

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
—oOo—

وزارة التعليم و البحث العلمي  
Ministère de l'Enseignement et de la Recherche Scientifique  
—oOo—

7/87

158

## ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT: Mines et Metallurgie

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
BIBLIOTHEQUE — المكتبة  
Ecole Nationale Polytechnique

## PROJET DE FIN D'ETUDES

### SUJET

ETUDE MORPHOLOGIQUE  
DE LA RECRISTALLISATION  
D'UN GRAIN DE CUIVRE  
ECROUI PAR TRACTION

Proposé par :

M. Bouabdallah

Etudié par :

N. Aliane

Dirigé par :

M. Bouabdallah

PROMOTION: Juin 87

DEDICACES

- A MES TRES CHERS PARENTS
  - A MON FRERE ABDENOUR
  - A MA BELLE SOEUR
  - A MON ADORABLE MOHAMED-AMINE
  - A MES ONCLES
  - A MES COUSINS(ES)
  - A TOUS LES MEMBRES DE MA FAMILLE
  - AINSI QU'A TOUS CEUX QUI ME SONT CHERS ,
- JE DEDIE CET HUMBLE ET MODESTE TRAVAIL

## Remerciements



J'exprime ma respectueuse et profonde gratitude à M<sup>r</sup> BOUABDALLAH, qui m'a engagé et suivi dans cette étude et qui a fait le maximum d'efforts pour me permettre d'accomplir ce travail dans de bonnes conditions.

Je tiens aussi à exprimer ma profonde reconnaissance à M<sup>r</sup> ABADLI chef de département de métallurgie ainsi qu'à M<sup>r</sup> SAADA, chef de département des mines, qui ont organisé et dirigé ma formation et dont l'appui ne m'a jamais manqué.

Mes remerciements vont également à tous les enseignants, qui ont contribué à ma formation; et pour les conseils précieux dont ils m'ont fait profiter.

Je remercie de même tout le personnel et techniciens(es) du département mines et métallurgie pour tous les moyens mis à ma disposition et pour l'aide qu'ils m'ont apporté

SOMMAIRE

Introduction	-I
<b>Chapitre I : Propriétés générales du cuivre</b>	
I. Quelques données sur le cuivre	4
I.1. Effet des impuretés	4
I.2. Caractéristiques principales	8
<b>Chapitre II : Etude théorique sur la morphologie de l'écrouissage</b>	
2.1. Déformation plastique	10
2.1.1. Mécanisme de déformation	11
2.1.2. Influence de la température de déformation	11
2.1.3. Influence de la vitesse de déformation	13
2.2. Modification de la texture cristalline	13
2.3. Propriétés du matériau avant écrouissage	14
2.4. Rétablissement des propriétés après écrouissage	14
<b>Chapitre III : Etude théorique de la morphologie de recristallisation</b>	
3. Le recuit de recristallisation	18
3.1. Recristallisation primaire	19
3.1.1. Germination des grains	19
3.1.2. Croissance des grains	19
3.1.3. Grossissement des grains	21
3.2. Etat polygonisé	21
3.3. Obtention de l'état recuit par recristallisation	21
3.4. Seuil de recristallisation	23
<b>Chapitre IV : Méthodes expérimentales</b>	
4.1. Prélèvement des échantillons	25
4.2. Préparation des éprouvettes	25
4.3. Recuit d'homogénéisation	27
4.4. Technique expérimentales	27
4.4.1. Essai de traction	27
4.4.2. Détermination de l'écrouissage	30
4.4.3. Recuit de recristallisation	30
4.5. Préparation de l'échantillon étudié	34
4.6. Essai de dureté	35
4.7. Etude macrographique	37

4.7.1. Principe des méthodes appliquées	37
4.7.2. Autre méthode métallographique	41
Chapitre V : Résultats expérimentaux et interpretation	
5.1. Morphologie de la structure de recristallisation	45
5.2. Influence de l'écroutissage sur la morphologie du grain de recristallisation	46
5.2.1. Influence de l'écroutissage sur le nombre de grain	46
5.2.2. Influence de l'écroutissage sur les dimensions	46
5.2.3. Influence de l'écroutissage sur la dureté	50
5.3. Détermination des caractéristiques de l'éprouvette	53
Conclusion	55

INTRODUCTION



L'écroutissage d'un métal pose bon nombre de problèmes quant à son utilisation dans l'industrie métallurgique. Il engendre une large gamme d'études sur les qualités du matériau et leur amélioration.

L'utilisation du métal, exige une parfaite connaissance sur son comportement aux différents traitements pouvant être adoptés, ainsi que sur ses propriétés d'utilisation. Le métal étant un agrégat de cristallites ou grains, les modifications structurales entraînées par l'écroutissage, ont un effet important sur les propriétés physiques et mécaniques. L'écroutissage étant dans cette étude une déformation par traction.

Au cours de cette déformation, les grains changent donc de forme et d'orientation. Ce changement de la morphologie, provoque un durcissement qui s'accompagne de plusieurs autres caractéristiques non tolérées pour le métal quant à son utilisation. C'est pourquoi on restitue au métal les propriétés et la structure qu'il possédait avant déformation au moyen d'un recuit appelé recuit de recristallisation qui éliminera partiellement ou complètement l'effet de l'écroutissage. Notre étude consistera donc à voir l'influence de la recristallisation sur l'écroutissage du métal. On s'intéressera aussi au mécanisme structural se produisant au cours du recuit et les conséquences de cette évolution sur la structure de recristallisation.

On contribuera à étudier l'évolution, dans cette étude, de déformation engendrée par traction. Le matériau choisi est le cuivre pur à 99,995%, utilisé sous forme de tôle (produit laminé), auquel on fait subir une déformation par traction.

Les chapitres II et III sont un bref rappel bibliographique sur les phénomènes d'écroutissage et de recristallisation, ainsi que leurs impacts sur les propriétés mécaniques.

Dans le chapitre IV nous présenterons les méthodes expérimentales ainsi que leurs conditions.

Les résultats expérimentaux et leur interprétation, sont présentés dans le chapitre V; une conclusion termine cette étude.

CHAPITRE I :

PROPRIETES GENERALES DU

CUIVRE

## I. QUELQUES PROPRIETES DU CUIVRE!

Le cuivre, l'un des premiers métaux connus, actuellement recherché par beaucoup d'applications industrielles grâce à ses propriétés et qualités très intéressantes (1):

Couleur agréable, assez bonne résistance à la corrosion, très bonne conductibilité électrique et thermique (après l'argent).

Il possède une bonne malléabilité à chaud et à froid; un coefficient de dilatation de  $16,5 \cdot 10^{-6}$ .

Malheureusement, ces qualités sont compensées par inconvénients qui en limitent l'emploi. Il est coûteux, possède une résistance

mécanique faible (Striction dans l'essai de traction,  $80 \text{ Kg/mm}^2$ )

Il se moule difficilement à l'usinage

-Numero atomique: 29

-POIDS atomique : 63,54

-Structure cristalline: cubique à face centrée  $a = 3,608 \text{ \AA}$

### I.1 Effets des impuretés sur les propriétés du cuivre:

La solubilité de l'oxygène dans le cuivre à l'état solide, est de 0,007% à  $300^\circ \text{C}$ , elle atteint 0,01% à  $950^\circ \text{C}$ . (Fig I.1)

L'Oxygène forme avec le métal un oxyde  $\text{Cu}_2\text{O}$  à solubilité décroissante avec la température, s'isolant aux joints des grains et diminuant la forgeabilité à froid du cuivre. (Fig I.2)

Cet oxygène n'empêche pas les opérations d'étirage; il améliore sensiblement la conductibilité électrique en fixant sous forme d'oxydes les impuretés qui peuvent rester en solution. (Fig I.3).

Autres impuretés:

La plus part restent en solution, et augmentent sa résistivité électrique. Le Bismuth s'isole dans les joints des grains et diminue sa malléabilité. (Fig I.3).

Si à un certain moment ou point de vue, ces éléments ont un effet

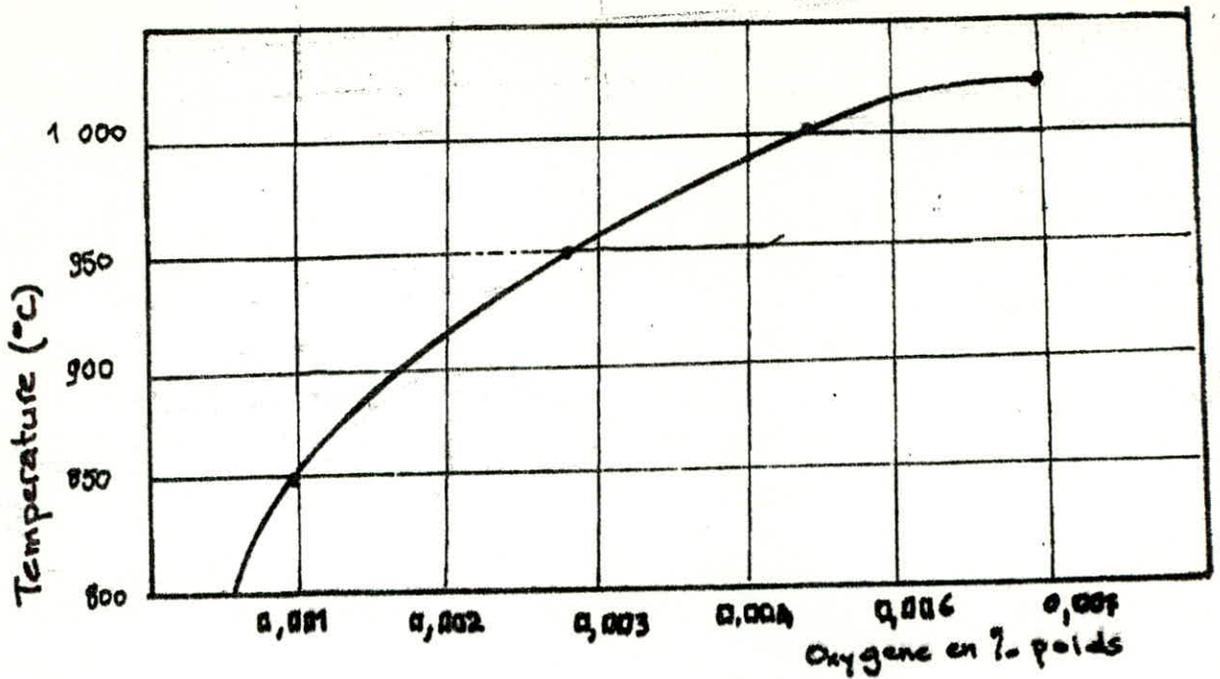


Fig 1.1(a) Solubilité limite de l'oxygène dans le Cuivre en fonction de la T°.

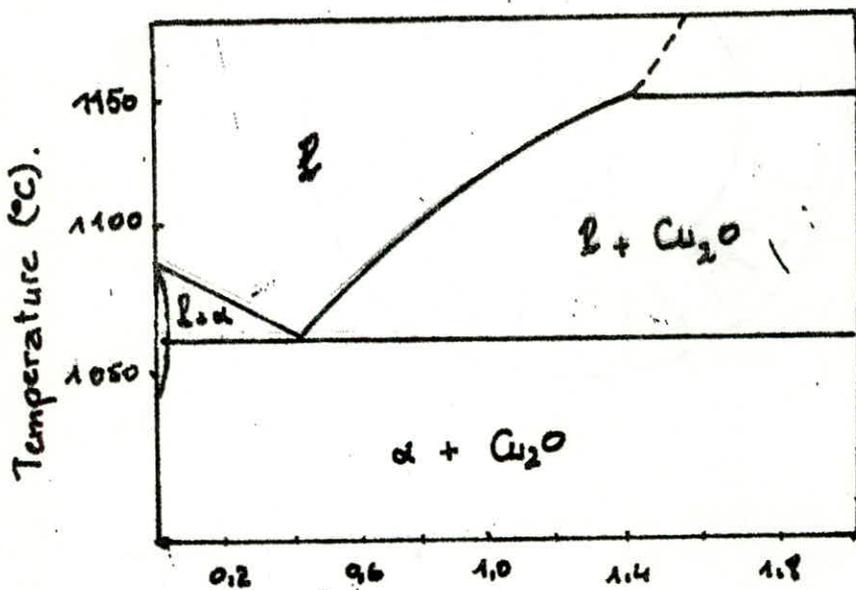


Fig 1.2 : Diagramme d'équilibre Cu-O

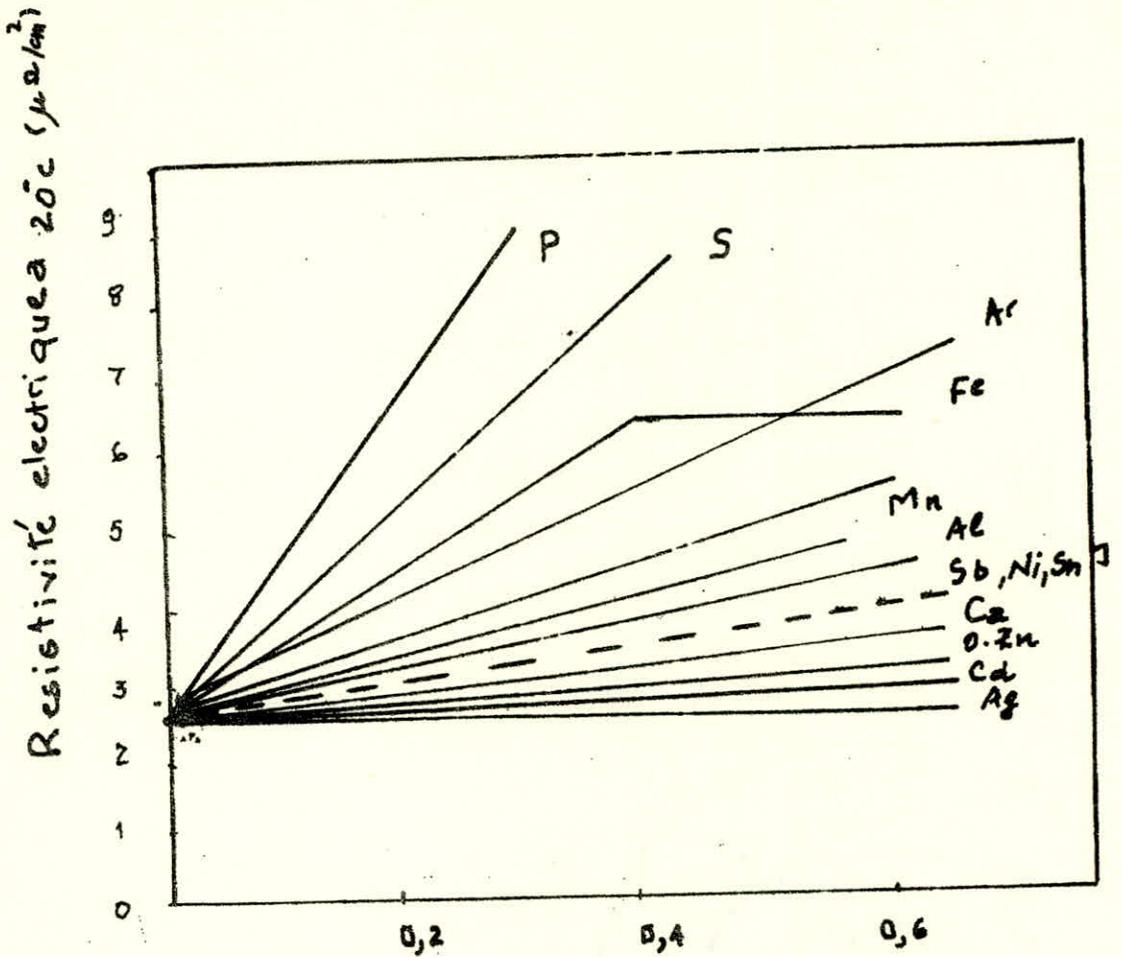


Fig 1.3. Influence des impuretés sur la resistivité électrique du cuivre

-7-

-7-

Si à un certain point de vue, ces éléments ont un effet nuisible, il se peut qu'ils aident dans certains cas à procurer une propriété particulièrement au détriment d'autres considérés alors comme secondaires:

