

Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediène

1/82

Ecole Nationale Polytechnique

Departement des Mines et de la Metallurgie

200



Mémoire de Fin d'Etude

ETUDE DE LA TEXTURE DES FILS DE
CUIVRE EN FONCTION DE L'ECROUISSAGE
ENGENDRE PAR LE TREFILAGE

Sujet proposé par

Mr. B. SCHMITT

Professeur de Metallurgie à l'ENPA

en accord avec

Mr. D. LARIANE

Directeur de la cablerie de la SONELEC

Etudié par

ABADLI HAMEL

PROMOTION JUIN 1982

à mes parents

à ma soeur

à mes frères

à mes amis

REMERCIEMENTS :

J'exprime ma respectueuse et profonde gratitude à Monsieur GUERRAK chef du département des mines et de la métallurgie, qui a organisé et dirigé notre formation et dont l'appui ne nous a jamais manqué .

Je voudrai témoigner ma sincère gratitude à Monsieur SCHMITZ professeur de métallurgie à l'E.N.P.A. , qui m'a engagé et suivi dans cette étude .

J'exprime ma profonde gratitude à Monsieur LARIANE directeur de la cablerie de Gué de constantine qui a participé au choix de ce sujet et qui m'a accueilli dans son laboratoire .

Je voudrais témoigner ma sincère et profonde reconnaissance à tous les professeurs du département des mines et de la métallurgie pour l'enseignement et pour les conseils précieux dont ils nous ont fait profiter .

Mes remerciements vont également à Messieurs : DESCHAMPS, DEHIMENE , HAGGOUG, CHABANI, KOUADRIA , AMRAOUI et tous les techniciens des laboratoires de la SONELEC et de la SONACOME pour les moyens mis à ma disposition et pour l'aide qu'ils m'ont apportée .

Je remercie enfin toutes les personnes de mon entourage pour les travaux qui ont permis la parution de cet ouvrage .

INTRODUCTION 1

CHAPITRE I :

GENERALITES SUR LES MATERIAUX ETUDIES

1. 1. Fabrication du fil électrique 2

1. 2. Caracteristiques du fil machine 3

1 2 1 Caracteristiques chimiques 4

1 2 2 Etat de surface 4

1 2 3 Caracteristiques mecaniques et electriques 4

1 3 Decapage 6

1 4 Tréfilage 6

1 5 Influence des impuretes sur les proprietes mecaniques et
electriques 8

1 5 1 Action de l'oxygène et de l'hydrogène 9

1 5 2 Action du soufre 9

1 5 3 Action du phosphore 9

1 5 4 Action de l'argent 9

1 5 5 Action du bismuth 10

1 5 6 Action du carbone 10

CHAPITRE II

TRAITEMENT MECANIQUES ET THERMIQUES DU CUIVRE .

2. 1. Deformation plastique 12

2. 1. 1. Mecanisme de la deformation 13

2. 1. 2. Deformation des monocristaux 13

2. 1. 3. Deformation heterogene des agregats polycristallins 16

2. 1. 4. Durcissement par ecrouissage 16

2. 2	Recuit de recristallisation	13
2.2. 1	Restauration et polygonisation	13
2.2.2.	Recristallisation	19
2 2 3	Macles de recristallisation	1
2.3.	Deformation par trefilage	21
2.3.1.	Comportement du metal au cours du tréfilage	1
2.3.2	Effort de tréfilage	22
2.3.3.	Influence des facteurs secondaires	24
2 3 3 1	Influence du sens de tréfilage	24
2.3.3.2	Influence de la repartition des passes	24
2. 3. 3. 3	Influence de la vitesse	25

CHAPITRE III

STRUCTURE D'ECROUISSAGE ET STRUCTURE DE RECUIT .

3.1.	Orientations preferentielles dues à l'ecrouissage	26
3.1.1.	Texture des fils polycristallins	26
3.1.2.	Theorie des textures d'ecrouissage	27
3.2.	Orientation preferentielles après récuit	29
3.2.1.	Texture de recristallisation	29
3.2.2.	Theories des textures de recristallisation	30
3.3.	Mise en evidence des textures	31
3.4.	Effet de la texture sur les proprietes mecaniques et electriques du cuivre	31

CHAPITRE IV

METHODES EXPERIMENTALES .

4.1.	Prelevement des echantillons.....	32
4.2.	Preparation des eprouvettes et des echantillons micrographiques	32

4.2.1	Preparation des eprouvettes	33
4.2.1	Preparations des echantillons micrographiques	33
4.3.	Recuit de recristallisation	34
4.4	Techniques experimentales	34
4.4.1	Essai de traction	34
4.4.2	Mesure des resistivites electriques	35
4.4.3	Essai de dureté	36
4 4 4	Diffraction X	36
4 4 5	Microscopie optique.....	37

CHAPITRE V

RESULTATS EXPERIMENTAUX.

• 5.1.	Etude de la texture par microscopie optique	38
5.1.1.	Evolution de la texture avec le degré decrouissage .	
5.1.2	Structure de recristallisation	38
5.1.3.	Influence de la deformation par trefilage sur la dimension des grains	43
5.2	Etude de la texture par diffraction X	46
5.2.1.	Principe de la methode	46
5.2.2.	Conditions d'experimentation	47
5.2.3.	Resultats	48
5.2.3.1.	Texture de deformation	48
5.2.3.2.	Texture de recristallisation	55
5.3	Influence de la deformation par trefilage sur les propriétés d'emploi des fils	57
5.3.1.	Evolution des caracteristiques mecaniques	57
5.3.1.1.	La résistance à la rupture	57

5.1.1.	Evolution de la texture avec le degré decrouissage .	
5.1.2	Structure de recristallisation	38
5.1.3.	Influence de la deformation par trefilage sur la dimension des grains	43
4.2.	Preparation des eprouvettes	33

5.3.1.2. La dureté	57
5.3.1.3 L'allongement à la rupture	60
5.3.2. Variation de la résistivité électrique	60
5.3.3 Influence du recuit	67
5.3.4. Influence de l'orientation sur la dureté	67

CHAPITRE VI

INTERPRETATION DES RESULTATS

6.1. Influence de l'écroutissage sur la texture	70
6.2 Influence de l'écroutissage sur les propriétés mécaniques	71
6.3. Influence de l'écroutissage sur la conductibilité électrique	72

Liste des figures

Bibliographie

I N T R O D U C T I O N

Le cuivre trouve ses principales applications aussi bien à l'état très pur qu'à l'état allié. Son utilisation à l'état très pur résulte de ses propriétés remarquables qui en font le métal de base dans l'industrie électrique ; il possède, après l'argent, la plus faible résistivité électrique et la meilleure conductivité thermique (voir tableau I) ; Il est susceptible d'une très grande déformation, résiste bien à la corrosion, se soude facilement et peut en outre, entrer dans la composition d'une très large gamme d'alliages (bronzes, Laitons, maichochorts, etc,...) qui grâce à leurs propriétés ont de nombreuses applications dans toutes les branches de l'industrie.

tableau I : Comparaison des conductivités électrique et thermique du cuivre avec celle des autres métaux.

Metal	conductivite relative (Cu = 100)	
	electrique	thermique
Ag	106	108
Cu	<u>100</u>	<u>100</u>
Au	72	76
Al	62	56
Mg	39	41
Zn	29	29
Ni	25	15
Cd	23	24
Co	18	17
Fe	17	17
Sn	15	17
Pb	8	9
Sb	4,5	11 .

A l'état recuit le cuivre est constitué d'un agregat de cristallites - ou grains - orientés au hasard . Cette orientation n'est plus parfaitement aléatoire dans les fils obtenus par tréfilage :

Ce dernier introduit des orientations privilégiées , le metal possède alors une texture et ses proprietes ne sont plus isotropes .

L'écrouissage engendré par le tréfilage a une repercussion considerable sur ces proprietes mecaniques des fils, ce qui constitue un fait capital pour l'industrie du tréfilage .

Le meilleur emploi d'un produit metallurgique exige une parfaite connaissance des proprietes d'utilisation et de leurs relations avec la structure .

Dans la perspective d'une approche rationnelle de la qualité de ses produits, l'unité cablerie électrique, de la SONELEC implantée au Gué de constantine est à l'origine de cette étude. Elle consiste à déterminer l'influence du tréfilage sur la structure des fils de cuivre et sur leurs proprietes mecaniques et électriques .

Les conditions de fabrication et la qualité des fils etudies sont exposées dans le premier chapitre.

L'étude théorique des traitements mecaniques et thermiques et leurs influences sur la structure est traitée dans les chapitres II et III .

Les methodes et les conditions experimentales sont exposées dans le chapitre IV .

Enfin, les chapitres suivants sont consacrés aux resultats et à leur interpretation .

C H A P I T R E I .

GENERALITES SUR LES MATERIAUX ETUDIES

1.1. Fabrication du fil électrique de cuivre :

La fabrication du fil de cuivre destiné à l'utilisation comme produit fini dans l'industrie électrique se fait par deux procédés :

1°) - Procédé classique :

Les cathodes de cuivre électrolytique sont coulées en lingots (cuivre - bars) .

Ces derniers subissent un préchauffage à 900°C environ puis un laminage à chaud.

Le produit final du laminage est un fil rond de 8 mm de diamètre.

2°) - Procédé coulée continue :

Ce procédé réunit les trois opérations qui sont la fusion des cathodes , la coulée du fil et son laminage aux dimensions voulues . Il a été mis au point par la société Properzi et a connu des améliorations qui ont permis l'apparition sur le marché d'autres procédés plus perfectionnés :(Dip forming ,Upcast, SCR et contirod).

Le procédé coulée continue consiste à fondre des cathodes dans un four à cuve à 1150 °C ; le cuivre liquide est transféré dans un four de maintien et de coulée dans lequel on peut corriger sa teneur en oxygène.

La coulée du cuivre se fait dans une roue de coulée dont la couronne constitue la coquille avec une bande d'acier animée d'un mouvement de rotation. La barre coulée subit un nettoyage par rasage au cours du laminage . Le fil obtenu est decapé en continu avant d'être bobiné .

1.2. Caracteristiques du fil machine :

1.2.1. Caracteristiques chimiques

Les deux types de fils ont une pureté de 99,96 % minimum, mais le fil de coulée continue possède une meilleure homogénéité chimique et une plus faible teneur en oxygène. Cet indice de qualité est d'une grande importance au niveau de l'utilisation .

1.2.2. Etat de surface :

Les deux types de fils ont une section droite circulaire mais leur état de surface sont différents ; tandis que le fil de coulée continue a une surface propre et brillante, le fil obtenu à partir des wire-bars a une surface terne et impropre.

1.2.3. Caracteristiques mecaniques et electriques :

Les caracteristiques mecaniques et electriques des deux fils sont données dans le tableau suivant :

tableau II :

	fil machine	
	de coulée continue	classique
Diametre (mm)	8,12	8,12
R (Kg/mm)	24,9	24,0
A (%)	40	39
e (cm)	1,6801	1,6701

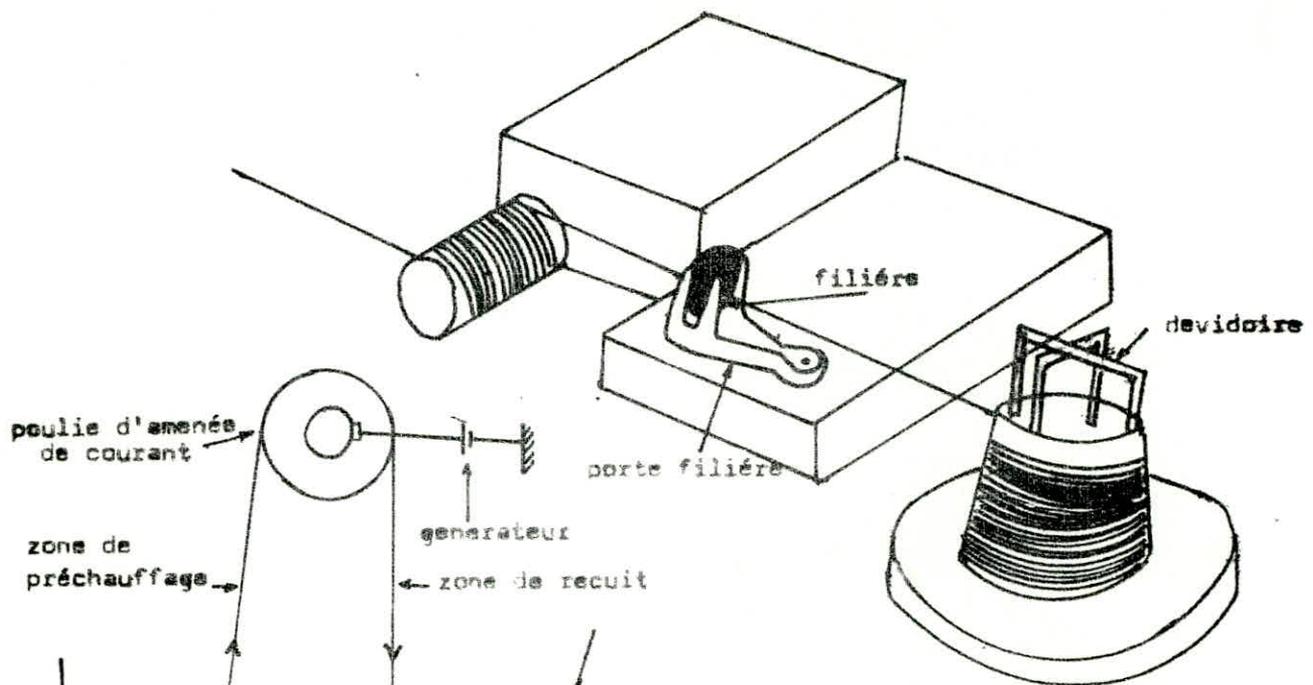


Fig 1.1 : banc d'essai de tréfilage

eau de refroidissement

Fig 1.2 : recuisseur classique entre poulies conductrices

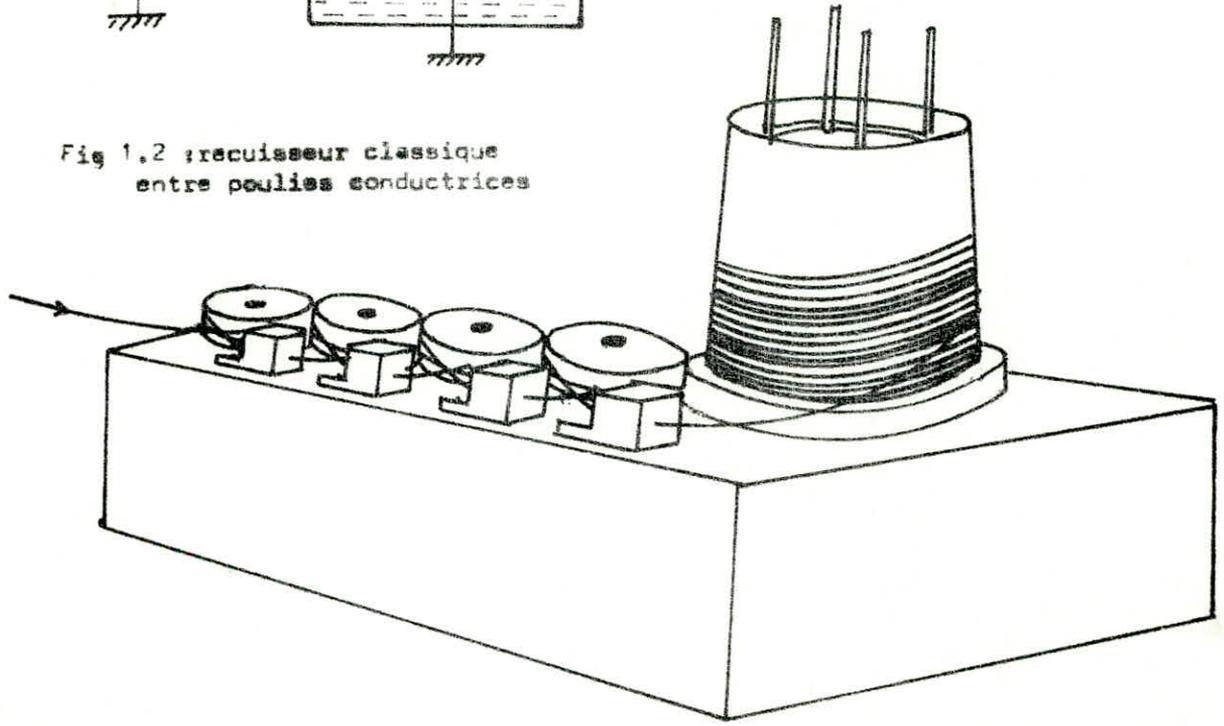


Fig 1.3 : machine multiple continue de tréfilage

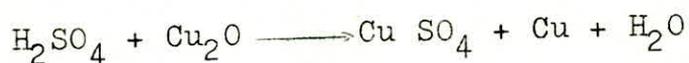
1.3. Decapage :

Après le laminage à chaud, le cuivre se couvre d'une couche noire relativement épaisse de Cu_2O et CuO qui peut être éliminée par un decapage sulfurique .

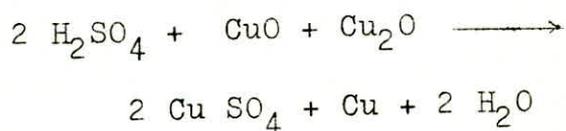
Ce dernier consiste en :

1°)- Immersion des bobines du fil dans un bain d'acide sulfurique à 30 % chauffé à 50°C .

Les réactions élémentaires sont :



Le decapage se schématise par la réaction globale :



Le bain s'enrichit progressivement en CuSO_4 et il doit être périodiquement régénéré .

2°) - Lavage à l'eau sous pression :
pour éliminer les traces d'acide et de CuSO_4

3°)- Immersion des botes dans un bain de crème de tartre dans le but de former une couche adhérente qui freine l'attaque de l'oxygène .

1.4. Tréfilage :

Le tréfilage est une opération qui consiste à forcer par traction une ébauche métallique à travers une filière et à réduire ainsi sa section aux dimensions du trou de la filière. Il

.../...

