

Etude de la texture et des propriétés mécaniques et électriques des fils de cuivre tréfilés et recuits

F. Baira^{1,2}, M.Zidani², T. Baudin³.

¹Departement De Sciences et techniques, Université de Batna 2, 53, Route de Constantine. Fésdis, Batna 05078, Algérie, Baira_fay@yahoo.fr

²Laboratoire de Génie Energétique et Matériaux (LGEM), Université de Biskra, B.P: 145 Biskra, 07000 Algérie.

³ICMMO, SP2M, Univ Paris-Sud, Université Paris-Saclay, UMR CNRS 8182, 91405 Orsay Cedex, France

Résumé—Le constate dans cette étude et l'augmentation de l'essai de la microdureté et la résistivité électrique, avec l'augmentation du taux de déformation. On a remarquée une diminution de ces dernier avec l'effet de traitement thermique. L'analyse de la tailles des grains montre une diminution avec l'augmentation du taux de déformation et l'effet du traitement thermique conduit à une homogénéisation des tailles des grains à fort taux de déformation et long durée de maintien de recuit, l'étude de la texture de recristallisation montre que l'état tréfilé et recuit se compose de même renforcement que le fil machine fibre $\langle 111 \rangle // DN$ et $\langle 001 \rangle // DN$. On observe aussi après recuit une forte diminution de l'intensité de la fibre $\langle 111 \rangle // DN$ majoritaire à l'état tréfilé. En revanche, la fibre $\langle 001 \rangle // DN$ reste stable.

Mots Clés—Tréfilage, La Microdureté, EBSD, Recristallisation, traitement de recuit.

1. 1. INTRODUCTION

Le principe de tréfilage est basé sur l'utilisation de la plasticité du matériau pour obtenir une pièce cylindrique d'une section réduite par le passage forcé de ce dernier dans une filière (figure 1).

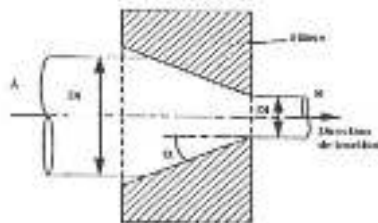


Fig. 1. Principe de tréfilage [Baira, 2017] [1].

Pendant la déformation plastique d'un matériau polycristallin, les grains subissent des orientations qui modifient leur orientation cristallographique, le type de texture dépend à la fois des caractéristiques du matériau et du mode de déformation utilisé, le résultat de cette rotation est la formation

d'orientation préférentielles et par conséquent d'une texture caractéristique. Pour une déformation uni-axiale (comme le tréfilage des fils) nous trouvons une texture dite fibres. Dans le cas des matériaux c.f.c (structure de notre matériaux étudié), ayant été déformés par laminage unidirectionnel (procédé d'obtention des fils machine), on rencontre deux types de textures (la texture de type laiton et la texture de type cuivre) Jakani. 2004 [2]. La texture de type laiton est caractérisée par une orientation proche de la composante idéale $\{110\} \langle 112 \rangle$ et se développe principalement dans l'argent Hu et al. 1986 [3] et dans les alliages comme le laiton Virnich et Lücke 1978, Hirsch et Lücke 1988 [4-5]. La texture dite cuivre se développe dans presque tous les métaux c.f.c purs (Cu, Al, Ni) ou très peu alliés après un laminage à basse température. La texture cuivre est composée principalement de trois orientations principales ($\{112\} \langle 111 \rangle$, $\{110\} \langle 112 \rangle$ et $\{123\} \langle 634 \rangle$) décrivant une fibre appelée β , et les fils "machine" présentent une microstructure recristallisée maclée, avec une taille de grains qui augmente du centre à la périphérie. Cette taille moyenne de grains tend à diminuer quand le taux d'impuretés augmente. Jakani. 2004 [2]. La texture de tréfilage est composée principalement de deux fibres $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ (où $\langle hkl \rangle$ sont les directions cristallographiques parallèles à l'axe du fil) Dillamore et Roberts, 1965 et Shin et al. 2000 [6-7]. La proportion relative de ces deux composantes varie d'un matériau à l'autre et dépend entre autres, de l'énergie de faute d'empilement γSFE Jakani. 2004 [2]. Les composantes de la texture de recristallisation dans les fils de structure c.f.c. (Cu, Ag, Al, etc) sont