On les ajoute au cuivre en qualité suffisamment faibles de manière à limiter la destruction des caractéristiques principales du cuivre

I.2 -Caractéristiques atomiques, cristallines et électroniques:

Nombre de masse des isotopes: 63,65

Volume atomique : 7,12 cm<sup>3</sup>

Rayon atomique : 1,173 Å

Valence : +1,+2

Potential d'ionisation: 1<sup>er</sup> électron: 7,72 e.v

2<sup>ème</sup>électron: 20,34 e.v

3<sup>ème</sup>électron: 29,5 e.v

Masse spécifique du solide:

à 20°C en g/cm<sup>3</sup> (solide) 8,94-8.96

à 1086°C en g/cm<sup>3</sup> liquide 8,40

I.3 -Caractéristique optiques

Pouvoir réflecteur, lumière: 0,74

COULEUR : rouge

I.4 -Caractéristiques électriques

Conductibilité électrique: 0,67 mégamohs/cm

Susceptibilité magnétique à 18°C:- 0,86.10<sup>-6</sup>

Résistance spécifique du cuivre électrolytiquement pur  
à 20°C en cm<sup>2</sup>/cm: 1,682.10<sup>-6</sup>

Résistivité électrique cm <sup>2</sup> /cm	Cu recuit	Cu écroui
	1,724	1,759

I.5 -Caractéristique mécanique

Cu écroui	Recuit	I/4 dur	I/2 dur	dur
R (Kg/mm <sup>2</sup> )	20	23	25	30
A %	30	18	10	5

CHAPITRE II :

ETUDE THEORIQUE SUR LA MORPHOLOGIE  
DE L'ECROUISSAGE

2.1. DEFORMATION PLASTIQUE.

La déformation plastique d'un monocristal se traduit d'une part par le mouvement des dislocations suivant les plans et les directions de glissement<sup>(2)</sup>, ce qui entraîne le mouvement de rotation du cristal autour de l'axe de la contrainte appliquée, d'autre part. Lorsqu'un métal n'est soumis qu'à des contraintes faibles, inférieures à la limite d'élasticité, il n'y a pas de déformation plastique permanente et donc pas d'érouissage. Une réserve doit être faite cependant: dans le domaine de la fatigue, des déformations élastiques cycliques peuvent conduire à un érouissage mais nous n'examinons pas ce point. Il y a également déformation plastique dans de nombreux essais mécaniques tels la traction, la torsion, le fluage. Il existe donc une relation<sup>(3)</sup> entre la déformation et l'érouissage suivant un certain mécanisme que nous détaillerons:

$$\sigma = \sigma_0 + K_1 \cdot \epsilon^{-n}$$

$\sigma$ : contrainte d'écoulement

$\sigma_0$ : limite d'élasticité

$K_1$ : constante expérimentale

$n$ : coefficient d'érouissage expérimental

Tableau 1.

Métal déformé	Pourcentage des cristaux	
	Parallèle à l'axe(100)	Parallèle à l'axe(111)
Cu	40%	60%
Al	0%	100%
Au	50%	50%
Ag	75%	25%

### 2.1.1. MECANISME DE DEFORMATION.

En fait, cette déformation ne commence que pour une certaine valeur finie de la contrainte appliquée: c'est la composante tangentielle de cette dernière, appelée cission réduite qui s'exerce parallèlement à la direction (110) dans le plan (111) et elle est responsable du glissement (tableau 1).

Ce dernier d'après Schmid<sup>(4)</sup>, ne s'amorce que lorsque cette contrainte atteint une valeur . Le maclage peut constituer un deuxième mode de déformation. Dans certaines conditions, il intervient après une déformation par glissement. Ces glissements sont formés de plans (111) et contiennent les directions du type (110). Ils sont les plus denses du système cubique à face centrée dans lequel cristallise le cuivre (fig.2.1).

Ce mécanisme présente trois stades de glissement (fig.2.2).

Stade I: Domaine de glissement facile

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

Stade II: Domaine de durcissement linéaire.

Il est caractérisé par l'apparition d'un deuxième système 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 déviés apparaissent, la possibilité de déviation du glissement tient à l'existence pour une même direction de deux plans de glissement.

### 2.1.2. INFLUENCE DE LA TEMPERATURE DE DEFORMATION.

L'érouissage dépend considérablement de la température à laquelle

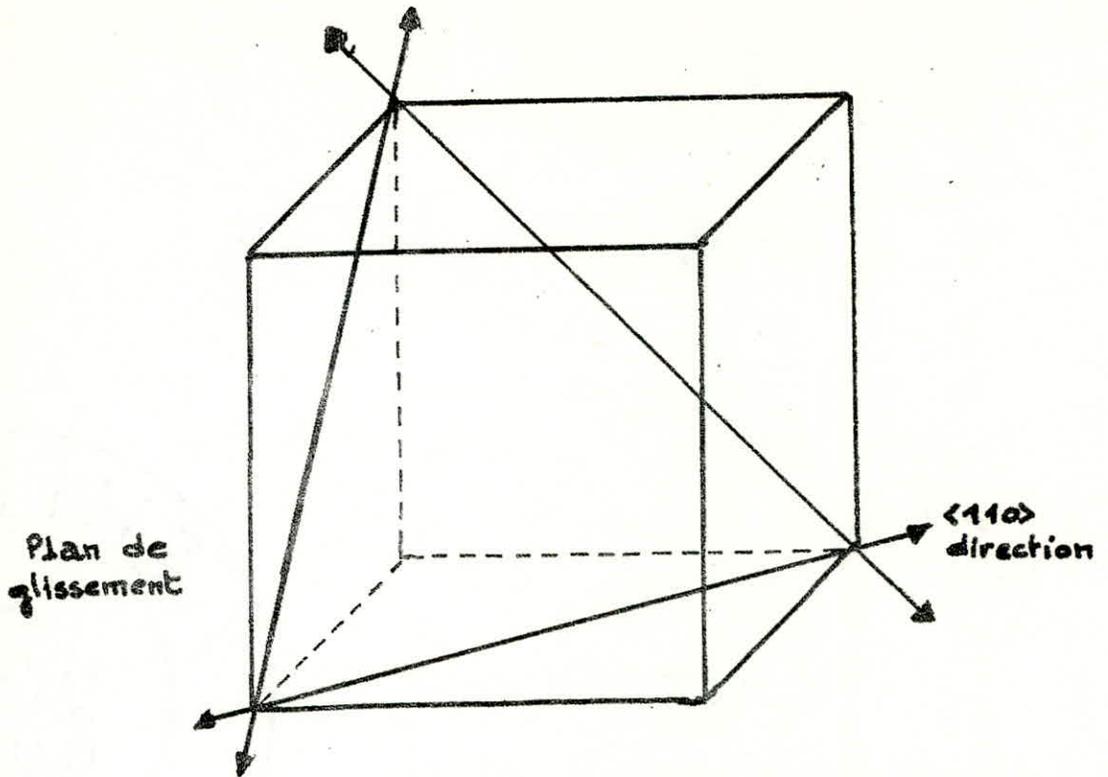


Fig. 2.1 Systeme de glissement de la structure

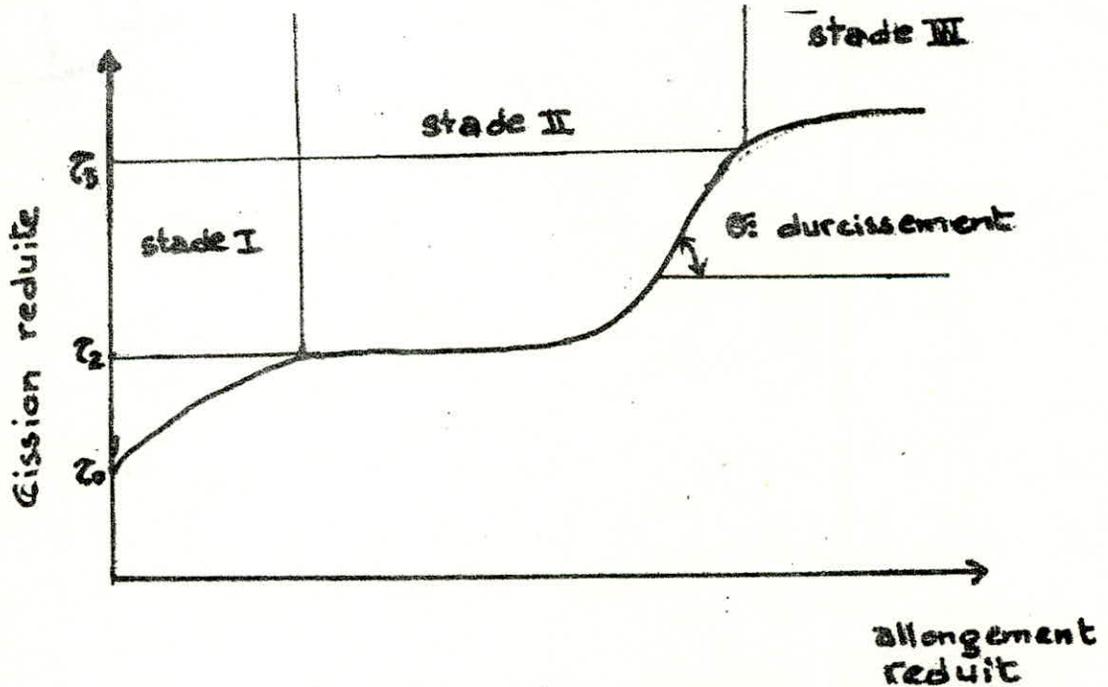


Fig 2.2. Courbe de consolidation d'un mono-cristal C.F.C. Définition des trois stades de glissement

est réalisée la déformation. Cela est dû à l'aptitude au glissement dévié des dislocations; quand la température augmente, cela entraîne normalement une diminution de la limite d'élasticité et de la capacité de consolidation quand la température croît, on a aussi l'écrouissage du métal qui diminue.

### 2.1.3. INFLUENCE DE LA VITESSE DE DEFORMATION.

Une augmentation de la vitesse de déformation a généralement pour effet de réduire la possibilité de glissement dévié et donc l'écrouissage. Un effet analogue à une diminution de la température, de déformation.

A basse température, l'effet est faible et il est élevé à haute température.

Lorsque la vitesse de déformation intervient, la loi d'écrouissage<sup>(3)</sup> est modifiée et vérifie généralement une relation de la forme:

$$\sigma = p \cdot \epsilon^n \cdot \dot{\epsilon}^m$$

- où,
- n: Coefficient d'écrouissage
  - m: Coefficient traduisant la sensibilité du métal à la vitesse de déformation.
  - p: Coefficient déterminé expérimentalement dépendant des métaux.

### 2.2. Modification de la texture cristalline.

L'écrouissage entraîne généralement une modification de la forme des grains et de l'orientation cristalline<sup>(4)</sup>:

a) Modification de la forme:

Pendant la traction, par exemple, les grains s'allongent dans la direction de la traction, tandis que dans la direction perpendiculaire, du plan de traction, la dimension diminue. La traction transforme la forme d'empilement équiaxe à un empilement de stades de fibres. Il

devient impossible de distinguer dans la structure le grain initial. On admet alors qu'il est remplacé par la cellule d'écroutissage (fig.2.3).

b) Modification de l'orientation cristalline.

Lorsque on a un écroutissage, on peut déterminer la formation de la texture de cet écroutissage par le moyen de rayons X. Ces textures résultent des cisaillements qui se produisent pendant la déformation à l'intérieur de chacun des grains et qui tendent à amener les directions de glissement à être parallèles aux directions de la pièce mise en tension et la normale au plan de glissement à être parallèle à la direction de la normale (fig.2.4).

2.3. Propriétés physiques, mécaniques et corrosion.

a) Propriétés physiques.

Un écroutissage diminue la densité des métaux, la perméabilité, augmente la résistivité électrique ainsi que l'aimantation rémanente<sup>(5)</sup>.

b) Propriétés mécaniques.

L'écroutissage à froid, augmente la résistance du métal à la déformation (limite d'élasticité, résistance à la rupture, dureté), la résistance à la fatigue du métal, ce qui entraîne la formation de texture qui rend anisotropes les propriétés du métal.

c) Corrosion.

L'écroutissage augmente l'énergie interne du métal, accroît sa susceptibilité à la corrosion. Cet effet est généralement faible. L'écroutissage peut également agir indirectement sur les phénomènes de corrosion, soit par l'intermédiaire de contrainte (corrosion sous tension), soit par la suite de présence de ségrégation ou de précipité formé dans la structure (phénomène de vieillissement).

2.3.2. Rétablissement des propriétés après écroutissage.

Chaudron, Lacombe et Chossat ont étudié l'aluminium et le cuivre à 99,998% de pureté qui se distingue très nettement de l'Al et du Cu ordinaires.

