

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche
Scientifique

Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

PROJET DE FIN D'ETUDES

En vue de l'obtention du
Diplôme d'Ingénieur d'Etat en génie des matériaux

THEME

Etude des causes de rupture durant le
tréfilage à froid d'un alliage Cu-Ag-Zn-Sn

Réalisé par : CHEKIRINE Ahmed

Encadré par : A. KASSER

KHETTAB Abderrahmene

Promotion 2015

المخلص

هذا العمل موجه الى الشركة الوطنية للمعادن الثمينة أجينور. في أنشطتها المختلفة، هذه الشركة تصنع قضبان لحام من 1.5 مم من خلال الترفلة. خلال عملية التصنيع يحدث كسر في السلك في بعض الأحيان خصوصا في التمريبات الاخيرة. وتهدف هذه الدراسة إلى معرفة أسباب الكسور ووضع الحلول النهائية،

تحقيقا لهذه الغاية، تم أخذ عينات على طول عملية التصنيع، ودراستها بواسطة المجهر الضوئي للكشف عن الأسباب الحقيقية للكسور. في الواقع خلال العلاج الحراري الذي تم بين المرات، هناك تركز هام من الجزيئات الصلبة المرحلة الثانية (حتى 30٪). وجدنا أنه خلال الترفلة هذه الجسيمات الصلبة يمكن أن تتجمع معا تحت تأثير التشوه لتشكيل الشقوق الصغيرة التي تؤدي إلى الكسر. الحل لهذه المشكلة هو علاج تليين يعقبه تبريد سريع بالمياه. والنتيجة هو الحصول على بنية لينية،

الكلمات المفتاحية : علاج تليين الترفلة قضبان لحام العلاج الحراري

Résumé :

Le présent travail a été fait pour le compte de l'Entreprise Nationale de l'Argent et de l'or. Dans ses activités diverses, cette entreprise fabrique également des baguettes de brasure destinées au soudage de métaux et alliages divers. Ces baguettes dont le diamètre final est de 1,5 mm sont fabriquées par étirage à froid. Durant le procédé de fabrication, il se produit parfois des ruptures de ce fil surtout aux dernières passes du procédé. Cette étude porte donc sur la recherche et la compréhension des causes de rupture de ces baguettes sur la chaine de production.

Pour cela nous avons procédé au prélèvement d'échantillons au niveau de chaque passe du procédé de fabrication dont l'analyse par microscopie optique nous a permis de révéler les causes exactes des ruptures observées. En effet, durant les recuits de recristallisation effectués entre les passes, il se produit durant le refroidissement à l'air, une précipitation d'importantes quantités de secondes phases (jusqu'à 30%). Pendant l'étirage, les particules dures de ce précipité coalescent sous l'action de la déformation plastique pour former des fissures qui mènent aux ruptures observées. La solution préconisée pour éviter ces ruptures est une mise en solution de ces particules dures suivie d'une trempe à l'eau, ce qui permet l'obtention d'une structure monophasée douce et facile à déformer.

Mots clés : mise en solution, tréfilage, baguette de brasure, traitement thermique.

Abstract:

This work is intended to the National Company of precious metals AGENOR. In its various activities, this company makes also soldering rods of 1.5 mm diameter by cold drawing. During the process of shaping, fracture of the wire does happen sometimes mainly at the last passes when the wire is thin. Hence, this study aims to find out the reasons of theses fractures and to put forward eventual solutions.

To this end, samples have been taken along the manufacturing process, the study of which by optical microscopy enabled us to reveal the exact reasons of fractures. In fact, during the annealing treatments made between passes, an important precipitation of second phase hard particles (up to 30%) takes place. We found out that during cold drawing these hard particles can coalesce together under the influence of plastic deformation to form micro-cracks that leads to catastrophic failures. The solution to this problem is a softening treatment followed by a rapid water quench to ovoid re-precipitation. The result of this treatment is to obtain a soft monophased structure, which is easy to deform.

Keywords : dissolution, drawing, solder stick, heat treatment.

Dédicaces

Je dédie ce mémoire aux plus affectifs admirables éducateurs : mes très chers parents ;

A mon père, que Dieu lui accorde une longue vie pleine de santé.

A ma mère qui est ma source première de motivation et pour qui ce mémoire est dédié.

A mes très chers frères "Ayoub" et "Choaib".

A mes très chères sœurs.

A mes grands-pères et grands-mères paternels et maternels.

A mes oncles et mes tantes surtout "Saad".

A toute ma grande famille "CHEKIRINE".

A mon binôme : KHETTAB Abderrahmene.

A nas "elbaraka".

A tous mes amis surtout Ahmed rouji, Redouan, Walid, yousef, Halim, Moh messi, Bilel, Abdallah, Nassim.

A la promotion de génie des matériaux 2014/2015 en particulier : amine, ali, sohaib, imad, ayoub, Aouad, panda, paipes.

Enfin, à tous ceux qui m'ont aidé dans la réalisation de ce travail.

Haroun.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail avec tout mon profond respect

A mes très chers parents que j'aime beaucoup et qui sont toujours à mes cotés, que dieu leur procure bonne santé et longue vie

A ma chère mère Djamila, ma source de joie et de bonheur et la flamme qui éclaire ma vie, qui a été près de moi durant tout le long chemin d'étude,

A mon cher père Nacer, mon maitre et mon exemple éternel qui m'a encouragé pour finir mes études.

Que ce travail soit pour eux le témoignage de ma plus profonde reconnaissance pour leur souffrance et leur sacrifice.

A mes chers frères Mohamed Amine et Yahia

A mes chères sœurs Zahra et Khaoula

A ma grande mère Hadda ainsi qu'à la mémoire de mes grands-parents Mohammed, El-Hachemi Et Houria

A toute ma famille

A mon promoteur Monsieur A. Kasser et mon binôme CHEKIRINE Ahmed

A tous mes aimables amis et collègues

Aux personnes qui m'ont aidé et encouragé et qui m'ont accompagné durant mon chemin de vie.

KHETTAB.

Remerciement

Nous remercions Dieu le Tout puissant de nous avoir donné patience, santé et volonté tout au long de nos études.

Nous tenons à remercier d'abord notre promoteur M. A. KASSER pour avoir accepté de nous encadrer et nous soutenir durant les moments difficiles de ce parcours. Merci pour vos encouragements.

Nos remerciements vont également à tous les membres du jury pour avoir accepté de juger notre travail.

C'est vraiment un grand honneur pour nous. Un grand Merci pour vous tous.

Nos remerciements s'adressent également à toutes les personnes qui ont participé à la réalisation de ce travail. En particulier :

- Les techniciens de l'atelier de tréfilage d'AGENOR, surtout ABDENOUR et BRAHIM.
- Les responsables d'unités de fabrication d'AGENOR en particulier : BENAMEUR et BITAR.
- Tous les enseignants du département Génie des Matériaux de l'ENP qui ont contribué à notre formation.
- toute la promotion du département de génie des matériaux 2014 /2015.

Nous exprimons ici toute notre reconnaissance à tous ceux qui nous ont aidés de près ou de loin pour arriver à cette conclusion heureuse.

A. CHEKIRINE et A.KHETTAB.

Liste des illustrations

Figure I.1 : Éprouvettes de traction.....	4
Figure. I.2 : essai de compression.....	4
Figure. I.3 : essai de flexion.	5
Figure. I.4 : courbe contrainte-déformation (différentes domaines).....	5
Figure. I.5 : courbe contrainte-déformation (loi de HOOK).....	6
Figure. I.6 : courbe contrainte-déformation (exploitation).....	6
Figure.I.7 : Déplacement d'un tapis par translation d'un pli créé à une extrémité.....	7
Figure. I.8 : lignes de glissement apparaissant à la surface d'un échantillon d'aluminium quasi.....	8
Figure I.9 : Schéma de la formation de bandes de glissement.....	8
Figure I.10 : Déplacement d'une dislocation coin dans un cristal.	9
Figure I.11 : Glissement d'une partie d'un cristal dû au passage d'une dislocation coin.	9
Figure I.12 : Mouvement global d'un tapis par passage d'un pli : schématisation du passage d'une dislocation dans un volume monocristallin.	10
Figure I.13 : Cisaillement d'un cristal, pour une cisssion appliquée τ suivant un vecteur de Burgers b.	10
Figure I.14 : Effet de l'écroutissage sur la limite élastique ($R_{p0.2}$), la résistance à la rupture (R_m) et l'allongement à la rupture (A) de l'Al pur.	13
Figure I.15 : Déformation orientée du grain (a), Grain avant écroutissage (b) Grain après écroutissage et (c) Grain recristallisé.	15
Figure I.16 : Récapitulation des différentes étapes de la restauration.	18
Figure I.17 : Evaluation de la microstructure au cours de la restauration.....	20
Figure I.18 : cinétique de recristallisation de l'aluminium a 350 C apres un déformation de traction	22
Figure. I.19 : croissance des grains.....	23
Figure I.20 . Effet de la déformation de traction sur la cinétique de recristallisation de L'aluminium Recuit à 300 °.....	24
Figure. I.21 : effet de la température sue la cinétique de recuit de Fe-3,5Si déformé a 60%	25
Figure.II.1 : Principe de Tréfilage.	28
Figure .II.2 : schéma d'une passe de tréfilage et notation utilisées.	29
Figure.II.3 : Schéma de principe d'une machine à tréfiler simple (mono passe).....	30
Figure.II.4 : Schéma d'une filière de tréfilage.	31

Figure II .5 : a) Modèle de migration induite par la déformation ($E_1 > E_2$), b) Schéma de la SIBM impliquant le développement coopératif de plusieurs sous-grains.....	34
Figure. II .6: Vitesse de migration des joints dans le plomb à 300°C en fonction de la teneur en étain (Sn).....	35
Figure. II .7: Relation entre l'énergie d'activation de la recristallisation et l'orientation pour la migration de joints de flexion dans des échantillons d'aluminium de puretés différentes.	36
Figure II.8 : Macles de recuit. a) interfaces cohérentes (CTB) et b) incohérentes (ITB).	37
Figure II.9 : Modèle de mécanisme de germination proposé par Inoue dans l'aluminium tréfilé.	38
Figure II.10 : Recristallisation d'un sous-grain près d'une particule de seconde phase dans un alliage Al-Si.	39
Figure. III.1 : Températures de fusion (Liquidus) des alliages ternaires Ag-Cu-Zn....	45
Figure. III.2 : Diagramme ternaire Ag-Cu-Zn à 600°C isotherme.....	46
Figure III.3 : Photos de l'échantillon enrobé à froid	50
Figure. III.4 : Polisseuse mécanique.	51
Figure. III.5 : Microscope optique utilisé.	53
Figure. III.6 : La méthode d'imposer une échelle sur logiciel Image j.....	54
Figure. III.7 : Localisation des précipités après 9,10 ^{ème} passe, micrographie optique traitée	55
Figure. III.8 : rendre une image binaire à l'aide de « image J »	55
Figure. III.9 : méthode pour imposer une échelle sur logiciel Image j.	56
Figure. III.10 : Les étapes pour calculer la taille des grains	56
Figure. III.11 : Principe de l'essai de dureté Vickers Hv.	57
Figure. III.12 : Micro-duromètre utilisé.	58
Figure IV.1 : Microstructure de coulée de l'alliage (Ag-Cu-Zn-Sn) élaboré à AGENOR. G=200X..	62
Figure. IV.2 : taux de déformation d'une passe à une autre.....	64
Figure. IV.3 : Evolution de la dureté du matériau comme fonction de la déformation reçue.....	66
Figure .IV.4 : Evolution de la dureté de l'alliage étiré après recuit de recristallisation..	68
Figure.IV.5 : Début de formation d'une fissure entre la 7 ^{ème} et 8 ^{ème} passe avant recuit de recristallisation.	70
Figure.IV.6 : Evolution de la fraction des précipités entre la 7 ^{ème} et 8 ^{ème} passe après le recuit à 550 °C. (Section normale) : G = 200X.	70

Figure .IV.7 : Evolution de la microstructure entre la 11 ^{ème} et 12 ^{ème} passe avant recuit de recristallisation.	71
Figure .IV.8 : Evolution de la microstructure entre la 17 ^{ème} et 18 ^{ème} passe avant recuit de recristallisation G=500X	72
Figure. IV.9 : fraction des précipite en fonction de la déformation reçue.....	74
Figure .IV.10 : comparaison entre la microdureté de la matrice et celle des précipités	75
Figure .IV.11: Evolution de la surface moyenne des grains recristallisés totalement comme fonction du nombre de passes reçues.	77
Figure. IV.12 : Evolution du diamètre moyen des grains recristallisés comme fonction du nombre de passes. Trec = 550 °C.	77
Figure .IV.13 : Evolution de la microstructure à la dernière passe (produit fini) avant recuit de recristallisation.	79
Figure .IV.14: Microstructure de mise en solution des précipités de l'alliage étudié. T=600 °C, t=30 min. G=200x.	80
Figure .IV.15: Microstructure de l'alliage après mise en solution à 600 °C suivi d'un revenu à 300 °C pendant 30 minutes.	82

Liste des tableaux

Tableau I.1 : système de glissement pour quelque métaux.	11
Tableau III.1 : Composition chimique d'alliage de brasure B30 en % massique.....	42
Tableau III.2 : Les propriétés physiques et mécaniques de l'argent.....	42
Tableau III.3 : Les propriétés physiques et mécaniques du cuivre.....	43
Tableau III.4 : Les propriétés physiques et mécaniques du zinc.....	44
Tableau III.5 : Les propriétés physiques et mécaniques de l'étain.....	44
Tableau III.6 : Les phases intermédiaires dans les systèmes Cu-Zn et Ag-Zn.....	46
Tableau III.7 : Les phases d'équilibre dans le système ternaire Ag-Cu-Zn.	47
Tableau III.8 : paramètres des attaques appliquées.	56
Tableau IV.1 : taux de déformation subi par la baguette après chaque passe.	63
Tableau IV.2 : valeur de dureté des échantillons Recuits (R) et Non Recuits (NR).	64
Tableau IV.3 : valeurs de dureté des échantillons Non Recuits.	65
Tableau IV.4 : dureté des échantillons après recuit de recristallisation.	67
Tableau IV.5 : Résultats d'analyse de la fraction des précipités.....	73
Tableau IV.6 : résultats de la microdureté des précipités et de la matrice.....	75
Tableau IV.7 : taille moyenne des grains lors de la recristallisation totale.....	76

Table des matières

CHAPITRE I: COMPORTEMENT DES METAUX SOUS L'ACTION D'UNE CONTRAINTE

I.COMPORTEMENT DES METAUX SOUS L'ACTION D'UNE CONTRAINTE

I. 1. Quelque définition	1
I .2. Contrainte et déformation.....	1
I .3. Caractérisation des propriétés mécaniques.....	2
I .4.Type de déformation.....	3
I .4.1. Essai de traction.....	3
I .4.2. Essai de compression	4
I .4.3. Essai de flexion.....	4
I .5. Courbe contrainte –déformation.....	5
I.6. Changements structuraux pendant la déformation à froid des métaux.....	6
I.7. Formation de dislocation pendant la déformation plastique.....	7
I.7.1. Observation microscopique du glissement et relation avec les dislocations	7
I.7.2.mouvement de dislocation et système de glissement.....	10
I.8. Changement des propriétés mécaniques comme fonction de la structure déformée :	12
I.9. recristallisation	13
I.9.1. Ecrouissage et défauts cristallins	13
I.9.2. L'énergie libre.....	15
I.9.3. Concentration des contraintes et écrouissage local.....	16
I.9.4. Multiplication des dislocations	16
I.9.5. Recristallisation	16
I.9.6. Restauration.....	17
I.9.7. Polygonisation.....	19
I.9.8. Recristallisation primaire.....	20
I.9.9. Lois de la recristallisation primaire	21
I.9.10. Recristallisation secondaire.....	22
I.9.11. Facteurs influant sur la cinétique de recristallisation	23
I.9.11.1. Le taux de déformation	24
I.9.11.2. Impuretés	24
I.9.11.3. Orientation des grains par rapport à la matrice	24
I.9.11.4. Paramètres du recuit	25
I.9.11.4.a- la température du recuit.....	25
I.9.11.4.b- vitesse de chauffage	25

CHAPITRE II: LE TREFILAGE A FROID DES METAUX

II.LE TREFILAGE A FROID DES METAUX

II.1. Introduction	27
II.2. Outils et équipements industriels du tréfilage	29
II.2.1. Machine simple	29
II.2.2. Le lubrifiant	30
II.2.3 La filière	30
II.2.4. Machines multiples	31
II.3. Etapes de restauration et de recristallisation au tréfilage.....	32
II.3.1. Restauration	32
II.3.2. Recristallisation	32
II.3.2.1. Germination	33
II.3.2.2. Croissance.....	35
II.3.2.3.Migration des joints de grains	36
II.3. 3. Texture de recristallisation des matériaux tréfilés	37
II.3.4.Influence des éléments en solution solide et des précipités sur la recristallisation.....	39
II.3.4.1. Les éléments en solution solide.....	39
II.3.4.2.Les précipités préexistants.....	39

CHAPITRE III: MATERIAUX ET METHODES

III.MATERIAUX ET METHODES

III .1.Procédé de fabrication (entreprise AGENOR)	42
III .1.1 Caractérisation de l'alliage Ag-Cu-Zn-Sn.....	42
III .1.1.1 Composition chimique	42
III .1.1.2 Les propriétés des éléments d'alliage	42
III .1.1.2 .a.L'argent et ses propriétés	42
III .1.1.2 .b.Le cuivre et ses propriétés.....	43
III .1.1.2 .c.Le zinc et ses propriétés	43
III .1.1.2 .d.L'étain et ses propriétés	44
III .1.2.Diagramme des phases.....	45
III .1.3.Les domaines d'utilisation des baguettes de brasure B30.....	48
III .1.4.Elaboration des baguettes de brasure	48
III .1.4.1. La fusion des brasures	48
III .1.4.2. Les conditions de recuit	48
III .1.4.3. Le tréfilage	49

III .1.4.4. Etirage	49
III .2 .Procède de fabrication (laboratoire ENP)	49
III .2 .1.Préparation métallographique	49
III .2 .1.1 Tronçonnage	49
III .2 .1.2. Enrobage	50
III .2 .1.3. Polissage	50
III .2 .1.4. Attaque chimique.....	52
III .2 .2. Observation microscopique.....	52
III .2 .2. 1. Microscope optique	52
III .2 .2. 2. Traitement des images et analyse quantitative	53
III .2 .3. Essai de dureté :.....	56
III .2 .4. Essai de micro dureté :.....	57
III .2 .5. Traitements thermiques	58
III .2 .5.1. Recuit de recristallisation	58
III .2 .5.2. Traitement thermique de mise en solution:	59
III .2 .5.2.a Le chauffage pour mise en solution.....	59
III .2 .5.2.b. Le refroidissement «la trempe »	60
III.2.5.2.c.Le réchauffage «le revenu ».....	60

IV.RESULTATS ET DISCUSSION

IV.1 .Introduction	62
IV.2. But de cette étude	62
IV.3. Fabrication des baguettes de brasure par tréfilage à froid	63
IV.4. Calcul des taux de déformation(ϵ) après chaque passe	63
IV.6 : Commentaires et interprétations :.....	66
IV.6 : Commentaires et interprétations :.....	68
IV.7.Observation microscopique des différentes microstructures du matériau étiré.....	68
IV.8 .Analyse de la fraction des précipités	73
IV.9. Commentaires et interprétations	74
IV.10 Analyse de la microdureté des phases en présence.	75
IV.11. Recuit de recristallisation :	76
IV.12.Commentaire et interprétation :.....	78
IV.13 Commentaire et interprétation	79
IV.14 traitement de mise en solution :.....	80
IV.15. Discussion et Interprétation	81
IV.16. Traitement de mise en solution suivi d'un revenu	81
IV.17 Commentaires et interprétations :.....	83

IV.18 Conclusion générale	83
IV.19. Recommandations pour AGENOR	84
Conclusion.....	85
Référence bibliographies.....	86

INTRODUCTION

INTRODUCTION

Le sujet de ce projet de fin d'étude porte sur les causes de la rupture durant le tréfilage à froid des baguettes de brasure fabriquées par l'entreprise nationale des métaux précieux (AGENOR). Pendant le travail expérimental réalisé au laboratoire, il s'est avéré que la précipitation de plusieurs phases durant le recuit de recristallisation, est la principale cause qui mène à cette rupture. Les processus de précipitation discontinue restent encore un sujet d'actualité à cause de leur influence sur les propriétés mécaniques, physiques et chimiques, de l'impossibilité d'établir un critère rigoureux qui explique l'apparition de cette réaction dans certains alliages et pas dans d'autre, et du changement de son mécanisme et de sa cinétique d'un système à un autre. En général, la réaction de précipitation correspond à une transformation à l'état solide avec augmentation du nombre de phases. Les nouvelles phases naissantes se développent aux joints de grains de forte désorientation [10].

Malgré quelques travaux publiés sur ce sujet, de nombreuses questions restent encore sans réponses convaincantes et montrent que les résultats varient d'un alliage à un autre. La diversité des résultats obtenus par les chercheurs s'explique par la complexité de cette réaction de précipitation et par l'effet important de nombreux paramètres dont les impuretés. L'alliage utilisé par AGENOR est parmi ceux dont la structure est fortement dominée par une multitude de précipités dont la taille, la forme et la cinétique de précipitation sont fortement influencées par les conditions d'élaboration. Cet alliage est élaboré par AGENOR dans un four électrique puis mis en forme par coulée continue. C'est un alliage quaternaire de composition : Cu-40%, Ag-30%, Zn-28%, Sn-2%. à partir d'éléments très purs (99,999%).

Ce travail a donc pour objectif de résoudre le problème des ruptures des baguettes de brasure durant l'étirage à froid. Notre étude tente d'apporter plus d'informations et d'éclaircissements sur ce type de précipitation, de mieux comprendre certains phénomènes et de donner des explications au mécanisme de rupture des baguettes de brasure élaborées par l'entreprise AGENOR.

En plus d'une introduction où on présente et on justifie le choix de ce thème de recherche, un résumé est donné pour mettre en évidence les principaux résultats auxquels nous avons aboutis. Finalement, une conclusion suivie par des recommandations pour le compte d'AGENOR est présentée. Ce mémoire comprend quatre chapitres :

-le premier chapitre est consacré à la déformation plastique à froid des métaux en général.

-le second chapitre traite des différentes théories de recristallisation et précipitations dans les métaux purs et les alliages métalliques après une déformation plastique à froid suivi d'un traitement thermique. La théorie du tréfilage et les équipements utilisés sont également traités dans ce chapitre.

-le troisième chapitre présente le mode opératoire chez AGENOR ainsi que le laboratoire de science des matériaux de l'ENP et un aperçu sur les alliages étudiés.

-le quatrième chapitre regroupe l'ensemble des résultats obtenus et leur interprétation.

Partie A :

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I

COMPORTEMENT DES METAUX SOUS L'ACTION D'UNE CONTRAINTE

I.COMPORTEMENT DES METAUX SOUS L'ACTION D'UNE CONTRAINTE

I. 1. Quelques définitions

La science des matériaux est l'étude des relations qui existent entre leur structure et leurs propriétés générales.

La structure d'un matériau correspond à la façon dont s'agencent ses éléments constitutifs.

Plusieurs échelles

- Échelle subatomique : noyau et électrons
- Échelle atomique : disposition des atomes ou molécules les uns par rapport aux autres
- Échelle microscopique : groupes d'atomes
- Échelle macroscopique : éléments de structure visibles à l'œil nu

6 grandes catégories de propriétés :

- Mécaniques :
 - Électriques
 - Thermiques
 - Magnétiques
 - Optiques :
 - Chimiques :
- Propriétés physiques : concernent le comportement des matériaux soumis à l'action de la température, des champs électriques ou magnétiques ou de la lumière
- Comportement dans son environnement réactif

Propriétés mécaniques :

Elles concernent la déformation d'un matériau soumis à une force, Les principales sont :

- La résistance : caractérise la contrainte maximale que peut supporter un matériau avant de se rompre
- La dureté : résistance d'un matériau à la pénétration
- La ductilité : capacité du matériau à se déformer de manière irréversible avant de rompre
- La rigidité : fonction de l'intensité des liaisons entre atomes ou molécules (module d'Young)
- La ténacité : capacité d'un matériau à emmagasiner de l'énergie avant sa rupture [1].

I .2. Contrainte et déformation

L'effet des forces sur différents matériaux est expliqué par Robert HOOKE (1635-1703), de façon empirique à l'échelle macroscopique : *un matériau à l'état solide ne résiste à une force appliquée qu'en se déformant sous l'action de cette force.* Les matériaux sont élastiques. Il établit une règle, la loi de HOOKE, selon laquelle l'allongement est toujours proportionnel à la force appliquée. Cette loi n'est rigoureusement vraie que pour les céramiques, le verre, la plupart des minéraux et les métaux les plus durs.

Mais, dans quelle mesure le comportement d'une structure dépend de son matériau constitutif plutôt que de ses dimensions et de sa forme ? Nous avons besoin de standards objectifs de comparaison qui soient indépendants de la taille et de la forme du matériau.

La considération des conditions qui règnent en chaque point d'un matériau soumis à des forces mécaniques conduit aux notions de contrainte et de déformation. La définition claire et utilisable de ces deux notions est due à Augustin CAUCHY (1789-1857). Quand on soumet un corps à l'action de forces extérieures, des contraintes s'établissent par réaction, à l'intérieur de ce corps. À ces contraintes sont associées des déformations.

Pour s'affranchir de la dépendance des dimensions du matériau, les paramètres **contraintes** et **déformation** sont utilisés.

⇒⇒ **La contrainte** détermine avec quelle intensité les atomes du matériau sont écartés les uns des autres ou comprimés les uns sur les autres. Cette contrainte est, pour une traction simple, la force qui agit sur une unité de surface du matériau.

$$\sigma = F/S \quad \text{Elle se mesure en Pascal (Pa).}$$

Les trois principales contraintes sont la traction, la compression et le cisaillement qui sont définies plus loin.

⇒⇒ **La déformation** indique dans quelles proportions les liaisons inter atomiques (à l'échelle microscopique) et la structure elle-même (l'objet, à l'échelle macroscopique) ont été déformées. La déformation, pour une traction simple, est le rapport de l'allongement à la longueur initiale.

$$\varepsilon = (L-L_0)/L_0$$

L'allongement est sans unité [2].

I.3. Caractérisation des propriétés mécaniques

Pour pouvoir utiliser raisonnablement les matériaux de restauration ou prothétiques en clinique, il est essentiel de déterminer les conditions de déformation et de rupture des matériaux.

Afin de caractériser le comportement mécanique d'un ou de plusieurs matériaux soumis à des forces extérieures qui engendrent des **contraintes** et des **déformations**, on a recours à un certain nombre d'essais mécaniques [3].

Ces essais mécaniques doivent mettre en jeu des états de contrainte simples et connus, d'interprétation facile et non équivoque. De plus ils doivent être reproductibles. C'est pourquoi des organismes nationaux et internationaux normalisent ces essais (AFNOR, ISO, CEN).

