



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

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

Thèse présentée en vue de l'obtention
du diplôme de
Doctorat en sciences en : Mécanique

Option : Construction Mécanique

**Etude du comportement des fils de cuivre lors des
essais de fluage**

Présenté par :
Mr. Salim GAREH

Soutenue publiquement le 04/06/2015
Devant le jury composé de :

Mohamed Nadir AMRANE	Professeur	Président	U. Mohamed Khider - Biskra
Zakaria BOUMERZOUG	Professeur	Rapporteur	U. Mohamed Khider - Biskra
Nourredine BOUAOUADJA	Professeur	Examineur	U. Sétif
Djamel BRADAI	Professeur	Examineur	USTHB - Alger
Mabrouk HECINI	Professeur	Examineur	U. Mohamed Khider - Biskra
Kamel LOUCIF	Professeur	Examineur	U. Sétif

Dédicaces

A mes parents,

A mes grands pères et mères

« Prions dieu, le tout puissant, de les accueillir dans son vaste

paradis »

A mes frères Hamza et Lotfi et toutes mes sœurs

Enfin, je n'oublie pas ma famille et tous mes amis et particulier

A. Diha, A. Berribeche, H. Bentrach, S. Benramach, A. Hecini,

O. Belahsen, A. Arif, A. Gattaf, M. Elbar, Y. Zamouri, H. Saïdan,

C. Mahboub, Yacine et Baker.

Remerciements

Je remercie en premier lieu dieu le tout puissant pour m'avoir donné la force, le courage et la volonté d'accomplir ce travail.

Au professeur **Zakaria BOUMERZOUG**, mon directeur de thèse, les mots me manquent pour vous exprimer ma gratitude. Toutes ces années que j'ai passées à votre côté m'ont permis d'acquérir un esprit critique mieux orienté, une analyse plus claire, une vision de la vie différente de celle que j'avais il y a quelques années. Du fond du cœur, je vous dis : Merci.

Je tiens à témoigner ma gratitude au professeur **Mohamed Nadir AMRANE** d'avoir accepté la présidence du jury de ma soutenance de thèse.

Je tiens à remercier les membres du jury qui ont pris de leur temps précieux pour porter un regard critique sur mon travail et suggérer de nouvelles pistes de réflexion :

Monsieur **Mabrouk HECINI**, professeur du Département de Mécanique de l'université de Biskra, Monsieur **Djamel BRADAI**, professeur du département de Physique de l'université de Science et Technologie de Houari Boumediene Alger, Monsieur **Nouredine BOUAOUADJA**, professeur du Département de Mécanique de l'université de Sétif, Monsieur **Kamel LOUCIF**, professeur du Département de Mécanique de l'université de Sétif, merci pour avoir accepté de faire parti de ce jury de thèse.

Un merci particulier pour mon collègue Abdelatif BERIBECHE de sa disponibilité et son aide à la réalisation des essais expérimentaux pour l'accomplissement de ce travail.

Je remercie tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Pour finir, je tiens à remercier profondément ma famille pour son soutien sans faille au cours de ces années. Sans vous, je n'aurai peut-être pas réussi à mener à bien ce projet. Je vous aime de tout mon cœur.

Liste des symboles

- ε : Déformation (%)
- τ_{cr} : Contrainte critique (MPa)
- \mathbf{b} : Vecteur de Burgers.
- T_f : Température de fusion (°C).
- ε^* : Vitesse de Déformation (s^{-1}). _
- m : Coefficient de sensibilité à la contrainte.
- n : Exposant de contrainte.
- ε_R : Déformation à rupture (%).
- $\dot{\varepsilon}_s$: Vitesse de fluage stationnaire (s^{-1}).
- μ : Module de cisaillement (N/mm^2).
- \tilde{n} : Densité de dislocations
- V : Vitesse de dislocations
- K : Constante de Boltzman (J/mole).
- ΔG : L'énergie d'activation (KJ/mole).
- ΔG_0 : L'énergie d'activation intrinsèque.
- W : L'énergie fourni par la contrainte.
- τ^* : Contrainte effective (MPa).
- V^* : Volume d'activation.
- D_c : Coefficient de diffusion au cœur de dislocation.
- J : Flux de diffusion.
- Ω : Volume atomique.
- d : Taille de grain (μm).
- Q_c : Coefficient de diffusion d'une dislocation coin (KJ/mole).
- Q_{app} : L'énergie d'activation apparente (KJ/mole).
- $w(t)$: Paramètre d'endommagement.
- ε_0 : la déformation élastique et plastique instantanée (%).
- B : contant de matériel.
- t^m : le modèl de fluage primaire.
- A : contant de matériel.
- Q_{tr} : l'énergie d'activation de fluage transitoire.

