fils recuits.....	77
4 Cinétique de recristallisation Mesuree de la microdureté.....	78
4.1 Mesuree de la microdureté.....	78

4.2 Calcul de la fraction Recristallisée.....	79
5 Evolution des propriétés mécaniques et électriques.....	80
5.1 La résistance mécanique à la rupture.....	80
5.2 Allongement	81
6 Analyse par diffraction des rayons X.....	82

Partie 3 : Evolution de la texture de déformation

1 Introduction.....	85
2 Analyse par EBSD.....	85
2.1 Evolution de la microstructure et texture de déformation.....	85
2.2 Fraction volumique.....	88
3 Distribution du paramètre GOS	89
4 Etude de l'énergie stockée.....	90
4.1 Mesures de neutrons : énergie stockée en fonction de l'orientation.....	90

Partie 4 : Evolution de la texture de recuit de recristallisation

1 Introduction.....	91
2 Analyse des tailles de grains	91
2.1 Caractérisation par : EBSD.....	91
2.2 Evolution de texture de recristallisation avec déformation.....	93
2.3 Evolution des fractions volumiques.....	94
2.4 Evolution de la taille des grains recristallisés.....	96
2.5 Cinétique de recristallisation à 400°C.....	97
Références bibliographiques.....	99
Conclusion générale	101
Perspectives	102
Annexe	103

CHAPITRE 1 : Etude de Mise en Forme à Froid du fil d'aluminium AGS

Partie 1: Généralité sur les alliages d'aluminium (AGS)

<i>Figure 1.1 : Couche naturelle d'oxyde d'aluminium.....</i>	6
<i>Figure 1.2 : Principaux stades et flux dans la fabrication de produits en aluminium.....</i>	7
<i>Figure 1.3: Microstructure en MO du fil déformé AA-6101 et précipitée Mg_2Si.....</i>	10
<i>Figure 1.4: Diagramme d'équilibre ternaire des alliages Al-Mg-Si.....</i>	12
<i>Figure 1.5: Conductivité électrique par rapport aux éléments d'alliage.....</i>	13
<i>Figure 1.6 : Procédé de coulée continu (ENICAB Biskra)</i>	14
<i>Figure 1.7 : Machine à accumulation.....</i>	15
<i>Figure 1.8 : Schéma de principe d'une machine à tréfiler simple (ou mono passe).....</i>	16
<i>Figure 1.9 : Machine de tréfileuses d'aluminium AGS (ENICAB Biskra).....</i>	17
<i>Figure 1.10 : Principe du tréfilage, Réduction de la section.....</i>	18
<i>Figure 1.11 : Géométrie de la filière.....</i>	19
<i>Figure 1.12 : Schéma d'une méthode de lubrification.....</i>	19
<i>Figure 1.13 : boîte à savon (ENICAB Biskra).....</i>	19
<i>Figure 1.14 : Comparaison des résistances à rupture des alliages d'aluminium pouvant être tréfilés.....</i>	21
<i>Figure 1.15 : Comparaison de la facilité de mise en forme des alliages d'aluminium pouvant être tréfilé.....</i>	21

Partie 2: Mise en forme à froid des alliages aluminium (AGS)

<i>Figure 1.16 : Techniques de mise en forme.....</i>	23
<i>Figure 1.17: Schéma représentant les contraintes normale σ et de cisson τ.....</i>	24
<i>Figure 1.18: Système glissement $\{111\}\langle 110 \rangle$ dans une maille élémentaire c.f.c.....</i>	25
<i>Figure 1.19 : Représentation schématique d'une macle mécanique.....</i>	26
<i>Figure 1.20: Schéma d'une dislocation coin (représentée par un \perp) et de vecteur de Burgers b.....</i>	27
<i>Figure 1.21 : Dislocation vis.....</i>	27
<i>Figure 1.22 : (a) Dislocation coin (b) Dislocation vis.....</i>	28

Partie 3: Texture de déformation des alliages d'Al (AGS)

<i>Figure 1.23 : Cristallites élémentaires cubiques d'orientation $\{100\} \langle 011 \rangle$ et $\{110\} \langle 001 \rangle$.....</i>	31
<i>Figure 1.24: Définition des repères cristallographiques liés à l'échantillon et à la cristallite.....</i>	31
<i>Figure 1.25: Définition des trois angles d'Euler ϕ_1, ϕ et ϕ_2.....</i>	32
<i>Figure 1.26: Construction d'une figure de pôles $\{100\}$.....</i>	33
<i>Figure 1.27: Construction d'une figure de pôles $\{100\}$ correspondant à une orientation cube $\langle 001 \rangle \langle 100 \rangle$.....</i>	33
<i>Figure 1.28 : Description de la fibre $\{111\} \langle uvw \rangle$ sur le triangle standard.....</i>	34
<i>Figure 1.29: Changement de texture au cours du tréfilage des fils d'aluminium de</i>	

diamètre 9,5 mm.15% de réduction à chaque passe à une vitesse de 20 m/min..... 35

CHAPITRE 2 : Traitements Thermiques des fils d'aluminium déformés

Partie 1: Traitement thermique de recuit de recristallisation

Figure. 2.1 : Schéma des différentes étapes de restauration..... 39

Figure 2.2 : Évolution des produits des alliages métalliques lors de la restauration et de la recristallisation..... 40

Figure 2.3 : Écrouissage critique..... 41

Figure 2.4 : Microstructure de fil d'aluminium de réduction par tréfilage à froid et recuit à 350°C pendant 1 h..... 41

Figure 2.5 : Effet de traces de fer en solution solide sur le recuit de l'aluminium déformé à 80%..... 42

Figure 2.6 : Recristallisation d'un sous-grain près d'une particule de seconde phase dans un alliage Al-Si..... 43

Figure. 2.7 : Effet de la température sur la cinétique de recristallisation ; recuit isotherme à différentes températures d'un alliage déformé à 60%..... 44

Partie 2: Texture de recristallisation des fils d'aluminium déformés

Figure. 2.8 : Evolution de la texture (figure de pôles et fonction de distribution d'orientation cristalline..... 47

Figure. 2.9 : Evolution de la fraction volumique de la composante de texture <001> du cuivre après recristallisation..... 48

CHAPITRE 3 : Matériaux et Méthodes Expérimentales

Figure 3.1 : Différentes passes au niveau de la machine d'aluminium AGS(ENICAB Biskra)..... 52

Figure 3.2 : Composition chimique du fil d'aluminium. (Par EDX-USTHB Alger)..... 52

Figure 3.3 : Four programmable pour traitement thermique..... 53

Figure 3.4 : Echantillons coupés et enrobés..... 54

Figure 3.5: Polisseuse mécanique de type PRESI MECAPOL P260(Laboratoire de physique, univ -Biskra)..... 54

Figure 3.6: Microscope optique (Laboratoire de physique, univ -Biskra)..... 55

Figure 3.7: Principe de la mesure de microdureté Vickers..... 56

Figure 3.8: Microduremètre Vickers 57

Figure 3.9: Représentation schématique de l'interaction entre un faisceau d'électrons et la surface d'un échantillon..... 58

Figure 3.10: Diffractomètre de type PAN alytical X' Pert PRO..... 59

Figure 3.11: Diffraction de rayon X par des plans d'atomes (A-A'et B-B')..... 60

Figure 3.12: Dispositif de polissage électrolytique..... 61

Figure 3.13: Principe de fonctionnement en EBSD..... 62

Figure 3.14: Cartographie d'orientation et Figure de pole inverse d'un fil..... 63

CHAPITRE 4 : Résultats et interprétations

Partie 1 : Etude et Caractérisation de l'état tréfilé

<i>Figure 4.1: Microstructures optiques des fils.....</i>	65
<i>Figure 4.2: Micrographies: du fil machine et fil tréfilé $\epsilon = 86,81\%$.....</i>	66
<i>Figure 4.3: Evolution de la microdureté Vickers en fonction de la déformation.....</i>	67
<i>Figure 4.4: Evolution des propriétés mécaniques en fonction du taux de déformation.....</i>	69
<i>Figure 4.5: Evolution de la résistivité électrique en fonction du taux de déformation.....</i>	69
<i>Figure 4.6: diagramme de diffraction des RX, Fil machine.....</i>	70
<i>Figure 4.7: diagramme de diffraction des RX, Fil tréfilé.....</i>	71
<i>Figure 4.8: Décalage des pics (111) et Al (200).....</i>	71
<i>Figure 4.9: Décalage des pics (2 2 0), (311) et (2 2 2).....</i>	72
<i>Figure 4.10 : Evolution du paramètre moyen de maille (a) au cours du tréfilage....</i>	73

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

<i>Figure 4.12: Microstructures des fils recuit à 400°C pendant 10 minutes..</i>	76
<i>Figure 4.13: Microstructures des fils recuit à 400°C pendant 30 minutes.....</i>	76
<i>Figure 4.14: Microstructures des fils recuit à 400°C pendant 60 minutes.....</i>	77
<i>Figure 4.15: Images au M.E.B. des fils recuits à 400°C pendant 30 minutes.....</i>	78
<i>Figure 4.16: Variation de la microdureté Vickers en fonction de la déformation.....</i>	79
<i>Figure 4.17: Evolution de la fraction recristallisée en fonction du temps de recuit à 400 °C.....</i>	80
<i>Figure 4.18: Evolution de la résistance mécanique en fonction du taux de déformation.....</i>	81
<i>Figure 4.19: Evolution des propriétés mécaniques (Allongement) en fonction du taux de déformation par tréfilage à froid.....</i>	81
<i>Figure 4.20: Evolution de la résistivité électrique en fonction du taux de déformation par tréfilage à froid.....</i>	82
<i>Figure 4.21: Diagramme de diffraction du rayon X des fils machines recuit et non recuit.....</i>	83
<i>Figure 4.22: Diagramme de diffraction du rayon X des fils tréfilés ($\epsilon = 86,81\%$) recuit et non recuit.....</i>	84
<i>Figure 4.23: Décalage des pics Al(111) après du recuit, du fil tréfilé ($\epsilon = 86,81\%$).....</i>	84

Partie 3 : Evolution de la texture de déformation

<i>Figure 4.25: a) et b) Cartographie reconstruite par EBSD et c) Figure de pôle obtenue par RX correspondante au fil machine.....</i>	85
<i>Figure 4.26: a) et b) Cartographie reconstruite par EBSD et c) Figure de pôle obtenue par RX correspondante au fil tréfilée ($\epsilon_3 = 86,81\%$).....</i>	86
<i>Figure 4.27: Cartographies EBSD pour les deux fils non recuits, Fil machine (a) et Fil tréfilé (b) mesurées dans zone périphérique de la section des fils.....</i>	87
<i>Figure 4.28: Variation de la fraction volumique de texture de déformation en fonction</i>	

<i>du taux de déformation</i>	88
Figure 4.29: <i>Distribution du paramètre GOS du fil d'aluminium à différents taux de déformation.....</i>	89
Figure 4.30: <i>Evolution d'énergie stockée dans les grains déformés.....</i>	90
Partie 4 : Evolution de la texture de recuit de recristallisation	
Figure 4.31: <i>Microstructures caractérisées par EBSD en périphérie et au centre du fil d'aluminium tréfilé froid et recuit à 400°C pendant 10 min.....</i>	92
Figure 4.32: <i>Microstructures caractérisées par EBSD en périphérie et au centre du fil d'aluminium tréfilé froid et recuit à 400°C pendant 30 min.....</i>	93
Figure 4.33: <i>Evolution des fractions volumiques du fil recuit à 400°C à 10min.....</i>	95
Figure 4.34: <i>Evolution des fractions volumiques du fil recuit à 400°C à 30min.....</i>	95
Figure 4.35: <i>Evolution de la taille des grains recristallisés après 10 min de recuit à 400°C en fonction du taux de déformation</i>	96
Figure 4.36: <i>Evolution de la taille des grains recristallisés après 30 min de recuit à 400°C en fonction du taux de déformation par tréfilage à froid.....</i>	97
Figure 4.37: <i>Distributions de la taille de grains.....</i>	97
Figure 4.38: <i>Distribution du paramètre GOS du fil d'aluminium à différents taux de déformation et recuit à 400°C (10min,30 min).....</i>	98

CHAPITRE 1 : Etude de Mise en Forme à Froid du fil d'aluminium AGS**Partie 1: Généralité sur les alliages d'aluminium (AGS)**

<i>Tableau 1.1 : Désignation des alliages d'aluminium corroyés.....</i>	9
<i>Tableau 1.2 : Caractéristiques d'aluminium.....</i>	10
<i>Tableau 1.3 : Traitements thermiques des alliages d'aluminium.....</i>	11
<i>Tableau 1.4: Classement des alliages d'aluminium en fonction de leur résistance à la corrosion.....</i>	12
<i>Tableau 1.5 : Classification des fils suivant leurs diamètres.....</i>	20
<i>Tableau 1.6: Systèmes de glissement pour les différents métaux.....</i>	25

Partie 3: Texture de déformation des alliages d'Al (AGS)**CHAPITRE 2 : Traitements Thermiques des fils d'aluminium déformés****Partie 1: Traitement thermique de recuit de recristallisation****Partie 2: Texture de recristallisation des fils d'aluminium déformés****CHAPITRE 3 : Matériaux et Méthodes Expérimentales**

<i>Tableau 3.1: Différents taux de déformation (ϵ) des fils d'aluminium.....</i>	51
<i>Tableau 3.2: Composition chimique de fil machine (ENICAB Biskra).....</i>	52

CHAPITRE 4 : Résultats et interprétations**Partie 1 : Etude et Caractérisation de l'état tréfilé**

<i>Tableau 4.1: Les mesures de la microdureté des fils.....</i>	67
<i>Tableau 4.2: Evolution des propriétés mécaniques et électriques en fonction du taux de déformation.....</i>	68
<i>Tableau 4.3: Décalage des pics vers les petits angles au cours de tréfilage.....</i>	72
<i>Tableau 4.4: Ensemble des résultats de la DRX.....</i>	73

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

<i>Tableau 4.5: Résultats des propriétés mécaniques et électriques des fils tréfilés et recuit à 400°C.....</i>	80
---	----

Partie 3 : Evolution de la texture de déformation

<i>Tableau 4.6 : Fraction volumique des principales composantes de texture (fibre: $\langle 111 \rangle // DN$, fibre: $\langle 100 \rangle // DN$ et partie aléatoire) du fil d'aluminium tréfilé à froid.....</i>	88
<i>Tableau 4.7 : Valeurs d'énergie stockée dans les grains appartenant aux deux fibres, mesurées par diffraction de neutrons sur les fils tréfilés.....</i>	90

Partie 4 : Evolution de la texture de recuit de recristallisation

<i>Tableau 4.8 : Fractions volumiques des principales composantes de texture (fibre: $\langle 111 \rangle // DN$, fibre: $\langle 100 \rangle // DN$ et partie aléatoire) des fils recuit à 400°C à 10min.....</i>	94
<i>Tableau 4.9 : Fractions volumiques des principales composantes de texture (fibre: $\langle 111 \rangle // DN$, fibre: $\langle 100 \rangle // DN$ et partie aléatoire) des fils recuit à 400°C à 30min.....</i>	94

Introduction générale

L'aluminium est l'un des matériaux non ferreux le plus utilisé dans l'industrie, en particulier dans le domaine de l'industrie électrique. Les alliages d'aluminiums de la série 6000 (Alliages Al-Mg-Si) sont des alliages à durcissement structural. Ces alliages sont généralement livrés après homogénéisation, trempe et vieillissement naturel. Ils possèdent des propriétés métallurgiques et mécaniques intéressantes, tels que: une bonne aptitude à la déformation, une bonne soudabilité et une résistance remarquable à la corrosion (passivation à la corrosion sous tension).

Le tréfilage est une opération nécessaire pour la production de fils électriques à différents diamètres. Au cours de ce processus, la mise en forme du matériau est réalisée par un mécanisme de déformation plastique.

La déformation plastique à froid est due essentiellement au mouvement des dislocations par glissement. En effet, la déformation plastique à froid entraîne une importante augmentation de la densité de dislocations (i.e. énergie élastique stockée) dans le matériau. Ce mode de déformation conduit à un changement des propriétés mécanique et microstructural, plus la déformation est forte, plus le nombre de grains à orientation préférentielle est grand. Ces changements d'orientation des grains engendrent des textures (Texture cristallographique de déformation) dans le matériau. Il est nécessaire de faire un traitement thermique de recuit qui redonne de la propriété mécanique et électrique au fil métallique. Le recuit de recristallisation se traduit par la transformation de la structure fibreuse en structure recristallisée, Ceci explique la diminution de nombre totale de défauts cristallins dans le matériau.

Dans ce contexte, le travail présenté dans cette thèse a pour objectif d'étudier l'évolution de la texture de déformation et de recristallisation lors du tréfilage à froid de fil d'aluminiums AGS de type MIDAL, le plus utilisé par l'entreprise ENICAB de Biskra-Algérie, destiné à la câblerie électrique. Il s'agit de corréler la microstructure et la texture de déformation et de recristallisation aux propriétés mécaniques et électriques via une analyse multi-échelles par MEB/EBSD et diffraction des rayons X, et étudier l'influence combinée du taux de déformation par tréfilage à froid et de la température de recuit à 400°C sur la cinétique de recristallisation.

Cette thèse de doctorat est réalisée en collaboration avec les deux Laboratoires ; SP2M, ICMMO, Univ. Paris-Sud, Université Paris-Saclay, UMR CNRS 8182, 91405 Orsay Cedex, France. EU et LLB, CEA (DSM-DRECAM), CNRS, CEA Saclay, France, EU.

L'étude des mécanismes de recristallisation après déformation à froid a déjà fait l'objet de nombreuses études principalement après de forts taux de déformation. Le présent travail à caractère appliqué, se concentrera sur différents taux de déformation (de faible taux de déformation jusqu'à forte déformation par tréfilage). Ce qui permet de suivre les processus mis en jeu au cours des premiers stades de recristallisation. Ainsi, l'influence de la texture et de la microstructure de déformation sur la texture de recristallisation sera examinée.

L'enjeu scientifique était alors de mieux comprendre la formation des microstructures de recristallisation au cours du recuit des fils tréfilés et de déterminer les paramètres clefs qui favorisent la formation des fibres $\langle 111 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$, textures recherchées au niveau industriel ; l'objectif technologique étant de gérer au mieux cette matière première (fil machine) réduit par le procédé de tréfilage pour accéder à des fils de bonnes propriétés mécaniques et électriques. Afin d'atteindre cet enjeu scientifique, nous avons caractérisé, à différentes échelles, la texture cristallographique et la microstructure après les différentes étapes de sélection des fils mis au point par les industriels. Les techniques de mesure et de caractérisation utilisées dans le cadre de cette thèse sont : la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage, la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD), la diffraction des rayons X (FDP: figure des pôles directe et, la diffraction des RX (pics), analyse chimique par (EDX), la microdureté Vickers, Essais de traction et des mesures de la résistivité électrique dont certaines ont permis de corréler la microstructure à la texture.

La présente thèse est organisée comme suit :

Le premier chapitre présente une revue bibliographique des travaux consacrés au procédés de mise en forme à froid du fil d'aluminium et comprenant trois parties. La première partie donne une présentation générale sur les alliages d'aluminium AGS. La deuxième partie, présente la théorie de mise en forme des matériaux par déformation plastique et en particulier le principe de tréfilage de fil d'aluminium AGS de type (MIDAL). La troisième partie consiste à décrire un bilan des connaissances acquises sur l'évolution de la texture et la microstructure lors de la déformation par tréfilage.

Le deuxième chapitre est divisé en deux parties. La première partie est consacrée à une généralité sur les différents traitements thermiques de recuit et plus particulièrement le recuit de recristallisation qui fait l'objet de ce travail. La deuxième partie présente la texture de recristallisation des fils d'aluminium tréfilés et recuits.

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

Le quatrième chapitre rassemble les résultats expérimentaux pour les deux états : fils tréfilés et après recuit de recristallisation. Où nous nous sommes intéressés à la microstructure, à la texture de déformation et à l'énergie stockée dans les grains lors du tréfilage à froid des fils d'aluminium. Ainsi, l'évolution de la microstructure et les propriétés mécaniques et électriques lors de la recristallisation des fils tréfilés, l'influence combinée du taux de déformation et la température de recuit sur la cinétique de recristallisation sont discutées. Nous nous intéresserons par la suite à l'évolution de la microstructure et la texture cristallographique locale caractérisée par EBSD au cours de recuit de recristallisation des fils d'aluminium tréfilés. Enfin, pour conclure cette étude, les principaux résultats ainsi que les perspectives sont présentés



CHAPITRE 1

Etude de Mise en Forme à Froid du fil d'aluminium AGS



Partie 1: Généralité sur les alliages d'aluminium (AGS)

1 Introduction

Les principaux alliages d'aluminium sont fabriqués depuis 1886 à partir des bauxites et de la cryolithe, Les alliages à base d'aluminium ont été l'objet de plusieurs travaux de recherches scientifiques, ces alliages sont les plus utilisés justes après les fontes et les aciers.

Dans ce chapitre le procédé de tréfilage sera détaillée après nous en apprenons plus sur les alliages d'aluminium AGS, ainsi que les aspects généraux concernant les propriétés mécaniques et électriques, microstructure.

2 Présentation générale d'aluminium

L'aluminium a connu un développement spectaculaire depuis sa naissance en 1854 symbolisée par la présentation à l'Académie des sciences, par le chimiste français Sainte-Claire Deville, d'un petit lingot réalisé par voie chimique. Mais le véritable début du développement industriel de l'aluminium et ses alliages se produit en 1886 avec l'invention du procédé d'électrolyse de l'aluminium par Paul Héroult en France et Charles Martin Hall aux Etats-Unis [1].

Avec une consommation annuelle de l'ordre de 25 millions de tonnes, l'aluminium est le métal non ferreux le plus utilisé, en particulier dans les secteurs du transport, du bâtiment, de l'emballage, et de l'industrie électrique et aéronautique [2].

L'aluminium et ses alliages se caractérisent par une masse volumique relativement faible ($2,7\text{g/cm}^3$ comparativement à $8,940\text{ g/cm}^3$ pour le cuivre), la température de fusion 660°C et le structure cristallin dans le système cubique à faces centrées c.f.c, une grande conductibilité électrique et thermique et bonne résistance à la corrosion dans certain milieu courants, dans l'atmosphère ambiante. Sa relative facilitée de mise en œuvre, son aptitude à être recyclé.

3 Propriétés mécaniques

Un métal est plus ou moins ductile selon sa capacité à être déformé plastiquement c'est-à-dire de façon irréversible avant de rompre. L'aluminium est un métal très ductile car il a une structure cubique à face centrée (cfc) qui possède de nombreuses directions de glissement du fait de sa symétrie. Cette structure cristallographique est une des plus favorables au passage des dislocations contrairement à la structure hexagonale compacte du magnésium par exemple qui en fait un métal fragile. La ductilité est une propriété utile pour la mise en forme du matériau, cependant les autres propriétés mécaniques de l'aluminium pur sont médiocres comme la dureté, la résistance, la rigidité et la ténacité [3].

4 Propriétés électriques

L'aluminium offre une excellente conductivité électrique pour un poids inférieur à celui du cuivre. C'est pour cela qu'on le retrouve de plus en plus pour les lignes à haute tension. Tous les câbles électriques de transport et de distribution extérieurs sont en aluminium.

5 Comportement en corrosion des alliages aluminium

L'aluminium est un métal de nature amphotère c'est-à-dire un matériau susceptible de se corroder aussi bien en milieu acide qu'en milieu basique. L'aluminium est un métal passif pour des pH compris entre 4 et 9 ; il est alors protégé par un film d'oxyde naturel Al_2O_3 qui se forme spontanément à l'air [4] et qui évolue ensuite en solution aqueuse.

Le film d'oxyde naturel, formé à la surface de l'aluminium et dont l'épaisseur est comprise entre 4 et 10 nm, est composé de deux couches (Figure 1.1). La première couche au contact du métal est compacte et amorphe. Du fait de ses propriétés diélectriques, elle est appelée couche barrière. Elle se forme instantanément suite au contact entre l'aluminium et l'air ou un autre milieu oxydant. Les réactions avec l'environnement extérieur peuvent conduire à la formation de la couche supérieure, poreuse et moins compacte. Son épaisseur finale sera atteinte après plusieurs semaines. Les différentes étapes de mise en forme d'un matériau couplées à l'utilisation de celui-ci en service peuvent amener à une contamination superficielle de cette couche. De plus, les différents composés intermétalliques présents dans la microstructure des alliages d'aluminium peuvent modifier les propriétés de la couche protectrice d'alumine [2].

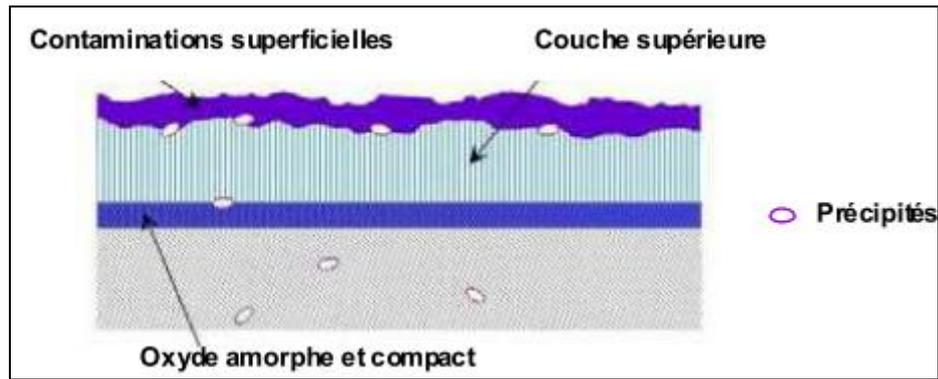


Figure 1.1 : Couche naturelle d'oxyde d'aluminium [2].

6 Applications des alliages d'Aluminium

Le marché de l'automobile représente donc pour les fabricants d'aluminium un marché important, dont les potentialités est plus grandes encore [5].

Il a été resurgi des recherches intéressantes sur les alliages d'aluminium dans les récentes années, peut être dû aux grandes demandes de l'utilisation des matériaux légers dans l'industrie d'automobile. Les alliages d'aluminium ont une importance spéciale pour les panneaux externes d'automobile, où la haute résistance et la résistance de bosselure sont exigées et pour les amortisseurs, où la bonne résistance et le choc d'absorption sont nécessaires. Dans les deux cas, la bonne formabilité est une exigence importante. Les alliages Al-Mg-Si sont largement utilisés pour la résistance moyenne des applications structurales et dans les sections architecturales. Et ils sont la plupart du temps employés dans les produits expulsés d'aluminium en Europe de l'ouest, aussi bien que pour la construction des moteurs des véhicules [6], [7].

Utilisée l'aluminium dans les lignes aériennes, câbles électriques de distribution et de transport d'énergie électrique, câbles d'énergie pour usage industriel. L'aluminium est en particulier adapté à cette utilisation en raison de sa conductivité électrique élevée, de sa base densité et sa bonne résistance à la corrosion [8], [9] et [10].

L'alliage AA6101 (Al-Mg-Si) anciennement appelé Almelec . Cet alliage a été énormément utilisé pour ces aptitudes de conducteur électrique. Il a notamment été utilisé pour la fabrication de lignes moyenne et haute tension [11].

7 Fabrication de l'aluminium et de ses alliages

L'importance prise aujourd'hui par l'aluminium n'est pas seulement celle de l'aluminium brut mais celle de toute une filière avec, en amont, le minerai et, en aval, l'industrie de transformation en produits semi-finis et finis (figure 1.2).

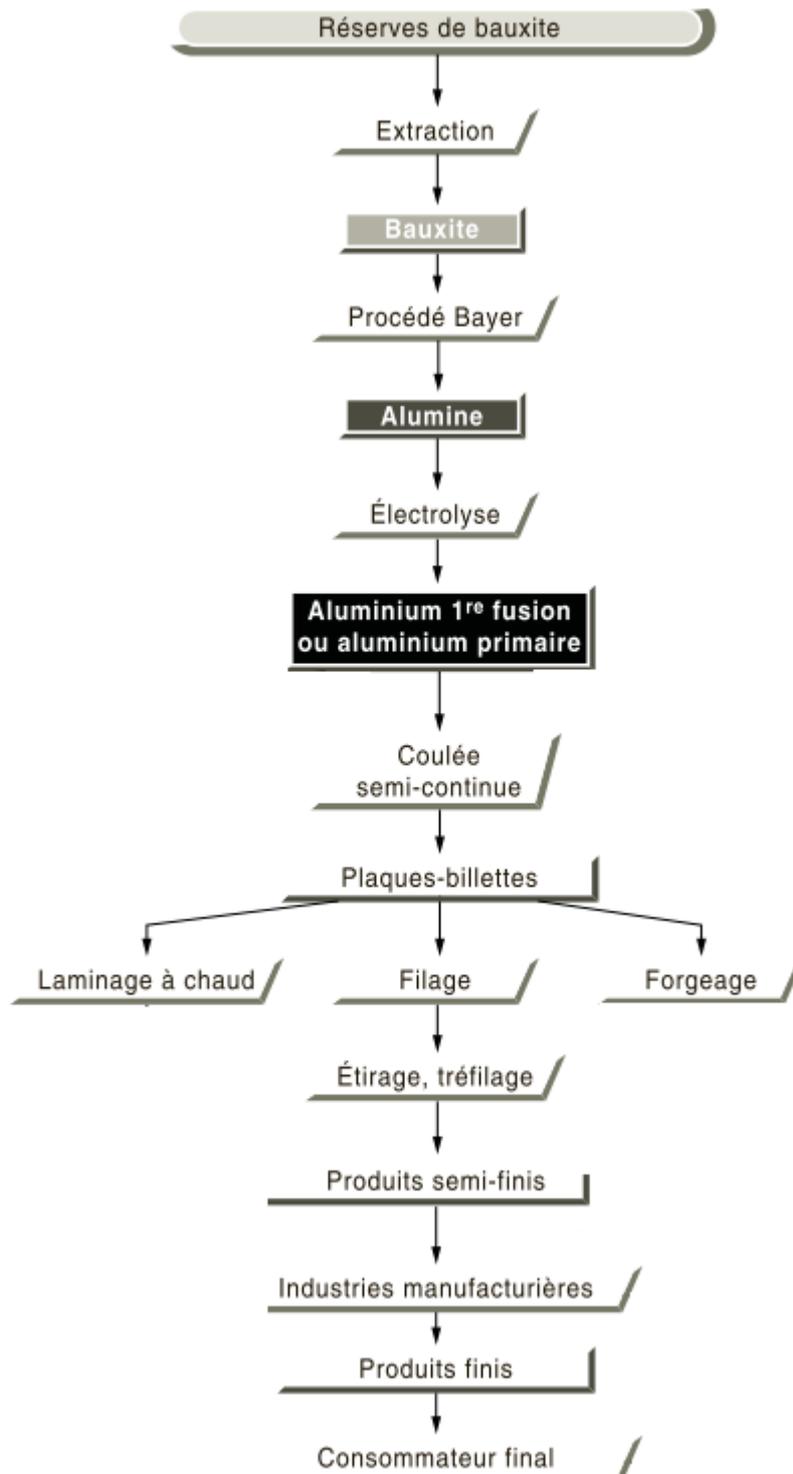


Figure 1.2 : Principaux stades et flux dans la fabrication de produits en aluminium [1].

7.1 Minerai

L'aluminium est, après l'oxygène et le silicium, le troisième élément de l'écorce terrestre : il constitue 8 % de la lithosphère sous forme de silicates plus ou moins complexes à faible teneur en aluminium. Mais dans certaines régions, sous l'action prolongée de l'eau, l'élimination d'une partie importante de la silice a donné des roches riches en alumine (45 à 60 %), ce sont les bauxites qui constituent actuellement la source quasi exclusive d'aluminium [1].

7.2 Production d'alumine

Le procédé utilisé pour obtenir l'alumine à partir de la bauxite est le procédé Bayer. Après broyage, la bauxite est attaquée à chaud, sous pression, par de la soude, ce qui permet d'obtenir une liqueur d'aluminate de soude avec insolubles en suspension. Cette liqueur est ensuite décantée : les oxydes de fer et de silicium forment une boue rouge, chimiquement inerte, qui est évacuée vers un site de déversement approprié, la liqueur restante est envoyée dans des décomposeurs pour précipitation de l'alumine, qui est ensuite récupérée par filtration et calcinée.

7.3 Production de l'aluminium

L'aluminium est produit actuellement dans le monde entier par le procédé mis au point par Héroult et Hall en 1886, qui consiste en l'électrolyse de l'alumine dissoute dans la cryolithe fondue à environ 1 000 °C, dans une cuve comportant un garnissage intérieur en carbone-cathode. L'aluminium formé par électrolyse se dépose au fond de la cuve, et l'oxygène de l'alumine réagit avec le carbone de l'anode pour former de l'oxyde de carbone et du gaz carbonique [1].

8 Classement des alliages d'aluminium

On distingue les deux grandes classes d'alliages d'aluminium suivantes :

- Les alliages corroyés, produits obtenus par des procédés de déformation plastique à chaud ou à froid tels que le filage, tréfilage et laminage.
- Les alliages de moulage, obtenus directement par fonderie.

9 Les alliages d'aluminium corroyés

9.1 Composition des alliages corroyés

Les alliages d'aluminium sont classés en fonction de leur(s) élément(s) d'alliage majoritaire(s) (Tableau 1.1). Les alliages appartenant à une même famille présentent le même type de propriétés soit de mise en forme (aptitude au filage, au moulage,...), soit de propriétés mécaniques ou encore

de résistance à la corrosion. C'est pourquoi pour une utilisation donnée, une famille d'alliages est souvent plus indiquée que les autres. Les produits en aluminium à l'état final existent sous forme de produits moulés (désignation à 5 chiffres 1XXXX), ou sous forme de demi-produits corroyés c'est-à-dire sous forme de tôles ou de fils (désignation à 4 chiffres 1XXX).

Les alliages d'aluminiums corroyés conformément aux normes de l'aluminium association. ces normes affectent à chaque type d'alliage un nombre de quatre chiffres qui permet de les classer en séries (tableau 1.1).

Les alliages d'aluminium peuvent être classés en deux catégories :

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

Tableau 1.1 : Désignation des alliages d'aluminium corroyés [12].

Alliage	Série
Aluminium non allié, peu d'élément d'alliage $Al \geq 99\%$	1xxx
Al-Cu et Al-Cu-Mg	2xxx
Al-Mn	3xxx
Al-Si	4xxx
Al-Mg	5xxx
Al-Mg-Si	6xxx
Al-Zn-Mg et Al-Zn-Mg-Cu	7xxx
Al et autres éléments	8xxx

10 Alliages à durcissement par écrouissage

Au cours d'un essai de traction, on constate qu'il y a consolidation, entre la limite d'élasticité R_e et la charge maximale R_m . Cette consolidation implique que, pour que l'éprouvette continue à s'allonger, la contrainte doit augmenter. Ce phénomène est appelé *écrouissage*. Le durcissement par écrouissage est réalisé par déformation plastique du matériau, les dislocations se déplacent sur les plans de glissement actifs et que, plus la déformation augmente, plus il y a de plans qui deviennent actifs et que, plus la densité des dislocations augmente [12].

Par écrouissage présentant une teneur en aluminium d'au moins 99% massique. Les propriétés de ces nuances dépendent de différents paramètres tels que les teneurs en impuretés (ex : fer et silicium), les niveaux d'écrouissage et l'adoucissement engendré par les traitements de recuit (Tableau 1.2).

Dans les opérations de laminage et tréfilage, l'écrouissage est mesuré par la réduction de la section.

Tableau 1.2 : Caractéristiques d'aluminium [12].