identiques à celles de la texture de déformation (fibres $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$) Grewen, 1966, Shin et Lee, 2000 [7-8]. Cependant, l'origine exacte du développement des textures de recristallisation est objet de controverse entre deux théories depuis plusieurs années. La première théorie avance un mécanisme de germination orientée Dillamore et Katoh, 1974 [9] et la deuxième repose sur un mécanisme de croissance orientée. Les éléments en solution solide et les précipités jouent un rôle important sur les cinétiques de recristallisation, les tailles de grains et les textures finales Jakani. 2004 [2]. Notre travail est consacré pour étudier et comprendre le phénomène de l'évolution des textures de déformation et de recristallisation et d'interpréter l'effet combiné de la déformation par tréfilage et la température de recuit sur la microstructure et les propriétés mécaniques de fil électrique de cuivre dans un objectif d'élargir l'état de connaissance acquises dans L'entreprise EN.I.CA.Biskra utilise le procédé de tréfilage sur plusieurs types des fils machines de différents matériaux et nuances. Dans notre étude, on a utilisé pour le fil machine de cuivre DUCAB fournit par cette dernière. Les fils produits par cette entreprise sont destinés pour répondre les besoins du marché Algérien en câbles électriques.

2. 2. MATÉRIAU ÉTUDIÉ ET MÉTHODES DE CARACTÉRISATION

Dans notre étude, on a opté le fil machine de cuivre «DUCAB» 98.33 % de diamètre initial 8,08 mm et trois fils de divers diamètres qui représentent trois différentes déformations ($\epsilon_1 = 29\%$, $\epsilon_2 = 68\%$ et $\epsilon_3 = 89\%$) à partir d'une gamme de tréfilage de onze filière, Tous ces fils ont été fournis par l'entreprise ENICAB à Biskra (Algérie). Les méthodes de caractérisation utilisées dans le cadre de cette étude afin d'identifier l'évolution de la microstructure et de la texture et ce pour les deux cas (écroui/recuit) sont : la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD), diffraction de neutrons RX, la microscopie optique et électronique, la microdureté, l'essai de traction et de la résistivité électrique.

TABLEAU I. RÉSULTATS DE LA COMPOSITION CHIMIQUE DE CUIVRE

| Eléments "DUCAB" 98,33% | | | | |
|-------------------------|-------|-------|-------|-------|
| Résultats % Max | Fe | Zn | Ni | Pb |
| | 0,021 | 0,003 | <0,08 | <0,04 |

3. 3. ETUDE DE L'ÉTAT TRÉFILÉ

La microstructure (fig.2a) du fil machine montre une forme equiaxe des grains. Par contre avec une texture isotropique, La microstructure de fil machine tréfilé à $\epsilon_2 = 68\%$, on observe une microstructure de grains allongés suivant l'axe du tréfilage (fig.2b). D'après Zidani et al [10-11] lorsque le taux de déformation augmente, le fil tréfilé acquies une microstructure texturée (texture fibreuse). Cette texture est fréquemment observée dans les fils tréfilés est connue sous le nom de texture de fibre ou de texture fibreuse. A l'échelle structurale, elle consiste simplement à une orientation selon une direction cristallographique parallèle à l'axe du fil. Cette texture est symétrique autour de l'axe du fil, connu sous le nom de (axe de fibre). Des mesures de la microdureté montrent une augmentation de la dureté des fils tréfilés avec l'accroissement de taux de déformation. Cette augmentation est très forte au premier stade de la déformation puis tend à se stabiliser. Ce résultat a déjà été rencontré sur des fils d'acier tréfilés M. Zidani et al [12-13]. Et ce durcissement de matériau est interprété par le mécanisme d'écrouissage, provoque une très forte densité de la dislocation dans le matériau déformé (énergie stockée à l'intérieure de matériau tréfilé



Fig. 2. Microstructures optique de fil machine et fils tréfilés,

Fil machine; C) Fil tréfilé à 88%.