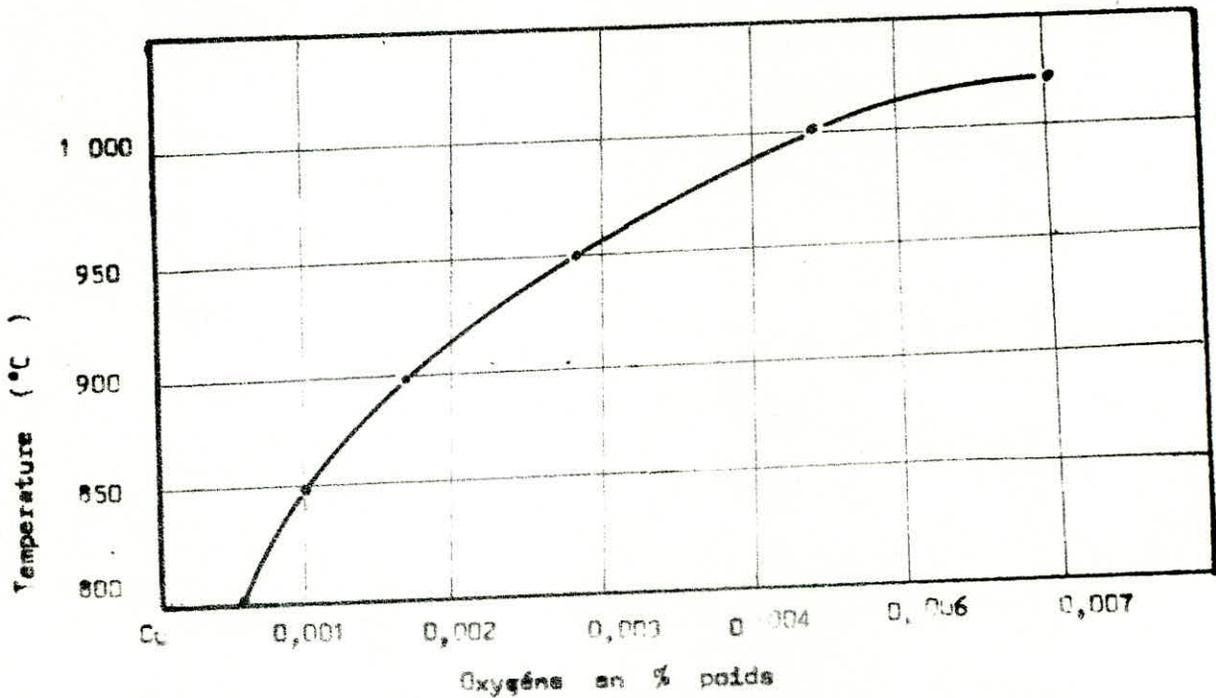


Fig : 1.4 Solubilité limite de l'oxygène dans le cuivre en fonction de la température (d'après P. L. PASTOREK et R.A. RAPP (5))

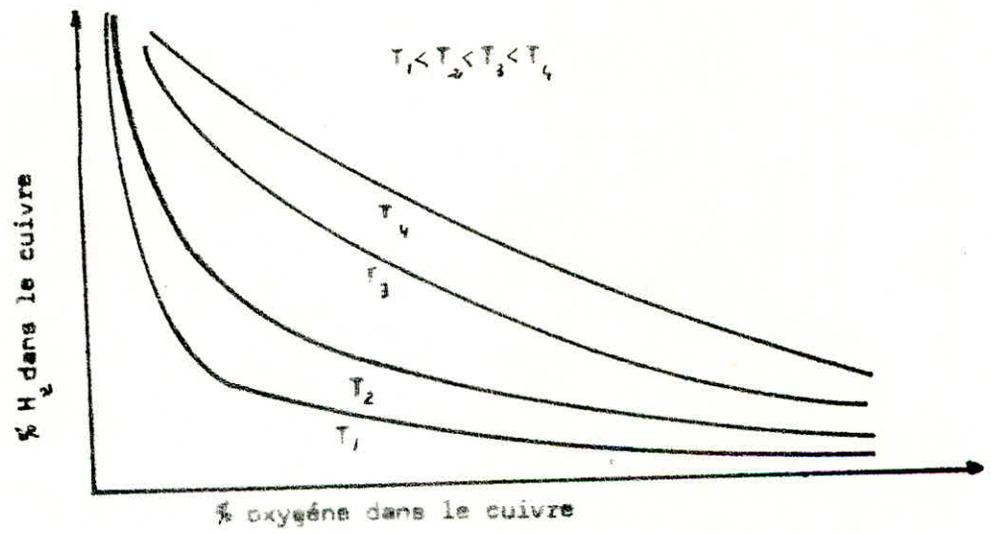


Fig : 1.5 Equilibre $H_2 - Cu_2O$ dans le cuivre en fonction de la température

s'effectue sur des machines multiples à plusieurs filières ou sur des machines simples à une seule filière. Le recuit du fil se fait soit en continu sur les machines dotées d'un dispositif de recuit ,soit dans des fours à cloches sous vide apres le tréfilage à des temperatures relativement basses (de 160 à 300°C) pendant de longues durées .

Les filières utilisées sont en diamant pour les fils de diametre inferieur à 1,60 mm et en carbure de tungstène pour les fils de diametre superieur. Le lubrifiant employé est une huile organique d'origine animale .

1.5 Influence des impuretes sur les proprietés mecaniques et electriques du cuivre :

L'ors de l'elaboration du cuivre, l'elimination des impuretes se fait en deux stades :

1^{er} Stade : pendant le raffinage au feu :

Par oxydation du cuivre liquide une partie non negligeeable des impuretés s'éliminent sous forme d'oxydes.L'oxygène introduit reagit avec le cuivre pour former Cu_2O .

La teneur en oxygène du bain est de 0,6 à 0,9 % elle sera reduite par perchage .

2^{eme} Stade : pendant le raffinage electrolytique

Le raffinage electrolytique permet une purification plus poussée du cuivre,les impuretés s'éliminent de differentes façons :

1°) - Zn , Fe, Co, Ni, pb et Su plus electropositifs que le cuivre se dissolivent avant lui dans le bain.

2°) - Ag , Au , pt , passent dans les boues .

3°) - Sb, As et Bi très dangereux se déposent partiellement dans les boues et partiellement à la cathodes. Ces impuretés doivent être éliminées pendant le convertissage .

Les impuretés agissent selon leur nature de manière différente sur le cuivre :

1.5.1. Action de l'oxygène et de l'hydrogène

La solubilité de l'oxygène dans le cuivre à l'état liquide est de 0,007 % à 300°C elle atteint 0,01 % à 950°C (d'après F.N. RHINES et C.H. MATHEWSON). L'oxygène forme avec le cuivre un oxyde Cu_2O à solubilité décroissante avec la température et d'un entectique $\text{Cu} - \text{Cu}_2\text{O}$ à 0,39 % O_2 (3,6 % Cu_2O). Ce dernier se situe aux joints des grains et diminue la forgeabilité à chaud .

L'oxygène dans le cuivre s'oppose à la mise en solution de l'hydrogène dont la solubilité atteint 12 cm^3 par 100g de cuivre à l'état liquide . L'action de l'hydrogène sur l'oxyde Cu_2O entraîne une désoxydation à l'état liquide et un dégagement de vapeur d'eau à l'état solide suivant la réaction



La vapeur d'eau dégagée provoque une déslocation intergranulaire et rend ainsi poreux le cuivre . Ce qui est néfaste pour le travail à chaud . Les porosités orientées par la déformation, mais non ressoudées sont acceptées pour les fils conducteurs .

L'oxygène présent dans le cuivre a une quantité de l'ordre de 0,03 % n'empêche pas les opérations de tréfilage ; il améliore sensiblement la conductibilité électrique en fixant sous forme d'oxydes les impuretés qui peuvent rester en solution.

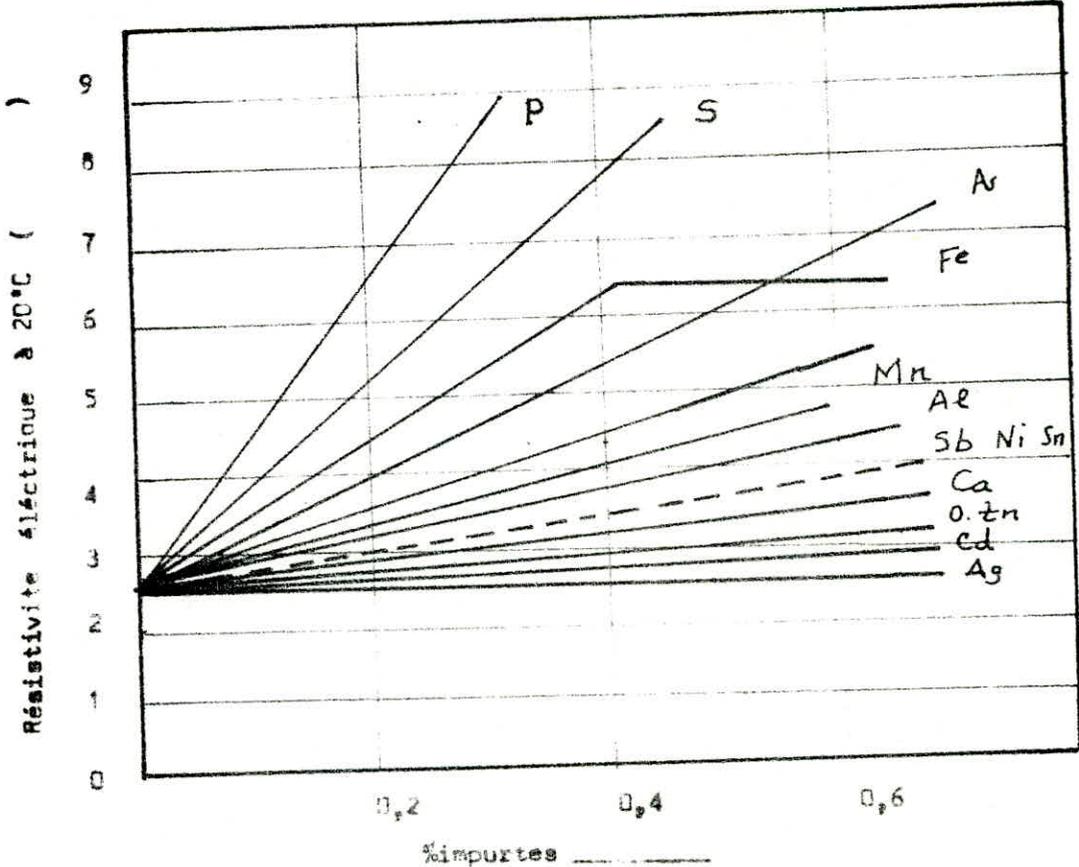


Fig 1.6 : Influence des impurtes sur la resistivite électrique du cuivre

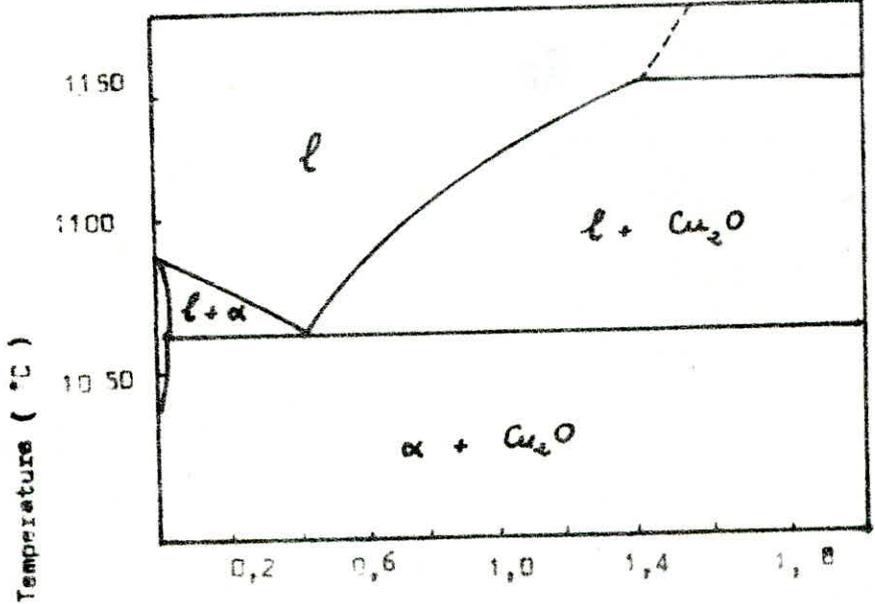


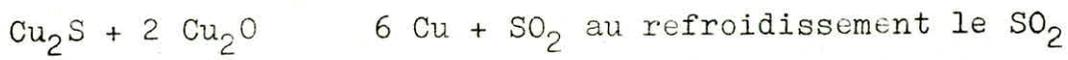
Fig 1.7 : Diagramme d'équilibre cuivre _ oxygène

1.5. L'oxyde de cuivre peut être réduit par de nombreux réducteurs (Si, P, Li Mg ,Ca, Be, Al, Ni, Zn, Zr, Ti, Co, H₂,...etc).

Les réducteurs métalliques et métalloïdes affectent la conductibilité électrique et l'hydrogène provoque la fragilisation à chaud . La réduction se fait en pratique par CO en présence de N₂ .

1.5.2 Action du soufre :

Le soufre réagit aisément avec le cuivre à l'état liquide pour former le sulfure Cu₂S selon la réaction :



donne de minuscules soufflures qui compensent la contraction due à la solidification .Ce phénomène améliore la coulée des lingots sans en diminuer les qualités mécaniques mais la conductibilité électrique est très affectée. (fig 3.5).

1.5.3 Action du phosphore :

Il se dissout facilement dans le cuivre fondu et est utilisé comme desoxydant.

Son action sur la conductibilité électrique est importante (fig 3.5)

1.5.4 Action de l'argent .

L'argent n'est pas nocif et n'altère pas la malléabilité et la conductibilité électrique.

Sa courbe de solubilité dans le cuivre permet un durcissement structural .

1.5.5 Action du bismuth :

Le bismuth s'isole dans les joints et diminue la malleabilité même en très faible quantité à la température ambiante et de son bas point de fusion, il forme des films autour des grains et gêne ainsi la mise en oeuvre.

L'opération de tréfilage est rendu difficile par la présence du bismuth. Cette difficulté peut être évitée par un recuit à 750°C suivi d'une trempe avant le tréfilage ; le bismuth sera fixé à s'isole pas aux joints des grains .

1.5.6 Action du carbone :

Le cuivre peut absorber une très faible quantité de CO.
L'oxyde de carbone est utilisé comme réducteur.

C H A P I T R E II

Traitements Mécaniques et Thermiques du Cuivre

2.1. Déformation plastique :

2.1.1. Mécanisme de la déformation :

La déformation du cuivre s'effectue essentiellement par le mécanisme de glissement.

Les systèmes de glissement sont formés des plans du type $\{111\}$ contenant les directions du type $\langle 110 \rangle$. Ces plans et directions sont les plus denses du système cubiques à faces centrées dans lequel cristallise le cuivre (fig 2.1). Le maillage peut constituer un deuxième mode de déformation. Dans certaines conditions, il intervient après une déformation par glissement.

2.1.2. Déformation des monocristaux :

La déformation plastique d'un monocristal se traduit d'une part, par le mouvement des dislocations suivant les plans et les directions de glissement ce qui entraîne le déplacement de tranches parallèles du cristal les unes par rapport aux autres (fig-2.2.) et d'autre part, par la rotation du cristal autour de l'axe de la contrainte appliquée.

La déformation plastique d'un monocristal de cuivre présente trois stades successifs distincts (5):

Stade I - Domaine de glissement facile :

Pour une valeur finie de la contrainte appliquée F , il existe un seul système de glissement pour lequel la composante de la contrainte dans la direction de glissement est suffisante pour entraîner la déformation.

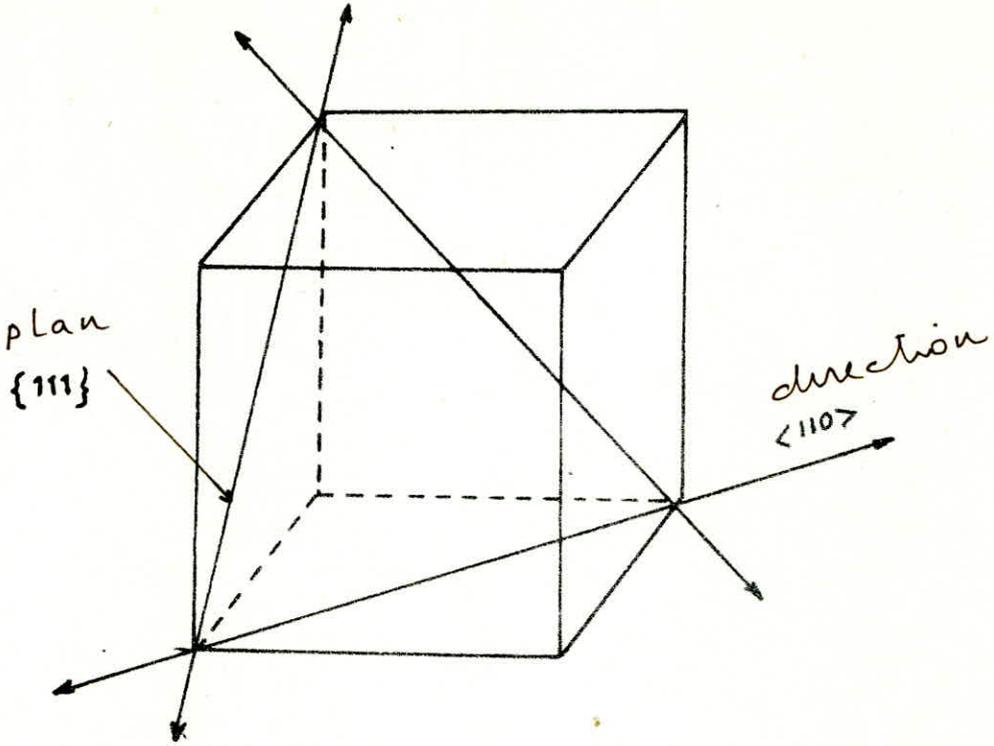
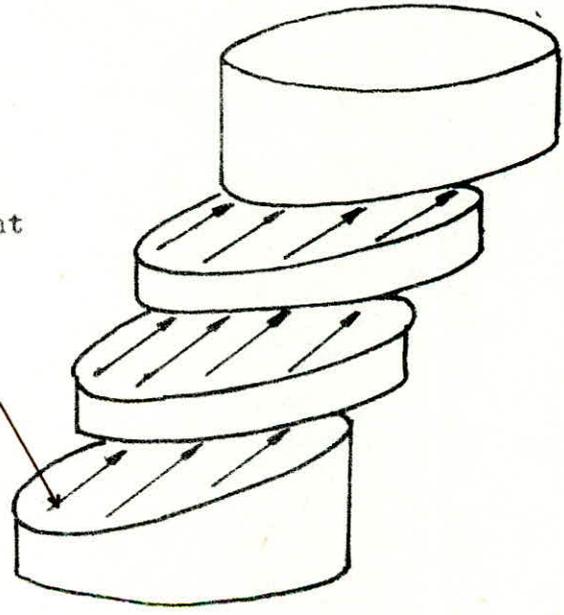


fig 2.1. Système de glissement de la structure cubique a faces centrées .

fig 2.2. Deformation par glissement

direction de glissement



Stade II - Domaine de durcissement lineaire :

Il est caracterisé par l'apparition d'un deuxième systeme de glissement par suite de la rotation du cristal et de l'augmentation de la contrainte appliquée .