Aluminium	limite d'élasticité R_e (MPa)	Résistance mécanique R_m (MPa)	Allogement à la rupture (A%)
Aluminium 99,99 %			
Recuit	20	45	50
écroui	110	120	7

11 Alliages à durcissement structural (Série 6xxx)

Le durcissement structural des alliages d'aluminium dû série 6xxx (Al-Mg-Si) est dû à la formation du composé Mg_2Si .quand la totalité du magnésium et du silicium se combinent pour former du précipité Mg_2Si autour de joint grains (Figure 1.3).

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

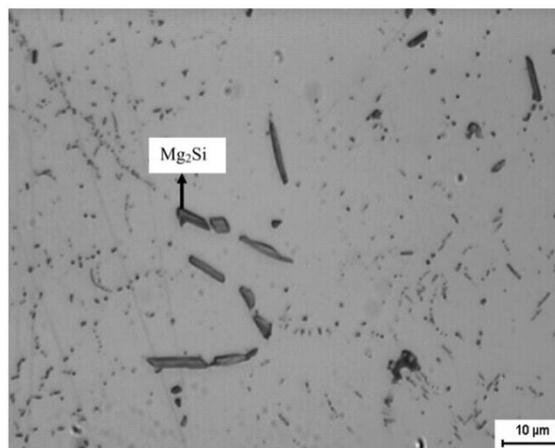


Figure 1.3: Microstructure en MO du fil déformé AA-6101 et précipitée Mg_2Si [11].

Les alliages à durcissement structural sont désignés par la lettre T suivie par des chiffres (entre 1 et 5 chiffres). Le tableau 1.3 explicite la signification du premier chiffre qui renseigne sur le traitement thermique subi par les alliages d'aluminium lors de leur élaboration. T3 signifie que l'alliage a été mis en solution, écroui, puis durci par vieillissement, et T6 indique une mise en solution suivie d'un vieillissement artificiel.

Tableau 1.3 : Traitements thermiques des alliages d'aluminium [2].

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

12 Effet des éléments d'additions

L'addition des trois éléments d'alliage que sont Mg, Si et Fe engendre la présence de précipités au sein de la matrice d'aluminium. L'addition de fer dans l'alliage se traduit par une diminution de la teneur en précipités grossiers Mg_2Si et conduit à la formation de précipités riches en Mg, Si et Fe. En effet, différents intermétalliques appartenant au système quaternaire Al-Mg-Si-Fe ou ternaire Al-Fe-Si peuvent se former au cours des traitements thermomécaniques subis par le matériau au cours du procédé de mise en forme. Ceci s'explique par la faible solubilité du fer dans l'aluminium qui favorise la précipitation de phases ternaires ou quaternaires. Ces phases contenant du fer sont en équilibre avec les agents durcissant et les précipités grossiers Mg_2Si . N.A Belov et al. ont répertorié l'ensemble de ces composés riches en fer appartenant aux systèmes Al-Fe, Al-Fe-Si et Al-Mg-Si-Fe.

- Al_3Fe

- $\alpha-Al_8Fe_2Si$ (hexagonal de paramètres $a = 12,3 \text{ \AA}$ et $c = 26,3 \text{ \AA}$)

- $\beta-Al_5FeSi$ (monoclinique de paramètres $a = b = 6,12 \text{ \AA}$ et $c = 41,5 \text{ \AA}$, $\beta = 91^\circ$)

- $\pi-Al_8FeMgSi_6$ (hexagonal de paramètres $a = 6,63 \text{ \AA}$ et $c = 7,94 \text{ \AA}$)

Les éléments d'alliages existent sous deux formes dans l'aluminium :

- En précipités intermétalliques avec les autres éléments présents dans le métal.
- En solution solide, suivant leur solubilité dans le métal.

Tableau 1.4: Classement des alliages d'aluminium en fonction de leur résistance à la corrosion. Formes de corrosion généralement observées dans ces alliages [13].

Série	Eléments d'alliage	Particules Intermétalliques ou secondes phases	Formes de corrosion généralement observées
5000	Mg	Al_3Mg_2 , Al_8Mg_5	Piqûres, généralisée, sous contrainte (pour les forts taux en magnésium)
1000	Aucun	Al_3Fe , Al_6Fe $Al_{12}Fe_3Si_2$	Piqûres, généralisée dépend de la quantité de secondes phases
6000	Si, Mg	$FeSiAl_5$, Fe_2SiAl_8 $Al_8Si_6Mg_3Fe$, Mg_2Si	Piqûres, généralisée
3000	Mn	Al_6Mn , Al_6MnFe	Piqûres, généralisée
4000	Si	Si	
7000	Zn, Mg Ajout de Cu	$MgZn_2$	Piqûres, généralisée, sous contrainte, feuilletante, intergranulaire (avec Cu)
2000	Cu	$CuFeMnAl_6$, Al_2Cu Al_2CuMg	Piqûres, généralisée, sous contrainte (sans traitement thermique), intergranulaire, feuilletante

La figure 1.4 représente le diagramme d'équilibre ternaire des alliages Al-Mg-Si déterminant le domaine de la formation de la phase d'équilibre β (Mg_2Si).

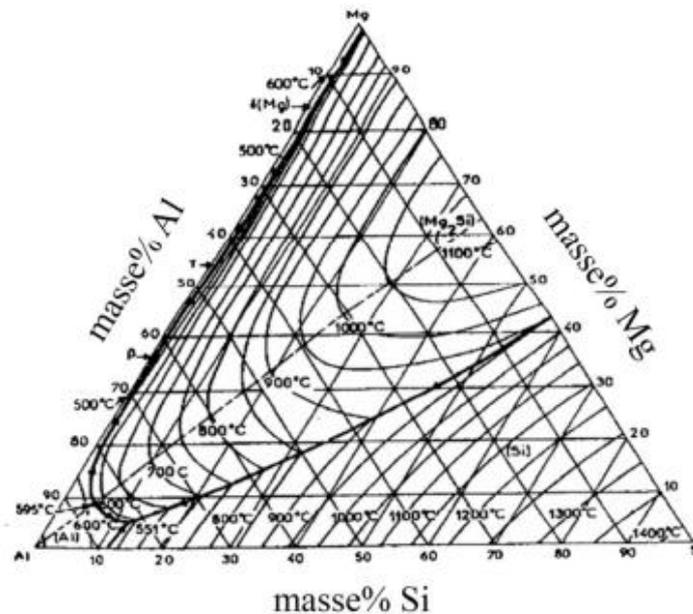


Figure 1.4: Diagramme d'équilibre ternaire des alliages Al-Mg-Si.

Comme nous l'avons vu dans les précédents travaux [14], cette série est principalement composée d'Al-Mg-Si et utilisée dans des applications électriques (conducteurs électriques) où une combinaison appropriée de propriétés telles qu'une haute résistance, une conductivité élevée et une ductilité optimale sont requises. La figure 1.5 montre l'effet des éléments d'alliage sur la

conductivité électrique de l'aluminium. Pour atteindre ces exigences, des traitements thermomécaniques sont utilisés.

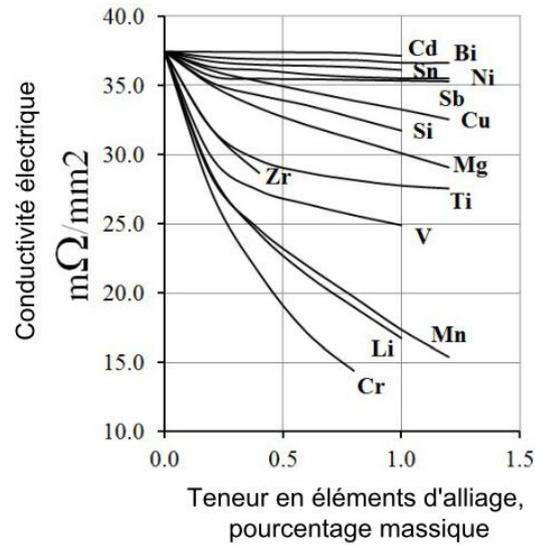


Figure 1.5: Conductivité électrique par rapport aux éléments d'alliage [15].

13 Procédé de fabrication du Fil Machine

Le matériau de départ utilisé pour le tréfilage est appelé fil machine, de diamètre 9,5 mm (peut néanmoins varier entre 7,2 et 12 mm) pour l'aluminium et ses alliages. Le fil machine se présente, généralement, sous forme de bobines ou bottes (figure 1.6).

La coulée continue est un procédé métallurgique permettant de contrôler en continu la transformation d'un métal, de l'état liquide à l'état solide, afin d'obtenir directement des produits semi-finis (fil machine).

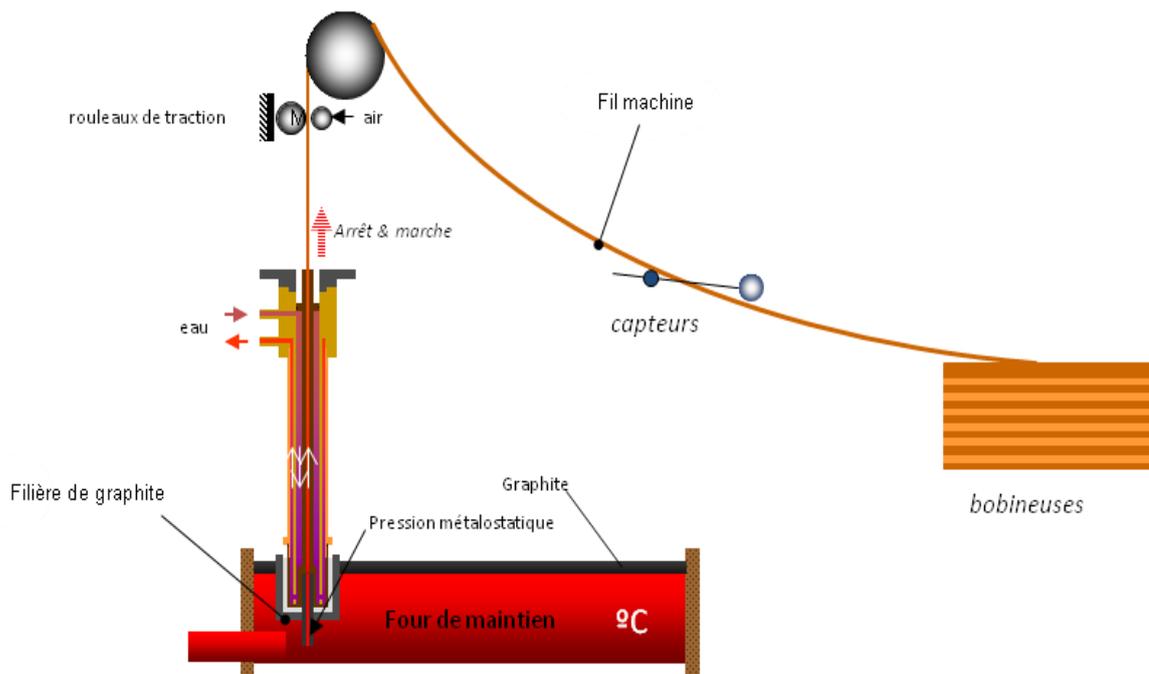


Figure 1.6 : Procédé de coulée continu (ENICAB Biskra).

14 Procédé de tréfilage d'aluminium

Le tréfilage est l'un des procédés de mise en forme à froid les plus utilisés dans le milieu industriel en particulier dans le secteur électrique et pour la fabrication de fils métalliques.

La déformation à froid est obtenue par la mise en œuvre d'efforts importants qui permettent de dépasser la limite élastique du matériau.

En tant que procédés, le tréfilage et l'étirage sont comparables. Ils consistent à déformer une ébauche au travers d'une filière. Le tréfilage est plus spécifique aux fils, l'étirage aux tubes et aux barres.

Le tréfilage comme l'étirage peuvent avoir plusieurs objectifs :

- Réduire à des dimensions plus faibles une ébauche filée ou laminée ; en effet, le filage ou le procédé CLC ne permettent pas d'obtenir directement de petits fils, de petites barres ou de tubes à parois minces ;
- Calibrer des produits filés de manière à réaliser des tolérances, dimensionnelles plus étroites que celles possibles par filage (cf. normes dans le fascicule Documentation) ;
- Augmenter les caractéristiques mécaniques des ébauches obtenues à chaud.

Les opérations de tréfilage à froid sont connues depuis longtemps. Ces opérations constituent une part importante dans le processus industriel de fabrication mécanique, automobile et aéronautique [16].

Bien que ce principe s'utilise depuis des milliers d'années, les moyens de production et son automatisation ont beaucoup évolué. Il est possible de produire des fils ayant des diamètres de plusieurs millimètres jusqu'à une dizaine de micromètres seulement, avec des longueurs et des états de surfaces à la commande. Les applications des fils créés sont extrêmement vastes : câbles, chauffage par induction, électrode de soudage.

En effet, comme les fils peuvent encore être usinés après les opérations de tréfilage, on peut en faire des produits très diversifiés.

Le processus consiste à étirer un fil (Figure 1.7), en plusieurs passes, en réduisant progressivement son diamètre à travers des filières, sous l'action d'une force de traction contenue et en présence d'un lubrifiant. Cette technique permet d'obtenir des fils de diamètres inférieurs à 5 mm. Cette mise en fore du fil au cours de l'étirage à travers les filières provoque une modification générale des propriétés mécaniques. Les variations de ces propriétés en fonction de l'écroutissage sont exploitées de façon à obtenir pour une géométrie donnée, des propriétés mécaniques souhaitées, une qualité de fil requise.

Les vitesses de déformation du métal dépendent essentiellement de la vitesse d'entrée du fil dans la filière, du taux de réduction et l'angle de la filière. Elle doit répondre à plusieurs critères. Il faut toujours que le fil reste tendu. Pour cela, il faut prendre en compte que la vitesse du fil à la sortie de la filière est plus grande qu'à son entrée. Cette variation dépend du pourcentage de réduction de la filière. A vitesse plus élevée, l'état de surface ainsi que la précision se dégradent.

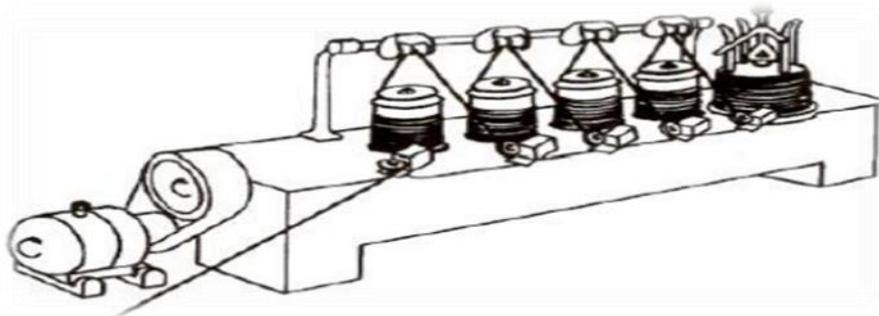


Figure 1.7 : Machine à accumulation.

15 Techniques de tréfilage

Les techniques de tréfilage (machine, outillage, conditions de tréfilage, etc.) diffèrent plus ou moins d'une catégorie à une autre.

15.1 Machine de tréfilage

L'ensemble du matériel de tréfilage comporte trois éléments, schématisés (figure 1.8)

- Un dispositif de dévidage du fil,
- Une tréfileuse ou multi passes,
- Un dispositif de récupération du fil écroui,

Dans une machine de tréfilage multi passe, le fil est tracté, entre chaque filière, par des cônes (cabestans) qui transmettent la force nécessaire au tréfilage par frottement.

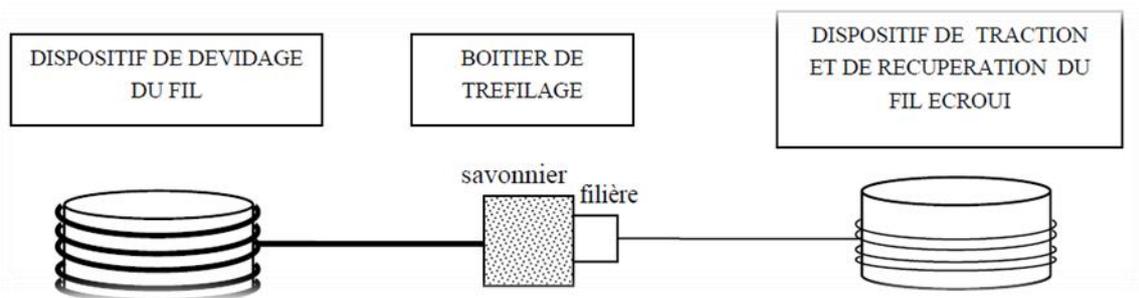


Figure 1.8 : Schéma de principe d'une machine à tréfiler simple (ou mono passe)

Le fil provision, à l'entrée de la tréfileuse (Figure 1.9), passe par un outil (filière). A la sortie d'une filière le fil est enroulé autour du cabestan afin de le tracer. Quand l'effort de traction nécessaire au passage dans l'outil est atteint, le fil se tend et se déplace à la même vitesse que celle du cabestan, en absence de glissement.



Figure 1.9 : Machine de tréfileuses d'aluminium AGS (ENICAB Biskra).

15.2 Outil de mise en forme : la Filière

Elle se compose de deux parties : un noyau, très dur, qui assure la réduction du diamètre du fil et une monture en acier qui maintient le noyau et lui permet de résister aux fortes pressions développées au cours du tréfilage. (Figure 1.10)

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

- Le cône d'entrée, permettant l'entraînement du lubrifiant ;

- Le cône de travail, partie essentielle dans laquelle le métal subit sa déformation par compression, et caractérisé par un angle au sommet 2α ; (Figure 1.11)
- La portée cylindrique, dont la longueur est comprise entre $1/3$ et $1/2$ du diamètre à obtenir, elle guide le fil après avoir été déformé ;
- Le cône de sortie ou chanfrein de dégagement.

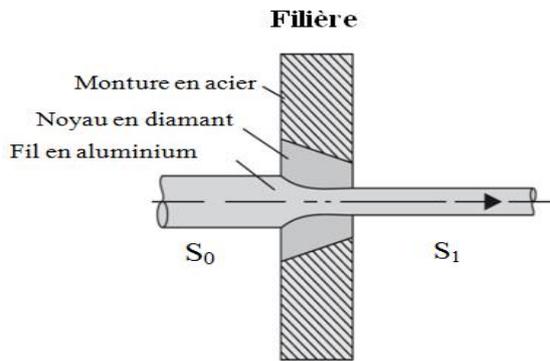


Figure 1.10 : Principe du tréfilage, Réduction de la section

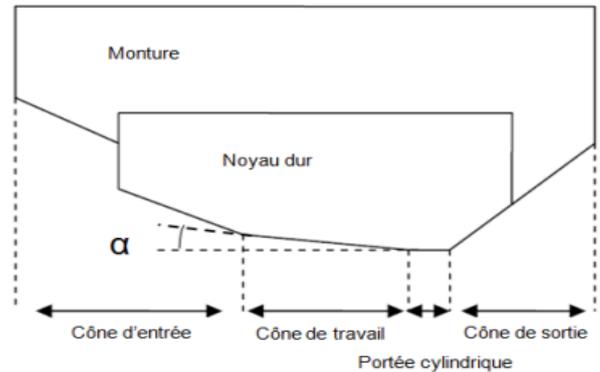


Figure 1.11 : Géométrie de la filière

La durée de vie d'une filière dépend de plusieurs facteurs : de la matière à tréfiler, de la réduction voulue, de la vitesse de tréfilage, du lubrifiant et de la qualité du diamant.

15.3 Lubrifiant

Il joue un rôle essentiel étant donné les pressions très élevées que subit le fil lors de sa réduction. Ses fonctions sont :

- De limiter les frottements entre le fil et la filière et ainsi diminuer les contraintes lors du tréfilage
- D'améliorer l'état de surface du fil.
- D'évacuer les éventuels déchets à l'entrée de la filière.
- De refroidir la filière pour éviter sa déformation thermique et réduire son usure pour parvenir à satisfaire toutes ces conditions, il doit posséder une bonne résistance à la température et à la pression ainsi qu'une stabilité chimique dans le temps.

Le fil, les filières, et les cabestans sont complètement immergés (ou arrosés) dans un bain d'huile (Figure 1.12) ou d'émulsion d'huile qui joue le rôle de lubrifiant et échangeur thermique.

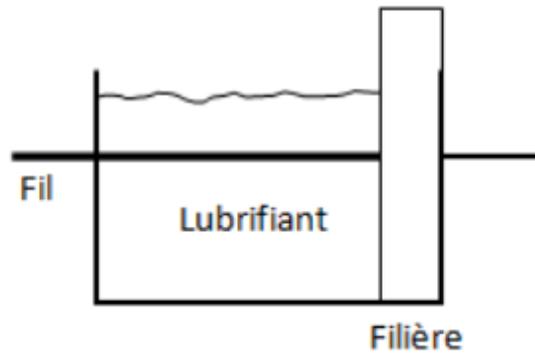


Figure 1.12 : Schéma d'une méthode de lubrification

Dans le cas du tréfilage à sec, ce sont des « savons secs métalliques » qui sont utilisés. Issus d'une réaction de saponification, les lubrifiants industriels sont en fait des mélanges complexes de matières grasses, de charges minérales, d'additifs variés et de produits réactionnels. Un bon lubrifiant est un savon qui favorise la formation d'un film superficiel suffisamment épais et homogène pour éviter toute interaction directe entre la filière et le fil (Figure 1.13).



Figure 1.13 : boîte à savon (ENICAB Biskra).

15.4 Matériaux mis en forme

15.4.1 Classification des fils

Les fils métalliques peuvent, en général, être classés en quatre catégories suivant leur diamètre (tableau 1.5).

Tableau 1.5 : Classification des fils suivant leurs diamètres [17].

Dénomination	Diamètre en (mm)
Fil machine	Cuivre 8- Aluminium 9.5
Gros fil	1.63 à 5
Fil intermédiaire	0.40 à 1.63
Fil fin	0.10 à 0.40
Fil ultrafin	Inférieur à 0.10

15.4.2 Sélection des alliages

La procédure de sélection est itérative : les choix faits en tenant compte d'un paramètre sont confrontés aux choix résultant de la prise en compte d'un autre paramètre.

Tout d'abord, les alliages d'aluminium pouvant être fabriqués sous forme de fils (24 nuances retenues au préalable) ont été classés selon leur résistance mécanique (Figure 1.14).

Sur cette figure, et sur les autres figures comparatives, les alliages représentés en gris sont les nuances non retenues, parmi les 24 nuances, suite à l'analyse des différents paramètres.

Les résultats montrent que l'ensemble des alliages, à l'exception de l'alliage 1050 O (non retenu) répondent à la valeur critique fixée pour R_m . Ainsi, ce paramètre ne constitue pas un paramètre critique de sélection pour l'application industrielle envisagée, qui ne nécessite pas d'utiliser obligatoirement des alliages à haute résistance mécanique comme les séries 2xxx ou 7xxx [2].

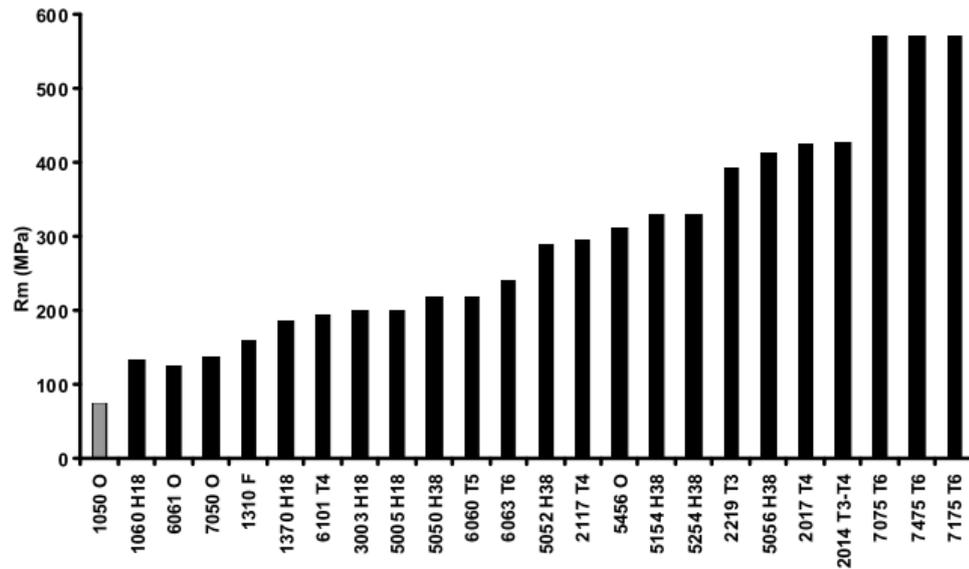


Figure 1.14 : Comparaison des résistances à rupture des alliages d'aluminium pouvant être tréfilés [2].

La Figure 1.15 tient du raffinement par rapport au critère « aptitude au tréfilage ». Elle présente, pour des matériaux pouvant être tréfilés, leur aptitude à la mise en forme et permet de cibler plus encore les nuances potentiellement intéressantes.

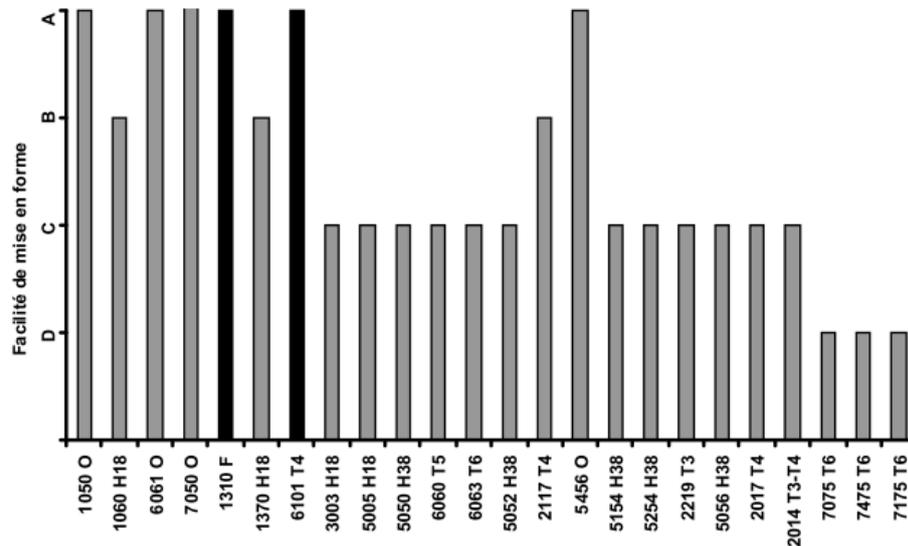


Figure 1.15 : Comparaison de la facilité de mise en forme des alliages d'aluminium pouvant être tréfilé [2].

15.4.3 Écrouissage et traitement thermique

La déformation du fil au cours de tréfilage provoque une modification générale de ses propriétés. La variation des caractéristiques mécaniques (dureté, allongement et résistance mécanique,...) ou physiques (résistivité, densité,...). La déformation plastique par tréfilage entraîne un écrouissage qui se traduit par :

- Une augmentation de la résistance à la rupture et de l'allongement.
- Une diminution de la ductilité des fils tréfilés.
- Une augmentation de la résistivité électrique.

Le traitement thermique des alliages métalliques par recuits utilisé pour éliminer les contraintes résiduelles, diminuer la dureté et améliorer la ductilité et produire une microstructure particulière.

Partie 2: Mise en forme à froid des alliages aluminium (AGS)

1 Introduction

Parmi les techniques de transformation de la matière, la mise en forme des matériaux par déformation plastique est une des plus anciennes.

Les techniques de mise en forme des matériaux (Figure 1.16) ont pour objectif de donner une forme déterminée au matériau tout en lui imposant une certaine géométrie, afin d'obtenir un objet ayant les propriétés souhaitées.

Dans cette partie, présente la théorie de mise en forme des matériaux par déformation plastique, à savoir le tréfilage à froid.

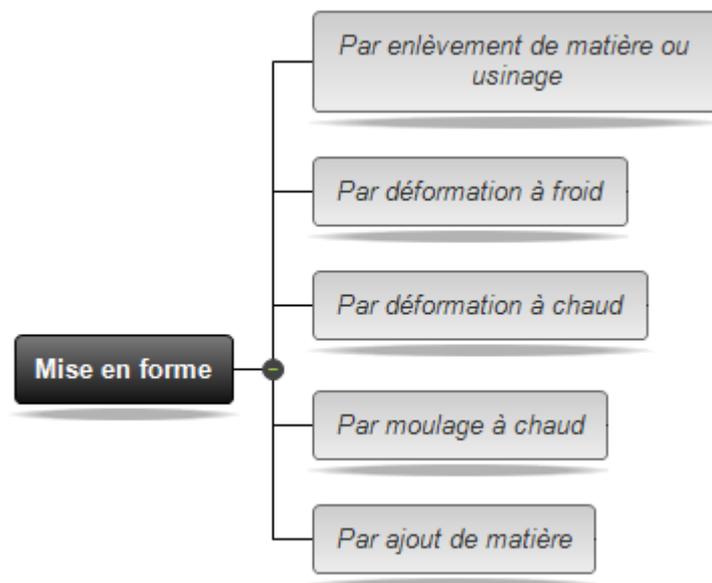


Figure 1.16 : Techniques de mise en forme.

2 Mécanisme de la déformation plastique

La déformation plastique des métaux apparaît donc comme résultant de glissements irréversibles de certains plans cristallographiques les uns par rapport aux autres.

La contrainte appliquée (F/S_0) n'est plus une contrainte de traction pure. L'état de contrainte plus complexe qui est présent consiste d'une part en une contrainte de traction (ou normale) σ qui agit perpendiculairement au plan de glissement, d'autre part, en une contrainte de cisaillement τ qui agit parallèlement à ce plan.

La figure 1.17 illustre la déformation d'une éprouvette de monocristal à laquelle est appliquée une contrainte de traction : le glissement se produit dans plusieurs plans et directions équivalents et les plus favorablement orientés, à divers endroits le long de l'éprouvette.

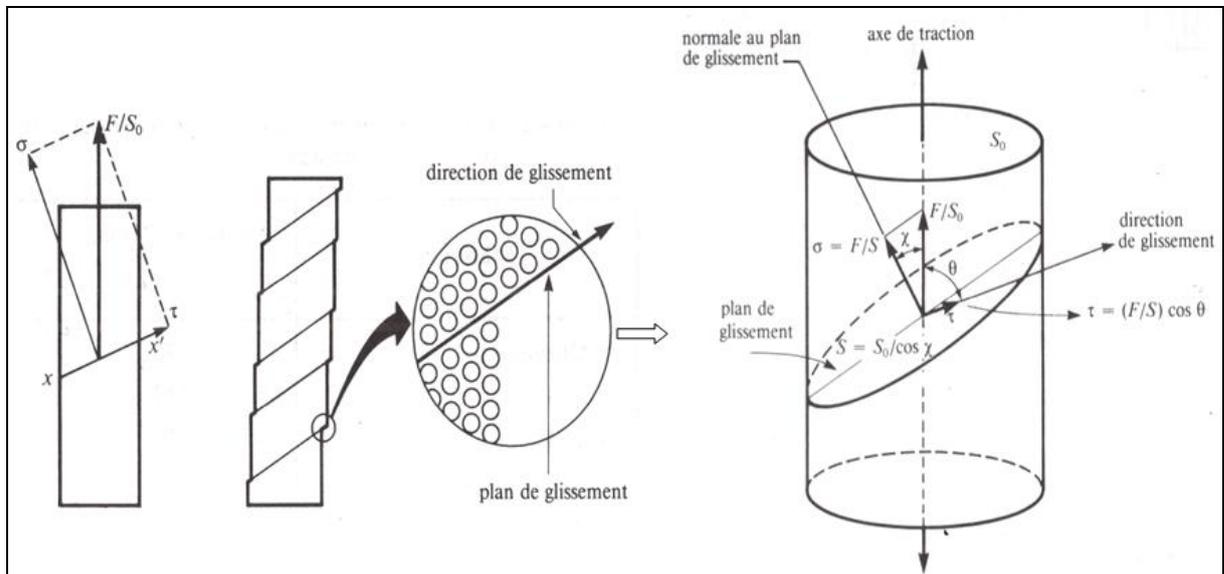


Figure 1.17: Schéma représentant les contraintes normale σ et de cisssion τ .

Un raisonnement géométrique simple permet de trouver que cette cisssion est déterminée par la relation:

$$\tau = \left(\frac{F}{S_0}\right) \cos \theta \cdot \cos \chi \quad (1.1)$$

Cette équation est connue sous le non de loi de Schmid, et l'expression $(\cos \theta \cdot \cos \chi)$ est appelée facteur de schmid.

Ou S_0 est la section droite de l'éprouvette, χ l'angle formé par la normale au plan de glissement et l'axe de traction, et θ l'angle formé par la direction de glissement et l'axe de traction.

2.1 Déformation par glissement

Les dislocations ne se déplacent pas avec la même facilité dans tous les plans cristallographiques d'atomes ni dans toutes les directions cristallographiques. Il existe généralement un plan plus propice que les autres. Ce plan est le plan de glissement.

Prenons comme exemple la structure cristalline cubique à face centrées (c.f.c), comme l'aluminium, dont une maille élémentaire est représentée à la (Figure 1.18) En fait, les plans de glissement se révèlent presque toujours être les plans de plus forte densité atomique, et les

directions de glissement sont les directions cristallographiques les plus denses, comme l'indique les flèches à la figure 1.18. Ainsi, $\{111\}\langle 110\rangle$ représente l'ensemble du plan de glissement et de la direction de glissement, soit le système de glissement pour la structure c.f.c. Le tableau 1.6 donne les systèmes de glissement possibles des différentes structures [18].

Les métaux à structure cristalline c.f.c ou c.c possèdent un assez grande nombre de système de glissement (soit au moins 12). Ces métaux sont très ductiles, car une déformation plastique prononcée est généralement possible dans les divers systèmes.

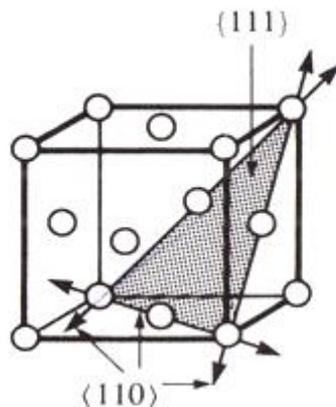


Figure 1.18: Système glissement $\{111\}\langle 110\rangle$ dans une maille élémentaire c.f.c.

Tableau 1.6: Systèmes de glissement pour les différents métaux.

Structure	Métaux	Plan de glissement	Direction de Glissement	Nombre de systèmes de glissement
c.f.c.	Cu,Al,Ni,Ag,Au	$\{111\}$	$\langle 110\rangle$	12
c.c	Fe $_{\alpha}$,W,Mo	$\{110\}$	$\langle 111\rangle$	12

2.2 Déformation par maclage

Le maclage, peut également jouer un rôle important dans la déformation plastique de certains matériaux (Figure 1.19) : une partie du cristal est ainsi cisailée entre deux plans qui vont former les interfaces avec la partie non déformée. Le taux de cisaillement induit est donné par la géométrie du système de maclage (plan et direction cristallographiques de maclage).

Le glissement et le maclage sont les deux principaux mécanismes permettant d'accommoder la déformation plastique, alors que le glissement produit des déplacements qui sont des entiers multiples de la distance interatomique, lors du maclage les atomes se déplacent de moins d'une distance interatomique.

L'importance du maclage sur la déformation totale est particulièrement marquée dans les matériaux où le nombre de systèmes de glissement est réduit, comme ceux de structure hexagonale compacte.