Après laminage à chaud, les fils de cuivre ont été tréfilés à froid jusqu'à une réduction d'aire de 90.58 % en plusieurs passes. Cette déformation entraîne d'importantes modifications de la microstructure et de la texture. Après tréfilage, il apparaît un renforcement notable de la texture, et ce en fonction de l'accroissement de la déformation par tréfilage (fig. 4). Les composantes de la texture s'accroissent quand le taux d'impuretés augmente. La (fig. 3) présente la figure de pôles directe $\{111\}$ (FDP) issue de mesure de texture par diffraction de neutrons après tréfilage à froid et une coupe à $\phi_2 = 45^\circ$ de la fonction de distribution des orientations cristallines

(FDOC), et ce pour l'étape de tréfilage fortement déformée $\epsilon_3 = 90,58\%$. La texture est composée principalement de la fibre $\langle 111 \rangle // DN$ (DN//axe de tréfilage) (majoritaire) et de la fibre $\langle 001 \rangle // DN$ (minoritaire) (fig.5a). La fibre $\langle 001 \rangle // DN$ est constituée d'un renforcement $\{001\} \langle 110 \rangle$ qui est convoluté avec la composante $\{001\} \langle 120 \rangle$. Par ailleurs, on observe que la fibre $\langle 111 \rangle // DN$ est constituée d'un renforcement principal $\{111\} \langle 112 \rangle$ correspondant au maximum de la FDOC Jakani. 2004 [1].

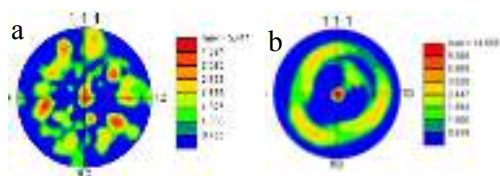


Fig. 3. Figures de pôles [111] mesurés sur le matériau : Cu 98.33 (DUCAB), a) Fil machine et b) fil tréfilé à $\epsilon_3 = 89\%$.



Fig. 4. Figures Changement de texture au cours du tréfilage du fil d'aluminium de diamètre 9,5 mm.15% de réduction à chaque passe à une vitesse de 20 m/min.

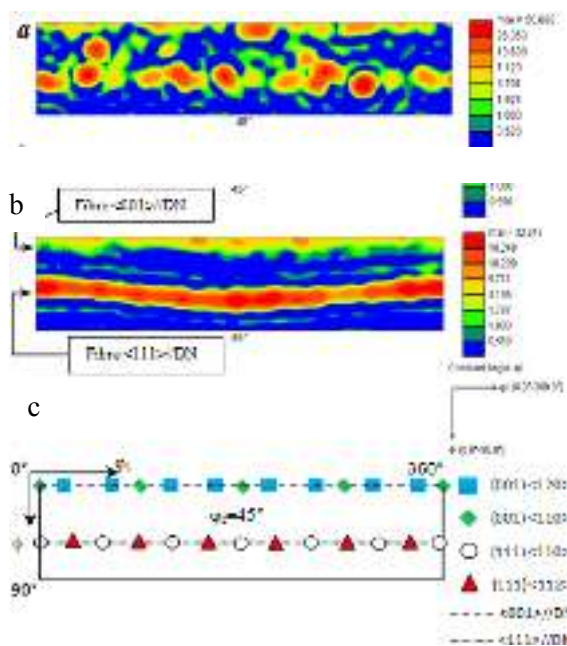


Fig. 5. La FDOC [111] obtenu par RX mesurés sur le matériau : Cu 98.33 (DUCAB), a) Fil machine b) fil tréfilé à $\epsilon_3 = 89\%$. c) position des orientations idéales.

4. ETUDE DE L'ÉTAT RECUIT

Le mécanisme de recristallisation se déclenche juste après les premières minutes de maintien 10 min à 260°C notamment pour le fil le plus déformé (fig.6) et (fig.7). La structure de fil tréfilé se développe avec le prolongement du temps de maintien. Ce résultat est en accord avec les différents travaux et théories sur la recristallisation, car une forte déformation plastique conduite une grande énergie stockée dans les fils tréfilés et un accroissement de la densité dislocations, ce qui cause le déclenchement du mécanisme de recristallisation Jakani. 2004 [1]. Les courbes de la microdureté montrent une diminution de la dureté pour l'ensemble des fils recuit à 260°C, cette diminution est plus importante pour le fil le moins déformé (fig8).