La normalisation des essais porte sur :

- la géométrie de l'éprouvette (une éprouvette est une pièce de dimensions normalisées utilisée lors d'essais mécaniques visant à déterminer le comportement du matériau soumis à différents efforts mécaniques comme la traction, la torsion, la flexion...)
- la préparation de cette éprouvette
- les machines d'essai et leur étalonnage,
- les techniques expérimentales mises en œuvre
- le dépouillement et la présentation des données [4].

On peut distinguer :

⇒ **Les essais peu liés au temps** (dans lesquels la déformation provoquée est peu liée à la durée d'application de la force) :

-L'essai de traction : de compression ou de flexion, détermine l'aptitude à la déformation d'un matériau soumis à un effort progressif.

-L'essai de dureté : fournit des renseignements sur la résistance à la pénétration d'une pièce dure soumise à un effort constant.

-L'essai de résilience : caractérise la résistance au choc.

⇒ **Les essais fortement liés au temps** (dans lesquels la déformation provoquée dépend de la durée d'application de la force) :

-L'essai de fatigue : étudie le comportement du matériau vis à vis de sollicitations alternées bien inférieures à la contrainte nécessaire pour le rompre.

-L'essai de fluage : mesure la déformation, en fonction du temps, du matériau sous charge constante [5].

I .4.type de déformation

I .4.1. Essai de traction

Le plus simple et le plus courant .Il consiste à placer une éprouvette du matériau à étudier entre les mâchoires d'une machine de traction qui tire sur le matériau jusqu'à sa rupture. On enregistre la force et l'allongement, que l'on peut convertir.

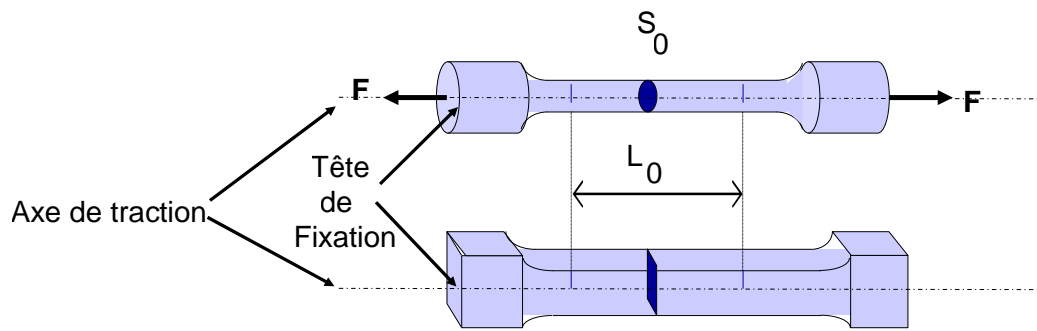


Figure. I .1 : Éprouvettes de traction [5].

Ce type d'essai est normalisé par des réglementations nationales ou internationales :

Géométrie des éprouvettes

I .4.2. Essai de compression

Utilisé pour déterminer les contraintes de rupture des matériaux fragiles (béton, céramique...) Éprouvette cylindrique soumise à deux forces axiales opposées

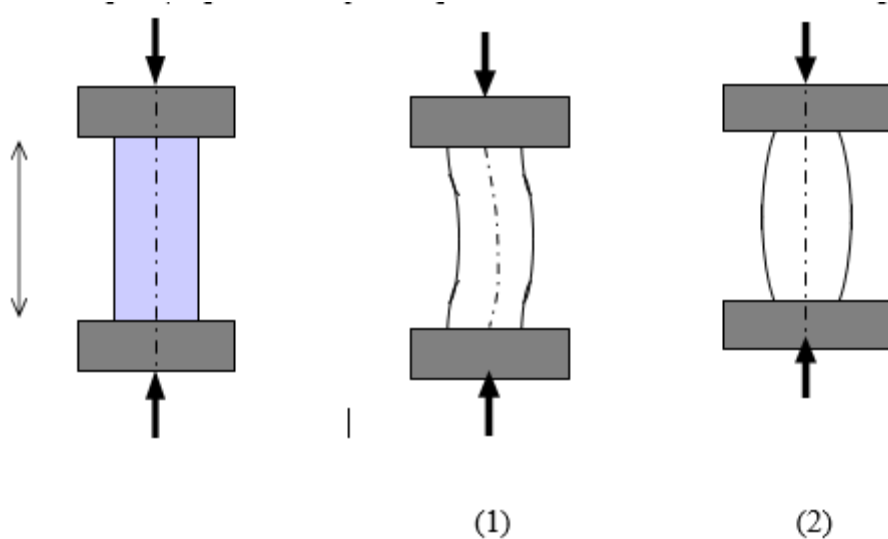


Figure. I .2 : essai de compression [5].

- Si $h/d > 3$ flambage (1).
- Si frottements entre faces d'appui de l'éprouvette et plateaux de la machine, déformation hétérogène (2).

I .4.3. Essai de flexion

Il présente la même utilité que les essais de compression, il est peu utilisé pour les matériaux ductiles

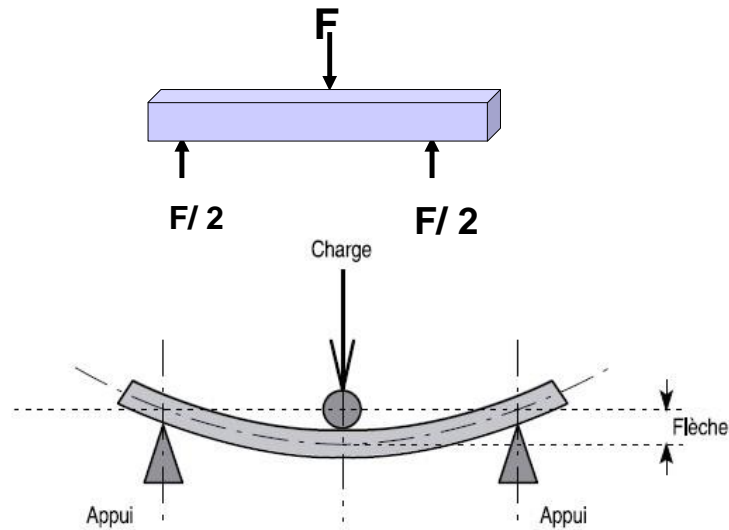


Figure. I.3 : essai de flexion [5].

I .5. Courbe contrainte –déformation

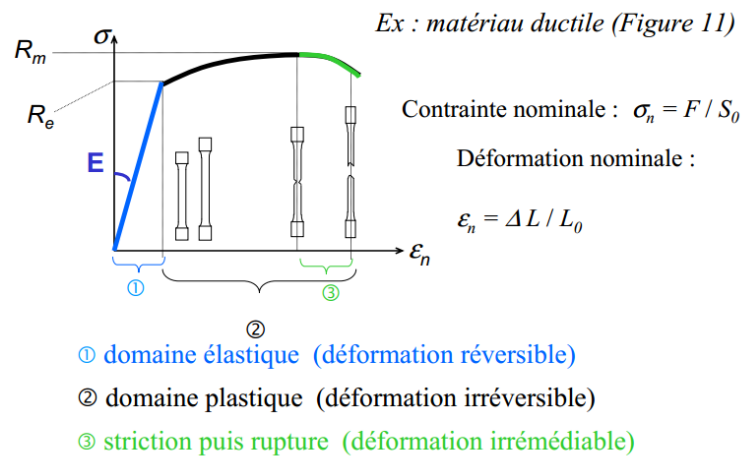
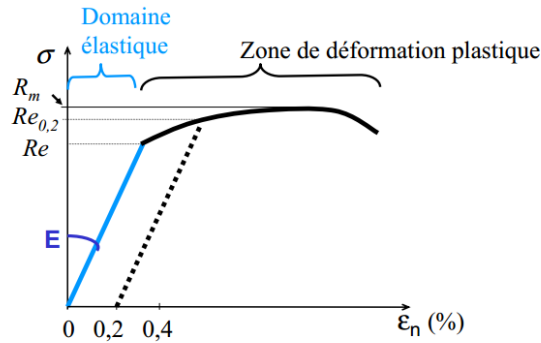


Figure. I.4 : courbe contrainte-déformation (différents domaines) [5].

Domaine élastique → contrainte est proportionnelle à la déformation (loi de Hooke) → constante de proportionnalité E (module d'Young)



courbe contrainte-déformation d'un matériau ductile,
 $E, Re, Re_{0.2}, R_m$

Figure. I.5 : courbe contrainte-déformation (loi de HOOK) [5].

Module d'Young E $\sigma_n = E \epsilon_n$

E caractéristiques intrinsèques du matériau

Limite d'élasticité Re = limite entre zones élastique et plastique

Limite d'élasticité conventionnelle $Re_{0.2}$

(Contrainte correspondant à 0,2 % de déformation)

Résistance à la traction R_m contrainte maximale atteinte durant l'essai de traction [5].

Exploitation de la courbe $\sigma-\epsilon$

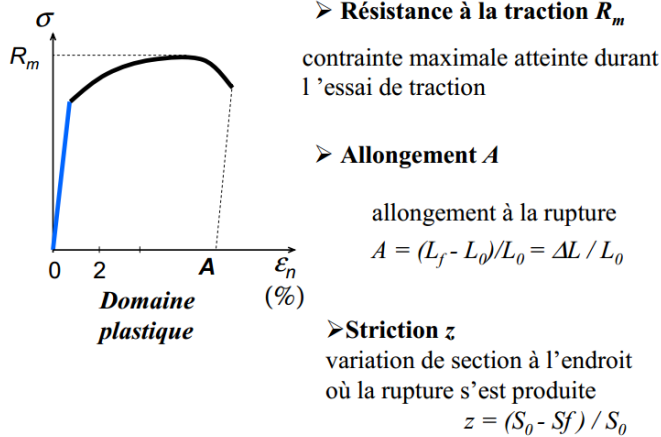


Figure. I.6 : courbe contrainte-deformation (exploitation).

I.6. Changements structuraux pendant la déformation à froid des métaux

Les métaux se déforment par glissement des plans cristallins denses, e.g. plans (111) pour les cfc.

Exemple : déformation d'un cristal de Zinc Mais pour déformer plastiquement un cristal, il faudrait appliquer des contraintes de cisaillement très élevées, beaucoup plus élevées que celles réellement observées.

La déformation plastique est grandement facilitée par la présence de *dislocations* (*faute d'empilement*). La dislocation est un défaut cristallin qui résulte d'une perturbation de la structure autour d'une ligne. Un déplacement progressif des dislocations qui ne nécessite la rupture que de quelques liaisons atomiques (efficace du point de vue énergétique).

La déformation plastique se fait par mouvement des dislocations (vis et coin) : glissement et montée [5].

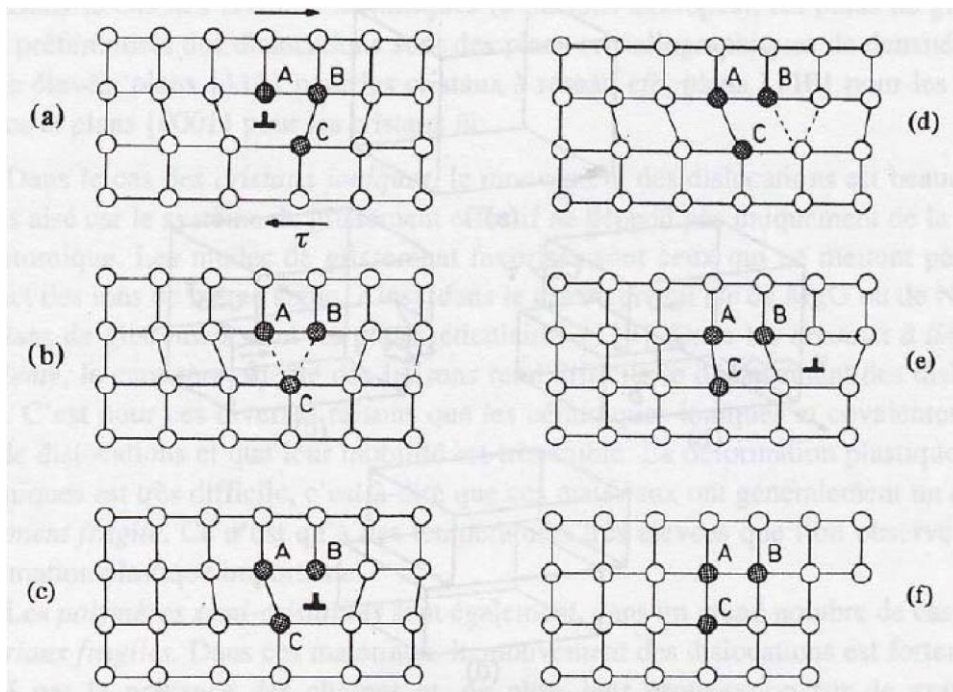


Figure.I.7 : Déplacement d'un tapis par translation d'un pli créé à une extrémité [5].

I.7. Formation de dislocation pendant la déformation plastique

I.7.1. Observation microscopique du glissement et relation avec les dislocations

Prenons un échantillon, préparé de façon à avoir une surface polie. Lorsqu'on le déforme, on voit apparaître sur la surface, à partir d'un certain effort, des lignes parallèles qui sont espacées de quelques dizaines de nanomètres (Figure I.8). Une observation en coupe de la surface montre que ces lignes témoignent en fait de la déformation irréversible du matériau, par glissement le long de plans dans la maille cristalline, à la manière de cartes glissant les unes sur les autres (Figure I.9). Si l'on poursuit la

déformation, d'autres lignes se forment, ce qui traduit le déclenchement de glissements le long d'autres plans cristallographiques (Figure I .8).

Chaque marche observée à la surface est en fait la résultante du mouvement d'un grand nombre de dislocations dans le même plan cristallin. En effet, ce sont les défauts linéaires dans la structure cristalline, les dislocations, qui se déplacent sous l'effet des contraintes appliquées. La déformation plastique peut donc se produire grâce à ces mouvements. Deux types de mouvements de dislocations peuvent être rencontrés, le **glissement** et la **montée**. Cette dernière est principalement active lors de sollicitations à chaud lorsque la diffusion est importante.

Le glissement sous l'effet d'une contrainte de cisaillement τ est schématisé pour le cas d'une dislocation coin à la Figure I.10. Notons que le mouvement d'une dislocation s'effectue dans une direction perpendiculaire à la ligne de dislocation, parallèlement à la force appliquée dans le cas d'une dislocation coin, et perpendiculairement à la force dans le cas d'une dislocation vis.

La traversée du matériau par une dislocation induit donc une translation élémentaire d'amplitude b , le vecteur de Burgers de cette dislocation (Figure I.11) ; et c'est bien le passage de très nombreuses dislocations qui permet la création d'une marche visible à l'échelle macroscopique.

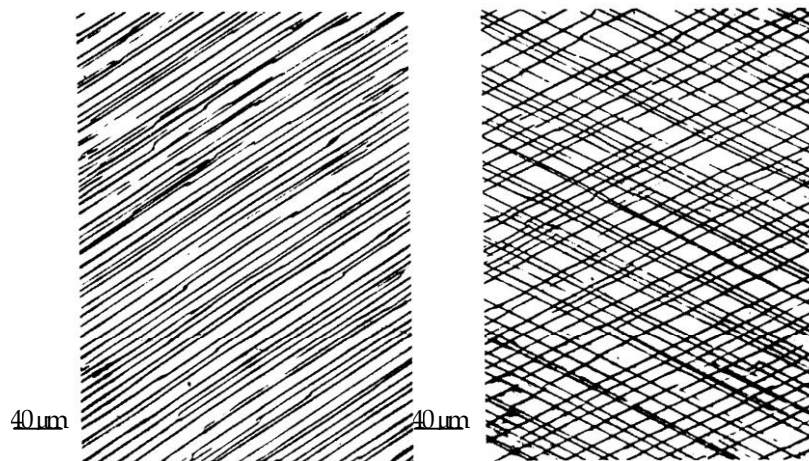


Fig. I .8 : lignes de glissement apparaissant à la surface d'un échantillon d'aluminium quasi [6].

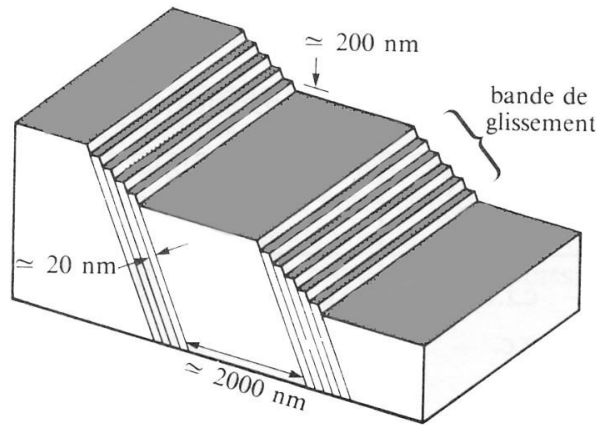


Figure I.9 : Schéma de la formation de bandes de glissement [6].

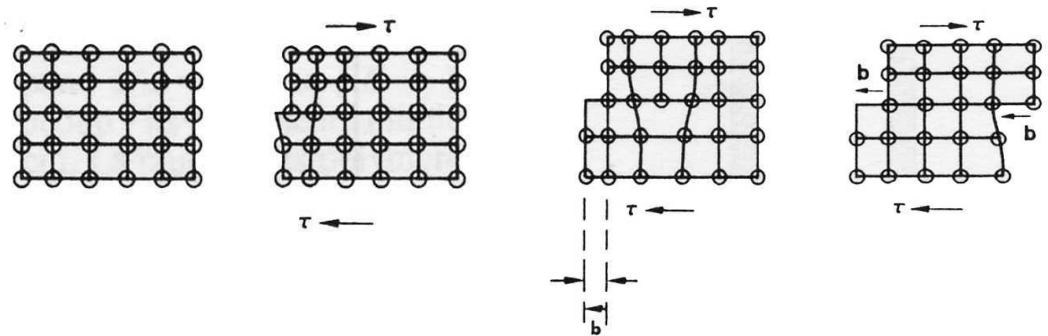


Figure I.10 : Déplacement d'une dislocation coin dans un cristal [6].

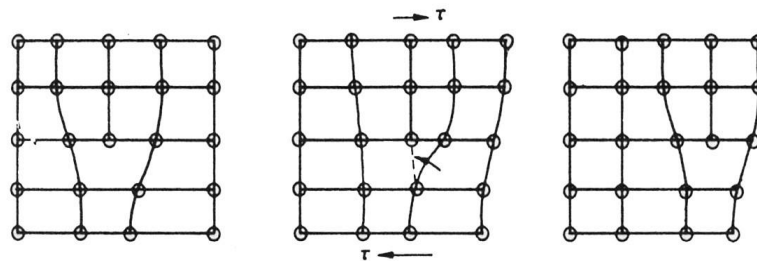


Figure I.11 : Glissement d'une partie d'un cristal dû au passage d'une dislocation coin [6].

Le glissement se produit donc progressivement. On utilise souvent l'image du mouvement d'un serpent, d'une vague ou d'un tapis (Figure I.12). Un tel déplacement n'implique à chaque étape que peu de liaisons interatomiques et nécessite moins d'effort qu'un glissement instantané d'un bloc sur un autre.

Notons que la déformation due à un glissement cristallographique n'induit pas de changement de volume : à l'inverse de la déformation élastique, on pourra donc considérer que, à toute échelle, **la déformation plastique est isochore**.

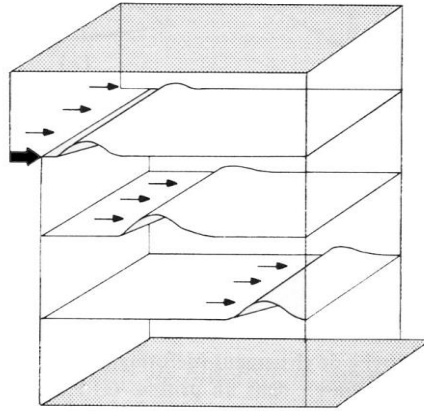


Figure I .12 : Mouvement global d'un tapis par passage d'un pli : schématisation du passage d'une dislocation dans un volume monocristallin [6].

I.7.2.mouvement de dislocation et système de glissement

Le mouvement d'ensemble des dislocations se traduit donc par une déformation plastique que l'on peut constater à une échelle plus macroscopique. La formule d'Orowan permet d'exprimer la cinématique induite, c'est-à-dire la vitesse de déformation résultant du mouvement d'une famille de dislocations :

$$\dot{\epsilon} = \rho_m v b \quad [6].$$

Où ρ_m est la densité d'une famille de dislocations mobiles parallèles de vecteur de Burgers b et se déplaçant à une vitesse moyenne v .

Le déplacement d'une dislocation nécessite l'application d'un certain niveau effort appliqué, plus précisément une force f par unité u de longueur de dislocation.

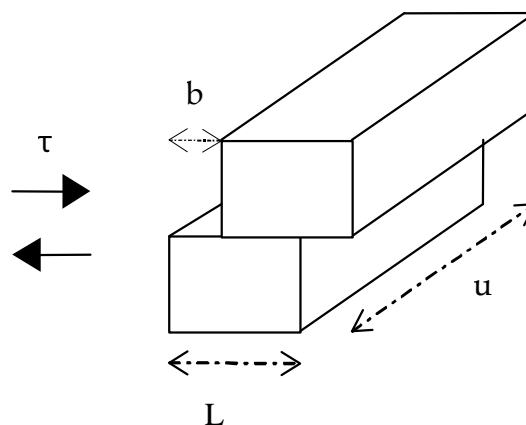


Figure I .13 : Cisaillement d'un cristal, pour une cission appliquée τ suivant un vecteur de Burgers b [6].

Le travail de cette force s'écrit : $W = f L u$, et correspond à celui qui est nécessaire pour déplacer, via l'application d'une contrainte de cisaillement τ un bloc du cristal sur une longueur b le long du plan de surface $L.u$, d'où :

$$F L u = \tau b L u \quad [7]$$

$$\text{soit : } f = \tau b \quad [7]$$

La valeur de la contrainte de cisaillement nécessaire pour déplacer une dislocation et vaincre tous les frottements du réseau est appelée la contrainte de Peierls-Nabarro. Et on imagine bien que l'effort à fournir sera d'autant plus important que les dislocations rencontreront des obstacles lors de leur parcours. Cet effort peut d'ailleurs croître au fur et à mesure du mouvement des dislocations, par exemple à cause de blocages mutuels avec d'autres dislocations et de l'augmentation de la densité de dislocations ; ce durcissement du matériau est appelé **écrouissage**.

On comprend donc l'importance du mode de distribution spatiale des dislocations dans le matériau. On distingue deux classes de matériaux :

- ceux dans lesquels les dislocations sont peu mobiles et réparties de manière relativement homogène,
- et ceux dans lesquels les dislocations se regroupent et s'enchevêtrent pour former des écheveaux délimitant des cellules d'écrouissage, c'est à dire des zones ne gardant que peu de défauts que l'on peut qualifier de sous grains.

Ces différences de positionnement des dislocations dans la structure du matériau jouent un rôle très important dans le durcissement du matériau et dans sa capacité à faire évoluer sa microstructure ultérieure.

Mais toutes les dislocations dans un matériau ne sont pas mobiles. Les analyses cristallographiques d'échantillons déformés montrent d'ailleurs que les glissements se produisent généralement dans des plans bien déterminés de la maille cristalline élémentaire. En fait, les plans de glissement se révèlent presque toujours être les plans de plus forte densité atomique, et les directions de glissement les directions cristallographiques les plus denses [7]. Le Tableau 1 présente ces plans et directions de glissement pour plusieurs classes de métaux.

Tableau I.1 : système de glissement pour quelque métaux [7].

Structure	Plans de glissement	Directions de glissement	Exemples de métaux
Cfc	{111}	<110>	Al, Fe γ , Cu, Ni, Au, Ag
cc	{110}, {112}, {123}	<111>	Fe α , Nb, Mo
hc	{0001}, {10 1 0}	<1120 >	Mg, Ti, Zn, Zr α , Be
<i>Structures : cfc : cubique à faces centrées ; cc : cubique centrée ; hc : hexagonale compacte</i>			

Remarque : Mais il faut noter que les systèmes de glissement actifs peuvent varier, dans un solide donné, selon les conditions extérieures et notamment la température.

Dans les cristaux ioniques, les systèmes de glissement effectifs ne dépendent pas uniquement de la structure cristalline ; le mouvement des dislocations est beaucoup moins aisé et les modes de glissement favorisés sont ceux qui ne mettent pas en contact des ions de même signe. Dans les cristaux à liaison covalente, le caractère orienté des liaisons rend difficile le déplacement des dislocations. C'est pour cette raison que les céramiques ioniques ou covalentes ont des dislocations de mobilité très faible [7].

I.8. Changement des propriétés mécaniques comme fonction de la structure déformée :

Lorsqu'un métal est déformé plastiquement, on observe généralement un durcissement. Plus la déformation plastique est grande, plus le métal s'oppose à cette déformation. Il est alors dit *écroui*. La Figure 1 montre l'évolution de la limite élastique, de la résistance à la rupture et de l'allongement à la rupture lors de l'écrouissage de l'Al pur. Il est clair que les avantages de l'écrouissage sont accompagnés par une fragilisation importante. De plus, le métal écroui présente une microstructure perturbée et inhomogène. Certaines de ses propriétés sont donc susceptibles d'évoluer lors d'une augmentation de la température. Les pièces écrouies contiennent aussi d'importantes contraintes résiduelles. L'usinage de telles pièces modifie l'équilibre des forces internes et conduit à des déformations plus ou moins imprévisibles. La *restauration* permet de limiter ces désavantages. Elle stabilise la microstructure, détend les contraintes internes et redonne une certaine ductilité. Mais, bien sûr, au détriment du durcissement. La *recristallisation* s'applique sur des produits écrouis lors d'un travail à froid (laminage, tréfilage, etc.) et permet de les adoucir pour la continuation du travail. La recristallisation complète s'effectue aussi sur certains matériaux fonctionnels qui ne sont pas destinés à des applications structurales, comme les fils électriques en Cu et les matériaux magnétiques doux, et sert à améliorer leurs propriétés particulières [8].

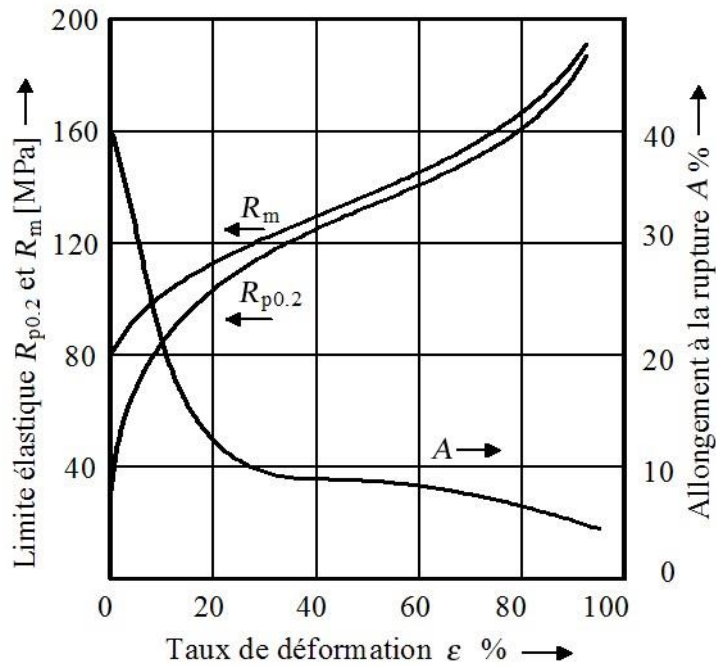


Figure I .14 : Effet de l'écroutissage sur la limite élastique ($R_{p0.2}$), la résistance à la rupture (R_m) et l'allongement à la rupture (A) de l'Al pur [8].