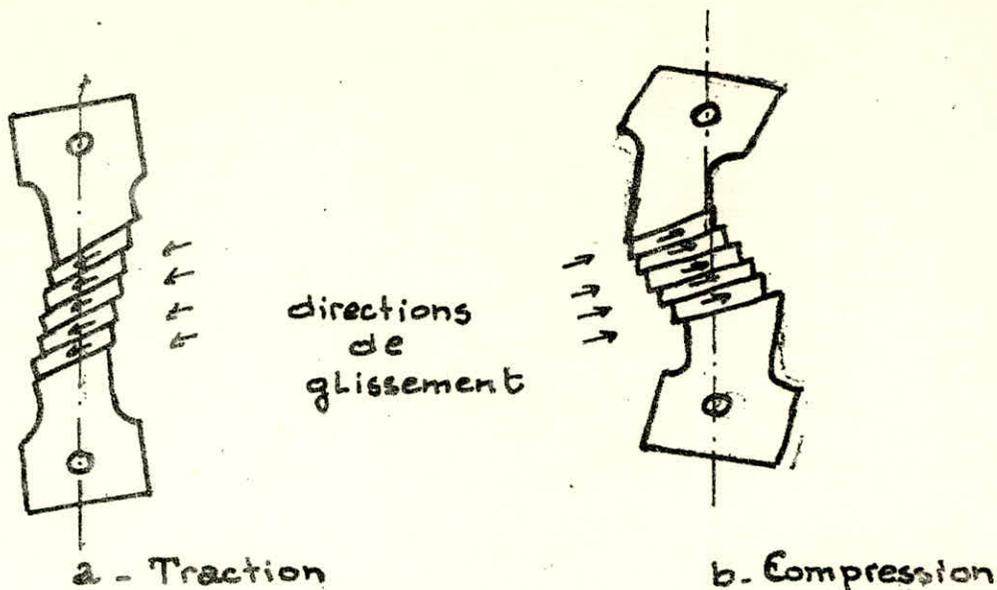


Fig 2.3 - Deformation PAR glissement

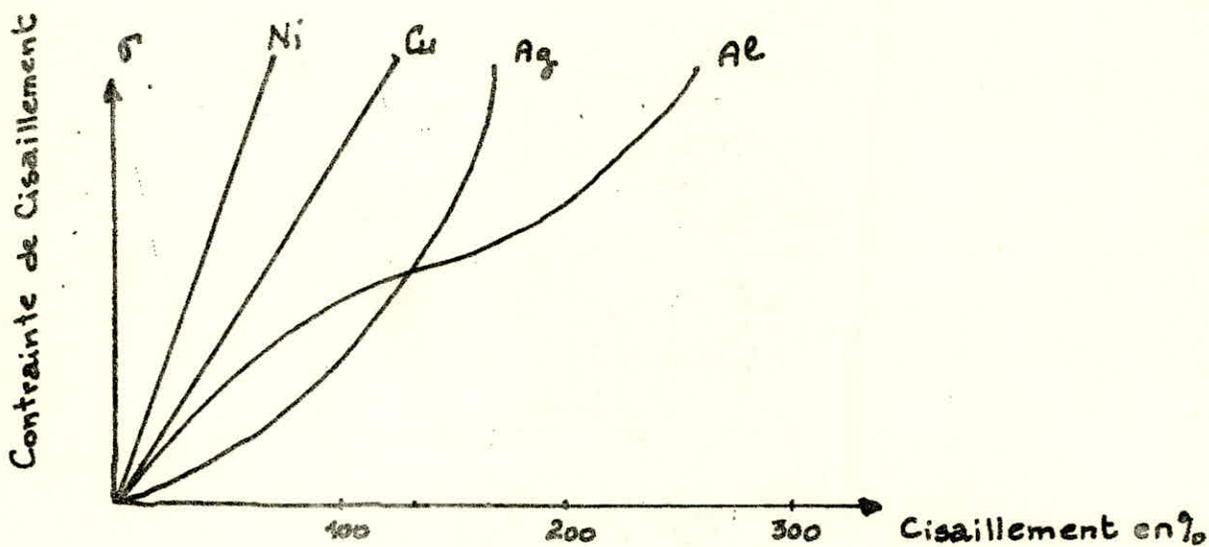


Fig. 2.4. Courbe Contrainte - Cisaillement relative à des mono cristaux (d'APRES SCHMID et BORS)

A partir d'un métal écroui, les propriétés du métal ont été déterminés en fonction de la température de recuit. Le cuivre à 99,99%, à ses E ~~ET~~ R qui décroissent même pour des recuit à des températures ordinaires. Pour le cuivre à 99,998%, E et R conservent une valeur sensiblement constante jusqu'à 100°C! Le rétablissement des propriétés dépend donc de la pureté, du métal étudié.

CHAPITRE **III** :

ETUDE THEORIQUE DE LA MORPHOLOGIE  
DE LA RECRISTALLISATION

### 3. Le recuit de recristallisation.

Si l'on examine au microscope optique l'évolution de la microstructure d'un métal écroui soumis à un recuit à température progressivement croissante, on s'aperçoit que les anciens grains de la structure fortement amincis et allongés, sont progressivement remplacés par des grains nouveaux de forme souvent isotrope et présentant une structure beaucoup moins perturbée: il y a remaniement de texture cristalline on dit que le métal recristallise.

Pour des recuits de basses températures ou pour des recuits courts, on peut observer un adoucissement partiel sans qu'il y ait modification de la structure visible au microscope optique, cette première phase est appelée restauration. Elle correspond à une réduction de défaut de densité de dislocation introduite par l'écroutissage.

Cela est obtenu par un réarrangement de dislocations qui forment des parois minces délimitant les cellules d'écroutissage. Cette évolution n'est visible qu'au microscope électronique. Dans ce cas, la croissance peut devenir suffisamment importante pour que les sous-grains atteignent des dimensions analogues à celles des grains de recristallisation.

La structure a alors recristallisé par restauration complète. Ce processus est souvent appelé, "RECRISTALLISATION" ou encore RECISTALLISATION CONTINUE".

### 3.1. Recristallisation primaire.

L'écroutissage a produit des régions susceptibles soit de contenir des germes de nouveaux cristaux, soit de fournir l'apport de nouveaux cristaux (sous certaines conditions), on observe alors le phénomène de germination et accroissement des grains<sup>(7)</sup>.

#### 3.1.1. Germination des grains.

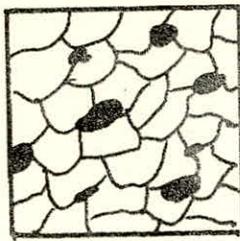
On admet que la germination, la recristallisation ne résultent pas d'une germination au sens thermodynamique; ce mécanisme demande beaucoup d'énergie pour se produire, que sa probabilité d'existence est extrêmement faible.

La germination est observée essentiellement à la limite d'hétérogénéité d'orientation existant dans la structure écrouie: anciens joints de grains. On retiendra que la germination est le résultat de croissance progressive d'une cellule d'écroutissage située près d'une hétérogénéité d'orientation.

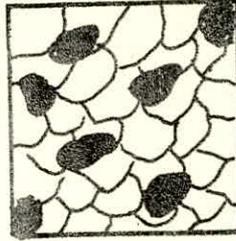
Cette germination se produit au début des mécanismes de migration de parois de dislocations. Mais, ce mécanisme change car le joint séparant la cellule germe de la matrice écrouie devient un joint de grain de forte désorientation, capables de migrer en détruisant les dislocations: le mécanisme de croissance de la recristallisation primaire commence (fig.3).

#### 3.1.2. Croissance des grains.

La recristallisation primaire est le résultat de la migration dans la matrice écrouie d'un joint de grain de forte désorientation. Le déplacement résulte des sauts des atomes, plus fréquent dans le sens de la zone écrouie, vers la zone recristallisée, car ces sauts correspondent à une diminution de l'énergie libre du système.



- a -

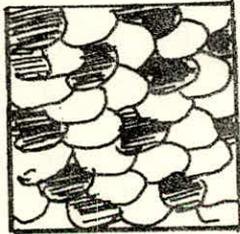


- b -

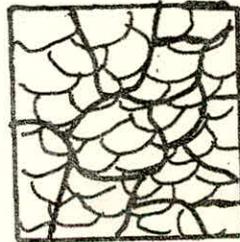


- c -

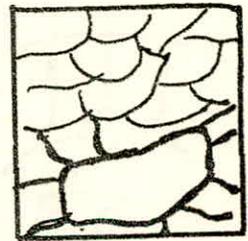
Fig 3. Schematisation de la germination et croissance de grains lors de la recristallisation de a-c correspondant à des temps de recuit croissants.



- a -



- b -



- c -

Fig. 3.1. Schematisation du grossissement de grains (recristallisation primaire) d'une tôle déformée à froid. (d'après G. Masing).

### 3.1.3. Grossissement des grains.

Lorsque la recristallisation primaire est terminée, le métal contient encore, par rapport au monocristal, un excès d'énergie sous forme de joints de grains. En plus, du fait de la présence de grains de dimensions différentes, l'équilibre des tensions interfaciales n'est pas réalisé.

On observe donc après recristallisation primaire, un certain mouvement des joints généralement discontinu, et correspond à une diminution de la surface totale des joints ou à une réduction de l'énergie de surface. Les mouvements provoquent le grossissement des grains, donc la formation de macles de recuit (fig.3.1).

### 3.2. Etat polygonisé.

Au stade de la polygonisation, les dislocations quittent leurs plans de glissement par un mécanisme faisant intervenir<sup>(8)</sup> les lacunes et sous l'influence des contraintes présentes dans le réseau, elles disposent en sous-joints normalement à leur vecteur de burgers (fig. 3.2). Le cuivre peut polygoniser à une température très inférieure à son point de fusion.

### 3.3. Obtention de l'état "recuit" par recristallisation.

Pour faire passer un métal déformé à froid (par exemple une tôle dure de laminage) à l'état "recuit", on doit chauffer à une température élevée pendant un temps variant selon, la construction du four et d'autre paramètre, de quelques minutes à quelques heures. Pour le cuivre, on choisit généralement une température comprise entre 300 et 400°C. Lors d'un tel traitement thermique, se produit le phénomène de "recristallisation"<sup>(9)</sup>: de nouveaux cristaux se forment à l'état solide. Le phénomène de la recristallisation présente certaines analogies avec la recristallisation du métal liquide.

La vitesse de recristallisation augmente avec la température

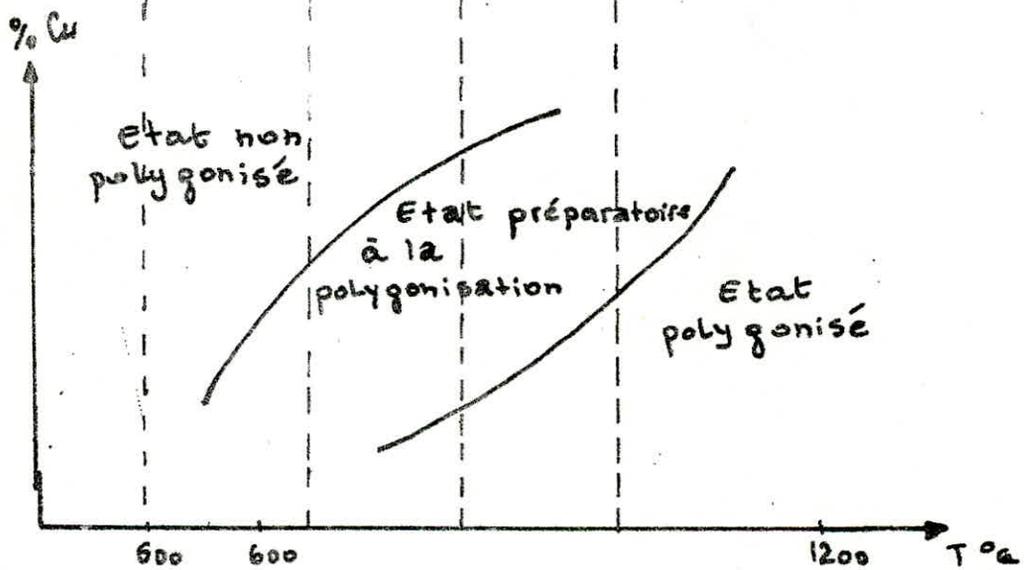
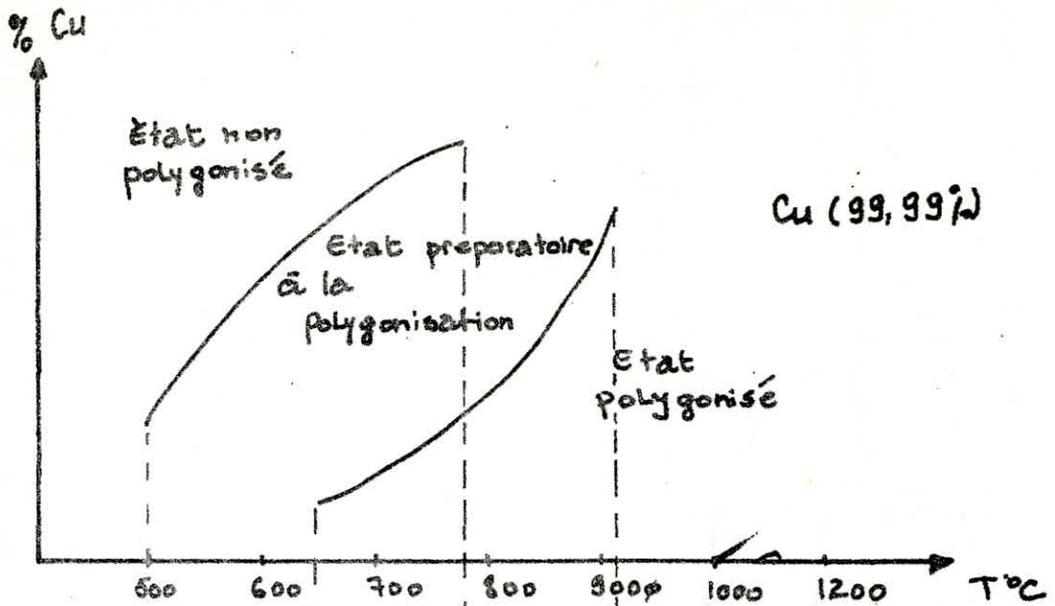


Fig. 3.2

Domaine d'existence des structures non polygonisées, préparatoire à la polygonisation, polygonisées

par suite de la mobilité accrue des atomes. En fait la recristallisation ne se produit (pour une durée de traitement thermique donnée) que lorsque la température de recuit dépasse un seuil déterminé, le "seuil de recristallisation".

#### 3.4. Seuil de recristallisation.

Il dépend de beaucoup de paramètres tels: les éléments d'addition, la durée de traitement, et le degré d'écroutissage (plus l'écroutissage est fort plus le seuil de recristallisation s'abaisse). La recristallisation à grains grossiers peut se produire pour différentes raisons.

- 1- trop faible déformation à froid.
- 2- échauffement trop lent .
- 3- température de recuit trop élevée.
- 4- temps de recuit trop lent.
- 5- distribution défavorable des atomes étrangers.

CHAPITRE IV

METHODES EXPERIMENTALES

#### IV Méthodes expérimentales

L'étude des propriétés mécaniques a été réalisée aux moyen d'essais de traction et de dureté.

Les essais de traction ont été effectués à l'atelier de mécanique, les essais de dureté au laboratoire de métallographie (E.N.P.).

L'étude morphologique du grain de recristallisation du cuivre a été effectuée par la méthode macrographique au laboratoire (E.N.P.)

##### 4.1 Prélèvement des échantillons:

Le matériau étudié est le cuivre de pureté courante 99,98% (U.S.). Il est utilisé sous forme de tôle provenant du département de mécanique.