ε_{tr} : la déformation transitoire du fluage.

m : l'exposant du temps transitoire.

Error (%) : l'erreur relative.

Error_M : l'erreur relative moyenne.

Liste des figures

Figure I.1. Schéma de principe d'essai de fluage.....	3
Figure.I.2. Machine de fluage.....	4
Figure I.3. Schéma des éprouvettes cylindriques et plates.....	5
Figure I.4. Différentes éprouvettes de traction proposée par (a) Morell 1972, (b) Kawai et al.1984, (c) Langer et al.1979, (d) Grathwohl 1988, (e) Mah et al. 1985, (f) Govila 1982, (g) Boussuge et al	6
Figure I. 5. Courbe classique de fluage.....	7
Figure I.6. Représentation schématique des modes de déformation en fonction de la température	8
Figure I.7. Fluage–diffusion a) Transgranulaire, b) Intergranulaire.....	14
Figure I.8. Carte des mécanismes de déformation dans le cas du cuivre pur de 100 μm de taille de grain Frost 1982	15
Figure I.9. Courbes de fluage, pour des températures ou des contraintes croissantes	17
Figure I.10. Influence de la température sur la vitesse de fluage.....	18
Figure I.11. Méthode de détermination de l'énergie d'activation de fluage de l'aluminium par saut de température	19
Figure I.12. Influence de la contrainte sur la vitesse de fluage	20
Figure.I.13. Vitesse de déformation stationnaire de l'aluminium sur une large gamme de contrainte, d'après Wu et Sherby, Nabarro 1995	21
Figure.I.14. Effet de la taille de grain sur la vitesse de fluage (d'après Sherby et Burke,1967.....	24
Figure .I.15. Monocristal de NaCl flué en compression ($\sigma = 35 \text{ g/mm}^2, T=680^\circ\text{C}, \varepsilon = 12 \%$, Figure d'attaque x 85 (Photo de J.P.Poirier)	25
Figure.I.16. Recristallisation dynamique (Accélération du fluage de Nickel pur à 965°C	27
Figure. I.17. Schéma de création d'une cavité par diffusion de lacunes.....	29
Figure. I.18. Joints de grains endommagés par fluage. Schéma et micrographie d'un acier inoxydable austénitique ayant subi un essai de fluage à 600°C (avec l'autorisation d'Hermès Science).....	30

Figure.I.19. <i>Fractographie d'un acier au carbone rompu par clivage. On observe des surfaces de rupture très planes, correspondant à divers grains et des réseaux de rivières qui se développent pour rattraper les désorientations entre grains voisins (cliché Djafari ECP).....</i>	<i>31</i>
Figure. I.20. <i>Schéma de la fissuration dans un essai de compression sur un matériau cimentaire.....</i>	<i>31</i>
Figure. I.21. <i>Striction d'une éprouvette de traction de 8mm de diamètre.....</i>	<i>32</i>
Figure. I.22. <i>Coupe de la partie strictionnée d'une éprouvette en acier faiblement allié. On observe des cavités au sein de la partie strictionnée. Au centre elles se sont rejointes pour former une fissure (avec l'autorisation d'Hermès Science).....</i>	<i>32</i>
Figure. I.23. <i>Fractographie montrant des cupules et les inclusions qui ont donné naissance aux cavités de rupture ductile (acier faiblement allié).....</i>	<i>33</i>
Figure. I.24. <i>Schéma des trois stades de rupture ductile. (a) Naissance des cavités sur des inclusions. En haut, l'inclusion a été clivée ; en bas, l'inclusion a été décollée. (b) Croissance des cavités par déformation plastique de la matrice. (c) Coalescence des cavités. En haut striction des ligaments internes ; en bas coalescence par cisaillement.....</i>	<i>34</i>
Figure. I.25. <i>Demi-coupe polie proche du faciès de rupture après le fluage de l'Udimet 720 CR, 650°C sous 800 MPa, tr=90 h - MEB : cliché de gauche pris en électrons secondaires (SE) et cliché de droite pris en électrons rétrodiffusés (BSE)</i>	<i>34</i>
Figure. I.26. <i>Détail d'une demi-coupe polie proche du faciès de rupture au fluage de l'Udimet 720 CR, 750°C sous 140 MPa, tr = 5915 h – MEB.....</i>	<i>35</i>
Figure .I.27. <i>Faciès de rupture en fluage de l'Udimet 720 HS à 750°C sous 280 MPa, tr=333 h - MEB à faible grossissement</i>	<i>35</i>
Figure.I.28. <i>Microstructures typiques observées au centre des pastilles déformées. a) Après fluage sous 25 MPa à 1 465°C, $\epsilon=2,1\%$, b) Combustible après fluage sous 50 MPa à 1 465°C, $\epsilon=8\%$ et c) Combustible après fluage sous 60 MPa à 1 465°C, $\epsilon=16,4\%$</i>	<i>36</i>
Figure I.29. <i>Evolution de la microstructure du fil machine en aluminium au cours du 3^{eme} stade du fluage à 250°C sous 47,78 MPa .a),b) coupe longitudinal; c),d) coupe transverse.....</i>	<i>36</i>
Figure I.30. <i>Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction 96.41 % et flué sous 144 MPa à 160 °C (a) : fort agrandissement (x600) ; (b) : faible agrandissement (x120)</i>	<i>37</i>
Figure.I.31. <i>Observations au MEB de la section de rupture après fluage des différents fils (vue de profil 50X)</i>	<i>38</i>