Stade III - Domaine de durcissement parabolique :

Dans ce stade, des glissements devies apparaissent. La possibilite de deviation du glissement tient à l'existence pour une même direction de glissement de deux plans de glissement .

2.1.3. Deformation heterogene des agregats polycristallins

Les polycristaux sont constitués par des agregats de grains cristallisés, orientés differement et limités par des joints de forme irregulière.

Le mécanisme de déformation d'un polycristal est complexe: le glissement est accompagné d'une distorsion des plans cristallins . Les grains voisins n'ayant pas le même comportement au cours de la déformation, la necessite de maintenir leur cohesion impose des restrictions. Taylor a démontré que pour qu'un cristal puisse se deformer sans rompre la continuite avec ses voisins, sa déformation doit se faire selon cinq systemes de glissement independants .

Neanmoins dans le cuivre, la déformation se developpe initialement avec deux et parfois trois systemes de glissement. La deformation varie d'un grain à un autre d'une façon notable.

2.1.4. Durcissement par ecrouissage :

.../...

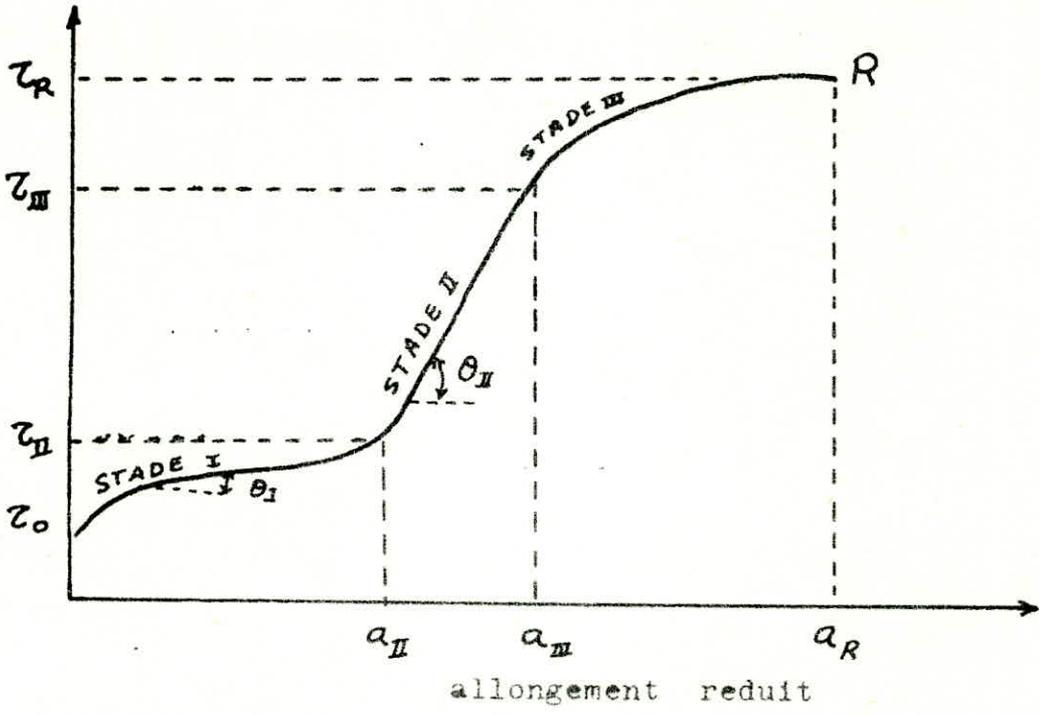


fig 2.5 courbe de consolidation d'un monocristal de structure - c.f.c.

- a : allongement réduit
- tau : cission réduite
- theta : taux de durcissement ou de consolidation

tableau:III Parametres d'une courbe de consolidation d'un monocristal de cuivre de pureté 99, 98 %.

	0	II	a _{II}	I	III	a _{III}	II	R	a _R
kg/mm ²	0,095	0,983		0,93	2,67		13,1	8,8	
%			10,5			29,5			114,5

Les multiples interactions entre les dislocations créées au cours de la déformation constituent des réseaux de défauts fixes qui gênent le glissement. De plus, la présence des joints constitue un obstacle à la propagation du glissement d'un grain à l'autre .

Il s'ensuit un accroissement de la résistance à la déformation qui affecte notablement les propriétés du cuivre; la conductibilité électrique croît d'abord légèrement et passe par un maximum pour un certain taux d'écroutissage avant de décroître ensuite continuellement. Mais ces variations n'exèdent pas 5 % .

Les caractéristiques mécaniques sont beaucoup plus sensibles à l'écroutissage; tandis que la limite élastique, la résistance à la rupture et la dureté augmentent sensiblement avec le taux d'écroutissage, l'allongement et la striction diminuent notablement .

2.2. Recuit de recristallisation

2.2.1 Restauration et polygonisation :

Le cuivre écroui par tréfilage est dans un état thermodynamique instable. La plus grande partie du travail mécanique a été dissipée en chaleur, le reste, emmagasiné sous forme d'énergie potentielle, augmente l'énergie libre.

D'après A. L. TITCHENER et M. B. BEVER , un écroutissage de 1 à 5 % du cuivre par tréfilage permet d'emmagasiner une énergie de 0,3 à 1,5 col/g ce qui correspond à 2 % par rapport au travail de la déformation (4) . Cet état est caractérisé

.../...

par une concentration élevée des dislocations (10^8 à 10^{12} par cm^2), et par une accumulation de défauts.

Sous l'effet du chauffage, certains défauts (lacunes et interstitiels) s'éliminent et les dislocations se redistribuent en nouvelles configurations.

En particulier les dislocations de signes contraires s'annihilent.

Au stade de la restauration, la structure cristalline n'est pas modifiée, mais la plasticité est améliorée.

Au stade de la polygonisation, les dislocations quittent leurs plans de glissement par un mécanisme faisant intervenir les lacunes (montée des dislocations) et, sous l'influence des contraintes présentes dans le réseau, elles se disposent en sous joints normalement à leur vecteur de Burgers.

Le cuivre peut polygoniser à une température très inférieure à son point de fusion. Toutefois, contrairement aux métaux tels que le fer et l'aluminium, le passage de la structure écrouie à la structure polygonisée est, pour le cuivre, le résultat d'une évolution très lente (fig 2.4).

2.2.2. Recristallisation

La température de recristallisation du cuivre est fonction de la pureté, de la durée de maintien et surtout du taux d'écroutissage. Aussi, pour des fils de pureté 99,999 % ayant subi une réduction de section de 50, 75 et 87,5 %, les températures de recristallisation sont respectivement 157, 140 et 125 °C, et pour une réduction de section de 95 % des fils de cuivre de

.../...

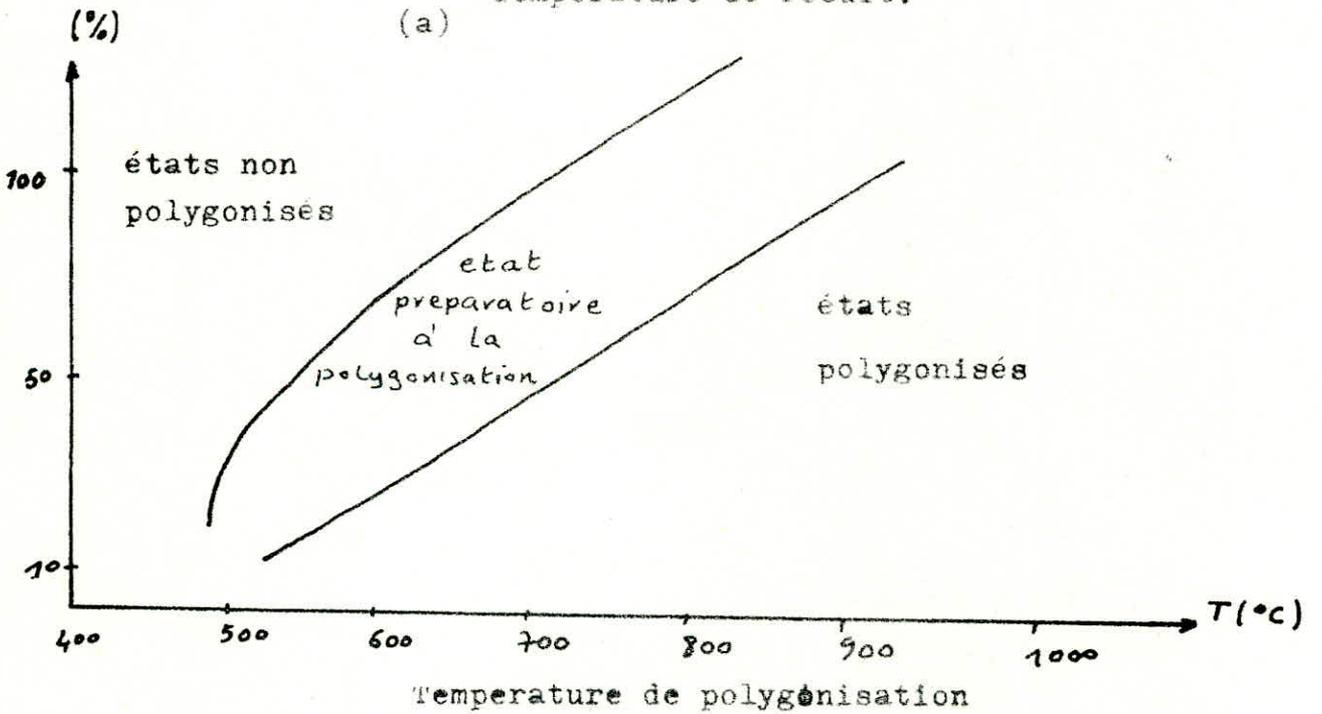
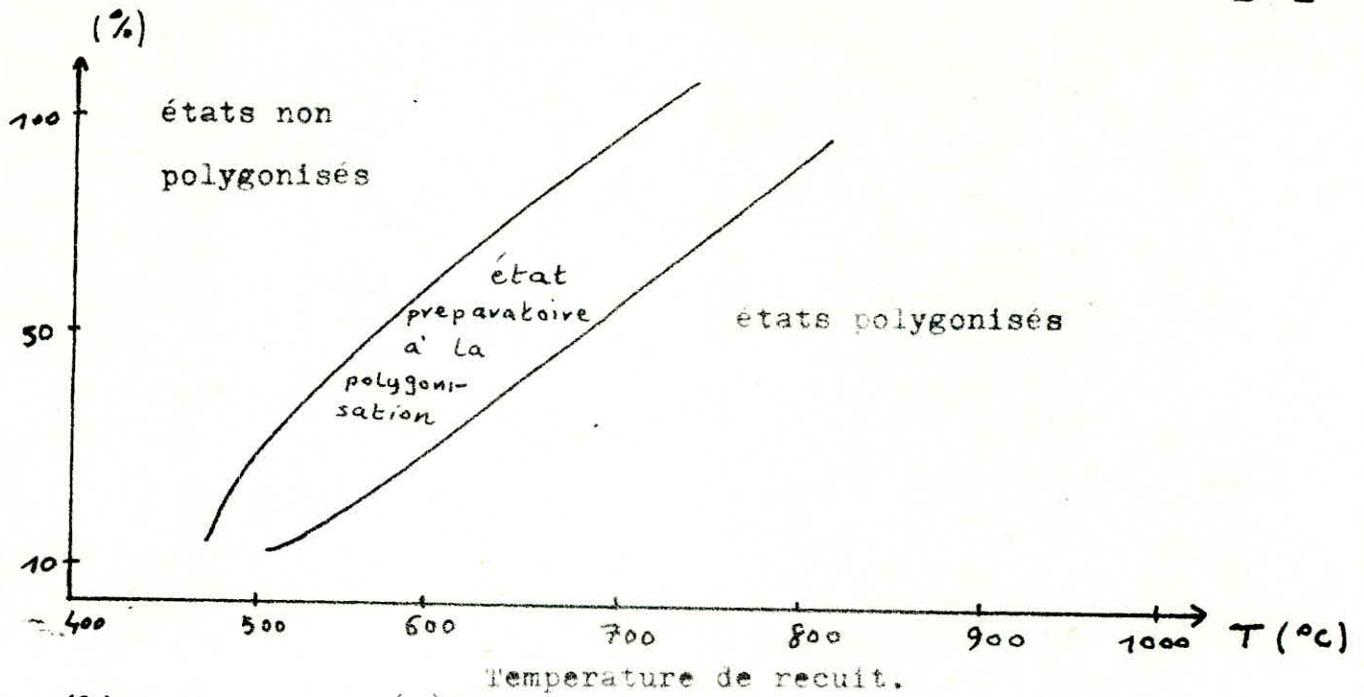


fig:2.4 Domaines d'existence des structures non polygonisées, préparatoires à la polygonisation, polygonisées .

(a) cuivre 99,999 % (b) cuivre OFHC (99,98 %)

nuance O.F.H.C., la recristallisation debute vers 200 °C environ .

Pour des durées de maintien de l'ordre de 30 mn et pour des taux d'érouissage moyens, la temperature de recristallisation des nuances industrielles du cuivre est voisine de 200 °C.

2.2.3. Macles de recristallisation :

Au cours de la recristallisation et surtout de la croissance du cuivre, de nombreuses macles de croissance se developpent sous forme de lamelles qui peuvent traverser les grains. Leurs limites avec la matrice sont des interfaces coherentes (III) dont l'energie par rapport aux cristaux qui croissent dans le voisinage est minimale .

2.4 Déformation par tréfilage

2.4 1 Comportement du metal au cours du tréfilage

Le tréfilage est un cas particulier de l'étirage qui consiste à tractionner, à la temperature ambiante, un produit métallique à travers une filière, et à reduire ainsi sa section aux dimensions de la filière (fig 2.5) . L'allongement et la réduction de section par tréfilage sont beaucoup plus importants que ceux obtenus par traction ; le metal en écoulement dans la filière subit de très importants efforts de compression exercés par les parois .

Ces contraintes permettent d'utiliser au maximum la plasticité du métal en diminuant les risques de rupture . Les produits tréfiles ont en général un allongement plus faible à l'essai de traction , ce qui explique la faible influence sur la striction, qui varie dans le même sens que l'allongement, par des passages

.../...

successifs en filières .

Le cuivre par ses propriétés de ductilité remarquable ne présente pas de difficulté importante au cours du tréfilage . Les seuls défauts qu'il est possible de rencontrer sont les inclusions d'oxydes $Cu O$ et $Cu_2 O$ qui se forme au cours du laminage a chaud.

Dans les opérations de tréfilage les phénomènes de vieillissement sont très importants . Ce vieillissement peut être utile comme facteur durcissant dans les fils durs .

2.4 2. Effort de tréfilage :

Diverses théories ont été proposées pour déterminer l'effet des contraintes exercés sur le metal en écoulement plastique dans la filière. La principale difficulté provient de la prise en considération des frottements sur les parois de la filière. Ces frottements causent une subsistance de contraintes élastiques en équilibre dans toute la masse du produit tréfilé .