I.9 RCRISTALLISATION

I.9.1. Ecroutissage et défauts cristallins

Les propriétés mécaniques des matériaux métalliques sont étroitement liées à la microstructure. Par conséquent, le contrôle de la microstructure pendant l'utilisation joue un rôle important dans l'optimisation des propriétés mécaniques des matériaux traités. On peut dire que le traitement thermique est des outils les plus importants pour améliorer l'aptitude à la mise en forme et contrôler la microstructure. Le traitement thermique des matériaux déformés regroupe des processus de relaxation de la microstructure, la restauration et plus particulièrement la recristallisation. Autrement dit qu'un métal est écroui, lorsqu'il a subi une déformation plastique à froid, sa microstructure a été modifiée, ses propriétés physiques et mécaniques ont été altérées, une certaine quantité de l'énergie a été emmagasinée, car la plus grande partie du travail absorbé par la déformation du métal se transforme en chaleur; alors la partie restante s'accumule sous forme d'énergie potentielle est conduit à l'augmentation des défauts dans les structures cristallines, on distingue généralement les défauts selon leur géométrie et leur nombre de dimension [9].

- Défauts ponctuels : Lacunes et interstitielles.
- Défauts linéaires : Dislocations.
- Défauts de surface : Défauts d'empilement.
- Défauts à 3 Dimensions : Macles et sous grains.

À l'état écroui, les matériaux se trouvent dans un état thermodynamiquement instable [10], les propriétés physiques et mécaniques ont été altérées et la microstructure est modifiée de la façon suivante :

- Changement de la forme des grains.
- Durcissement par écrouissage.

Augmentation de la densité des dislocations (défauts).

La majeure partie du travail de déformation est perdue sous forme de chaleur, l'énergie emmagasinée par le matériau ne représente qu'une faible proportion ($\sim 2 - 10\%$) [11]. Cette énergie qui est fortement liée à tous les changements des propriétés du métal déformé, est dérivée des défauts ponctuels n'ont pas une contribution significative dans l'énergie de déformation emmagasinée. Dans le cas de la déformation à froid, l'origine de l'énergie emmagasinée est l'accumulation des dislocations. La différence essentielle entre l'état de déformation et l'état de recuit se trouve dans le contenu et l'arrangement de dislocations. De ce fait, la discussion sur l'influence des microstructures de déformation, sur les processus de restauration et de recristallisation, doit être basée sur la densité, la distribution et l'arrangement des dislocations. L'augmentation de la densité de dislocations est due au piégeage continu des nouvelles dislocations mobiles, par les dislocations immobiles, et leur incorporation dans différentes caractéristiques microstructurales de l'état déformé, comme l'augmentation de l'aire des joints des grains, ou encore l'apparition d'une structure interne de différentes formes à l'intérieur des grains, ce qui implique la création de quelques joints de grains par l'intermédiaire de nouvelles dislocations. Une autre source de création de dislocations, et donc d'augmentation de l'énergie emmagasinée, est la présence de particules d'une seconde phase.

Mais pour restaurer les propriétés et la structure que le métal possédait avant la déformation, un apport d'énergie est nécessaire, c'est-à-dire il faut le réchauffer, sauf, bien sûr si la déformation a été appliquée à température assez élevée, par exemple le cas du fluage. Le réchauffage d'un tel métal provoque différents processus tels que la restauration et la recristallisation, qui ont pour but de détruire totalement l'écrouissage et de recréer une structure adaptée à un usage industriel quelconque. Pour une structure écrouie est caractérisée par une forte déformation orientée des grains et même disparition des joints de grains, d'après la figure (I .15) les grains (b) ont un volume équivalent à celui des grains (a). Les espaces clairs schématisent la fragmentation du réseau initial et les formes en trapèze symbolisent les déformations élastiques accompagnées de tensions. D'autre part au point de vue macroscopique, l'écrouissage d'un métal conduit à une augmentation de la dureté (HV), de la résistance à la rupture (R) et de la limite élastique (R_0), mais en contrepartie conduit à la diminution de l'allongement à la rupture (A). L'écrouissage peut constituer un moyen et parfois le seul, d'élever la limite élastique et la dureté d'un métal, mais quand il dépasse un certain taux d'écrouissage, il peut présenter des inconvénients et peut être dangereux lorsqu'il devient une cause de fragilité. Le recuit

provoque un retour plus ou moins important aux propriétés mécaniques et structurales et comprend deux grandes étapes : la restauration et la recristallisation.

$$R_0 = 0,02$$

(%) et de l'aptitude à la déformation [28].

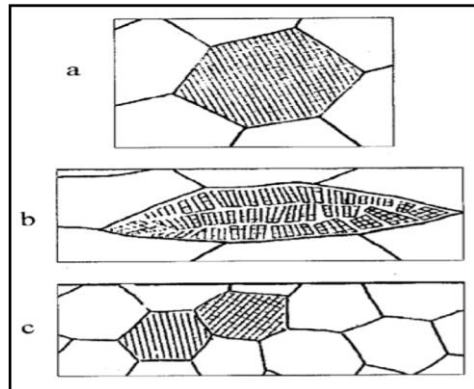


Figure I.15 : Déformation orientée du grain (a), Grain avant écrouissage (b) Grain après écrouissage et (c) Grain recristallisé [9].

I.9.2. L'énergie libre

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

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

Les trois premiers processus correspondent à la restauration et les deux derniers à la recristallisation. Si le troisième processus contribue à la formation de joints à grands angles, il peut être considéré comme le premier stade de la recristallisation, c'est – à – dire, la germination. Le réarrangement des dislocations conduisant à la formation des joints à faibles angles (formation de sous-grains) est appelé parfois (polygonisation). Si la déformation s'opère à haute température, on parle de restauration et/ou à la recristallisation dynamique [12].

I.9.3. Concentration des contraintes et écrouissage local

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

I.9.4. Multiplication des dislocations

Pour la déformation plastique d'une pièce métallique se fait par le mouvement des dislocations. Ces dislocations se multiplient selon le mécanisme de Franck et Reed. Elles sont épinglées (par des défauts ponctuels, des précipités ou d'autres dislocations normales au plan de mouvement) ; les parties épinglées restent fixes, les parties mobiles s'étendent autour de l'épinglage. Lorsque les parties mobiles se rejoignent, cela forme une boucle de dislocation qui bouge (s'étend) librement tandis que la partie épinglée recommence le cycle [13].

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

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

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

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

I.9.5. Recristallisation

La recristallisation se caractérise par le développement de nouveaux grains aux dépens des grains écrouis. Elle a pour but de remplacer la structure écrouie par une nouvelle structure à grains reformés d'orientation tout à fait différentes c'est –à-dire que certaines orientations sont renforcées [14]. La recristallisation d'un métal comprend généralement deux stades : la germination et la croissance de ces germes l'énergie motrice de cette transformation structurale est l'énergie d'écroutissage. La recristallisation peut se subdiviser en :

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

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

$$V = N \cdot G$$

Où N est le nombre de nouveaux germes par unité de temps et G leur vitesse de croissance volumique. Comme ces deux quantités dépendent du temps, la cinétique de recristallisation n'est pas une fonction simple du temps. Expérimentalement, le problème consiste à mesurer séparément N et G [15].

I.9.6. Restauration

La restauration se produit dans le matériau écroui, et rassemble tous les phénomènes qui ne mettent pas en jeu le mouvement de joint de grains de forte désorientation. La restauration permet de récupérer totalement ou partiellement les propriétés mécaniques initiales du métal, elle est discutée essentiellement en termes de changement de structures de dislocations [15].

Le recuit d'un métal écroui donne lieu à un premier stade appelé : Restauration des propriétés mécaniques et physiques, diminution de la dureté, modification de la résistivité électrique par exemple. A ce stade il n'y a ni apparition de nouveaux grains, ni migration des joints de grains existants. Le réseau cristallin conserve son orientation comme il indique la figure I.16.

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

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

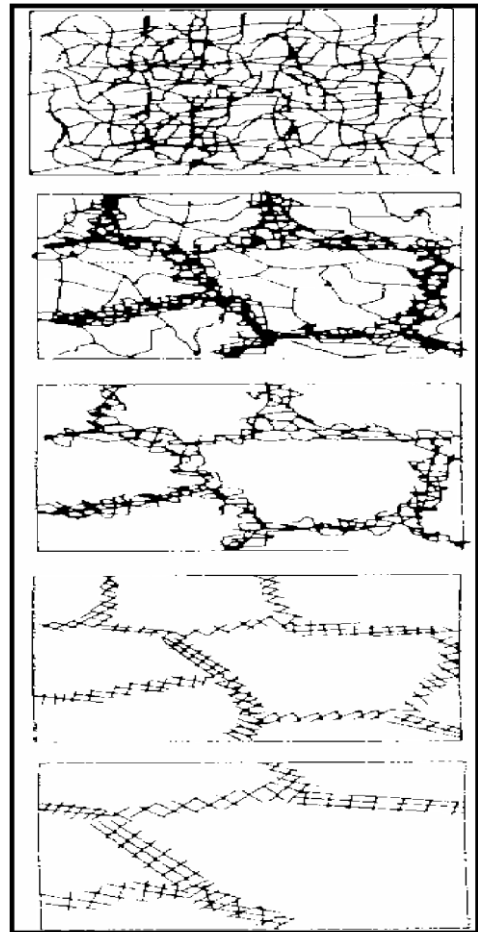
d) Formation de sous grains

a) Annihilation des dislocations à l'intérieur des cellules

e) Croissance des sous grains

a) Dislocations enchevêtrées

b) Formation de cellules



[33]

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

Cependant au stade de la restauration, la densité globale des dislocations varie peu. Celles qui restent se réarrangent en réseau plus stable. Elles se regroupent en parois ou sous-joints de grains par le mécanisme de (montée) [16].

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

I.9.7. Polygonisation

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

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

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

Ces nouveaux réseaux de dislocation forment des parois de cellules polygonales ; de là vient le nom de ce processus : polygonisation figure 15 illustre schématiquement la polygonisation d'un cristal déformé par flexion. A la cour de la restauration, les dislocations s'alignent pour former des joints de flexion ce qui fait que les zones du cristal bordées par ces joints sont libres de dislocation [17].

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

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

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

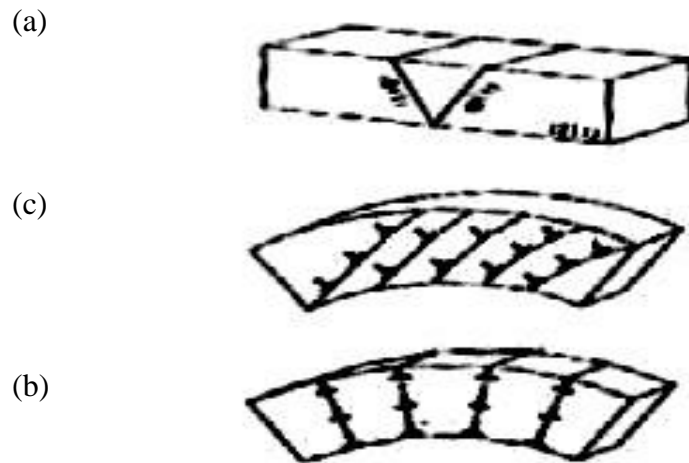


Figure I .17 : Evaluation de la microstructure au cours de la restauration [17].

Polygonisation après Flexion d'un monocristal. (a) Orientation de l'éprouvette, (b) glissement au cours de la flexion, (c) polygonisation [18].

I.9.8. Recristallisation primaire

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

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

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

I.9.9. Lois de la recristallisation primaire

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

- la recristallisation ne se produit qu'après une certaine déformation minimale, dite écrouissage critique.
- plus la déformation est faible, plus la température de recristallisation est élevée :
- La température de recristallisation est la température minimale à laquelle le métal doit être recuit pour que la recristallisation se produise en un temps donné.
- La température de recristallisation est d'autant plus basse que le temps de recuit est plus long (pour une même déformation)
- plus la dimension des grains initiaux est grande, plus la déformation requise pour produire la recristallisation, dans des conditions de température et de temps données, est élevée.
- les nouveaux grains croissent pas aux dépens de grains déformés d'orientation voisine.
- A une température donnée (au cours d'un recuit isotherme), la vitesse de recristallisation (volume recristallisé par unité de temps) part d'une valeur nulle, croît et passe par une valeur maximale ; d'où la forme caractéristique des courbes de cinétique de recristallisation primaire qui commence par une « période d'incubation » avant que la recristallisation ne soit détectée, ce stade est suivi par une vitesse croissante de la recristallisation représentée schématiquement dans la Figure (I .18) [19].
- La température de recristallisation est d'autant plus basse que la pureté du métal est plus élevée.

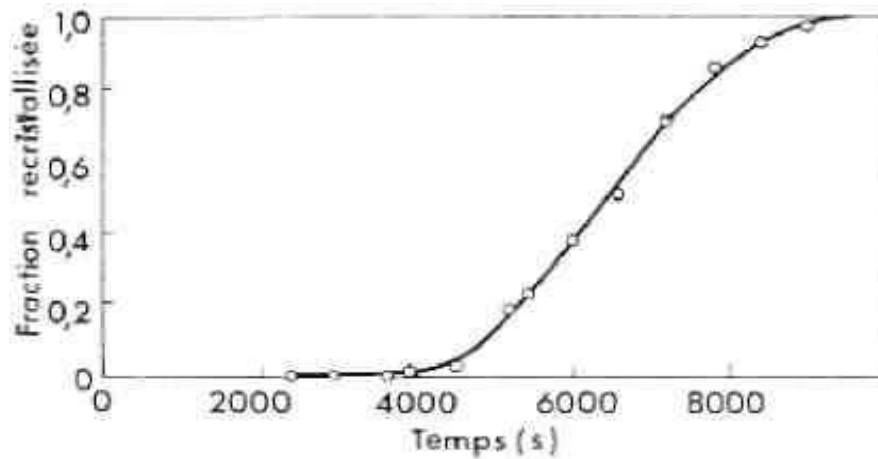


Fig. I. 18: Cinétiques de recristallisation de L'aluminium à 350°C après Une Déformation de traction de 0.05 [19]

Il admet depuis longtemps que la recristallisation primaire se produit par l'apparition (germination) et la croissance de petits domaines presque parfaits et délimités par des joints à forte désorientation. Au cours de leur migration, les joints à forte désorientation vont balayer les défauts de structure de la matrice écrouie, défauts qui pour la plus grosse part sont les dislocations. La disparition de ces dislocations constitue le moteur de la recristallisation primaire [16].

I.9.10. Recristallisation secondaire

A la fin de la recristallisation primaire le métal est constitué de grains de taille et forme très divers, toute la matrice écrouie a été remplacée par de nouveaux grains. L'élimination de la dislocation d'écroutissage a conduit à une diminution sensible de l'énergie libre du métal. Si toutefois, il cubiste une forte énergie libre due à l'énergie de surface des joints de grains, le matériau continuera à évoluer de façon à réduire de ces interfaces. La croissance de certains grains au dépend des autres dont le rapport énergie de volume sur énergie de surface est plus défavorable, caractérise le phénomène de recristallisation secondaire. Cette croissance généralement très forte, d'une partie seulement des grains est dite (anormale), (exagérée) ou (discontinue) [20]. Elle diffère de la croissance normale ou continue, ayant lieu pendant la recristallisation primaire, par une distribution plus irrégulière de la taille des grains. Au cours de la recristallisation secondaire, la structure est momentanément constituée de deux familles de grains de grosseurs différentes, jusqu'à ce que les nouveaux cristaux aient envahi toute la masse, alors les joints de grains en croissance migrent dans la direction de leur centre de courbure (figure I.19).

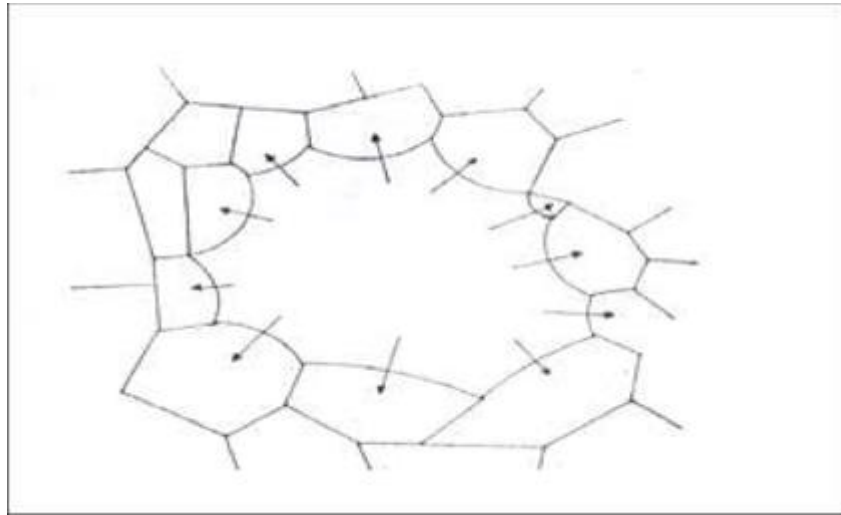


Figure. I .19 : croissance des grains [21].

Ceux-ci atteignent alors une taille moyenne d'équilibre, qui est fonction de plusieurs paramètres, tels que les inclusions finement disséminées, conduisent à la modification de la cinétique de grossissement du grain [21]. Si leur répartition n'est pas uniforme, la taille finale du grain peut-être hétérogène. La température du recuit est le facteur le plus important pour un métal, dans des conditions d'écroissage déterminés, les grains grossit d'autant plus vite que la température est élevée. Le taux d'écroissage intervient indirectement, en affinant d'abord le grain de recristallisation de manière qu'après grossissement dans des conditions déterminées (température et temps de recuit déterminé), le grain est encore d'autant plus fin que l'écroissage est plus fort. La majeure partie du grossissement du grain s'effectue assez rapidement (durant les premières minutes), et le phénomène n'évolue ensuite que très lentement. Les longues durées de maintien donnent néanmoins des grains sensiblement plus gros. Le choix de la température de recristallisation est du taux d'écroissage et de la durée de recuit.

Pour que les grains restent fins il faut choisir des températures de recuit non élevées et des durées de maintien courtes, car les températures élevées conduisent parfois au lieu d'une croissance normale des grains à une croissance anormale. Le nombre de sites favorables à la germination est influencé principalement par le taux d'écroissage. Cependant pour des taux d'écroissage faibles il a été observé une germination avec distorsion des joints de grains et pour des taux d'écroissage élevés, les limites à grands angles produites par les bandes de cisaillement dans les grains initiaux, agissent comme lieu de germination [22].

I.9.11. Facteurs influant sur la cinétique de recristallisation

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

I.9.11.1. Le taux de déformation

La vitesse de recristallisation dépend le taux de déformation, parce que la déformation change la quantité d'énergie emmagasinée et le nombre des germes effectif. Ont montré que les sites de germination pouvaient être fonction du taux de déformation. Au-dessous d'une déformation minimale, la recristallisation n'aura pas lieu. Au-dessus de cette valeur, la vitesse de recristallisation augmente jusqu'à une valeur maximale. L'effet du taux de déformation par traction sur la cinétique de recristallisation d'aluminium est représenté par la figure I .20 [23].

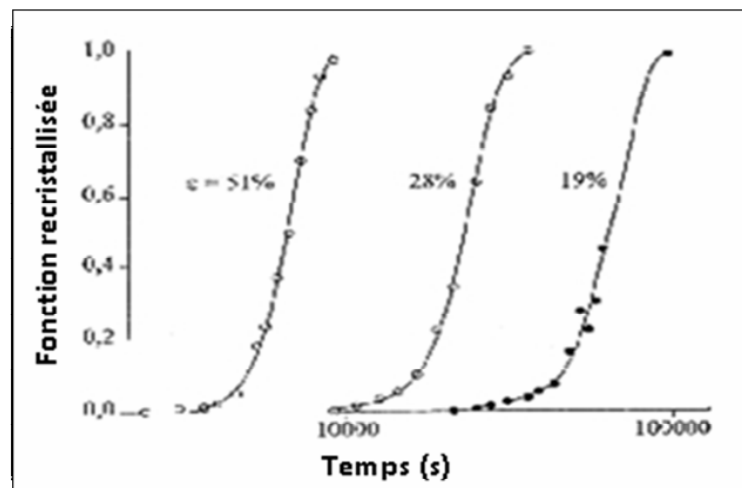


Fig. I .20 : Effet de la déformation de traction sur la cinétique de recristallisation de L'aluminium Recuit à 300 ° [23].

I.9.11.2. Impuretés

L'effet habituel des solutés est de retarder la recristallisation [24]. L'effet quantitatif d'un soluté sur la recristallisation dépend de la nature du couple solvant soluté. Les impuretés augmentent la valeur de la température de recristallisation [25]. Le fer dans l'aluminium constitue un bon exemple de soluté très actif sur la recristallisation, de faibles additions de fer en solution solide dans l'aluminium de haute pureté peuvent augmenter la température de recristallisation de plus de 100 C. La majorité des travaux expérimentaux suggère que l'influence principale des solutés s'exerce sur la mobilité des joints de grains et donc sur la vitesse de croissance des grains en cours de recristallisation [25].

I.9.11.3. Orientation des grains par rapport à la matrice

Dans le cas des matériaux C.F.C il a été observé une croissance préférentielle de germes ressentant une désorientation de 38° autour d'un axe 111 et 28° autour de $\langle 001 \rangle$ [26].

I.9.11.4. Paramètres du recuit

I.9.11.4.a-la température du recuit

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

I.9.11.4.b- vitesse de chauffage

La vitesse de chauffage pour amener l'échantillon à la température de recuit peut également être importante parce qu'une vitesse de chauffage élevée peut réduire le taux de restauration. De nombreux travaux ont été publiés sur l'effet de la vitesse de chauffage sur recristallisation des alliages. Ils ont montré qu'une vitesse de chauffage élevée accélère la recristallisation et donc aboutit à une taille de grains plus petite dans les alliages aluminium lithium. Ces effets ont été attribués au rôle des solutés et des particules de phase secondaire dans le retard à la restauration, comme il indique la figure I .21 [27].

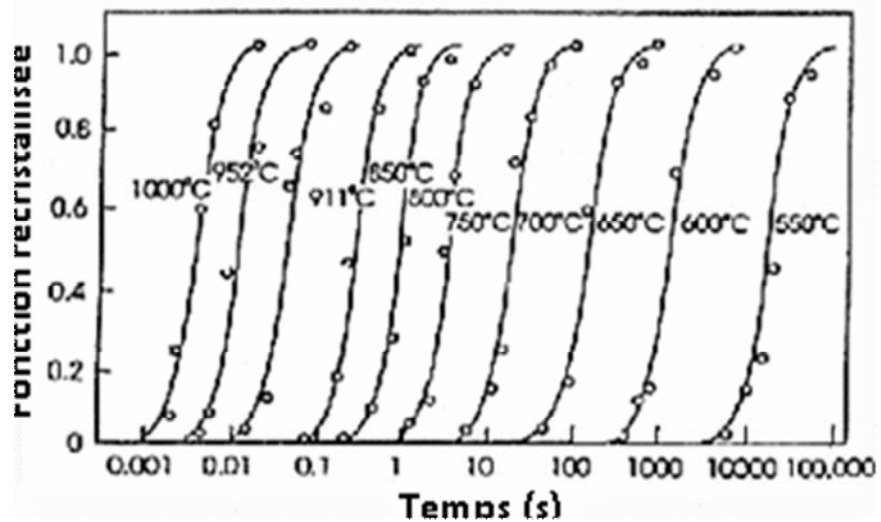


Fig. I .21:Effet de laTempérature sur la cinétique de recuit de Fe-3,5% Si déformé à 60% [23].

CHAPITRE II

LE TREFILAGE A FROID DES METAUX

II.LE TREFILAGE A FROID DES METAUX

II.1. Introduction

Le tréfilage est une technique de mise en forme à froid des métaux qui permet de réduire la section d'un fil, par déformation plastique, en le tirant à travers l'orifice calibré d'une filière sous l'effet combiné d'application d'un effort de traction et d'un effort radial de compression et en présence d'un lubrifiant. Cette déformation s'obtient par glissement suivant certains plans et directions de glissement grâce au déplacement de dislocations. Après déformation, une partie de ces dislocations reste piégée à l'intérieur des grains .dans ce cas, la structure est dite écrouie et les propriétés du métal sont modifiées. Le tréfilage a pour effet de (durcir) le métal et de diminuer ses possibilités de déformation ultérieure. Voilà pourquoi on est amené à recuire le métal soit pour poursuivre le tréfilage à froid, soit pour redonner aux produits finis des propriétés de plasticité suffisante [28].

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

Les matériaux le plus utilisés dans le cadre d'applications industrielles sont l'acier, le cuivre, l'aluminium et le tungstène. Les applications des produits mise en œuvre par cette technique, qui peuvent être utilisés en soudage, câbles, agrafes, vis et boulons, ressorts, aiguilles, anneaux, boucles et crochets, armatures de pneumatiques [29].

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

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

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

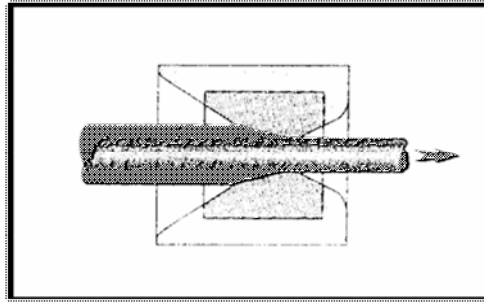
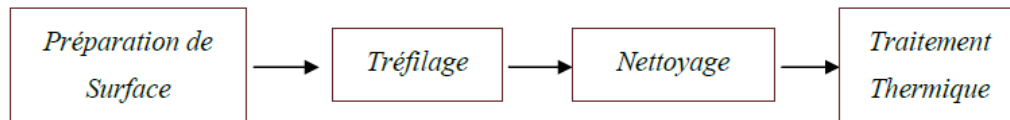


Figure.II.1 : Principe de Tréfilage [29].

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



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

-L'allongement du fil λ :

La conservation du volume, entre l'entrée et la sortie de filière, au cours de la déformation plastique permet d'écrire que $S_e l_e = S_s l_s$. Nous avons alors : les $(l_s / l_e) = (R_e / R_s)^2$ avec l_e, l_s longueurs initiales et finales de fil

-la réduction du fil : $r = 1 - (R_e / R_s)^2$

-la déformation $\epsilon = \ln \lambda = 2 \ln (R_e / R_s)$.