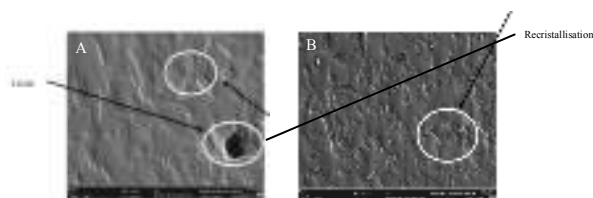


Fig. 6. Microstructures en MEB du fil machine et du fil fortement tréfilé fil fortement tréfilé recuit à 260°C pendant 30 minutes. A) fil machine; B) fil tréfilé à 89%

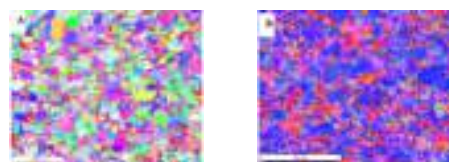


Fig. 7. Cartographie reconstruite par EBSD des fils de cuivre tréfilés et recuits à 260C° pendant 10 min : A) fil tréfilé à 29%. B) fil tréfilé 60%.

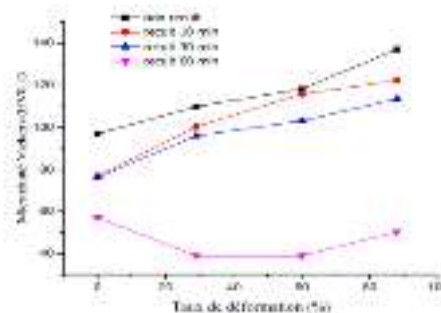


Fig. 8. Evolution de la microdureté Vickers des fils Tréfilés et recuits en fonction de taux de déformation.

5. 5. CARTOGRAPHIE EBSD (FDOC/ FDP)

L'étude de l'évolution des composantes de la texture au cours des recuits interrompus a montré que : la texture de recristallisation est constituée des mêmes composantes que la texture de tréfilage,

des fibres $\langle 111 \rangle // DN$ et $\langle 001 \rangle // DN$ (fig9). L'acuité de la fibre $\langle 001 \rangle // DN$ semble se maintenir, l'acuité de la fibre $\langle 111 \rangle // DN$ s'atténue fortement au profit des orientations aléatoires, sans qu'il y ait apparition de nouveaux renforcements, la cinétique de recristallisation est d'autant plus lente que la teneur en impuretés augmente Jakani. 2004 [2].

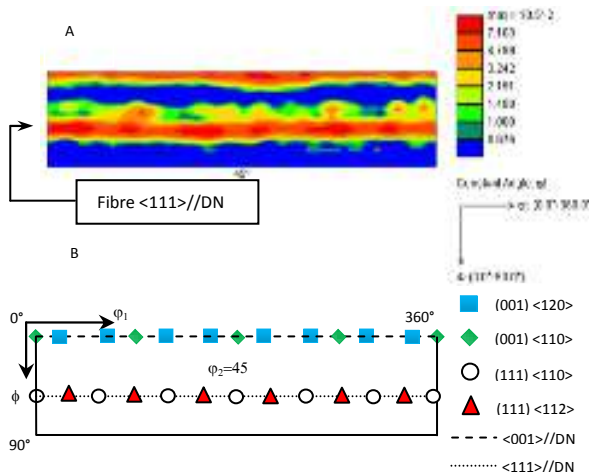


Fig. 9. La FDOC [111] obtenu par RX mesurés sur le matériau : Cu 98.33 (DUCAB), A) fil tréfilé à $\epsilon_3= 89\%$, B) position des orientations idéales.

La figure (9) montre que le maximum de l'intensité sur la figure de pole directe $\{111\}$ du fil machine recuit à 260°C après 10 minutes de maintien et de l'ordre Maxi=6,175 ce qui correspond à un état isotopique relativement similaire à celui de fil machine non recuit (état initial). Par contre on observe qu'il y'a renforcement de l'intensité de la texture avec le taux de déformation par tréfilage.