Differentes formules semi-empiriques donnant l'effort de tréfilage et la valeur moyenné de la contrainte exercée ont été proposées :

1°/ Formule de Sachs :

$$F = \bar{\sigma} \log \frac{S_0}{S_1} - \mu p \cotg \alpha \left(\frac{S_0}{S_1} - 1 \right)$$

2°) - Formule de Siebel :

$$F = S_1 \bar{\sigma} \left[\log \frac{S_0}{S_1} \left(1 + \frac{\mu}{\alpha} \right) + 0,77 \alpha \right]$$

3°) - Formule de Gelegi :

$$F = \bar{\sigma} \left(\frac{S_0}{S_1} \right) \left(1 + \frac{\mu}{\alpha} \right) + 0,77 \alpha \bar{\sigma} S_1$$

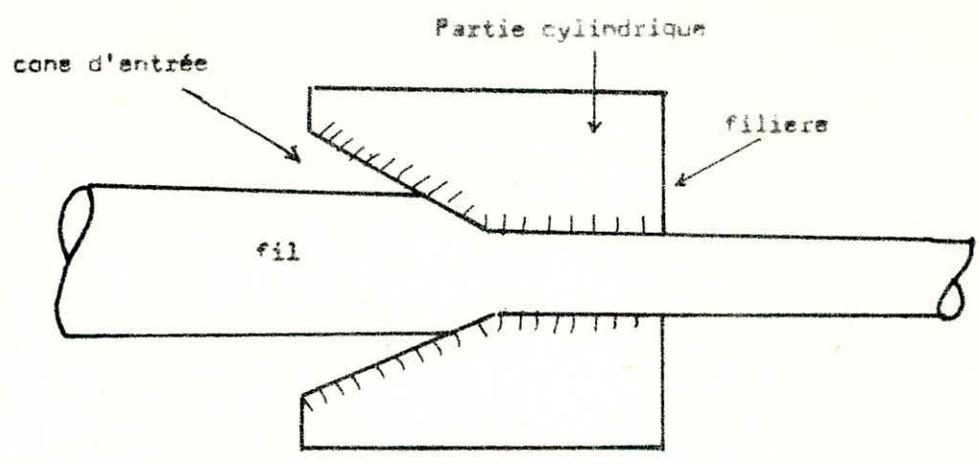


Figure 2.5

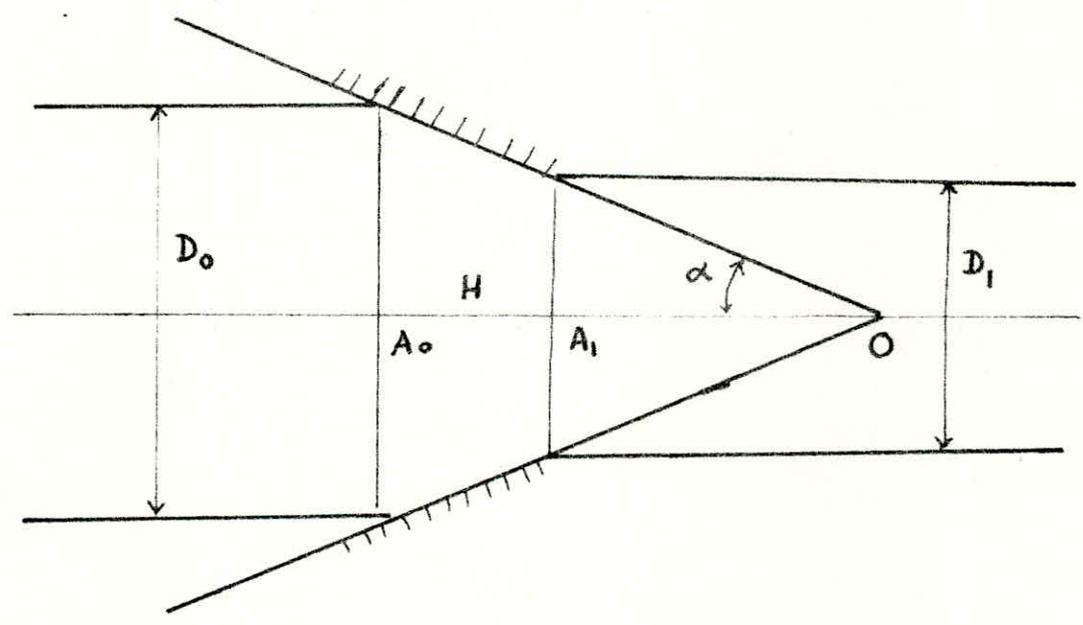


Figure 2.6

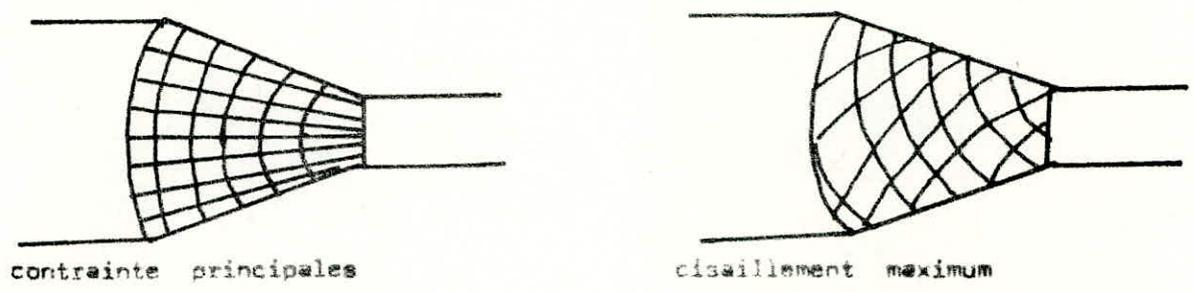


Fig 2.7 Direction des contraintes dans une masse enécoulement plastique dans une filière

4°) - Formule de Whitton

$$\sigma = \sigma_0 \frac{1 + \frac{u}{\alpha}}{\frac{u}{\alpha}} \left[1 - \left(\frac{S_1}{S_0} \right)^{u/\alpha} \right]$$

$$\sigma_0 = \frac{aE_0 - E_1}{2}$$

où :

F : effort de traction

σ Valeur moyenne de la contrainte

$\bar{\sigma}$ Valeur moyenne de la contrainte de deformation

S₀ section initiale

S₁ section finale

α demi- angle du cône d'entrée de la filière

μ coefficient de frottement

P pression à l'entrée de la filière .

2.4.3. Influence des facteurs secondaires :

2. 4 3.1 Influence du sens de tréfilage :

L'écoulement du métal se fait de façon irrégulière de sorte que les couches exterieures sont en retard sur la zone centrale. Ceci est du aux frottements sur les parois de la filière et par suite de l'inclinaison de ces parois .

2.4 3. 2. Influence de la repartition des passes

La resistance des fils est dautant plus élevée que le nombre des passes est plus grand pour un même taux de reduction .

Ceci s'explique par l'accumulation des ecrouissages succes- sifs aux passage des filières . Le tréfilage par très fortes passes (carrombolage) est defavorable à la qualité du fil .

2.4 3.3. Influence de la vitesse :

La vitesse de tréfilage ne semble pas avoir une influence directe sur les caractéristiques des fils .

C H A P I T R E III .

STRUCTURE D'ECROUISSAGE ET STRUCTURE DE RECUIT.

3.1. Orientations preferentielles dues à l'écroissage :

3.1.1. Texture des fils polycristallins :

La déformation d'un métal engendre une disposition des grains suivant des orientations preferentielles qui constituent ce que l'on appelle la texture d'écroissage . Un fil presente une texture $\langle hkl \rangle$, si une direction cristallographique $\langle hkl \rangle$ a dans chaque grain de l'éprouvette tendance a s'aligner avec l'axe du fil .

Le tréfilage du cuivre à la temperature ambiante donne gene-
ralement une double texture de fibre, d'axes $\langle III \rangle$ et $\langle 100 \rangle$. La
proportion des composantes de ces deux textures depend de la texture
initiale; une forte texture de fibre $\langle 100 \rangle$ peut être obtenue si
initialement le fil de cuivre a une composante $\langle 100 \rangle$ importante. Les
orientations $\langle III \rangle$ et $\langle 100 \rangle$ sont stables tandis que l'orientation
 $\langle 110 \rangle$ est instable car seules les deux premières seront conservées
au cours du tréfilage .

La résistance des fils à la traction est d'autant plus grande
que l'orientation $\langle III \rangle$ est importante .

Les proportions relatives des cristaux des deux types d'orien-
tation ont été determinées par AHLBORN (5), elles sont indiquées
dans le tableau suivant :

TABEAU 4

composantes de la texture des fils de cuivre tréfilés .

Pureté	Traitement	reduction de section	Pourcentage des composantes (III) (100)(110)		
cuivre électrolytique			66 %	34 %	0
haute pureté 99,999 %	brut de réception	56 %	0	100 %	0
	écroui	93 %	10 %	90 %	0
	écroui	98,4 %	5 %	95 %	0
99,96 %	brut de réception	-	65 %	35 %	0
	écroui	92	55 %	45 %	0

3.1.2. Théorie des textures d'écrouissage .

La formation d'une texture est la conséquence d'un changement d'orientation cristallographique des divers grains constituant le polycristal , par leur déformation et leur rotation sous l'influence des contraintes appliquées .

Une texture d'écrouissage dépend essentiellement des trois facteurs suivants :

- 1°) - Le type de déformation (laminage, tréfilage, traction, etc,...)
- 2°) - Le mécanisme de déformation (glissement, maclage)
- 3°) - la texture initiale .

La déformation par traction est une déformation uniaxiale .

Elle se produit par glissement des dislocations parfaites

$\frac{1}{2}$ (101) sur un plan {III} .

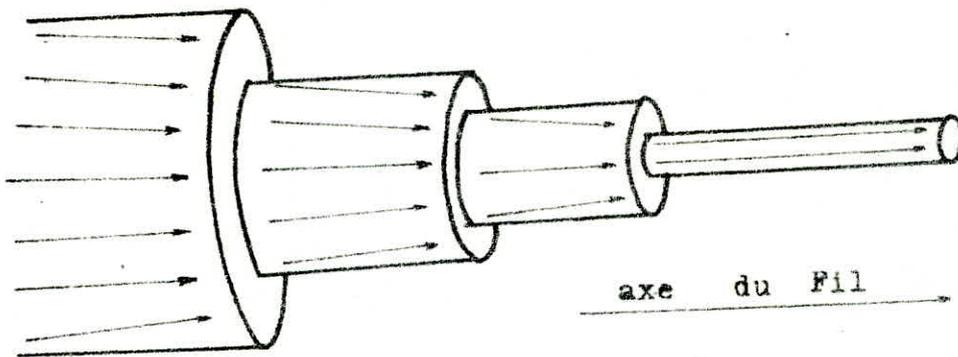


Fig 3.1. Texture superficielle des fils tréfilés de métaux cubiques .
 d'après SCHRID et WASSERMANN .
 (revue de la met. 12. Dec 78)

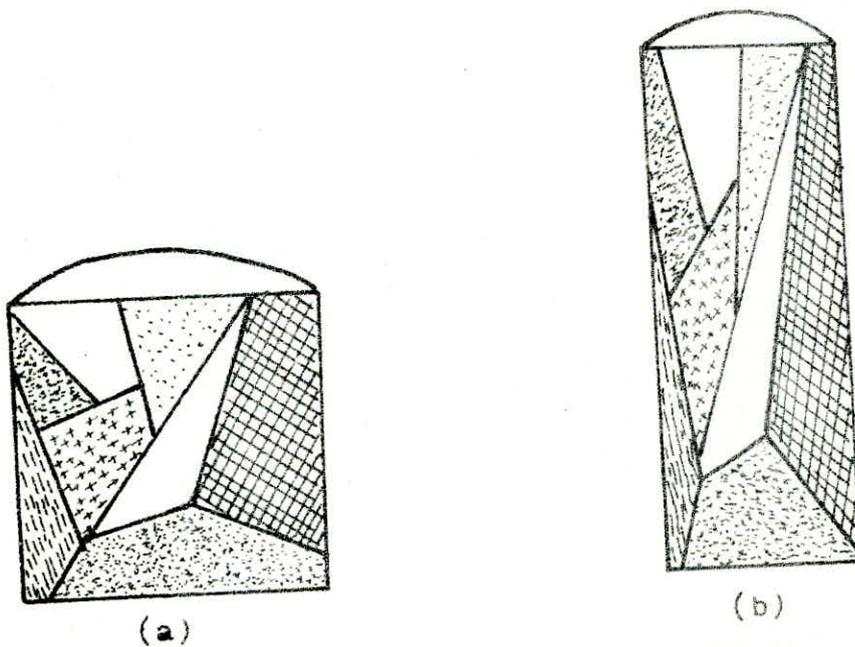


Fig 3.2 Deformation , d'un polycristal par tréfilage .
 (a) polycristal non déformé
 (b) polycristal déformé .

D'après Taylor ; (revue de la met-12. Dec 78)

Dans le cas d'un laminage, la déformation est biaxiale .

Pour un metal de forte énergie de défaut comme le cuivre, elle conduit à trois orientations stables :

$$\{ III \} \langle III \rangle , \{ OII \} \langle 2IT \rangle \text{ et } \{ OII \} \langle 100 \rangle .$$

Par tréfilage le fil subit une deformation de revolution ayant pour axe de symetrie l'axe du fil .

La formation de la texture de fibre au cours du tréfilage résulte du glissement des dislocations suivant les systemes du type $(IIO) \{ III \}$ et de la rotation des cristaux autour de m'axe du fil. Par ces mouvements , les directions et les plans de glissement se rapprochent progressivement de l'axe du fil et suivant les cristaux , certaines directions $\langle III \rangle$ ou $\langle I00 \rangle$ deviennent sensiblement paralleles à cet axe .

3.2. Ori entations preferentielles après recuit :

3.2.1. Texture de recristallisation

Lors de la recristallisation du cuivre, il se forme des cristaux dont la taille , la forme et l'orientation sont differentes de celles des cristaux de la matrice ecrouie . Cette difference resulte essentiellement de la facilite ou de la difficulté avec laquelle progressent les joints limitant les nouveaux cristaux dans la matrice ecrouie. En effet, la taille, la forme et l'orientation des cristaux recristallisés est directement liée à la vitesse de migration des joints dans les diverses directions cristallographiques .

La texture de recristallisation des fils de cuivre recuits entre 350 et 750°C est identique à la texture d'ecrouissage ; les cristaux ont une direction $\langle III \rangle$ ou une direction $\langle I00 \rangle$ suivant .../...

l'axe du fil . L'influence du recuit se manifeste toutefois par une augmentation de la proportion des cristallites orientés suivant (100).

D'après J. GREWEN (20) la composante (100) apparait particulièrement après recuit à basse temperature et la composante (III) après recuit à temperature élevée .

3.2.2. Théories des textures de recristallisation :

Deux theories sont proposées pour interpreter la formation de la texture de recristallisation du cuivre : la theorie de la germination orientée et la théorie de la croissance orientée .

La théorie de la germination orientée , développée par BURGERS et LOUWERSE (4) suppose que la texture de recristallisation est provoquée par des germes du metal deformé ayant la même orientation que le metal recristallisé . La vitesse de croissance des nouveaux grains est independante de leurs orientations .

La théorie de la croissance orientée proposée par P. A. BECK (5) suppose que les germes presents au debut de la recristallisation ont toutes les orientations possibles . La croissance , dependant de leur orientation par rapport à la matrice écrouie, est favorisée pour les grains ayant une relation d'orientation particulière avec la matrice deformée. Cette relation s'exprime par une rotation de 40° environ autour d'un axe (III) commun entre la texture de recristallisation et celle de tréfilage .

Alors qu'il existe d'autres relations - par rapport à (100) par exemple - c'est generalement la relation autour de (III) qui a été la plus rencontrée .

3. 3. Mise en evidence des textures :

L'évolution des textures est mise en évidence par la methode radiocristallographique et par microscopie optique et electronique.

La détermination des textures se fait essentiellement par l'étude de la diffraction des rayons X monochromatiques par l'échantillon metallique.

La méthode employée est celle du diffractometre à compteur.

L'étude de la texture par diffraction des rayons X determine l'orientation de certains plans et directions au cours de la deformation ou après recristallisation .

La microscopie optique et la microscopie electronique permettent de connaître le sens de l'allongement des grains dans certaines directions preferentielles .

3. 4 Effet de la texture sur les proprietés mecaniques et electriques du cuivre :

La symetrie de déformation de révolution par tréfilage fait apparaitre une texture qui ne depend que de la distance à l'axe du fil; la texture fibreuse est plus accentuée au coeur du fil et s'attenué progressivement a mesure que le rayon augmente pour laisser la place a une texture cylindrique qui occupe souvent une fraction importante du volume. Cette variation de la texture dans le fil entraine une anisotropie des proprietés du cuivre. suivant l'endroit et la direction. Cette anisotropie est accentuée par la répartition des défauts réticulaires .

Ainsi la resistivité electrique et les caracteristiques mecaniques sont influencées par la texture .

C H A P I T R E I V

METHODES EXPERIMENTALES.

L'étude de la texture a été effectuée par deux méthodes micrographiques :

- 1°) - microscopie optique.
- 2°) diffraction X

L'étude des propriétés mécaniques a été réalisée aux moyens d'essais de traction et de dureté; les propriétés électriques ont été étudiées par les mesures des résistances.

Les essais de traction et les mesures des résistances ont été faits au laboratoire de la cablerie électrique de la SONELEC et les essais de dureté au laboratoire de la SONACOME de Rouiba.

4.1. Rrélèvement des échantillons .

Deux nuances de fils ont été utilisés dans cette étude :

- 1°) - fil obtenu par laminage des wire-bars fabriqué par la cablerie de la SONELEC .
- 2°) - fil de coulée contournée importé de l'étranger et fabriqué selon le procédé PROPERZI (voir chapitre I)

Le tréfilage a été effectué à l'aide d'une trefilense simple les filières en carbure de tungstène ont été graissées par le lubrifiant utilisé à l'usine .

La gamme de tréfilage est la suivante :

	fil machine	1 ^{ere} passe	2 ^{eme} passe	3 ^{eme} passe	4 ^{eme} passe	5 ^{eme} passe	6 ^{eme} passe	7 ^{eme} passe	8 ^{eme} passe
fil de coulée continue	8,12	7,45	6,59	5,83	5,14	4,56	4,04	3,58	3,14
fil classique	8,12	7,45	6,59	5,83	5,43	4,56	4,04	3,58	3,14

4.2. Préparation des éprouvettes
et des échantillons micrographiques :

4.2.1. Préparation des éprouvettes

Les éprouvettes sont des tronçons de fils à section droite circulaire .

Le dressage a été effectué avec soin soit à la main soit à l'aide d'un maillet en bois sur une planche de bois pour éviter la modification des dimensions et l'écrouissage du métal.

La mesure des diamètres a été faite suivant deux directions perpendiculaire situées approximativement dans la même section droite . La valeur retenue est la moyenne des deux mesures .

Les éprouvettes utilisées pour les essais de traction ont une longueur de 300 mm dont 200 de partie utile et les éprouvettes destinées aux mesures des résistivités électriques ont une longueur de 1200 mm dont 1000 de partie utile, valeurs données par les normes AFNOR .

4.2.2. Préparation des échantillons
micrographiques :

4.2.2.1. Prélèvement :

Les échantillons sont tronçonnés à la meule sous arrosage d'eau, afin d'éviter tout échauffement .

4.2.2.2. Enrobage :

Une partie des échantillon a été enrobée à chaud à l'aide d'une presse hydraulique utilisant de la bakelite et une partie a été enrobée à froid utilisant une résine .

4.2.2.3. Polissage .

Il a été réalisé sous un courant d'eau avec des papiers

.../...

abrasifs en sic . 120,320, 600 et 1000 . La finition a été faite en utilisant de la poudre de diamant dispensée dans un corps gras.

4.2.2.4. Attaque chimique :

Trois reactifs ont été essayés :

1°) - Premier reactif :

- Fe cl₃ a 45°B 5ml
- Hcl d = 1,19 50ml
- C₂H₅ OH 99 % 45ml .