R_e : Rayon d'entrée

R_s : Rayon de sortie

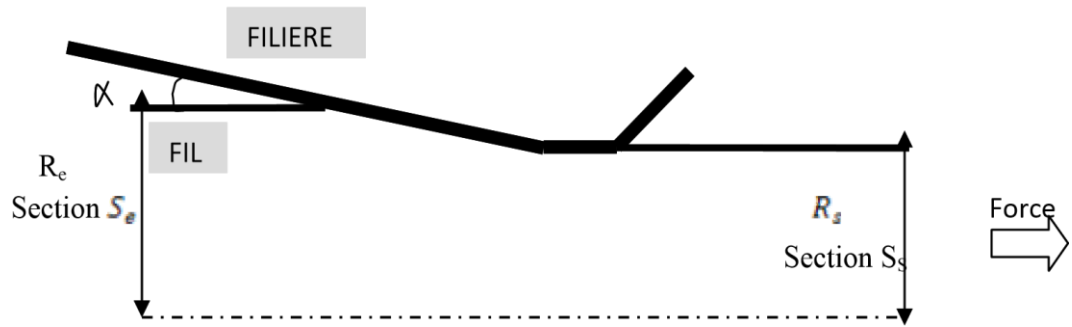


Figure 2. Schéma d'une passe de tréfilage et notations utilisées [3]

Figure .II.2 : schéma d'une passe de tréfilage et notation utilisées [29].

II.2. Outils et équipements industriels du tréfilage

Comme nous l'avons évoqué, le principe de tréfilage est basé sur la plasticité du métal pour réduire le diamètre du fil, la machine de tréfilage est appelée tréfileuse, l'ensemble du matériel principal de tréfilage comporte trois éléments [29].

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

II.2.1. Machine simple

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

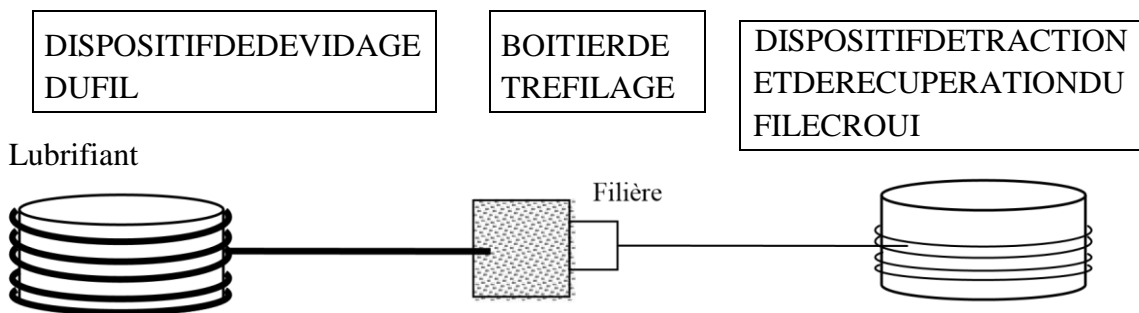


Figure.II.3 : Schéma de principe d'une machine à tréfiler simple (mono passe) [30].

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

II.2.2. Le lubrifiant

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

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

Un bon lubrifiant de tréfilage doit donc posséder comme propriétés :

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

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

II.2.3 La filière

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

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

Le plus souvent le tréfilage des gros fils se fait avec des filières en carbure de tungstène allié ou cobalt .Pour les fils plus fins, ce sont des filières diamant (de géométrie différente) qui sont plutôt utilisées sauf dans le cas du cuivre qui se tréfile avec ce type de filière même pour les diamètres importants. La durée de vie de ces filières est plus importante que celle des filières en carbure, mais leur cout est nettement plus élevé. Le matériau de filière se dégrade au cours l'opération du tréfilage et l'endommagement peut provenir d'une usure par fatigue ou d'une usure abrasive liée à une mauvaise lubrification .la durée de vie d'une filière est conditionnée par de nombreux facteurs : la nuance du métal, la préparation de surface du fil, état de surface du fil machine (rugosité), nature et forme de la filière, le refroidissement, le lubrifiant et la vitesse de tréfilage [30].

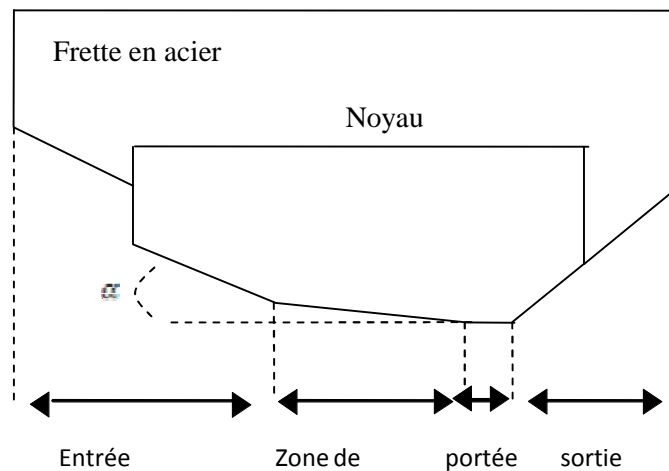


Figure.II.4 : Schéma d'une filière de tréfilage [30].

II.2.4. Machines multiples

Elles permettent des réductions de section importantes sont obtenues par des réductions successives grâce à un enchainement de filières. Dans ce cas, le fil passe d'une bobine à une autre en traversant une filière, et il subit à chaque fois une réduction de section et un accroissement de vitesse. Il existe trois types de machines [29].

- **-les machines continues ou à passage direct :** ce sont les équipements les plus modernes et les plus réponsus. Ces bancs travaillent en général à des vitesses élevées et sans glissement du fil sur les bobines grâce à un équilibrage rigoureux des vitesses en effet, chaque bobine voit sa vitesse contrôlée par un moteur séparé dans le but d'assurer un débit massique de fil identique dans toutes les filières.
- **-les machines à accumulation :** il n'y a pas d'équilibrage automatique des vitesses. Les passes sont calculées pour que chaque filière débite plus de fil que ce qui est nécessaire à la suivante d'où une accumulation du fil sur la bobine. Cette dernière favorise le refroidissement du fil, problématique du point de vue métallurgique pour les aciers au carbone, et permet de pas interrompre la production de bobines aval en cas de problème sur les bobines amont

-les machines à glissement : dans ces machines dédiées au tréfilage humide, il n'y a ni équilibrage des vitesses, ni accumulation de fil. Le glissement du fil sur les bobines compense les différences de vitesses. Ces équipements permettent de tréfiler du fil (en ébauche) c'est-à-dire qu'ils permettent de réduire le diamètre du fil machine de 5,5mm à 1 ou 2mm en plusieurs passes. Le fil peut ensuite être tréfilé en (reprise) à sec des bancs de même type ou bien en milieu humide sur des bancs fonctionnant en immergé pour l'obtention de fil très propres [29].

II.3. Etapes de restauration et de recristallisation au tréfilage

II.3.1. Restauration

La restauration se fait en plusieurs étapes. Dans un premier temps, on assiste à une réorganisation de la sous-structure de dislocations. En favorisant la montée des dislocations par élévation de la température, on diminue la densité totale de dislocations par annihilation. Les dislocations et les parois se structurent pour former des sous-joints, c'est l'étape de polygonisation [31]. Puis, les sous-grains évoluent par mouvements des sous joints pour atteindre une structure minimisant l'énergie stockée. Chaque grain présente donc une sous-structure constituée de cellules ou de sous-grains désorientés de quelques degrés par rapport à l'orientation initiale du grain. Cette restauration peut être influencée par le taux de déformation, la température de recuit et les caractéristiques du matériau (énergie de faute d'empilement, éléments en solution solide et précipités). La restauration est d'autant plus rapide et se fait à température d'autant plus basse que l'énergie stockée est plus élevée. Cette énergie augmente avec la déformation et dépend de l'orientation du grain considéré. La texture développée pendant la déformation ne change pas de manière appréciable pendant la restauration.

II.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 [31].

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 :

$$V=N.G$$

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.

II.3.2.1. Germination

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

De multiples observations expérimentales ont montré que la germination ne prend place que dans des sites préférentiels prédéterminés par la déformation. Le plus souvent, elle est observée dans les zones d'hétérogénéité et de localisation de la déformation plastique décrites au paragraphe 1.4.3 (les bandes de transition et bandes de cisaillement qui sont associées à de fortes désorientations et/ou à de fortes densités de dislocations) ainsi qu'au voisinage d'une particule de seconde phase. La recristallisation à partir de ces sites de germination a été observée dans divers métaux c.f.c. tels que le cuivre [32] et l'aluminium [4].

Les zones proches des joints de grains sont également des sites privilégiés de germination. La germination peut dans ce cas être définie par le mécanisme de SIBM : (Strain Induced Boundary Migration) schématisé sur la Figure II .5, souvent observé pour les faibles taux de déformation dans divers métaux tels que l'aluminium [34]. La force motrice pour ce mécanisme est la différence d'énergie stockée de part et d'autre d'un joint de grains, qui conduit à la courbure d'une partie du joint préexistant dans la matrice déformée, laissant derrière lui une région libre de dislocations. Ceci entraîne une condition sur la taille (L) du segment migrant. Bailey et Hirsch ont établi cette condition (Figure II .5 a) qui est donnée par la relation suivante :

$$L > 2\gamma/\Delta E$$

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

Cette équation montre qu'il faut que la différence d'énergie stockée, c'est-à-dire la différence de densité de dislocations, soit suffisante pour que la migration du joint se produise [35].

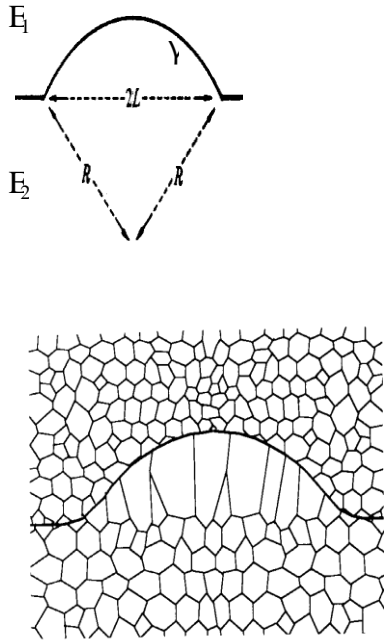


Figure II .5 : a) Modèle de migration induite par la déformation ($E_1 > E_2$), b) Schéma de la SIBM impliquant le développement coopératif de plusieurs sous-grains [36].

De récents travaux ont permis d'identifier les mécanismes majoritaires de recristallisation en fonction du taux de déformation ; en particulier, Gerber et al [Gerber et al, 2002] au travers d'une analyse couplant la diffraction des rayons X - pour l'étude des textures globales et la détermination des valeurs de l'énergie stockée -, le MEB/EBSD et une modélisation de type Monte-Carlo, ont mis en avant l'influence des hétérogénéités de déformation sur les mécanismes de recristallisation. Cette étude, appliquée à du cuivre OFE laminé à froid industriellement entre $\Delta=70$ à 98%, a conduit ces auteurs à faire la distinction entre deux classes de mécanismes de germination :

Une germination de *type intergranulaire*, qui prend place dans les zones de fortes désorientations de la microstructure, provoque en premier lieu le développement de l'orientation Cube qui est rapidement suivi par une germination et croissance d'autres orientations tendant à disperser la texture de recristallisation. Le maillage de recristallisation se déroulant en parallèle de la recristallisation, dès l'étape de germination, le caractère dispersé de la texture se renforce au travers de la formation de macles jusqu'à la troisième génération. Une germination conduisant au développement rapide de l'orientation Cube à partir de bandes de transition de type Cube/Goss $\{110\} \langle 100 \rangle$.

Ces deux mécanismes déterminés expérimentalement prennent place quel que soit le taux de déformation imposé. Cependant, Gerber et al. Ont observé que le premier mécanisme décrit prend place au sein de la microstructure de façon majoritaire dans le cas d'un taux de réduction par laminage inférieur à 90%, le développement de l'orientation Cube à partir des bandes de transition n'étant alors pas effectif.

II.3.2.2. Croissance

Lorsqu'un germe atteint la taille critique et qu'il est suffisamment désorienté par rapport à son environnement, il peut croître dans la matrice sous l'action de l'énergie de déformation stockée.

La vitesse de migration du joint qui sépare le germe potentiel en cours de croissance de la matrice écrouie dépend fortement :

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

Dans l'aluminium par exemple, on observe une croissance préférentielle de germes présentant une désorientation de 38° autour d'un axe $\langle 111 \rangle$ commun au germe et à la matrice.

Aust et Rutter ont montré que l'on pouvait distinguer deux types de joints qui réagissent différemment en présence d'impuretés : les joints d'orientation quelconques et les joints "spéciaux". Ces derniers correspondraient à des désorientations remarquables dans le modèle du réseau de coïncidence ou à des orientations voisines de celles-ci (dans le cas des matériaux c.f.c., elles correspondent à une rotation voisine de 38° autour d'un axe $\langle 111 \rangle$ et 28° autour d'un axe $\langle 001 \rangle$).

La Figure 1.12 montre l'effet combiné des impuretés (ici Sn) et de la désorientation sur la croissance de cristaux de plomb. Les impuretés agissent à de très faibles concentrations (dizaines de ppm), et cette action est beaucoup plus forte sur les joints de désorientation quelconque que sur les joints "spéciaux". Ces derniers, par suite de leur structure moins désordonnée, seraient moins sensibles aux impuretés, qui y ségrégeraient [36].

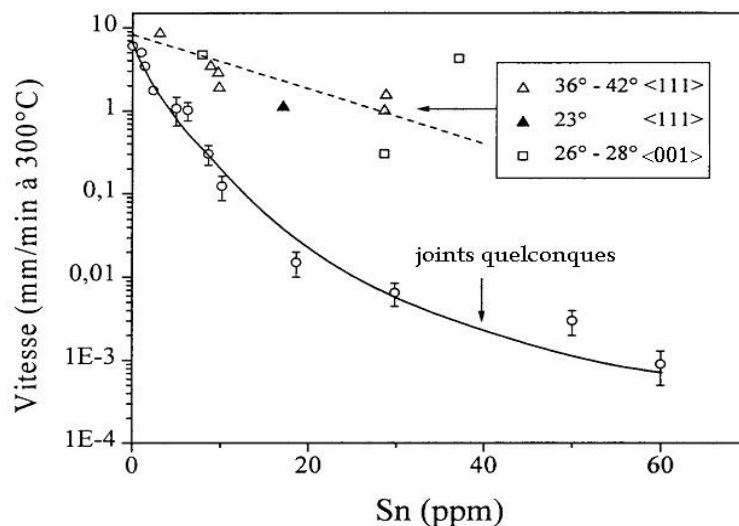


Figure. II .6: Vitesse de migration des joints dans le plomb à 300°C en fonction de la teneur en étain (Sn) [36].

II.3.2.3. Migration des joints de grains

Le déplacement du joint de grains dans le réseau est un problème très complexe du fait des interactions du joint avec, d'une part les défauts cristallins, et d'autre part les impuretés et les précipités. La vitesse de migration des joints de grains est donnée par l'équation :

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

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

La Figure 1.13 montre les résultats expérimentaux de Fridman et al. [37] sur la migration d'un joint de grains dans des échantillons d'aluminium de différentes puretés. Ces auteurs mettent en évidence, à partir de la relation entre l'énergie d'activation de la recristallisation Q et la désorientation θ autour d'un axe $\langle 100 \rangle$, des minima pour des joints de coïncidence (23° , 28° , et 37°) dans l'aluminium de pureté 99,9992% alors que pour l'aluminium de pureté supérieure (99,99995%), il n'existe plus de dépendance entre Q et l'orientation pour des désorientations supérieures à 20° . On peut remarquer que l'énergie d'activation pour les joints de coïncidence est proche de celle pour l'aluminium très pur, ce qui confirme les observations de la Fig. II .6 (peu de ségrégation dans les joints "spéciaux").

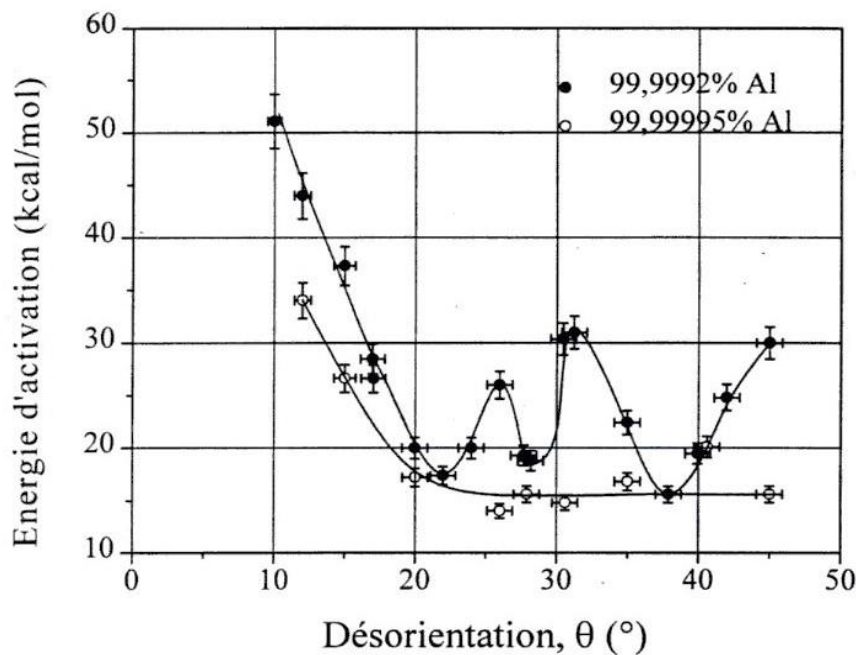


Figure. II .7: Relation entre l'énergie d'activation de la recristallisation et l'orientation pour la migration de joints de flexion dans des échantillons d'aluminium de puretés différentes [37].

II.3. 3. Texture de recristallisation des matériaux tréfilés

Les composantes de la texture de recristallisation dans les fils de structure c.f.c. (Cu, Ag, Al, etc.) sont identiques à celles de la texture de déformation (fibres $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$). Les grains d'orientations $\langle 111 \rangle$ s'observent après recuit à température élevée et selon

ces auteurs se développent par croissance orientée à partir des régions fortement déformées du matériau. Les grains d'orientations $\langle 001 \rangle$ s'observent essentiellement après recuit à basse température. Les grains $\langle 001 \rangle$ restaurent plus vite que les autres à basse température et se développent au détriment de leurs voisins. Inoue et al. [8] ont montré par exemple dans des fils tréfilés d'aluminium (71,8% de réduction d'aire), qu'après recuit les grains d'orientations $\langle 001 \rangle$ possèdent un avantage de taille par rapport aux autres grains d'orientations différentes (soit par coalescence des cellules ou/et soit par croissance des sous-grains). Il a proposé un mécanisme de germination SIBM susceptible de se produire dans le cas où un grain $\langle 001 \rangle$ avoisine un grain $\langle 111 \rangle$ (Fig II.7). Cependant, l'origine exacte du développement des textures de recristallisation est objet de controverse entre deux théories depuis plusieurs années. La première théorie avance un mécanisme de germination orientée [38] et la deuxième repose sur un mécanisme de croissance orientée.

D'après de récentes études, les deux mécanismes doivent coexister, mais dans certains cas l'un peut prédominer : la germination orientée explique simplement l'existence de textures de recristallisation identiques à la texture de déformation [39].

Par ailleurs, dans les métaux de structure cfc. dont l'énergie de défaut d'empilement n'est pas très élevée (cuivre et ses alliages, acier inoxydable, austénite), il se forme au cours de la recristallisation et surtout de la croissance des composantes mineures correspondant aux orientations de macles de recuit. Celles-ci sont limitées par des joints cohérents qui coïncident avec le plan de macle (Figure II.8). Cependant, les décrochements sur ces faces ainsi que les extrémités des macles sont des interfaces incohérentes. Leur origine s'explique par la faible mobilité relative des joints de macle. Le processus de maillage crée de nouvelles orientations qui n'étaient pas présentes dans la matrice. En conséquence, la texture de recristallisation devient de plus en plus aléatoire, surtout avec l'apparition des nouvelles générations de macles de recuit [40].

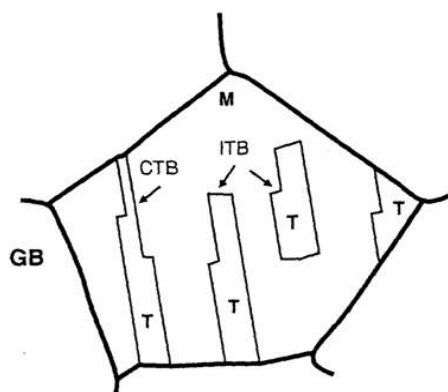


Figure II.8 : Macles de recuit. a) interfaces cohérentes (CTB) et b) incohérentes (ITB) [37].

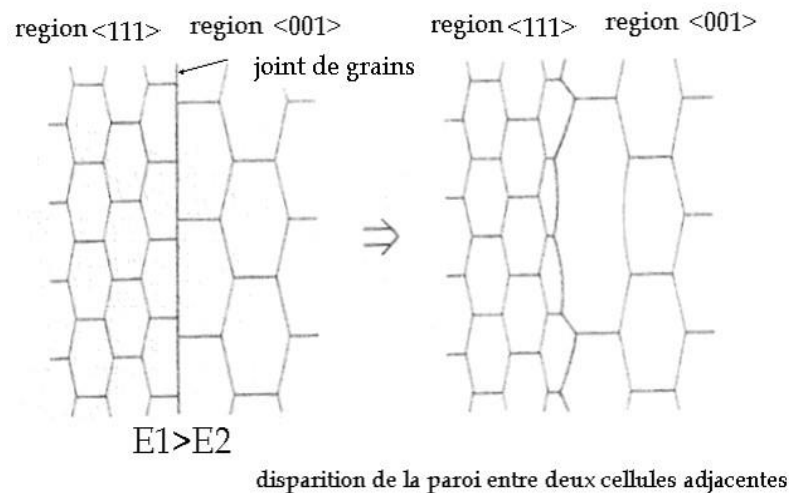


Figure II.9 : Modèle de mécanisme de germination proposé par Inoue dans l'aluminium tréfilé. [38].

II.3.4. Influence des éléments en solution solide et des précipités sur la recristallisation

Les éléments en solution solide et les précipités jouent un rôle important sur les cinétiques de recristallisation, les tailles de grains et les textures finales.

II.3.4.1. Les éléments en solution solide

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.

Les éléments d'addition (en solution solide ou ségrévés aux joints) ont deux effets opposés sur la restauration et la recristallisation :

- ◆ D'une part, ils retardent la restauration lors du recuit par le biais d'un ralentissement du réarrangement des dislocations et de la croissance des cellules et ils diminuent la vitesse de recristallisation par la réduction de la vitesse de migration des joints de grains, et ceci, d'autant plus que ces éléments tendent à ségréger à ces joints.

- ◆ D'autre part, la présence de solutés augmente également la densité de dislocations lors d'une déformation à froid, c'est-à-dire augmente la force motrice de la recristallisation. Toutefois, il est admis que l'accroissement de la force motrice est relativement faible et incapable de compenser les forces de freinage induites par ces éléments (interaction entre solutés et dislocations et entre solutés et joints de grains).

II.3.4.2. Les précipités préexistants

Sous formes de précipités, les impuretés agissent par ancrage des joints de grains et ralentissent leur migration. La force de freinage qu'ils exercent est donnée par la *loi de Zener* [14] :

$$F = (3 \cdot \gamma \cdot f_v) / 2r$$

Où γ est l'énergie du joint par unité de surface, f_v est la fraction volumique de précipités et r le rayon moyen des précipités. Ainsi, à fraction volumique équivalente, des particules seront d'autant plus « actives » que leur taille sera faible.

En revanche, 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 II.10) [41]. 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. Ce mécanisme PSN tend donc à diminuer l'acuité de la texture dans les zones où elle intervient [42].

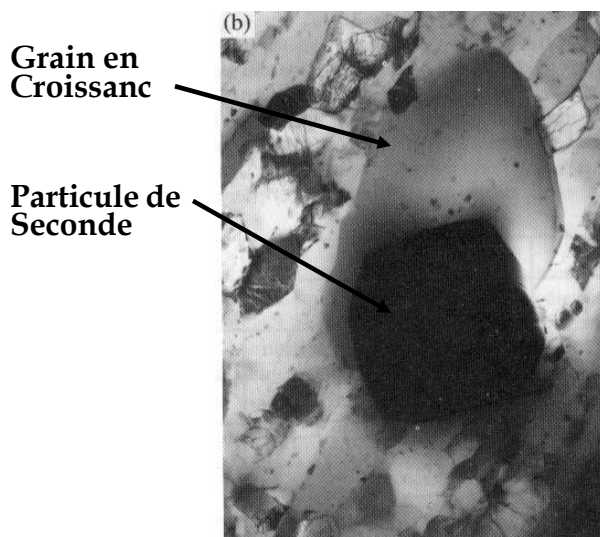


Figure II.10 : Recristallisation d'un sous-grain près d'une particule de seconde phase dans un alliage Al-Si [42].

Les deux mécanismes "effet Zener" et "PSN" ont des effets antagonistes sur la recristallisation. Ils sont tous les deux fonctions à la fois de la distance inter-particules et de la taille des particules et peuvent être décrits dans les trois cas extrêmes suivants :

◆ 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 [43].

◆ 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 [43].

Partie B

ETUDE EXPERIMENTALE

CHAPITRE III

MATERIAUX ET METHODES

III.MATERIAUX ET METHODES

III .1.Procède de fabrication (entreprise AGENOR)

III .1.1 Caractérisation de l'alliage Ag-Cu-Zn-Sn

III .1.1.1 Composition chimique

Notre étude porte sur un alliage quaternaire Ag-Cu-Zn-Sn utilisé dans la fabrication des baguettes de brasure B30. Le tableau III.1 ci-dessous donne la composition chimique de cet alliage.

Tableau III.1 : Composition chimique d'alliage de brasure B30 en % massique.

Elément	Ag	Cu	Zn	Sn
%	30,06	38,67	29,52	1,73
Tolérances	± 0,08	± 0,27	± 0,25	± 0,16

III .1.1.2 Les propriétés des éléments d'alliage

III .1.1.2 .a.L'argent et ses propriétés

L'argent est un métal relativement ductile et très malléable apprécié pour son éclat blanc particulier. Il est utilisé pour fabriquer des bijoux, sa malléabilité lui permet de concevoir ces œuvres. Il est également présent dans des formules de brasure et de soudure employées dans les industries automobiles, aéronautiques et de réfrigération.

De tous les métaux, l'argent est le meilleur conducteur électrique et le meilleur conducteur de la chaleur

Le tableau III.2 ci-dessous donne les propriétés générales de l'argent.

Tableau III.2 : Les propriétés physiques et mécaniques de l'argent.

Elément : Ag (A= 107.87, Z=47)	
Conductivité thermique [W^1k^{-1}]	429
Coefficient de dilatatio[$10^{-6} k^{-1}$]	14.2
Affinité électrique [kJ/mol^{-1}]	222.8
Résistivité électrique [$\mu \Omega cm$]	2.2
Dureté Brinell [MNm^{-1}]	2450
Dureté Vickers [MNm^{-1}]	216
Réseau cristallin	CFC
Température de fusion [$^{\circ}C$]	962
Potentiel de réduction [ENH]	+0,799 V
Densité [$kg m^{-3}$]	1049

III .1.1.2 .b.Le cuivre et ses propriétés

Le cuivre est un métal rouge plus ou moins foncé, d'un bel aspect, d'où ses applications artistiques ; c'est, après l'argent, le meilleur conducteur de la chaleur et de l'électricité et ses remarquables propriétés anti-corrosion lui confèrent des débouchés très importantes dans l'industrie.