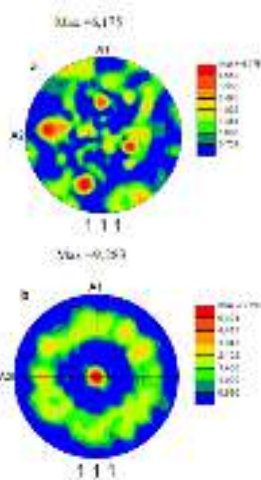


Fig. 10. Figures de pôle obtenu par RX correspondante au fils tréfilés et recuits à 260°C pendant 10 min : a) fil machine b) fil tréfilée à 29%

6. EVOLUTION DES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES ET ÉLECTRIQUES POUR LES DEUX CAS (TRÉFILÉ/RECUIT)

La problématique de notre étude consiste à comprendre et expliquer l'anisotropie du comportement mécanique et électrique lors du tréfilage des fils électrique de cuivre. C'est pourquoi des essais mécaniques (essai de traction) et électriques (essai de résistivité électrique) (Fig.10) ont été menés pour mettre en évidence le lien entre la déformation et les propriétés mécanique et électrique. Les résultats de l'essai de traction de (fil machine / fil tréfilés) avant et après recuit présentés dans les figures (Fig.10 -a) montre que la résistance à la rupture augmente quand le taux déformation par tréfilage augmente par contre l'allongement chute. Et dévoilent clairement le retour de l'ensemble des propriétés mécaniques vers un état proche de l'état du fil machine après recuit. Des travaux ont montré que les propriétés mécaniques des fils tréfilés sont influencés par la les impuretés emprisonnés dans la matière première ou ajoutés Jakani, 2004 [2]. Les résultats de la résistivité électrique avant et après recuit à 260°C sont illustrés dans la figure (Fig.10-b). D'une part on remarque clairement une augmentation de la résistivité électrique avec l'accroissement de taux de réduction par tréfilage. Et d'autre part le recuit à 260°C pendant 30 minutes de maintien provoque une légère diminution de la résistivité électrique par rapport de l'état tréfilé Zidani et al et Takata et al [14-15-16]. Des travaux ont montré que la résistivité électrique augmente avec la teneur en impuretés, et ce linéairement pour les très faibles teneurs jusqu'à 0,2% Pops, 1997 [17]. Selon les travaux de Pops, la conductivité électrique augmente avec l'ajout d'oxygène jusqu'à une teneur de 200 ppm en poids (pour Cu-ETP), puis décroît pour des teneurs supérieures Pops, 1997 [17]. La teneur optimale en oxygène est choisie pour avoir un bon compromis entre les comportements au recuit (durée de recuit plus courte) et à la déformation, et ce, afin d'éviter des problèmes possibles de fragilisation du matériau au cours de la mise en forme par tréfilage Jakani et al. 2004 [2].

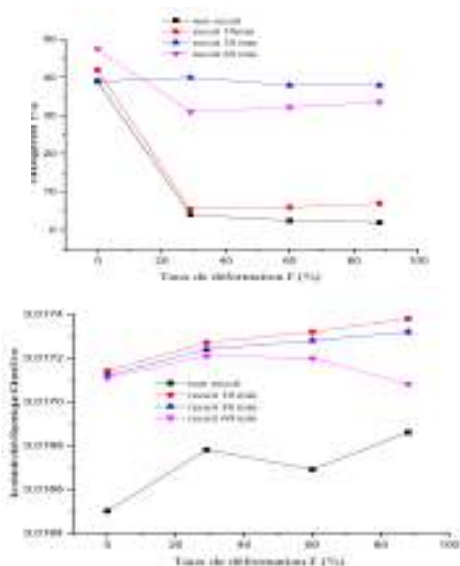


Fig. 11. Evolution de a) l'allongement des fils tréfilés et recuits en fonction du taux de déformation, et b) Evolution de la résistivité électrique des fils tréfilés et recuits en fonction du taux de déformation.

7. EVOLUTION DE LA TAILLES DES GRAINS AVEC ET SANS MACLES

Le tableau (2) présente les analyses de la taille moyenne des grains recristallisés à 260°C pendant 10 min de fil machine et fils tréfilé respectivement à (29 et 88 %) sans et avec macle. L'analyse de la taille moyenne de grains pour le fil machine montre une différence remarquable (la taille moyenne de grains du fil machine avec macle et sans macle sont respectivement de l'ordre de 12,8 µm et 23,7µm). Cette taille moyenne des grains maclés et non maclés diminuée avec l'augmentation du taux de déformation jusqu'elle atteindre une valeur pratiquement quasiment identique de 3 µm après 88% de déformation.