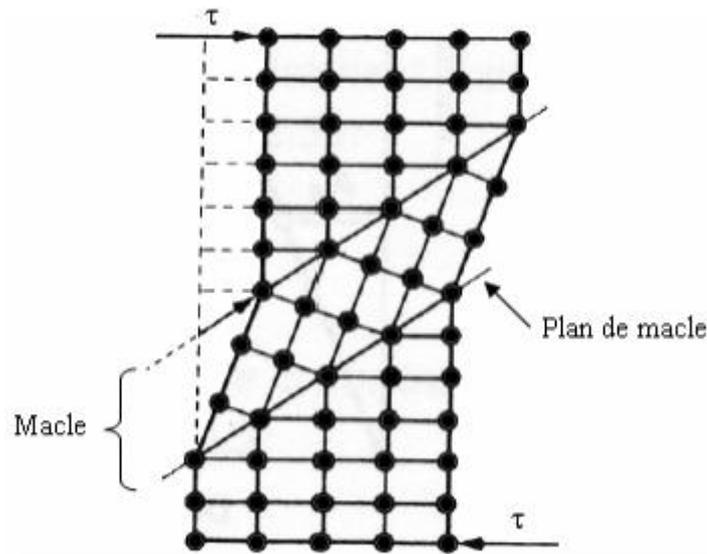


Figure 1.19 : Représentation schématique d'une macle mécanique.

3 Théorie des dislocations

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

3.1 Type de dislocations

3.1.1 Dislocation coin

Le premier modèle présenté ci-dessous, que l'on appelle dislocation *coin* (*edge dislocation*), une dislocation coin peut être imaginée comme l'introduction d'un demi-plan supplémentaire à l'intérieur d'un cristal parfait. Son emplacement est défini comme l'extrémité de ce demi-plan (Figure 1.20). Dans la région entourant cette ligne, appelée ligne de dislocation, la structure du réseau cristallin est déformée. La ligne de dislocation est perpendiculaire au plan de la page.

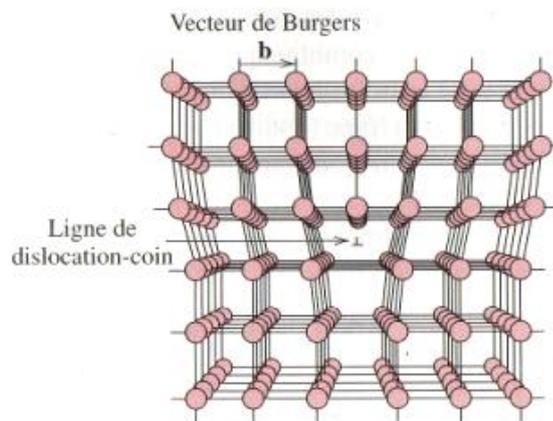


Figure 1.20 : Schéma d'une dislocation coin (représentée par un \perp) et de vecteur de Burgers b [18].

3.1.2 Dislocation vis

Le deuxième modèle présenté (Figure 1.21) est la dislocation dite *vis* (*screw dislocation*) : une dislocation vis est un défaut linéaire résultant d'un cisaillement du réseau, la partie supérieure des faces intérieures du cristal a subi un déplacement vers la droite (d'une longueur équivalente à la distance entre deux atomes) par rapport à la partie inférieure.



Figure 1.21 : Dislocation vis [18].

4 Déplacement des dislocations

Production d'une déformation plastique issue du déplacement d'une dislocation constitue un glissement, et le plan cristallographique que traverse la ligne de dislocation porte le nom de plan de glissement. Une déformation plastique macroscopique constitue simplement une déformation permanente résultant du déplacement de dislocations, ou glissement, par suite de l'application d'une contrainte de cisson. La figure 1.22 schématise le déplacement une dislocation-vis consécutif à l'application d'une contrainte de cisson, auquel cas les directions du déplacement et de la contrainte sont perpendiculaires l'une par rapport à l'autre, tandis qu'elles sont parallèles dans le cas d'une dislocation-coin.

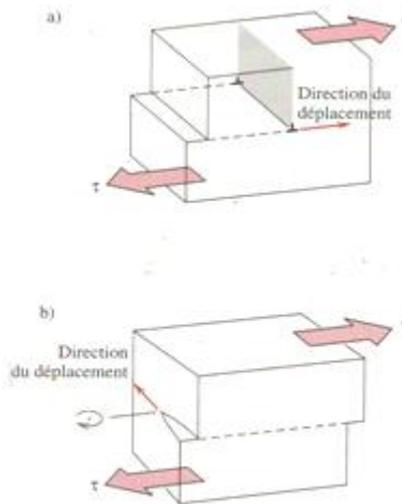


Figure 1.22 : (a) Dislocation coin (b) Dislocation vis [18].

5 Défauts de surface

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

6 Défauts à trois dimensions

On a un défaut à trois dimensions quand une partie du cristal est remplacée par un volume d'un composé différent ; la différence est de nature chimique et peut ou non être accompagnée de différences cristallographiques. La partie étrangère du cristal est un précipité.

Les précipités sont de petites particules de seconde phase qui se forment entre le métal de base et un élément d'alliage.

La distribution du intermétallique Mg_2Si autour de joint grains ont été indiquées dans la Figure 1.3. Cette distribution gentille des phases intermétalliques liées diminue les propriétés mécaniques du métal [18].

Les alliages d'aluminium déformés par compression biaxiale et traction uniaxiale ont été attribués à la germination de la cavité à des surfaces d'intersection de joints de grains coulissant. Cependant, il n'est pas clair comment un phénomène général.

Une cavité située au joint de grain, que ce soit nucléée ou préexistante, peut se développer au cours de la déformation par des processus de diffusion et /ou déformation plastique de la matrice environnante. Les relations ont été développées, ainsi elles décrivent le changement du rayon de la cavité et le changement de volume de la cavité avec la souche, pour une croissance de différent mécanisme. Ces relations ont été testées expérimentalement par métallographie et des mesures de densité ou, il a été démontré que la diffusion peut être importante dans les premiers stades de la croissance de la cavité [20].

Partie 3: Texture de déformation par tréfilage

1 Introduction

La déformation plastique à froid conduit à un durcissement plastique du matériau désigné communément par le terme « écrouissage », donc à son durcissement. Cet écrouissage dépend de la composition chimique du matériau, du taux de déformation appliquée et des conditions de déformation (température, vitesse et mode de déformation). En effet, la déformation plastique à froid entraîne une importante augmentation de la densité de dislocations (i.e. énergie élastique stockée) dans le matériau. Il s'ensuit une hétérogénéité de la microstructure et de la texture cristallographique à l'intérieur des grains.

Dans ce chapitre est consacré à l'étude de textures cristallographiques. En premier lieu, nous donnons les notions essentielles pour la compréhension qualitative (figures de pôles) de la texture cristallographique d'un matériau. Nous nous intéressons par la suite au développement de texture de déformation par tréfilage (orientation préférentielle des grains) dans les matériaux cfc.

2 Texture cristallographique

La texture cristallographique est une anisotropie, en fonction des orientations d'observation, présentée dans les matériaux, la déformation plastique induit une anisotropie morphologique de la structure des grains. Egalement, par suite des rotations des grains consécutives aux glissements cristallographiques, la déformation plastique conduit à la formation d'une orientation préférentielle des grains dans le matériau sollicité, qu'on appelle texture cristallographique. Ces dernières trouvent leur origine dans les étapes de déformation mécanique (laminage, tréfilage,...) et/ou de traitement thermique (recristallisation,...). Cette anisotropie cristalline influence les propriétés du matériau.

3 Orientation cristallographique

Les métallurgistes ont introduit la notion d'orientation cristallographique, afin de décrire l'orientation d'un grain dans une tôle polycristalline. C'est pourquoi le repère échantillon (DL, DT, DN) (Direction de Laminage, Direction Transverse, Direction Normale au plan de laminage (DL, DT)) est couramment utilisé.

Ainsi, en métallurgie, une orientation $\{hkl\} \langle uvw \rangle$ sera repérée dans la tôle par :

- Le plan cristallographique $\{hkl\}$ parallèle au plan du laminage.
- La direction cristallographique $\langle uvw \rangle$ parallèle à la direction de laminage.

La figure 1.23 illustre l'orientation de deux cristallites élémentaires de maille cubique dans une tôle laminée.

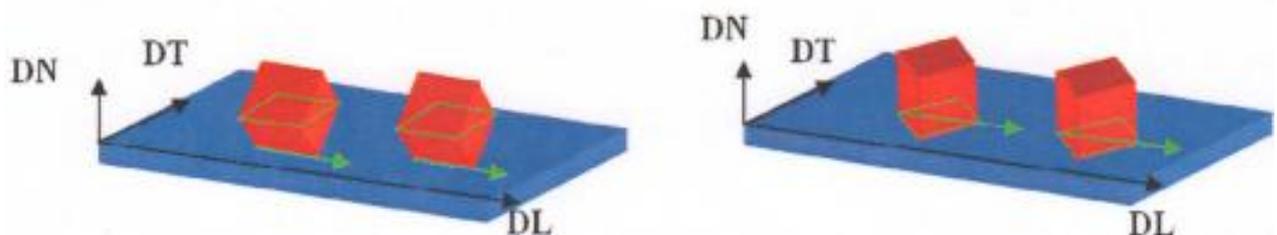


Figure 1.23 : Cristallites élémentaires cubiques d'orientation $\{100\} \langle 011 \rangle$ et $\{110\} \langle 001 \rangle$.

En revanche, dans le cas de fils présentant une symétrie de révolution, DN est parallèle à l'axe du fil, DL et DT sont deux directions macroscopiques a priori quelconques contenues dans la "section transverse" du fil (Figure 1.24).

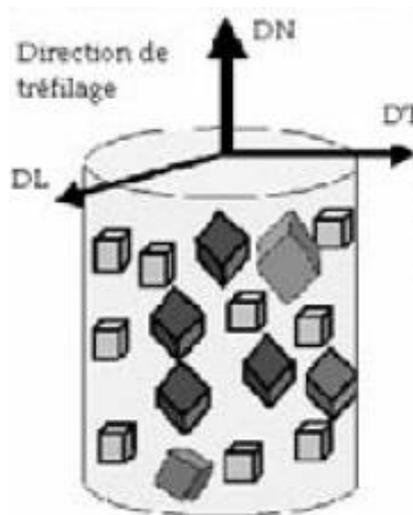


Figure 1.24: Définition des repères cristallographiques liés à l'échantillon et à la cristallite [21].

3.1 Angles d'Euler

Un second mode de description des orientations cristallographiques utilise les angles d'Euler. Différentes notations ont été proposées, dont la plus utilisée sont la notation de Bunge (φ_1 , ϕ et φ_2). Nous utiliserons la notation sachant qu'il existe des relations simples entre les différents angles [22].

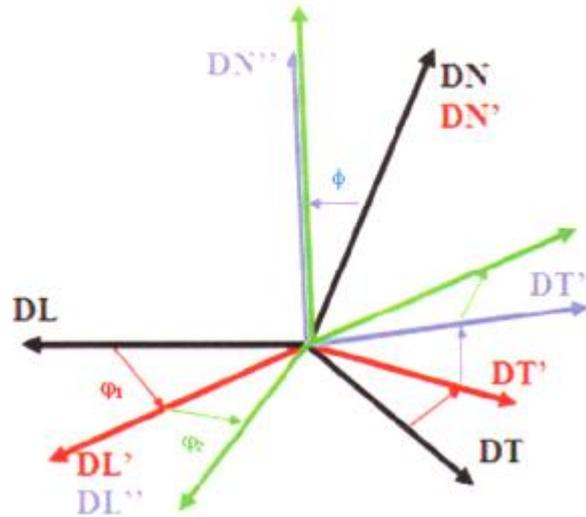


Figure 1.25: Définition des trois angles d'Euler φ_1 , ϕ et φ_2 .

Les angles d'Euler décrivent les 3 rotations qui permettent de relier le référentiel échantillon au référentiel cristal. Une première rotation φ_1 est effectuée autour de DN. La seconde rotation ϕ autour du nouvel axe DL' permet de définir un nouveau repère. C'est autour de l'axe DN'' de ce nouveau repère que s'effectue la rotation φ_2 . On définit alors la matrice de rotation suivante :

$$g = \begin{pmatrix} \cos\varphi_1 \cos\varphi_2 - \sin\varphi_1 \sin\varphi_2 \cos\emptyset & \sin\varphi_1 \cos\varphi_2 + \cos\varphi_1 \sin\varphi_2 \cos\emptyset & \sin\varphi_2 \sin\emptyset \\ -\cos\varphi_1 \sin\varphi_2 - \sin\varphi_1 \cos\varphi_2 \cos\emptyset & -\sin\varphi_1 \sin\varphi_2 + \cos\varphi_1 \cos\varphi_2 \cos\emptyset & \cos\varphi_2 \sin\emptyset \\ \sin\varphi_1 \sin\emptyset & -\cos\varphi_1 \sin\emptyset & \cos\emptyset \end{pmatrix}$$

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

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

4 Représentation des Textures

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

4.1 Figures de pôles directes et inverses

Les figures de pôles directes sont très utilisées pour décrire les orientations cristallographiques. Considérons un cristal de structure cubique possédant une orientation donnée (figure 1.26). La normale aux plans $\{001\}$ de ce cristal ‘perce’ la sphère des pôles en des points caractéristiques, dont la position est fonction de l’orientation du cristal dans le repère échantillon (DL, DT, DN). On peut alors utiliser le pôle sud comme pôle de projection de ces points sur le plan équatorial. On vient ainsi de réaliser une projection stéréographique pour obtenir la figure de pôles $\{100\}$ du cristal considéré. Une figure de pôles directe est donc la projection stéréographique sur le plan de l’échantillon, de la distribution des densités de pôles d’une famille de plans $\{hkl\}$ dans toutes les directions de l’échantillon. On peut bien sûr procéder de la même manière pour les matériaux possédant une autre symétrie que la symétrie cubique.

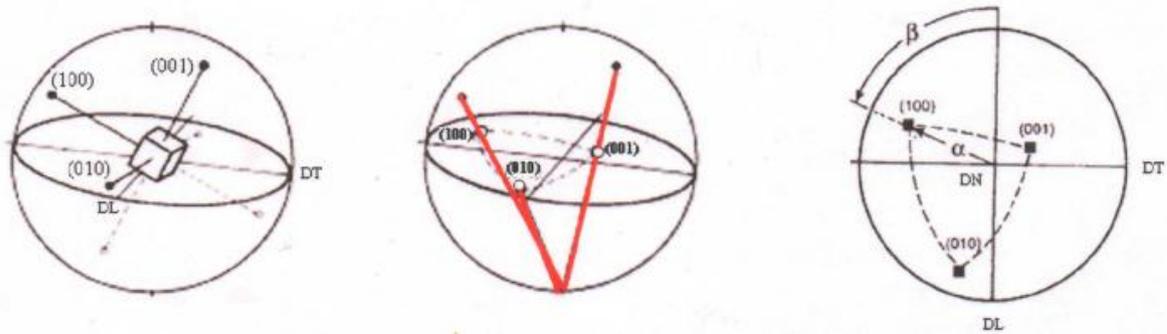


Figure 1.26: Construction d'une figure de pôles $\{100\}$.

La figure 1.27 montre un exemple de construction d’une figure de pôles $\{100\}$ correspondant à une orientation $\langle 001 \rangle \langle 100 \rangle$, c’est-à-dire $\langle 001 \rangle // DN$ et $\langle 100 \rangle // DL$.

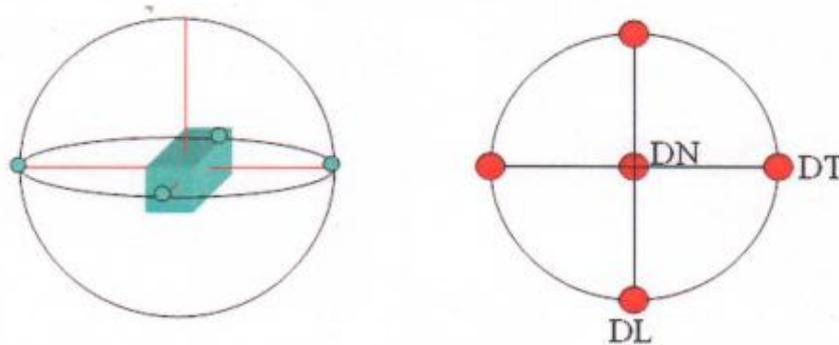


Figure 1.27 : Construction d'une figure de pôles $\{100\}$ correspondant à une orientation cube $\langle 001 \rangle \langle 100 \rangle$.

La figure de pôles inverse (figure 1.28). Une figure de pôles inverse représente la position d'une direction de l'échantillon dans le repère du cristal. Notons que c'est sur ce triangle standard que l'on définit un code de couleurs pour tracer les cartographies d'orientations mesurées par EBSD.

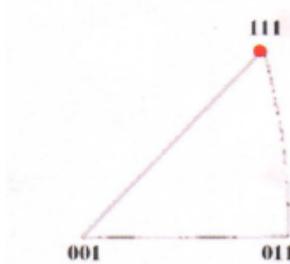


Figure 1.28 : Description de la fibre $\{111\} \langle uvw \rangle$ sur le triangle standard.

5 Texture de déformation par tréfilage

Au cours de la déformation plastique d'un matériau polycristallin, les grains subissent des rotations qui modifient leur orientation cristallographique. Ces rotations dépendent du mode de déformation imposé au matériau d'une part, et des systèmes de glissement activés dans chaque grain d'autre part. Ces changements d'orientation des grains génèrent dans le matériau la formation d'une texture de déformation. Pour une déformation uniaxiale (comme le tréfilage des fils), nous trouvons une texture dite de fibres.

Les métaux c.f.c ont une texture de fibre double; les grains ont préférentiellement soit une direction $\langle 111 \rangle$, soit une direction $\langle 100 \rangle$ parallèle à l'axe du produit [21].

Concernant le cuivre, Hibbard [22] a mis en évidence un mélange de textures de fibres $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ dans des fils de cuivre et ses alliages. Il a observé également que la proportion relative de la fibre $\langle 001 \rangle$ diminue quand le taux de déformation augmente. Il conclue donc que la fibre $\langle 111 \rangle$ est la composante la plus stable dans les fils écrouis de structure c.f.c.

Par ailleurs, un autre paramètre a été cité dans la littérature qui peut influencer les textures des fils tréfilés. Il s'agit de l'hétérogénéité de déformation dans la section du fil.

En effet, les textures des fils tréfilés dépendent de la distance considérée par rapport au centre du fil. Le métal s'échauffe au cours du tréfilage et se restaure au moins partiellement.

Ce type d'effet est confirmé par Inoue et al [Inoue et al. 1981]. Ces auteurs ont observé dans des fils tréfilés d'aluminium, un mélange de texture $\langle 001 \rangle$ (minoritaire) et $\langle 111 \rangle$ (majoritaire) au centre du fil, quelque soit le taux de réduction [23].

En revanche, en zone périphérique, pour des réductions d'aire de 50,5% et de 71,8%, la texture varie entre les deux composantes $\langle 111 \rangle$ et $\langle 001 \rangle$ et pour les forts taux de réduction (>93 %) il y a développement complet de la fibre $\langle 111 \rangle$ (Figure 1. 29).

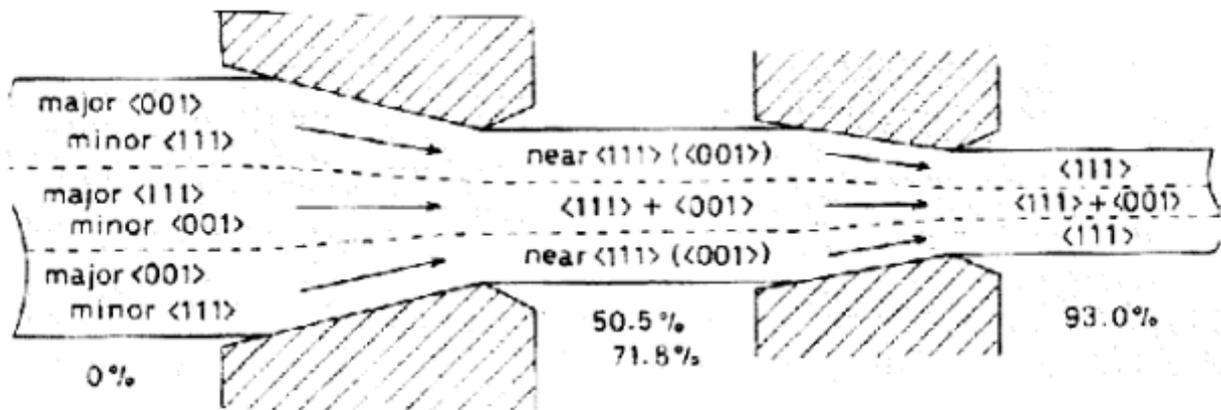


Figure 1.29: Changement de texture au cours du tréfilage des fils d'aluminium de diamètre 9,5 mm. 15% de réduction à chaque passe à une vitesse de 20 m/min [23].

Références bibliographiques

- [1] M. Colombié, Matériaux industriels, Matériaux Métallique, DUNOD, Paris 2000.
- [2] A. Laurino, Intégration des alliages d'aluminium dans le câblage électrique automobile : procédés de mise en forme, microstructure et durabilité, Thèse de doctorat, Université Toulouse, (2012).
- [3] C. SORRIANO, Contribution à la modélisation de la corrosion microstructurale des alliages d'aluminium : simulation numérique et vérification expérimentale sur systèmes modèles, these de doctorat, Université de Bourgogne (2012).
- [4] E. Deltombe and M. Pourbaix, Comportement électrochimique de l'aluminium, diagramme d'équilibre tension pH du système Al-H₂O à 25°C, Cebelor, rapport technique n°42, décembre 1956.
- [5] R.W. Cahn, P. Haasen, Physical Metallurgy, Tome III, North-Holland. (1996), pp.2167-2172.
- [6] D. J. Chakrabarti, B-K. Cheong, D. E. Laughlin, " Automotive Alloys II, Proc. TMS Annual Meeting in San Antonio, TX, Feb. 1998, ed. Subodh K. Das, TMS, Warrendale, (1998), pp. 27-44.
- [7] Y. Aouabdia, Etude de la décomposition et de la précipitation dans des tôles des alliages Al-Mg-Si, these de doctorat, Université de Constantine 126p.
- [8] C. Vargel, Le Comportement de l'aluminium et de ses alliages, Dunod 1979.
- [9] J.P. Baillon, J.M. Dorlot, Des Matériaux, troisième édition, Montréal : Ecole Polytechnique de Montréal, 480p, 2000.
- [10] N. Zaz, Influence des effets de vieillissement et du laminage à froid sur la microstructure, associés aux propriétés mécaniques et chimiques des alliages Aluminium-Magnésium, thèse de doctorat, Université de Tizi-ouzou, 319p (2011).
- [11] R. Develay : Propriétés de l'aluminium et des alliages d'aluminium corroyés. Dans les Techniques de l'Ingénieur. Editions T.I, 1992.
- [12] J.P. Baillon, J.-M. Dorlot, J. Masounave, Des Matériaux. 2ème édition école polytechnique de Montréal, 1986.
- [13] S. Payan, Comportement à la corrosion galvanique de matériaux composites à matrice d'alliage d'aluminium renforcée par des fibres de carbone haut-module, thèse de Doctorat, Université BORDEAUX I, 2001.
- [14] C. Bunte., G Anteri., M Zurbriggen., L Zamboni., M Glassel., 2008. Desarrollo de proceso alternativo de fabricación de cables de aleaciones de aluminio para su aplicación en la industria eléctrica, 17° Conferencia de Laminación y 4° Conferencia sobre usos del acero. Rosario, Santa Fé, Argentina.

- [15] C. Bunte. , Moisés Glassel. , Carlos Medina, Diego Zalzman, Proposed solution for random characteristics of aluminium alloy wire rods due to the natural aging, *Procedia Materials Science* 9 (2015) 97 – 104.
- [16] R. Charpigny, R. Nossent., *Mise en forme de l'aluminium- Tréfilage et étirage. Techniques de l'ingénieur*, M652 V1, (1997).
- [17] Yu. Ning, J.P. Le Roy, *Tréfilage des fils cuivreux ultra-fins*, *Techniques de l'ingénieur*, M646 v1, (1995).
- [18] D. William, Jr. Callister, *Science et génie des matériaux* 2002.
- [19] S. Karabay et al, Investigation of extrusion ratio effect on mechanical behaviour of extruded alloy AA-6101 from the billets homogenised-rapid quenched and as-cast conditions,*Journal of Materials Processing Technology* 160 (2005) 138–147.
- [20] M. Zidani , M.D. Hadid , T. Djimaoui , S. Messaoudi , L.Bessais , D. Miroud , H. Farh ,M. H .Mathon and T.Baudin., The Influence of Aging on Industrially Cold Drawn Aluminum Alloy (6101) Used in the Electric Transmission Lines,*International Journal of Engineering Research in Africa* ,ISSN: 1663-4144, Vol. 24, pp 9-16.
- [21] M. Zidani, Thèse de doctorat, *Texture et recristallisation lors de recuits du fil d'acier doux (0,06% C) tréfilé à froid*; Université Biskra (2006).
- [22] W. R. Hibbard, Jr, *Trans. AIME*, Vol. 77, p. 581 (1950).
- [23] S. Jakani, *Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé*, thèse de Doctorat, Université Paris Sud – Orsay, p.31, (2004).



CHAPITRE 2

Traitements Thermiques des fils d'aluminium déformés



Partie 1: Traitement thermique de recuit de recristallisation

1 Introduction

Traitements thermiques ont pour but de modifier la nature et la répartition des constituants d'un matériau. Selon le domaine d'application du matériau les traitements peuvent améliorer ou détériorer les propriétés mécaniques de ce dernier. En général, les traitements thermiques en métallurgie sont : l'homogénéisation, le revenu, le recuit et le vieillissement [1].

Dans ce chapitre est consacrée le traitement thermique du recuit et plus particulièrement du recuit de recristallisation.

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 tel que 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).

2 Traitements thermiques

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

C'est un traitement thermique qui a pour but de ramener l'alliage à une structure d'équilibre. Il comprend trois étapes :

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

3 Les Mécanismes de restauration et de recristallisation après déformation à froid

Du point de vue de la thermodynamique, l'état déformé représente un non stabilité, due à l'accumulation de dislocations au sein de la microstructure. Une activation thermique permet le retour à l'équilibre, pouvant être continu (restauration) ou discontinu (recristallisation).

3.1 Restauration

Pendant la restauration, une partie de l'énergie de déformation interne emmagasinée est libérée avec le déplacement des dislocations (en l'absence d'une contrainte d'origine extérieure). Par suite d'une augmentation de la diffusion atomique à haute température. Le nombre de dislocations diminue et certaines des configurations de dislocations.

Au cours du traitement de restauration, la position des joints de grains ne varie pas. Ce processus ne change pas encore le comportement mécanique car les propriétés mécaniques sont peu sensibles aux défauts ponctuels. La figure 2.1 présente des étapes de ces modifications. Dans beaucoup de cas, selon le type de matériau et la déformation appliquée, certaines de ces étapes se produisent pendant la déformation par restauration dynamique.

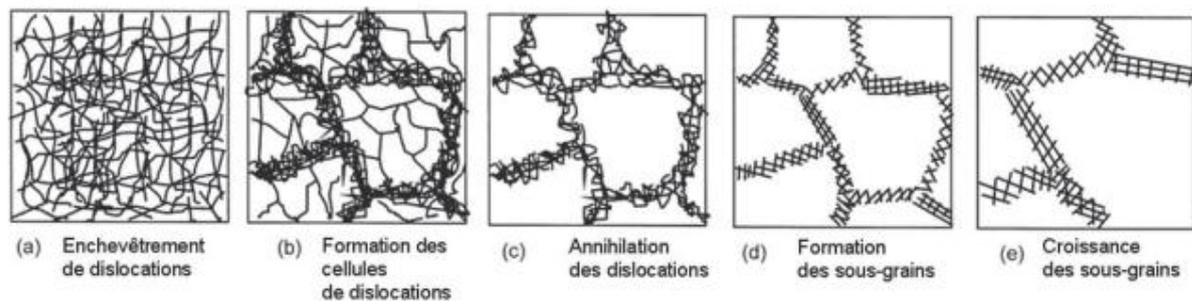


Figure. 2.1 : Schéma des différentes étapes de restauration. (a) Les dislocations se réarrangent (b) en cellules dont les parois sont constituées de dislocation enchevêtrées. (c) La densité des dislocations à l'intérieur des cellules diminue par annihilation et les parois s'affinent (d) pour former des sous joints. La dernière étape de la restauration consiste en (e) la croissance des sous-grains nouvellement formés [2].

3.2 Recristallisation

La recristallisation correspond à la formation de nouveaux grains dans un matériau déformé et à la migration de joints de grains de forte désorientation dont la force motrice est principalement l'énergie de déformation stockée [3, 4].

La recristallisation primaire est habituellement divisée en deux stades : la germination et la croissance des germes dans la matrice écrouie.

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

$$V=N.G \quad (2.1)$$

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

Un processus de recristallisation primaire présente un avantage thermodynamique, car il entraîne la diminution de l'énergie libre volumique. Cette recristallisation supprime pratiquement l'écrouissage et le métal retrouve presque toutes ses propriétés initiales. Comme le montre-la (Figure 2.2), la recristallisation réduit brusquement la charge de rupture (R_m) et surtout la limite élastique, alors que la plasticité (A) s'améliore.

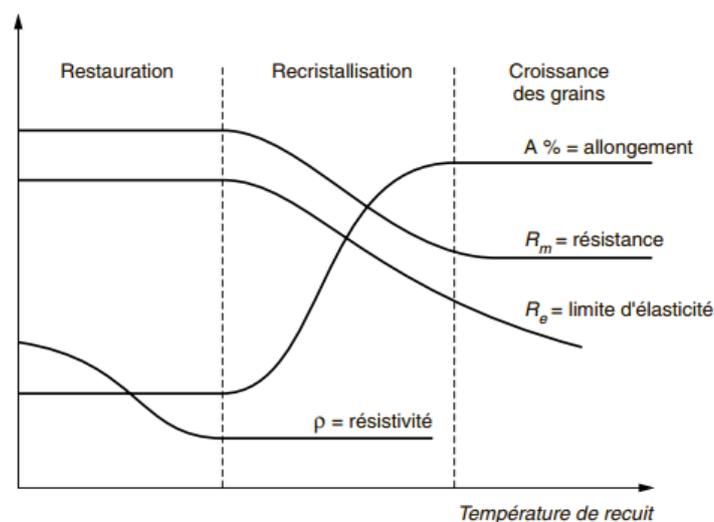


Figure 2.2 : Évolution des produits des alliages métalliques lors de la restauration et de la recristallisation [5].

3.3 Facteurs affectant sur la cinétique de recristallisation

3.3.1 Le taux de déformation

Le taux, et dans une certaine mesure le mode de déformation, affectent la vitesse de recristallisation, parce que la déformation change la quantité d'énergie emmagasinée et le nombre de germes effectifs.

La recristallisation ne se produit qu'au-dessus d'un écrouissage minimum appelé écrouissage critique (figure 2.3), pour une température donnée.

Cet écrouissage critique diminue si la taille du grain initial diminue. La taille des grains recristallisés diminue si le taux d'écrouissage initial augmente. Cela est dû à l'augmentation du nombre de germes [5].

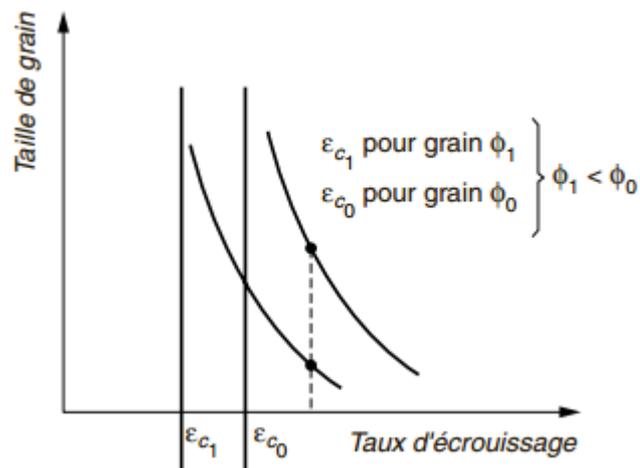


Figure 2.3 : Écrouissage critique [5].

Pour les taux de réduction inférieurs à la réduction critique (30%), la microstructure reste inchangée durant traitement thermique isotherme à 350°C (Figure 2.4.a). Cependant, pour les réductions élevées ($\epsilon > 30\%$) le phénomène de recristallisation est observé (Figure 2.4.b).

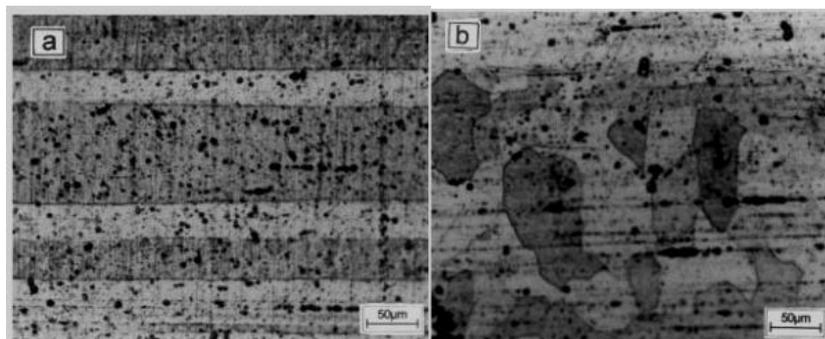


Figure 2.4 : Microstructure de fil d'aluminium de réduction par tréfilage à froid et recuit à 350°C pendant 1 h. Pour des sections longitudinale, a) $\epsilon = 17\%$; C) $\epsilon = 56\%$ [6].

3.3.2 Les éléments d'addition et impuretés

Depuis le début du XX^e siècle, de nombreuses études ont porté sur l'influence de la plupart des éléments chimiques sur les propriétés de l'aluminium [7].

Les éléments d'addition et impuretés en solution solide dans la matrice créent des forces de freinage vis-à-vis de la recristallisation en diminuant la vitesse de migration des joints de grains. Par ailleurs, ces atomes étrangers peuvent ségréger au voisinage du joint, créant ainsi "un nuage" ; lors du déplacement du joint, ce nuage crée également une force de freinage et diminue la vitesse de migration [8].

Les matériaux très purs peuvent donner lieu à de gros grains. La présence de précipités, par exemple nitrures ou sulfures dans les aciers, limitent ce phénomène. Par conséquent, après recristallisation, le métal retrouve les propriétés d'origine, limite d'élasticité, ductilité, résistivité électrique, à l'exception de l'action éventuelle de la variation de taille des grains et de texture [5].

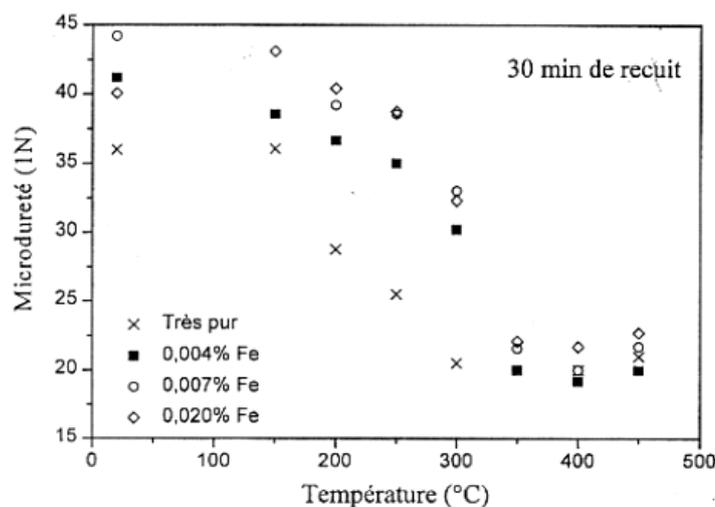


Figure 2.5 : Effet de traces de fer en solution solide sur le recuit de l'aluminium déformé à 80% [9].