2°) - Deuxième reactif :

- HNO₃ 50 %
- H₃PO₄ 40 %
- CH₃ CO₂H 10 %

3°) - Troisième reactif

- (NH₄)₂ S₂ O₈ 10 %
- H₂ O 90 cc.

Les meilleurs resultats ont été obtenus en utilisant le premier reactif pour une durée de 20 à 30 secondes .

4.3. Recuit de recristallisation :

Pour determiner les conditions de recristallisation des fils ecrouis , des recuits ont été fait à 250 , 300 , 350 et 400°C pendant 30 et 40 mn. Une recristallisation régulière a été obtenue pour recuit a 350°C pendant 40 mn .

4.4. Techniques experimentales :

4.4.1. Essai de traction :

Il consiste à exercer , sur une eprouvette de longueur entre reperes lo = 200 mm, un effort croissant , de façon continue suivant l'axe de l'éprouvette .

Les caracteristiques mesurées sont :

1°) - la resistance a la rupture

$$R = \frac{P}{S_0} \quad \text{en Kg / mm}^2.$$

P etant la charge a la rupture .

S₀ la section initiale du fil.

2°) - L'allongement pour cent après rupture .

$$A = l \frac{l_1 - l_0}{l_0} \cdot 100 \quad \text{en \% .}$$

l₁, etant la longueur entre repere après rupture

conduite de l'essai :

On porte sur l'éprouvette sur toute la longueur l₀ des repere successifs distants les uns des autres de 50 mm . Après l'essai on reconstitue l'éprouvette et on mesure la nouvelle longueur entre reperes .

La charge est mesurée à l'aide d'un dynamometre.

Chaque valeur prise correspond a la moyenne de trois mesures.

L'essai est effectué a une vitesse constante de 75 mm /mn.

en accord avec les normes AFNOR .

4.4.2. Mesure des resistivités electriques :

Les mesures ont été faites en utilisant le pont de Thomson qui permet une bonne precision et elimine les influences des fils de connexion (voir annexe).

La resistance d'une eprouvette de 1000 mm de longueur est mesurée à la temperature ambiante . Le resultat est ramené à 20°C en appliquant la relation de correction suivante :

$$R_{20} = \frac{Rt}{1 + (t - 20)}$$

etant le coefficient de temperature . Pour le cuivre il vaut 0,00393 deg⁻¹.

La resistivité electrique à 20°C est calculée à partir de :

$$e_{20} = \frac{d^2}{4 e} R_{20}$$

d et e sont respectivement le diametre de la section et la longueur du fil .

Pour minimiser l'influence de la temperature due à l'echauffement du fil par effet Joule , la mesure est prise quelques minutes après l'atteinte de l'equilibre.

Chaque valeur prise correspond à la moyenne de trois mesures.

4. 4. 3. Essai de dureté :

Les essais ont été effectués par la methode vickers en micro-dureté . La charge utilisée est de 200 grammes. Les resultats sont obtenus en utilisant des dureté vickers en fonction de la longueur de la diagonale pour une charge donnée .

4. 4. 4. Diffraction X

L'appareil utilisé est de marque SIEMENS . L'anticathode est en Cobalt dont les caracteristiques sont :

K ₁	K ₂	K _B	W _K .
			seuil d'excitation
1,789 Å	1,793 Å	1,621 Å	7709 ev

l'échantillon est plan et tourne a une vitesse de $\frac{1}{20}$ degrés

par minute le compteur se deplace a une vitesse de : $\frac{1}{10}$ degrés par minute.

Le compteur est placé de façon à recevoir les rayons diffractés par l'échantillon sous l'angle 2θ .

La reponse du capteur est enregistrée et on obtient ainsi un diagramme I (2θ) formé de pics correspondant aux reflexions (h k l).

4. 4. 5. Microscopie optique :

Les microphotographies ont été prises en lumière naturelle.

C H A P I T R E V ;
RESULTATS EXPERIMENTAUX .

5.1 Etude de la texture par microscopie optique :

5.1.1. Evolution de la texture avec le degré d'ecrouissage :

L'examen en microscopie optique montre que le tréfilage provoque une déformation des cristaux qui se traduit par leur allongement parallèlement à l'axe du fil c'est à dire à la direction de tréfilage .

On peut caractériser les grains déformés par le rapport entre leur longueur selon l'axe du fil et leur longueur dans le sens transverse .

Ce rapport croît avec le degré de déformation pour donner naissance à une texture fibreuse dans la direction de tréfilage.

L'analyse des fils machine des deux nuances montre une structure recristallisée assez régulière ; les cristaux sont sensiblement isotropes .

La comparaison des deux nuances montre que la structure du fil de coulée continue est très fine et la dimension des grains est approximativement la même dans toute la section du fil .

La structure du fil classique est à la fois moins fine et très hétérogène (fig 5.1 a 5.4) .

Cette différence qui provient du mode et des conditions de élaboration des fils aura certainement une influence sur le comportement des deux nuances au tréfilage .

Au premier stade du tréfilage (réduction de section de 16%), la structure est presque identique à celle des fils machines ;

.../...

L'isotropie est conservée mais on peut, toutefois, remarquer une fragmentation et un debut de deformation des grains (fig 5.5.)

La structure des fils ayant subi un tréfilage correspondant à 50 % de reduction de section est caracterisée par des grains très allongés parallèlement a la direction de tréfilage . La disproportion entre les dimensions longitudinales et transversales est nette .(fig 5.6 a 5.7) .

Les dimensions des cristaux deformés apparaissent variables d'un grain à un autre pour les deux nuances . Ceci est du probablement à l'heterogeneite de la déformation qui influe sur les grains de façon differente selon leur orientations .

Dans les fils tréfiles a partir du fil machine a 3,14 mm de diametre (80 % de reduction) , la texture à grains deformés est remplacée par une texture fibreuse très fine, uniformement repartie et sensiblement paralléle a la direction du tréfilage .(fig 5.8 et 5.9) .

5. 1. 2. Structure de recristallisation :

Un recuit de 40 mn à 350 °C conduit à une structure recristallisée regulièrè ; les fils recristallisés après avoir été ecrouis à 16 % possèdent une structure differente de celle des fils machine . Pour le fil de coulée continue nous obtenons une structure moins fine mais uniforme au contraire elle est plus fine et plus regulièrè pour le fil classique .

La structure de deformation a complètement disparue et les nouveaux grains sont orientés de façon aléatoire .

Les fils qui ont subi un tréfilage plus poussé présentent une structure bien recristallisée plus fine .(fig 5.15 à 5.18).
D'une manière générale l'analyse des micrographies des deux nuances révèle une meilleure homogénéité dans le fil de coulée continue .



Fig 5.1 : fil machine brut
de coulée continue
coupe longitudinale x175



Fig 5.2 : fil machine de
coulée continue
coupe en travers x175



Fig 5.3 : fil machine classique
coupe en long x175



Fig 5.4 : fil machine classique
coupe en travers x175



Fig 5.5 : fil de coulée continue
après une réduction de section
de 16 %
coupe en long x 175



Fig 5.6 : fil de coulée continue
après une réduction de section
de 49 %
coupe en long x 175



Fig 5.7 : fil classique après
une réduction de section
de 49 %
coupe en long x 175



Fig 5.8 : fil de coulée
continue après une réduction
de section de 80 %
coupe en long x 175



Fig 5.9 : fil classique après
une réduction de section
de 80 %
coupe en long x 175



Fig 5.10 f, fil classique recuit
à 350 °C après une réduction de
section de 16 %
coupe en long x 175

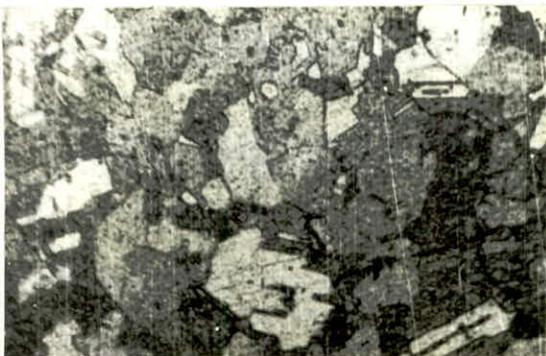


Fig 5.11 : fil classique recuit
à 350 °C après une réduction
de section de 49 %
coupe en long x 175



Fig 5.12 : fil de coulée
continue recuit à 350 °C
après une réduction de section
de 80 %
coupe en long x 175

Influence de la deformation par tréfilage sur la dimension des grains :

Les dimensions des grains ont été déterminées par comparaison avec ceux données par les normes A.S.T.M.

D'après les résultats obtenus et classés dans le tableau 5., nous constatons une réduction progressive de la dimension du grain au cours du tréfilage .

tableau 5. Influence du tréfilage sur la dimension du grain

réduction de section (%)	fil de coulée continue .		fil classique	
	diametre moyenne du grain (mm)	nombre de grains par mm ²	diametre moyenne du grain (mm)	nombre de grains par mm ²
0	0,017	4450	0,051	489
16	0,015	5659	0,026	1883
49	0,006	35 367	0,019	3527
80	0,005	50 929	0,009	15719

La dimension moyenne du grain dans le fil de lingot est trois fois plus grande que celle du grain du fil de coulée continue. Le rapport diametre du grain du fil de lingot à celui du grain du fil de coulée continue ne reste pas constant au cours de la deformation (tableau 6 .).

tableau 6 .

.../...

TABLEAU 6 :

rapport du diametre des grains
des deux nuances en fonction
du degre d'écrouissage .

reduction de section (%)	0	16	49	80
diametre du grain du fil classique	3	1,73	3,16	1,8
diametre du grain du fil de coulée continue				

La fragmentation des grains est très importante au premier
stade du tréfilage pour le fil classique .

Elle est approximativement du même ordre pour les fils des
deux nuances déformées à 49 et 80 % (tableau 7).

tableau . 7

reduction relative et rapport des reductions relatives des
dimensions des grains dans les fils des deux nuances .

tableau 7 .

reduction des section (%)	reduction relative du diametre du grain dans le fil de cou- lée continu (%)	reduction relative du diametre du grain dans le fil classique (%)	rapport des reductions relatives
0	0	0	
16	12	49	0,24
49	65	63	1,03
80	70	82	0,85

2.2.2. Étude de la texture par diffraction X.

2.2.2.1. Principe de la méthode

L'étude de la texture se fait par la détermination de l'orientation cristallographique c'est à dire de la position des axes plans cristallographiques dans un échantillon polycristallin.

Le principe de la méthode consiste à exposer la surface d'un échantillon à un rayonnement X. Dans le montage du goniomètre, la position relative du compteur et de l'échantillon est telle que, successivement, tous les plans, parallèles à la surface de l'échantillon, se retrouvent en position de Bragg.

Nous obtenons ainsi une série de raies caractéristiques correspondantes aux plans qui ont diffractés.

L'identification des plans diffractés se fait par l'utilisation de la loi de Bragg :

$$n \lambda = 2 d \sin \theta .$$

où n est un entier, il correspond à la diffraction d'ordre n.

λ est la longueur d'onde du rayonnement incident.

d_{hkl} la distance réticulaire des plans (hkl).

θ est l'angle de diffraction.

L'intensité du faisceau diffracté est proportionnelle à la courbe correspondante dans le diffractogramme.

En particulier, l'intensité diffractée est proportionnelle au facteur :

$$\frac{1 + \cos^2 2 \theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \quad m \quad /F^2$$

.../...

m étant le facteur de multiplicité il prend les valeurs suivantes :

(hkl)	m
(1 1 1)	8
(2 0 0)	6
(2 2 0)	12.

F est le facteur de structure il s'exprime par la relation

$$F(hkl) = f_i \exp \left[-2 \pi i (h x_i + k y_i + l z_i) \right], f_i \text{ est le facteur de diffusion.}$$

Pour le cuivre de structure cfc

$$F_{hkl} = 4 f_{cu}.$$

Le facteur de diffusion f ; dépend de la longueur d'onde et de l'angle de diffraction θ . Il est déterminé expérimentalement à partir des courbes donnant le facteur de diffusion f fonction de $\frac{\sin \theta}{\lambda}$;

Dans cette étude nous avons considéré les trois premières raies uniquement c'est à dire les raies $\{111\}$, $\{200\}$ et $\{220\}$ car l'appareillage utilisé ne permet pas de travailler plus de trois raies sans affecter les résultats.

5.2.2. Conditions expérimentales :

Le rayonnement monochromatique utilisé a pour longueur d'onde λ du Cobalt

$$K = \frac{2 K_{\alpha_1} + K_{\alpha_2}}{3} = 1,790 \text{ \AA}$$

et de l'angle de diffraction θ . Il est déterminé expérimentalement à partir des courbes donnant le facteur de diffusion f fonction de $\frac{\sin \theta}{\lambda}$;

Dans cette étude nous avons considéré les trois premières

la raie K_{β} est éliminée par l'utilisation d'un filtre en fer dont la discontinuité d'absorption λ_K sintercale entre les deux raies (K_{α} et K_{β}) du Cobalt.

L'intensité du courant et la tension utilisées sont respectivement 8 mA et 35 Kv.

Pour chaque échantillon deux surfaces ont été exposées au rayonnement ; une surface en coupe longitudinale parallèle à l'axe du fil et une surface en coupe transversale perpendiculaire à cet axe.

Afin de déterminer l'évolution de la texture d'écroutissage et celle de recristallisation, nous avons étudié les deux états : état écroui par tréfilage et état recristallisé à 350°C.

5.2.3. Resultats :

Les intensités sont exprimées par les valeurs des aires des courbes correspondantes.

Les mesures des aires ont été effectuées à l'aide d'un planimètre.

Les positions des raies sont les suivantes :

$$\text{raie } \{111\} \quad d_{111} = 2,0870 \text{ \AA} \quad \theta_{111} = 25^{\circ} 22'$$

$$\text{raie } \{200\} \quad d_{200} = 1,8089 \text{ \AA} \quad \theta_{200} = 29^{\circ} 38'$$

$$\text{raie } \{220\} \quad d_{220} = 1,2775 \text{ \AA} \quad \theta_{220} = 44^{\circ} 26'$$

5.2.3.1. Evolution de la texture d'ecrouissage :

- Calcul des rapports d'intensités à l'état parfaitement isotrope :

$$I \text{ étant proportionnel à } K m F^2 \text{ ou } K m / 4 f^2$$

.../...

$$\text{avec } K = \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta}$$

On peut déterminer les rapports d'intensités.

$$\frac{I_{111}}{I_{111}}, \quad \frac{I_{200}}{I_{111}} \quad \text{et} \quad \frac{I_{220}}{I_{111}}$$

TABLEAU : 8

(hkl)	CoK	fcu	f ² cu	m	K	I	I/I ₁₁₁
(111)	25° 22'	19,6	384,16	8	8,444	25951	100
(200)	29° 38'	18,4	338,56	6	6,045	12279	47
(220)	44° 26'	15,4	237,16	12	2,858	8134	31

A l'état déformé par tréfilage nous obtenons les valeurs suivantes :

TABLEAU: 9 - fil de coulée continue coupe longitudinale .

Taux d'e- crouissage %	$\frac{I_{111}}{I_{220}}$	$\frac{I_{200}}{I_{220}}$	$\frac{I_{220}}{I_{220}}$
0	2,28	1,26	1
16	2,07	1,36	1
49	1,65	0,96	1
80	1,28	0,91	1

.../...

TABEAU: 1 \odot fil de coulée continue coupe en travers.

taux d'écrou- issage %	I_{111}/I_{220}	I_{200}/I_{220}	I_{220}/I_{220}
0	3,79	2,53	1
16	3,23	1,52	1
49	3,61	2,2	1
80	6,44	2,72	1

TABEAU: 11 fil classique coupe en long.

taux d'écrouis- sage %	I_{111}/I_{220}	I_{200}/I_{220}	I_{220}/I_{220}
0	2,07	1,58	1
16	2,55	1,76	1
49	1,66	1,29	1
80	1,50	0,75	1

TABEAU: 12 - fil classique coupe en travers

taux d'écrouis- sage %	I_{111}/I_{220}	I_{200}/I_{220}	I_{220}/I_{220}
0	3,72	1,96	1
16	2,17	2,29	1
49	6,19	4,16	1
80	24,04	9,44	1

Nous avons exprimé les rapports d'intensités à ceux correspondants à l'état parfaitement isotrope a_{111} , a_{200} et a_{220}

avec .

$$a_{111} = \frac{(I_{111}/I_{220})_{\text{expérience}}}{(I_{111}/I_{220})_{\text{isotrope}}}$$

$$a_{200} = \frac{(I_{200}/I_{220})_{\text{exp}}}{(I_{200}/I_{220})_{\text{iso.}}}$$

$$a_{220} = \frac{(I_{220}/I_{220})_{\text{exp}}}{(I_{220}/I_{220})_{\text{iso.}}}$$

Les résultats sont :

TABLEAU 13 fil de coulée continue .

%	coupe en long			coupe en travers		
	a_{111}	a_{200}	a_{220}	a_{111}	a_{200}	a_{220}
0	0,71	0,83	1,00	1,17	1,66	1,00
16	0,64	0,89	1,00	1,00	1,00	1,00
49	0,51	0,63	1,00	1,12	1,45,	1,00
80	0,39	0,60	1,00	2,00	1,79	1,00

.../...