Dans les propriétés mécaniques, le cuivre est un métal extrêmement ductile et malléable, aussi bien à chaud qu'à froid.

Le tableau III.3 ci-dessous donne les propriétés générales du cuivre.

Tableau III.3 : Les propriétés physiques et mécaniques du cuivre.

Elément : Cu (A= 63.54, Z=29)	
Conductivité thermique [$\text{Wm}^{-1}\text{k}^{-1}$]	400
Coefficient de dilatation [10^{-6}k^{-1}]	16.4
Affinité électrique [kJ/mol^{-1}]	118.4
Résistivité électrique [$\mu \Omega \text{cm}$]	1.72
Dureté Brinell [MNm^{-1}]	874
Dureté Vickers [MNm^{-1}]	216
Réseau cristallin	CFC
Température de fusion [$^{\circ}\text{C}$]	1065 à 1083
Potentiel de réduction [ENH]	+0,34 V
Densité [kg m^{-3}]	8914

III .1.1.2 .c.Le zinc et ses propriétés

Le zinc est un élément chimique de symbole Zn (A =65.38 et Z = 30). Il résiste à la corrosion atmosphérique par formation d'une couche imperméable de carbonate basique $3\text{Zn}(\text{OH})_2 + 2\text{ZnCO}_3$.

Il a des propriétés électrochimiques fortement anodiques, une grande électronégativité par rapport à l'acier, d'où son utilisation pour la protection contre la corrosion par revêtements.

Le zinc est utilisé à l'état laminé pour la fabrication de plaques de photogravure et couvertures de bâtiments.

Le tableau III.4 donne les propriétés générales du zinc.

Tab III.4 : Les propriétés physiques et mécaniques du zinc.

Elément : Zn (A= 65.38, Z=30)	
Conductivité thermique [$\text{Wm}^{-1}\text{k}^{-1}$]	113
Température d'ébullition [$^{\circ}\text{C}$]	907
Tension superficielle [mN cm^{-1}]	7.8
Résistivité électrique [$\mu \Omega \text{ cm}$]	5.92
Limite d'élasticité [MPa]	160 à 200
Viscosité [Pa.s]	$3,17 \cdot 10^{-3}$
Réseau cristallin	HC
Température de fusion [$^{\circ}\text{C}$]	419
Potentiel de réduction [ENH]	-0.763 V
Densité [kg m^{-3}]	7134

III .1.1.2 .d.L'étain et ses propriétés

L'étain (Sn) est l'un des métaux les plus anciennement connus, sous forme d'alliage avec le cuivre. Ce métal, relativement rare et cher, est malléable et ductile et sa brillance argentée persiste longtemps quand il est exposé à l'air sec aussi bien à l'extérieur qu'à l'intérieur. Le tableau III.5 ci-dessous donne les propriétés générales de l'étain.

Tableau III.5 : Les propriétés physiques et mécaniques de l'étain.

Elément : Sn (A=118.7, Z=50)		
Conductivité thermique [W^1k^{-1}]	62.8	
Viscosité de l'étain liquide [Pa.s]	$2,71 \cdot 10^{-3}$	
Température d'ébullition [$^{\circ}\text{C}$]	2270	
Résistivité électrique [$\mu \Omega \text{ cm}$]	11 à (0°C)	
Dureté Brinell [MNm^{-1}]	3.9	
Charge de rupture [MPa]	14.8	
Réseau cristallin	Blanc (β) quadratique	Gris (α) cubique
Température de fusion [$^{\circ}\text{C}$]	231.9	
Potentiel de réduction [ENH]	-0.14 V	
Densité [kg m^{-3}]	Sn blanc(β) = 7290	Sn gris(α) = 5770

III .1.2.Diagramme des phases

Les diagrammes ternaires Argent-Cuivre-Zinc pour 20%,30%,40% et 50% Ag ont une forme semblable à celle du système classique Cu-Zn (Laiton). Un péritectique est présent sur chaque coupe, et le changement en solubilité des phases solides est quasiment nul. Ces alliages n'offrent pas de possibilité de vieillissement.

La température de fusion (liquidus) pour notre alliage (30% Ag) se situe entre 750° et 800°C. L'addition de 2% d'étain permet d'abaisser la température de fusion de 30° à 50°C.

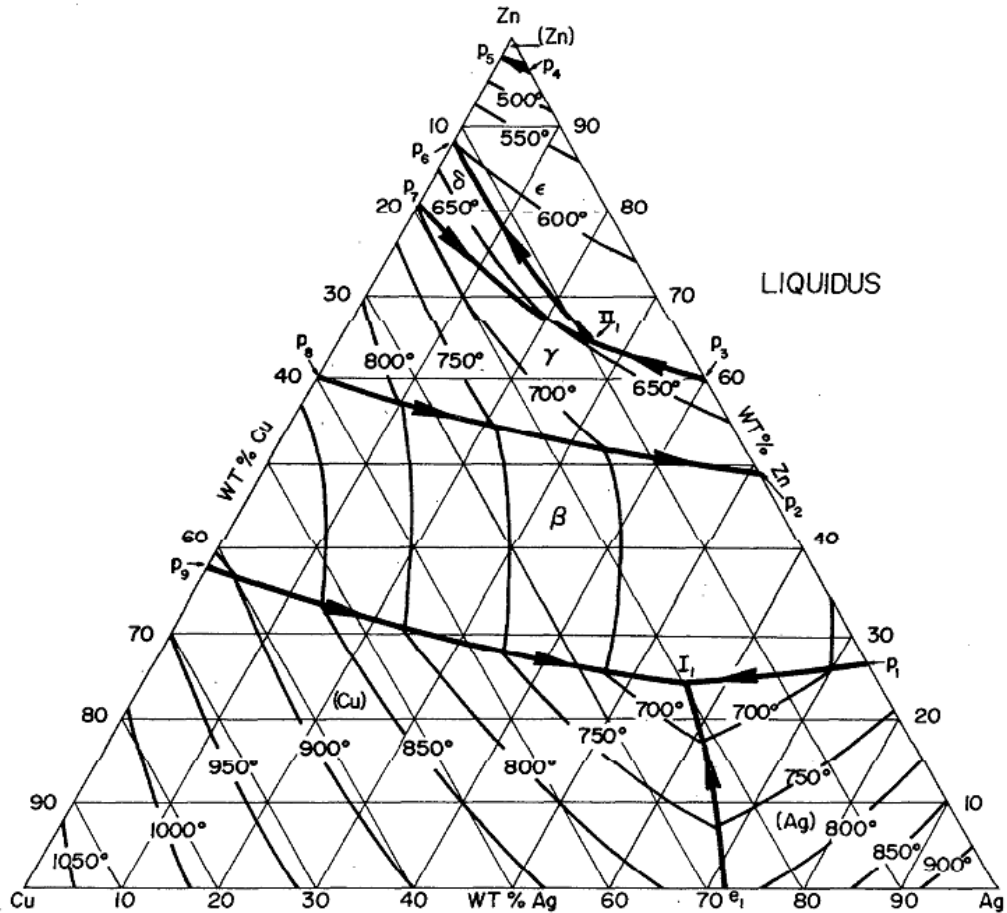


Figure. III.1 : Températures de fusion (Liquidus) des alliages ternaires Ag-Cu-Zn.

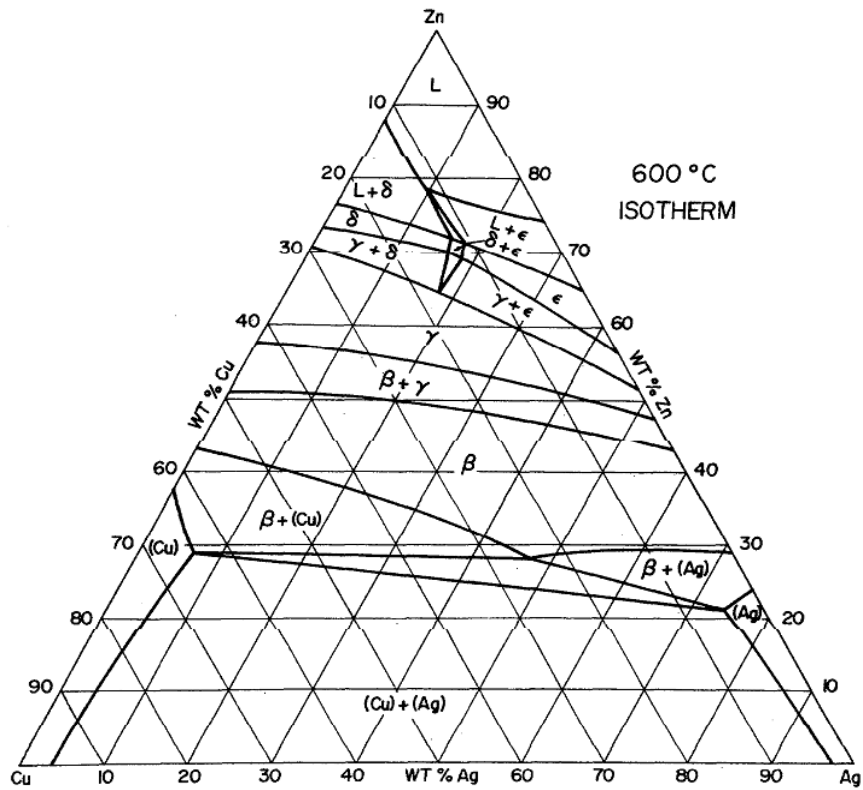


Figure. III.2 : Diagramme ternaire Ag-Cu-Zn à 600°C isotherme.

Le tableau 1 ci-dessous illustre les phases intermédiaires présentes dans les systèmes binaires Cu-Zn et Ag-Zn sachant qu'il n'existe pas des phases ternaires.

Tableau III.6 : Les phases intermédiaires dans les systèmes Cu-Zn et Ag-Zn.

Designation	Composition	Symmetry	Symbol	Prototype
β_1	CuZn (HT) (β)	bcc	A2	W
β'	CuZn (LT)	ord bcc	B2	CsCl
γ_1	Cu_5Zn_8 (γ)	ord bcc	D8_2	γ -brass
δ	CuZn_3	ord bcc	B2	CsCl
ϵ_1	~ 83% Zn (ϵ)	hcp	A3	Mg
β_2	AgZn (HT) (β)	bcc	A2	W
ζ	AgZn (LT)	ord hex		
γ_2	Ag_5Zn_8 (γ)	ord bcc	D8_2	γ -brass
ϵ_2	~ 70% Zn (ϵ)	hcp	A3	Mg

Tableau III.7 : Les phases d'équilibre dans le système ternaire Ag-Cu-Zn.

Reaction	Temp. °C	Coexisting phases	Composition of Phases		
			Wt.% Cu	Wt.% Ag	Wt.% Zn
I ₁ : L = (Cu) + (Ag) + β	665	L	20	56	24
		(Cu)	63	9	28
		(Ag)	5	75	20
		β	23	50	27
II ₁ : L + γ = ε + δ	630	L	9.5	26	64.5
		γ	12	25	63
		ε	10.5	26	63.5
		δ	11	25	64

III .1.3.Les domaines d'utilisation des baguettes de brasure B30

La baguette de brasure est un métal d'apport de brasage très largement utilisé. Il offre à la fois une température de fusion moyenne et des propriétés d'écoulement moyennes. Il peut être utilisé pour remplir des espaces qui ne peuvent pas être contrôlés de façon hermétique.

Il est largement utilisé comme métal d'apport universel pour assembler du cuivre à de l'acier dans les travaux de tuyauterie de réfrigération.

On notera que ce métal d'apport contient de l'étain et peut être décrit comme étant « fragile à chaud ». Il ne devra pas être refroidi rapidement à partir de températures élevées (supérieures à 300°C) et les précautions nécessaires devront être prises lors du brasage de composants avec des coefficients d'expansion thermique largement différents, car dans ces deux cas, les joints risquent de se fissurer.

Ce métal peut être utilisé pour assembler la plupart des métaux courants d'ingénierie : cuivre, alliages du cuivre (dont les laitons, les bronzes, les bronzes industriels, les maillechorts, les bronzes d'aluminium, les alliages nickel-cuivre) et les aciers (dont les aciers doux, les aciers au carbone, les aciers d'outillage, les aciers inoxydables et les aciers faiblement alliés).

Disponibilité du produit : Baguette φ= 1.5 mm

Plage de travail : 660° – 720°C

Densité : 8.8 g /cm³

Température de fusion : 900 C⁰

III .1.4.Elaboration des baguettes de brasure

III .1.4.1. La fusion des brasures

La production des brasures directement dans le four de coulée continue n'est pas recommandée. Il est conseillé de les préparer d'abord dans le four à induction pour garantir leur teneur et homogénéité. En outre, fondre un alliage ainsi préparé réduit le temps de fusion dans le four de coulée continue et diminue la quantité de fumée de zinc émise.

La température au début de la coulée doit être au moins 150 °C supérieure à la température de fusion de façon à tenir compte de la chute de température dans la filière.

De même, les problèmes de fusion sont éliminés par la présence de l'atmosphère d'azote dans le four et tous les alliages de brasage peuvent ainsi être produits.

III .1.4.2. Les conditions de recuit

La température de recuit est 500°C avec un temps de maintien de 30 minutes, cette température ne pose pas de problèmes d'augmentation de la taille des grains. Cependant, une température de recuit trop élevée ou un temps de recuit trop long risque de permettre aux fils de brasure de se coller légèrement. Après le recuit, le matériau subit un refroidissement lent.

Le recuit doit avoir lieu dans une atmosphère protectrice d'hydrogène/azote. Toute entrée d'air dans le four risque de conduire à la formation d'oxyde de cuivre, ce qui décolorera la surface du produit. Cet oxyde est ensuite enlevé par brossage ou décapage à l'acide sulfurique 10% ou au sel rouge.

III .1.4.3. Le tréfilage

Après la 24^{ème} passe le diamètre du fil est 2mm. L'opération de tréfilage consiste à diminuer la section du fil, ce dernier va subir des réductions successives de sa section à travers une série de 5 passes de tréfilage jusqu'on obtient un diamètre final de 1.5 mm.

La filière est l'élément fondamental du tréfilage, elle est faite de sorte que la section de sortie soit inférieure à la section d'entrée, mais à un taux de réduction calculé de sorte que le fil de brasure ne soit pas soumis à une contrainte supérieure à sa résistance à la rupture, donc il faut que le fil passe par l'œillet mais ne casse pas en aval.

Les diamètres des filières utilisées sont : 1.90, 1.80, 1.70, 1.60 et 1.50.

III .1.4.4. Etirage

L'étirage est une opération qui consiste à la diminution de la section et donc du diamètre du barreau de brasure en déformant ce dernier à travers plusieurs passes (24) jusqu'à l'obtention du diamètre désiré (2 mm).

L'étirage doit être arrêté plus souvent (après chaque 2 passe) pour procéder à un recuit.

III .2 .Procède de fabrication (laboratoire ENP)

III .2 .1.Préparation métallographique

La métallographie optique permet d'obtenir des informations sur les éléments constitutifs des microstructures, telles que les fissures, la texture, la dimension des grains et les différentes phases présentes.

Dans tout travail métallurgique se basant sur une observation microscopique, il est très important de bien préparer l'échantillon afin d'aboutir aux meilleurs résultats possibles.

Pour cela nous devons adopter les étapes suivantes:

III .2 .1.1 Tronçonnage

Dans une étude microstructurale, l'échantillon doit représenter convenablement l'ensemble du matériau étudié, de sa provenance, tant par sa composition chimique que par ses caractéristiques physiques.

La caractérisation et l'étude de notre alliage de brasage a nécessité la réalisation de petits échantillons de forme cylindrique ou rectangulaire d'environ 10 mm de longueur.

La découpe a été réalisée au niveau du laboratoire de métallurgie à l'aide d'une scie. Chaque échantillon est coupé selon deux directions:

- Une coupe selon la direction transversale.
- Une coupe selon la direction longitudinale.

III .2 .1.2. Enrobage

Cette technique consiste à enrober les échantillons à l'aide d'une matière plastique « résine » afin de:

- Faciliter la manipulation de l'échantillon lors du polissage et de l'observation microscopique.
- Préserver l'échantillon des altérations chimiques extérieures.
- Différencier par des méthodes pratiques les échantillons comme par exemple mettre des étiquettes ou écrire au feutre permanent sur l'enrobage.

L'enrobage à froid consiste à mettre l'échantillon dans un moule et d'ajouter le mélange résine - durcisseur, et ensuite laisser la résine se solidifier pendant quelques minutes.

La figure III.3 ci-dessous montre un échantillon enrobé à froid.

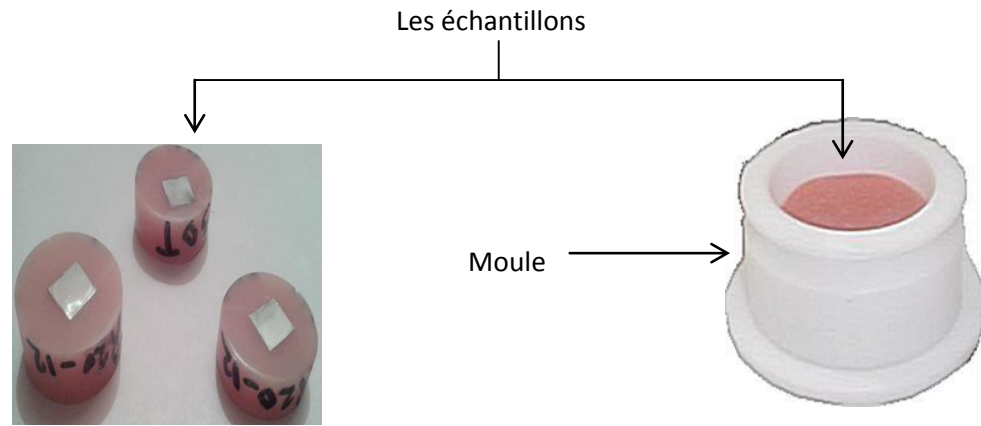


Figure III.3: Photos de l'échantillon enrobé à froid.

III .2 .1.3. Polissage

Le polissage est une opération nécessaire avant toute observation métallographique, c'est l'opération qui consiste à rendre une surface lisse, plane et brillante de façon à ce qu'elle ne présente aucune rayure susceptible de gêner l'examen ultérieur, on procède par frottement du métal sur des abrasifs de plus en plus fins ; on prolonge l'action de chacun d'eux jusqu'à ce que les raies créées par le produit précédent disparaissent.

Cette condition est facile à constater si l'on prend soin de rayer l'échantillon rigoureusement dans un certain sens avec un abrasif, et dans le sens perpendiculaire avec le suivant.

Cette opération est effectuée sur une polisseuse mécanique de marque HITECH MP séries ou le papier abrasif qui est fixé sur un disque de diamètre $D=20$ cm tournant dans un plan horizontal avec une vitesse d'environ 300 trs/min (Fig. III.4) .



Figure. III.4 : Polisseuse mécanique.

Le polissage comporte deux phases principales:

➤ **Polissage grossier (abrasion) :**

Passer les échantillons enrobés sur des papiers abrasifs de granulométrie décroissante (P600, P800, P1000 et P1200).

➤ **Polissage de finition :**

Il est réalisé sur du papier feutre à l'aide de poudre d'alumine et pate diamanté de granulométrie de 0,3 μm

Lors du polissage, il est indispensable de suivre les consignes suivantes :

- Utiliser un lubrifiant (eau) pour éviter l'échauffement de l'acier ;
- A chaque fois que la granulométrie est changée, il faut effectuer une rotation de 90° pour éliminer les stries ;
- A la fin de chaque granulométrie, le disque de la polisseuse doit être rincé pour éviter la contamination ;
- A la fin du polissage, la surface de nos échantillons a un aspect miroir et les échantillons doivent être rincés à l'eau et séchés à l'air chaud.

III .2 .1.4. Attaque chimique

La micrographie de l'échantillon à l'état miroir ne permet pas d'avoir la structure, c'est pour cela on utilise des attaques chimiques, par des réactifs relatifs à la nature du matériau et le type de la phase qu'on souhaite observer.

L'attaque chimique différencie les constituants micrographiques et fait apparaître les interfaces (joints de grains et interfaces entre phases).

Après avoir transformé la surface à observer en un miroir, une attaque chimique de cette surface à l'aide de la solution d'eau régale 80% H₂O et 20% HNO₃.

Après l'attaque, on lave soigneusement notre échantillon dans un courant d'eau, et on le sèche dans un jet d'air sous pression.

Les paramètres d'attaque utilisés sont donnés dans le Tableau III.8:

Tab III.8 : paramètres des attaques appliquées.

alliage	Type d'attaque	solution	Temps d'attaque
Ag-Cu-Zn-Sn	chimique	80% H ₂ O et 20% HNO ₃	10 seconds

III .2 .2. Observation microscopique

III .2 .2. 1. Microscope optique

Comme son nom l'indique, le microscope optique est un instrument permettant l'observation visuelle de petits objets ou détails d'objets proche de l'observateur, usuellement Indiscernables à l'œil nu.

Cependant, l'agrandissement ne suffit pas à lui seul à caractériser les performances du dispositif. Il faut en effet que cette propriété s'applique à tous les détails de l'objet, y compris les plus fins. La seconde propriété clé du microscope est donc sa résolution, dont découlent d'importantes conséquences pratiques, puisque cela implique de travailler avec des optiques de grande ouverture numérique NA, mais limitée par la diffraction. Les bons microscopes sont donc des systèmes optiques et mécaniques complexes et coûteux [44].

L'observation des microstructures a été réalisée à l'aide d'un microscope métallographique de la marque OPTIKA M.789 (figure III.5) qui permet l'observation des échantillons, avec différents agrandissements. Ce microscope est connecté à un ordinateur muni d'une caméra numérique, en utilisant le logiciel « OPTIKA VIEW » de traitement d'image.



Fig. III.5 : Microscope optique utilisé.

Ce microscope s'accompagne d'une caméra, reliée à l'écran d'un ordinateur permettant de capter des photos de la structure observée après avoir choisi la surface à photographier. L'avantage de la microscopie optique, outre sa grande facilité d'utilisation, est de permettre l'observation de grandes surfaces et de collecter ainsi une information globale sur l'aspect de la surface observée.

III .2 .2. 2. Traitement des images et analyse quantitative

L'analyse d'images permet d'étudier des échantillons à l'échelle microscopique. Les deux grands types d'utilisation sont l'analyse quantitative et la reconnaissance. Dans le premier cas, c'est l'exploitation de données numériques, portant aussi bien sur la taille, la densité, la couleur, la forme des objets ou la morphologie des structures, qui est primordiale. Dans le second cas, c'est l'identification des formes qui peuvent être identifiées soit à partir de mesures, comme en analyse quantitative, soit à partir des transformations d'images suivies uniquement d'un dénombrement pour tester la présence ou non de la figure recherchée [45].

Pour le traitement et l'analyse d'images obtenues par microscope optique, nous avons utilisé le logiciel « Image J ». Ce dernier est un logiciel Développé en langage JAVA qui permet d'effectuer plusieurs opérations : dénombrer des particules, mesurer diverses grandeurs (distances, surfaces), d'extraire des coordonnées de contours, calculer la taille moyenne des grains...

Les étapes suivies pour l'analyse des images sont :

1. La lecture des images qui représentent les micrographies d'un même échantillon pour cela on clique sur la commande « Import » puis « Image Sequence. »
2. Sélectionner toutes les micrographies choisies
3. Imposer une échelle

Une image numérique est composée de pixels. Une des premières opérations classiques est donc de convertir la taille des pixels en longueur physique. Pour cela, il faut prendre une échelle sur l'image. A l'aide de l'outil "straight line", on peut tracer une ligne entre les extrémités de cette échelle. La longueur de la ligne (en pixels) s'affiche sur la barre d'outils. Pour passer des pixels à une longueur physique, on clique sur Analyse/Set Scale... et on indique l'unité de mesure et la longueur dans la case "known distance" (figure III.6).

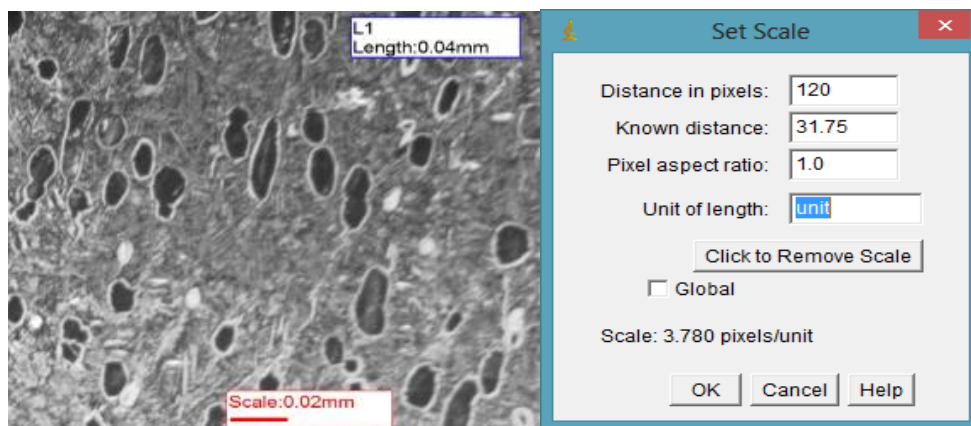


Fig. III.6 : La méthode d'imposer une échelle sur logiciel Image j.

4. Pour séparer les phases noires des phases blanches on clique sur Image /Adjust/ Threshold . Il suffit de faire glisser le curseur (figure III.7).

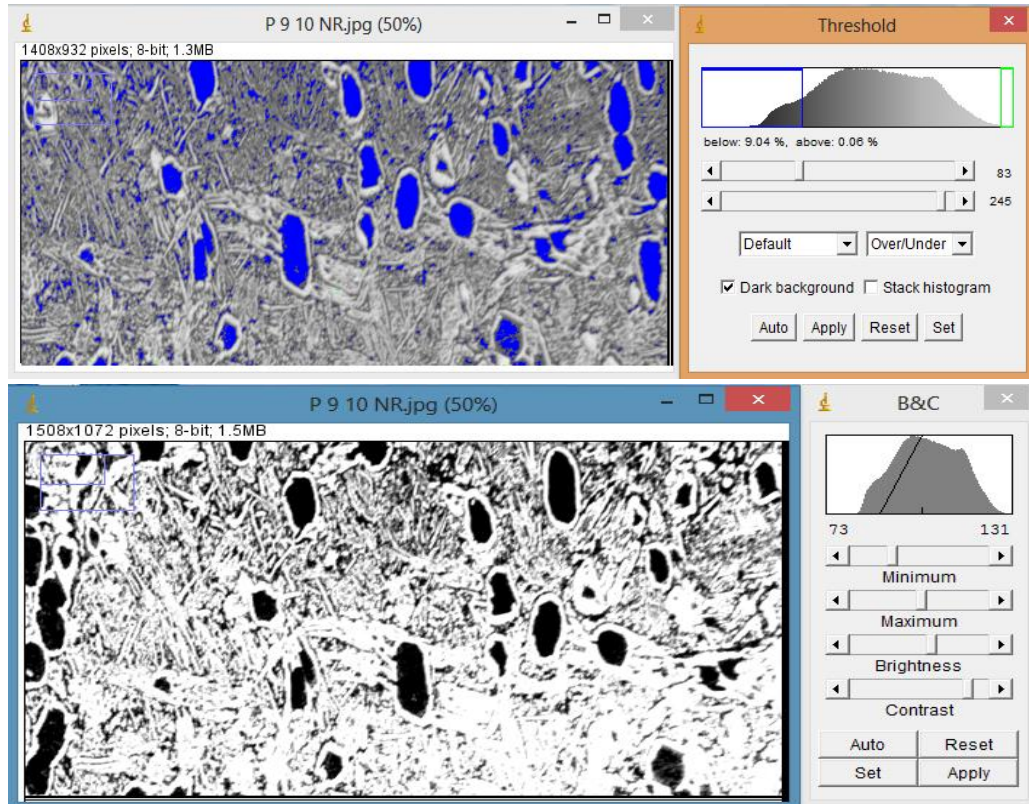


Figure. III.7 : Localisation des précipités après 9,10^{ème} passe, micrographie optique traitée .