##### 4.2 Préparation des éprouvettes:

Les éprouvettes sont des éprouvettes polycristallines de traction à section rectangulaire, de forme allongées, les dimensions sont données par la norme AFNOR.

Ces éprouvettes ont été réalisées sur une fraiseuse et la finition à la lime manuelle et à l'aide de papiers abrasifs le modèle est représenté sur la figure 4.1.

Les dimensions prises dans notre étude sont les suivantes

Largeur (l mm)	Epaisseur	Longueur $l_1$	Longueur $l_c$
10	1	50	55

La longueur totale de l'éprouvette est de 75mm

$$l_c = l_0 + \frac{e}{2} \cdot l_0 + 2e$$

$$l_k > l_c + 2e \text{ ou } l_c + 4e$$

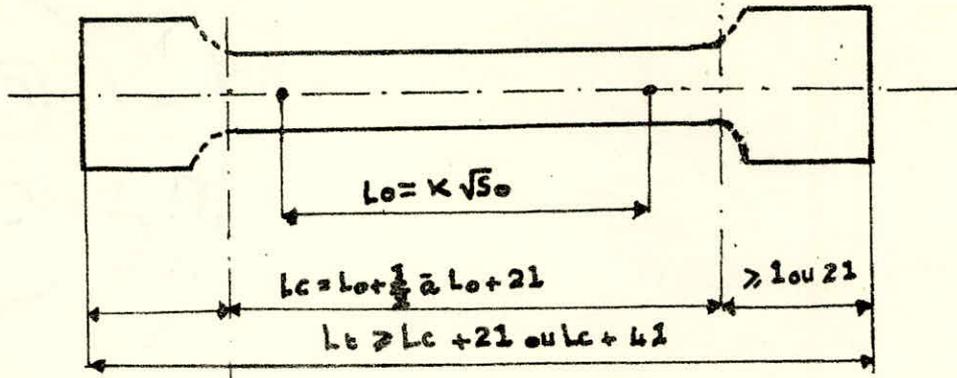


Fig. 4.1 Epreuve de traction à section rectangulaire

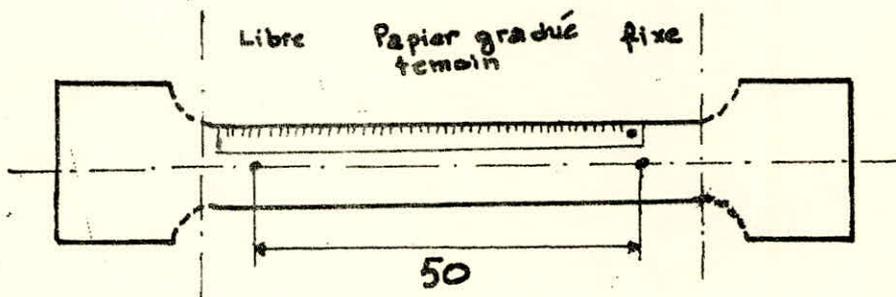


Fig 4.2 Modèle de préparation à la traction.

#### 4.3 Recuit d'homogénéisation:

Avant toute étude, les éprouvettes ont subi un recuit préalable d'homogénéisation à l'aide du four à 450°C pendant une durée de trois heures et un refroidissement lent.

Pour déterminer les conditions de recristallisation des éprouvettes écrouies, des recuits ont été faits à 250, 350, 400°C pendant 30 mn et 40 mn au four II.

La recristallisation régulière a été obtenue à 350°C pendant 40 mn.

#### 4.4 Téchniques expérimentales :

##### 4.4.1 Essai de traction:

L'essai consiste à soumettre une éprouvette à un effort de traction croissant de façon continue suivant l'axe de l'éprouvette, et généralement jusqu'à la rupture en vue de déterminer l'accroissement en % de la longueur et les différentes caractéristiques mécaniques.

L'essai doit être exécuté à la température ambiante. Il permet d'obtenir généralement, deux zones principales (fig 4.3) :

- Zone de déformation élastique
- Zone de déformation plastique

L'essai de traction est considéré comme le plus important, car il permet de donner les valeurs exactes qui sont utilisables comme base de calcul. Il est utilisé sur une machine de traction (fig 4.4).

La vitesse de l'essai est constante (0,8 cm). Elle ne doit pas être trop rapide ni trop lente.

Pour le calcul de la résistance à la traction, elle ne doit pas dépasser une certaine limite dans le domaine plastique,

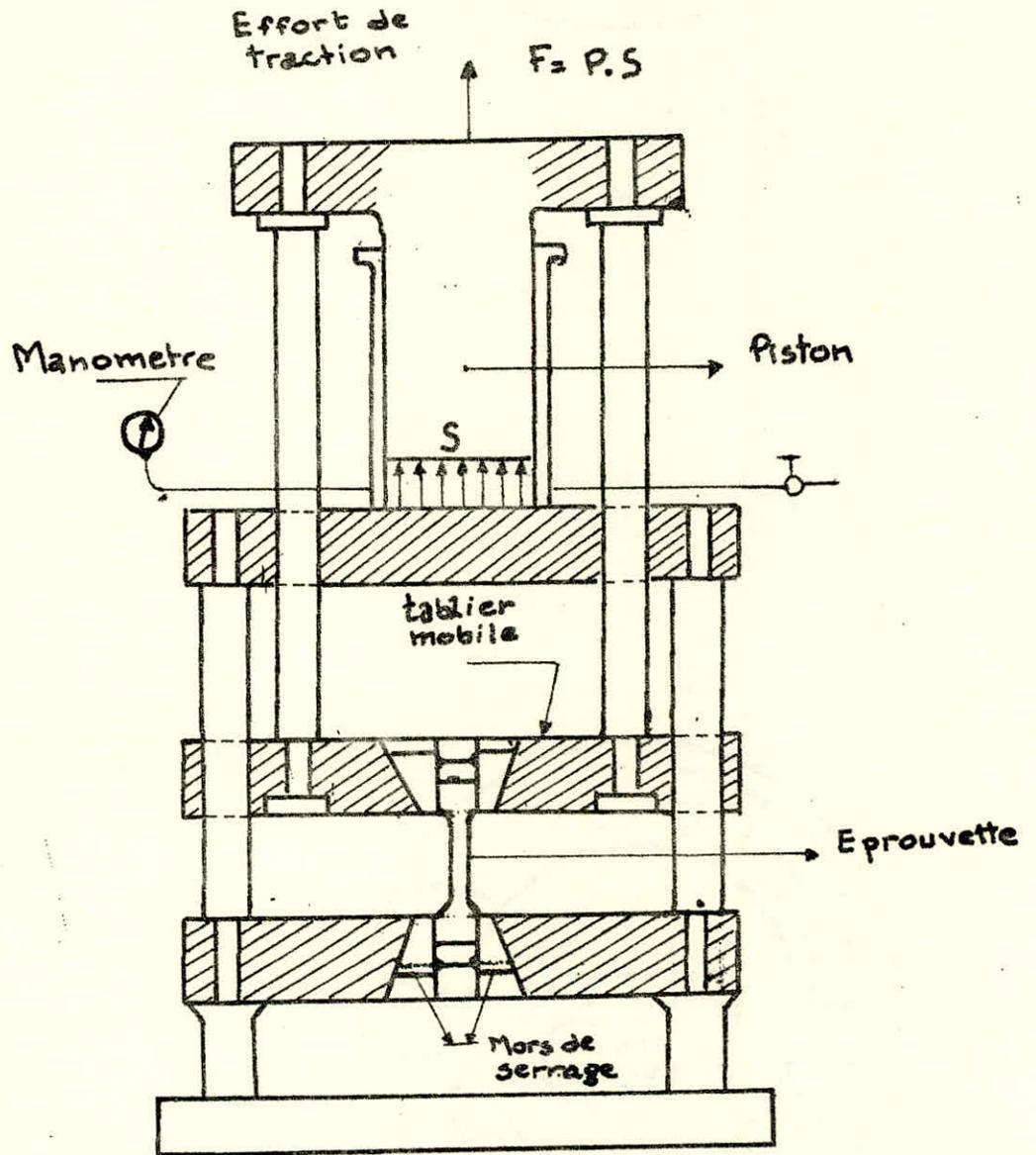
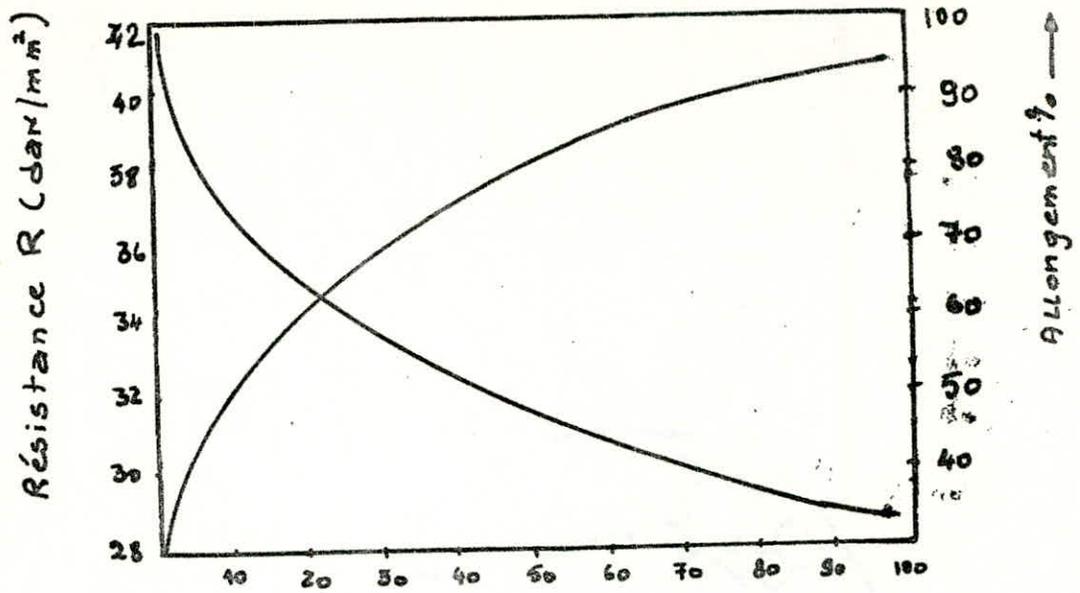


Fig. 4.3 Machine de traction.



$v$  : vitesse (mm/mn)

Fig 4.4. Evolution de  $R = f(v)$  et  $A_f = f(v)$  (Cuiuse)

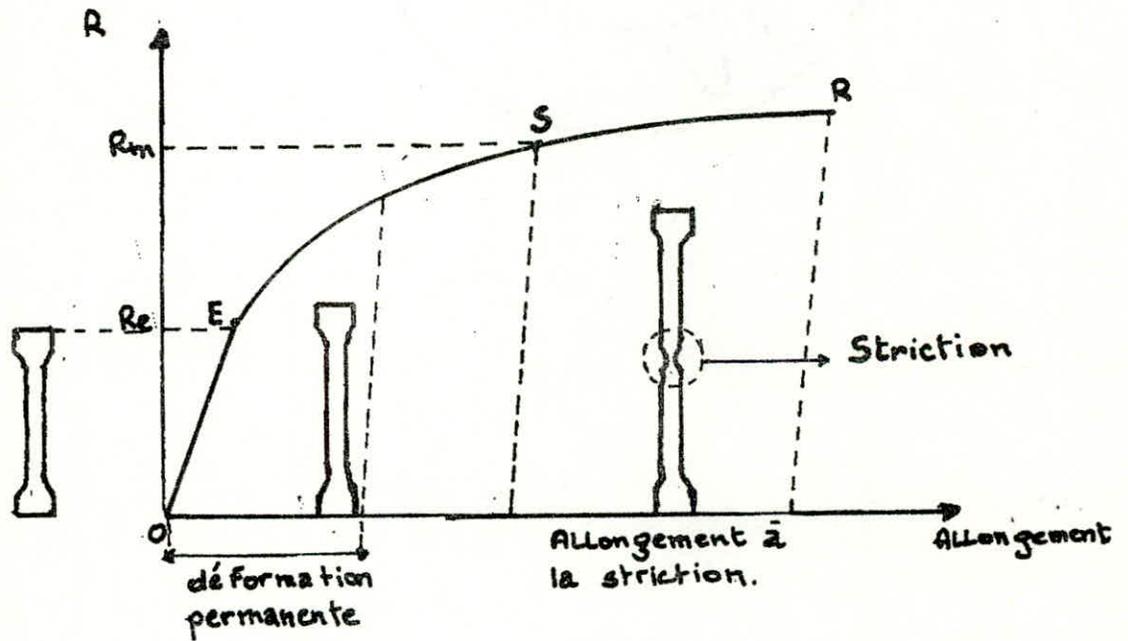


Fig 4.5

OE = Zone de déformation plastique  
 ESR = Zone de déformation élastique  
 (SR) déformation localisée appelée Striction

pour la raison qu'elle varie suivant la vitesse de l'essai et en fonction de l'allongement et de la température de recuit. L'évolution est donnée sur la figure 4.5

#### 4.4.2 Détermination de l'écroûissage:

En raison de la difficulté de l'essai sur l'éprouvette de 1mm d'épaisseur, l'allongement peut être faussé au niveau de la fixation de l'éprouvette; on a pris la précaution de pointer deux repères très fins afin d'éviter toute déformation. Sur l'un des points on fixe un bout de papier millimétré, l'autre partie est libre (fig 4.2). De cette façon, le deuxième repère peut glisser le long du papier et on pourra donc mesurer avec précision l'allongement. Pour étudier les variations de dimensions au cours de l'essai on considère l'allongement:

$$A\% = \frac{L - L_0}{L_0} \cdot 100 \quad \begin{array}{l} L_0 \text{ et } L \text{ avant et après} \\ \text{l'essai} \end{array}$$

La contrainte conventionnelle:

$$F = Q/S_0 \quad \begin{array}{l} Q = \text{charge maximale appliquée} \\ S_0 = \text{section initiale} \end{array}$$

On peut déduire entre autre les déformations rationnelles (Longitudinales et Transversales), ainsi que la contrainte rationnelles

$$= Q/S = Q/S_0(1+A) \quad A \text{ étant l'allongement } \%$$

#### 4.4.3 Recuit de recristallisation:

La température de recristallisation du cuivre est fonction de la durée de maintien et surtout du taux d'écroûissage. Aussi pour des plaques de cuivre ayant subi une déformation (5%) (11%), (30%), les températures de recristallisation sont respectivement (300°C), (350°C), (400°C), pour des durées de maintien de 40 mn, chacune.