3.3.3 Les précipités préexistants

Sous formes de précipités, les impuretés agissent par ancrage des joints de grains et ralentissent leur migration.

les précipités peuvent être des sites de germination lors de la recristallisation. C'est ce que l'on appelle le mécanisme PSN (Particle Stimulated Nucleation) (Figure 2.6) Au cours de la

déformation, des zones de forte densité de dislocations et de désorientations se développent autour des particules de seconde phase pour accommoder la différence de comportement plastique. Ce mécanisme ne se produit que pour des précipités de diamètre supérieur à $1\ \mu\text{m}$ et entraîne une distribution aléatoire des germes de recristallisation. [8]

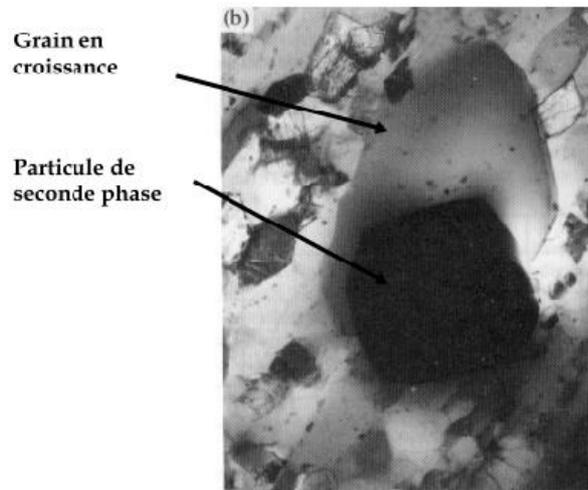


Figure 2.6 : Recristallisation d'un sous-grain près d'une particule de seconde phase dans un alliage Al-Si [8].

- les particules avec un diamètre $< 25\ \text{nm}$ et un espace entre particules $< 8\ \text{nm}$: dans ce cas, la recristallisation est retardée, car les particules piègent les "joints" des sous-grains qui jouent le rôle de germes pour la recristallisation [10, 11].
- les particules avec un diamètre $> 1\ \mu\text{m}$ et un espace entre particules $> 0,3\ \mu\text{m}$: au contraire, une accélération de la recristallisation est observée du fait d'une germination stimulée par les particules (PSN). La germination sur ces particules affine la taille de grains et atténue la texture cristallographique.

3.3.4 Température du recuit

C'est le facteur le plus important affectant la cinétique. La figure 2.7 présente l'effet de la température lors d'essais isothermes. On constate que leur influence est très forte sur la période d'incubation. Les températures élevées fournissent une énergie thermique plus importante qui est nécessaire à l'activation des processus de germination.

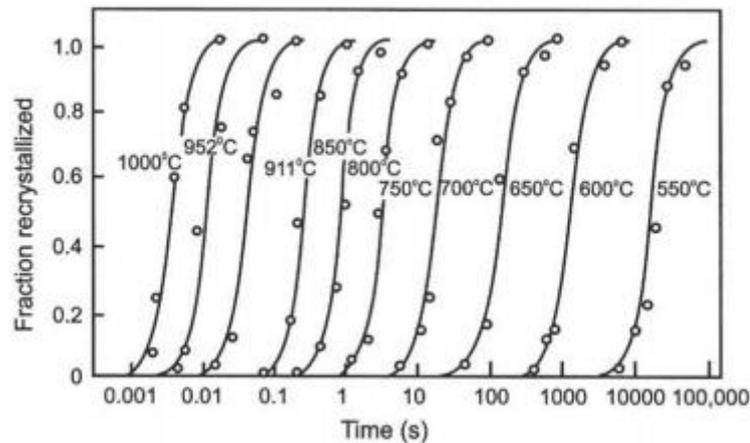


Figure. 2.7 : Effet de la température sur la cinétique de recristallisation ; recuit isotherme à différentes températures d'un alliage déformé à 60% [12].

3.3.5 Durée de maintien

Le temps de recuit nécessaire pour la recristallisation est d'autant plus court que la température de traitement est élevée. Cela est dû au fait que les mécanismes fondamentaux qui contrôlent la recristallisation sont activés thermiquement.

3.4 Lois de la recristallisation

Les lois de recristallisation peuvent être résumées comme suit :

- a) La recristallisation ne se produit qu'après une certaine déformation minimale, dite écrouissage critique.
- b) 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.
- c) La température de recristallisation est d'autant plus basse que le temps de recuit est plus long (pour une même déformation).
- d) La taille des grains après recristallisation décroît lorsque le taux de déformation augmente ou lorsque la température de recuit décroît.
- e) 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.
- f) Les nouveaux grains ne croissent pas aux dépens de grains déformés d'orientation voisine.

g) A une température donnée, la vitesse de recristallisation (volume recristallisé par unité de temps) part d'une valeur nulle, croit et passe par un maximum : d'où la forme caractéristique des courbes de cinétique de recristallisation, qui commencent par une "période d'incubation".

h) La température de recristallisation est d'autant plus basse que la pureté du métal est plus élevée.

Partie 2: Texture de recristallisation des fils d'aluminium déformés

1 Introduction

La texture de recristallisation dépend de nombreux paramètres : le matériau (composition chimique, énergie de défauts d'empilement, ...), la texture initiale, la déformation (taux et mode de déformation), les traitements thermiques (temps et température), parce que ces paramètres peuvent conduire à différents mécanismes de recristallisation.

Les métaux CFC élaborés par étirage (ou plus généralement par toutes déformations axisymétriques) à froid présentent deux principales composantes de texture. Il s'agit des textures de fibre $\langle 111 \rangle$ et $\langle 001 \rangle$ (les directions $\langle hkl \rangle$ sont parallèles à l'axe d'étirage).

2 Théories sur la formation des textures

Deux principales théories ont été avancées pour expliquer la formation des textures de recristallisation en considérant que celles-ci sont déterminées par l'orientation des « germes », et par la vitesse de la germination puis de la croissance de ceux-ci. La théorie de germination orientée (Oriented Nucleation) prévoit la germination préférentielle de grains possédant des orientations particulières. Celle-ci est appuyée par l'observation de la germination de grains d'orientation cubique au niveau des bandes de transition dans les métaux C.F.C déformés par laminage [14]. Dans la théorie de croissance orientée (Oriented Growth), la texture de recristallisation s'explique par la croissance rapide de certains germes possédant une désorientation particulière (associée à une mobilité importante) par rapport aux autres germes susceptibles de croître. Les observations de [15] sur des monocristaux d'aluminium déformés montrent clairement que les nouveaux grains recristallisés présentant une désorientation de 40° autour d'un axe commun $\langle 111 \rangle$ avec la matrice déformée, croissent plus vite que les autres. Par conséquent, la texture de recristallisation est obtenue par la croissance des grains possédant cette désorientation avec la (les) composante(s) majeure(s) de texture de déformation [13].

3 Texture de recristallisation des métaux CFC

Les métaux CFC élaborés par étirage (ou plus généralement par toutes déformations axisymétriques) à froid présentent deux principales composantes de texture. Il s'agit des textures de fibre $\langle 111 \rangle$ et $\langle 001 \rangle$ (les directions $\langle hkl \rangle$ sont parallèles à l'axe d'étirage). Le rapport entre ces deux composantes varie selon les métaux, leur énergie de défaut d'empilement et la réduction de section lors de l'étirage. Par exemple, les fils d'argent faiblement étiré ($<90\%$) développent une composante majeure $\langle 111 \rangle$ et mineure $\langle 001 \rangle$. Mais pour une réduction de 99%, le rapport entre les deux composantes s'inverse. Le cuivre présente toujours une composante $\langle 111 \rangle$ plus importante, mais la fraction volumique des grains orientés $\langle 001 \rangle$ (ainsi que $\langle 111 \rangle$) augmente avec le taux de réduction [16 , 17]. L'origine de la composante $\langle 001 \rangle$ s'explique par des processus combinés de restauration et recristallisation dynamiques [13].

La figure 2.8 montre la texture d'un cuivre étiré à 90% et la texture après recristallisation. On voit que l'intensité maximale (densité d'orientation maximale sur la Fonction de Distribution d'Orientation Cristalline : FDOC) est obtenue pour la fibre $\langle 111 \rangle$ après étirage (Fig. 2.8(a)), puis pour la fibre $\langle 001 \rangle$ après recristallisation (Figure. 2.8(b)).

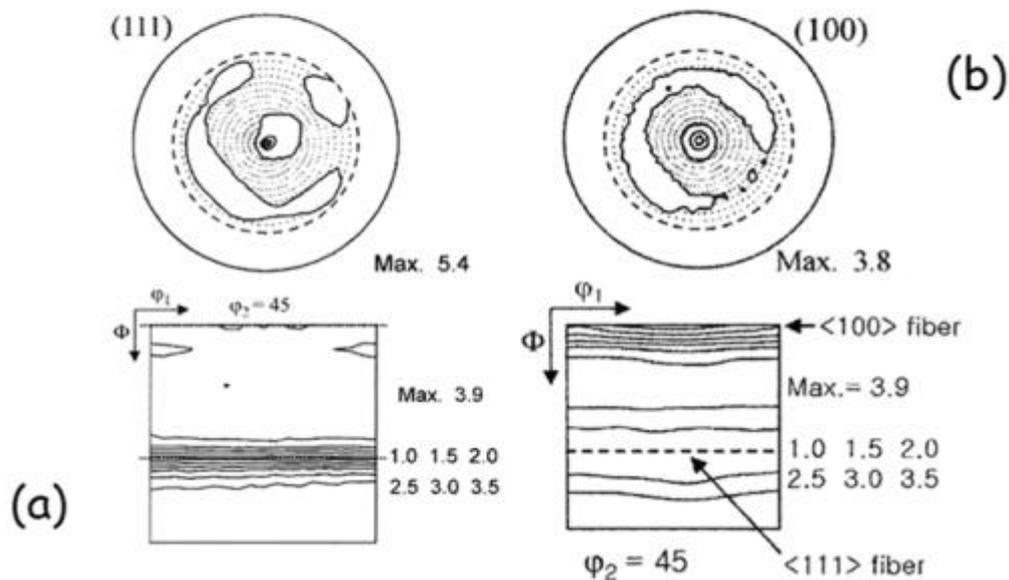


Figure. 2.8 : Evolution de la texture (figure de pôles et fonction de distribution d'orientation cristalline, FDOC, à $\psi_2 = 45^\circ$) du cuivre étiré avant et après recristallisation. (a) état étiré à 90%, (b) 3h à 300°C. Les valeurs des différentes lignes d'iso-densité et le maximum de densité d'orientation sont indiqués [18], [13].

Les textures de recristallisation des matériaux CFC déformés par étirage sont normalement celles correspondant aux textures de déformation avec une modification du rapport entre composantes au profit de la fibre $\langle 001 \rangle$

Baudin et al. (2007) ont également étudié la recristallisation du cuivre étiré pour des taux de réduction de 56% à 94% (correspondant à une déformation vraie de 0.73 à 2.84). Après recuit de 10 minutes à 260°C, il est montré que la texture $\langle 001 \rangle$ se développe aux dépens des autres composantes.

La différence d'énergie stockée estimée par mesures EBSD (Electron Back-Scattered Diffraction :diffraction des électrons rétrodiffusés) entre les grains $\langle 001 \rangle$ et les autres composantes après déformation est importante et augmente avec le taux de réduction. Ceci est expliqué par la restauration dynamique des grains $\langle 001 \rangle$ lors de la déformation. On peut voir sur la figure 2.9 que la fraction volumique $\langle 001 \rangle$ après recristallisation est plus importante pour les fortes déformations. Les auteurs suggèrent donc que la restauration des grains $\langle 001 \rangle$ permet une germination préférentielle de grains $\langle 001 \rangle$ ainsi que leur croissance [13].

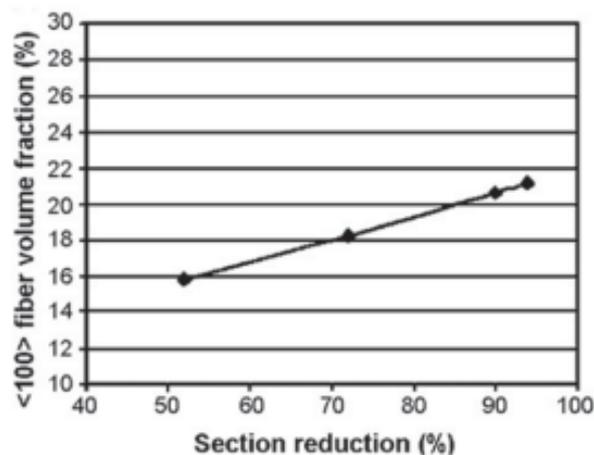


Figure. 2.9 : Evolution de la fraction volumique de la composante de texture $\langle 001 \rangle$ du cuivre après recristallisation (10 minutes à 260°C) en fonction du taux de réduction [16].

Références bibliographiques

- [1] Y. Aouabdia, Etude de la décomposition et de la précipitation dans des tôles des alliages Al-Mg-Si, thèse de doctorat, Université de Constantine 126p.
- [2] F.J. Humphreys, M Hatherly, 2004. Recrystallization and related annealin.
- [3] R.D. Doherty, D.A. Hughes, F.J. Humphreys et al. Current issues in recrystallization: a review. *Materials Science and Engineering A*, Vol. A238 p. 219 (1997).
- [4] H. Hu, Proceedings of The Seventh Risø International Symposium, Edited by N. Hansen, D. Juul Jensen, T. Leffers, B. Ralph, Roskilde, Denmark, p. 75 (1986).
- [5] M. Colombié, *Matériaux industriels, Matériaux Métallique*, DUNOD, Paris 2000.
- [6] L. Baci, Z.Boumerzoug, C.Esnouf, M.Boucheur, Study of industrial aluminum wire after cold wire drawing and heat treatment, *La metallurgia italiana*, Nbr. Febbraio 2008,p.1-6, (2008).
- [7] S. Payan, Comportement `a la corrosion galvanique de mat´eriaux composites `a matrice d'alliage d'aluminium renforc´ee par des fibres de carbone haut-module, , thèse de Doctorat, Université BORDEAUX I, 2001.
- [8] S. Jakani, Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé, thèse de Doctorat, Université Paris Sud – Orsay, p.31, (2004).
- [9] Z. Bencharef, les mécanismes de mobilité du joint de grains lors des réactions de recristallisation et de précipitation discontinue dans l'alliage mg-8% mass.al. Thèse de doctorat, Université de Biskra 2006.
- [10] N. Hansen, *Scripta Metallurgica and Materialia*, Vol. 27, p. 1447 (1992).
- [11] B. Bay, N. Hansen, D.A. Hughes, D. Kulhmann-Willsdorf, *Acta Metallurgica and Materialia*, Vol. 40, N°2, p. 205 (1992).
- [12] G.R. Speich, R.M. Fisher, *Recrystallization, Grain Growth and Textures*, pp. 563-598. 1966.
- [13] J.B. DUBOIS, Conducteurs nanocomposites métalliques élaborés par déformation plastique sévère : formation et stabilité thermo-mécanique des nanostructures, propriétés induites, Thèse de doctorat, UNIVERSITE DE POITIERS,2010.
- [14] I. Dillamore, et H. Katoh, 1974. Mechanisms of recrystallization in cubic metals with particular reference to their orientation-dependence. *Met Sci J*, 8(3), 73-83.
- [15] K. Lücke, R. Rixen, M. Senna, 1976. Formation of recrystallization textures in rolled aluminum single crystals. *Acta Metallurgica*, 24(2), 103-110.
- [16] T. Baudin, A. Etter, R. Penelle, 2007. Annealing twin formation and recrystallization study of cold-drawn copper wires from EBSD measurements. *Materials*

- Characterization, 58(10), 947-952.
- [17] P. Gerber, J. Tarasiuk, T. Chauveau, B. Bacroix, 2003. A quantitative analysis of the evolution of texture and stored energy during annealing of cold rolled copper. *Acta Materialia*, 51(20), 6359-6371.
- [18] H. Park, D. Lee, 2003. The evolution of annealing textures in 90 Pct drawn copper wire. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 34 A(3), 531-541.



CHAPITRE 3

Matériaux et Méthodes Expérimentales



1 Introduction

L'objectif de ce chapitre est de présenter l'ensemble de techniques expérimentales utilisées au et les techniques d'élaboration et les traitements thermiques appliqués.

Pour suivre l'évolution de la microstructure et de la texture au cours de la déformation et mesurer les propriétés mécaniques et électriques des fils tréfilés, nous avons utilisé les techniques de caractérisation suivantes : la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage, la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD), la diffraction des rayons X (FDP : figure des pôles directe et, la diffraction des RX (pics), analyse chimique par (EDAX), la microdureté Vickers, l'essais de traction et des mesures de la résistivité électrique.

2 Choix de matériau

Le matériau étudié est l'alliage Al-Mg-Si (série 6101), fourni sous forme de fils de différents diamètres par la filiale ENICAB – Biskra de General Câble, Le fil machine est acheté par l'entreprise chez MIDAL CABLES (BAHRAIN) sous forme de bottes de fil de 9.5 mm de diamètre. Les autres fils sont issus du fil machine après tréfilage.

Les taux de réduction (ε) consignés dans le tableau 3.1 sont calculés par la relation suivante :

$$\varepsilon = \left(\frac{S_0 - S}{S_0} \right) \cdot 100\% \quad \text{Equation (3.1)}$$

S_0 est la section initiale du fil (fil machine) et S est la section final du fil tréfilé.

Les différentes passes au niveau de la machine d'aluminium qui sont présentés dans la figure 3.1.

Tableau 3.1: Différents taux de déformation (ε) des fils.

diamètres des fils \varnothing (mm)		Taux de déformation ε (%)
Fil-machine	9,5	0
1 ^{ere} passe	8,43	21,26
2 ^{eme} passe	5,29	68,99
3 ^{eme} passe	3,45	86,81



Figure 3.1 : Différentes passes au niveau de la machine d'aluminium AGS(ENICAB Biskra).

La composition chimique de cet alliage consignée dans la fiche technique du fil machine est donnée dans le tableau 3.2.

Tableau 3.2: Composition chimique de fil machine (ENICAB Biskra) [1].

Alliage AGS	Éléments d'impureté wt.%						
Al (97,34 %)	Mg	Si	Cu	Fe	Pb	V	Zn
	1,34	0,51	0,27	0,21	0,20	0,05	0,08

Une analyse de vérification de la composition chimique du fil machine a été effectuée par EDX. Nous remarquons les principaux éléments qui sont présentés dans le tableau 3.2 (voir Figure 3.2).

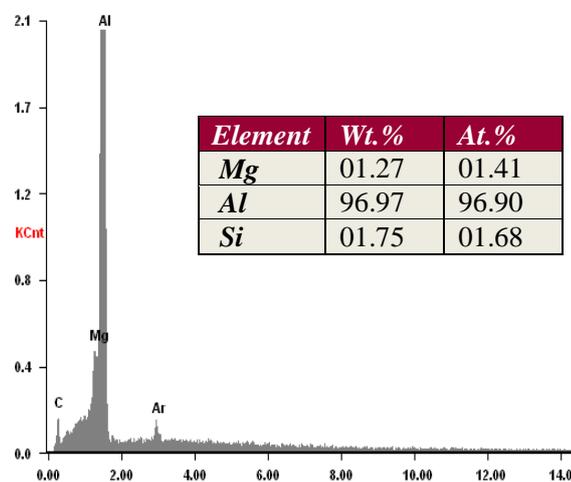


Figure 3.2 : Composition chimique du fil machine d'aluminium. (Par EDX-USTHB Alger).

Nous devons signaler que cet alliage n'est pas stable du point de vue propriétés mécaniques lors de son vieillissement naturel. Cette situation nous impose des contraintes supplémentaires dans cette étude. Nous devons admettre que la composition chimique est la même pour tous les lots, mais nous devons nous assurer de la durée de stockage des fils machine, des temps de prélèvement et des périodes de caractérisations.

3 Traitements thermiques

Le traitement a été réalisé dans un four à résistance électrique (Figure.3.3). Ce traitement est effectué pour le fil machine et les différents taux déformations ($\epsilon_1 = 21,66\%$, $\epsilon_2 = 68,99\%$, et $\epsilon_3 = 86,81\%$).

La température de recuit appliquée aux échantillons est de $T = 400^\circ\text{C}$, pour un temps allant jusqu'à une heure, ensuite ils sont refroidissement à température ambiante, à l'air libre.



Figure 3.3 : Four programmable pour traitement thermique (Laboratoire de physique, univ -Biskra).

4 Préparation métallographique

4.1 Découpage

Les échantillons sont découpés sous forme de coupes longitudinales de 2 cm de longueur. Le découpage se fait à vitesse lente et sous une coulée d'eau froide afin d'éviter l'échauffement des échantillons.

4.2 Enrobage

La manipulation des échantillons prélevés a nécessité leur enrobage à froid dans des résines époxydes, durcissantes à froid (durcissement à l'air dans des moules plastiques). Cet enrobage permet de faciliter le polissage manuel de petits échantillons (Figure 3.4). La température d'enrobage ne présente aucun risque de modification structurale de la surface des échantillons de l'alliage AGS.



Figure 3.4 : Echantillons coupés et enrobés.

4.3 Polissage

Pour les observations au microscope optique, les échantillons enrobés sont polis sur une polisseuse mécanique de type PRESI MECATECH P260 (Figure 3.5). Avec papiers abrasifs de différentes granulométries de plus en plus fins (240, 300, 600, 800, 1200, 2400 et 4000), en suite sur tissus feutré avec addition du lubrifiant et des pattes diamantées de 3 et 6 microns. Après chaque polissage, les échantillons sont nettoyés à l'eau distillée et enfin séchés.



Figure 3.5: Polisseuse mécanique de type PRESI MECAPOL P260 (Laboratoire de physique, univ -Biskra).

4.4 Attaque chimique

Pour que la structure d'un échantillon puisse être observée, les échantillons doivent être préalablement attaqués chimiquement. Dans le cas de cet alliage, la structure est révélée grâce à la formation d'une couche d'oxyde Al_2O_3 au joints de grains.

Plusieurs solutions chimiques ont été testées sur nos échantillons, mais les résultats les mieux exploitables sont ceux obtenus avec le réactif dit Keller. Dans notre cas, la solution utilisée est composée de 10 ml d'acide nitrique HNO_3 , de 10 ml d'acide fluorhydrique HF , 15 ml Acide chlorhydrique HCL et elle est complétée d'eau distillée jusqu'à un volume total de 100ml. Le temps d'attaque pour révéler les grains ne dépasse pas trois minutes.

5 Techniques de caractérisation

5.1 Microscope optique (MO)

L'observation microscopique est réalisée à l'aide d'un microscope optique (Figure 3.6) à différents grossissements (x10, x20, x40 et x50) et équipé d'un appareil photo numérique. Cette technique nous à permet de mettre en évidence l'évolution les changements survenus dans la microstructure lors de tréfilage et après traitement thermique.

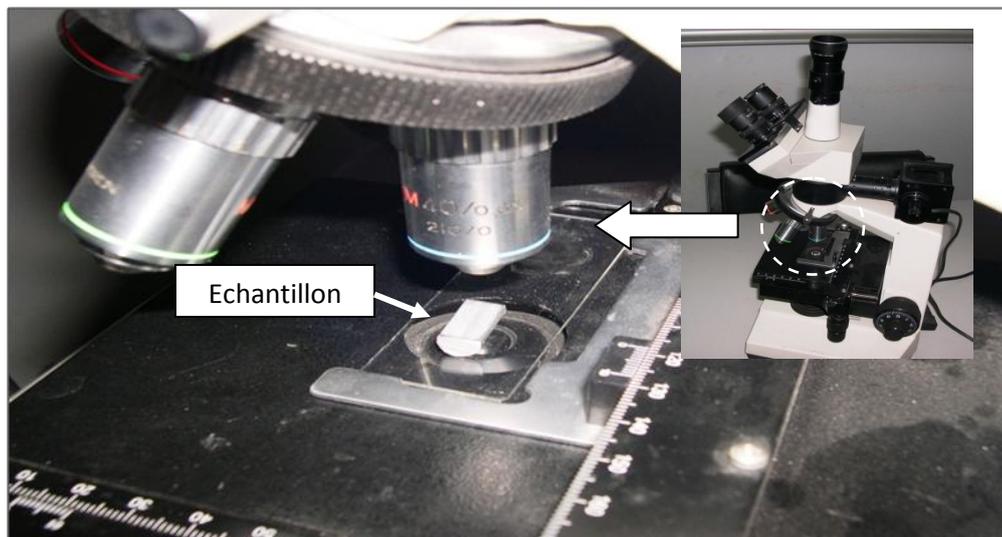


Figure 3.6: Microscope optique (Laboratoire de physique, univ -Biskra).

5.2 Analyse de la microdureté

5.2.1 Principe de mesure

La dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la déformation. La mesure de microdureté 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 (Figure 3.7). Le rapport de la force appliquée F à la surface en cours S de l'empreinte donne la dureté H ($H=F/S$).

Nous avons utilisé un microduremètre Vickers (H_V) du type 402MVD (Figure 3.8). Une moyenne de mesure et calculé à partir de quatre essais sur la coupe longitudinale de chaque échantillons pour les deux états (tréfilé et recuit), ont alors été déterminées à l'aide de la formule :

$$H_V = 1854,4 P / D^2 \quad \text{Equation (3.2)}$$

Où P est la charge appliquée (gf) et D est la longueur moyenne des diagonales de l'empreinte (μm).

Au terme de chaque étape découpage, des mesures de microdureté ont été réalisées sur des échantillons "polis miroir". Les essais ont été réalisés en appliquant une charge de 100g avec un temps d'application de 5 s.

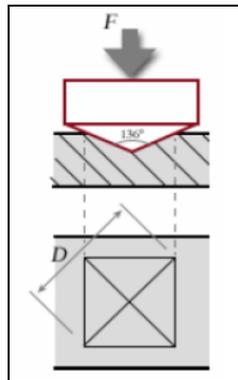


Figure 3.7 : Principe de la mesure de microdureté Vickers.



Figure 3.8: Microduremètre Vickers (Laboratoire de physique, univ -Biskra).

5.2.2 Méthode de détermination de la fraction recristallisée

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

$$X_V = \left(\frac{H_V \text{ initiale} - H_V(t)}{H_V \text{ initiale} - H_V \text{ finale}} \right) \quad \text{Equation (3.3)}$$

Où $H_V \text{ finale}$ est la valeur moyenne de la microdureté du matériau complètement recristallisé, $H_V \text{ initiale}$ est la valeur moyenne de la microdureté du matériau déformé, et $H_V(t)$ correspond à la microdureté d'un état partiellement recristallisé à un temps de recuit (t) [2].

5.3 Microscope électronique à balayage

Les principes de fonctionnement et de formation de l'image de microscope électronique à balayage (MEB) sont entièrement différents de ceux du MO.

Le principe du microscope électronique à balayage consiste à explorer la surface de l'échantillon par lignes successives et à transmettre le signal du détecteur à un écran cathodique dont le balayage est exactement synchronisé avec celui du faisceau incident [3].

Le fonctionnement d'un MEB repose sur l'interaction électron/matière (Figure 3.9).

L'observation de la surface s'effectue par bombardement de la surface avec un faisceau d'électrons formé dans un canon, un point sur une surface réémet plusieurs signaux caractéristiques.

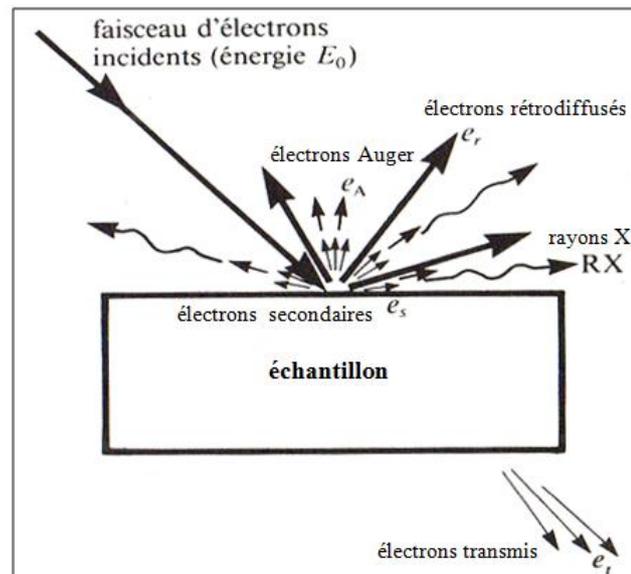


Figure 3.9: Représentation schématique de l'interaction entre un faisceau d'électrons et la surface d'un échantillon [4].

5.4 Analyse EDX

L'analyse EDX (Energy Dispersive X-Ray spectrometry) permet de connaître la composition élémentaire qualitative et/ou quantitative d'un échantillon à partir de la mesure par une diode Si(Li) des énergies des photons X émis par la région de l'échantillon bombardée par le faisceau d'électrons [5].

L'analyse EDX est une technique utilisée pour identifier la composition élémentaire d'un échantillon. L'échantillon est exposé à un faisceau d'électrons à l'intérieur d'un MEB.

5.5 Essais de traction

L'essai de traction est l'essai mécanique le plus fréquemment utilisé. Il consiste à soumettre une éprouvette du matériau à étudier à une traction et à mesurer l'allongement Δl et la résistance mécanique Mpa.

Pour suivre l'évolution des propriétés mécaniques nous avons utilisé une machine de type Zwick/Roell (Z 100). La machine est connectée à un microordinateur équipé d'un logiciel d'acquisition des données. Les éprouvettes sont des fils de longueur utile 30 cm.

5.6 Mesure de résistivité électrique

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

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

La résistivité électrique est calculée par l'équation suivante :

$$\rho_{20^{\circ}\text{C}} = R \cdot S / L \left(\frac{\Omega \text{mm}^2}{\text{m}} \right) \quad \text{Equation (3.4)}$$

R : résistance électrique (Ω)

S : section du fil électrique (mm^2)

L : longueur du fil électrique (cm).

Si la température de l'atmosphère (ambiante) est différente à la température de référence 20°C , on multiplie par un facteur de correction de température K spécifique pour l'alliage Al-Mg-Si.

5.7 Analyse par diffraction des rayons X (pics)

Les rayons X font partie des rayonnements électromagnétiques ayant une grande énergie et une faible longueur d'onde, qui est de l'ordre des espacements atomiques dans un solide. Une grande partie des connaissances en matière d'arrangements atomiques et moléculaires des solides provient d'études effectuées par diffraction des rayons X (DRX). (Figure 3.10).



Figure 3.10: Diffractomètre de type PAN alytical X' Pert PRO. (Laboratoire de physique, univ -Biskra).

La figure 3.11 contient deux plans atomiques parallèles A-A' et B-B' qui ont les mêmes indices de Miller, h, k et l et qui sont séparés par l'espace d_{hkl} . La distance d_{hkl} est mesurable par diffraction de rayons X (DRX) grâce à la loi de Bragg.

$$n \lambda = d_{hkl} \sin\theta + d_{hkl} \sin\theta = 2d_{hkl} \sin\theta \tag{3.5}$$

n est l'ordre de réflexion, qui peut être n'importe quel nombre entier (1,2,3...) à condition que $\sin\theta$ ne dépasse pas l'unité et λ longueur d'onde du rayon X.

Dans notre étude, nous avons utilisé un diffractomètre de type BRUKER D8 ADVANCE.

L'intervalle angulaire qu'il permet de mesurer s'étend de 20° à 90° sur l'échelle 2 θ .

Le rayonnement X monochromatique est produit par une anticathode en cuivre (Cu). Le filtre est constitué de nickel (Ni) et ne laisse passer que la raie K_{α} ($\lambda_{Cu(\alpha)}=1,54060\text{\AA}$).

La partie irradiée de l'échantillon est rectangulaire, les rayons X tombent sur la section longitudinale du fil.

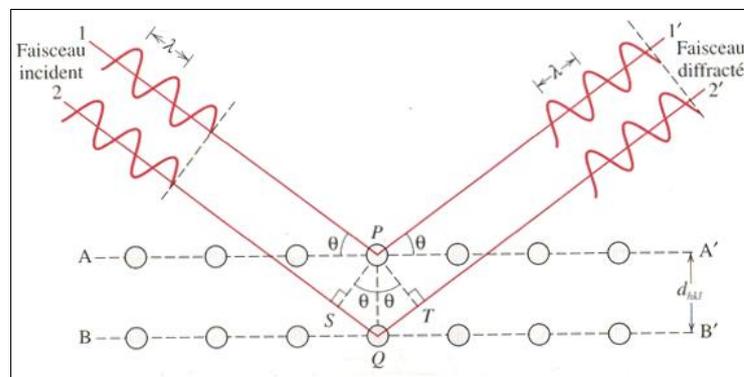


Figure 3.11: Diffraction de rayon X par des plans d'atomes (A-A' et B-B') [3].

5.7.1 Calcul du paramètre de maille

À chaque pic correspond un angle de diffraction, donc une distance inter-plans d dans l'espace réciproque. Ces plans parallèles sont indexés par trois coordonnées (h, k, l) dans l'espace défini par les axes cristallographiques. Pour les symétries cubiques, on peut ainsi calculer le paramètre de maille par l'équation (3.6).

$$a = d \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \tag{Equation (3.6)}$$

5.8 Estimations de l'énergie stockée par la diffraction des neutrons

L'estimation de l'énergie stockée dans les grains déformés a été réalisée par la diffraction des neutrons. Cette caractérisation et analyse a été effectuée au laboratoire Léon Brillouin (LLB), CEA, Saclay.- France.

5.9 Analyse cristallographique avec l'EBS

5.9.1 Préparation des échantillons de mesure

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

Une étape de polissage mécanique du papier de granulométries (1200, 2000 et 4000) suivie d'un polissage à pâte diamantée ($3\mu\text{m}$ et $1\mu\text{m}$) et puis d'un électropolissage (Figure.3.12), permettant d'enlever la couche d'écrouissage issue par le polissage mécanique. Ce dernier consiste à placer l'échantillon en tant qu'anode dans une cellule d'électrolyse, la cathode est en acier inoxydable.

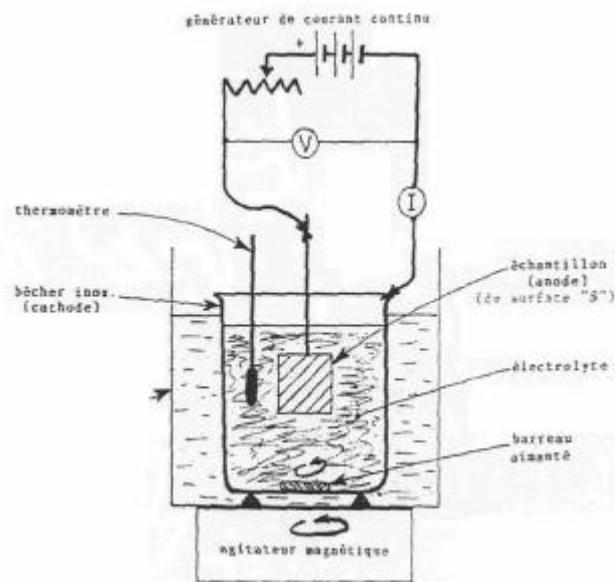


Figure 3.12: Dispositif de polissage électrolytique [6].

5.9.2 Principe de mesure

La technique E.B.S.D (Electron Back-Scattered Diffraction) permet d'obtenir les orientations cristallographiques des grains dans un matériau, connaissant leur structure cristallographique. Le principe de la mesure consiste à focaliser un faisceau d'électrons stationnaires sur un grain dont on désire déterminer l'orientation [7].