Figure.I.32. Observations au MEB de la section de rupture après fluage des différents fils (cœur du faciès 300X)	39
Figure II.1. Carte des mécanismes de déformation dans le cas du cuivre pur de 100 μm de taille de grain Frost et Ashby	40
Figure. II.2. Courbe logarithmique de la vitesse de fluage fonction de la contrainte pour températures 300, 400 et 500 ° C.....	41
Figure. II.3. Vitesse de déformation en fonction de l'inverse de température pour températures 300 ,400 et 500 ° C.....	42
Figure II.4. La sensibilité de la vitesse à la contrainte (n) en fonction de température (k).....	42
Figure II.5. Courbe d'énergie d'activation en fonction de contrainte.....	43
Figure II.6. vitesse de déformation en fonction du temps a) pour le cuivre pur b) alliage de cuivre Cu -28% Zn.....	45
Figure II. 7. Relations entre la vitesse de fluage en régime permanent et la contrainte appliquée: a) pour le cuivre pur, b) pour solution solide Cu -28% Zn.....	45
Figure II.8. Dépendance de la sensibilité de la vitesse à la contrainte (m') de la contrainte appliquée: a) pour le cuivre pur; b) pour solution solide Cu -28% Zn.....	46
Figure. II .9. Les courbes de fluage à la température constante $T=170^{\circ}\text{C}$ du fils tréfilés de cuivre ($\epsilon=85.94\%$) sous les contraintes $\sigma_1=185\text{Mpa}$, $\sigma_2=210\text{Mpa}$, et $\sigma_3=236\text{Mpa}$	47
Figure .II.10. Les courbes de fluage du fil de cuivre tréfilé au taux de tréfilage $\epsilon = 85.94\%$ à la température ($T_1=93^{\circ}\text{C}$, $T_2= 170^{\circ}\text{C}$, $T_3=230^{\circ}\text{C}$ et $T_4=275^{\circ}\text{C}$) sous contrainte constante $\sigma=210\text{Mpa}$	48
Figure II.11. Les courbes de fluage à la température $T=170^{\circ}\text{C}$ et sous la contrainte $\sigma = 210\text{Mpa}$ du fil de cuivre tréfilé au taux de tréfilage $\epsilon= 85.94\%$, et traité thermiquement à 500°C pendant 1min et 10min et sans traitement thermique.....	48
Figure II.12. L'observation par le MEB pour du fil tréfilé de cuivre après l'essai de fluage ($\sigma=210\text{MPa}$ à $T=170^{\circ}\text{C}$) qui a été recuit à 500°C pendant la minute 10 (échantillon après la rupture).....	49
Figure II.13. Microstructure de fil de cuivre tréfilé à froid après l'essai de fluage ($\sigma=210\text{MPa}$ à $T=170^{\circ}\text{C}$). (a) coupe longitudinale et (b) coupe transversale.....	49
Figure. II. 14. Échantillons après fracturation à différentes températures taux final.....	50
Figure. II.15. la taille des grains de cuivre recuit et structures à la rupture des échantillons testés à différentes températures.....	51