Au cours de la recristallisation, et surtout de la croissance

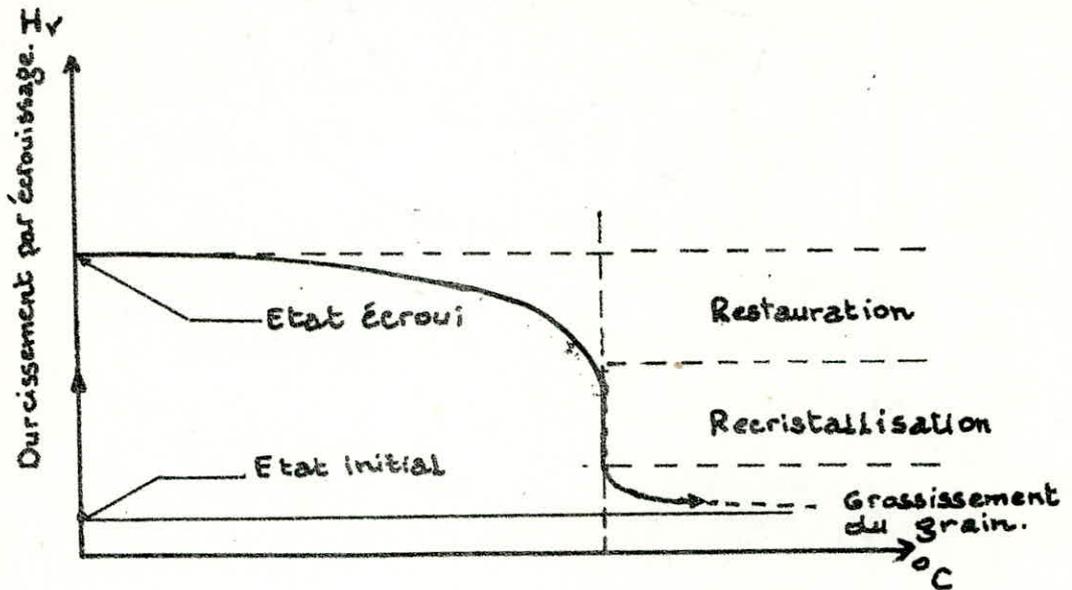


Fig 4.6 courbe classique de Consolidation.

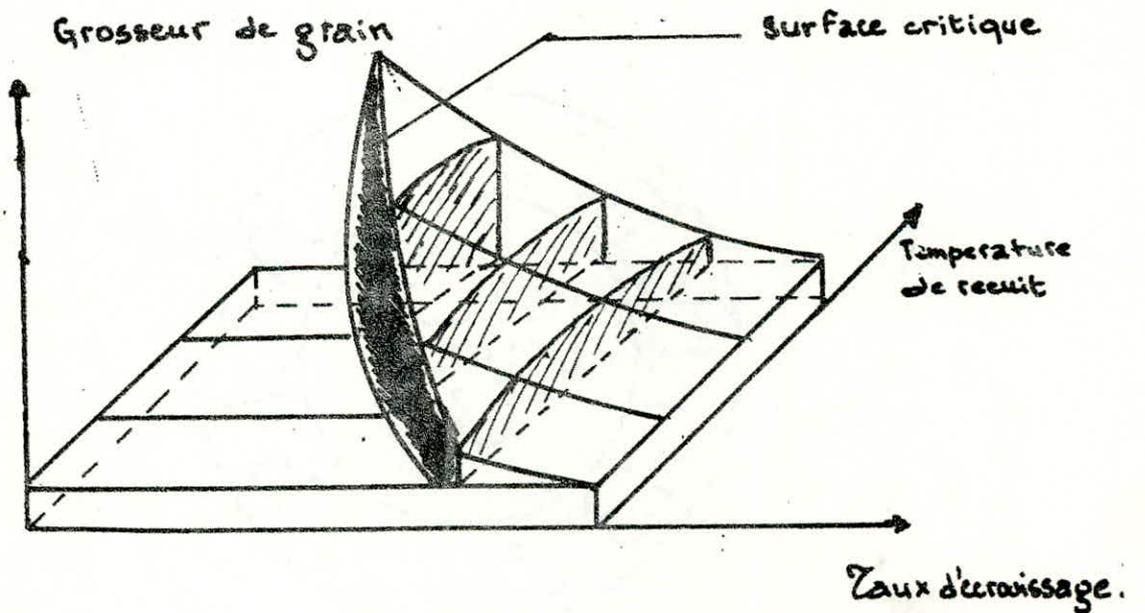


Fig 4.7 Diagramme de recristallisation,

des grains du cuivre de nombreuses macles de croissance, se développent sous forme de lamelles qui peuvent traverser les grains de recristallisation.

Ce qui cause des fissurations pour un taux d'écroutissage donné il faudra donc exécuter des recuits intermédiaires au cours du procédé. La figure 4.6 montre l'influence de l'élévation de la température sur la dureté du métal écroui et on remarque que:

- La température de recristallisation s'abaisse quand le taux d'écroutissage croît.
- La grosseur du grain diminue pour une même température du recuit.
- La recristallisation ne débute pour une même température, qu'à partir d'un taux critique d'écroutissage.

Le diagramme 4.7 montre que le grain de recristallisation, peut être très gros pour des taux d'écroutissage faibles.

Le recuit a été fait dans un four sous vide de type TCR 50 (fig 4.8), comportant un système de régulation et un dispositif de programmation permettant la reproduction de la loi thermique.

#### MODE OPERATOIRE DU FOUR TCR 50:

##### I) Mise en place de l'échantillon:

L'échantillon est placé sur un support (porte-échantillon) qui est suspendu à l'aide d'un assemblage de maillons. Un thermocouple est introduit par un passage prévu pour cet effet. L'extrémité du thermocouple est placé avec soin près de l'échantillon on remet l'ensemble en place sur le haut du four (I)

##### 2) Mise sous tension par le sectionneur 5(2).

##### 3) Mise sous vide primaire:

On met le levier (3) sur vide primaire en position PRIM en

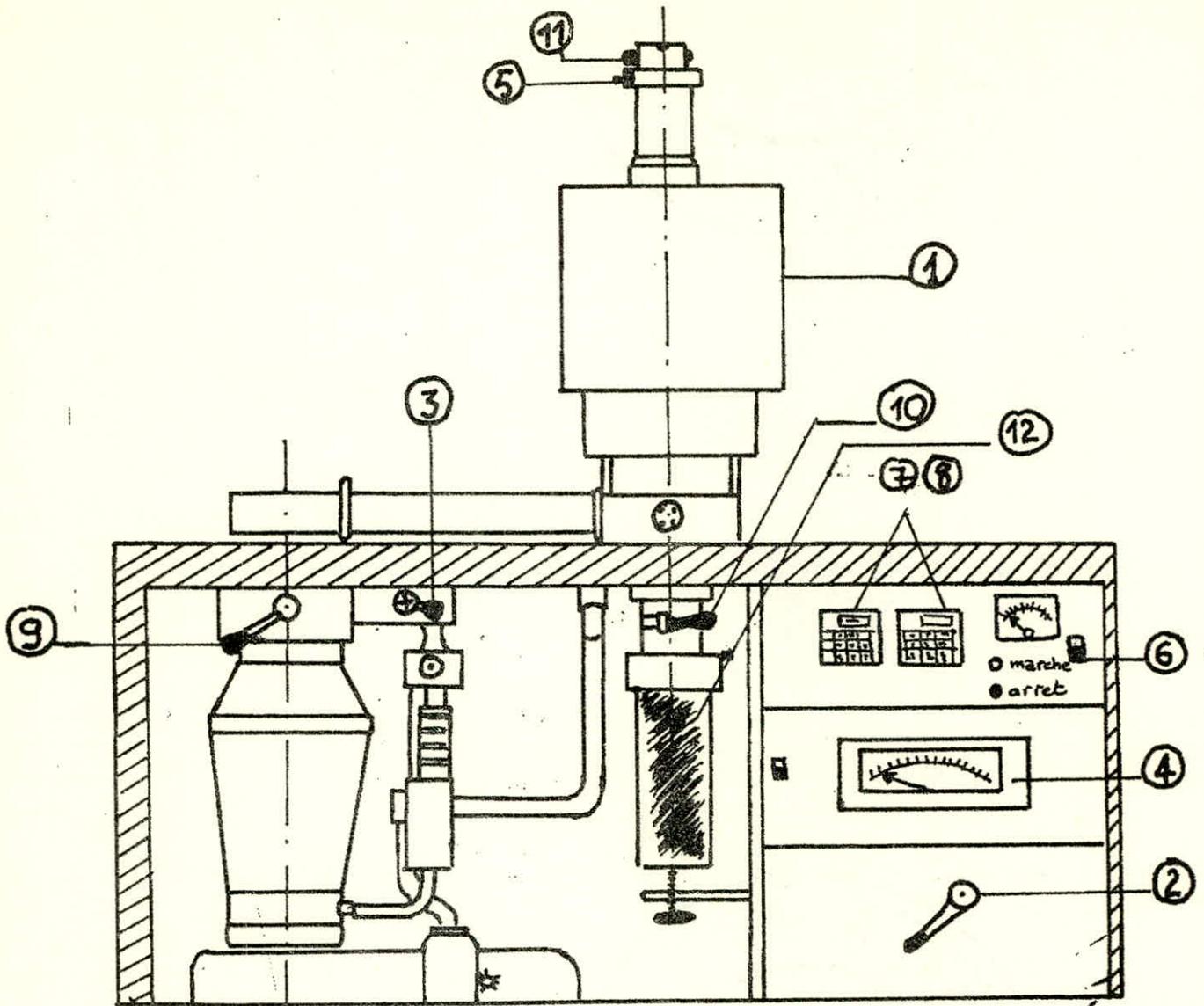


Fig 4.8 Four sous vide type TCR 50.

- ① Haut du four
- ② Sectionneur de tension
- ③ Vanne de pompage
- ④ Contrôle du vide.
- ⑤ robinet casse vide

- ⑥ bouton marche.
- ⑦ et ⑧ dispositif de programmation
- ⑨ chauffeure de pompe à diffusion
- ⑩ levier de trempe
- ⑪ robinet de libération de l'échantillon.
- ⑫ pot de trempe.

prenant la précaution de s'assurer que les robinets casse vide soient vides.

4) Mise sous vide secondaire: on ouvre le robinet de la circulation d'eau relié au four pour le refroidissement.

On met le chauffage de la pompe secondaire. On met la jauge de contrôle du vide en marche par le bouton(4).

Lorsque le vide primaire est établi ( $10^{-2}$ ), l'aiguille a nettement déviée par rapport à sa position initiale. On met la vanne de pompage secondaire en position DIFF et finalement on ouvre la vanne BAFFLE(9) après quelque minute de chauffage.

5) Mise en route du programme de traitement: Le programme est préalablement établi par l'utilisateur avec soin(8) en coordination avec le système de régulation(7).

6) En fin mise en route du four par le bouton marche(6)

#### 4.5 Préparation de l'échantillon.

##### 4.5.1 Prélèvement:

Les échantillons sont trançonnés à l'aide d'une scie mécanique sous arrosage afin d'éviter toute déformation et tout échauffement.

##### 4.5.2 Enrobage

Les échantillons sont enrobés à froid pour éviter tout échauffement (recristallisation primaire) à l'aide d'une résine (en poudre) et une colle spéciale. Cela a été utilisé pour 10 échantillons recristallisés et 10 autres non recristallisés (état écroui).

##### 4.5.3 Pollissage:

Il a été réalisé sous un courant d'eau avec des papiers abrasifs en sic, I20, 320, 600, et I000. La finition a été faite en utilisant

de la poudre de diamant dispensée dans un corps gras.

#### 4.5.4 Attaque chimique:

2 réactifs d'attaque ont été utilisés:

1°) Premier réactif:

- $\text{FeCl}_3$  à 45° B 5 ml
- $\text{HCl}$  d=1,19 50 ml
- $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  99% 45 ml

2°) Deuxième réactif:

Melange d'acide Nitrique et d'acide acétique

- $\text{HNO}_3$  50%
- $\text{CH}_3\text{COOH}$  50%

Les meilleurs résultats ont été obtenus en utilisant le deuxième réactif. Pour une durée d'attaque de 15 secondes.

On prend la précaution de bien nettoyer l'échantillon avec un jet d'eau et rapidement sécher après l'attaque pour éviter que la surface ne s'oxyde

#### 4.6- Essai de dureté:

Les essais de dureté ont été effectués par la méthode VICKERS en microdureté, cela pour les précisions des résultats qu'elle permet d'obtenir.

La charge utilisée, est de 50 grammes. Les résultats obtenus sont des duretés VICKERS en fonction de la longueur de la diagonale de l'empreinte pour une charge donnée.

Le microduremètre utilisé est caractérisé par une forme pyramidale à base carrée faisant un angle de 136° avec le pénétrateur en diamant. ( Fig 4 )

$$Hv = P/S$$

P: Pression en Kg force

S: Section en ( $\text{mm}^2$ )

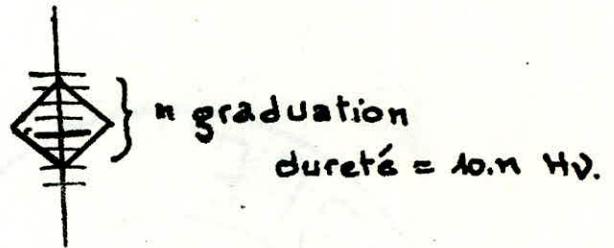
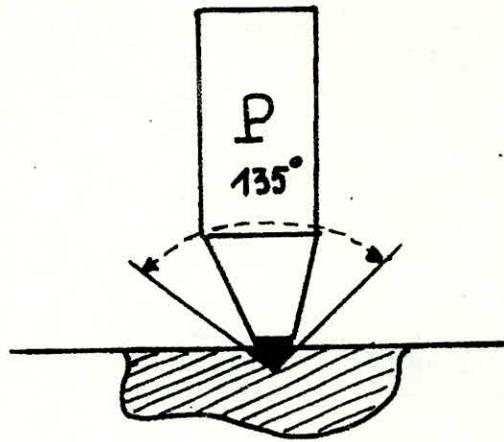


Fig. 4.9. Penétion Vickers.

L'essai de dureté a été fait sur des échantillons polis avant l'attaque pour éviter de modifier la structure macrographique. Sur chaque échantillon on a pris la valeur moyenne d'une dizaine d'essai sur plusieurs plages de la microstructure.

#### 4.7 Etude macrographique:

L'étude de la morphologie du grain étant macrographique, ce dernier a une gamme de déformation allant de 0 à 30% . La méthode utilisée est l'étude de l'évolution de la taille du grain par observation directe au microscope optique. L'observation du grain et le calcul de ses dimensions se fait suivant deux directions:

- Paralleles à celle de la traction
- Perpendiculaire à la contrainte.

Par cette méthode on peut faire une comparaison entre l'état écroui et l'état recristallisé. Le microscope étant muni d'un dispositif photographique à l'échelle macrographique, on a pu prendre des photos images sur les échantillons étudiés. Les microscopies ont été prises en lumière naturelle.