4. En utilisant la commande « Process » puis choisir la commande « Binary » ensuite « MakeBinary », pour rendre notre image binaire (figure III.8).

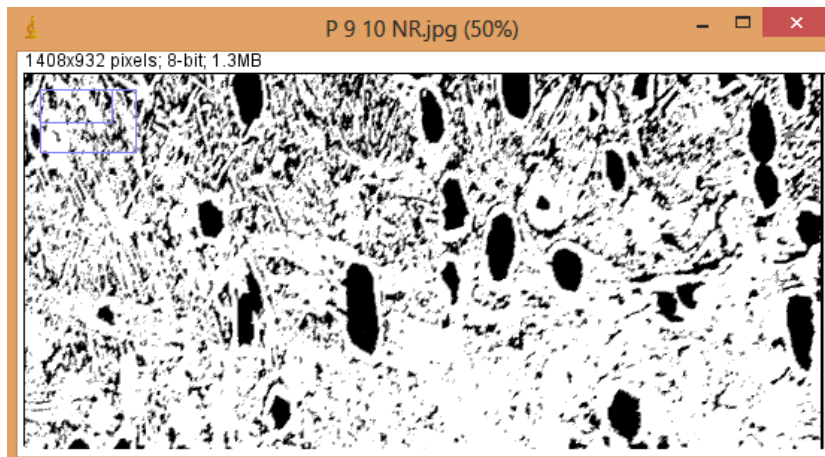


Fig. III.8 : rendre une image binaire à l'aide de « image J ».

Pour calculer la taille moyenne des grains:

1. On choisit notre une échelle :

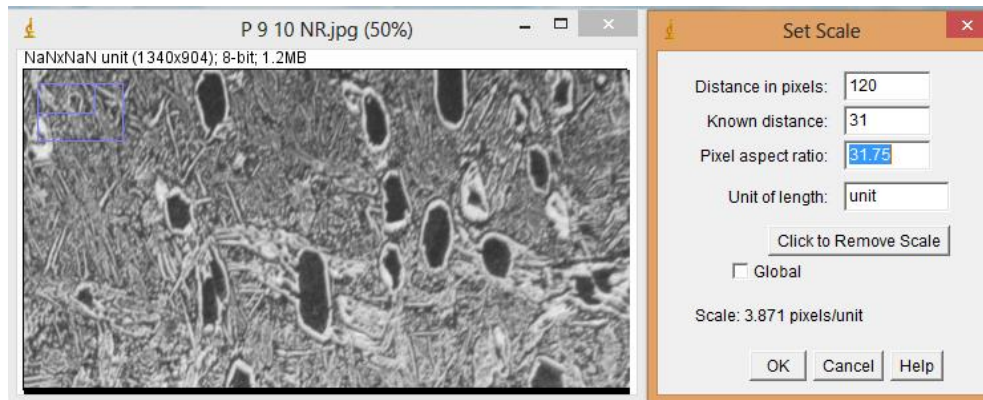


Fig. III.9: méthode pour imposer une échèle sur logiciel Image j.

Obtention des résultats :

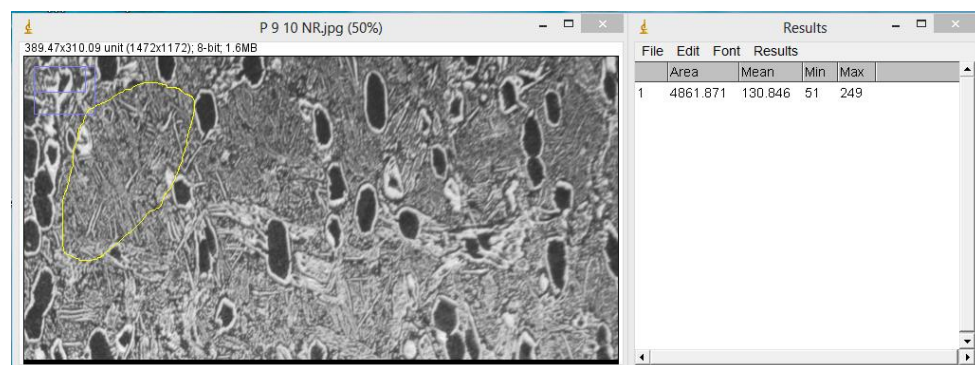


Fig. III.10: Les étapes pour calculer la taille des grains .

On peut utiliser une autre méthode pour le calcul de la taille moyenne des grains basé sur les étapes suivantes :

- dessiner plusieurs droites
- calculer la longueur de chaque droite (analyze/measure)
- diviser la longueur par le nombre des grains
- puis faire la moyenne

III .2 .3. Essai de dureté :

Si la notion de dureté est l'une des plus intuitives, sa mesure correspond en pratique à celle de la résistance à la pénétration locale du matériau considéré. La dureté est alors une propriété physique complexe et difficile à interpréter, qui dépend non seulement des caractéristiques de ce matériau, mais aussi de la nature et de la forme du pénétrateur et du

mode de pénétration. C'est ainsi que le cuivre écroui offre une plus grande résistance à la pénétration que l'acier doux, mais il est rayé par lui.

De nombreuses méthodes d'évaluation de la dureté ont été proposées. Les plus courantes et les plus familières consistent à mesurer la résistance à la pénétration.

L'essai de dureté est un essai mécanique très utile et très pratique car il est rapide, relativement simple, peu coûteux, ponctuel et pratiquement non destructif.

L'essai de la dureté Vickers (HV) consiste à enfoncer un pénétrateur en diamant de forme pyramidale droite à base carrée et d'angle au sommet de 136° sous une charge F . On mesure les diagonales "d" de l'empreinte comme montré par la figure III.11.

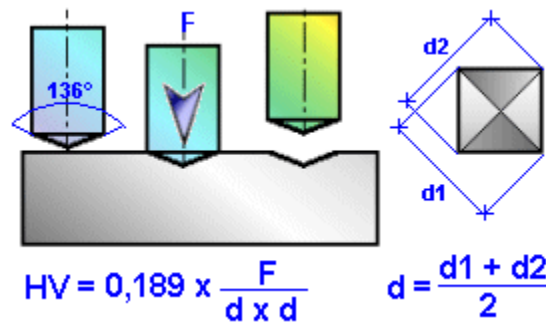


Fig. III.11 : Principe de l'essai de dureté Vickers Hv.

La dureté Vickers est définie par : $H_v = F/S$

Où F est la charge appliquée en gf
 S la surface de l'empreinte en mm^2 .

La valeur S s'obtient à partir de la mesure de la diagonale d en mm. Avec :

$$d = (d_1 + d_2) / 2$$

$\theta = 136^\circ$ angle au sommet du pénétrateur

Soit : $H_v = 0.189 F/d^2$

La mesure de la dureté (HV) de nos échantillons est réalisée à l'aide d'un duromètre universel à affichage digital (figure x).

III .2 .4. Essai de micro dureté :

Les essais de micro dureté sont destinés à définir les propriétés à l'intérieur des grains, soit de la matrice, soit de ses divers constituants (précipités...). Les différents profils de micro dureté HV de tous de nos échantillons étudiés ont été réalisé au niveau du laboratoire de Département de Métallurgie à l'Ecole Nationale Polytechnique par un micro

duromètre (fig. III.12), muni d'un micro-indenteur de type Vickers et équipé d'un microscope aux grossissements 100 et 500, de charge minimale de 10g et de charge maximale de 1 kg.



Fig. III.12 : Micro-duromètre utilisé.

III .2 .5. Traitements thermiques

Les traitements thermiques ont pour but, d'une part, de permettre la transformation des produits en homogénéisant la composition et la structure de fonderie et en supprimant l'érouissage dû aux déformations à froid, et d'autre part, de conférer aux produits obtenus les caractéristiques nécessaires à leur mise en œuvre et à leur utilisation, caractéristiques mécaniques, caractéristiques de tenue à la corrosion, etc.

Les traitements thermiques objets de ce chapitre sont :

- le recuit d'homogénéisation
- le recuit de recristallisation.
- le traitement de mise en solution, trempe, revenu durcissant par précipitation.

III .2 .5.1. Recuit de recristallisation

C'est un traitement dans la zone de recristallisation située au-dessus de la température de fusion ($T_r=0.4T_f$). La structure distordue et érouie par le travail mécanique à froid est remplacée par une nouvelle structure à grains fins équi-axes et libres de toute dislocation. Cette transformation est accompagnée d'une diminution importante de R_m , R_e , H et d'une augmentation de $A\%$ et K .

La recristallisation est régit par les lois suivantes :

- La température de recristallisation s'abaisse quand le taux de déformation augmente.
- La taille du grain recristallisé diminue, pour une même température de recuit, si le taux de déformation augmente.
- La recristallisation ne débute pour une même température qu'à partir d'un taux critique de déformation.

Il peut y avoir un grossissement des grains de recristallisation primaire par migration des joints de grains : les gros grains absorbant en général les petits. Ce phénomène est appelé recristallisation secondaire

Pour effectuer ce traitement, on a réglé la température du four à 500°C puis les échantillons vont subir un recuit de recristallisation pendant un temps variable de 60 secondes de plus chaque fois jusqu'à la recristallisation totale des grains.

Le four utilisé ayant une chambre de forme carré. Le chauffage est obtenu par effet Joule grâce à une résistance encastrée tout autour de la chambre dont la température maximale atteinte est de 1200°C. Le four est équipé d'un système de régulation assez précis, ainsi que d'une minuterie permettant de réaliser des traitements thermiques en palier : c'est à dire des maintiens à températures constantes pendant des périodes de temps préalablement définies. Le four utilisé est montré en vue réelle dans la figure ci-dessous.

III .2 .5.2. Traitement thermique de mise en solution:

On réalise les opérations suivantes :

- Un chauffage pour mettre en solution solide les éléments qui formeront la deuxième phase, chauffage qui est dit « mise en solution ».
- Un refroidissement assez rapide à l'eau pour empêcher la précipitation de la deuxième phase ; refroidissement qui est dit « trempe ».
- Un réchauffage modéré pour provoquer une précipitation fine, chauffage qui est dit « revenu ».

III .2 .5.2.a Le chauffage pour mise en solution

On porte notre alliage à haute température égale à 600 °C pendant 1 heure pour provoquer une mise en solution des éléments susceptibles de former les précipités.

Au chauffage il est nécessaire de limiter la température maximale atteinte par 600 °C ; celle-ci doit permettre de développer la transformation visée mais ne doit pas engendrer un grossissement des grains de l'alliage.

III .2 .5.2.b. Le refroidissement «la trempe »

On effectue un refroidissement assez rapide à l'eau (à la température ambiante) qui a pour objectif de conserver en solution hors équilibre les éléments précipitables.

Il est à noter que l'état de surface de l'échantillon qu'on veut refroidir est un facteur important lors du refroidissement. C'est ainsi qu'une surface dépolie ou légèrement oxydée conduit à un refroidissement plus rapide qu'une surface polie ; par contre une couche épaisse d'oxyde ralentit très sensiblement le refroidissement.

L'alliage reste en état de sursaturation à la température ambiante parce qu'à cette température l'agitation thermique et la diffusion qui permettraient la germination des précipités sont insuffisantes.

III .2 .5.2.c. Le réchauffage «le revenu »

Si l'on souhaite réaliser une précipitation durcissant (donc plus fine) il faut faire un revenu à la température la plus basse possible.

Cette opération consiste à réchauffer notre alliage à une température de 300 ° C et le maintenir pendant 30 minutes.

CHAPITRE IV

RESULTATS ET DISCUSSION

IV. RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV.1 .Introduction

Pour fabriquer les baguettes de brasure, l'entreprise AGENOR élabore des ébauches d'alliage quaternaire Ag-Cu-Zn-Sn dont la composition chimique est donnée dans le tableau.1. Après pesée des éléments d'alliage et leur fusion, les ébauches sont obtenues par coulée continue puis coupée aux longueurs voulues. L'ébauche élaborée possède une section transversale circulaire de diamètre $D_0 = 9,6$ mm. La figure IV.1 montre la microstructure de coulée de l'alliage élaboré.

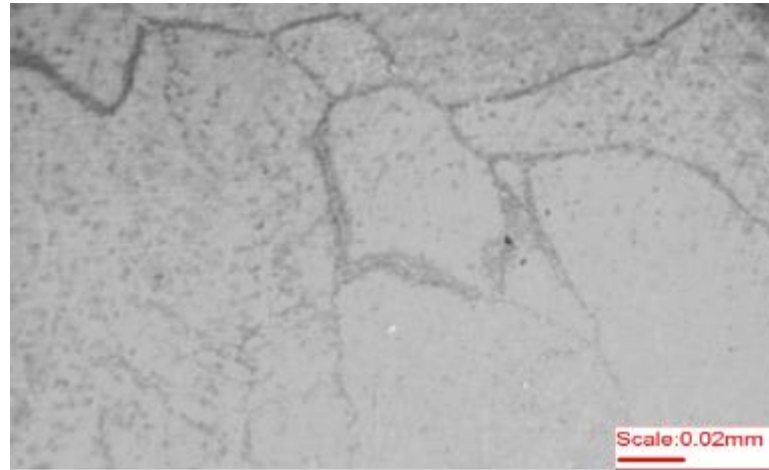


Figure IV.1 : Microstructure de coulée de l'alliage (Ag-Cu-Zn-Sn) élaboré à AGENOR. G=200X.

On constate d'après cette figure que la structure est hétérogène constituée de grains fins et grossier avec des joints de grains assez épais qui s'apparente à des précipités de seconde phase fortement présents dans ce type d'alliage.

IV.2. But de cette étude

Ce projet de fin d'étude nous été proposé par l'entreprise Nationale de fabrication de l'argent et de l'or (AGENOR). Durant notre visite aux ateliers de l'entreprise, et durant son explication des différentes étapes du procédé de fabrication des baguettes de brasure, l'ingénieur responsable de la production nous a expliqué que parfois durant l'étirage à froid, il se produit des ruptures du fil étiré surtout pendant les dernières passes lorsque la section du fil est petite. Les responsables de l'entreprise ont alors émis le vœu que nous étudions les raisons de ces ruptures et de leur proposer des solutions.

IV.3. Fabrication des baguettes de brasure par tréfilage à froid

Les ébauches de diamètre initial 9,6 mm élaborées par coulée continue dont la microstructure est montrée ci-dessus subissent d'abord un traitement thermique d'homogénéisation à une température de 550 °C pendant 1 heure. Ce traitement est destiné à éliminer les ségrégations qui se forment habituellement au cœur des lingots, à relaxer le matériau par élimination des contraintes résiduelles d'origine thermique et à obtenir une certaine égalité chimique à travers le matériau par diffusion des éléments d'alliages à travers tout le volume de l'ébauche. Après ce traitement, le matériau est plus doux et sera donc plus facile à déformer.

IV.4. Calcul des taux de déformation(ϵ) après chaque passe

À l'aide d'un palmer, on mesure le diamètre de la baguette étirée avant et après chaque passe. Les résultats de mesure et de calculs sont donnés dans le tableau suivant :

Tableau IV.1 : taux de déformation subi par la baguette après chaque passe.

Diamètre d'échantillon après chaque passe (mm)	$\epsilon = (D_0 - D_i) / D_0$
$D_0 = 9,6$ mm (barre initiale)	-----
$D_1 = 8,1$	0,035714
$D_2 = 7,15$	0,14881
$D_3 = 6,1$	0,27381
$D_4 = 5,15$	0,386905
$D_5 = 4,2$	0,5
$D_6 = 4,12$	0,509524
$D_7 = 3,17$	0,622619
$D_8 = 3,1$	0,630952
$D_9 = 2,4$	0,714286
$D_{10} = 2,1$	0,75
$D_{11} = 1,5$	0,821429

Nous remarquons que le taux de déformation est croissant à cause de la réduction du diamètre de la section du fil tréfilé. Les résultats de mesure sont représentés dans la figure IV.2 de l'histogramme suivant :

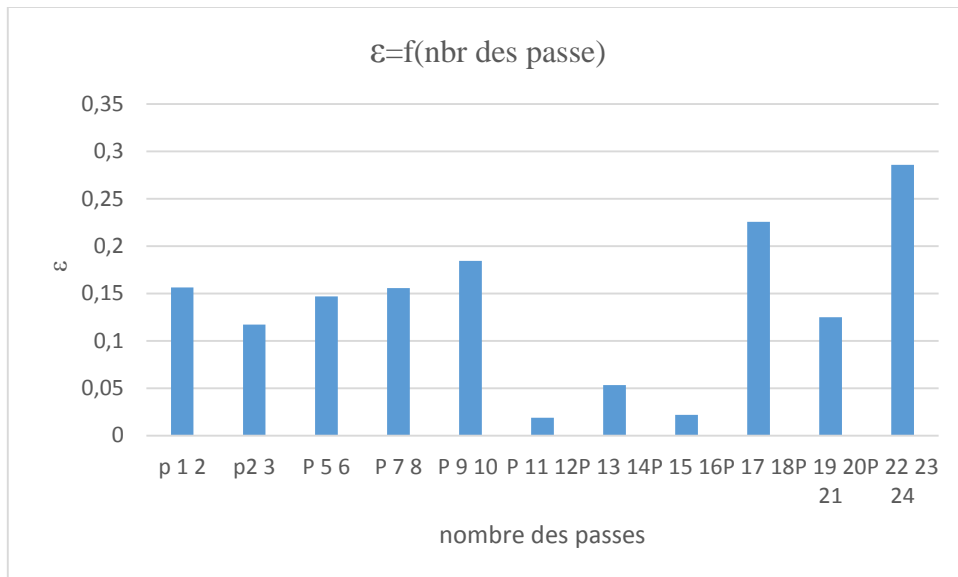


Figure. IV.2 : taux de déformation d'une passe à une autre.

Nous remarquons que la déformation appliquée à la baguette est presque uniforme sauf aux passes (11 12), (13 14) et (15 16), et plus haut aux derniers passes. Et ceci revient à la tréfileuse utilisé par AGENOR.

Après polissage et finition des échantillons (pour éviter l'influence de la couche d'oxyde) sur l'alliage on obtient les valeurs de dureté présentées dans le tableau suivant :

Tableau IV.2 : valeur de dureté des échantillons Recuits (R) et Non Recuits (NR).

échantillons	Dureté(HV30)			
	essai 1	essai 2	essai 3	Moyenne
P 1-2 NR	205,1	199,6	186,1	196,9333
P 1-2 R	120,4	120	119,3	119,9
P 3-4 NR	174	174,2	191,1	179,7667
P 3-4 R	123,5	129,3	122,7	125,1667
P 5-6 NR	193	192,3	193	192,7667
P 7-8 NR	186,5	177,7	183,8	182,6667
P 7-8 R	126,9	122,5	128,8	126,0667
P 9-10 NR	191,8	184,2	182,3	186,1
P 9-10 R	131,9	131,8	131,3	131,6667
P 11-12NR	189	184	185,5	186,1667
P 11-12R	136,4	134,8	137,1	136,1
P 13-14 NR	186,5	181,1	192,1	186,5667

P 13-14 R	132,3	131,7	128,9	130,9667
P 15-16 NR	188,8	185,7	192	188,8333
P 15-16 R	135,6	128,8	133,4	132,6
P 17-18 NR	193,8	188,4	184	188,7333
P 17-18 R	130,9	135,6	134,9	133,8
P 19-20-21 NR	213,4	204,2	200,8	206,1333
P 19-20-21 R	141,3	141,2	136,3	139,6
P 22-23-24 NR	199,7	200,7	197,9	199,4333
produit fini (après étirage)	204,7	210,2	208,7	207,8667
casse à la 20 ^{ème} passe	208	207,8	210,8	208,8667
échantillon de rupture à la 7 ^{ème} passe	173,9	169,6	178,9	174,1333

Si on extrait les valeurs de dureté des échantillons Non Recuits on obtient le tableau suivant :

Tableau IV.3 : valeurs de dureté des échantillons Non Recuits

échantillons	essai1(HV ₃₀)	essai2(HV ₃₀)	essai2(HV ₃₀)	Moyenne(HV ₃₀)
P 1-2 NR	191,1	186,6	190,1	189,2667
P 3-4 NR	174	174,2	191,1	179,7667
P 5-6 NR	193	176,3	173	180,7667
P 7-8 NR	186,5	177,7	183,8	182,6667
P 9-10 NR	191,8	184,2	182,3	186,1
P 11-12NR	189	184	185,5	186,1667
P 13-14 NR	186,5	181,1	192,1	186,5667
P 15-16 NR	188,8	185,7	192	188,8333
P 17-18 NR	193,8	188,4	184	188,7333
P 19-20-21 NR	199,7	200,7	199,9	200,1
P 22-23-24 NR	200,4	204,2	200,8	201,8

En utilisant les données du tableau IV.4 ci-dessus, on trace l'évolution de la dureté du matériau écroui dans la figure IV.3 ci-dessous.

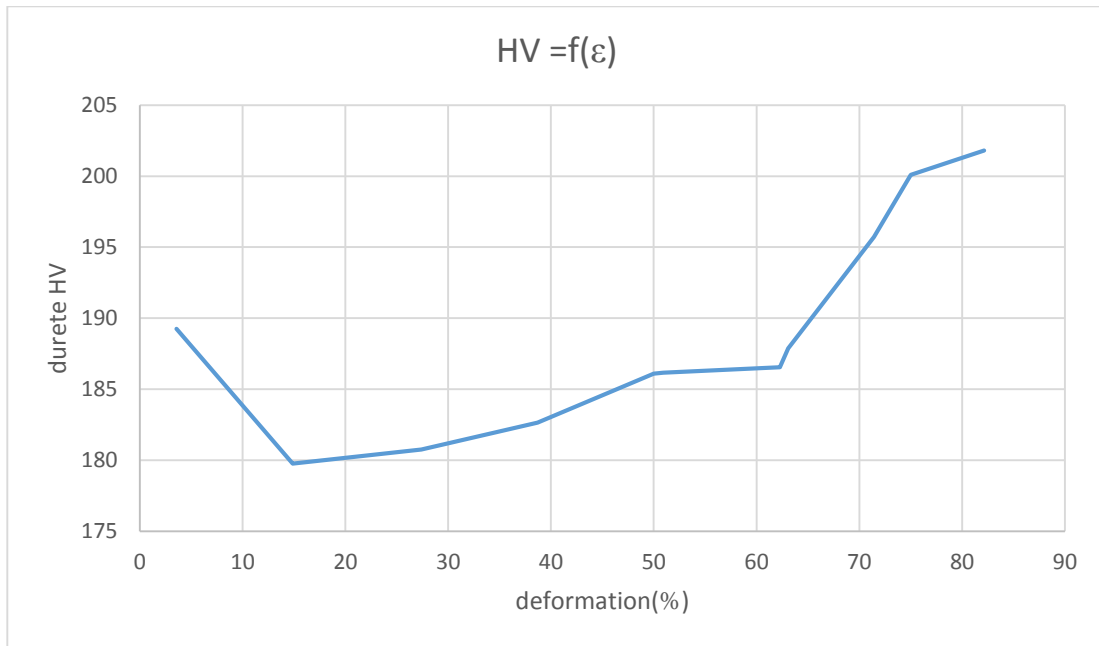


Figure. IV.3 : Evolution de la dureté du matériau comme fonction de la déformation reçue.

IV.6 : Commentaires et interprétations

La figure IV.3 exprime l'évolution de la dureté du matériau durant le procédé de fabrication des baguettes de brasure. Les ébauches initiales sont fabriquées par coulée continue puis coupées aux dimensions voulues. Après la coulée continue et avant toute déformation, les ébauches ont subies un traitement d'homogénéisation de la structure à une température de 550 °C pendant une (01) heure puis refroidies à l'air libre. En mesurant la dureté juste après la coulée continue on trouve une valeur d'environ 190 Hv. Après le traitement d'homogénéisation, cette valeur de dureté chute jusqu'à 180 Hv. La différence entre ces deux valeurs est due au fait que la structure de coulée est très hétérogène. C'est une structure de type basaltique à forte variation granulométrique entre la surface extérieure et le cœur central, en plus des ségrégations et des contraintes résiduelles d'origine thermique (dislocations). Tous ces phénomènes combinés font que le matériau est dur (190 Hv). Une fois le matériau homogénéisé aux conditions mentionnées ci-dessus, les dislocations disparaissent, les grains sont plus homogènes, la chimie du matériau est uniforme à travers le matériau, d'où la chute de dureté observée avant la déformation par étirage (180 Hv). Durant la déformation, les grains s'allongent dans le sens de l'étirage. La densité de dislocation augmente d'où l'augmentation progressive de la dureté du matériau étiré à mesure que le nombre de passes augmente. Cependant, aux dernières passes, on remarque une augmentation rapide de la dureté. Cela peut s'expliquer par l'effet cumulatif des dislocations mais aussi à la précipitation de phases plus dures qui apparaissent durant les recuits de recristallisation effectués avant les deux dernières passes.

Durant le procédé d'étirage, nous avons une déformation plastique qui est à l'origine d'un mouvement de dislocations. Cette déformation provoque une modification générale de ses propriétés mécaniques. Car sous l'effet de l'écroutissage nous aurons une création d'autres dislocations qui interceptent le plan de glissement des dislocations mobiles. Ce phénomène est appelé durcissement structural par écroutissage. D'autre part l'importance du nombre des grains conduit à un grand nombre de joints des grains et ces derniers constituent un obstacle pour le mouvement des dislocations. De ce fait le durcissement obtenu sera plus important ce qui conduit à une augmentation des propriétés mécaniques du fil tréfilé et en particulier sa dureté. Cependant les conditions de fragilité qui mènent à la rupture seront d'autant plus accrues.

Après la déformation, le matériau tréfilé subit un recuit de recristallisation toujours à 550 °C pour des périodes de temps différentes. Cette période est choisie telle que le matériau soit totalement recristallisé. A la fin de la recristallisation, l'échantillon est retiré du four puis laissé se refroidir à l'air jusqu'à l'ambiante. Une fois refroidi, on procède au polissage et on mesure la dureté. Les résultats sont présentés dans le tableau suivant.

Tableau. IV.4 : dureté des échantillons après recuit de recristallisation.