Figure II.16. Courbe de fluage de cuivre pur à : a) 70 et $T = 523 K$: b) 45 et $T = 523 K$ (1-matériau reçue à l'état ; 2, 3, 4,5- matériau pré-déformé jusqu'à 2.5, 5.0, 7.5, 0.0%, respectivement	52
Figure.II.17. La dépendance de contrainte du vitesse minimum de fluage ($\dot{\epsilon}_m$) à 686-823K pour le cuivre polycristallin, montrant également les vitesse enregistrés pour les monocristaux de cuivre à 728 k	54
Figure II.18. Dépendance de contrainte au le temps de rupture de cuivre polycristallin. à 686-823 k	54
Figure. II.19. les cavités de joint de grain actuelles en cuivre polycristallin après exposition de fluage en air pour des essais discontinués tard pendant les étapes primaires : (a) à 2 MPa et à 723 k quand $n=1$ et (b) à 25 MPa et à 823 k quand $n=4.5$, alors que (c) montre le développement de cavité et de fente dans un échantillon examiné à la défaillance à 50 MPa à 686 k dans le régime $n=4.5$	55
Figure.II.20. Courbes de fluage représentatifs pour le fil de Cu-2% : (a) avec diamètre de grain 79 μm à 723K sous différentes appliquée contraintes. (b) Au 723K sous une contrainte appliquée de 111 MPa pour différents diamètres de grain. (c) avec un diamètre de grain 118 μm sous une contrainte appliquée de 64 MPa à des températures de déformation différents.....	56
Figure.II.21. Les exemples représentatifs de la relation entre $\ln \epsilon_{tr}$ et $\ln t_r$ à $T = 573 K$ sous des contraintes différentes.....	58
Figure.II.22. (a) Les lignes droites obtenues à partir de la corrélation de la relation entre $\ln \beta$ et $(10^3 / T)$, (b) La dépendance de l'énergie d'activation de fluage transitoire Q_{tr} sur la contrainte appliquée σ	58
Figure.II. 23. Exemple représentatif pour la dépendance des taux de fluage stationnaire et les diamètre des grains à 623 K sous différents stress.....	59
Figure.II. 24. (a) un exemple représentatif de la relation entre $\ln \epsilon^*$ et $\ln \sigma$ pour différents diamètres de grains à 573 K. (b) la variation exposant de la contrainte m avec la la température T	59
Figure.II. 25. (a) La dépendance linéaire entre $\ln \epsilon^*$ et $(10^3 / T)$ pour les fils de diamètre de grains 42 μm (un exemple représentatif). (b) La dépendance de vitesse de déformation stationnaire et de l'énergie d'activation Q sur le diamètre des grains d . (c) la corrélation linéaire obtenue entre l'énergie d'activation Q et la taille de grain d	60

Figure III.1. Schéma de principe de tréfilage	61
Figure III.2. Eprouvettes des fils de cuivre tréfilé.....	64
Figure III.3. Courbe de traction conventionnelle de matériau ductile.....	66
Figure III.4. Faciès de rupture typique pour un matériau ductile (alliage d'aluminium) ...	66
Figure III.5. Éprouvette rompue d'un matériau fragile (fonte). Éprouvette rompue d'un matériau fragile (fonte).....	67
Figure III.6. Machine d'essai de traction ZWICK 100 kN avec extensomètre et rétractomètre mécaniques.....	67
Figure III.7. Schéma d'une machine de fluage.....	68
Figure III.8. Four programmable pour traitements thermiques.....	69
Figure III.9. Microscope optique HUND T100-WETZLAR.....	70
Figure III.10. Diffractomètre Panalytical X'Pert (D8 ADVENCE) BRUKER.....	71
Figure III.11. Microscopie électronique à balayage (MEB).....	72
Figure IV.1 : Courbe de traction de fil de cuivre tréfilé de diamètre $d=1,8$ mm à l'ambiante.....	73
Figure IV.2: Courbes de déformation de fluage en fonction du temps du fil de cuivre tréfilé $d=1.8$ mm, ($\sigma_1=98$ MPa, $\sigma_2=108$ MPa, $\sigma_3=118$ MPa) et $T=290^\circ\text{C}$	75
Figure IV.3. Courbes de déformation de fluage en fonction du temps du fil de cuivre tréfilé $d=1.8$ mm, ($\sigma_1=98$ MPa, $\sigma_2=108$ MPa, $\sigma_3=118$ MPa) et $T=340^\circ\text{C}$	76
Figure IV.4. Courbes de déformation de fluage en fonction du temps du fil de cuivre tréfilé $d=1.8$ mm, ($T_1=290^\circ\text{C}$, $T_2=340^\circ\text{C}$) et $\sigma=98$ MPa.....	76
Figure IV.5 : Courbes de déformation de fluage en fonction du temps du fil de cuivre tréfilé $d=1.8$ mm, ($T_1=340^\circ\text{C}$, $T_2=290^\circ\text{C}$) et $\sigma=108$ MPa.....	77
Figure IV.6. Courbes de déformation de fluage en fonction du temps du fil de cuivre tréfilé $d=1.8$ mm, ($T_1=340^\circ\text{C}$, $T_2=290^\circ\text{C}$) et $\sigma=118$ MPa.....	77
Figure IV.7. Courbes de déformation de fluage de fil de cuivre tréfilé sans recuit et du fil à recuit à 500°C pendant 10 min.....	78
Figure IV.8. Courbes de déformation de fluage à $T=290^\circ\text{C}$ et $\sigma=108$ MPa de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil à recuit à 500°C pendant 10 min.....	79
Figure IV.9. Courbes de déformation de fluage à $T=290^\circ\text{C}$ et $\sigma=118$ MPa de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit à 500°C pendant 10 min.....	79
Figure IV.10. Courbes de déformation de fluage de fil de cuivre tréfilé à $T=340^\circ\text{C}$ et $\sigma=98$ MPa non recuit et du fil recuit à 500°C pendant 10 min.....	80