#### 4.7.1- Détermination de la taille du grain.

Le volume moyen des cristaux, c'est à dire la grosseur de grain d'un matériau métallique, peut être caractérisé par différentes grandeurs conventionnelles déduites de l'observation d'une coupe plane du matériau préparé pour faire apparaître les contours des sections des cristaux par le plan de coupe.

Les méthodes de détermination de ces grandeurs, sont purement géométriques. Il en résulte qu'elles sont absolument indépendantes du métal ou de l'alliage considéré.

Ces grandeurs conventionnelles sont :

- ( m ) Nombre de grains par unité de surface de l'éprouvette  
l'unité d'aire est le  $\text{mm}^2$
- ( A ) Aire moyenne du grain:  $A = I/m$  en  $\text{mm}^2$
- (  $M_c$  ) Taille moyenne du grain ou diamètre moyen du grain  
 $M_c = \sqrt{A} = I / \sqrt{m}$
- ( L ) Longueur moyenne d'intersection: Quotient de la longueur totale d'un ou de plusieurs segments de droites sur l'image de l'éprouvette par le nombre de grains dénombrées sur l'image ou lignes .
- ( G ) Indice conventionnel de grosseur de grain: Nombre sans dimensions relié à m par une relation mathématique et les règles d'application pouvant différer d'un métal à un autre, ces indices sont désignés par G suivi d'une lettre propre à chaque système.

#### 4.7.2- Principe de l'estimation de la grosseur du grain:

Le grain est mis en évidence par attaque métallographique, et projection sur le verre poli du microscope optique. On peut utiliser cette image ou travailler sur une épreuve photographique de l'image.

Trois méthodes peuvent être utilisées (III).

- Méthode par comptage
- Méthode par intersection
- Méthode par comparaison avec des images

Pour une meilleure étude statistique on utilise la méthode par comptage.

##### a ) Méthode par comptage:

I- Comptage de nombre de grains;

Le grossissement est utilisé de telle façon que le nombre de grains décelé soit suffisant. (Fig 4.10)

Pour un grossissement linéaire  $g$ , la superficie de l'éprouvette correspond à l'aire du cercle est:

$$S = S_c / g \text{ mm}^2$$

$n_g$  = nombre de grains dans la circonférence tracée

$n_I$  = nombre de grains complètement à l'intérieur

$n_2$  = nombre de grains coupés par la circonférence

(arrondi au nombre supérieur si  $n_2$  est impair)

$$n_g = n_I + n_2 / 2$$

2) Détermination du nombre de grain  $m$  :

$$m = 2 \cdot (g/100)^2 \cdot n_g$$

3) Détermination de  $M_c$  :

$$M_c = 1000 / \sqrt{m} \text{ en } \mu\text{m}$$

b) Méthode par intersection :

Le principe de la méthode est de tracer sur un transparent, un quadrillage conforme à la figure 4.II, on le place sur l'image donnée par le microscope avec une orientation quelconque et on choisit le grossissement pour que le nombre totale de grain coupés par l'ensemble des segments soit suffisant

Pour le comptage du nombre de grains coupés, les segments sont considérés indépendants les uns des autres.

Lorsqu'un grain est traversé par un segment il est compté pour une unité même si, il est traversé deux fois par le segment considéré. Lorsqu'il est pénétré par l'extrémité d'un segment il est compté pour une demi-unité.

Lorsqu'un grain se superpose au joint rectiligne qui sépare

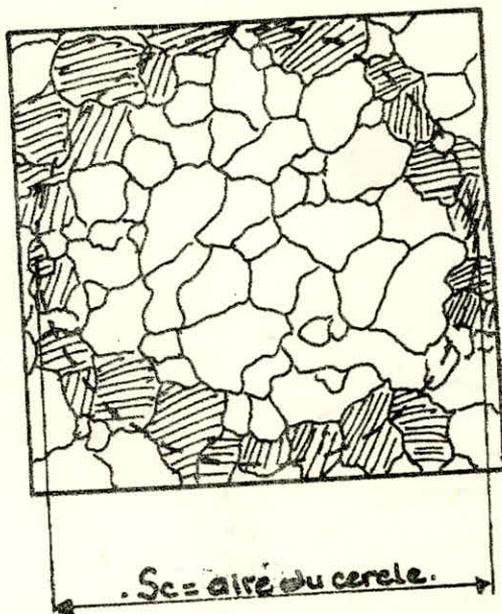


Fig. 4. 10. Methode par comptage.

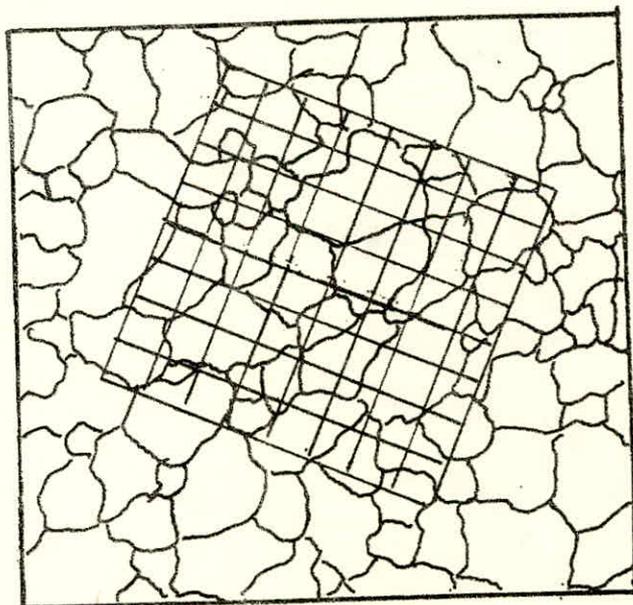


Fig. 4-11. Methode par intersection

deux grains, on doit compter une intersection. On additionne les nombres des grains dénombrés dans les deux directions et on divise la longueur totale de comptage corrigé, en fonction du grossissement par le nombre total de grains dénombrés.

On obtient ainsi, la longueur moyenne d'intersection  $L$ .

En général  $L$  est inférieure à  $M_c$  de 15%.

#### c) Méthode de comparaison avec des images:

Le principe de la méthode consiste à comparer l'image donnée par le microscope à des images types dont les grosseurs de grains sont connus. Il y a lieu de se référer aux planches d'images types contenues dans les normes particulièrement se rapportant au métal considéré.

#### 4.8 Autre méthode:

Méthode de diffraction:

Le principe utilisé est aussi appelé "méthode des poudres".

Elle tire son nom du fait que l'échantillon examiné est réduit en une fine poudre constituée de particules orientées au hasard.

Le faisceau de rayons X est monochromatique et il n'aura diffraction que lorsque ce faisceau fait un angle  $\theta$  avec une famille

de plans cristallins dont le facteur de structure n'est pas

nul. Les particules étant orientées au hasard, il y'aura toujours

une famille de plans  $(hkl)$  donnant lieu à diffraction, de tel sorte

sorte que l'on obtiendra tous les faisceaux qui sont susceptibles de diffracter.

Cette méthode peut s'appliquer également à un massif polycristallin formé de petits grains qui sont équivalents aux particules de la poudre.

TECHNIQUE DE LA METHODE:

Les photons X ont une action analogue à celle des photons lumineux. Il suffit de placer des films sur le trajet des faisceaux diffractés, dans des chambres planes. (Fig 4.12)

Le film est remplacé par un détecteur de rayon X. Ce dernier est relié à un enregistreur-diffractometre, qui donne des pics de diffraction relatif aux différents plans diffractés. Le premier pic correspondant au plan III, la largeur de la raie à mi-hauteur du pic, nous donne la valeur  $\xi$  d'où on peut tirer la taille moyenne des grains:

$$t = \frac{\lambda}{\xi \cos \theta}$$

La valeur tirée  $\xi$  est corrigée si dans le réseau, il existe des facteurs de forme. L'avantage de cette technique est la mesure précise d'intensité et d'automatisation complète de l'appareillage et des calculs.

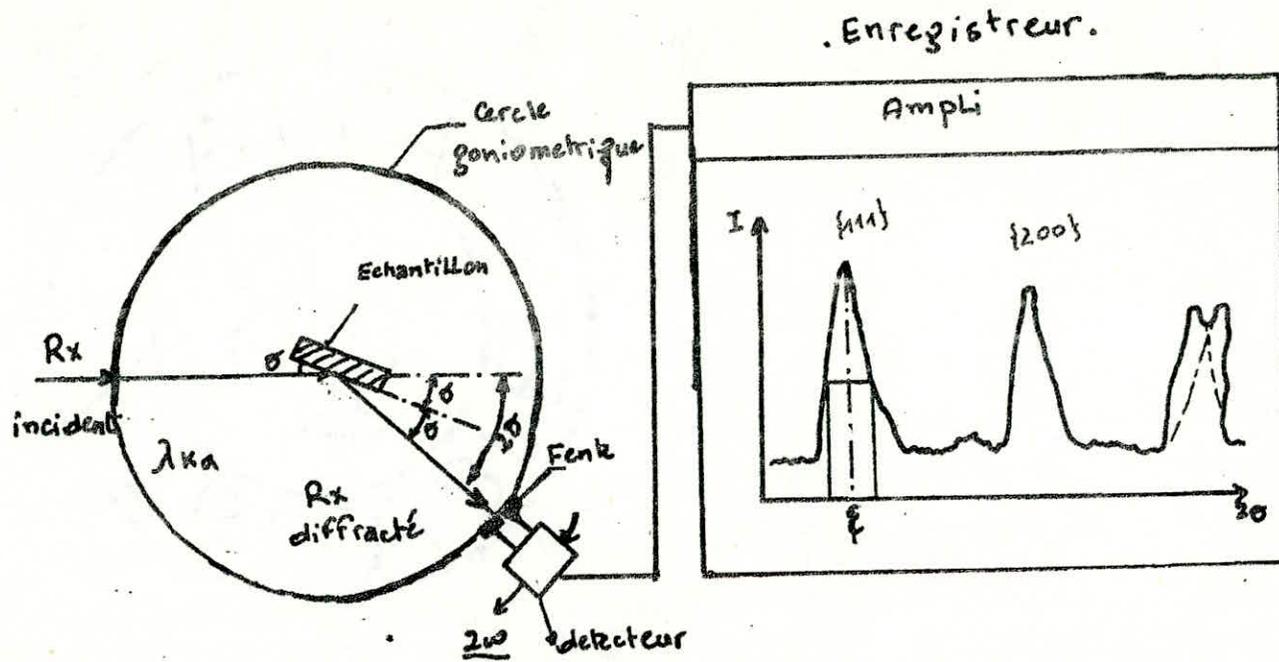


Fig 4.12 Méthode de diffraction

CHAPITRE V :

RESULTATS EXPERIMENTAUX  
ET INTERPRETATIONS

5. I. Morphologie de la structure de recristallisation :

On remarque que pour des déformations faibles, inférieures à 6%, les grains qui s'allongent dans le sens de la traction ont une répartition non uniforme suivant leur forme et leur orientation.

Entre 6% et 8%, les grains encore grossiers commencent à avoir une bonne répartition structurale. Au-delà de 8%, les grains s'amincissent et sont plus affinés.

Aux déformations importantes la répartition morphologique est homogène et les grains atteignent leur isotropie.

Dans les figures 5.a-5.d, relatant les importants stades de déformation, on peut donc remarquer cette isotropie entre les déformations allant de 25%-30%. (éprouvettes recristallisées)

Tableau de mesures:

Eprouvettes recristallisées à 350°C pendant 40 mn

Eprouvettes N°	1	2	3	4	5
A %	1,5	2,5	3	6,2	8
$n_g$ (nbre de grs)	3	3	4	4	5
$dL \text{ cm. } 10^{-2}$	3,4	2,4	2,2	1,6	0,2
$dl \text{ cm. } 10^{-2}$	2,2	1,45	1,2	0,7	0,5
$N(n_g / \text{cm}^2)$	500	500	660	660	834
Hv	42,25	48,22	55,49	57,94	64,89
Eprouvettes N°	6	7	8	9	10
A %	11	15	17	25	30
$n_g$ (nbre de grs)	6	8	9	13	22
$dL \text{ cm. } 10^{-2}$	0,8	0,65	0,53	0,4	0,38
$dl \text{ cm. } 10^{-2}$	0,32	0,2	0,18	0,10	0,08
$N(n_g / \text{cm}^2)$	1000	1330	1500	2160	3660
Hv	68,02	70,64	72,04	74,5	77,76

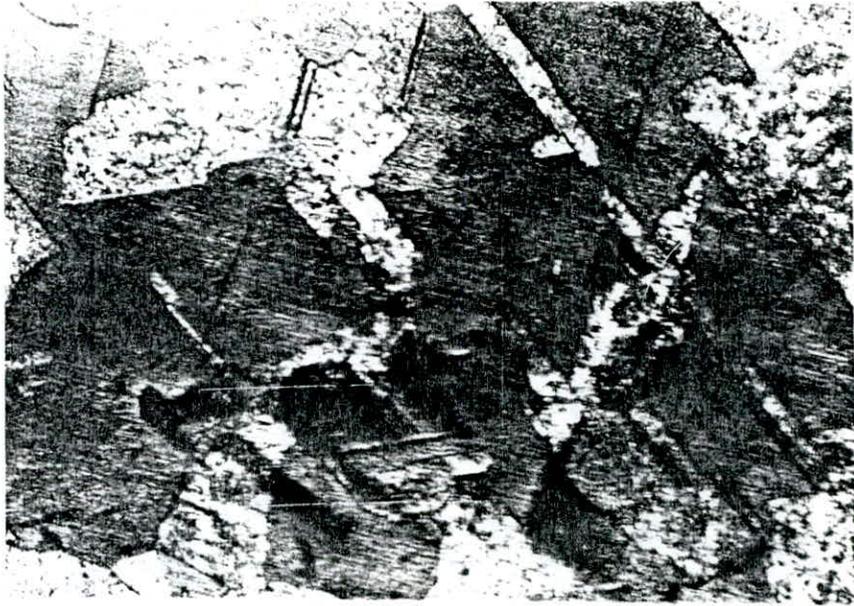


Fig 5.a Ecrouissage à 1.5%.