échantillon	essai1(HV ₃₀)	essai2(HV ₃₀)	essai3(HV ₃₀)	moy(HV ₃₀)
P 1 2 R	120,4	120	119,3	119,9
p 3 4 R	123,5	129,3	122,7	125,1667
p 7 8 R	126,9	122,5	128,8	126,0667
P 9 10 R	131,9	131,8	131,3	131,6667
p 11 12R	136,4	134,8	137,1	136,1
p 13 14 R	132,3	131,7	128,9	130,9667
p 15 16 R	135,6	128,8	133,4	132,6
p 17 18 R	130,9	135,6	134,9	133,8
p 19 20 21 R	141,3	141,2	136,3	139,6
produit fini (après étirage)	204,7	210,2	208,7	207,8667

En utilisant les données du tableau. IV.4 ci-dessus, on trace l'évolution de la dureté du matériau recristallisé comme fonction de la déformation reçue dans la figure. IV.4 ci-dessous.

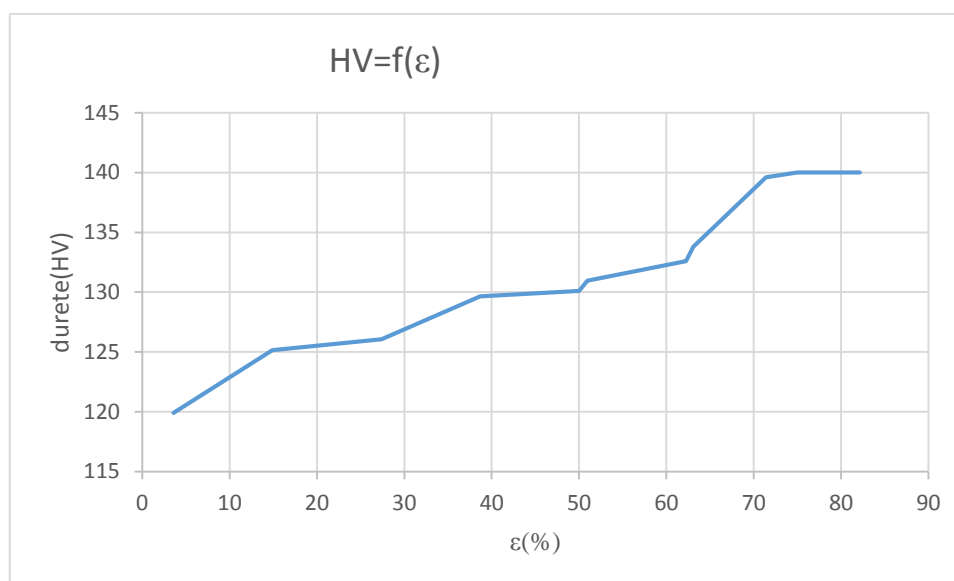


Figure .IV.4 : Evolution de la dureté de l'alliage étiré après recuit de recristallisation.

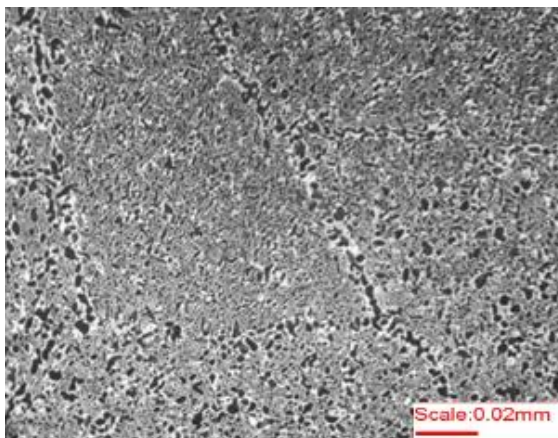
IV.6 : Commentaires et interprétations

Comparé à la figure VI.2, qui représente le profil de dureté du matériau à l'état déformé, la figure.VI.3 ci-dessus indique une chute importante de la dureté du même matériau, mais à l'état recristallisé. Dans l'état déformé, la dureté évolue dans l'intervalle [180-200] Hv. A l'état recristallisé, cette dureté évolue dans l'intervalle [120-140] Hv. Dans les deux cas on constate que la différence est la même entre les minimums et les maximums soit une valeur de 20 unités. Ce qui est insignifiant. Durant le recuit de recristallisation, il se produit un double phénomène; une recristallisation de la structure écrouie ainsi qu'une précipitation de trois phases de couleur noire, blanche et grisâtre visibles sous microscope optique ainsi que plusieurs autres phases non visibles comme le suggère le tableau.6 du chapitre de description du procédé de fabrication. Ces phases notées : β , γ , ϵ ...etc. sur le diagramme ternaire de cet alliage, sont assez dures comparées à la matrice.Elles peuvent être de composition Ag-Cu ; Ag-Zn ou Cu-Zn. Donc durant le recuit, on assiste à un affinement structural par germination et croissance de grains fins ainsi qu'à une précipitation et croissance de phases durcissantes mentionnées ci haut. Il devient donc clair que les deux transformations structurales sont à l'origine de l'augmentation de la dureté du matériau que la figure.VI.3 illustre parfaitement.

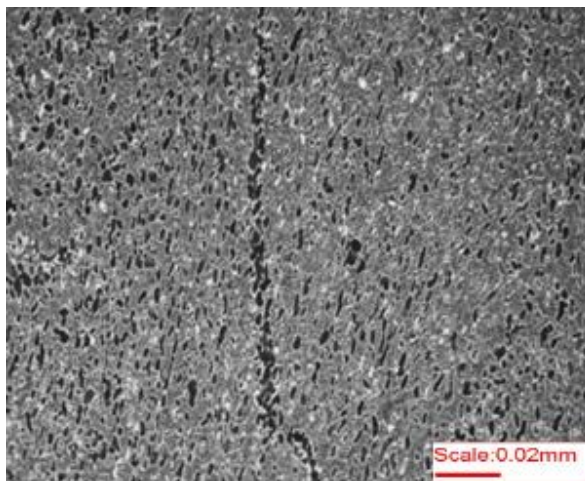
IV.7.Observation microscopique des différentes microstructures du matériau étiré

Pour mieux comprendre les phénomènes qui se produisent dans le matériau étiré, nous avons procédé au prélèvement d'un échantillon sur la barre étirée après chaque passe. C'est ainsi qu'entre la 7^{ème} et 8^{ème} passe, nous avons assisté à une rupture de

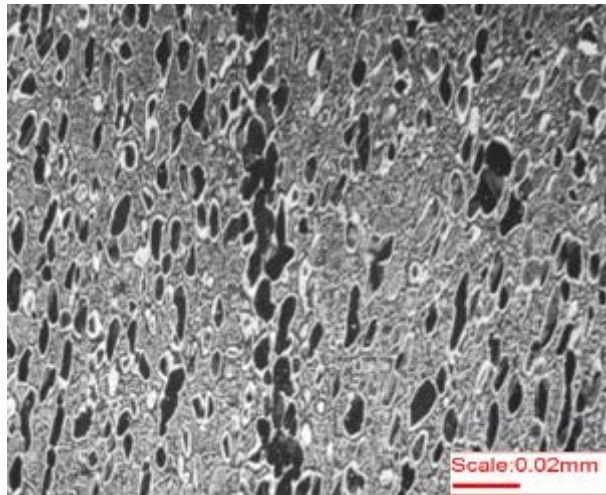
l'ébauche. La série de micrographies montrées en figure. IV.5 ci-dessous illustre la microstructure du matériau aux 7^{ème} et 8^{ème} passe d'étirage. D'après ces micrographies, on constate que les précipitations des phases dures se font préférentiellement sur les joints de grains comme le montre la figure .IV.5a. On constate donc que lorsque la fraction des phases dures est grande, celles-ci coalescent en formant un chapelet de particules dures autour desquelles le métal doux coule par cisaillement causant des porosités en chaîne qui conduisent fatalement à la rupture. Ceci est parfaitement illustré par la figure .IV.5b. Cette figure montre la coalescence des particules de seconde phase dans le sens transversal (sens de l'étirage). Ainsi ces particules dures sont elles aussi allongées dans le sens de l'étirage. Et lorsque les conditions de probabilité de rencontre de plusieurs particules sont réunies, celles-ci coalescent ensemble pour former une chaîne de particules et de porosités pour former un nid de microfissures à partir duquel se déclenche la grande fissure qui provoque la fracture catastrophique. Ce phénomène est parfaitement illustré par la figure .IV.5c dans la section transversale avec un grossissement plus grand. Il faut rappeler ici, que l'interface matrice-précipité est très incohérente (faible), ce qui favorise l'initiation des fissures, leur coalescence et la rupture.



(a) G=200X (section normale).



(b) G=200X (section transversale).



(c) G=500X (section transversale).

Figure.IV.5 : Début de formation d'une fissure entre la 7^{ème} et 8^{ème} passe avant recuit de recristallisation.

En procédant au recuit du même matériau, on constate une augmentation de la fraction des précipités ainsi qu'une croissance de leurs tailles comme le montre la figure .IV.6 ci-dessous. Il faut remarquer ici que la fraction des particules noires responsables de la formation des fissures est plus grande que les autres phases réunies.

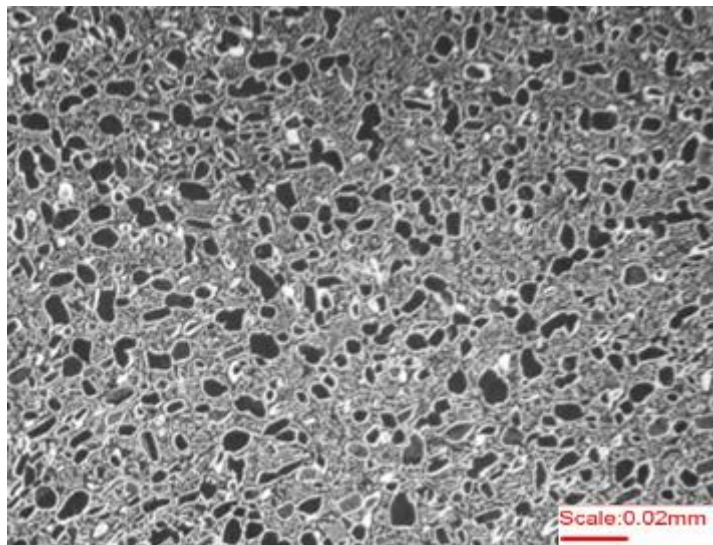
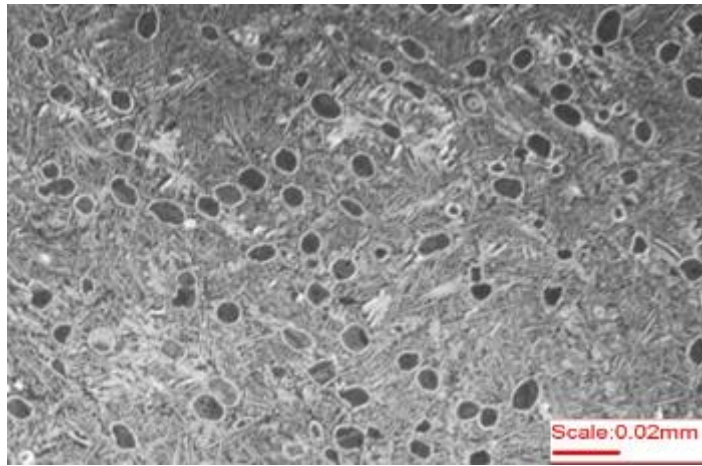
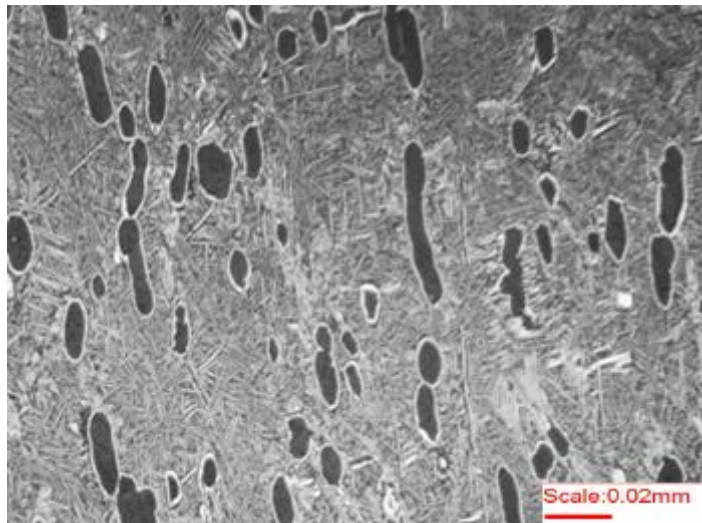


Figure.IV.6 : Evolution de la fraction des précipités entre la 7^{ème} et 8^{ème} passe après le recuit à 550 °C. (Section normale) : G = 200X.



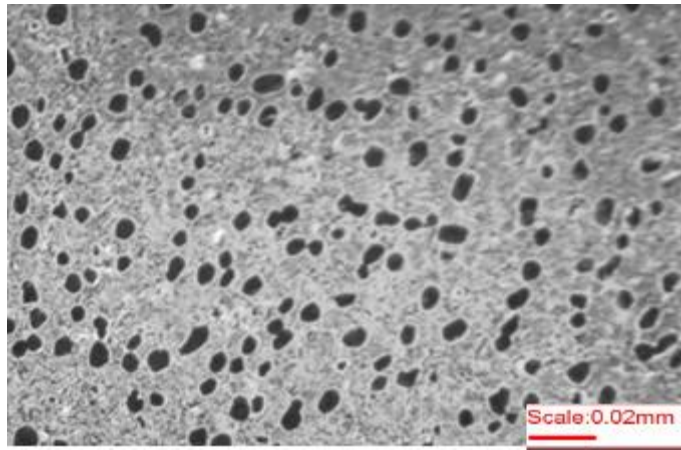
(a) section normale.



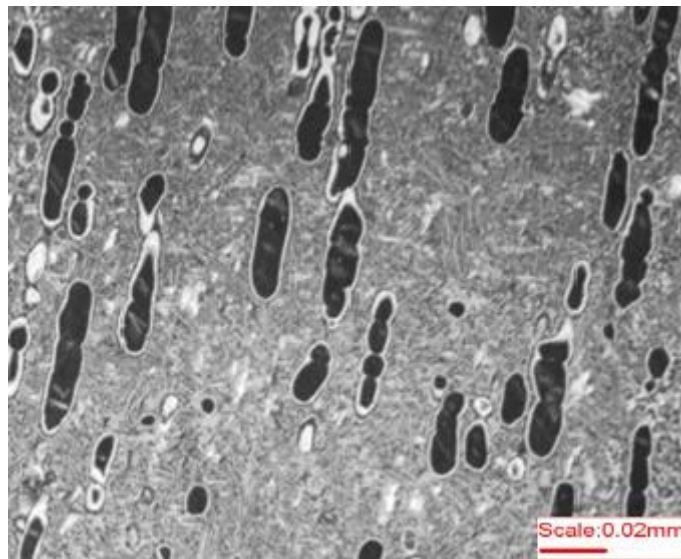
(b) section transversale.

Figure .IV.7 : Evolution de la microstructure entre la 11^{ème} et 12^{ème} passe avant recuit de recristallisation.

En arrivant vers la 11^{ème} et 12^{ème} passe, le métal devient plus écroui et fortement disloqué. Comparé aux micrographies précédentes, on peut voir que les précipités sont plus allongés comme le montre la figure .IV.7b. On peut voir également sur cette micrographie un début de rupture de certaines particules de seconde phase. Ultérieurement, ces particules peuvent être le siège d'une concentration de contraintes d'où peuvent s'initier des fissures qui mèneront à la rupture.



(a) section normale



(b) section transversale.

Figure .IV.8 : Evolution de la microstructure entre la 17^{ème} et 18^{ème} passe avant recuit de recristallisation $G=500X$

Entre la 10^{ème} et la 17^{ème} passe, la variation de la déformation est faible comme l'indique l'histogramme de la figure .IV.2, d'où la faible variation des diamètres de seconde phase montrés en figure .IV.7a et Figure .IV.8a.

IV.8 .Analyse de la fraction des précipités

Tableau IV.5 : Résultats d'analyse de la fraction des précipités.

Nombre des passes	Surface des précipites (μm^2)	Surface total (μm^2)	Fraction des précipite(%)
P 1-2	22345	223	1,01
P 3-4	24334	4202	17,27
P 5-6	39675	7387	18,62
P 7-8	39873	7137	17,9
P 9-10	46322	8245	17,8
P 11-12	49598	9041	18,23
P 13-14	50582	11886	23,5
P 15-16	78539	21598	27,5
P 17-18	89278	25747	28,84
P 19-20-21	112284	32708	29,13
P 22-23-24	112713	33881	30,06

Pour comprendre d'avantage les phénomènes structuraux qui mènent à la rupture des baguettes pendant l'étirage, nous avons jugés utile de mesurer la fraction des précipités ainsi que la taille moyenne des grains recristallisés à travers les passes. Le tableau .IV.5 ci-dessus récapitule l'évolution de cette fraction toute taille, forme et nature confondues. Ce travail a été fait a l'aide du logiciel 'imaj j' sur plusieurs plages et dans chaque échantillon depuis la première jusqu'à la dernière passe d'étirage. Les résultats du tableau sont utilisés pour tracer l'évolution de cette fraction des précipité comme fonction de la déformation reçue comme le montre la figure .IV.9 ci-dessous.

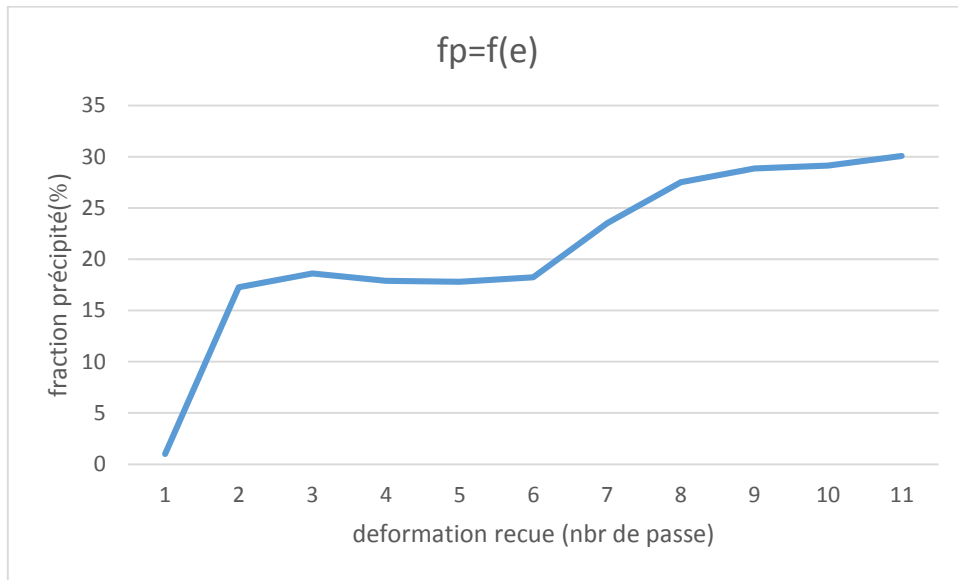


Figure. IV.9 : fraction des précipité en fonction de la déformation reçue.

IV.9. Commentaires et interprétations

La courbe de la figure .IV.9 ci-dessus peut être subdivisée en trois parties distinctes. La première partie montre une augmentation rapide de la fraction des précipités. Cette partie traduit l'évolution de la fraction entre la 1^{ère} et la 3^{ème} passe d'étirage. La deuxième partie montre une fraction plutôt stationnaire entre la 3^{ème} et 13^{ème} passe. Enfin une troisièmepartie montrant une croissance de cette fraction depuis la 13^{ème} jusqu'à la 24^{ème} et dernière passe. Après la coulée continue et avant toute déformation, la fraction des précipités est très faible (1,01%). Cette faiblesse peut s'expliquer par le fait que tous les précipités sont dissous dans le bain métallique et qu'à la fin de la solidification, le métal se refroidit rapidement ce qui réduit les chances d'une précipitation. Après 3 passes de déformation et recuit de recristallisation, la surface totale des joints de grains augmente, ce qui augmente les chances de la précipitation ; car les sites préférentiels de germination des précipités sont les joints de grains. Cette fraction est d'un ordre moyen de 18% et elle reste constante jusqu'à la 12^{ème} passe. La troisième partie du graphe indique une progression croissante de la fraction des précipités pour atteindre une valeur maximale de l'ordre de 30% dans les trois dernières passes. Il faut signaler ici que la majorité des ruptures se produisent justement durant la 24^{ème} et dernière passe [d'après les responsables d'AGENOR]. Ces ruptures peuvent donc être facilement liées à la fraction élevée de la phase dure précipitée avant cette passe comme nous l'avons montré précédemment.

IV.10. Analyse de la microdureté des phases en présence

Après avoir établi le lien entre les différents éléments microstructuraux et la formation des fissures qui mènent à la rupture, nous avons jugé utile de mesurer la microdureté de ces éléments pour renforcer ce lien et établir la relation de cause à effet entre ces éléments microstructuraux, leur microdureté et la rupture. A l'aide d'un microduremètre, nous mesurons la dureté de ces phases et les résultats sont rassemblés dans le tableau .IV.6 ci-dessous.

Tableau .IV.6 : résultats de la microdureté des précipités et de la matrice.

échantillons	microdureté précipités(HV _{0.01})			microdureté matrice(HV _{0.01})		
	essai 1	essai 2	moyenne	essai 1	essai 2	moyenne
P 3-4	166,7	168,2	167,45	124,3	121	122,65
P 5-6	158	154,6	156,3	122	134,8	128,4
P 9-10	164,2	163,2	163,7	133,6	140,6	137,1
P 17-18	181,1	180	180,55	144,2	135,5	139,85

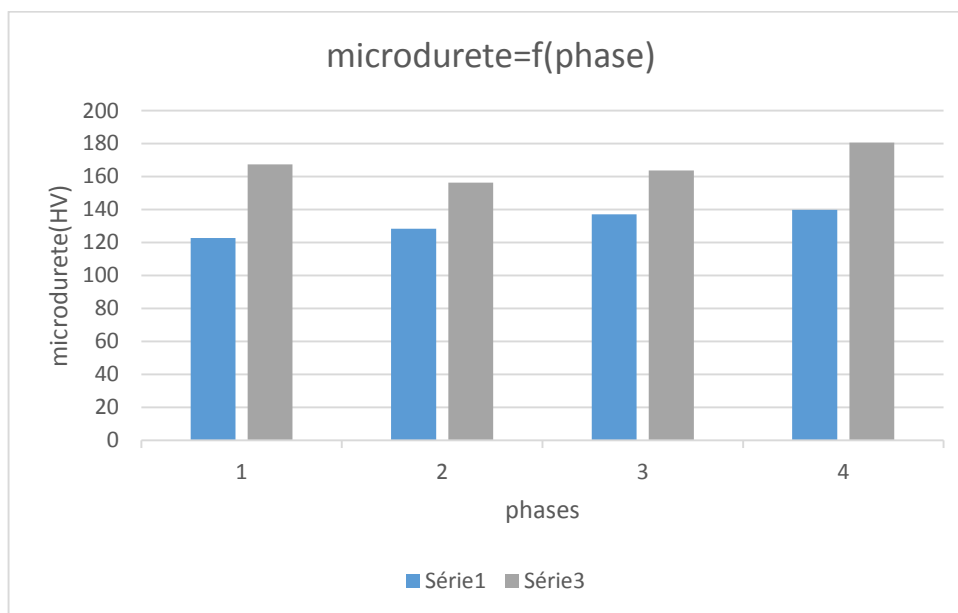


Figure .IV.10 : comparaison entre la microdureté de la matrice et celle des précipités

Serie1 : matrice.

Serie2 : précipité.

La mesure de la microdureté nous a permis de renforcer le lien entre les ruptures qui se produisent durant l'étirage et la microstructure locale à l'endroit de la rupture. En effet durant l'étirage, les différentes phases en présence ainsi que la matrice ne se déforment pas de la même façon. C'est à dire que l'écoulement du métal est différent d'une phase à une autre. Selon leur dureté, on peut dire sans risque de se tromper que le métal de la matrice coule plastiquement par cisaillement autour des particules dures des différents précipités. Cet écoulement provoque des porosités qui coalescent pour former localement des conditions favorables à la rupture.

Donc on peut conclure maintenant basé sur les résultats précédents, que la principale cause qui est responsable de la rupture des baguettes de brasure, est les précipitations formées lors du refroidissement à l'air après le recuit.

IV.11. Recuit de recristallisation

Pendant la fabrication des baguettes de brasure par AGENOR, on procède après quelques passes à des recuits de recristallisation pour adoucir le matériau et continuer sa déformation par étirage. Comme nous l'avons montré auparavant, durant le recuit il se produit une recristallisation ainsi qu'une précipitation de plusieurs phases. Nous avons montré le lien entre la précipitation et la rupture, on doit montrer le lien entre la recristallisation et la rupture. Pour cela on procède à des recuits d'échantillons dans le four pendant des périodes de temps différentes jusqu'à l'obtention de la recristallisation totale de l'échantillon. Avec "l'imaj j" on calcule la taille moyenne des grains recristallisés comme indiqué dans le tableau. IV.7 suivant :

Tableau .IV.7 : taille moyenne des grains lors de la recristallisation totale.

Echantillons	Surface moyenne des grains (μm^2)	Taille moyenne des grains (μm)
P 1-2	14403,41	188,7632
P 3-4	13041	155,7934
P 5-6	5157,29	136,4523
P 7-8	4534,78	139,9482
P 9-10	4068,28	140,4473
P 11-12	3711,69	139,6835
P 12-13	2852,99	133,0678
P 14-15	2545,34	143,9959
P 17-18	2323,48	147,6128
P 19-20-21	1929,05	151,203
P 22-23-24	1900,37	158,6878

Les résultats du tableau ci-dessus sont utilisés pour tracer la courbe d'évolution comme suit :

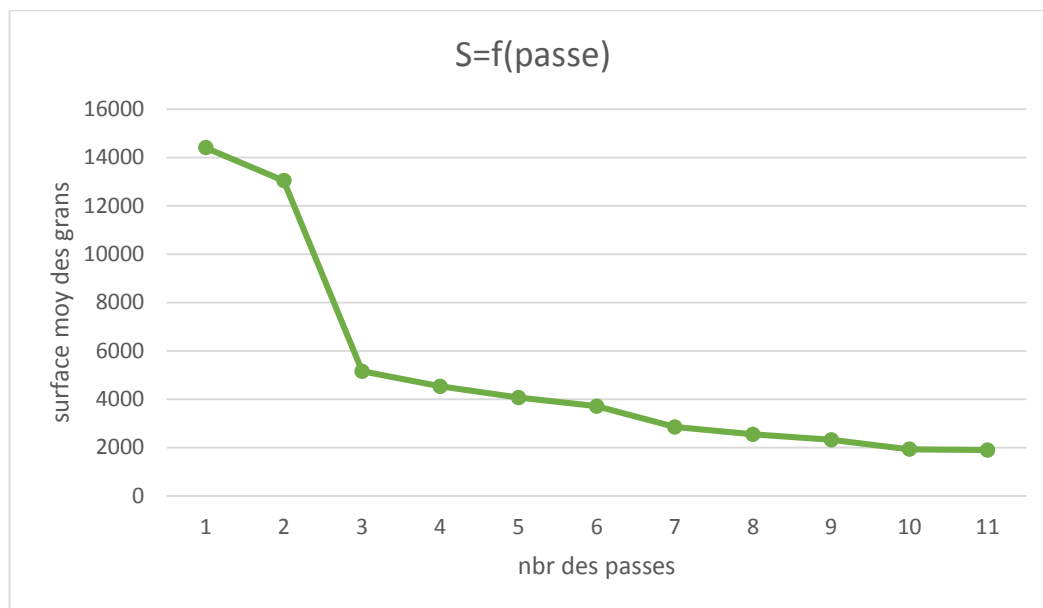


Figure .IV.11: Evolution de la surface moyenne des grains recristallisés totalement comme fonction du nombre de passes reçues.