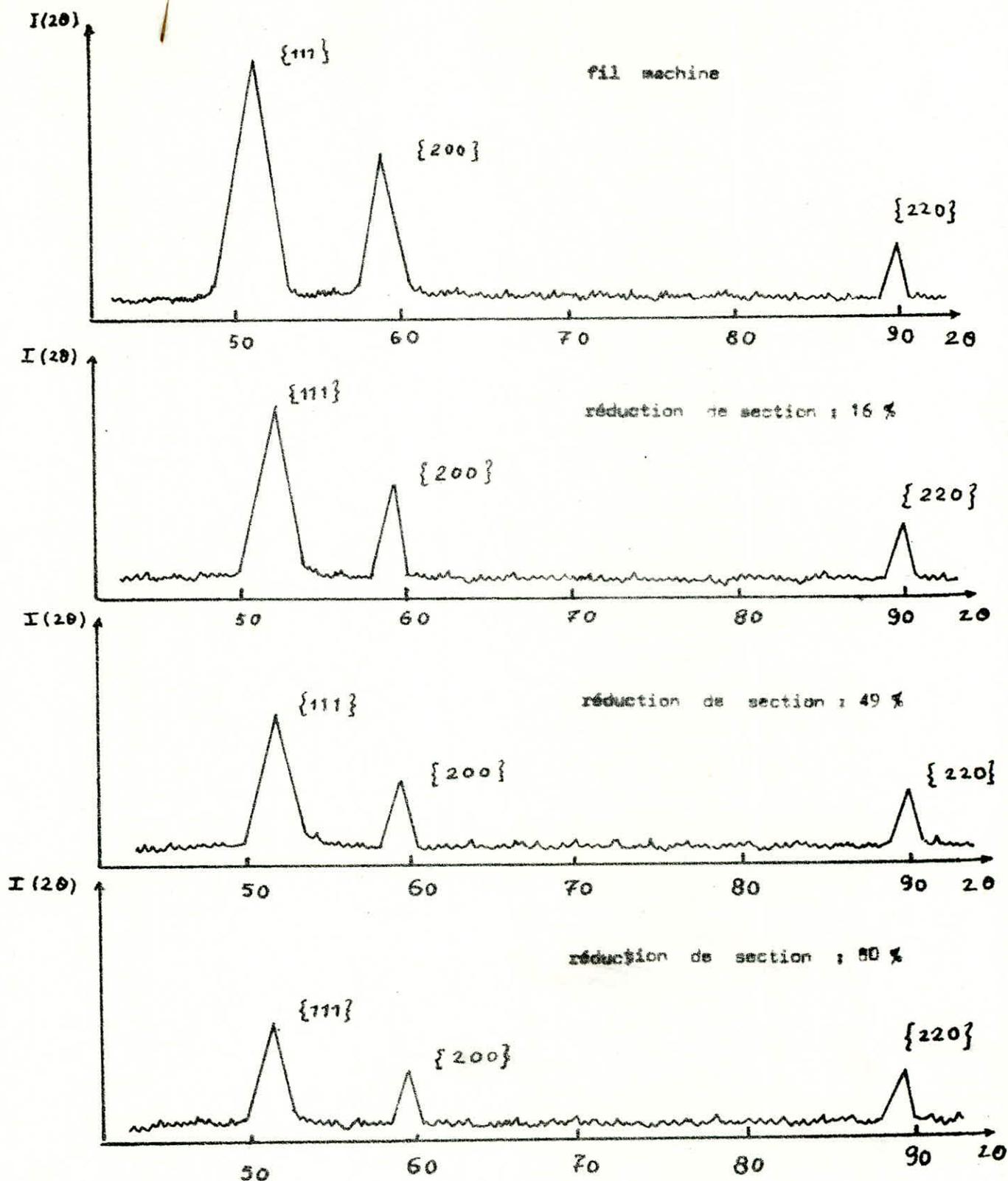


Fig 5.13 : diffractogrammes des échantillons dont la surface soumise à un rayonnement X est parallèle à l'axe du fil

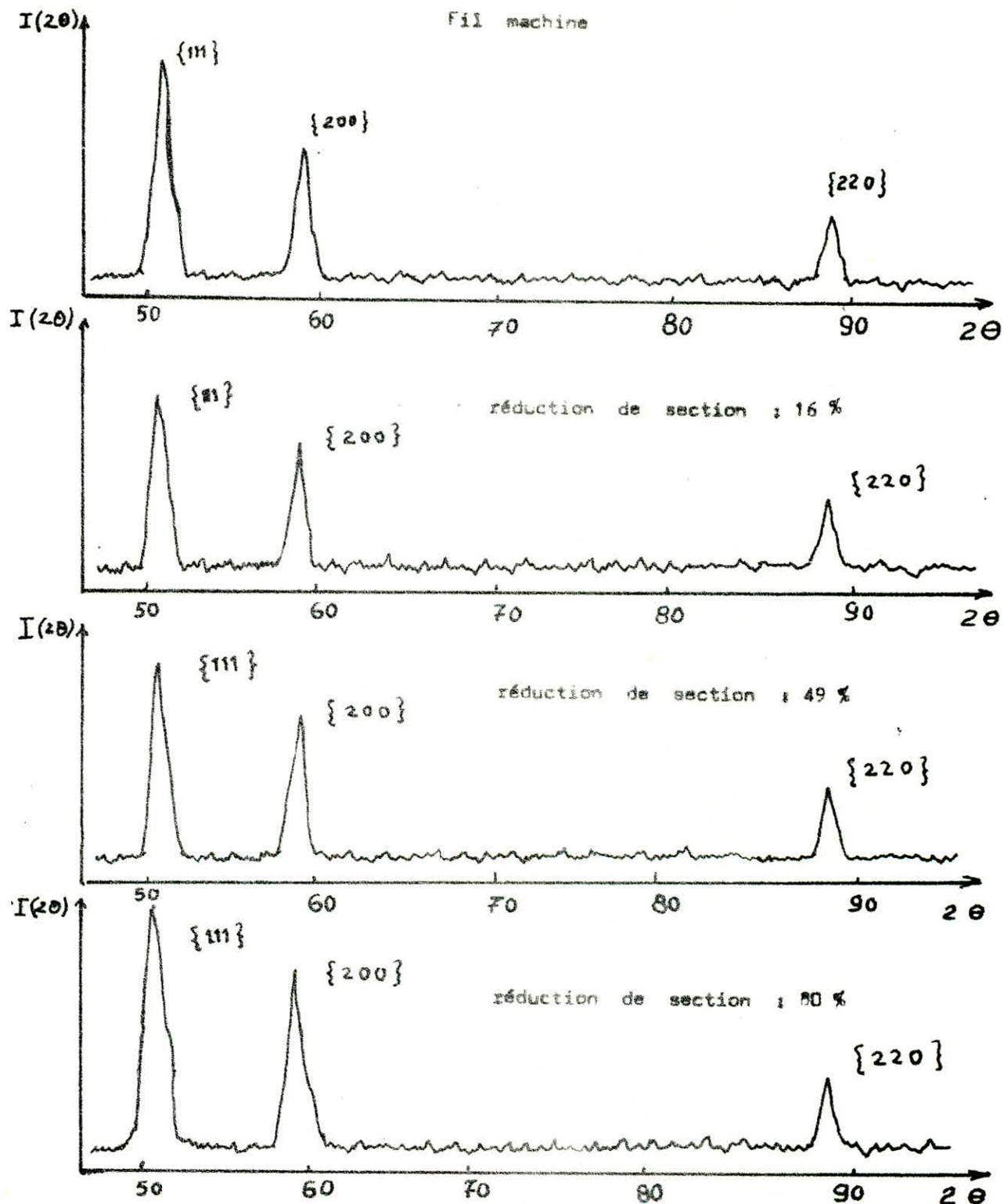


Fig 5.14 : diffractogrammes des échantillons dont la surface soumise au rayonnement X est perpendiculaire à l'axe du fil

TABLEAU 14- fil classique :

%	coupe en long			coupe en travers		
	a_{111}	a_{200}	a_{220}	a_{111}	a_{200}	a_{220}
0	0,64	1,04	1,00	1,15	1,29	1,00
16	0,79	1,16	1,00	0,67	1,51	1,00
49	0,51	0,85	1,00	1,92	2,74	1,00
80	0,46	0,49	1,00	7,46	6,21	1,00

L'analyse des résultats obtenus montre qu'au cours de la déformation, l'intensité des raies $\{111\}$ et $\{100\}$ augmente en coupe transversale et diminue en coupe longitudinale rapport à celle de la raie $\{110\}$ prise comme référence .

Ces variations des rapports d'intensités sont dues à l'évolution des plans $\{111\}$ et $\{100\}$ par le développement des textures $\{111\}$ et $\{100\}$ au cours de la déformation. Ces plans tendent à se disposer peu à peu perpendiculairement à l'axe des fils c'est à dire à la direction de tréfilage .

Les résultats des tableaux 13° et 14, révèlent d'une part, l'existence d'une texture double initialement dans les deux fils et d'autre part une croissance des textures d'écrouissage plus grande dans le fil classique .

Dans les deux tableaux nous exposons les rapports des longueurs des demi-intensités en fonction du degré d'écrouissage :

.../...

TABLEAU 15: fil de coulé continu .

%	Coupe en long			coupe en travers .		
	l_{1111}/l_{220}	l_{200}/L_{220}	l_{220}/l_{220}	l_{1111}/l_{220}	l_{200}/l_{220}	l_{220}/l_{220}
0	1,02	1,49	1	1,2	1,64	1
16	2,23	3,04	1	1,2	1,7	1
49	1,13	1,61	1	0,6	0,88	1
80	1,25	1,60	1	2,27	3,72	1

TABLEAU 16 fil classique .

%	Coupe en long			Coupe en travers.		
	l_{1111}/l_{220}	l_{200}/L_{220}	l_{220}/l_{220}	l_{1111}/l_{220}	l_{200}/l_{220}	l_{220}/l_{220}
0	0,60	0,83	1,00	1,18	1,57	1,00
16	1,07	1,64	1,00	1,81	2,75	1,00
49	1,11	1,66	1,00	1,2	1,6	1,00
80	1,00	1,46	1,00	1,96	3,26	1,00

D'une manière generale on remarque une tendance d'elargissement des raies au cours de la deformation

5. 2. 3. 2. texture de recristallisation :

Les resultats obtenus sont exposés dans les tableaux suivants :

.../...

TABLEAU : 17 fil de coulée continu

%	Coupe en long.			Coupe en travers		
	I_{111}/I_{220}	I_{200}/I_{220}	I_{220}/I_{220}	I_{111}/I_{220}	I_{200}/I_{220}	I_{220}/I_{220}
16	2,08	1,50	1,00	3,73	2,49	1,00
49	3,59	2,00	1,00	4,93	2,41	1,00
80	1,30	1,26	1,00	2,66	1,57	1,00

TABLEAU : 18 fil classique .

%	Coupe en long			Coupe en travers .		
	I_{111}/I_{220}	I_{200}/I_{220}	I_{220}/I_{220}	I_{111}/I_{220}	I_{200}/I_{220}	I_{220}/I_{220}
16	2,93	1,88	1,00	6,16	4,10	1,00
49	3,96	2,04	1,00	5,50	4,26	1,00
80	2,67	1,92	1,00	3,64	1,85	1,00

Ces resultats semblent montrer une atténuation des textures d'écrouissage en fonction du degré de la deformation .

5.3. Influence de la déformation par tréfilage sur les propriétés d'emploi des fils :

Pour déterminer l'influence du tréfilage sur les caractéristiques mécaniques et électriques des fils, nous avons exprimé le taux d'écroutissage par la variation de la section relative définie par :

$$\epsilon \% = \frac{S_0 - S_1}{S_0} \cdot 100$$

où S_0 , S_1 sont respectivement la section initiale et la section finale du fil.

5.3.1. Evolution des caractéristiques mécaniques :

5.3.1.1. La résistance à la rupture :

A mesure que le fil s'écrouit sa résistance à la traction augmente (fig) . Cet accroissement est maximal pour la première passe de tréfilage où une déformation de 20 à 30 % entraîne un accroissement relatif de la résistance R de 16 %. Pour les passes suivantes, le gain décroît progressivement et tend vers une valeur constante d'environ 8 à 10 % .

L'étude des courbes des fig et montre que les deux nuances ont approximativement la même résistance à la rupture .

5.3.1.2. La dureté :

La dureté vickers des fils augmente avec le taux d'écrouissage suit sensiblement la même évolution pour les deux nuances de fils .

La dureté varie d'un point à un autre suivant une direction perpendiculaire à l'axe du fil et est constante suivant la direction de l'axe .

Diametre initial avant rupture	section avant rupture	Dureté vickers	resistance à la rupture	Allongement	degré d'ecrouissage $\frac{S_e - S_{1.100}}{S_e}$
mm	mm ²		Kg/mm ²	%	%
8,12	51,78	76	24,81	41,00	0
7,45	43,59	95	28,90	15,00	15,82
6,59	34,11	125	35,18	6,50	34,13
5,83	26,60	112	39,28	3,00	48,63
5,14	20,75	121	40,48	2,00	59,93
4,56	16,33	122	43,17	1,75	68,46
4,04	12,82	124	43,68	1,00	75,24
3,58	10,06	127	44,70	0,75	80,56
3,14	7,74	127	46,51	0,75	85,05

TABLEAU Evolution des proprietes mecaniques en fonction du degré d'ecrouissage du fil obtenu par coulée continue.

TABLEAUX : 20

Evolution des propriétés mécaniques en fonction du degré d'écrouissage du fil obtenu à partir du lingot .

Diametre avant la rupture (mm)	section avant la rupture (mm ²)	Dureté vickers	resistance à la rupture Kg/mm ²	Allonge- ment (%)	Degré d'écrouissage (%)
8,12	51,78	78,5	23,37	40	0
7,45	43,59	96,5	28,67	18	16
6,59	34,00	118	35,29	6	34
5,83	26,60	116	38,72	4	48
5,43	23,16	119	39,29	3,5	55
4,56	16,33	122	42,86	3	68
4,04	12,82	124	44,07	2,5	75
3,58	10,12	130	44,96	2	80
3,14	7,74	127	45,22	1,5	85

5.3.1.3. L'allongement à la rupture

L'allongement des fils décroît considérablement dès la première passe de tréfilage et plus faiblement pour les passes suivantes (fig).

D'autre part, on remarque que, pour les mêmes taux d'écrouissage, les allongements des fils obtenus par laminage des wire-bars sont légèrement supérieurs à ceux des fils de coulée continue. Ce résultat semble indiquer une meilleure aptitude à la déformation du fil classique .

L'augmentation de la résistance à la rupture est accompagnée d'une diminution notable de l'allongement c'est à dire de l'aptitude à la déformation .

5.3.2. Variation de la résistivité électrique :

La résistivité électrique des fils des deux nuances augmente régulièrement avec l'écrouissage (fig).

L'accroissement relatif / est plus élevé pour les fils des wire-bars très écrouis .

L'augmentation de la résistivité ne dépasse pas 5 % . Quel que soit la nuance (fig) et les valeurs obtenues sont inférieures aux valeurs limites imposées par les normes AFNOR qui sont :

$$e_{20\max} = 0,017586 \quad \Omega \cdot \text{mm}^2 / \text{m} \quad \text{pour } d > 6,5 \text{ mm}$$

$$e_{20\max} = 0,017758 \quad \Omega \cdot \text{mm}^2 / \text{m} \quad \text{pour } d < 6,59 \text{ mm}.$$

L'augmentation de la résistance à la traction s'accompagne d'une élévation de la résistivité électrique des fils (fig).

Fig : 5.15
 Evolution de
 la resistance à
 la rupture et de
 l'allongement en
 fonction du degré
 décroissance du
 fil de coulée
 continue

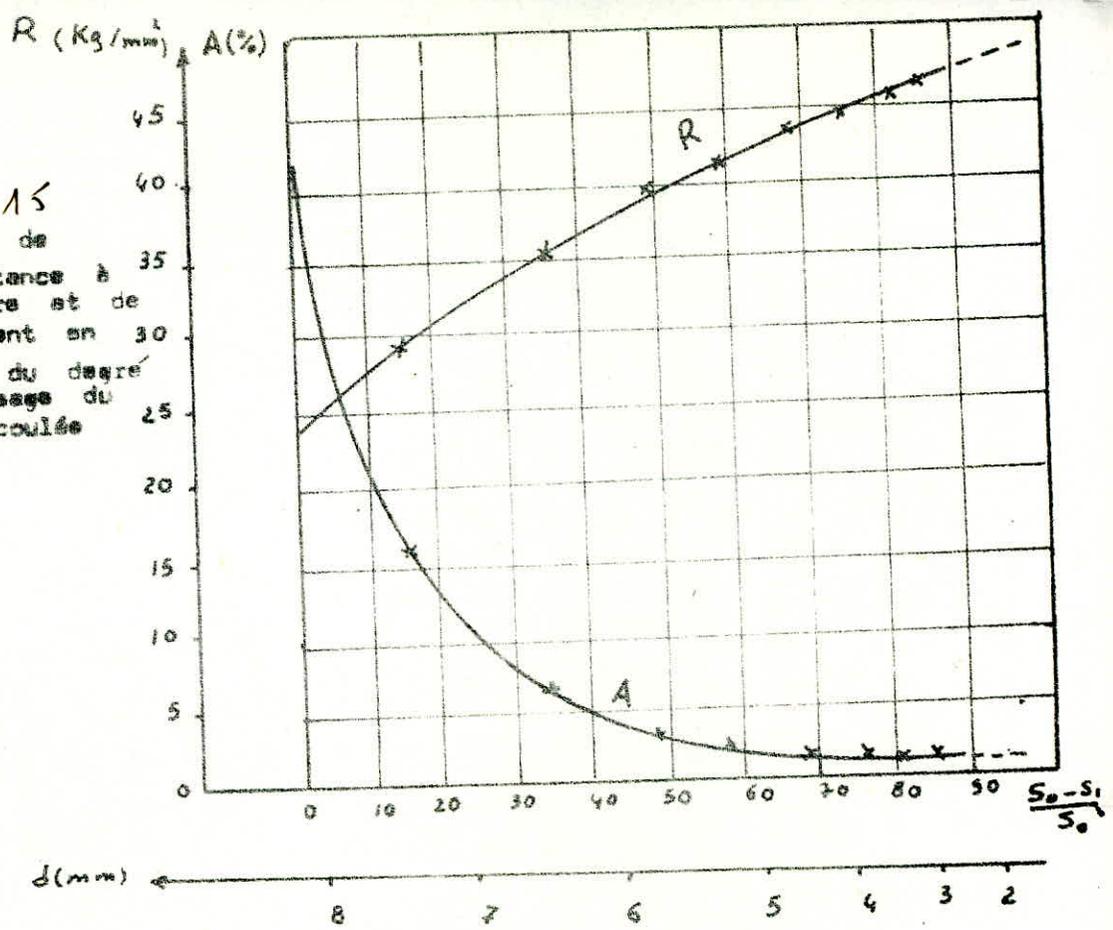
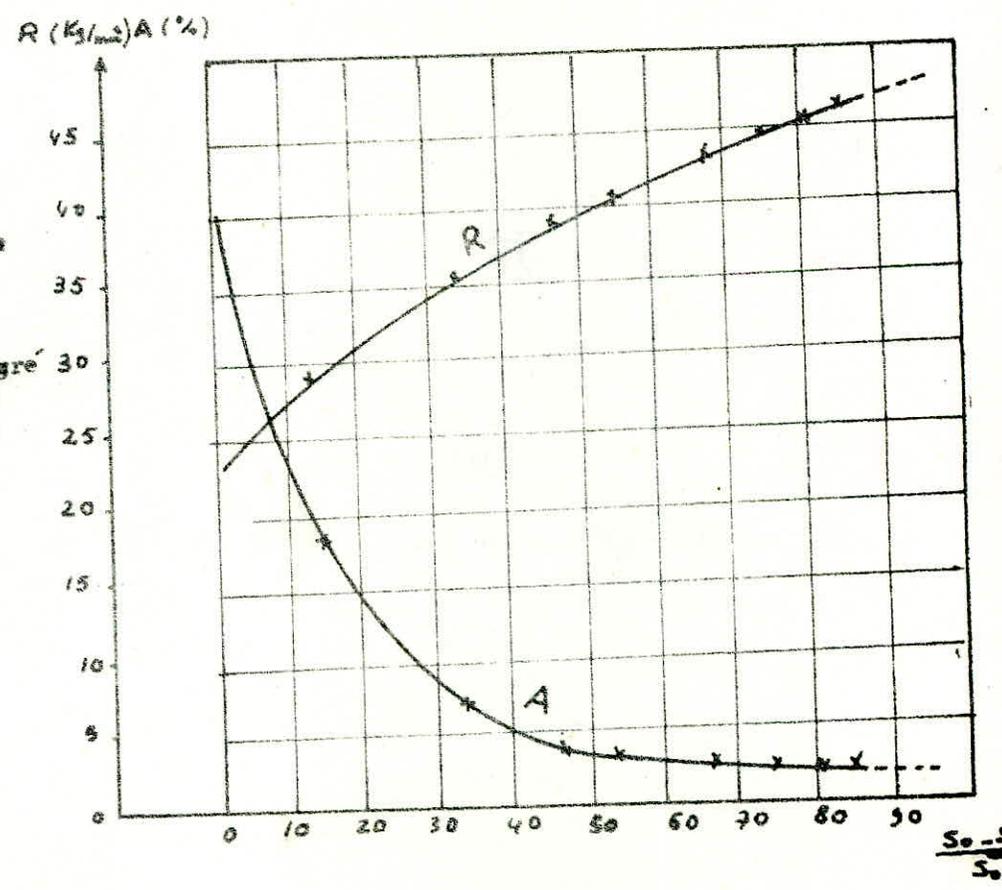