-----

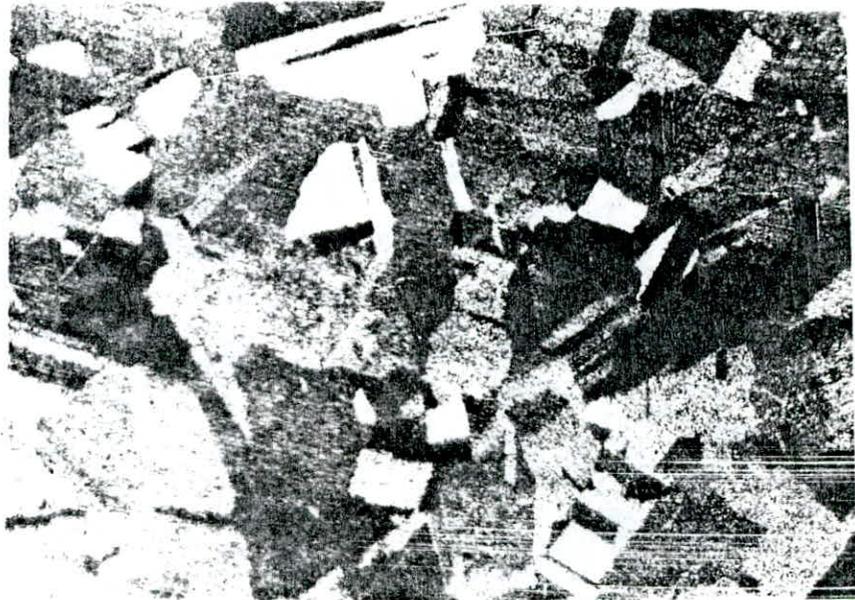


Fig 5.b Ecrouissage à 6.2%.

-----

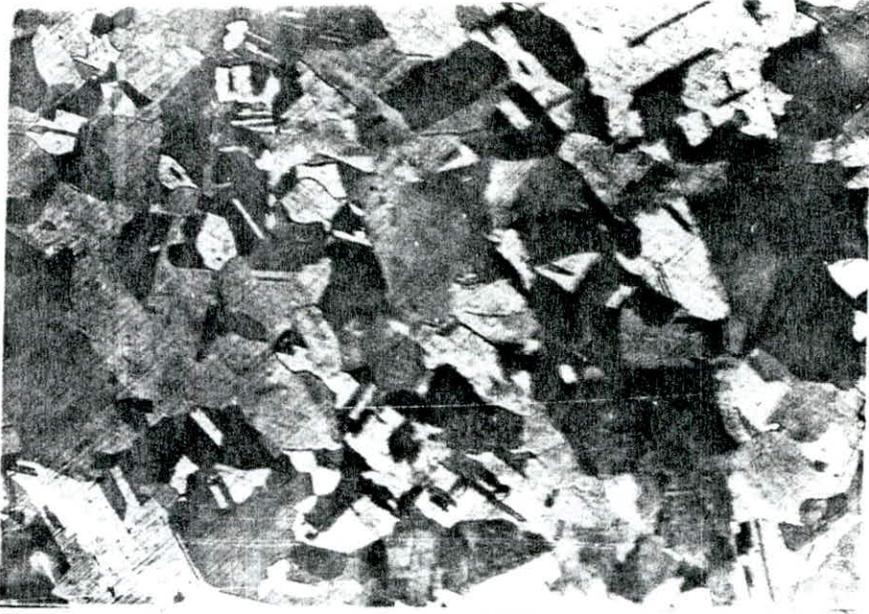


Fig 5.c Ecouissage à 17%.

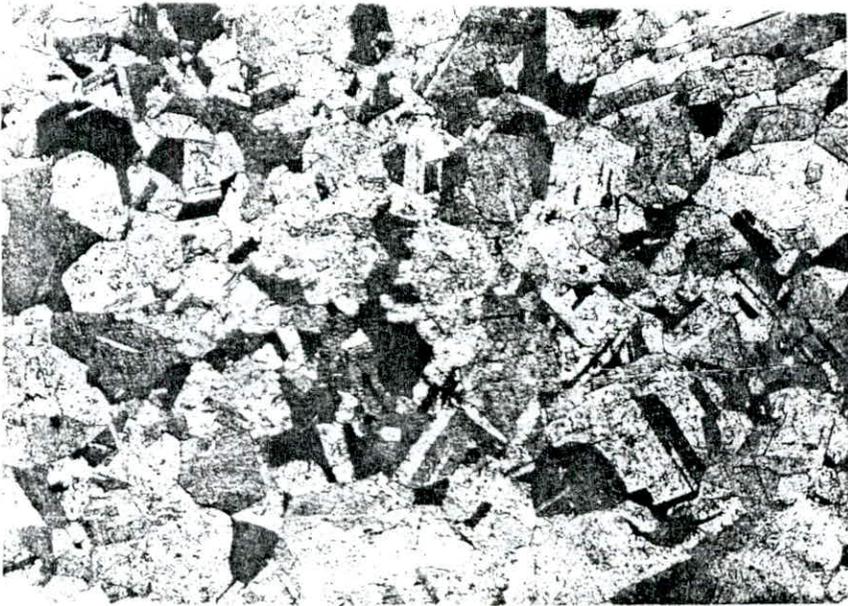


Fig 5.d Ecouissage à 25%.

## 5.2 Influence de l'écroutissage sur la morphologie du grain de recristallisation :

L'écroutissage étant engendré dans notre étude par traction, on a pu prendre des mesures sur les déformations qui se traduisent par les différents allongements en % des éprouvettes. Le tableau de mesure nous donne des résultats en fonction des allongements allant de 1.5% à 30%. Les valeurs représentent la moyenne de dix mesures prises au cours de l'écroutissage. De même pour le calcul des dimensions et nombre de grains par  $\text{cm}^2$ , on a pris la valeur moyenne par la méthode de comptage et de la réglette successivement sur plusieurs plages de l'échantillon.

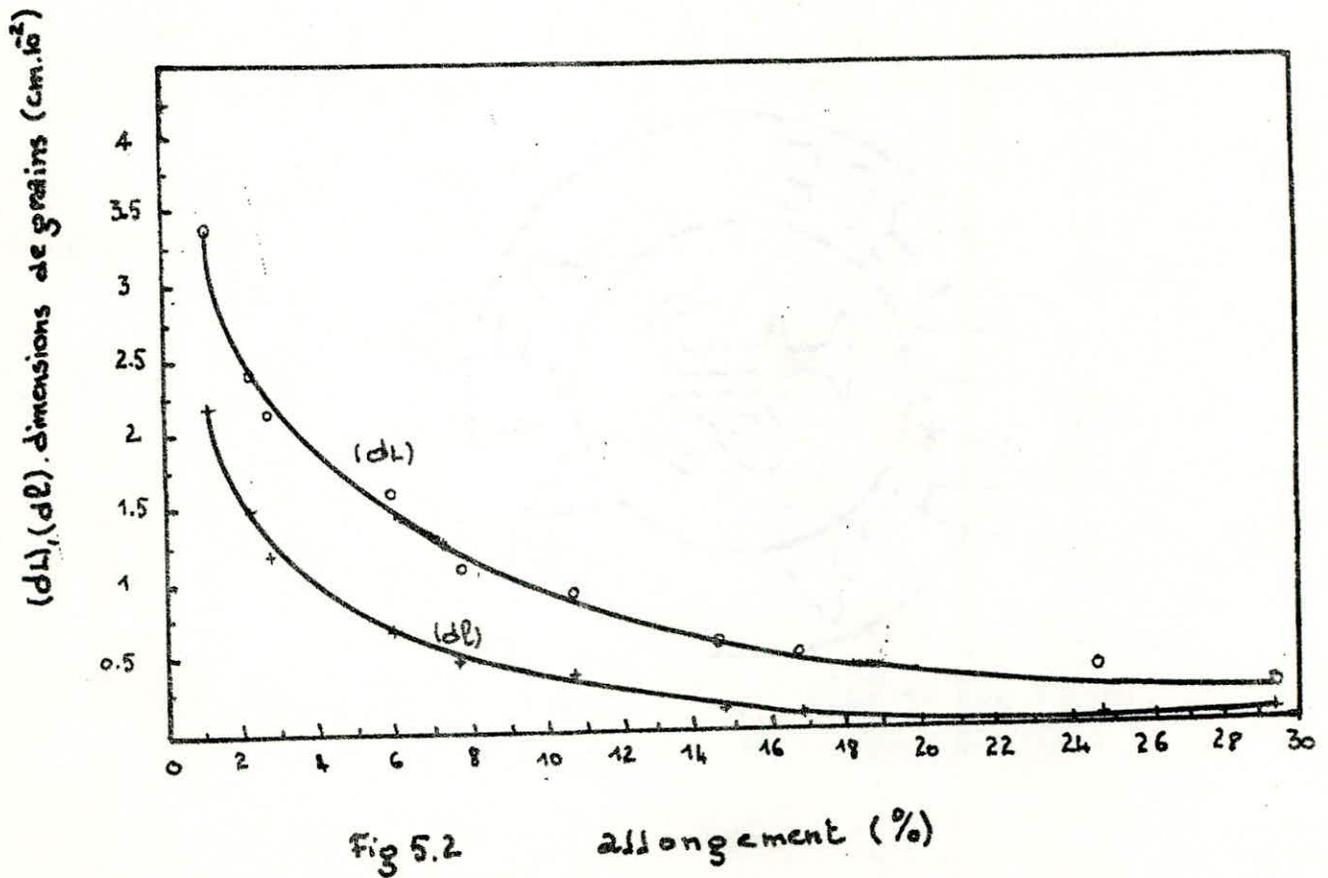
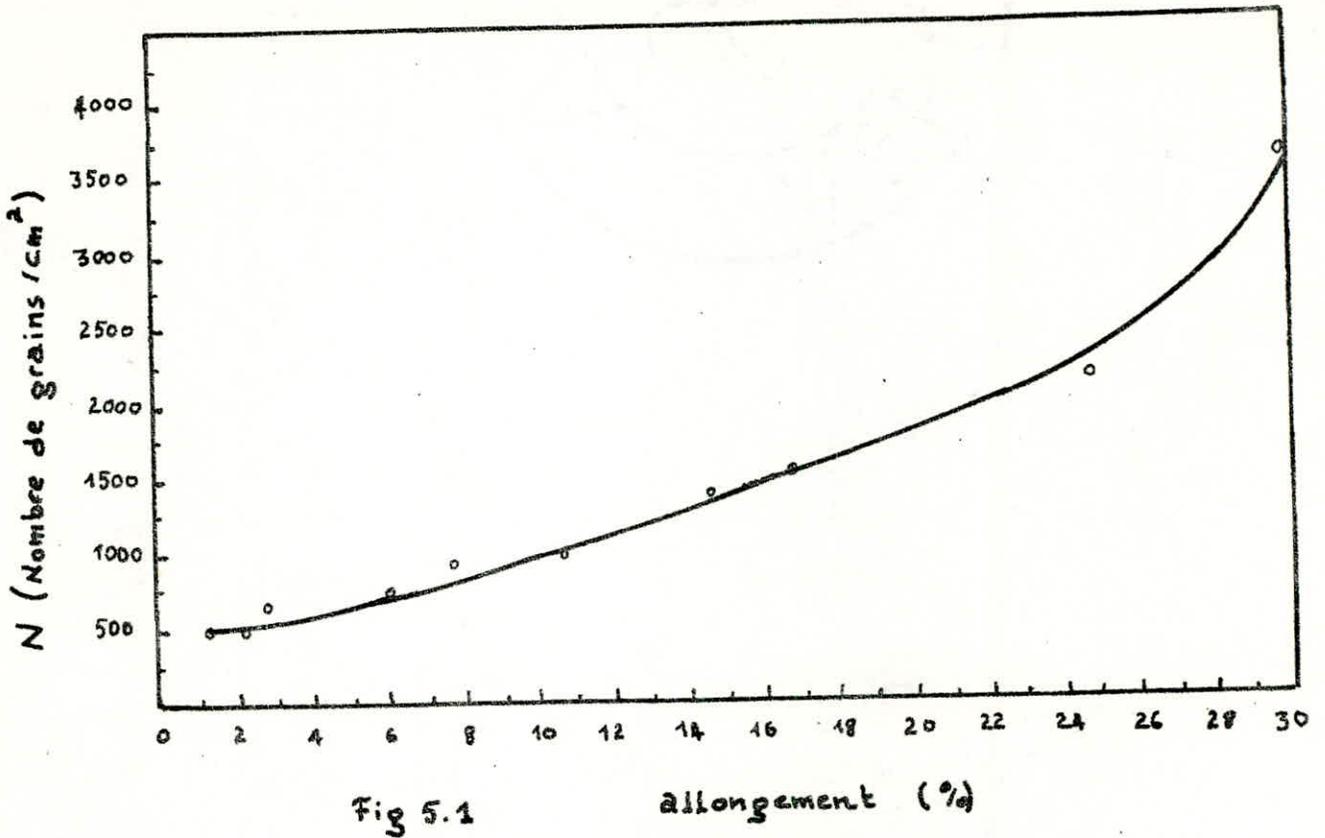
### 5.2.1 Influence de l'écroutissage sur le nombre de grains :

Sur la fig 5.1 relative à l'évolution du nombre de grains en fonction du taux de déformation, on constate que les grains sont plus nombreux aux environs de 17% à 30%, donc la taille du grain est plus réduite. La courbe nous renseigne quant à la non proportionnalité à l'allongement; elle est plus raide au début des déformation et évolue très vite à la fin.

La vitesse de formation de nouveaux grains est plus grande aux déformation importantes, et l'évolution du nombre de grains est non uniforme au cours de l'écroutissage.

### 5.2.2 Influence de l'écroutissage sur les dimensions du grain:

Les dimensions de grains ont été déterminés par la méthode de la réglette. D'après les résultats obtenus, nous constatons une réduction progressive du grain de recristallisation au cours



de l'écroutissage. La dimension moyenne des grains est quatre fois plus grande qu'au début de la déformation qu'aux dernières, (Fig 5.2).

En faisant le rapport des dimensions, suivant le sens de la traction et celui qui y est perpendiculaire, on remarque qu'il reste relativement constant

Ceci confirme donc quant à l'isotropie du grain de recristallisation

### 5.2.3 Influence de l'écroutissage sur la dureté:

Le tableau ci-dessous représente les valeurs moyennes des microduretés Vickers, en fonction des allongements successifs des éprouvettes écrouties (non recristallisées).