La figure .IV.11 ci-dessus indique que plus le nombre de passe augmente, plus la surface moyenne des grains diminuent. En effet, l'augmentation du nombre de passe signifie l'augmentation du taux de déformation. Et nous savons que lorsque la déformation augmente, l'énergie emmagasinée dans le matériau augmente et les sites de germination aussi. Le résultat après le recuit est l'obtention de grains fins avec des surfaces plus petites. Traduit en termes de diamètre des grains, l'augmentation du nombre de passe provoque une réduction de la taille des grains comme le montre clairement la figure .IV.12 ci-dessous.

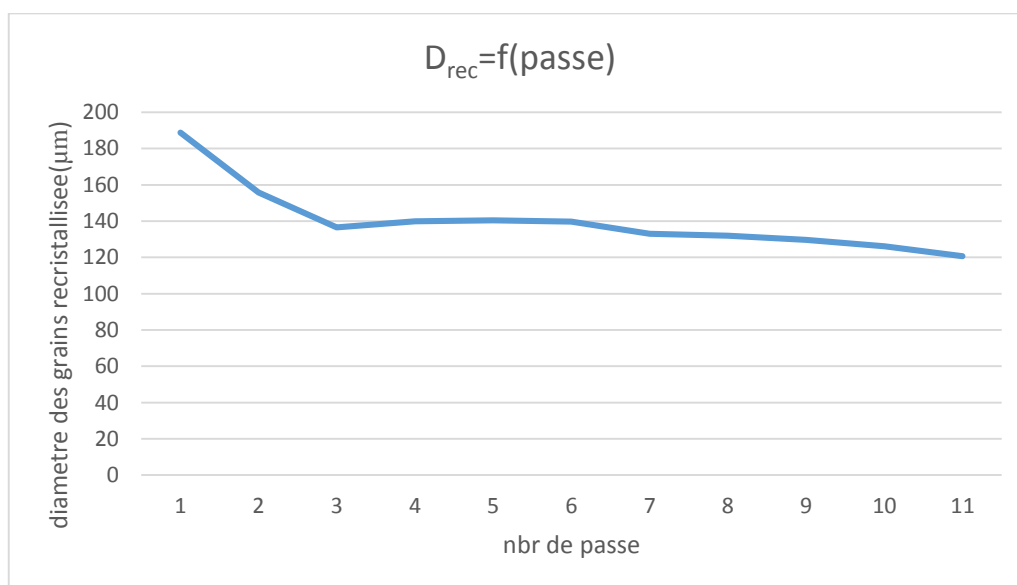
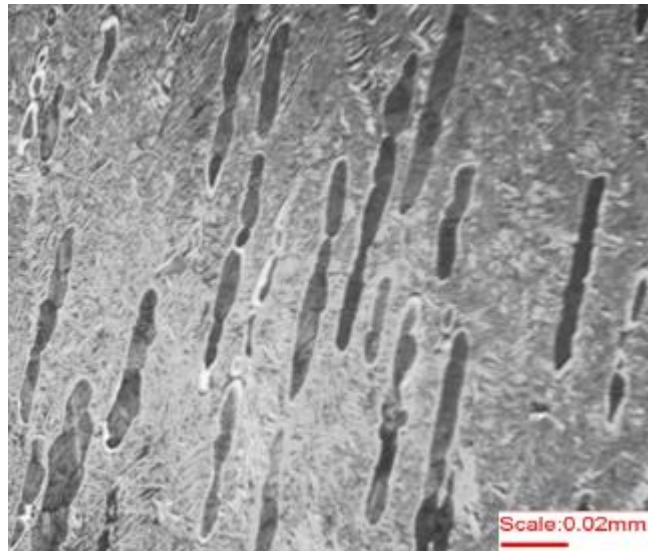


Fig. IV.12 : Evolution du diamètre moyen des grains recristallisés comme fonction du nombre de passes. $T_{\text{rec}} = 550 \text{ }^{\circ}\text{C}$

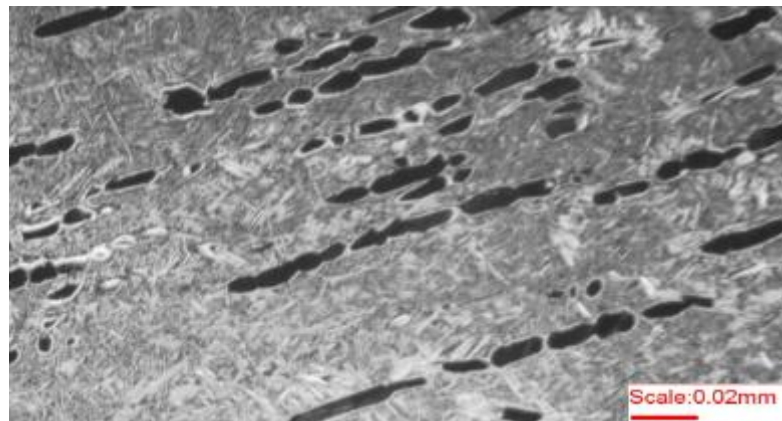
IV.12. Commentaire et interprétation :

Nous remarquons d'après la figure .IV.12 une diminution rapide de la taille des grains aux trois premières passes. Cette diminution correspond à l'augmentation de la fraction des précipités montrée en figure .IV.9 ainsi qu'à l'augmentation de la dureté du matériau montré en figure .IV.4. Ses trois figures sont en parfaites symbiose scientifiquement parlant. Du point de vue de la relation entre la recristallisation et la rupture, il faut dire qu'à une structure de grains fins correspond une fraction de précipité plus grande ce qui favorise les conditions de formation des microfissures, leurs coalescence et éventuellement la rupture comme il a été démontré auparavant.

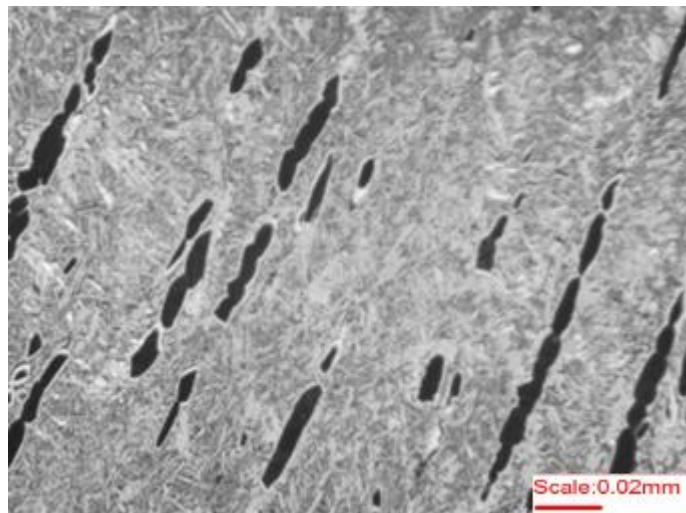
Pendant la recristallisation, les germes naissent dans les endroits à forte densité de dislocation et d'énergie stockée. La diminution lente de la taille des grains recristallisés après la 3^{ème} passe montrée dans la figure .IV.12 peut être attribuée aux précipités. Ces derniers jouent un rôle très important dans le freinage du mouvement des joints de grains comme il a été rapporté par plusieurs travaux sur plusieurs métaux et alliage mentionnés dans la partie bibliographique.



(a) section transversale G=500X.



(b) section transversale G=500X.



(c) section transversale G=500X.

Figure .IV.13 : Evolution de la microstructure à la dernière passe (produit fini) avant recuit de recristallisation.

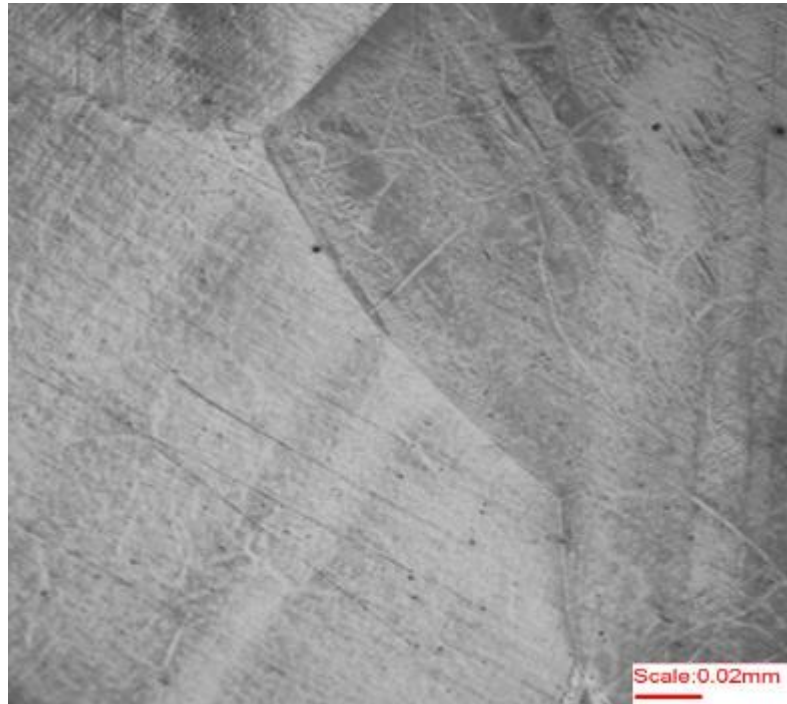
IV.13 Commentaire et interprétation

La série de micrographies montrées en figure .IV.13 sont celle du produit fini obtenu après 24 passes d'étirage à froid. C'est ici que les ruptures se produisent le plus souvent selon les responsables d'AGENOR. On peut constater d'après cette figure que les particules de seconde phase (noires) sont très allongées comparées aux passes précédentes. Ici la déformation est tellement grande que certaines particules commencent à se casser en plusieurs fragments (voir figure .IV.13b et c. Cette fragmentation peut constituer des endroits de forte déformation locale et donc des sites potentiels de concentration de contraintes et d'initiation des fissures menant à la rupture. Nous pensons que l'initiation d'une fissure est une question de probabilité de concentration de plusieurs particules de seconde phase dans un volume réduit du métal étiré. Si cette probabilité est forte la fissuration se produit et la rupture est inévitable.

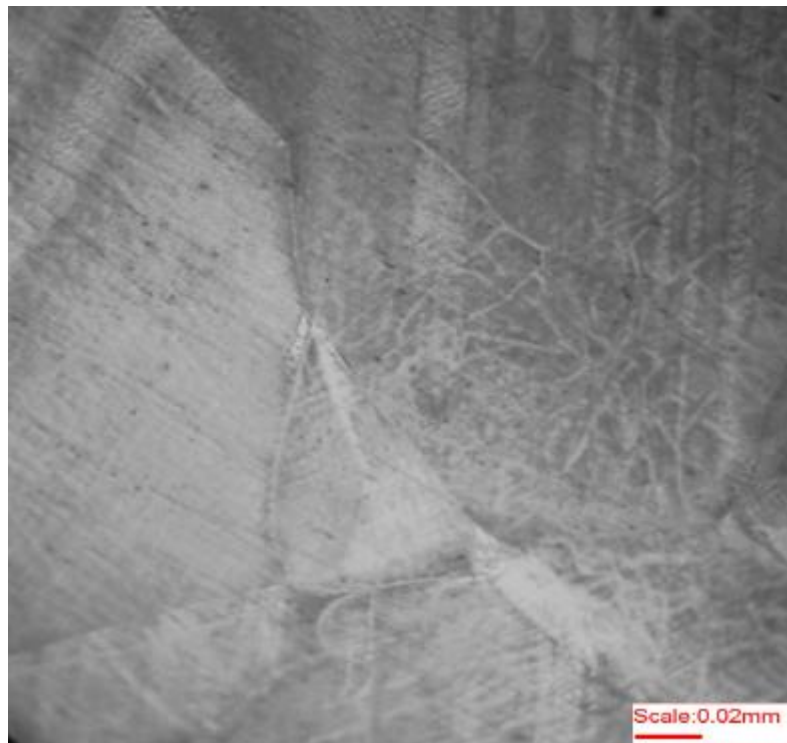
IV.14 traitement de mise en solution

Après avoir établi le lien entre le phénomène de précipitation et la formation des fissures qui mènent à la rupture, Il est maintenant nécessaire et important de proposer à AGENOR les conditions microstructurales qu'il faudrait réunir dans le métal étiré afin d'éviter sa rupture. Pour cela la solution évidente à ce problème c'est d'éviter la présence de toute précipitation dans l'alliage durant tout le processus de fabrication.

Pour cela un traitement de mise en solution de ces précipités est préconisé. C'est à dire une dissolution dans la matrice de toutes les phases en présence. Pour atteindre cet objectif, on chauffe l'alliage pendant 30 minutes à une température de 600 °C. Pour éviter une re-précipitation, on trempe l'alliage dans l'eau immédiatement après la sortie du four. L'échantillon traité a été prélevé sur la barre qui a rompu à la 7^{ème} passe de tréfilage. Le résultat de ce traitement est montré par les micrographies de la figure IV.14 ci-dessous.



(a) G=500x.



(b) G = 500x.

Figure .IV.14: Microstructure de mise en solution des précipités de l'alliage étudié.
T=600 °C, t=30 min. G=200x.

IV.15. Discussion et Interprétation

Les micrographies (a) et (b) de la figure ci-dessus, indiquent une dissolution totale des précipités présent antérieurement dans le matériau. La dureté mesurée dans ces conditions est de 138Hv. Cependant une croissance des grains assez importante est observée. Cette croissance n'a été possible qu'à la dissolution des précipités qui empêchaient le mouvement des joints de grains. Aussi, cette croissance peut être favorable pour la suite du travail à froid du métal étiré, car la structure est plus douce. Cependant pour les propriétés de résistance elle peut être défavorable. Ce problème peut être résolu à la dernière passe par un choix judicieux de la température et du temps de recuit qui fera l'objet d'une étude séparée dans le travail expérimental menant au diplôme de master.

IV.16. Traitement de mise en solution suivi d'un revenu

Après la mise en solution à 600 °C pendant 30 min, un traitement de revenu a été appliqué au même matériau à une température de 300 °C pendant 30 minutes. L'objectif de ce traitement est de montrer la possibilité d'un contrôle d'une reprecipitation des phases durcissantes s'il y'a besoin d'une amélioration des propriétés de résistance des baguettes de brasure après la dernière passe. Les résultats de ce traitement sont illustrés par les micrographies de la figure .IV.15 ci-dessous.



(a) G=200x



(b) G=500x.

Figure .IV.15: Microstructure de l'alliage après mise en solution à 600 °C suivi d'un revenu à 300 °C pendant 30 minutes.

Après ce traitement, nous mesurons la dureté du matériau revenu, et les résultats sont donnés dans le tableau .IV.8 ci-dessous.

Tableau .IV.8 : Résultat de la microdureté de l'alliage après traitement de mise en solution suivi d'un revenu à 300 °C pendant 30 minutes.

Echantillon 7 ^{ème}	Essai 1	Essai 1	Essai 1	moyenne
micro dureté HV 0,01	150,1	147,7	149,1	148,66

IV.17 Commentaires et interprétations

Les micrographies ci-dessus montre une structure en bande à l'intérieur des grains, avec un début de précipitation des phases durcissantes par germination préférentielle aux points triple (rencontre de 3 joints de grain) ainsi qu'aux joints de grains eux mêmes comme le montre clairement la figure .IV.15a. Cette même figure indique également un début de germination intra-granulaire sur le joint de bande. Les deux premiers sites sont le siège d'une forte énergie très favorable à la diffusion atomique pour la formation des précipités plus particulièrement les points triples. La figure .IV.15b montre avec un plus grand grossissement la structure en bande à l'intérieur des grains précédent. Ces bandes en escalier peuvent être soit des joints de macles, soit des bandes de **Luders**. A l'intérieur de ses bandes on peut voir une microstructure lamellaire d'une seconde phase qui peut constituer un prélude à la formation de germes de forme sphérique avec l'augmentation du ou de la température du revenu. Concernant la dureté on observe une augmentation relative de cette propriété pour atteindre une valeur de 148 Hv. Soit 10 unités de plus qu'à l'état de mise en solution. Cette augmentation est le résultat direct de la reprécipitation.

IV.18 Conclusion générale

Cette étude a été consacrée à l'effet de différents traitements thermiques et de déformation plastique sur la précipitation discontinue et la recristallisation de l'alliage Ag30-Cu40-Zn28-Sn2.

Dans ce travail on a essayé de comprendre les raisons exactes qui provoquent la rupture durant le procédé de fabrication des baguettes de brasure. Nos investigations ont porté sur l'analyse d'échantillons pris directement dans la chaîne de production de ces baguettes. Cette analyse s'est portée sur la recherche d'indices évidents qui peuvent conduire à la rupture. C'est à travers l'analyse des microstructures et du durcissement structural que ces indices ont été trouvés.

Les nombreux résultats expérimentaux obtenus ont permis de tirer les conclusions suivantes :

- La principale cause de la rupture des baguettes de brasure c'est la précipitation d'une nouvelle phase dans l'alliage qui est plus dure que l'alliage lui-même (matrice).
- l'évolution de la fraction des précipités dans cet alliage reste croissante après chaque passe de tréfilage.
- le refroidissement à l'aire effectué par l'entreprise AGENOR augmente la fraction des précipités et la probabilité de rupture.
- les résultats de dureté montrent que plus la déformation augmente plus la dureté augmente.
- Les résultats de recuit de recristallisation montrent que plus le temps de recuit augmente plus la fraction des précipités augmente aussi.
- La rupture qui se produit parfois sur la ligne de production de ces baguettes n'est pas systématique. C'est plutôt une question de probabilité de rencontre de plusieurs particules de seconde phase sous forme d'une chaîne fragile qui cause la rupture.

IV.19. Recommandations pour AGENOR

A la lumière de cette étude, nous avons montré que les précipités sont la cause principale des ruptures durant l'étirage à froid chez AGENOR. Donc pour éviter les ruptures des baguettes durant le tréfilage, nous faisons pour AGENOR une seule recommandation : Après chaque traitement de recuit de recristallisation, il faut toujours **tremper** dans l'eau les barres tréfilées. La trempe dans l'eau évite la précipitation et doit donc se faire **immédiatement** après la sortie du four de ses barres, car la cinétique de précipitation est très rapide.

CONCLUSION

CONCLUSION GÉNÉRALE

Dans ce travail on a essayé de comprendre les raisons exactes qui provoquent la rupture durant le procédé de fabrication des baguettes de brasure. Notre étude est portée sur l'analyse d'échantillons depuis la filière fusion jusqu'à la filière étirage. Cette analyse s'est portée sur la recherche d'indices évidents qui peuvent conduire à la rupture. C'est à travers l'analyse des microstructures et du durcissement structural que ces indices ont été trouvés.

L'observation au microscope Optique a permis de conclure que l'écroutissage par tréfilage à froid entraîne une déformation des grains par allongement dans la direction du tréfilage

Ces grains, qui étaient orientés de façon aléatoire dans le fil machine (matière première) vont prendre une orientation parallèle à la direction de tréfilage, de même leurs formes plus au moins isotrope à l'état recristallisé. Dans le fil brut, tendant à augmenter dans le sens du tréfilage.

Ces changements de structure influent considérablement sur les propriétés mécaniques du fil dont la dureté, la limite élastique, la résistance à la rupture et l'allongement.

Cependant, il faut noter que les programmes à réductions régulières par passes donnent des contraintes de tréfilage croissantes. Bien que l'étirage à froid provoque une forte anisotropie structurale cependant.

En effet cette étude permet de prévoir le comportement du métal aux traitements thermiques effectués, tel que le traitement de mise en solution suivi d'une trempe à travers les variations des propriétés du fil. Un traitement de mise en solution permet d'éviter la rupture de baguette de brasure fabriqué à la société des métaux précieux AGENOR.

Nous pensons qu'une étude détaillée de l'influence de la déformation à froid sur la structure du fil ne sera que bénéfique pour l'industrie du tréfilage dans la mesure où elle permettra une meilleure maîtrise des produits. Etant donné que l'alliage étudié (Ag-Cu-Zn-Sn) nous a été difficile de distinguer entre les phases des précipité en présence.

- [1] **CALLISTER.Jr et WILIAM.D.** “science et génie des matériaux” Ed : dunod (2007).
- [2] **BAILLON JB, DORLOT JM.** “Science des matériaux”. Ed : montérial, press international polytechnique (1990).
- [3] **GORDON JE.** “Structure et Matériaux. L’explication mécanique” des formes Pour La Science Diffusion Belin, 1994, 213p.
- [4] **KURZ .WK, MERCIER .JP, ZAMBELLI.G** ‘Introduction à la Science des Matériaux. Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 1995, 404p.
- [5] **LE MEN .A** ‘Propriétés mécaniques des biomatériaux de restauration en métallurgie ‘, Editions techniques 2003.
- [6] **M.ASHBY, D.JONES** “matériaux propriétés et application”. Ed : dunod, paris (1998).
- [7].**M.BERVEILLER, A.ZAOUI.** “Modélisation de la déformation plastique des poly cristaux”. Fiche M48 technique de l’ingénieur.
- [8]. **HAESSNER.F.** “Recrystallization of metallic materials”. Ed : reidrer-verlage, stuttgart (1978).
- [9] **V.NOVICOV.** “Grain groth and control of microstructure and texture in polycrystalline matériel”.press, boca reton, FL.USA .p 24-29 (1988).
- [10] **S.BENSAADA.** “Science des materiaux”. Thèse de doctorat, université de Batna (2005).
- [11] **BERNARD, J.MAIKEL, A.PHILPERT** “génie des matériaux”.p 204 (1972).
- [12] **M .A.GHORBEL .**’analyse numérique de la déformation des dislocations et application a l’homogénéisation’p 257 (2000).
- [13] **G.SAADA.**’L’état métallique –déformation plastique’ ’technique de l’ingénieur M45 (1995).
- [14] **LIAO.G.** “Etude de cinétique de recristallisation étude vitesse de migration des joints du grain de métal écroui”. Université de Nantes (1988).
- [15] **SMAIN BERAHLA.** “recristallisation et restauration des matériaux ”. Mémoire de magister, université de Constantine p 21 (1986).
- [16] **ALAIN ISORE,** Thèse de doctorat école polytechnique fédérale Lausanne p 24. (1973).
- [17] **BOUKHAROUBA ABD ELMALEK,** Mémoire magister université oued Khaibar Biskra p 8 ; 9. (1992).
- [18] **JACK.R.** “Le tréfilage”. P 39 Ed : reiderer-verlage, stuttgart (1982).
- [19] **G.BERNARD.** “métallurgie général”. Ed : maison, CIE(1969).
- [20] <http://www.polymerestechologies.com/index.php>,site web

- [21] **AFER.H** "étude de la texture des fils de cuivre en fonction de écrouissage engendré par le tréfilage" Mémoire de magister université de Constantine (2003).
- [22] **C.ZENZR.** "privât communication" p 15 P 175 (1978).
- [23] **G.BERMADEN** "métallurgie général" 'Ed dunod, p 201.
- [24] **O.DIMITROV, R.ROMAGEAU** "recristallisation of matériaux" 'Ed : reidererverlage, stuttgart P 137 (1990).
- [25] **A.ROSS.P BASTIN** "Précis de métallurgie appliqué ". Ed ; dunod p 56, (1998).
- [26] **K.T.AUSTAND AND J .W.PUTTER** "Transition of metallurgical of A.I.M.E".vol 215 P 119, (1998).
- [27] **G.R.SPEICH AND R.M .FISCHER.** "Recristallisation grain growth and textures ". Ed : ASM, P 563, (1966).
- [28] **LAVEROX.M.** "Mise en forme des aciers inox par tréfilage". Cite la revue de métallurgie(1993).
- [29] **SIMONNET.G.** "Tréfilage des aciers".M 645.institut des matériaux métallique, Tech de l'ingénieur(1996).
- [30]**CARALE LEVRAU.**"Dynamique et complexité de déformation plastique" Thèse de doctorat école des mines de paris(2006)
- [31] **I.MERDAS.**"Caractérisation structural et mécanique d'un fil d'acier après tréfilage" mémoire de fin d'étude. ENP Alger. (2009).
- [31] **H. Hu**, Proceedings of The Seventh Risø International Symposium, Edited by N. Hansen, D. Jule Jensen, T. Leffers, B. Ralph, Roskilde, Denmark, p. 75 (1986).
- [32] **R.D. Doherty, I. Samajdar, C.T. Necker, H.E. Vatne, E. Nes**, Proceedings of the Sixteenth Risø International Symposium on Material Science, Edited by N. Hansen, D. Juul Jensen, Y.L. Liu, B. Ralph, Roskilde, Denmark, p. 1 (1995).
- [33] **J. Hansen, J. Pospiech, K. Lücke**, Tables for Textures Analysis of Cubic Metals, Springer Verlag Berlin, Heidelberg New York, (1978).
- [34] **P.A. Beck, P.R. Sperry**, Journal of Applied Physics, Vol. 21, p. 150 (1950). [36] **J.E. Bailey, P.B. Hirsch**, Proceedings of Royal Society of London A, Vol. 267, p. 11 (1972).
- [37] **E.M. Fridman, C.V Kopezky and L.S. Schvindlerman, Z.**" Metals", 66 p. 533 (1975).
- [39] **I.L. Dillamore, H. Katoh**, Metal Science, Vol. 8, p. 73 (1974).
- [40] **J.Hirsch, K. Lücke**, Acta Metallurgica, Vol. 36, N°11, p. 2863 (1988).
- [41] **P. Beck, H. Hu**, Recrystallization, Grain Growth and Textures, the American Society of Metals, Metal Park, Ohio, p. 393 (1966).

- [42] **F.J. Humphreys, M. Hatherly**, Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Pergamon Press (1995).
- [43] **G. Gottstein**, Acta Metallurgica, Vol. 32, N°7, p. 1117 (1984).
- [44] **AUSTIN CHANG, DANIEL GOLDBERG, JOACHIM P.NEUMANN**. “Phase diagrams and thermodynamic properties of ternary Copper-Silver systems”. College of Engineering and Applied Science, University of Wisconsin-Milwaukee, (1977).
- [45] **RAPHAËL FREY** et **NICOLAS BLANC**. “Le microscope optique”. Ecole polytechnique fédérale de LAUSSANE.
- [46] **M.BENDJEDIA**. “Etude De La Corrosion D’un Acier Inoxydable Réalisé Par Projection Thermique”. Mémoire de fin d’études, Ecole Nationale Polytechnique, (Juin 2008).