Fig : 5.16
 Evolution de la
 resistance à la
 rupture et de
 l'allongement en
 fonction du degré
 décroissance du
 fil obtenu des
 wire_bars



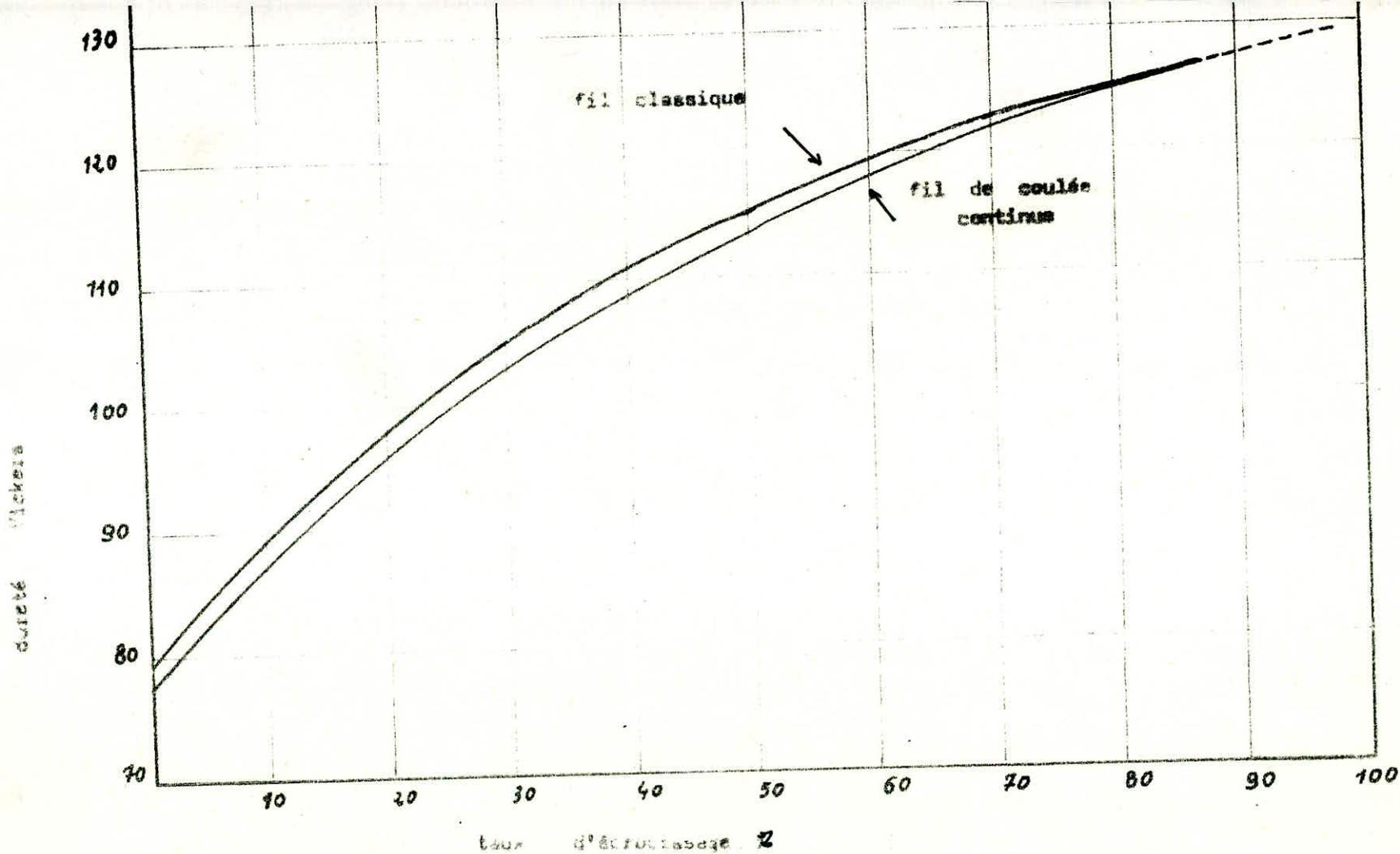


Fig 5.17 : variation de la dureté Vickers en fonction de degré d'écrasement

TABLEAUX : 21 Influence de l'ecrouissage sur la resistivite electrique

fil de coulée continue

	8,12	7,45	6,59	5,83	5,14	4,56	4,04	3,58	3,14
	0	16	34	49	60	68	75	80	85
	1,6715	1,7171	1,7238	1,7245	1,7309	1,7281	1,7290	1,7304	1,7307

fil obtenu à partir des wire - bars

	8,12	7,45	6,59	5,83	5,43	4,56	4,04	3,58	3,14
	0	16	34	49	55	68	75	80	85
	1,6707	1,7137	1,7272	1,7199	1,7338	1,7380	1,7337	1,7433	1,7456

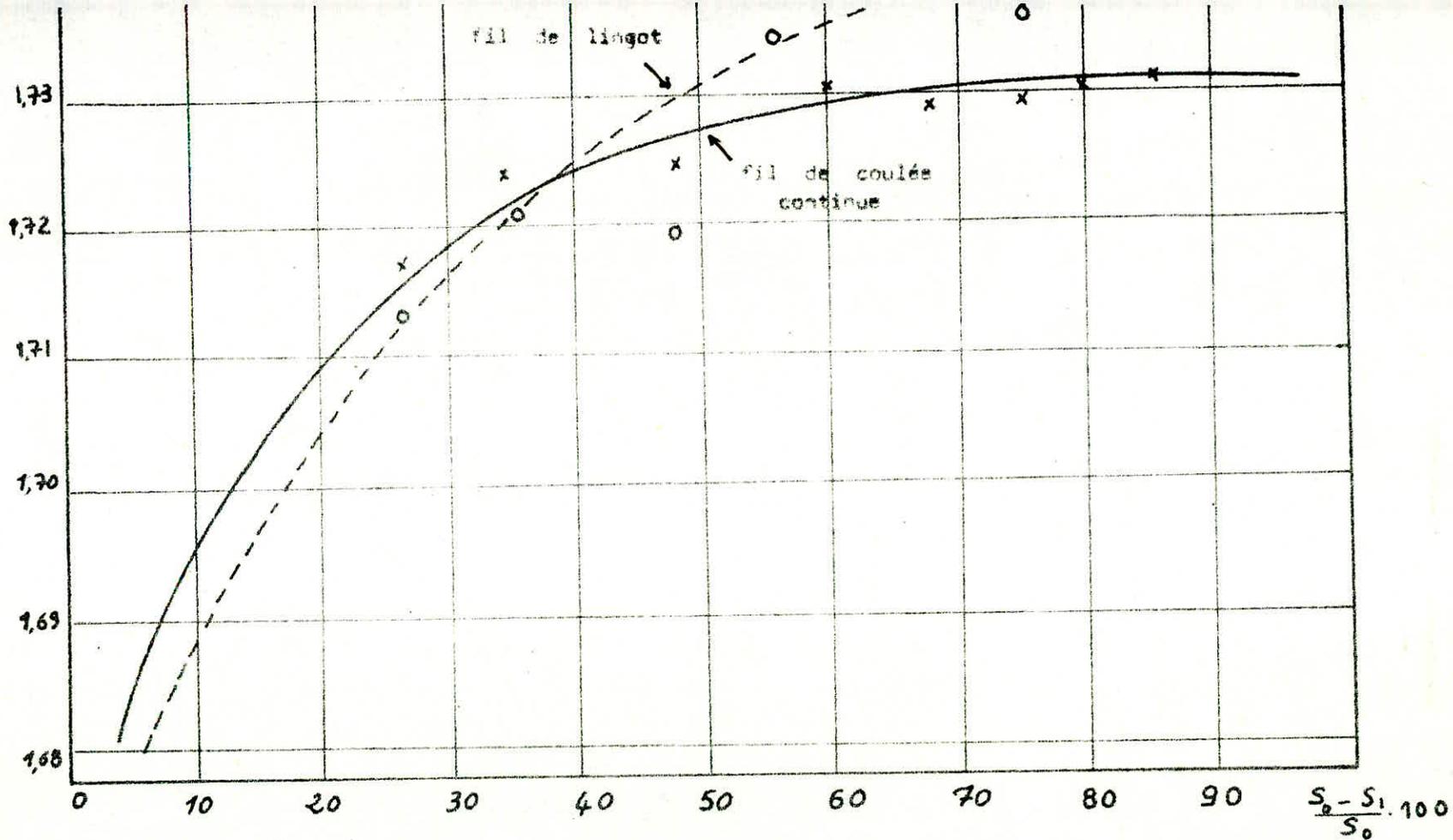
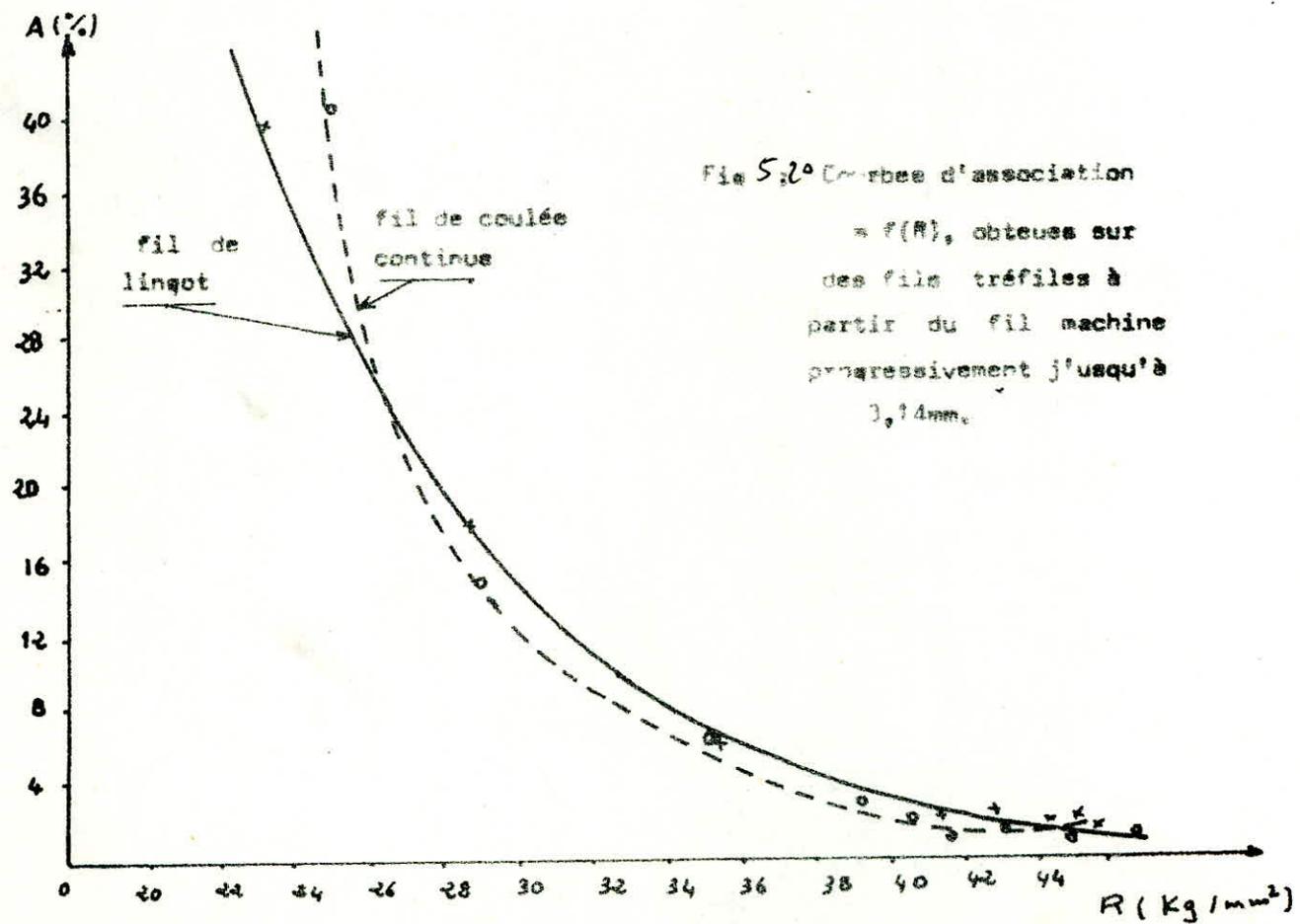
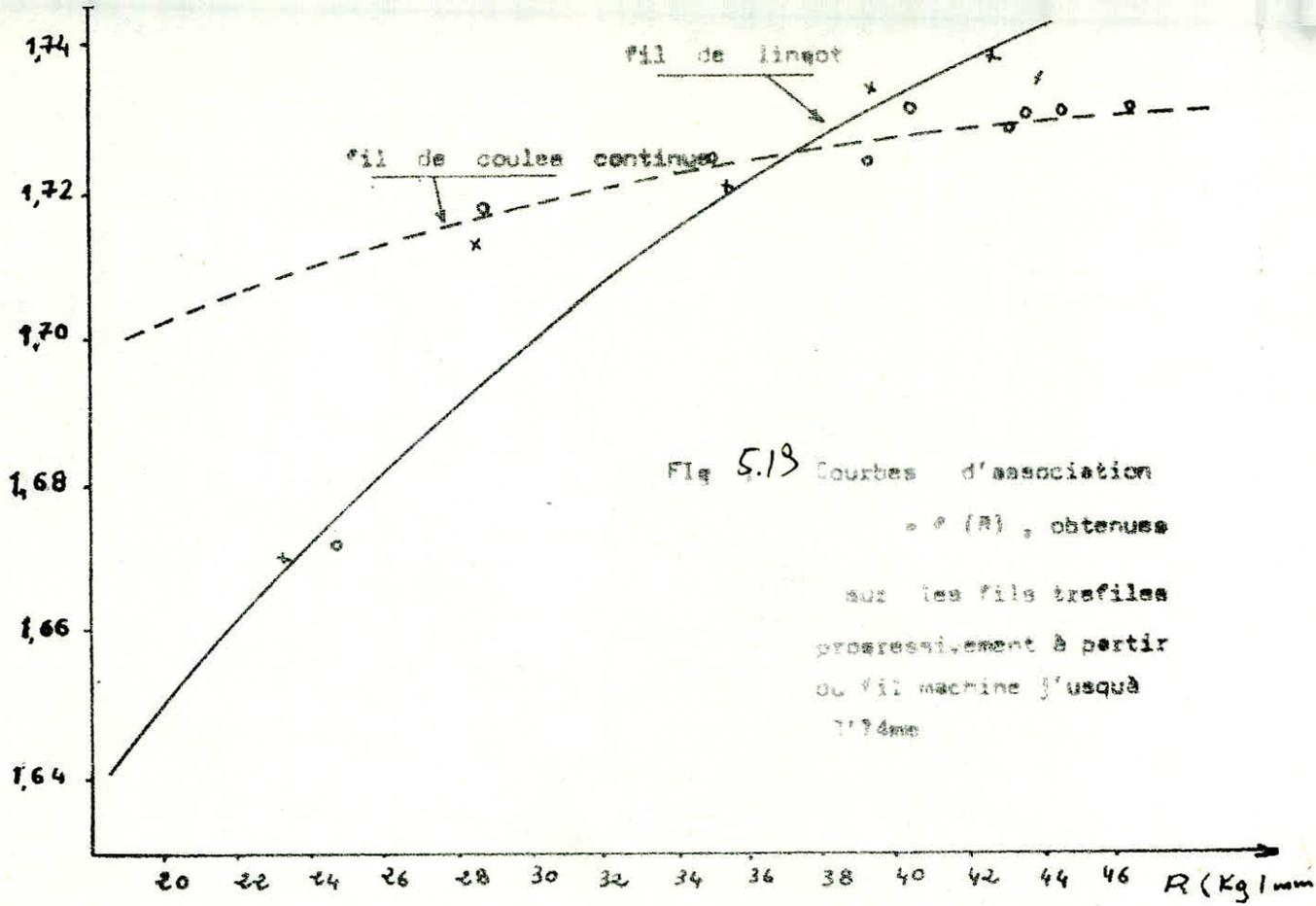