TABLEAU2. REPRÉSENTATION DES TAILLES DES GRAINS AVEC ET SANS MACLES

| Taille moyen des grains | | |
|--|------------------------|------------------------|
| | Avec macle | Sans macle |
| Fil machine | | |
| | diamètre moyen 12,8 µm | diamètre moyen 23,7 µm |
| Fil tréfilé à 29% recuit à 260°C 10min | | |
| | Diamètre moyen 12,9 µm | diamètre moyen 15,1 µm |
| Fil tréfilé à 88% recuit à 260°C 10min | | |
| | diamètre moyen 3,0 µm | diamètre moyen 3,1 µm |

7. 7. CONCLUSION

Le tréfilage des fils de cuivre provoque un développement d'une texture fibreuse accompagné d'une augmentation de la dureté avec l'accroissement de taux de déformation par tréfilage, ainsi la texture de déformation est constituée essentiellement de la fibre <111>//DN (majoritaire) et de la fibre <001>//DN (minoritaire). La fibre <001>//DN est constituée d'un renforcement {001}<110> qui est convolué avec la composante {001}<120>. Une augmentation de la résistivité électrique avec le taux de réduction par tréfilage. Les mesures de la microdureté après recuit montrent une diminution de la microdureté avec le prolongement temps de recuit. Le recuit conduit à une recristallisation notamment pour les fortes déformations avec un retour de l'ensemble des propriétés mécaniques vers un état proche de l'état du fil machine. La texture de recristallisation est composée des mêmes composantes que la texture de tréfilage, fibres <111>//DN et <001>//DN. Nous observons après le traitement de recristallisation une forte diminution de l'intensité de la fibre <111>//DN majoritaire à l'état tréfilé. En revanche, la fibre <001>//DN reste stable. Le recuit à 260°C pendant un maintien de 30 minutes provoque une légère diminution de la résistivité électrique par rapport de l'état tréfilé.

1. Références

- [1] F. Baira, Thèse de doctorat, université de Biskra (2017)
- [2] S. Jakani, Thèse de doctorat, Université Paris XI (2004).
- [3] H. Hu, Proceedings of The Seventh Risø International Symposium, Edited by N. Hansen, D. Juul Jensen, T. Leffers, B. Ralph, Roskilde, Denmark, p. 75 (1986).
- [4] K.H. Virnich, K. Lücke, Proceedings of the fifth International Conference on Textures of Materials, p. 397 (1978).
- [5] J.Hirsch, K. Lücke, Acta Metallurgica, Vol. 36, N°11, p. 2863 (1988).
- [6] I.L. Dillamore and W.T. Roberts, Metallurgical Reviews Vol. 10, p.22 (1965).
- [7] H.J. Shin, H.T. Joeng and D.N. Lee, Mater Sci. Eng., Vol. A279 p. 244 (2000).
- [8] J. Grewen, Zeitschrift für Metallkunde, Vol. 57, p. 581 (1966).
- [9] I.L. Dillamore, H. Katoh, Metal Science, Vol. 8, p. 73 (1974).
- [10] M. Zidani, Z.Boumerzoug, T. Baudin. Sci. Forum, Vol. 514-516 (2006), p. 554-558.
- [11] M. Zidani, Z.Boumerzoug, T. Baudin and D. Sci. Forum, Vol. 550 (2007), p. 447-452.
- [12] M. Zidani, S.Messaoudi, T.Baudin, D.Solas and M. H. Mathon, Deformation textures in wire drawn perlitic steel Int. J. Mater. Form, Vol. 3 (2010) , 7-11.
- [13] M.Zidani, S.Messaoudi, C.Derfouf, T.Baudin and M.H.Mathon, Textures evolution in annealed wire drawn perlitic steel, 15th International Conference on the Strength of Materials, , Dresden – Allemagne, 16-21 Août (2009).
- [14] M. Zidani, S. Messaoudi, C. Derfouf, A. Boulagroun, M.H. Mathon and T. Baudin, AIP Conf. Proc. 1400, 579-584; doi:10.1063/1.3663185 (2011).
- [15] N.Takata, S.H. Lee and N. Tsuji, Materials Letters, Vol. 63 (2009), p. 1757–1760.
- [16] F. Baira, M. Zidani, H. Farh and T. Baudin, S. Messaoudi, T. Ziar, A.L. Helbert, International Journal of Engineering Research in Africa, Vol. 31, pp 20-28 (2017)
- [17] H. Pops, J. Holloman, Wire Journal International, Vol. 5, p. 70 (1994).