A°/°	1,5	2,5	3	6,2	8
Hv	58	70	95,03	110	125
A°/°	11	15	17	25	30
Hv	129	136	138	145	148

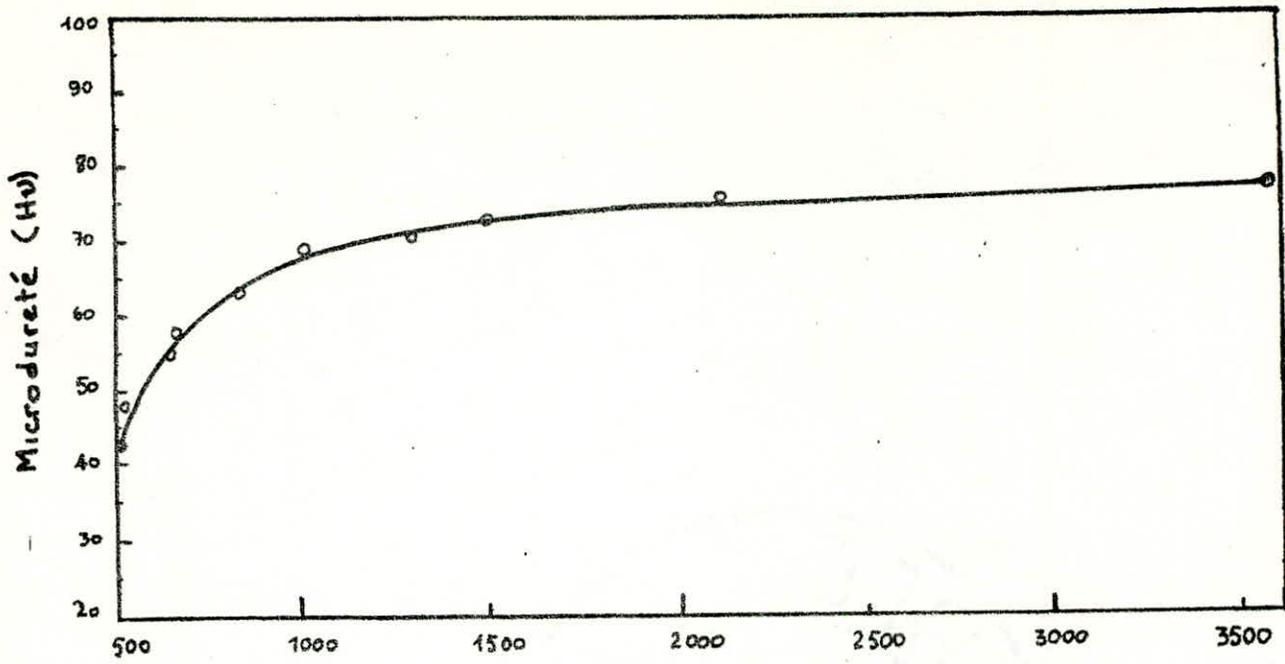


Fig 5.3 N (Nombre de grains/cm²)  
Eprovettes recristallisées

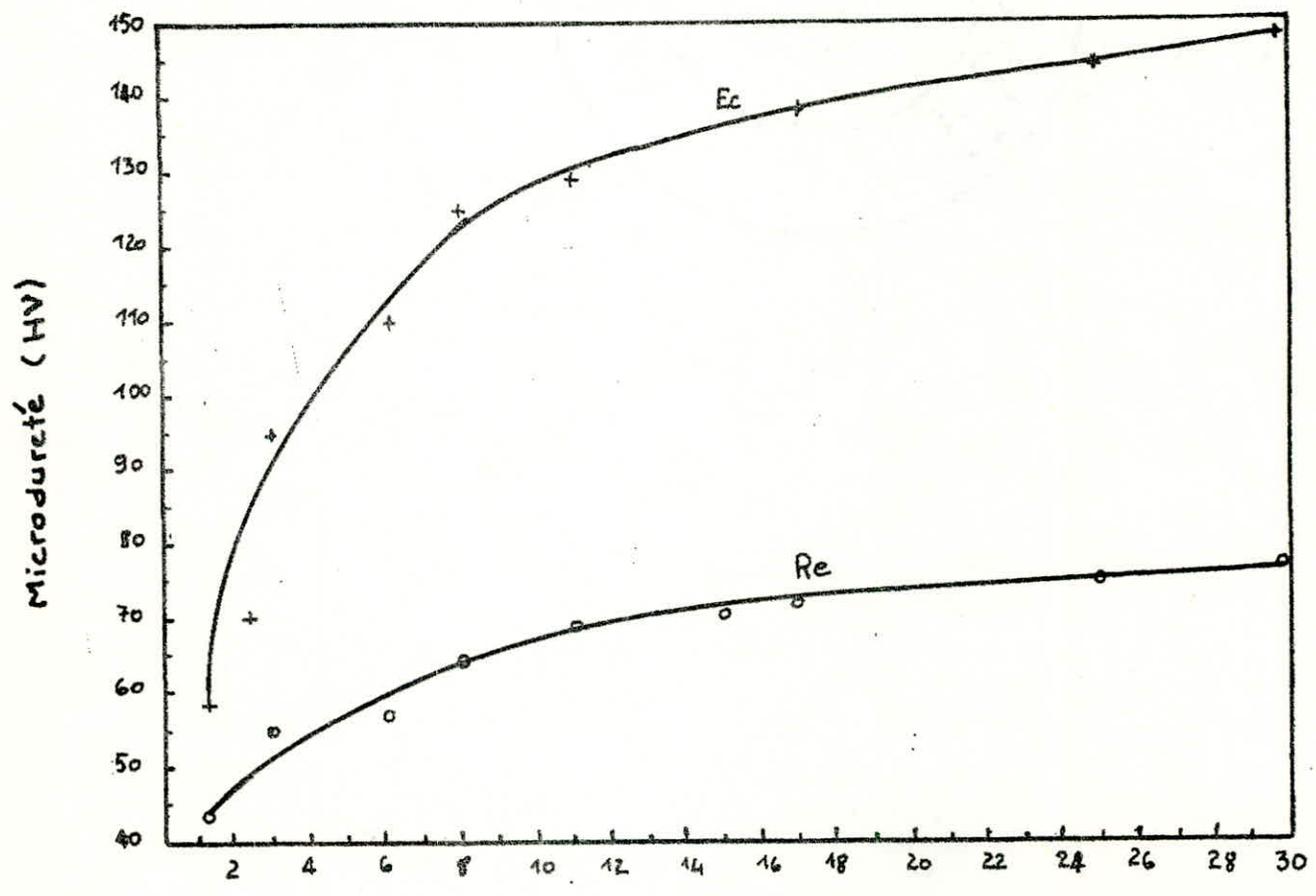


Fig 5.4 allongement (%)  
Re : Eprovettes recristallisées  
Ec : Eprovettes écrouies

La dureté Vickers augmente avec l'écroutissage, donc avec le nombre de grains par  $\text{cm}^2$  (Fig 5.3)

Quand l'écroutissage devient important, les grains sont plus fragmentés, donc le déplacement des défauts cristallins devient progressifs, ce qui entraîne en occurrence une augmentation de la dureté du métal.

La figure 5.4 donne la microdureté Hv en fonction de l'accroissement en  $\%$  de la longueur, pour les deux matrices: écrouies et recristallisée.

Les deux courbes suivent sensiblement la même évolution, mais dans deux domaines de dureté différents, c'est à dire que pour les éprouvettes recristallisées, la dureté a considérablement été abaissée par rapport à celles avant recristallisation.

Donc la recristallisation a son influence sur les propriétés mécaniques: elle abaisse entre autre la dureté du métal.

#### 5.2.4 Ecroutissage critique :

Les figure 5.1 et 5.2 montrent qu'à partir d'une certaine déformation de l'éprouvette, la grosseur du grain est maximale et il existe une limite où la formation de nouveaux grains ne se produit plus. Cette limite est appelée écroutissage critique.

Ce seuil est d'environ 2,5% .

### 5.3 Détermination des caractéristiques mécaniques de l'éprouvette

Le tableau ci-dessous donne les valeurs, relevé par le dynamomètre, des forces de traction appliquée au cours de l'essai en fonction des allongement successifs de l'éprouvettes.

A°/o	2	4	5	12	30	40	58
F(daN)	20	40	53	62	76	83	95

On remarque sur la courbe de la figure 5.5 qu'au cours de l'écroutissage il y a une distribution de trois zones différentes ce qui confirme la courbe théorique de traction:

-Entre 0 et 4°/o la courbe est une droite linéaire, ce qui correspond au domaine élastique de l'éprouvette.

-Entre 4°/o et 50°/o, il apparait une permanence de la déformation du métal. C'est le domaine de la déformation plastique.

Juste après, il y'a rupture du métal, on a pu relever dans ce cas là:

La charge à la rupture  $R=95 \text{ daN}$

Pour une section  $S_0$  de l'éprouvette  $S_0 = e \cdot l = 1 \cdot 10 = 10 \text{ mm}^2$

$$R = 95/10 = 9.5 \text{ daN/mm}^2$$

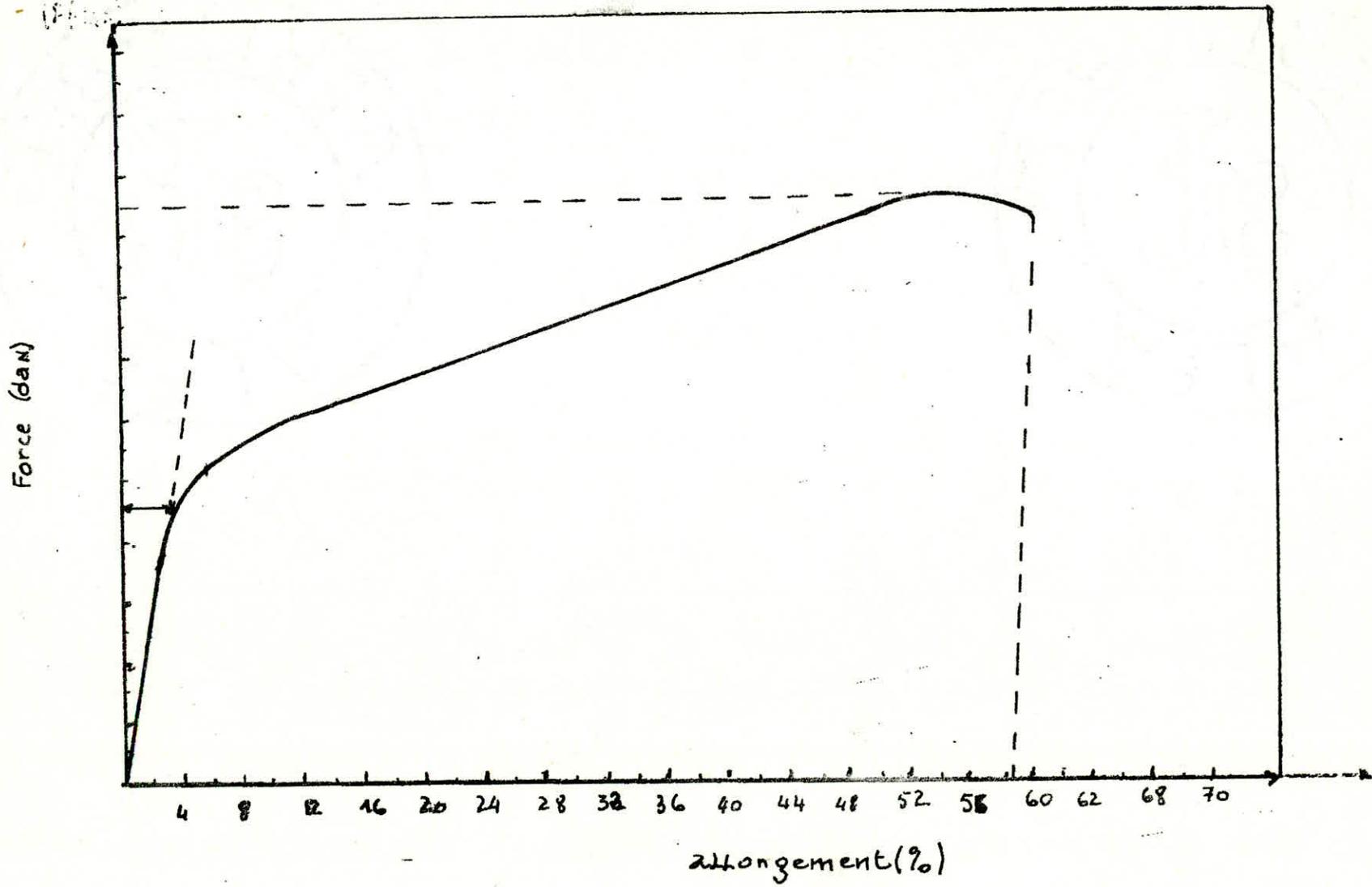
L'allongement à la rupture ;  $A\% = 58\%$

Au niveau de cette déformation, c'est le domaine de la striction.

La limite élastique a été relevée dans le domaine élastique, elle correspond à la limite où la courbe change de pente.

$$L_E = 45 \text{ daN} \quad \text{pour } S_0 = 10 \text{ mm}^2 \quad L_E = 4,5 \text{ daN/mm}^2$$

Fig 5.5 diagramme force-allongement



Conclusion:

Après cette étude, on peut dire que la morphologie de recristallisation dépend de l'écroutissage et du taux de déformation au cours de la traction.

La recristallisation affine le grain de cuivre et le rend isotope, elle provoque ainsi une répartition homogène des grains. Leur allongement est dans le sens de la traction. Au cours de l'écroutissage, la grosseur est réduite progressivement et ceci est provoqué par la fragmentation des grains due au glissement du cristal après déformation.

La dureté augmente avec le taux d'écroutissage, ce qui est prévisible puisque la fragmentation des grains provoque un espaçement des surfaces des joints comportant entre autre les impuretés et défauts.

Après recristallisation la dureté est abaissée et devient presque constante aux grandes déformations. Le métal a donc repris relativement sa structure de départ (état écroui et homogénéisé) puisque la recristallisation entraîne la formation de nouveaux grains en perfectionnant le réseau.

Le métal devient plus plastique ce qui est conforme à la théorie. Nous sommes convaincus qu'une étude plus détaillée de l'influence de la déformation sur la structure du métal, ne sera que bénéfique quant à l'orientation des grains et le contrôle des contraintes appliquées au cours de l'écroutissage, ainsi que l'effet de la recristallisation sur le processus des traitements mécaniques.

Liste des figures

Fig I.1 ,Fig I.2	-----	5
Fig I.3	-----	6
Fig 2.1 ,Fig 2.2	-----	12
Fig 2.3 ,Fig 2.4	-----	15
Fig 3. ,Fig 3.1	-----	20
Fig 3.2	-----	22
Fig 4.1 ,Fig 4.2	-----	26
Fig 4.3	-----	28
Fig 4.4 ,Fig 4.5	-----	29
Fig 4.6 ,Fig 4.7	-----	31
Fig 4.8	-----	33
Fig 4.9	-----	36
Fig 4.10 ,Fig 4.11	-----	40
Fig 4.12	-----	43
Fig 5.1 ,Fig 5.2	-----	49
Fig 5.3 ,Fig 5.4	-----	51
Fig 5.5	-----	54

Références bibliographiques

- (I) P. COULOMB
- (2) Technique de l'ingénieur Form M 433-2 Edition 1982
- (3) C.S. BARETT Structure des métaux
- (4) Technique de l'ingénieur Form M 230 Edition 1982
- (5) Technique de l'ingénieur Form M 605 Edition 1982
- (6) A. ROOS, B. MILET .3<sup>eme</sup> Edition  
Précis de métallurgie appliquée
- (7) O. DIMITROV:  
La migration des joints P.C.4 32I
- (8) J. BENNARD, A. MICHEL, J. PHILIBERT et J. TALBOT  
La métallurgie générale
- (9) P. LACOMBE et G. CHAUDRON :  
Notions métallurgiques
- (10) H. MAJOLIN :  
Recristallisation et textures
- (II) Thèse K. ABADLI :  
Etude de la texture de cuivre après tréfilage