Un schéma de principe de l'EBS D est présenté sur la (Figure 3.13). L'EBS D se caractérise par un grand angle d'incidence (70°) par rapport à la normale à l'échantillon [8].

Les électrons rétrodiffusés sont collectés par l'intermédiaire d'un écran au phosphore dont la normale fait un angle de 90° avec le faisceau électronique incident. Les figures EBSD ainsi formées sont transmises à un moniteur télévision par une caméra ultrasensible placée derrière l'écran au phosphore. Une figure EBSD consiste en un réseau de bandes représentant chacun une famille de plans donnée. Le dispositif EBSD est monté dans un MEB Zeiss 940 équipé du logiciel OIMTM, pour caractériser l'orientation des grains. Elle présente l'avantage de donner une corrélation entre la microstructure et la texture. Cette technique nous permet de caractériser la microstructure de déformation, les premiers germes de recristallisation (à l'échelle de la technique) ainsi que les états complètement recristallisés.

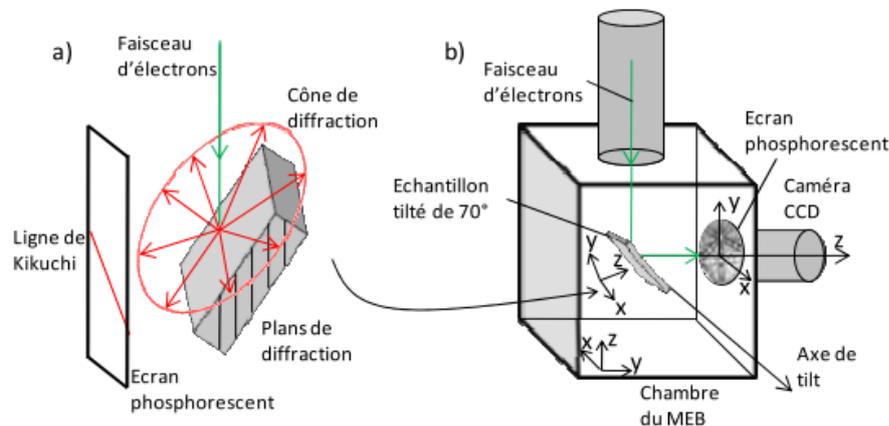


Figure 3.13: Principe de fonctionnement en EBSD [9].

Les mesures ont été réalisées sur une grille hexagonale permettant une meilleure reconstruction de la microstructure. Un code de couleurs est défini sur le triangle standard ce qui permet la représentation de cartographies en IPF (Inverse Pole Figure) visualisant directement le plan ou la direction de chaque cristal dans la matrice. Les informations collectées pour chaque point de mesure peuvent être utilisées pour reconstruire la microstructure sous la forme d'une carte

d'orientations ou de phases, et les valeurs enregistrées donnent les caractéristiques structurales complètes d'échantillon: un exemple de cartographie EBSD est donnée (Figure 3.14).

Le logiciel permet ensuite de traiter les images et d'obtenir les valeurs exactes des coordonnées d'un grain dans le référentiel d'Euler et donc son orientation et la nature de sa phase [10]. Les caractérisations et les analyses des textures de déformation et de recristallisation ont été réalisées au sein de laboratoire SP2M –ICMMO-Paris Sud.

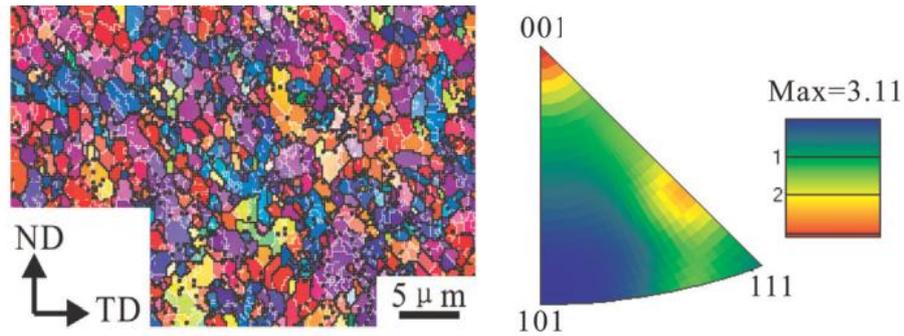


Figure 3.14: Cartographie d'orientation et Figure de pole inverse d'une fil d'aluminium [11].

Références bibliographiques

- [1] M-D. Hadid, Évolution de la microstructure et des propriétés mécaniques au tréfilage des alliages d'aluminium, Mémoire de magistère, École national de polytechnique, (2012).
- [2] S. Jakani, Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé, Thèse de doctorat, Université Paris XI (2004).
- [3] D. William, Callister Jr., Science et génie des matériaux 2002.
- [4] J-P. Bailon, J.-M. Dorlot, J. Masounave, Des Matériaux. 2ème édition école polytechnique de montréal, 1986.
- [5] C. Aurélie, Caractérisation expérimentale des propriétés micromécaniques et micromorphologiques des alliages base nickel contraints par la croissance d'une couche d'oxydes formée dans le milieu primaire d'une centrale nucléaire, Thèse de doctorat, Université de Bourgogne (2011).
- [6] M. Zidani., Thèse de doctorat, Texture et recristallisation lors de recuits du fil d'acier doux (0,06% C) tréfilé à froid; Université Biskra (2006).
- [7] R.A. Schwarzer, Texture and microstructure, 20, 7, (1993).
- [8] A. AKEF, déformation en compression plane et recristallisation de monocristaux d'aluminium, Thèse de doctorat, de l'école nationale supérieure des mines de Saint-Etienne(1993).
- [9] D. Barbier, Etude du comportement mécanique et des évolutions microstructurales de l'acier austénitique Fe-22Mn-0.6C à effet TWIP sous sollicitations complexes, Thèse de doctorat, Université de Metz (2009).
- [10] F. MARTIN, Étude in situ par microscopie à force atomique de la corrosion localisée d'un acier inoxydable 304L, Thèse de doctorat, Université Paris VI (2005).
- [11] J.P. Hou, Q. Wang, Microstructure evolution and strengthening mechanisms of cold-drawn commercially pure aluminum wire, Materials Science & Engineering A 639103-106(2005).



CHAPITRE 4

Résultats et interprétations



Partie 1 : Etude et Caractérisation de l'état tréfilé

1 Introduction

Cette partie est consacrée uniquement à l'état tréfilé ; on va examiner la microstructure et de la texture et suivre l'évolution des propriétés mécaniques et électrique des fils tréfilés.

2 Analyse micrographique

2.1 Observation par microscope optique MO

L'examen en microscopie optique des fils déformés, montre que le tréfilage provoque une déformation des grains qui se traduit par leur allongement parallèle à l'axe du fil, c'est-à-dire par rapport à la direction du tréfilage, comme il constaté sur les coupes longitudinales du fil (Figure 4..A, B, C, D).

D'après la littérature [1,2] lorsque le taux de déformation augmente, le fil tréfilé acquière une microstructure texturée (texture fibreuse). Au cours de cette opération, la déformation plastique a induit une anisotropie morphologique de la structure des grains, ils s'allongent et s'orientent parallèlement à l'axe de tréfilage, donc les grains s'organisent selon une orientation privilégiée.

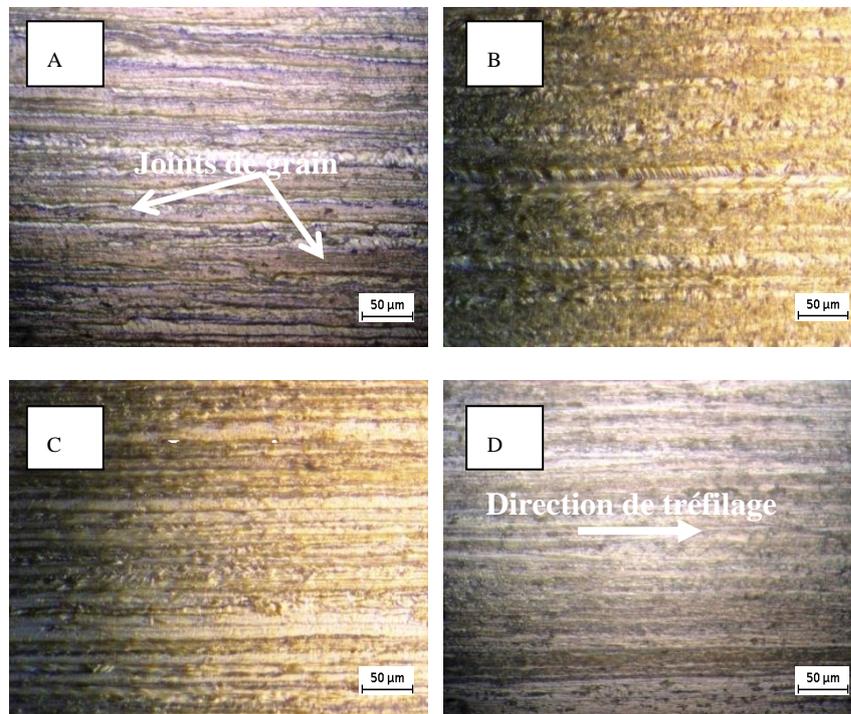


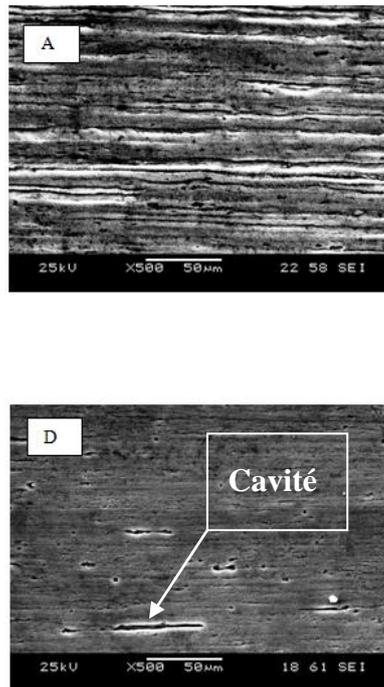
Figure 4.1: Microstructures optiques des fils

A) Fil machine ; B) $\varepsilon = 21,26\%$; C) $\varepsilon = 68,99\%$; D) $\varepsilon = 86,81\%$.

2.2 Observation par microscope électronique à balayage (MEB/EDX)

La microstructure du fil machine (l'état initial) est présentée sur la Figure 4.2.A. Cette microstructure montre la forme texturée due au pré déformation lors de coulé continu (pré tréfilage).

Sur tréfilage les deux micrographies on peut clairement constater l'existence de cavités dans la microstructure des fils. Ces cavités qui persistent, même après déformation à 86% met en évidence la présence d'une forte porosité dans le fil machine.



*Figure 4.2: micrographies: du fil machine et fil tréfilé
 $\varepsilon = 86,81\%$.*

3 Mesure de la microdureté

La figure 4.3 illustre l'évolution de la microdureté Vickers en fonction de la déformation. On voit clairement le durcissement induit au fur et à mesure par le tréfilage dans les fils tréfilés. Ce phénomène est appelé durcissement par écrouissage durant lequel des dislocations sont introduites lors de la déformation plastique.

Tableau 4.1: Les mesures de la microdureté des fils.

Etat de fil	Taux de déformation ε (%)			
	Fil machine	ε_1 (21,66%)	ε_2 (68,99%)	ε_3 (86,81%)
Microdureté (HV)	70.37	92,12	100,9	118,65

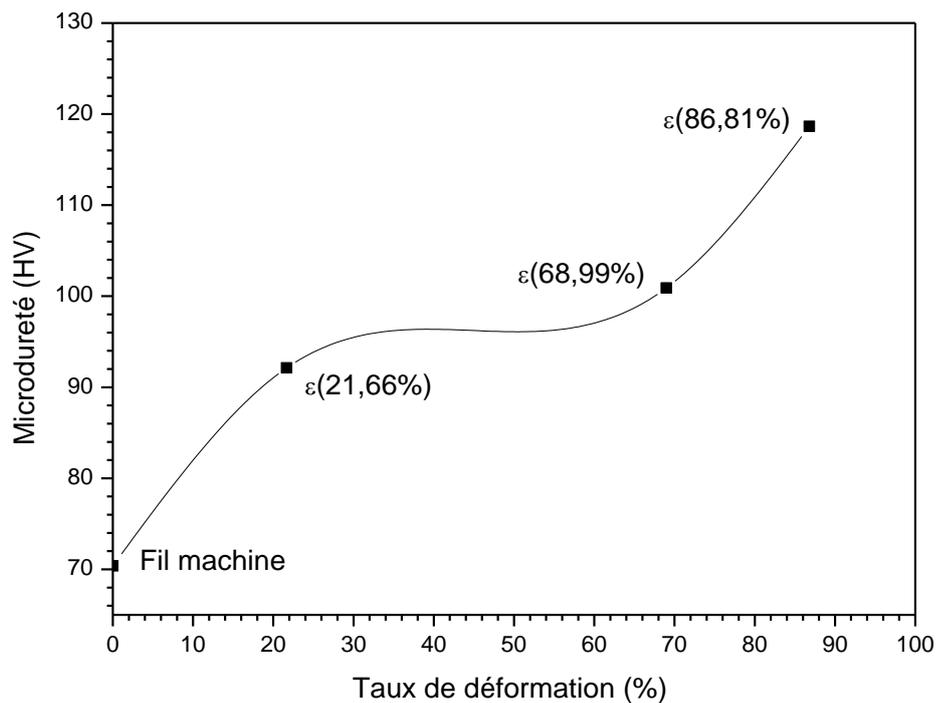


Figure 4.3: Evolution de la microdureté Vickers en fonction de la déformation.

4 Essai de traction et mesure de la résistivité électrique

D'après les résultats de l'essai de traction (Figure 4.4) nous pouvons déduire que la résistance à la rupture augmente en fonction du taux de déformation. Sa valeur atteint 362,61 MPa à $\varepsilon_3 = 86,81\%$ après qu'elle était de 235,35 MPa à $\varepsilon = 0\%$. En revanche, l'allongement chute en fonction de ce dernier (Figure 4.4). Ce phénomène est dû à l'augmentation de la densité des dislocations lors de la déformation plastique.

Nous avons également déduit une augmentation de la résistivité électrique avec le taux de déformation [4,5] (Tableau 4.2, Figure 4.5). Il est bien connu qu'à la température ambiante la résistivité d'alliages polycristallins peut être écrit sous la forme suivante : $\rho = \rho_T + \rho_I + \rho_R$. Les trois termes de cette expression représentent les trois catégories de mécanismes de diffusion, qui sont respectivement : Phonons (ρ_T), impuretés chimiques (ρ_I) et les défauts liés à la microstructure (joint du grain, surfaces et interfaces, ρ_R). Dans notre cas, L'alliage a subi une forte déformation à froid, de sorte qu'il est affecté par l'effet de durcissement, ce qui perturbe profondément l'ordre du réseau cristallin et influence de la résistivité électrique, ce qui explique l'augmentation progressive de la résistivité après chaque passage de tréfilage [4 ,5].

Tableau 4.2: Evolution des propriétés mécaniques et électriques en fonction du taux de déformation.

Etat de fil	Propriétés mécaniques et électriques	Taux de déformation ε (%)			
		Fil machine	ε_1 (21,66%)	ε_2 (68,99%)	ε_3 (86,81%)
Non recuit	Résistance mécanique Mpa	235,35	310,04	324,85	362,61
	Allongement A%	15,0	6,5	6,0	5,1
	résistivité électrique $\Omega\text{mm}^2/\text{m}$	0,03362	0,03408	0,03494	0,03568

Note : température de l'atmosphère, $T_a = 23,2^\circ\text{C}$

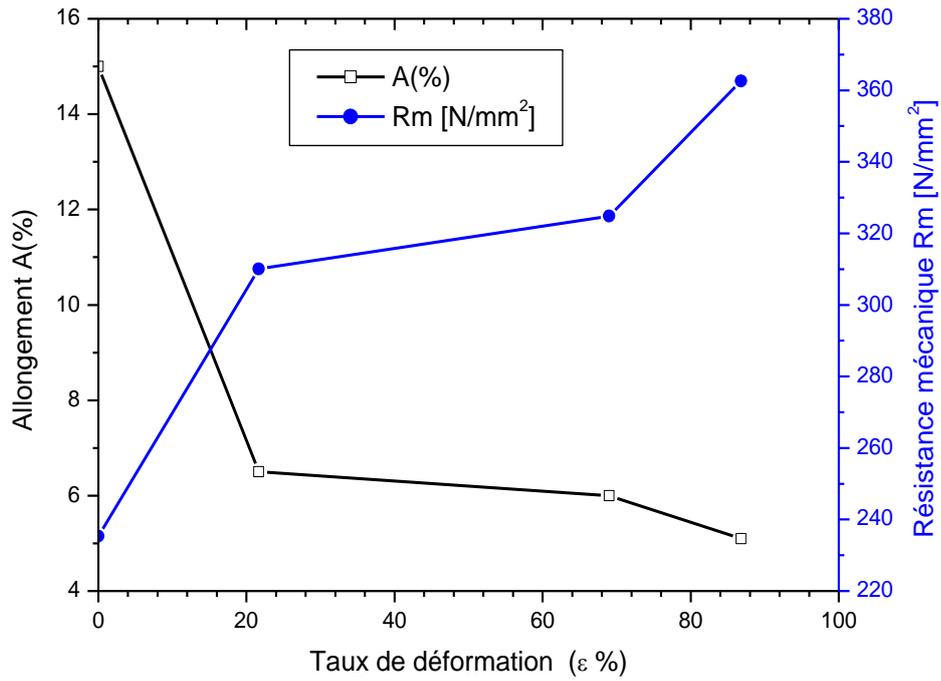


Figure 4.4: Evolution des propriétés mécaniques en fonction du taux de déformation

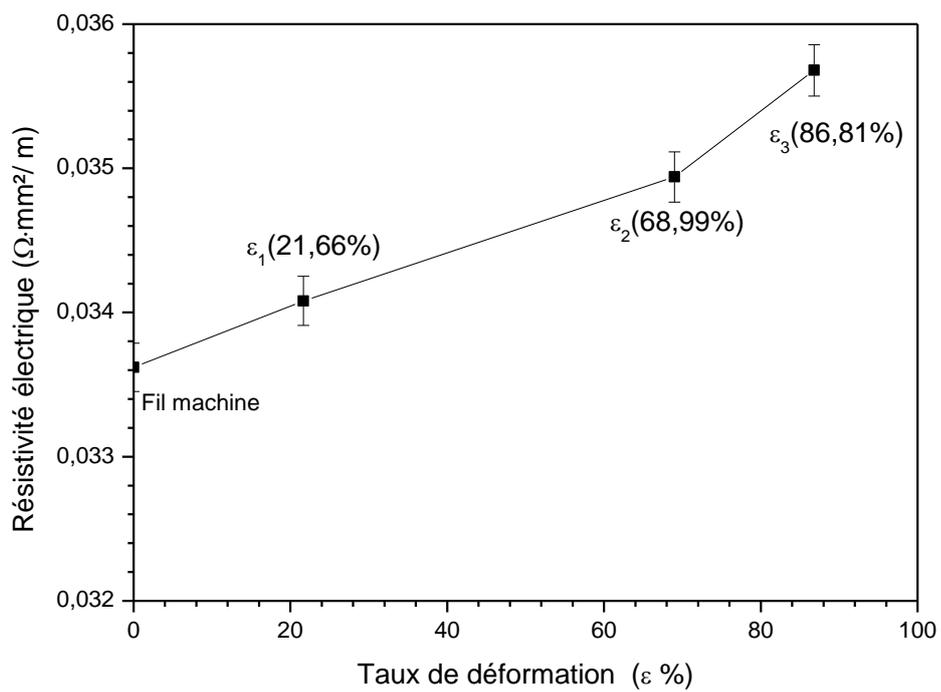


Figure 4.5: Evolution de la résistivité électrique en fonction du taux de déformation

5 Analyse par diffraction des rayons X

L'analyse par diffraction des rayons X (DRX), nous renseigne sur l'évolution de la structure de la texture et la variation de certaines grandeurs cristallographiques.

D'après la littérature, les alliages d'Al série 6xxx sont généralement durcis par la précipitation du composé intermétallique Mg_5Si_6 [6].

Le diagramme de diffraction des rayons X du fil machine est représenté sur la figure 4.6. Selon la fiche ASTM [voir annexe], les pics présentés correspondent à la structure cubique à face centrée CFC de la matrice d'aluminium. Le pic le plus intense est celui du plan (111) de la matrice de l'aluminium, ceci montre que les grains ont une orientation privilégiée dans ce matériau. d'autres pics d'aluminium (200),(220),(311) et (222) apparaissent avec différentes intensités.

Dans le cas de l'échantillon déformé à 86,81% (Figure 4.7) on observe l'apparition d'un nouveau pic à la position environ $2\theta = 29.66^\circ$, ce pic correspond au composé intermétallique Mg_4Si_6 . Ceci indique la présence d'éléments intermétalliques dans la microstructure du matériau. Ce composé appartient au système Monoclinique dont les paramètres de maille sont $\{a = 15,1600 \text{ (Å)}, b = 4,0500 \text{ (Å)} \text{ et } c = 6,7400 \text{ (Å)}\}$.

La comparaison entre le spectre du fil machine, et celui du fil tréfilé à 86,81% montre que l'intensité des pics $\{(111),(200),(220) \text{ et } (311)\}$ augmente, par contre l'intensité du pic (222) diminue. Ce résultat montre une redistribution des cristallites dans le fil déformé.

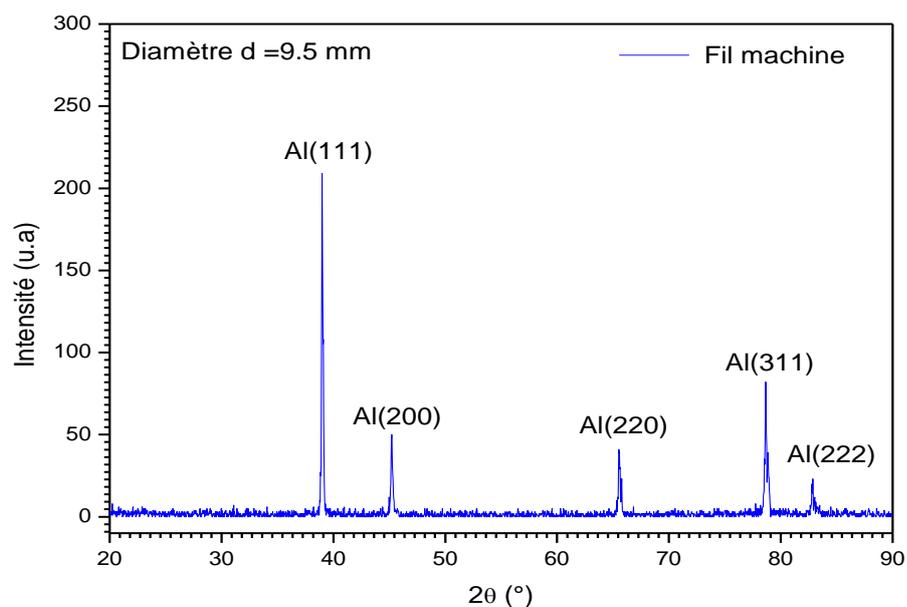


Figure 4.6: diagramme de diffraction des RX du fil machine.

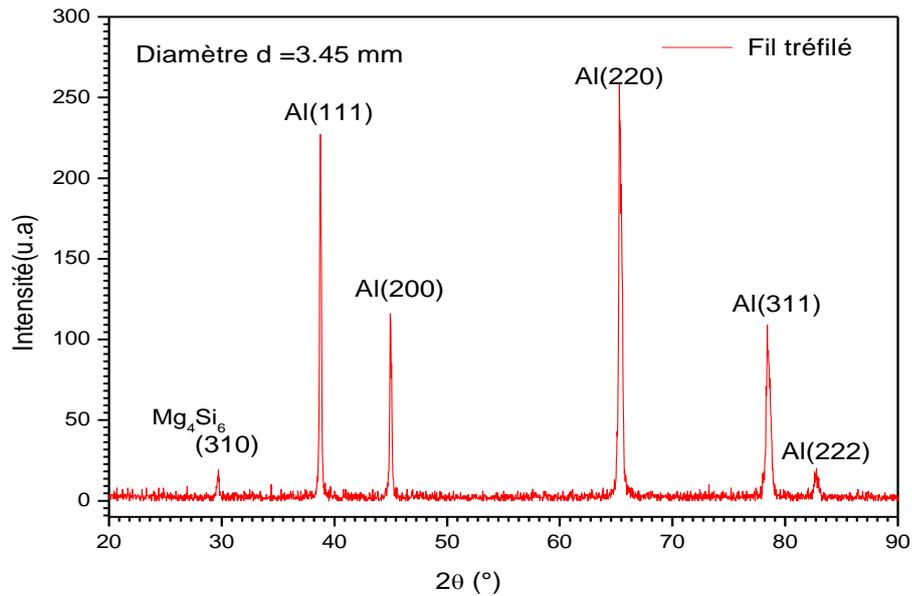


Figure 4.7: diagramme de diffraction des RX du fil tréfilé à 86,81%.

Le décalage des pics par rapport à l'état initial peut créer des problèmes d'identification des phases, mais cela peut, aussi, être une source d'informations supplémentaire sur les caractéristiques physiques de l'échantillon. Dans ce cas, ce déplacement est causé par les contraintes internes provoquées par la déformation plastique, qui engendrent des distorsions dans le réseau cristallin du matériau (Figure 4.8 et Figure 4.9).

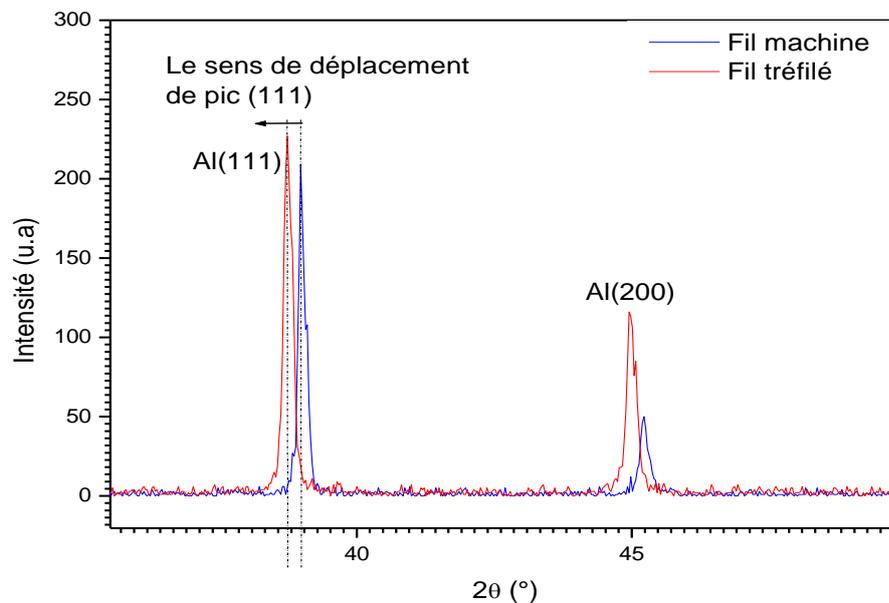


Figure 4.8: Décalage des pics (111) et (200).

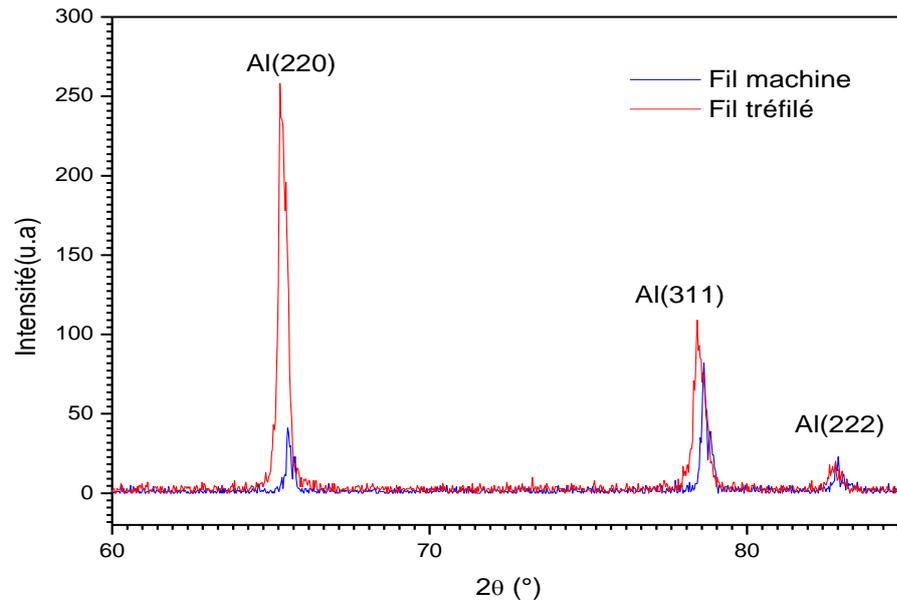


Figure 4.9: Décalage des pics (2 2 0), (311) et (2 2 2).

Le tableau 4.3 résume les déplacements des pics.

Tableau 4.3: Décalage des pics vers les petits angles au cours de tréfilage

Pic	Al(111)	Al(200)	Al(220)	Al(311)	Al(222)
Décalage du pic $\Delta\theta(^{\circ})$	-0,2597°	-0,2559°	-0,2526°	-0,2362°	-0,0149°

La détermination des variations des décalages, à mi-hauteur FWHM, des pics qui peuvent nous servir d'outil de calcul de la variation des paramètres cristallins ; les résultats sont illustrés dans le tableau 4.4.

Tableau 4.4: Ensemble des résultats de la DRX.

Echantillons	Non recuit						
	Plan (hkl)	ε [%]	2θ (°)	Intensité (u.a)	FWHM [$^{\circ}2\theta$.]	d [Å]	composition chimique
A1	(111)	00,00%	38,9902	207,99	0,1181	2,31009	Al
D1		38,7428	224,43	0,2066	2,32427	Al	
	(310)	86,81%	29,6635	13,89	0,2362	3,01169	Mg ₄ Si ₆
A1	(200)	00,00%	45,2161	49,23	0,1181	2,00543	Al
D1		86,81%	44,9763	112,02	0,1181	2,01556	Al
A1	(220)	00,00%	65,5600	37,05	0,1181	1,42393	Al
D1		86,81%	65,3286	231,52	0,1181	1,42841	Al
A1	(311)	00,00%	78,6483	78,99	0,1181	1,21655	Al
D1		86,81%	78,4689	95,20	0,2952	1,21888	Al
A1	(222)	00,00%	82,8325	19,11	0,2880	1,16443	Al
D1		86,81%	82,7699	12,82	0,5760	1,16515	Al

D'après les résultats du tableau précédent, le paramètre cristallin moyen (a) de maille varie dans l'intervalle [4.02- 4.6] Å .

La figure 4.10, illustre les variations du paramètre cristallin (a) en fonction de la déformation, on remarque l'augmentation du paramètre moyen de la maille (a) au cours de tréfilage. Ceci indique que la maille du réseau cristallin est dilatée suivant une direction privilégiée. La variation des paramètres cristallins se traduit en général par des changements de volumes au niveau des grains du matériau. Ce résultat est en parfaite cohérence avec la diminution de la taille moyenne des grains suivant la section du fil et leur allongement dans le sens du tréfilage.

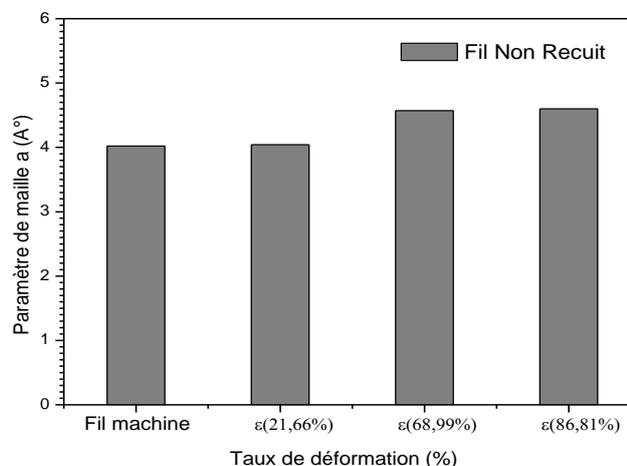


Figure 4.10 : Evolution du paramètre moyen de maille (a) au cours du tréfilage.

D'après les résultats obtenus dans cette partie, on peut conclure les points suivants :

- Le fil machine comporte une porosité importante dans sa microstructure
- L'existence d'une texture initiale dans le fil signe que la microstructure du fil machine n'est pas entièrement isotrope,
- Le tréfilage provoque l'allongement des grains suivant le sens du tréfilage, ceci est traduit par la formation d'une texture fibreuse au niveau de la microstructure.
- Le tréfilage modifie les propriétés du matériau initial ; augmente sa dureté et sa résistance à la rupture et diminue son allongement dans le sens du tréfilage et altère la résistivité électrique des fils.
- La déformation a conduit à la modification même des paramètres cristallins et à la variation de la taille des grains.
- Ces modifications sont expliquées par la création et la multiplication des défauts dans les matériaux déformés.

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

1 Introduction

Comme on l'a précisé dans la partie précédente, toute déformation est accompagnée par la formation de défauts cristallins dans le matériau lorsqu'un matériau a été déformé plastiquement, on observe généralement un durcissement ; sa limite élastique augmente et sa ductilité diminue.

Lorsque les métaux sont soumis au processus de déformation plastique (tension, compression, cisaillement par exemple), l'énergie stockée est largement perdue en chaleur et seulement 2 à 10% de cette énergie est accumulée dans le métal sous forme de défauts cristallins. Cette énergie conservée tend à se dissiper par la migration et l'annihilation des défauts cristallins, afin d'amener le matériau à l'énergie la plus basse possible. Il s'avère que le traitement thermique est la méthode la plus efficace et la plus simple pour atteindre cet état.

2 Caractérisation microstructural par MO et MEB/EDS des fils tréfilés et recuits

Dans ce travail nous avons appliqué des traitements thermiques à la température 400°C pendant 10, 30 et 60 minutes. Le choix de la température de recuit à $T=400^{\circ}\text{C}$, a pour objectif de suivre le comportement du matériau à une haute température de recristallisation.

Les figures (4.12, 4.13 et 4.14) montrent les microstructures des échantillons recuits.

Les micrographies B et C de figure 4.12. Sont presque identiques à celle du fil machine (figure 4.12. A); la microstructure ne semble pas avoir changé.

Dans les figures (4.12, 4.13 et 4.14), on remarque un changement sur la micrographie du fil déformé (86,81%), au bout d'une heure le matériau est entièrement recristallisé.

Pour les fortes déformations ($\varepsilon = 86,81\%$), on remarque également un affinement des grains.

Le déclenchement de processus de recristallisation, pour les fils tréfilés, est aux alentours de 30 minutes à cette température de recuit (Figure 4.13, 4.14 B-D).