Fig: 5.18 Influence de l'écrasement par tréfilage sur la résistivité électrique des fils



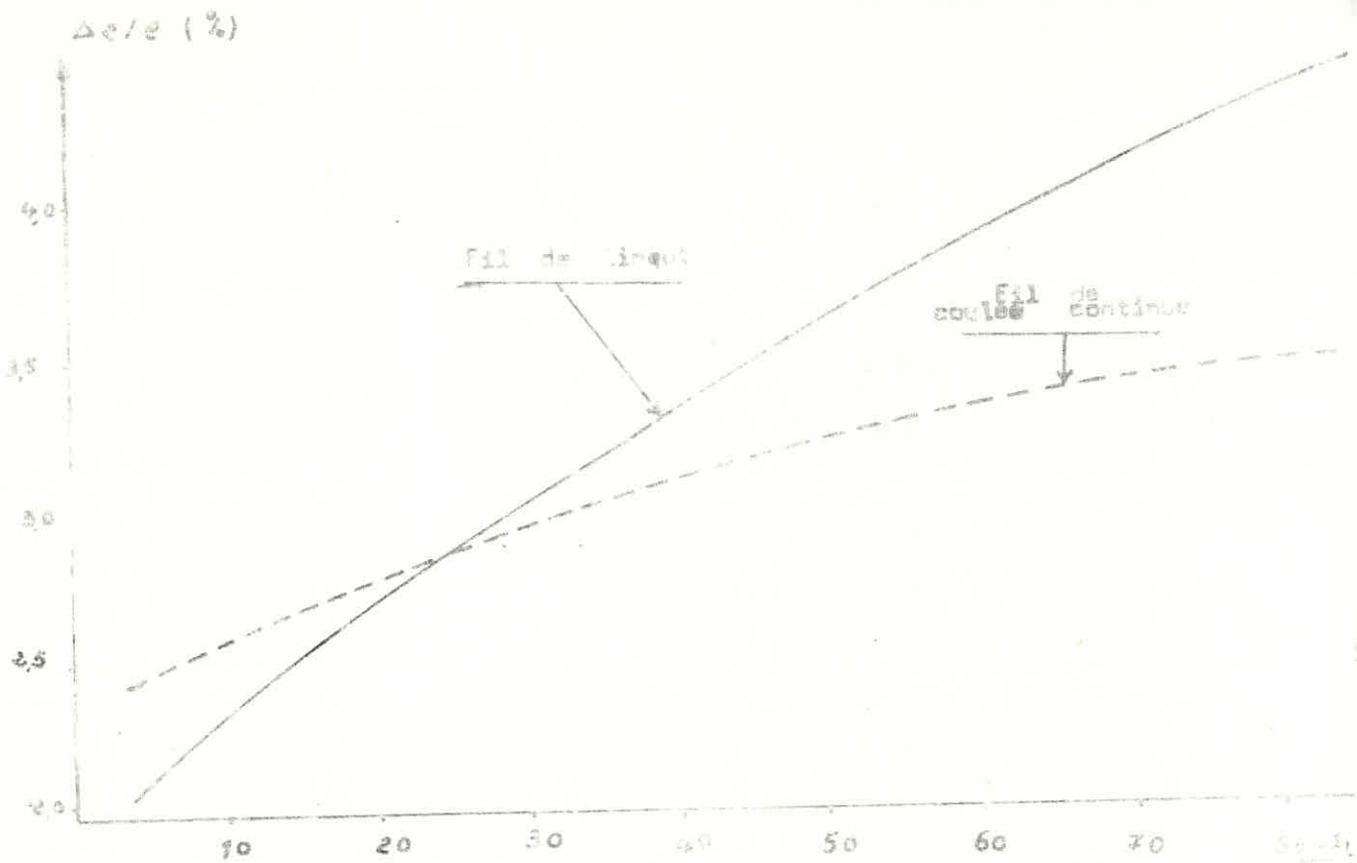


Fig 5.2 Evolution de l'accroissement relatif en fonction du degré de déformation

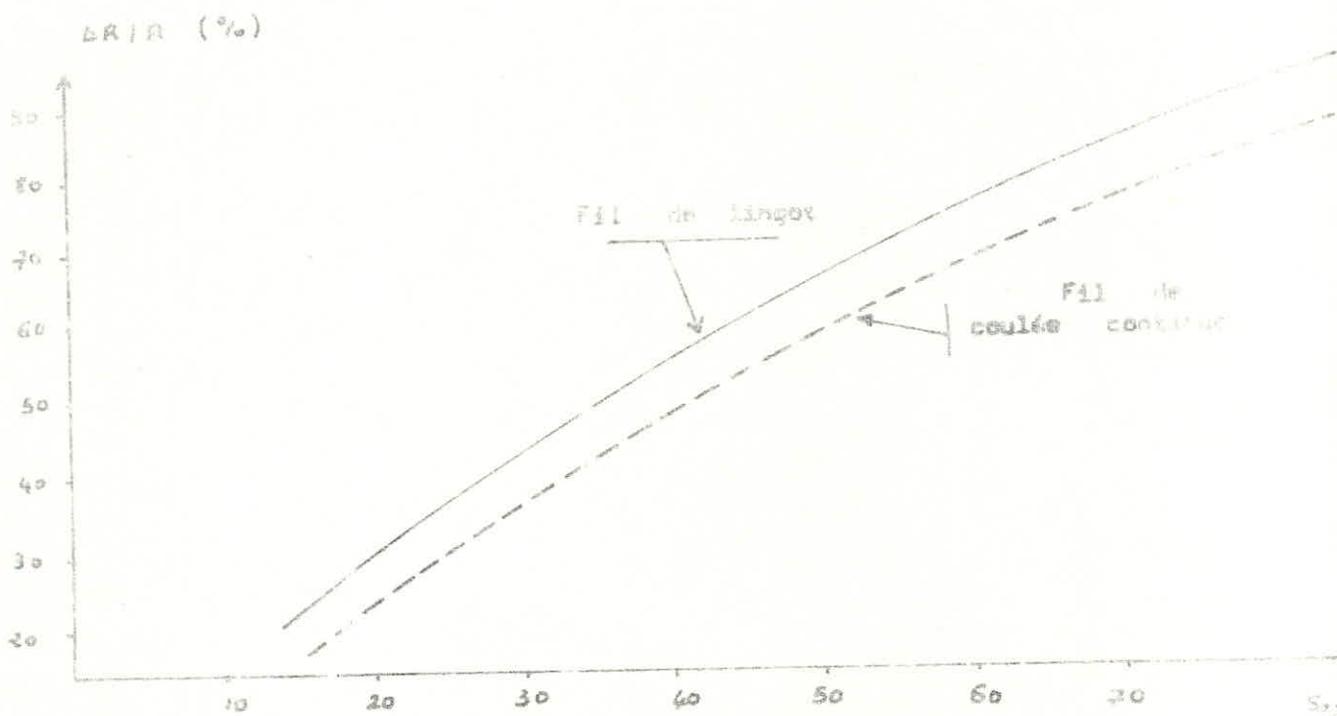


Fig 5.2.2 Evolution de l'accroissement relatif en fonction du degré de déformation

5.3.3. Influence du recuit :

Un recuit de 40 mn a 350°C a pour effet de diminuer la limite elastique, la resistance à la rupture et la dureté (tableaux) alors que l'allongement est sensiblement amelioré .

La resistance à la rupture diminue jusqu'à une valeur proche de celle des fils machines et varie légèrement en fonction de l'écroutissage des fils recuits .

L'allongement retrouve la valeur correspondante au fil machine (40 - 41 %).

Les valeurs de la resistivité electriques des fils recuits n'ont pas pu être obtenues a cause de la taille des eprouvettes recuites ; leur longueur de 25 cm n'est pas conforme aux normes AFNOR .

5.3.4. Influence de l'orientation sur la dureté .

Des essais ont été effectués dans deux directions perpendiculaire pour determiner l'influence de la texture .

Ces résultats sont exposés dans la figure suivante.

	142	
	106	
132	103	103

TABLEAU : 22

Influence des recuits sur les propriétés mécaniques des fils tréfilés à partir du fil machine des wire -bars .

diametre (mm)	Taux d'écrouissage(%)	R (Kg/mm ²)	A (%)	Hv.
7,45	16	23,28	45	84
6,59	34	23,82	43,5	-
5,83	44	24,72	42,5	93
5,43	55	24,18	42,5	-
4,56	68	24,48	41,5	-
4,04	75	24,96	41,25	-
3,58	80	25	40	90
3,14	85	24,55	40,5	-

Tableau : 23

Influence du recuit sur les propriétés mécaniques des fils tréfiles à partir du fil machine de coulée continue.

diametre (mm)	taux d'écroissage (%)	R (Kg/m ²)	A (%)	Hv
7,45	16	23,74	41,5	103
6,59	34	23,89	41,0	-
5,83	49	24,81	44	82,6
5,14	55	24,58	41,0	-
4,56	68	24,80	41,0	-
4,04	75	-	-	-
3,58	80	25,50	40	82,6
3,14	85	24,55	40	-

CHAPITRE VI

INTERPRETATION DES RESULTATS

6.1. Influence de l'écrouissage sur la texture :

La déformation par tréfilage se traduit par l'allongement des cristaux dans la direction de l'axe du fil cet allongement est le résultat du glissement des dislocations dans les plans $\{111\}$ suivant les directions $\langle 110 \rangle$. A cet allongement s'ajoute un mouvement de rotation des cristaux autour de l'axe du fil qui est l'axe $\langle 111 \rangle$. Les directions $\langle 111 \rangle$ ou $\langle 100 \rangle$ suivant les grains tendent à se rapprocher peu à peu de l'axe du fil et créer ainsi une texture de déformation.

Les deux textures d'écrouissage existent dans les fils machine bruts des deux nuances. Le passage de l'état recristallisé dans le fil machine à l'état déformé se traduit dans certains cas par une diminution au lieu d'une augmentation en coupe transversale et par le contraire en coupe longitudinale des rapports d'intensités.

Les moyens utilisés ne nous permettent pas malheureusement d'interpréter ce phénomène. D'autre part, la prise de la raie 110 comme référence a pour conséquence une influence sur les résultats en coupe longitudinale où les directions $\langle 111 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$ sont parallèles aux plans $\{110\}$, mais ceci ne nous empêche pas d'avoir des résultats assez cohérents pour permettre de déterminer l'évolution des textures.

.../...

Les deux textures $\langle 111 \rangle$ et $\langle 100 \rangle$ restent dans l'état recristallisé après écrouissage .

6.2. Influence de l'écrouissage sur les propriétés mécaniques et électriques des fils :

La déformation par tréfilage entraîne une élévation de la limite élastique de la résistance à la rupture et de la dureté et une diminution de la malléabilité et de la ductilité des fils . Cette déformation entraîne une augmentation des défauts et une concentration des dislocations d'autant plus élevés que la déformation est poussée .

L'influence du tréfilage sur les deux nuances est approximativement la même .

Les caractéristiques mécaniques évoluent dans le même ordre de grandeur .

Les impuretés qui peuvent avoir un effet sensible sur les propriétés mécaniques des fils sont l'oxygène , l'hydrogène et le bismuth .

Les deux types de fils étant de la même nature de cuivre (cuivre électrolytique) contiennent approximativement le même taux d'impuretés exception faite pour l'oxygène - et pour l'hydrogène qui peut être contrôlé au cours de la coulée continue .

Une des conséquences de la différence du mode d'élaboration est la répartition des impuretés dans les fils .

Cette répartition est hétérogène dans le fil classique ce qui pourra créer un comportement instable de celui-ci .

6. 3. Influence de l'ecrouissage sur la conductibilité électrique des fils .

L'ecrouissage a pour effet d'augmenter la resistivite electrique .

Cette augmentation est plus elevee dans le fil obtenu du laminage des wire - bars qui s'explique surement par l'existence d'un taux plus eleve de l'oxygene et par les effets du laminage à chaud qui favorise la formation de Cu_2O et de $Cu O$.

C O N C L U S I O N

Les deux méthodes métallographiques utilisées (la microscopie optique et la diffraction X) permettent de conclure que l'écrouissage par tréfilage entraîne une déformation des grains par leur allongement dans la direction de tréfilage et par leur rotation autour de cette direction.

Ces grains, orientés de façon aléatoire dans les fils machine, vont prendre une orientation de direction $\langle 111 \rangle$ ou $\langle 100 \rangle$ parallèle à la direction de tréfilage. De même leurs formes plus ou moins isotropes à l'état recristallisé dans le fil brut, tendent à augmenter dans le sens du tréfilage et à diminuer dans le sens perpendiculaire.

Ces changements de structure influent considérablement sur les propriétés des fils.

Nous pensons qu'une étude détaillée de l'influence de la déformation sur la structure des fils ne sera que bénéfique pour l'industrie du tréfilage dans la mesure où elle permettra une meilleure maîtrise des produits.

En effet cette étude permet de prévoir le comportement du métal aux traitements effectués à travers les variations à l'échelle microscopique.

LISTE DES FIGURES

Figure	Page
1.1. : Banc d'essai de tréfilage	5
1.2. : Réduiseur classique entre poulies conductrices	5
1.3. : Machine multiple continue de tréfilage	5
1.4. : Solubilité limite de l'oxygène dans le cuivre	7
1.5. : Equilibre H-U-dans le cuivre en fonction de la température	7
1.6. : Influence des impures sur la résistivité électrique du cuivre	10
1.7. : Diagramme déséquilibre cuivre oxygène	10
2.1. : Système de glissement de la structure cubique à faces centrées	14
2.2. : Déformation par glissement	14
2.3. : Courbe de consolidation d'un monocristal de structure fcc	17
Domaine d'existence des structures non polygonisées, préparatoires à la polygonisation, polygonisées	20
2.5 - 2.6. : Principe du tréfilage	23
2.7. : Direction des contraintes dans une masse en écrouissage	23
2.8. : Principe du tréfilage écrouissage plastique dans une filière	23
3.1. : Texture superficielle des fils tréfilés de métaux cubiques	28
3.2. : Déformation d'un polycristal par tréfilage	28
5.1. : à 5.12. Photomicrographies des fils à l'état écroui et à l'état recristallisé	41 42

5.13. : Diffractogrammes des échantillons dont la Surface soumise au rayonnement est parallèle à l'axe du fil	52
5.14. : Diffractogrammes des échantillons dont la surface soumise au rayonnement X est perpendiculaire à l'axe du fil	53
5.15. : Evolution de la résistance à la rupture et de l'allongement en fonction du degré d'écreuissage du fil de coulée continue	61
5.16. : Evolution de la résistance à la rupture et de l'allongement en fonction du degré d'écreuissage du fil classique	61
5.17. : Variation de la dureté Vickers en fonction du degré d'écreuissage	62
5.18. : Influence de l'écreuissage par tréfilage sur la résistivité électrique des fils	64
5.19. : Courbes d'association $\sigma = f(\epsilon)$, obtenues sur les fils tréfilés progressivement à partir du fil machine jusqu'à 3,14mm	65
5.20. : Courbes d'association $\sigma = f(\epsilon)$, obtenues sur des fils tréfilés à partir du fil machine jusqu'à 3,14mm	65
5.21. : Evolution de l'accroissement relatif en fonction du degré de déformation	66
5.22. : Evolution de l'accroissement relatif en fonction du degré de déformation	66

B I B L I O G R A P H I E

- (1) - La revue du tréfilé N°5 Sept.Oct.78
- (2) - Techniques de l'ingenieur
- (3) - Revue de la metallurgie Avril 81
- (4) - B.CHALMERS La metallurgie physique .
- (5) - G.CHAUDRON. Monographie des metaux de haute pureté.t.3
- (6) - J.BENARD ,A.MICHEL,J.PHILIBERT et J.TALBOT la metallurgie generale .
- (7) - M.BONZEL le tréfilage de l'acier.
- (8) - A.ROOS precis de metallographie appliquée .
- (9) - HUME ROTHERY Structure of metals
- (10) - C.S. BARRETT Structure des metaux .
- (11) - Y. ADDA , J. PUPOUY , J.PHILIBERT et Y. QUERE
Elements de la metallurgie physique(deformation plastique)
- (12)- I.LAKHTINE Metallographie et traitements thermiques des metaux.
- (13) - Memoires Scientifiques de la revue de la metallurgie
N° 12 Dec. 78 .
- (14) - A. de SYE et J. VIDTS
Metallurgie Structurale
- (15) - P. COULOMB les textures dans les metaux de reseau cubique.
- (16) - A.H. COTTREIL
Metallurgie structurale .
- (17) - R.W.K. HONEY COMBE
the plastic deformation of metals .
- (18) - P. A. BECK. J. TOWERS et P.SPERRY. Transactions
A.I.M.E. 185 (1949)

.../...

- (19) - A. SEEGER Relations between structure and mechanical properties.
- (20) - J. GREWEN Zeitschrift für metalkunde S7 (1966)
- (21) - JAOUL etude de la plasticité.
- (22) - J.HERENGUEL . Metallurgie Speciale tome 3.
- (23) - SAADA Etude de l'ecrouissage à partir d'un modele de dislocations .
- (24) - MESSAGER Etude de la structure d'écrouissage.
- (25) - C. Y. CHIEM. Deformation des metaux CFC .
- (26) - POLOMKHINE Deformation plastique.
- (27) - H. MAJOLIN Recristallisation et texture .
- (28) - C. ZENER Elasticité et plasticité des metaux .
- (29) - A. TAYLOR X-ray Metallographie .
- (30) - C. KITTEL introduction à l'etat solide.
- (31) - H. de LEIRIS Metallurgie speciale tome 3 .