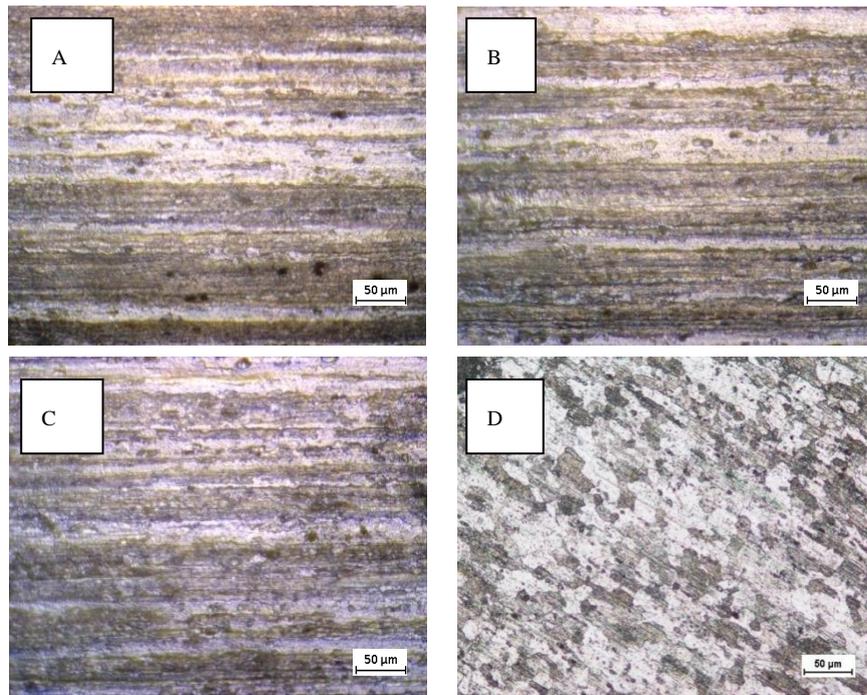


Figure 4.12: Microstructures des fils recuit à 400°C pendant 10 minutes.
 A) Fil machine ; B) $\varepsilon = 21,26\%$; C) $\varepsilon = 68,99\%$; D) $\varepsilon = 86,81\%$.

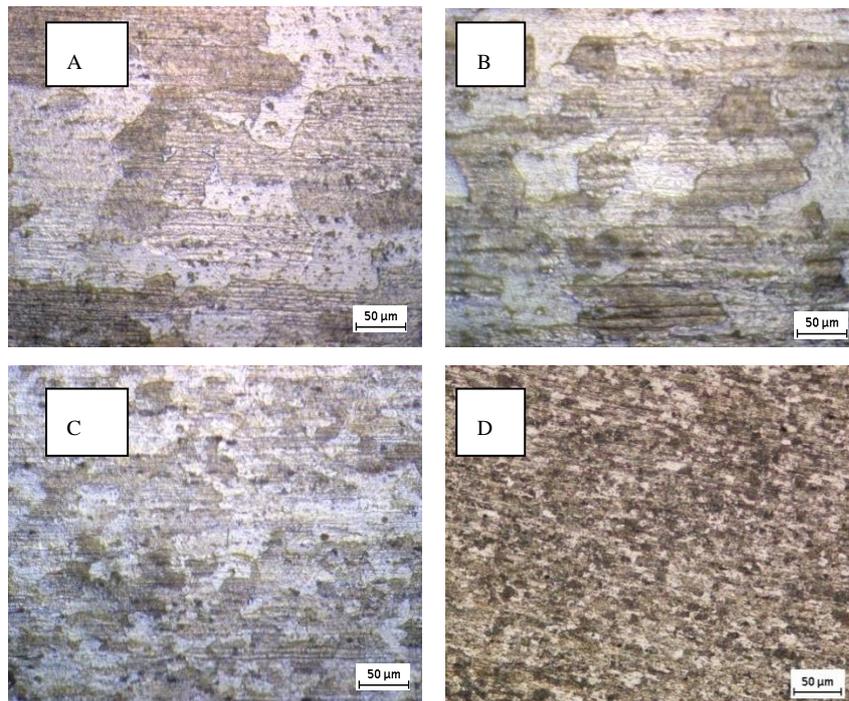


Figure 4.13: Microstructures des fils recuit à 400°C pendant 30 minutes.
 A) Fil machine ; B) $\varepsilon = 21,26\%$; C) $\varepsilon = 68,99\%$; D) $\varepsilon = 86,81\%$.

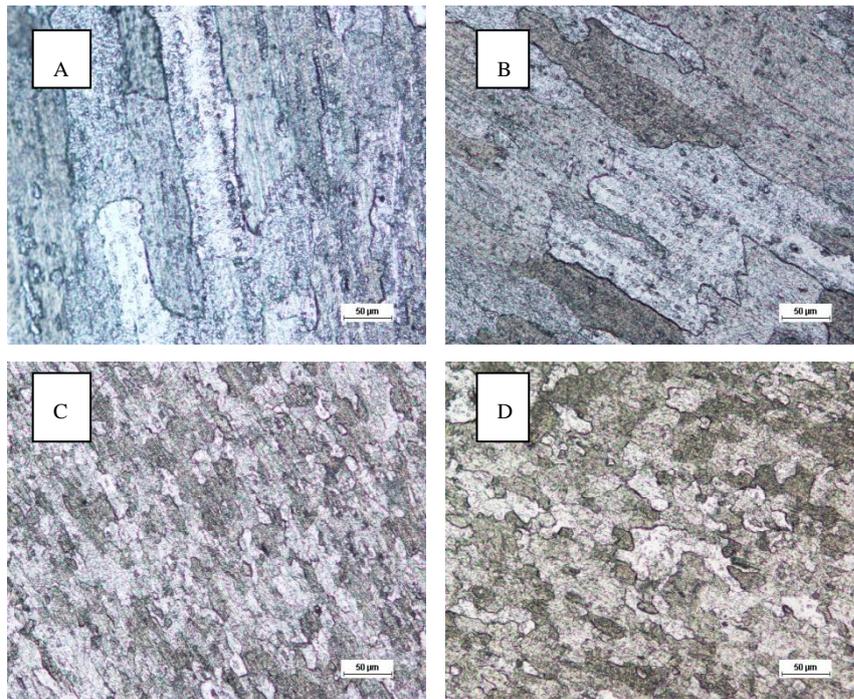


Figure 4.14: Microstructures des fils recuit à 400°C pendant recuit à 400°C pendant 60 minutes.

A) Fil machine ; B) $\varepsilon = 21,26\%$; C) $\varepsilon = 68,99\%$; D) $\varepsilon = 86,81\%$.

3 Analyses par microscopie électronique à balayage des fils recuits

La figure 4. 15, montre le fil machine recuit à 400 °C pendant 30 minutes. On observe des grains et des joints de grain apparents. Ce traitement thermique a provoqué une réaction de recristallisation de la microstructure initiale, car il y a eu une formation de nouveaux petits grains [20].

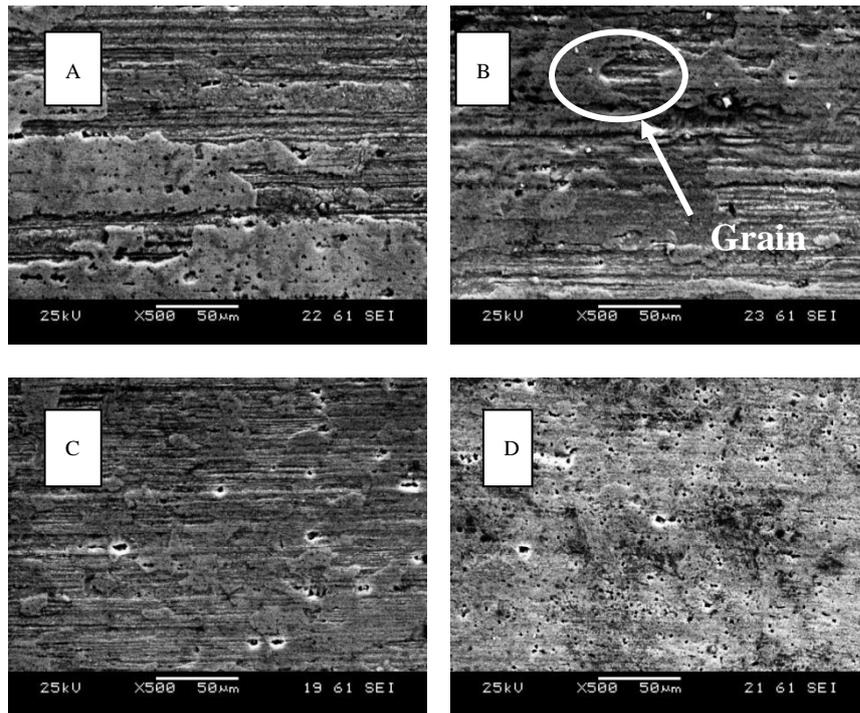


Figure 4.15: Images au M.E.B. des fils recuits à 400°C pendant 30 minutes

A) Fil machine ; B) $\varepsilon = 21,26\%$; C) $\varepsilon = 68,99\%$; D) $\varepsilon = 86,81\%$.

4 Cinétique de recristallisation

4.1 Mesures de la microdureté

La figure 4.16 illustre les courbes de la variation de la dureté en fonction du taux de tréfilage et selon le temps de maintien. On constate une chute de dureté des fils recuits en fonction de la déformation et la poursuite de la chute de dureté avec le prolongement du temps de maintien. Cette forte diminution de dureté est très particulière pour le fil fortement déformé, où la dureté passe d'environ 120 Hv à environ 38 Hv et moins.

La variation de la dureté s'explique par les changements microstructuraux intervenus lors des traitements thermiques appliqués. En effet, les réactions de recristallisations observées (figures 4.13 et 4.14) indiquent la formation de nouvelles microstructures exemptes des traces de la déformation.

L'affinement du grain précédemment observé après traitement thermique pour le fil déformé à 86%, ne s'est traduit par une dureté élevée par rapport aux autres déformations (21% et 68%). Ce résultat semble en désaccord avec la littérature qui stipule que la microstructure à grain fin et plus dure que celle à grain gros pour le même matériau.

En conclusion, on peut dire que les traitements thermiques à 400 °C conduisent à la fois à

l'adoucissement des fils tréfilés et du fil machine.

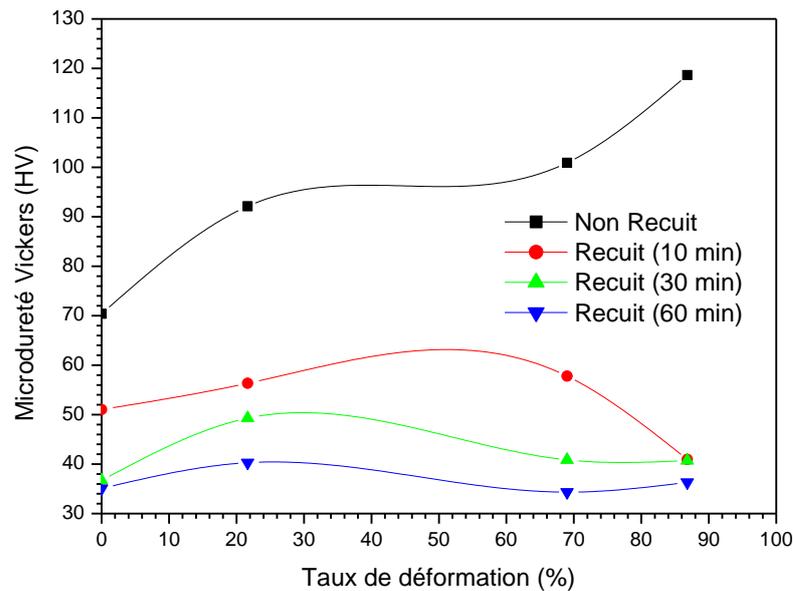


Figure 4.16: Variation de la microdureté Vickers en fonction de la déformation.

4.2 Calcul de la fraction Recristallisée

En utilisant la formule (3.3) (chapitre 3) on a pu déterminer les fractions recristallisées dans les fils recuits ; ces valeurs sont portées sur les courbes de la figure 4.17.

Pour une même déformation on constate que la fraction recristallisée augmente avec le temps. Cette représentation permet de déduire le début du déclenchement du processus de recristallisation qui est avant même 10 minutes à 400 °C. Ce résultat est en décalage avec ce qu'on constaté précédemment sur les micrographies optiques (figures 4.12, 4.13 et 4.14). En ce basant sur ce résultat, on peut dire que la cinétique de recristallisation à 400 °C est rapide pour les faibles déformations au début (avant 10 minutes) du déclenchement de la réaction de recristallisation puis le phénomène s'inverse après (20 ou 25 minutes) en faveur des fortes déformations.

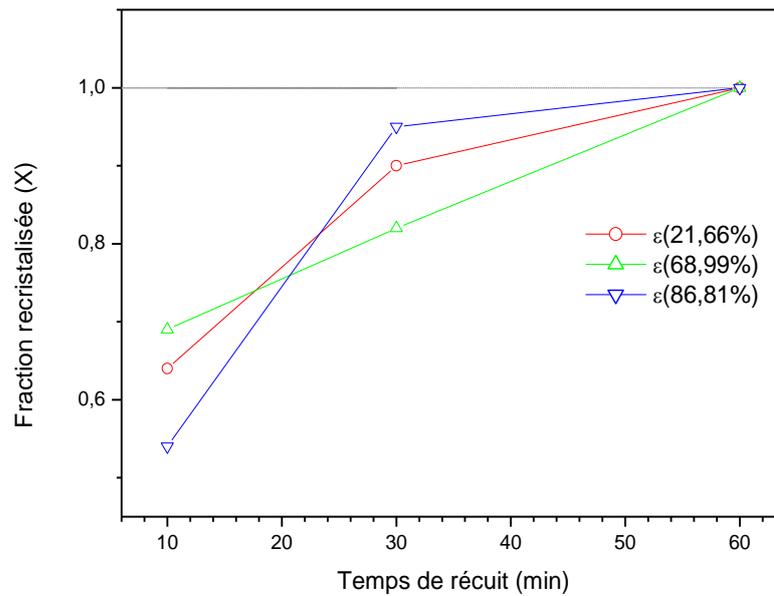


Figure 4.17: Evolution de la fraction recristallisée en fonction du temps de recuit à 400 °C.

5 Evolution des propriétés mécaniques et électriques

Les valeurs des mesures mécaniques et les électriques sont rassemblés dans le tableau suivant :

Tableau 4.5: Résultats des propriétés mécaniques et électriques des fils tréfilés et recuit à 400°C.

Paramètres du four	ε [%]	Diamètres mm	Température T _a °C	La charge à la rupture Mpa	Allongement A%	Résistivité Ωmm ² /m	Conductivité m/Ωmm ²
Recuit (10 min)	00,00%	9,5	23,4	171,85	5,5	0,02961	33,77
	21,26%	8,43	23,4	163,30	8,0	0,03059	32,69
	68,99%	5,29	23,4	156,03	13,0	0,03032	32,98
	86,81%	3,45	23,4	123,51	7,5	0,02993	33,40
Recuit (30 min)	00,00%	9,5	23,1	112,99	17,5	0,02950	33,90
	21,26%	8,43	23,1	114,23	16,0	0,03001	33,31
	68,99%	5,29	23,1	117,08	15,5	0,03009	33,23
	86,81%	3,45	23,1	117,54	15,5	0,02997	33,37
Recuit (60 min)	00,00%	9,5	23	107,7	26	0,03015	33,16
	21,26%	8,43	23	108,05	19,25	0,02961	33,77
	68,99%	5,29	23	113,45	18,5	0,02962	33,76
	86,81%	3,45	23	113,81	22,75	0,02948	33,92

5.1 La résistance mécanique à la rupture

La figure 4.18 illustre la variation de la résistance mécanique à la rupture en fonction du taux de déformation. Comme on peut le constater sur les courbes, la résistance mécanique des fils à l'état recuits a fortement chuté par rapport à celle de l'état tréfilé et celle du fil machine. Pour le

traitement de 10 minutes, la résistance diminue en fonction du taux de déformation, mais pour les deux autres temps elle est presque identique pour toutes les déformations.

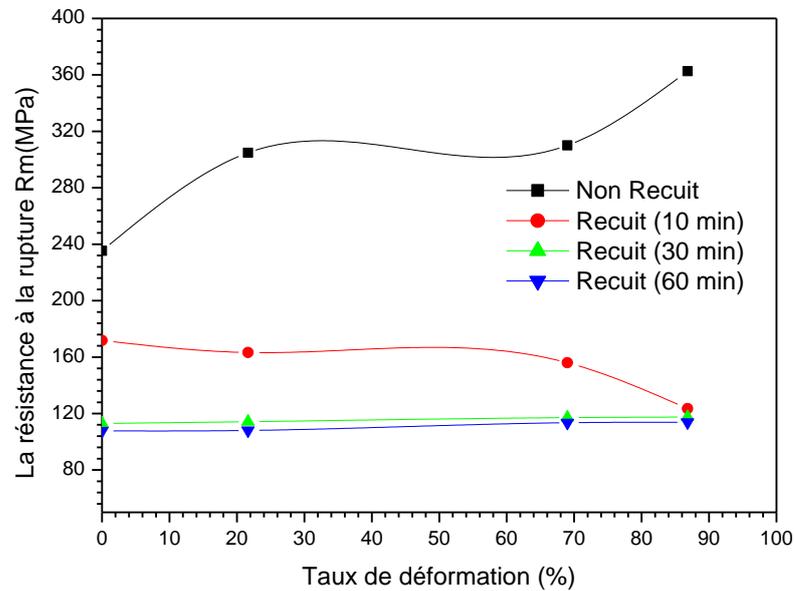


Figure 4.18: Evolution de la Résistance mécanique en fonction du taux de déformation.

5.2 Allongement

Comme attendu, l'allongement des fils recuit a augmenté en comparaison avec les fils tréfilés. Le même constat pour le fil machine par rapport à l'état initial. Pour une même déformation le prolongement du temps de maintien conduit à un allongement de plus en plus grand.

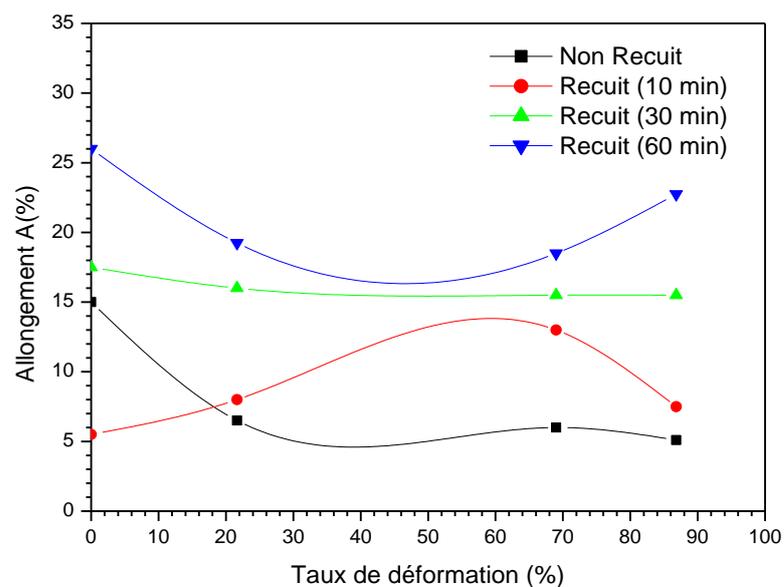


Figure 4.19: Evolution des propriétés mécaniques (Allongement) en fonction du taux de déformation par tréfilage à froid.

Sur les courbes de la résistivité électrique, on constate la diminution de la résistivité électrique des fils après traitements thermiques. Et pour une même déformation cette diminution augmente avec le temps de maintien.

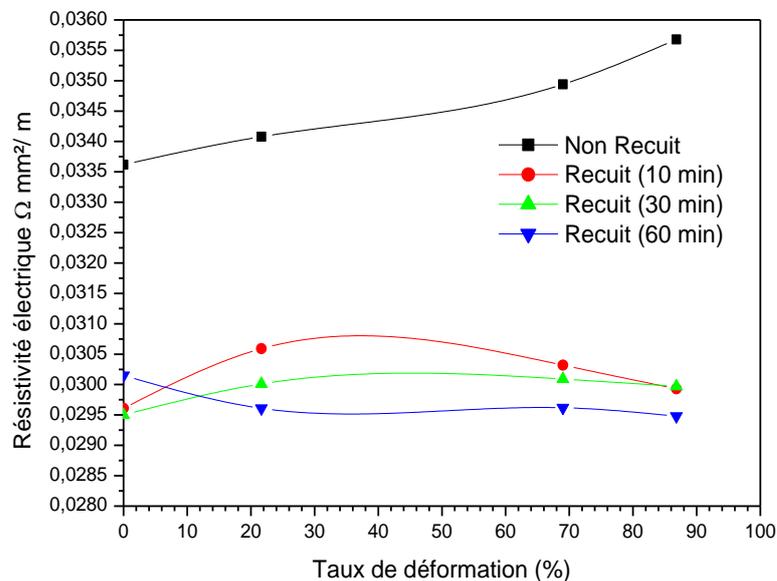


Figure 4.20: Evolution de la résistivité électrique en fonction du taux de déformation.

En conclusion de cette partie, on dit que la chute de la dureté, de la résistance mécanique et de la résistivité électrique et l'augmentation de l'allongement sont certainement dues aux changements microstructuraux induits par les traitements thermiques appliqués, comme la recristallisation, néanmoins certains résultats obtenus demeurent encore inexplicables.

6 Analyse par diffraction des rayons X

Les deux figures (4.21, 4.22) représentent le spectre de diffraction RX après recuit à 400°C . En déposant les diagrammes de l'état initial et de l'état déformé à côté des diagrammes de l'état recuit, la première chose qu'on remarque vite est l'augmentation (variation) de l'intensité des pics diffractés après recuit. Une superposition des diagrammes des deux états montre un déplacement des pics vers les petits angles.

Comme nous l'avons affirmé précédemment, les spectres montrent clairement que les pics se déplacent dans le sens des petits angles (Figure 4.23). Ce déplacement est causé par la disparition des contraintes internes provoquées ultérieurement par la déformation plastique de tréfilage à froid, ainsi que la disparition progressive des distorsions dans le réseau du matériau.

Ces changements sont dus principalement à la réorganisation et au relâchement des grains lors de la restauration réduite possible par le réarrangement des dislocations et leur disparition progressive. Et par la réaction de recristallisation donne une toute nouvelle microstructure.

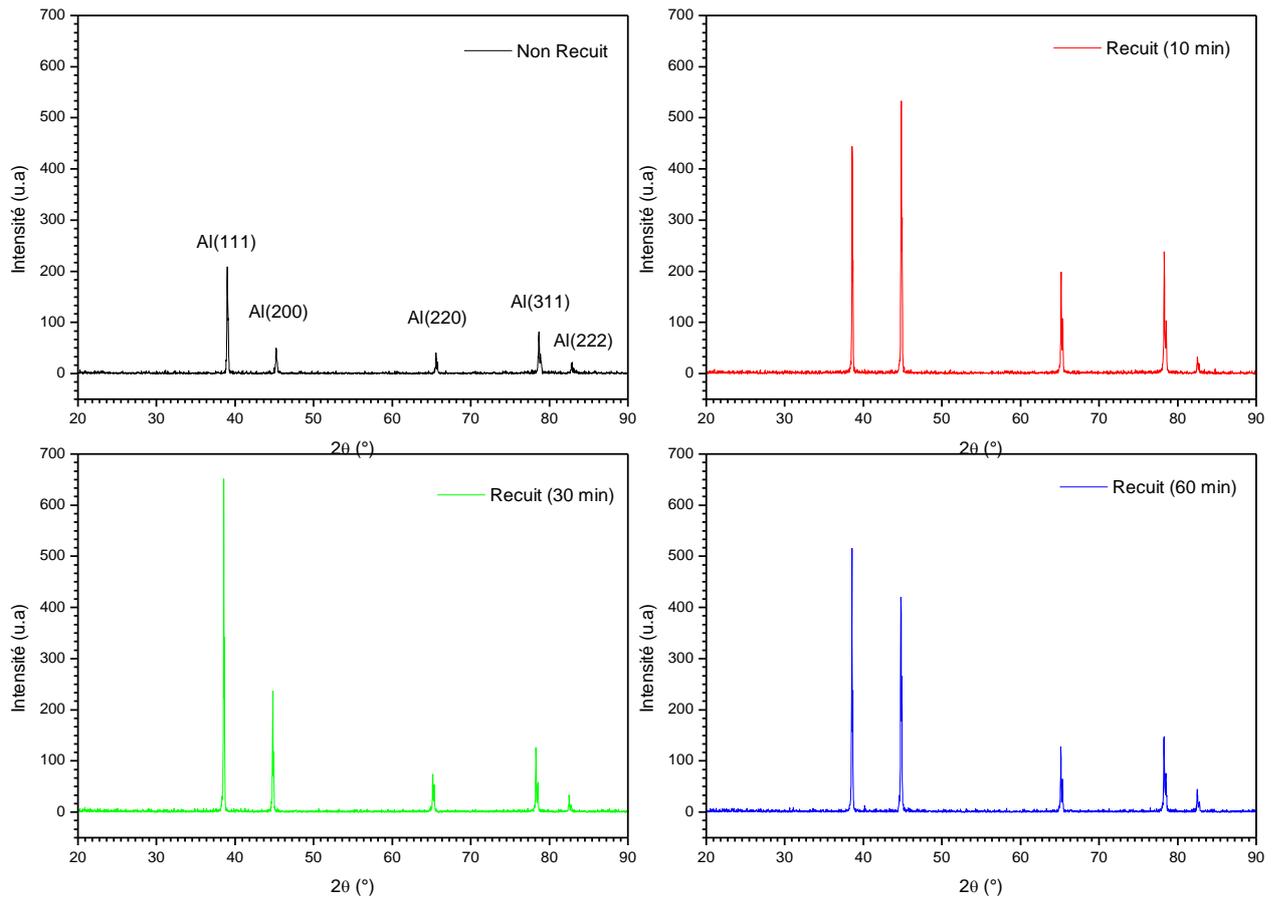


Figure 4.21: Diagramme de diffraction du rayon X des fils machines et recuit non recuit.

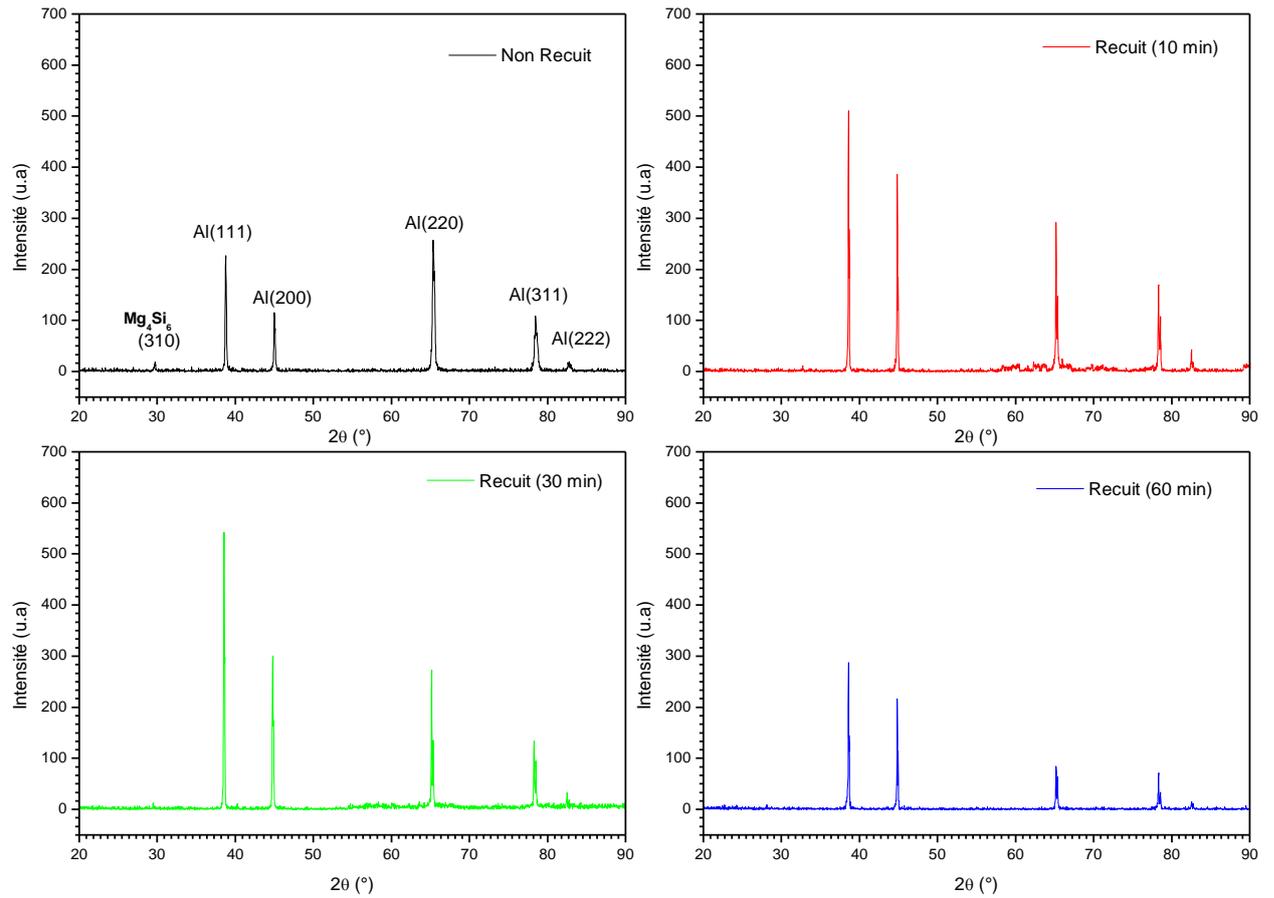


Figure 4.22: Diagramme de diffraction du rayon X des fils tréfilés ($\epsilon = 86,81\%$) et recuit et non recuit.

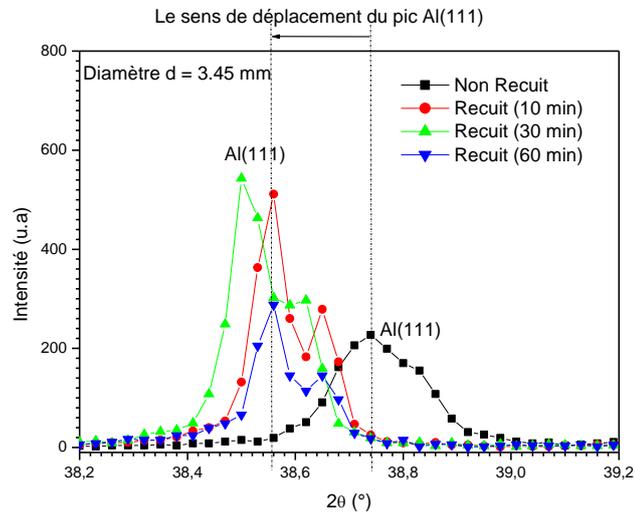


Figure 4.23: Décalage des pics Al(111) après recuit du fil tréfilé ($\epsilon = 86,81\%$).

Partie 3 : Evolution de la texture de déformation

1 Introduction

En outre la déformation morphologique des grains, la déformation plastique induit la formation de textures dans la microstructure déformée. Cette évolution est étroitement relative à l'énergie de défaut d'empilement (SFE) [8]. Dans le cas du tréfilage des métaux C.F.C, les textures généralement observée sont formées de deux fibres ($\langle 111 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$) parallèles à la direction de l'axe de tréfilage.

L'analyse de la texture est effectuée par la diffraction des rayons X, par la diffraction des neutrons ou par la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) [9].

2 Analyse par EBSD

2.1 Evolution de la microstructure et texture de déformation

Dans l'analyse effectuée, les scans explorent une zone de $100 \times 100 \mu\text{m}^2$, avec un pas de $0,1 \mu\text{m}$ permettant une bonne reconstruction de la microstructure. Les couleurs utilisées permettent de distinguer les familles de différentes orientations présentes.

La figure de pole indique la présence d'une texture de fibre $\langle 111 \rangle$ dans le fil machine. Ce résultat est confirmé par les cartographies EBSD réalisées sur la section transversale et sur la section longitudinale du fil machine. En effet la couleur bleue (attribuée à la fibre $\langle 111 \rangle$) est dominante sur les deux cartographies.

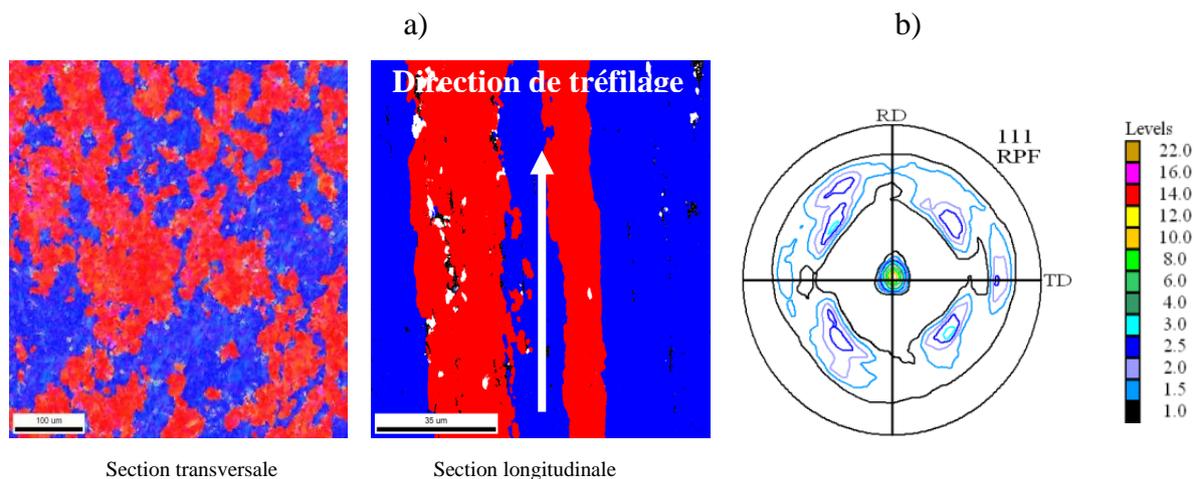


Figure 4.25: a) Cartographie reconstruite par EBSD et b) Figure de pôle obtenue par RX du fil machine.

Les cartographies associées à la déformation ($\epsilon_3 = 86,81\%$) reconstruites par EBSD, montrent une diminution de la taille des grains suivant la section transversale (Figure 4.26.a) et leur

allongement suivant la section longitudinale du fil. sur les figures de pôle, obtenues par la diffraction des RX, on a observé une augmentation de l'intensité de la fibre $\{111\}$ avec l'augmentation du taux de déformation. Ceci traduit que le tréfilage provoque un effet textural dans la microstructure avec la présence de deux fibres principales différentes la fibre $\langle 111 \rangle // \text{DN}$ et la fibre $\langle 100 \rangle // \text{DN}$. Selon ces auteurs [10, 11], ce phénomène est dû à l'hétérogénéité de déformation dans la section du fil au cours de tréfilage (Figure 4.26: a).

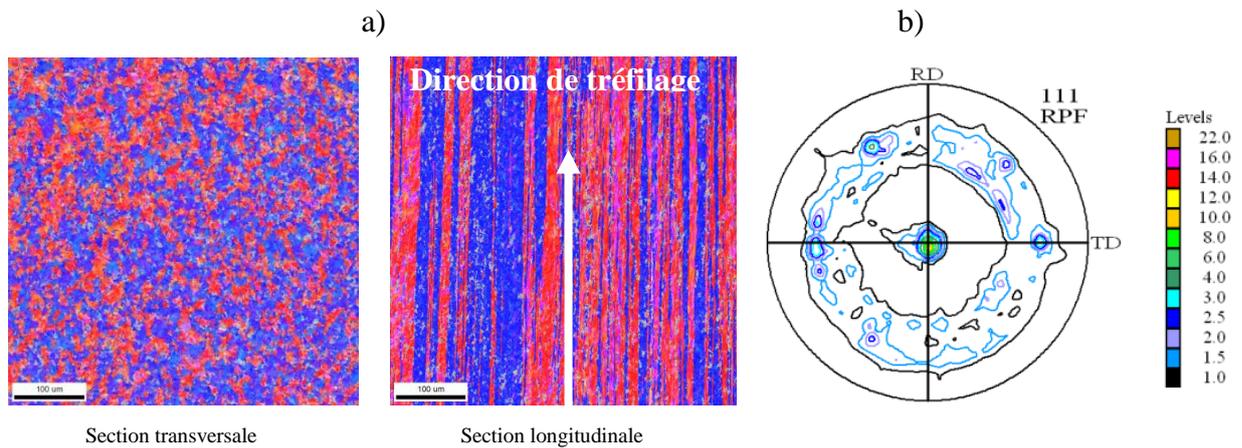


Figure 4.26: a) Cartographie reconstruite par EBSD et b) Figure de pôle obtenue par RX du fil tréfilée ($\varepsilon_3 = 86,81\%$).

Dans notre cas, la fibre $\langle 111 \rangle // \text{DN}$ était majoritaire et la fibre $\langle 100 \rangle // \text{DN}$ était minoritaire dans toute la zone périphérique du fil fortement déformé (fraction totale: 52,4% $\langle 111 \rangle$ et 18% de $\langle 100 \rangle$ avec une dispersion de 15°) (Figure. 4.27.b).

Hargue et ces collaborateurs [12] ont observé dans un fil d'aluminium tréfilé un mélange de texture $\langle 001 \rangle$ (minoritaire) et $\langle 111 \rangle$ (majoritaire) au centre du fil, quelque soit le taux de réduction. Par contre, en zone périphérique, pour des réductions de section de 50,5% et de 71,8%, la texture varie entre les deux composantes $\langle 111 \rangle$ et $\langle 112 \rangle$ et pour les forts taux de réduction ($>93,0\%$) il y a développement complet de la fibre $\langle 111 \rangle$ [13].

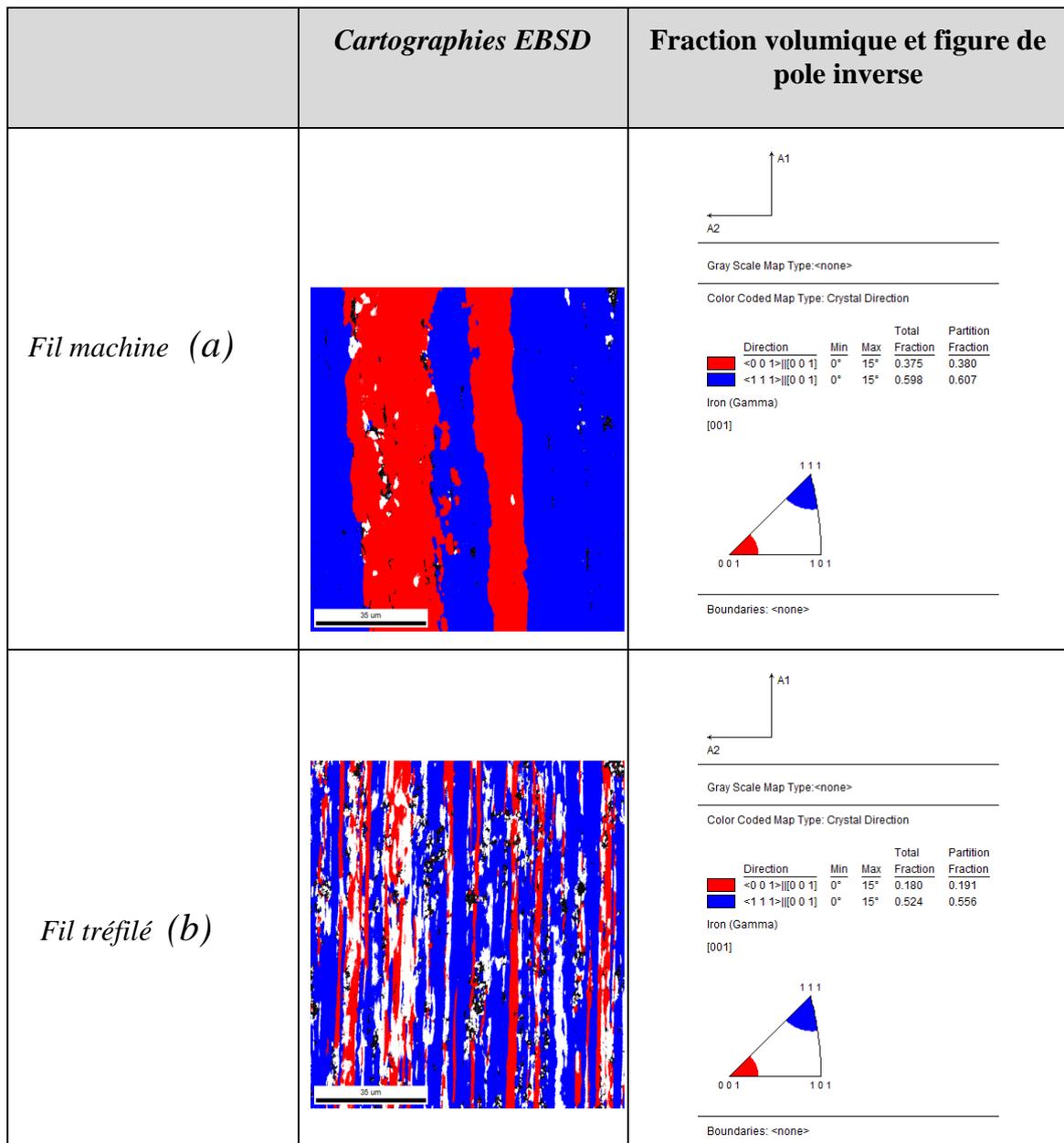


Figure 4.27 : Cartographies EBSD pour les deux fils non recuits, *Fil machine (a)* et *Fil tréfilé (b)* mesurées dans zone périphérie.

2.2 Fraction volumique

Le tableau 4.6 illustre l'évolution des principales composantes de texture avec le taux de déformation. Il existe une différence dans l'évolution de la fraction volumique de $\langle 111 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$. On signale que Xiao-guang et al [8] a constaté, dans son étude sur le fil d'aluminium tréfilé à froid que le composant de texture complexe (les textures de fibres) se transforme progressivement en $\langle 111 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$, et sa fraction volumique diminue avec l'augmentation du taux de déformation. Ceci est dû au fait que $\langle 100 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ parallèles à la direction de tréfilage sont des orientations stables dans les métaux et les alliages (c.f.c) [14].

Le tableau 4.6 résume les valeurs des fractions des fibres. On constate la diminution des fractions des deux fibres $\langle 111 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$ et l'augmentation de la fraction des fibres aléatoires lorsque le taux de déformation augmente.

Tableau 4.6 : Fraction volumique des principales composantes de texture (fibre: $\langle 111 \rangle // DN$, fibre: $\langle 100 \rangle // DN$ et partie aléatoire) du fil d'aluminium tréfilé à froid.

	Taux de déformation	Fibre $\langle 111 \rangle // DN$	Fibre $\langle 100 \rangle // DN$	Fibre Aléatoire
Fraction	<i>Fil machine</i>	59.8	37.5	2,7
Volumique (%)	$\varepsilon = 21,26\%$	46.5	32.2	21.3
	$\varepsilon = 68,99\%$	44.8	18.4	36.8
	$\varepsilon = 86,81\%$	52.4	18	29.6

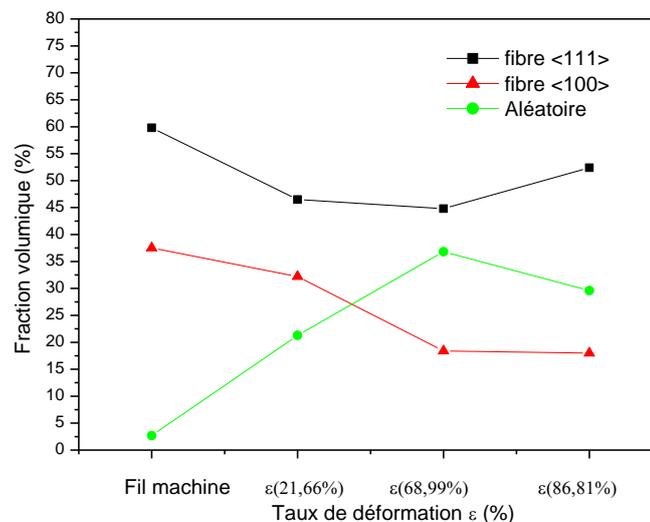


Figure 4.28: Variation de la fraction volumique de texture de déformation en fonction du taux de déformation.

3 Distribution du paramètre GOS

Les distributions de GOS (Grain Orientation Spread) calculées par OIMTM sont également présentées sur la figure 4.29.

Les grains qui ont une valeur de GOS inférieure à 1° sont souvent considérés comme étant recristallisés [15,16].

D'après la figure 4.29 on constate la valeur de GOS supérieure à 1° pour les différents taux de déformation ce qui explique qu'aucun est recristallisé.

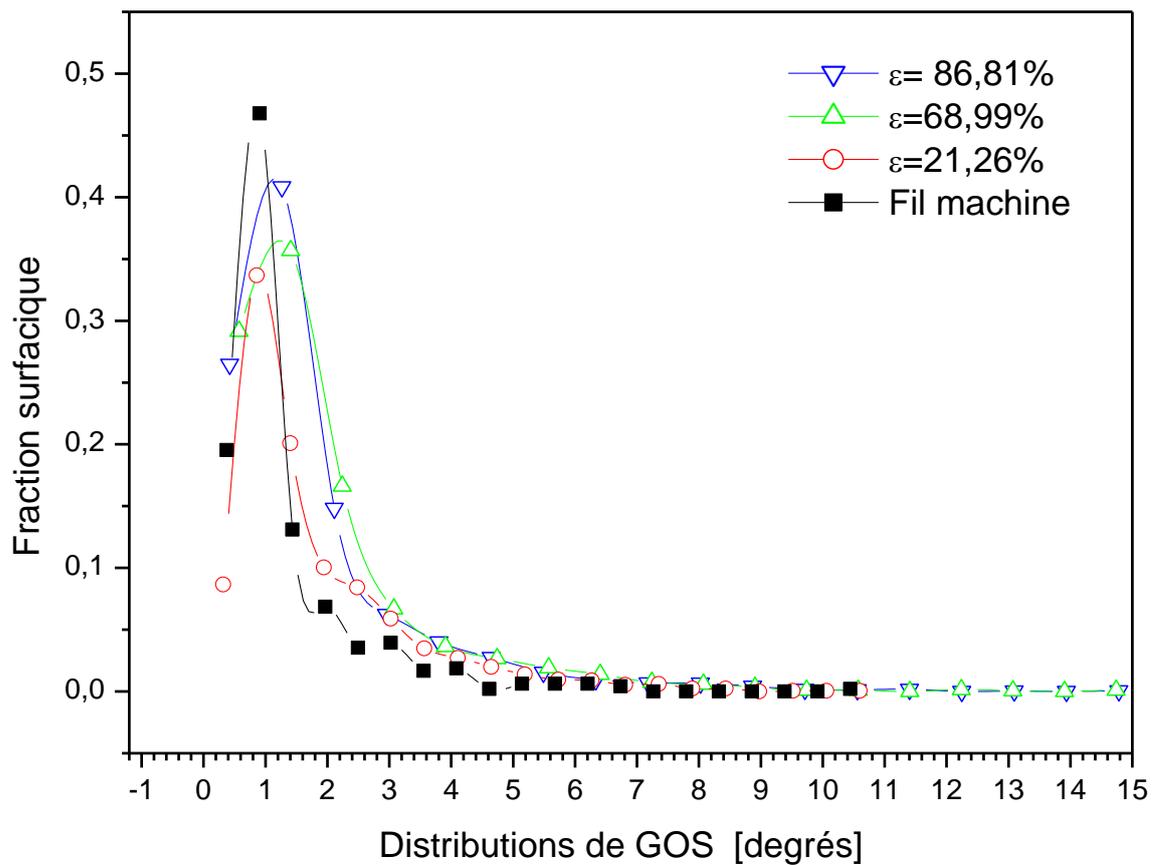


Figure 4.29: Distribution du paramètre GOS du fil d'aluminium à différents taux de déformation.

4 Etude de l'énergie stockée

4.1 Mesures de neutrons : énergie stockée en fonction de l'orientation

Le tableau 4.7 présente les valeurs moyennes de l'énergie stockée (E). Pour les déformations jusqu'à 68 %, c'est la fibre <100> qui emmagasine le plus d'énergie, mais au-delà de 86 %, c'est la fibre <111> qui reprend le dessus.

La réduction de la section du fil engendre une augmentation de l'énergie stockée dans les grains (figure 4.30).

Tableau 4.7 : Valeurs d'énergie stockée dans les grains appartenant aux deux fibres, mesurées par diffraction de neutrons sur les fils tréfilés.

Taux de déformation ε (%)	Diamètre (mm)	Valeurs d'Énergie stockée (J/mol)		
		E fibre <111>	E fibre <100>	E moyen
Fil machine	9,5	1,42132805	1,78076356	1,3763585
ε_1 (21,66%)	8,43	2,58254201	2,95225102	2,67052774
ε_2 (68,99%)	5,29	3,60692617	4,42705957	4,23000842
ε_3 (86,81%)	3,45	8,24718984	5,42985797	6,11772144

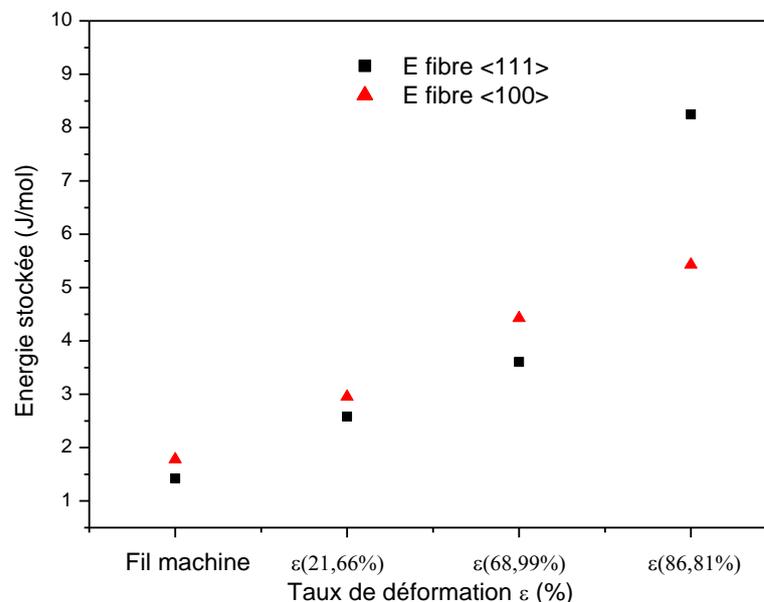


Figure 4.30: Evolution d'énergie stockée dans les grains déformés.

Partie 4 : Evolution de la texture de recuit de recristallisation

1 Introduction

De même, l'analyse EBDS a été effectuée pour l'état recuit et des cartographies ont été tracées pour les zones périphériques et les zones centrales. Les cartographies ont été mesurées dans le plan (DL, DT) perpendiculaire à l'axe de tréfilage. Les scans des diagrammes de kikuchi explorent une zone de $100 \times 100 \mu\text{m}^2$, avec un pas de $0,1 \mu\text{m}$ permettant une bonne reconstruction de la microstructure.

2 Analyse des tailles de grains

2.1 Caractérisation par : EBSD

La Figure 4.31 illustre les microstructures des fils, après un recuit de 10 min, caractérisées par EBSD en périphérie et au centre de chaque fil.

Pour le fil fortement déformé, les cartographies du cœur et de la périphérie montrent deux microstructures de grains recristallisés de tailles similaires entre $7,20 \mu\text{m}$ et $10,8 \mu\text{m}$.

Pour la déformation $\varepsilon = 68,99\%$, les cartographies illustrent deux microstructures distinctes ; la recristallisation semble plus avancée en périphérie qu'en cœur. De même, les mesures de la taille des grains montrent une différence entre la périphérie et le centre. Les tailles moyennes des grains sont respectivement de $6,30 - 11,30 \mu\text{m}$ pour la zone «périphérie» et $14,8 - 19 \mu\text{m}$ pour le «centre».

D'après Jin et al [15], le durcissement peut réduire l'inhomogénéité de déformation le long de la direction radiale des fils [15], ce qui conduit à la disparition de la différence de subdivision du grain le long de la direction radiale des fils à la déformation $\varepsilon > 0,58$ [14].

Les cartographies des fils après recuits à 400°C pendant 30 minutes à 400°C sont présentées sur la Figure 4.32, elles montrent des microstructures entièrement recristallisées et distinctes entre le centre et de la périphérie des fils déformés à 68% et 86 % les mesures de la taille de grains confirme cette observation.

Le résultat inattendu de ces mesures est la non recristallisation du fil déformé à 21%.

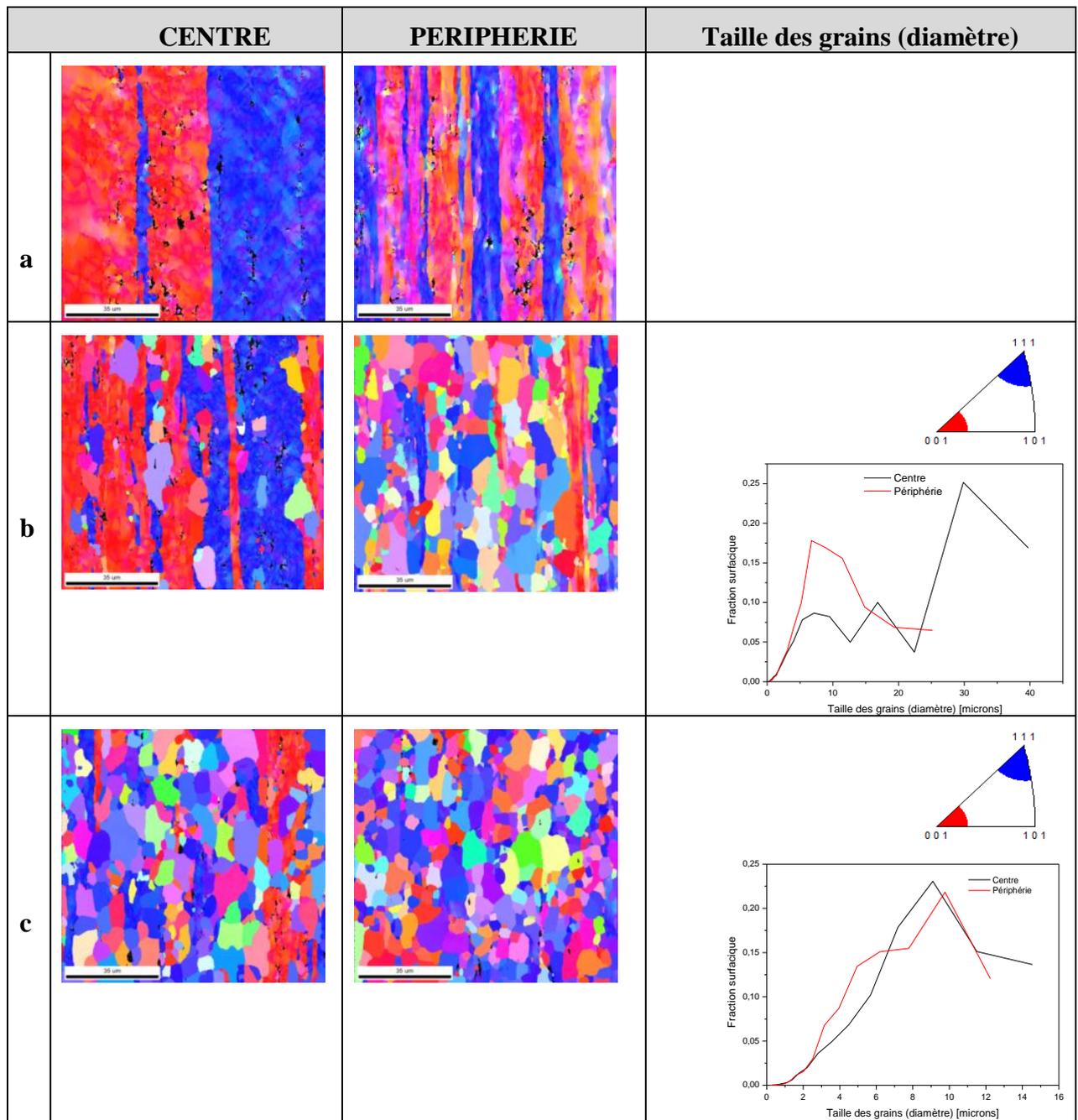


Figure 4.31: Microstructures caractérisées par EBSD en périphérie et au centre des fils recuits à 400°C pendant 10 min, $\epsilon = 21,26\%$ (a), $\epsilon = 68,99\%$ (b), $\epsilon = 86,81\%$ (c).

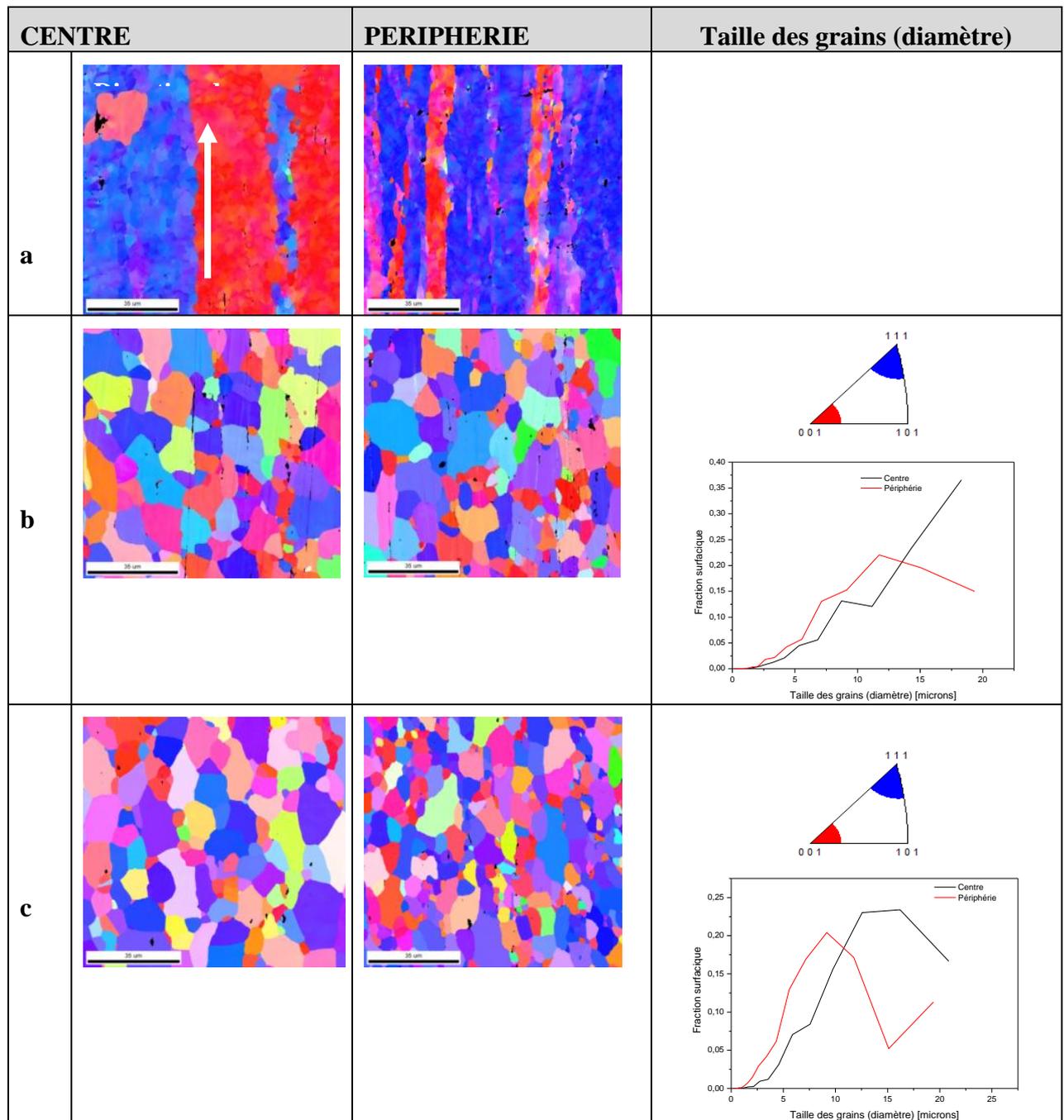


Figure 4.32: Microstructures caractérisées par EBSD en périphérie et au centre des fils recuits à 400°C pendant 30 min, $\epsilon = 21,26\%$ (a), $\epsilon = 68,99\%$ (b), $\epsilon = 86,81\%$ (c).

2.2 Evolution de texture de recristallisation avec déformation

Les fractions volumiques de chaque composante de texture dans les deux observations (périphérie et centre) ont été déterminées après recuits à 400°C pour les trois taux de déformation, à l'aide du logiciel Multex [17] et les résultats sont illustrés dans les tableaux 4.8 et 4.9.

A partir des résultats de la microdureté (chap. 4, partie 2) on remarque, pour la même durée de

recuit, que la fraction recristallisée augmente avec le taux de déformation. En revanche, les mesures données par l'analyse EBSD, ne vont pas toujours dans ce sens et leurs valeurs illustrent des comportements variables allant dans le sens aléatoire.

Tableau 4.8 : Fractions volumiques des principales composantes de texture (fibre: $\langle 111 \rangle // DN$, fibre: $\langle 100 \rangle // DN$ et partie aléatoire) des fils recuits à 400°C à 10min

		Taux de déformation	Fibre $\langle 111 \rangle // DN$	Fibre $\langle 100 \rangle // DN$	Fibre Aléatoire
Fraction Volumique	Au centre	$\varepsilon = 21,26\%$	15	30.2	54.8
		$\varepsilon = 68,99\%$	37.1	45.7	17.2
		$\varepsilon = 86,81\%$	41.5	19.8	38.7
(%)	Au périphérie	$\varepsilon = 21,26\%$	26.8	48.6	24.6
		$\varepsilon = 68,99\%$	32.3	18.7	49
		$\varepsilon = 86,81\%$	39	19.8	41.2

Tableau 4.9 : Fractions volumiques des principales composantes de texture (fibre: $\langle 111 \rangle // DN$, fibre: $\langle 100 \rangle // DN$ et partie aléatoire) des fils recuits à 400°C à 30min.

		Taux de déformation	Fibre $\langle 111 \rangle // DN$	Fibre $\langle 100 \rangle // DN$	Fibre Aléatoire
Fraction Volumique	Au centre	$\varepsilon = 21,26\%$	44.3	51.7	4
		$\varepsilon = 68,99\%$	36.3	16.3	47.4
		$\varepsilon = 86,81\%$	35.8	0.95	63.25
(%)	Au périphérie	$\varepsilon = 21,26\%$	69.2	14.0	16.8
		$\varepsilon = 68,99\%$	35.8	16.7	47.5
		$\varepsilon = 86,81\%$	40.6	16.1	43.3

2.3 Evolution des fractions volumiques

Les Figures.4.33 et 4.34 illustrent les courbes de la variation de la fraction volumique recristallisée des fibres en fonction de la déformation. Comme on peut le voir, l'évolution de la fraction volumique adopte des comportements variables et incohérents ; par exemple, sur la figure

4.33, la fraction de la fibre <100> augmente entre la déformation 21% et 68% puis chute entre 68% et 86 au cœur du fil. En périphérie c'est l'inverse qui se produit.

Cette attitude, prise pour toutes les fibres (<111>, <100> et fibres aléatoires), ne peut permettre une interprétation cohérente et complète des résultats obtenus.

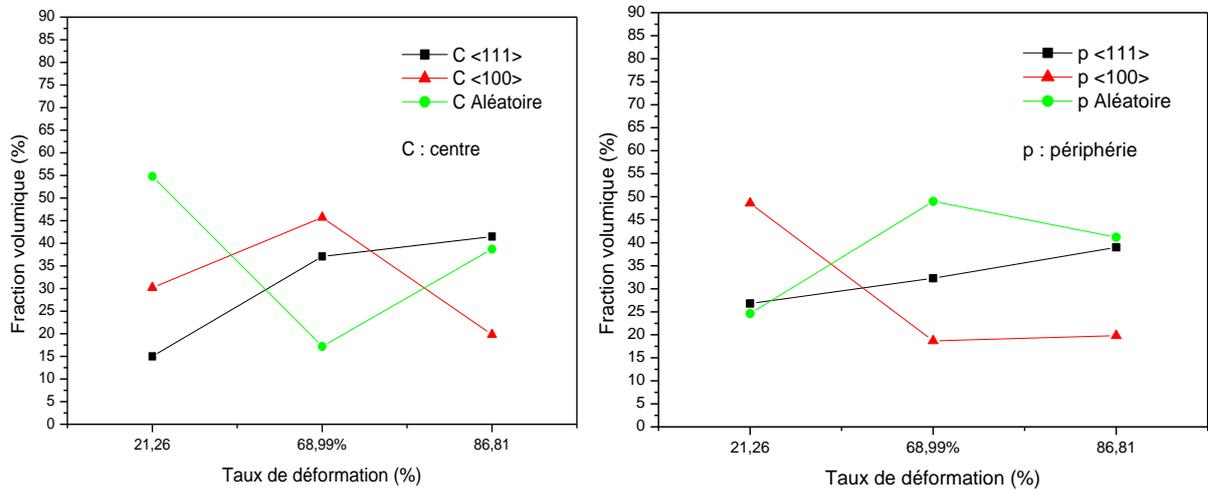


Figure 4.33: Evolution des fractions volumiques des fils recuits à 400°C pendant 10min.

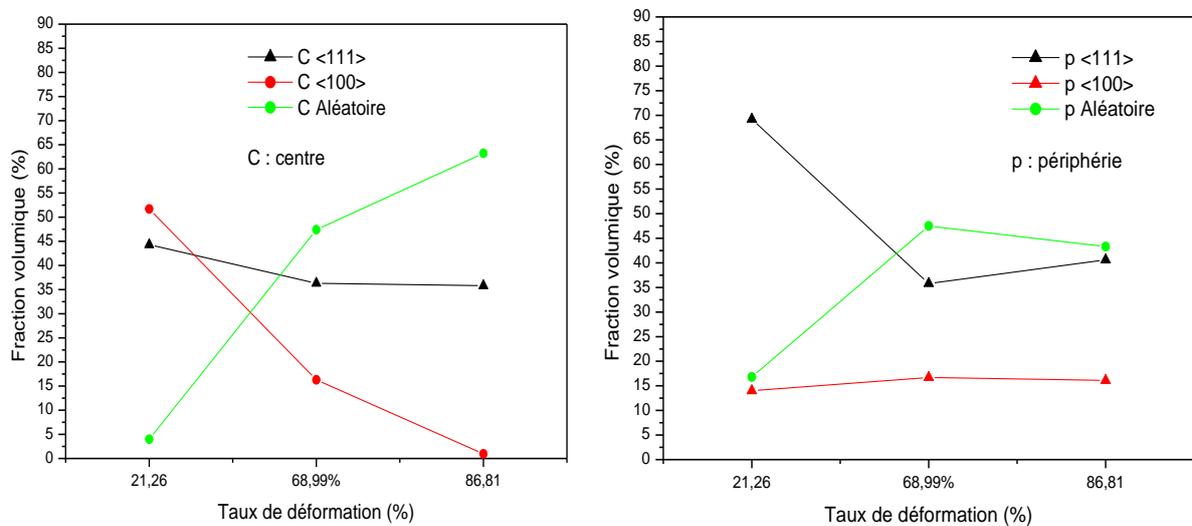


Figure 4.34: Evolution des fractions volumiques des fils recuits à 400°C pendant 30min.

2.4 Evolution de la taille des grains recristallisés

Les deux figures (4.35 et 4.36) montrent l'évolution de la taille des grains recristallisés après (10 min et 30 min) de recuit à 400°C en fonction du taux de déformation.

Pour la durée de 10 minutes de traitement, on peut dire que la taille moyenne des grains recristallisés des fils déformés à 68,99% et des fils déformés à 86,81% est très proche. Ce résultat n'est pas en cohérence avec ce que prévoyait la littérature. En revanche, pour la durée de 30 minutes de traitement, la taille des grains recristallisés des fils déformés à 68 % est légèrement supérieure à celle des fils déformés à 86,81. Donc, le résultat est en parfaite cohérence avec la littérature.

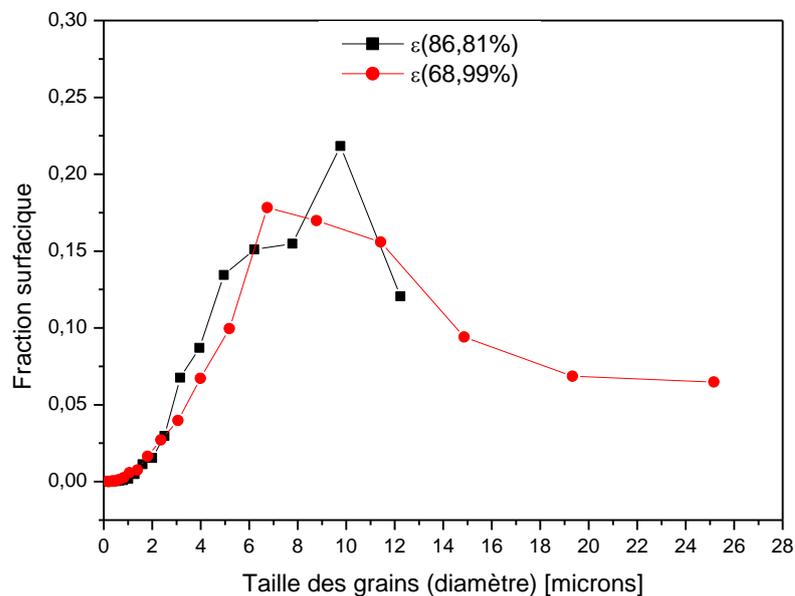


Figure 4.35 : Evolution de la taille des grains recristallisés après 10 min de recuit à 400°C en fonction du taux de déformation.

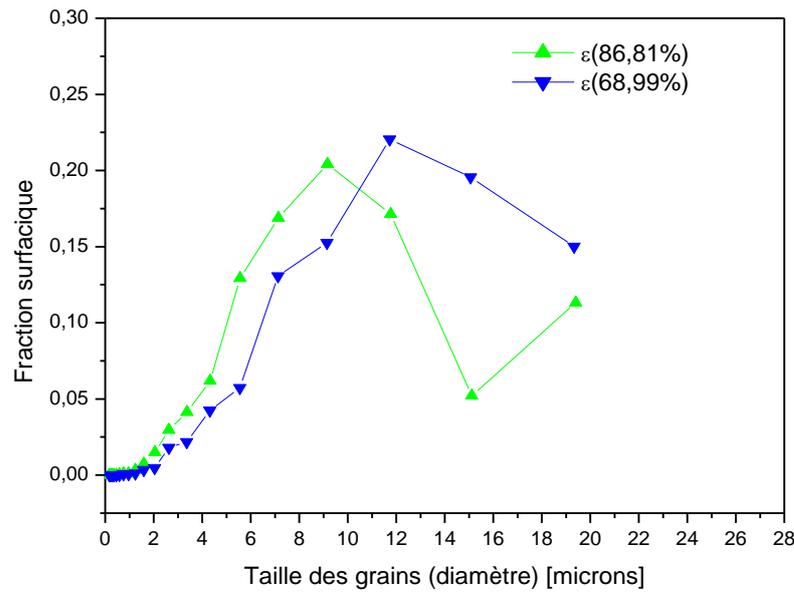


Figure 4.36: Evolution de la taille des grains recristallisés après 30 min de recuit à 400°C en fonction du taux de déformation.

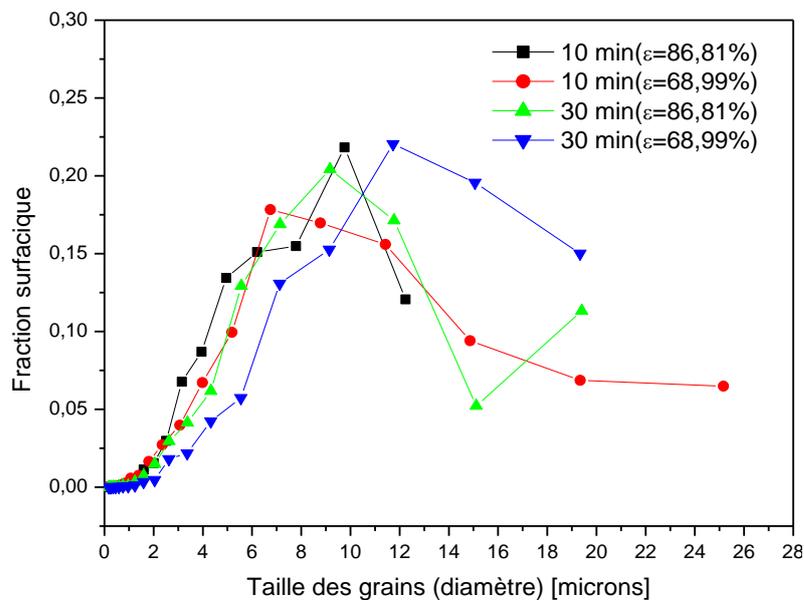


Figure 4.37: Distributions de la taille de grains.

2.5 Cinétique de recristallisation à 400°C

Le « Grain Orientation Spread (GOS) » représente la moyenne des désorientations de chaque pixel d'un même grain par rapport à l'orientation moyenne de ce grain. Une faible valeur du GOS signifie que l'on a affaire à un grain avec de faibles désorientations internes, ce qui correspond exactement à la définition d'un grain recristallisé. Au contraire, un grain présentant une zone restaurée aura un GOS plus élevé [19].

Sur la figure 4.38, on observe bien qu'un grain recristallisé présentant de faibles désorientations internes correspond à une valeur faible du GOS. Ces grains sont localisés au niveau des joints de grains de la structure déformée [19].

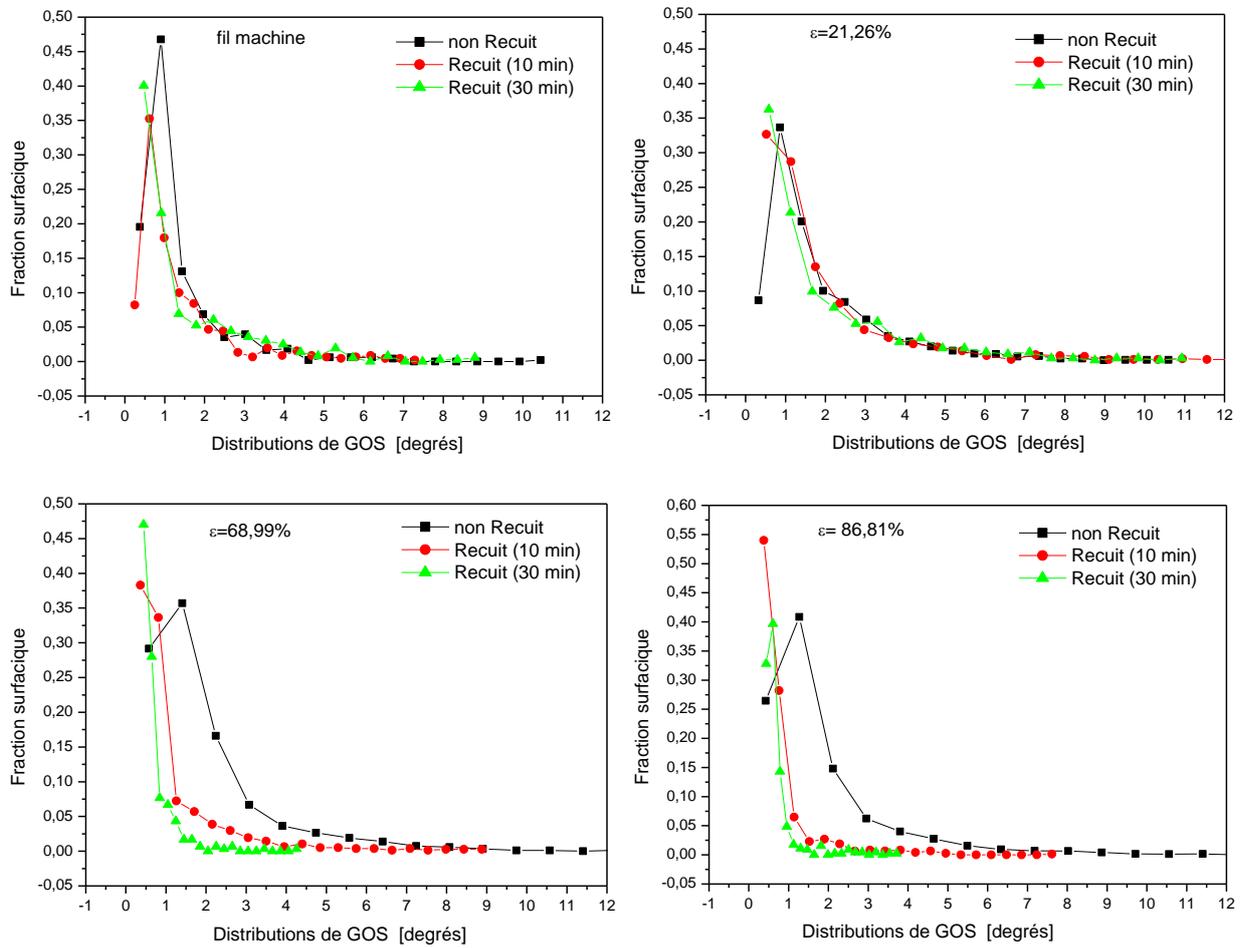


Figure 4.38: Distribution du paramètre GOS du fil d'aluminium à différents taux de déformation et recuit à 400°C (10min, 30 min).

Références bibliographiques

- [1] M. Zidani, Z. Boumerzoug, T. Baudin, R. Penelle. Texture and evolution of recrystallization in low carbon steel wire, *Mater. Sci. Forum*, Vol. 514-516 (2006), p. 554-558.
- [2] M. Zidani, Z. Boumerzoug, T. Baudin and D. Solas, Temperature and deformation effects on the recrystallization microstructure and texture of wire draw steel, *Mater. Sci. Forum*, Vol. 550 (2007), p. 447-452.
- [3] C. Bunte. , M. Glassel. , C. Medina, D. Zalcman, Proposed solution for random characteristics of aluminium alloy wire rods due to the natural aging, *Procedia Materials Science* 9 (2015) 97 – 104.
- [4] M. ZIDANI, L. BESSAIS, S. MESSAOUDI, M.D. HADID, H. FARH HICHEM, D. MIROUD, M.K. LOUDJANI, A.L. HELBERT, T. BAUDIN, Study of texture, mechanical and electrical properties of cold drawn AGS alloy wire, *Steel and Composite Structures, An International Journal*, Vol.22, n. 4, p 745-752 (Techno-press indexed by Thomson Reuters Impact factor : 1.796) (November 2016).
- [5] M.D. Hadid, Evolution of microstructure and mechanical properties during drawing of an aluminum alloy, *Magister Thesis; Department of Metallurgy, National Polytechnic School, Algiers, Algeria* (2012).
- [6] A. Benoit, T. Baudin, Homogeneous Welding of the 6061 Aluminum Alloy Using MIG CMT, *Proceedings of the 9th International Conference, Chicago, Illinois, USA, 2012*, pp 125-12
- [7] M. Zidani, Thèse de doctorat, Texture et recristallisation lors de recuits du fil d'acier doux (0,06% C) tréfilé à froid; *Université Biskra* (2006).
- [8] X. MA, J. CHEN, Z. CHEN, W. YAN, Temperature dependence of microstructure and texture in cold drawn aluminum wire. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 27(2017) 763–770.
- [9] J. Chen, W. Yan, C.X. Liu, R.G. Ding, X.H. Fan, Dependence of texture evolution on initial orientation in drawn single crystal copper. *Materials Characterization* 62 (2011) 237 – 242.
- [10] S.O. Adeosun, O.I. Sekunowo, S.A. Balogun, and L.O. Osoba, “Effect of deformation on the mechanical and electrical properties of aluminum-magnesium alloy”, *J. Minerals Mater. Character. Eng.*, 10(6), 553-560 (2011).
- [11] E.V. Bobruk, M.Y. Murashkin, V.U. Kazykhanov and R.Z. Valiev, “Aging behavior and properties of ultrafine-grained aluminum alloys of Al-Mg-Si system”, *Rev. Adv. Mater. Sci.*, 31, 101-115 (2012).

-
- [12] C.J. Hargue, L.K. Mc Jetter and J.C. Ogle, “Preferred orientation in extruded aluminum rod”, Transactions of the Metallurgical Society of AIME, 215(5), 831-837 (1995).
- [13] S. Jakani, Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé, thèse de Doctorat, Université Paris Sud – Orsay, p.31, (2004).
- [14] X. MA, J. CHEN, Z. CHEN, W. YAN. Evolution of microstructure and texture of cold-drawn polycrystalline Ag with low stacking fault energy. Science China: Technological Sciences, 2015, 58: 1146–1153.
- [15] Y. Jin, M. Bernacki, G.S. Rohrer, A.D. Rollett, B. Lin, N. Bozzolo, Formation of annealing twins during recrystallization and grain growth in 304L austenitic stainless steel, Mater Sci Forum, 753 (2013) 113-116.
- [16] W. WANG, Etude des mécanismes de recristallisation de nouveaux alliages à base de Ni, these de doctorat, Université paris-sud.
- [17] J H. Cho, A D. Rollett, J S. Cho, et al. Investigation of recrystallization and grain growth of copper and gold bonding wires. Metall Mater Trans A, 2006, 37: 3085–3097.
- [18] K. Helming, Materials Science Forum, Vol. 157-162, p. 363 (1994).
- [19] C. Kerisit, S. Jacomet, N. Bozzolo, M. Houillon, W. Geslin, V. Llorca, Roland E. Logé, Mesures des hétérogénéités de déformation du tantale déformé à froid et conséquences sur la recristallisation. MATERIAUX 2010 – 18-22– Nantes, France (octobre 2010).
- [20] M. ZIDANI, L. BESSAIS, H. FARH, S. MESSAOUDI, M. D. HADID, T. DJIMAOU, D. MIROUD, M. H. MATHON, A.L. HELBERT, M. K. LOUDJANI, T. BAUDIN, Microstructural evolution as well as mechanical and electrical properties of AA 6101 wire during recrystallization annealing treatment; Proceeding METAL 2017, Brno, Czech Republic, EU, (indexed by: Thomson Reuters /Scopus -Elsevier) (2017 accepted).

Conclusion Générale

La présente thèse avait pour objectif la compréhension de la texture de déformation et de recristallisation des fils d'alliage d'aluminium de type AGS-6101, tréfilés industriellement à l'entreprise ENICAB de Biskra-Algérie. Dans ce travail, nous avons également essayé d'appréhender l'influence combinée du taux de déformation et de la température de recuit à 400°C. Sur la cinétique de recristallisation. La démarche adoptée consistait à caractériser, tout d'abord, l'état tréfilé, puis suivre l'évolution des cinétiques de recristallisation au cours du recuit. Dans ce qui suit, nous allons tenter de résumer les principaux résultats obtenus lors de cette étude et suggérer des propositions pour élargir et approfondir ce sujet. Les résultats obtenus précédemment nous permettent de conclure les points suivants :

- La microstructure de l'état initial de l'alliage 6101 (le fil machine) n'est pas isotrope, elle contient déjà une texture composée de deux fibres majoritaires $\langle 111 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$.
- Le tréfilage ne modifie pas la texture mère du fil machine, il modifie uniquement la fraction volumique des fibres présentes en abaissant la quantité des fibres majoritaires en fonction du taux de déformation appliqué.
- Le tréfilage à froid modifie les propriétés des fils ; augmente sa dureté, sa résistance mécanique maximale et sa résistivité électrique et diminue son allongement lorsque la déformation augmente.
- A la forte déformation 86 %, le tréfilage a provoqué la formation du composé intermétallique Mg_4Si_6 .
- En déformant les grains, le tréfilage modifie également le paramètre cristallin de la maille.
- La déformation induite dans les grains augmente la quantité d'énergie stockée dans les grains avec le taux de déformation.
- Le traitement thermique à 400 °C, provoque une recristallisation hétérogène suivant la section du fil.
- La recristallisation, aussi, ne modifie pas la texture mère mais influe sur les fractions volumiques des ses composantes et leur distribution dans la section radiale des fils.
- La recristallisation modifie le paramètre de maille des cristallites formées.
- Les traitements thermiques appliqués à 400 °C abaissent la dureté, la résistance mécanique maximale et la résistivité électrique des fils au dessous des valeurs de l'état initial, et augmente l'allongement au dessus de la valeur initiale.

Perspectives

Pour approfondir et élargir ce sujet, il sera intéressant de voir :

- La variation de l'énergie stockée en fonction du taux de déformation, en utilisant d'autres techniques de mesure, telles que : la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) qui donne une estimation globale de l'énergie.
- La sous-structure de déformation par Microscopie électronique en transmission (MET).

Annexes

Fiche A.S.T.M de l'aluminium

Name and formula

Reference code:	00-004-0787
Mineral name:	Aluminum, syn
PDF index name:	Aluminum
Empirical formula:	Al
Chemical formula:	Al

Crystallographic parameters

Crystal system:	Cubic
Space group:	Fm-3m
Space group number:	225
a (Å):	4,0494
b (Å):	4,0494
c (Å):	4,0494
Alpha (°):	90,0000
Beta (°):	90,0000
Gamma (°):	90,0000
Calculated density (g/cm ³):	2,70
Volume of cell (10 ⁶ pm ³):	66,40
Z:	4,00
RIR:	3,62

Subfiles and Quality

Subfiles:	Inorganic Mineral Alloy, metal or intermetallic Common Phase Educational pattern Explosive Forensic NBS pattern Pigment/Dye
Quality:	Star (S)

Comments

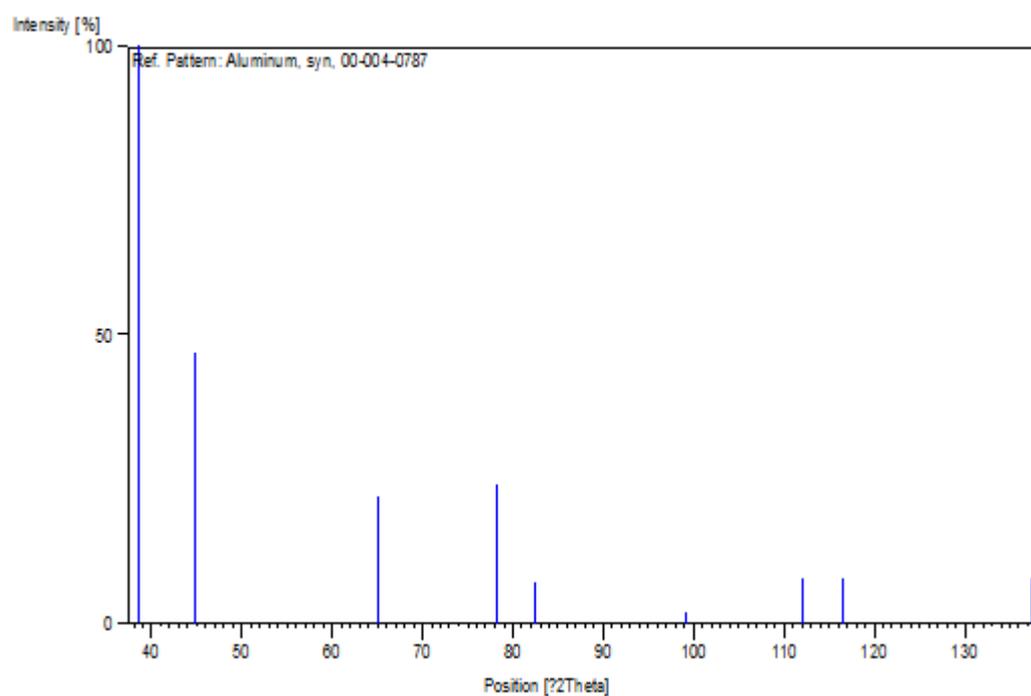
Color:	Light gray metallic
General comments:	Mineral species of doubtful validity, <i>Am. Mineral.</i> , 65 205 (1980).
Sample preparation:	The material used for the NBS sample was a melting point standard sample of aluminum prepared at NBS, Gaithersburg, Maryland, USA.
Analysis:	The chemical analysis (%): Si 0.011, Cu 0.006, Fe 0.007, Ti 0.0001, Zr 0.003, Ga 0.004, Mo 0.00002, S 0.0001, Al 99.9+ (by difference).
Additional pattern:	See ICSD 64700 (PDF 01-085-1327).
Temperature:	Pattern taken at 25 C.

References

Primary reference:	Swanson, Tatge., <i>Natl. Bur. Stand. (U.S.), Circ. 539</i> , I , 11, (1953)
--------------------	---

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	1	1	2,33800	38,473	100,0
2	2	0	0	2,02400	44,740	47,0
3	2	2	0	1,43100	65,135	22,0
4	3	1	1	1,22100	78,230	24,0
5	2	2	2	1,16900	82,438	7,0
6	4	0	0	1,01240	99,081	2,0
7	3	3	1	0,92890	112,046	8,0
8	4	2	0	0,90550	116,574	8,0
9	4	2	2	0,82660	137,463	8,0

Stick Pattern

Liste des travaux réalisés au cours de thèse de doctorat

Publications Internationales

1. M.ZIDANI, M.D.HADID, S.MESSAOUDI, F. DENDOUGA, **L.BESSAIS**, F. BAIRA, M. BAYARASSOU, A.L. HELBERT, M.H.MATHON and T. BAUDIN, *The drawing process of the wires of copper and aluminium; Evolution of the microstructure and (mechanical/electrical) properties*; Proceeding METAL 2014 Brno, Czech Republic, EU, (indexed by: Thomson Reuters /Scopus -Elsevier), p.442-446 (2014).
2. M.ZIDANI, M.D.HADID, T.DJIMAOUI, S.MESSAOUDI, **L.BESSAIS**, D.MIROUD, H.FARH, M.H.MATHON and T. BAUDIN, *The influence of aging on industrially cold drawn aluminum alloy (6101) used in the electric transmission lines*, International Journal JERA (TTP indexed by: Thomson Reuters /Scopus -Elsevier) , Vol. 24, p. 9-16 (2016) [DOI: 10.4028/www.scientific.net/JERA.24.9](https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/JERA.24.9).
3. M.ZIDANI, M.D.HADID, T.DJIMAOUI, H.FARH, S.MESSAOUDI, **L.BESSAIS**, M.H.MATHON and T. BAUDIN, *Annealing effect at low temperature on the evolution of the microstructure ,mechanical and electrical properties of a drawn aluminum wire*; Proceeding METAL 2016 Brno, Czech Republic, EU, (indexed by: Thomson Reuters /Scopus -Elsevier) p.1595-1599 (2016).
4. M.ZIDANI, **L. BESSAIS**, S. MESSAOUDI, M.D. HADID, H. FARH HICHEM, D. MIROUD, M.K. LOUDJANI, A.L. HELBERT, T. BAUDIN, *Study of texture, mechanical and electrical properties of cold drawn AGS alloy wire*, Steel and Composite Structures, An International Journal, Vol.22, n. 4, p 745-752 (Techno-press indexed by Thomson Reuters Impact factor : 1.796) (November 2016) [DOI: 10.12989/scs.2016.22.4.745](https://doi.org/10.12989/scs.2016.22.4.745).
5. M.ZIDANI, **L.BESSAIS**, H. FARH, S. MESSAOUDI, **M. D. HADID**, T. DJIMAOUI, D. MIROUD, M. H. MATHON, A.L. HELBERT, M. K. LOUDJANI, T. BAUDIN, *Microstructural evolution as well as mechanical and electrical properties of AA 6101 wire during recrystallization annealing treatment*; Proceeding METAL 2017, Brno, Czech Republic, EU, (indexed by: Thomson Reuters /Scopus -Elsevier) (2017 accepted).
6. S. MESSAOUDI, M.ZIDANI, **L. BESSAIS**, T. DJIMAOUI, M. H. MATHON, A.L. HELBERT, F. BRISSET and T. BAUDIN, *Effect of heat treatment on the properties of aluminum alloy ags 6101 after wire drawing*,; Proceeding METAL 2017 „Brno, Czech Republic, EU, (indexed by: Thomson Reuters /Scopus -Elsevier) (2017 accepted)

7.

Publications Nationales

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

Conferences Internationales

1. M.ZIDANI, F. DENDOUGA, S.MESSAOUDI, M.D.HADID, **L.BESSAIS**, C.DERFOUF, A.L.HELBERTA and T. BAUDIN, *Characteristics of Texture Evolution of Copper Wire Drawn Distended for Electrical Cabling by Electron Back Scattering Diffraction*, 22th Int. Metallurgical & Material Conf.(METAL 2013), Brno, Czech Republic, May 15-17 (2013).
2. M.ZIDANI, M.D.Hadid, S.MESSAOUDI, F. DENDOUGA, **L.BESSAIS**, F. BAIRA, M. BAYARASSOU, A.L. HELBERT, M.H.MATHON and T. BAUDIN, *The drawing process of the wires of copper and aluminium: Evolution of the microstructure and (mechanical/electrical) properties*; 23th Int. Metallurgical & Material Conf. (METAL 2014), Brno, Czech Republic, May 21-23 (2014).
3. M.D. HADID, M. ZIDANI, S. MESSAOUDI, **L. BESSAIS**, F. BAIRA, M.H. MATHON et T. BAUDIN, *Caractérisation de la (microstructure/texture) et étude de comportement mécanique et électrique d'un fil d'aluminium tréfilé destiné au câblage électrique*, 2nd International Symposium on Materials and Sustainable Development (2CIMDD'15), Boumerdes, 9-10 Novembre (2015).
4. M.D. HADID, M. ZIDANI, S. MESSAOUDI, **L. BESSAIS**, F. BAIRA, M.H. MATHON et T. BAUDIN, *Effet de la déformation mécanique sur les propriétés d'un alliage d'aluminium*, 3^{ème} Conférence Internationale sur: La Maintenance et la Sécurité industrielle (CIMSI'15), Skikda, 9-10 Novembre (2015).
5. M.D. HADID, M. ZIDANI, S. MESSAOUDI, **L. BESSAIS**, F. BAIRA, M.H. MATHON et T. BAUDIN, *"Effet de la formation de précipités Mg₂Si sur la microstructure et les propriétés mécaniques d'un alliage d'aluminium"*, First Conference on Mechanical, Energy and Material (CMEME 2015), Biskra, 8-9 December (2015).
6. **L.BESSAIS**, M. ZIDANI, S. MESSAOUDI, M.D. HADID, M.H. MATHON et T. BAUDIN, *Etude des comportements mécanique et électrique et suivi de l'évolution de la texture d'un fil d'aluminium tréfilé destiné au câblage électrique*, First Conference on Mechanical, Energy and Material (CMEME 2015), Biskra, 8-9 December (2015).
7. M.D.HADID, M.ZIDANI, T.DJIMAOUI, S.MESSAOUDI, **L.BESSAIS**, F.BAIRA, M.H.MATHON and T. BAUDIN, *Evolution de la microstructure et des propriétés mécaniq et l'environnement* JEFE '16, Annaba-Algérie, 10-12 Mai (2016) .
8. **L.BESSAIS**, M.ZIDANI, S.MESSAOUDI, M.D.HADID, T.DJIMAOUI, D.MIROUD, M.H.MATHON and T. BAUDIN, *Effet de recuit de recristallisation sur le comportement structurale d'alliage d'aluminium de type AGS tréfilé industriellement*, Journées d'étude sur la fonderie et l'environnement JEFE '16, Annaba-Algérie, 10-12 Mai (2016).
9. M.ZIDANI, T.DJIMAOUI, S.MESSAOUDI, M.D.HADID, **L.BESSAIS**, D.MIROUD, M.H.MATHON and T. BAUDIN, *Annealing effect at low temperature on the evolution of the microstructure and mechanical and electrical properties of a drawn aluminum wire*; 25th Anniversary Int. Metallurgical & Material Conf .(METAL 2016), Brno, Czech Republic, May 25-27 (2016).
10. M.D.HADID, M.ZIDANI, T.DJIMAOUI,S. ESSAOUDI,**L.BESSAIS**,D.MIROUD,M.H.MATHON, T. BAUDIN, *Effect Of Precipitation Processes In Aluminum Alloy 6101 T1Used In The Electric Transmission Lines* International Conference on Welding, No Destructive Testing and Materials and Alloys Industry (IC-WNDT-MI'16), Oran -Algérie, 26 -28 November (2016).
11. **L.BESSAIS**, M.ZIDANI, T.DJIMAOUI, H.FARH,S.MESSAOUDI, M.D.HADID , D.MIROUD, M.H.MATHON, T. BAUDIN, *Effect of drawing process on the structural, mechanical and electrical properties behaviour of 6101 T1 aluminium alloy used in the electric transmission lines*, 1st International Seminar on the Apport of the Simulation in Technological Innovation (SIASIT'17),

Ghardaïa (Algeria), March 07-08 (2017).

12. M.ZIDANI, **L.BESSAIS**, H.FARH, S.MESSAOUDI, M.D.HADID, T.DJIMAOU, D.MIROUD, M.H.MATHON and T. BAUDIN, *Microstructural evolution and mechanical and Electrical Properties of AA 6101 wire during Recrystallization annealing treatment*; 26th Int. Metallurgical & Material Conf .(METAL 2017), Brno, Czech Republic, May 24-26 (2017).
13. S.MESSAOUDI, M.ZIDANI, **L.BESSAIS**, T.DJIMAOU, M.H.MATHON and T. BAUDIN, *Effect of Heat Treatment on the Properties of Aluminum Alloy AGS 6101 Wire Drawing*, 26th Int.Metallurgical & Material Conf .(METAL 2017), Brno, Czech Republic, May 24-26 (2017).

Conferences Nationales

1. **L.BESSAIS**, M.ZIDANI, S.MESSAOUDI, M.D.HADID, F. DENDOUGA, T. BAUDIN, A.L.HELBERT, *étude des propriétés (mécaniques/ électriques) des deux fils (Cu/ Al) tréfilés à froid*, Journées d'étude sur les matériaux en génie mécanique, JEMGM, Biskra-Algérie, 14-15 Avril (2013).
2. M.D.HADID, M.ZIDANI, S.MESSAOUDI, **L.BESSAIS**, F. DENDOUGA, T. BAUDIN, A.L.HELBERT, *Comportement mécanique et électrique lors de tréfilage de fil d'aluminium*, Journées d'étude sur les matériaux en génie mécanique, JEMGM, Biskra-Algérie, 14-15 Avril (2013).
3. **L.BESSAIS**, M.ZIDANI, S.MESSAOUDI, M.D.HADID, F. DENDOUGA, T. BAUDIN, A.L.HELBERT, *Etude métallurgique des fils de cuivre et aluminium tréfilés industriellement à froid*, Journées d'étude sur le génie mécanique : « Procédées de mise en forme et énergie renouvelables » Biskra-Algérie 29-30 avril (2013).
4. M.D.HADID, M.ZIDANI, **L.BESSAIS**, S.MESSAOUDI, A.L.HELBERT, T. BAUDIN, *étude de la microstructure et des propriétés électriques de l'alliage d'aluminium 6101 après déformation par tréfilage*, Journées d'étude sur le génie mécanique : « Procédées de mise en forme et énergie renouvelables » Biskra-Algérie, 29-30 avril (2013).
5. **L.BESSAIS**, F.DENDOUGA, M.ZIDANI, S.MESSAOUDI, M.D.HADID, A.L.HELBERT, T. BAUDIN, *Etude et Caractérisation à L'échelle Granulaire d'un Fil de Cuivre Tréfilé à Froid à l'ENICAB : évolution de la (Microstructure/ Texture) de Déformation*. 4^{èmes} journées d'étude nationale de mécanique, Batna- Algérie, 27-28 Novembre (2013).
6. M.D.HADID, M.ZIDANI, S.MESSAOUDI, **L.BESSAIS**, M. BAYARASSOU, F.BAIRA, M.H.MATHON, T. BAUDIN, *Etude d'un alliage d'aluminium à durcissement structural de nuance 6101*, Deuxièmes journées d'étude sur les matériaux en génie mécanique, JEMGM-II,. Biskra-Algérie, 22,23 avril (2014).
7. M.ZIDANI, **L.BESSAIS**, S.MESSAOUDI, M.D.HADID, F.BAIRA, A.L.HELBERT, T. BAUDIN, *Etude comparative (mécaniques/ électriques) des deux fils (Cu/Al) tréfilés industriellement utilisés dans la fabrication des câbles de transport d'énergie électrique*, Deuxièmes journées d'étude sur les matériaux en génie mécanique, JEMGM-II, 22,23 avril Biskra-Algérie (2014).
8. M.D.HADID, M.ZIDANI, S.MESSAOUDI, **L.BESSAIS**, F.BAIRA, A.L.HELBERT, T. BAUDIN, *Etude de l'évolution de la microstructure et des propriétés mécaniques d'un fil en alliage d'aluminium tréfilé industriellement à froid*, Journées d'étude sur la fonderie et l'environnement JEFE, Annaba-Algérie, 7-8 Mai (2014) .
9. M.ZIDANI, M.D.HADID, S.MESSAOUDI, **L.BESSAIS**, F.BAIRA, A.L.HELBERT, A.L.HELBERT, T. BAUDIN, *Etude des propriétés (Mécaniques/ Electrique) des deux fils de cuivre*

et d'aluminium tréfilés industriellement utilisés dans la fabrication des câbles de transport d'énergie électrique. Cinquième séminaire nationale sur les matériaux, procédés et environnement, Boumerdès-Algérie, 11-12 Mai (2014).

10. F.BAIRA, M.ZIDANI, S.MESSAOUDI, M.D.HADID, **L.BESSAIS**, T. BAUDIN, *Etude de comportement mécanique et structurale d'un fil de cuivre tréfilé à froid à l'ENICAB : application dans la fabrication des câbles de transport d'énergie électrique*, Conférence nationale de la mécanique et d'industrie, Mostaganem-Algérie, 09-10 Décembre (2014).
11. M.D.HADID, M.ZIDANI, T.DJIMAOU, S.MESSAOUDI, **L.BESSAIS**, MIROUD, M.H.MATHON, T. BAUDIN, *Incoherent Precipitation in Billets Cast of 6101 Alloy used for Drawn and Artificial Aged Wires*, 6ème Séminaire National sur les Matériaux, Procédés et Environnement SNMPE-2016, Boumerdès -Algérie, 07 -08 November (2016).

Projets de recherche (CNEPRU)

1. **Membre de projet de recherche** : *Etude de la (précipitation/recristallisation) et de l'évolution structurale dans les fils d'alliages d'aluminium (AGS) de type 6101 et suivit des propriétés mécaniques et électriques des fils tréfilés*, Chef de projet : Pr. **M. ZIDANI**, **projet agréé à partir de 01/01/2015, code du projet : J0301420140055.**

Résumé

L'entreprise EN.I.CAB de Biskra utilise le procédé de tréfilage à froid sur plusieurs types de fils machines de différents matériaux et nuances. Notre étude a été menée sur un fil machine d'alliage d'aluminium type AGS (AA6101) le plus utilisé par l'entreprise ENICAB dans la fabrication des câbles de transport d'énergie électrique. Le but de ce travail est de comprendre l'évolution de la texture de déformation et de l'énergie stockée dans les grains lors du tréfilage à froid du fil d'aluminium destiné à des applications industrielles, ainsi que, l'influence combinée du taux de déformation et la température de recuit à 400°C pendant différent temps de maintien sur la cinétique de recristallisation et l'évolution de la texture cristallographique locale et globale au cours de recuit de recristallisation des fils d'aluminiums tréfilés. Pour cette étude plusieurs techniques expérimentales de mesure et de caractérisation nous ont permis de mener à bien ce travail. Il s'agit de: la microscopie optique (MO), la microscopie électronique à balayage (MEB), la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD), la diffraction des rayons X (FDP : figure des pôles directe), la diffraction des RX (pics), la diffraction des neutrons, la microdureté Vickers et l'analyse chimique par (EDAX), Essais de traction et des mesures de la résistivité électrique dont certaines ont permis de corrélérer la microstructure à la texture.

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

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

Abstract

The company Biskra EN.I.CAB uses the process of cold wire drawing on several types of machine wires of different materials and grades. Our study was carried out on an aluminum alloy wire rod type AGS (AA6101) most used by the company ENICAB in the manufacture of electric power transmission cables. The energy stored in the grains during the cold drawing of the aluminum wire for industrial applications, as well as the combined influence of the deformation rate and the annealing temperature at 400 ° C. during different holding time on the kinetics of recrystallization and the evolution of the local and global crystallographic texture during the recrystallization annealing of the drawn aluminum wires. For this study several experimental techniques of measurement and characterization allowed us to carry out this work. These are: optical microscopy (MO), scanning electron microscopy (SEM), backscattered electron diffraction (EBSD), X-ray diffraction (FDP: direct poles), X-ray diffraction (Peaks), Neutron diffraction, Vickers microhardness and chemical analysis by (EDAX), Tensile tests and measurements of electrical resistivity, some of which have correlated the microstructure to the texture.

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

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

ملخص

مؤسسة صناعة الكوابل الكهربائية بسكرة تستعمل عملية القلذ على البارد لأنواع من الأسلاك الأولية المختلفة المواد والتركيبات. ركزت دراستنا على الأسلاك الأولية للألمنيوم من نوع AGS (AA6101) الأكثر استخداما في صناعة الكوابل الكهربائية.

الغرض من هذا العمل هو فهم تطور نسيج التشوه والطاقة المخزنة في الحبوب لأسلاك الألمنيوم المقلدة على البارد. إن التأثير المشترك لمعدل التشوه ودرجة الحرارة المعالجة (400 °م) على حركية التبلور والتغيرات في النسيج البلورات المحلي والكلي خلال إعادة التبلور لأسلاك الألمنيوم المقلدة.

للقيام بهذه الدراسة هناك عدة تقنيات قياس و التوصيف التجريبية مثل : المجهر الضوئي (MO)، المجهر الإلكتروني (MEB)، وتقنية (EBSD)، حيود الأشعة السينية (FDP)، وحيود الأشعة السينية (Pics)، جهاز قياس الصلابة (Vickers)، والتحليل الكيميائي (EDAX)، اختبارات الشد وقياسات المقاومة الكهربائية، بعض يسمح لربط نسيج المجهرية.

وعلاوة على ذلك، فتح آفاق جديدة للبحث مثل دراسة التغير في الطاقة المخزنة بعد كل معدل التشوه عن طريق قياس بالمسح الحراري التفاضلي (DSC). إذن سيكون من المفيد إجراء توصيف محلي للتشوه التحتية والمرحلة الأولى من التبلور بواسطة تقنية (MET) من أجل فهم التطور التفضيلي من البذور الأولى (germe) الموجودة في النبية المشوهة.

كلمات البحث: نسيج ، إعادة التبلور ، التشوه بالقلذ، سبائك AGS، المقاومة الكهربائية.