Figure IV.11. Courbes de déformation de fluage à $T=340^{\circ}$ et $\sigma =108$ MPa de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit à 500°C pendant 10 min.....	80
Figure IV.12. Courbes de déformation de fluage à $T=340^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =118$ MPa de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit à 500°C pendant 10 min.....	81
Figure IV.13. Courbes de déformation de fluage à $T=290^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =98$ MPa de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit à 600°C pendant 10 min.....	81
Figure IV.14. Courbes de déformation de fluage à $T=290^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =108$ MPa de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit à 600°C pendant 10 min.....	82
Figure IV.15. Courbes de déformation de fluage à $T=290^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =118$ MPa de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit à 600°C pendant 10 min.....	82
Figure IV.16. Courbes de déformation de fluage à $T=340^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =98$ MPa de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit à 600°C pendant 10 min.....	83
Figure IV.17. Courbes de déformation de fluage à $T=340^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =108$ MPa de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit à 600°C pendant 10 min.....	83
Figure IV.18. Courbes de déformation de fluage à $T=290^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =98$ MPa de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit à 700°C pendant 10 min.....	84
Figure IV.19. Courbes de déformation de fluage à $T=290^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =118$ MPa de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit à 700°C pendant 10 min.....	84
Figure IV.20. Courbes de déformation de fluage à $T=340^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =98$ MPa de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit à 700°C pendant 10 min.....	85
Figure IV.21. Courbes de déformation de fluage à $T=340^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =118$ MPa de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit à 700°C pendant 10 min.....	85
Figure IV.22. Courbes de déformation de fluage à $T=290^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =98$ MPa de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit 10 min à $500,600$ et 700°C	86
Figure IV.23. Courbes de déformation de fluage à $T=290^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =108$ MPa de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit 10 min à $500,600$ et 700°C	86
Figure IV.24. Courbes de déformation de fluage à $T=290^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =118$ MPa de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit 10 min à $500,600$ et 700°C	87
Figure IV.25. Courbes de déformation de fluage à $T=340^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =98$ MPa de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit 10 min à $500,600$ et 700°C	87
Figure IV.26. Courbes de déformation de fluage à $T=340^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =108$ MPa de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit 10 min à $500,600$ et 700°C	88
Figure IV.27. Courbes de déformation de fluage à $T=340^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =118$ MPa de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit 10 min à $500,600$ et 700°C	88

Figure IV.28. Courbes de déformation de fluage à $T=250\text{ }^{\circ}\text{C}$ et sous différentes contraintes $\sigma = 98, 108$ et 118 MPa de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit 120 min à $500\text{ }^{\circ}\text{C}$	89
Figure IV.29. Courbes de déformation de fluage à $T=290\text{ }^{\circ}\text{C}$ et sous différentes contraintes $\sigma = 98, 108$ et 118 MPa de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit 120 min à $500\text{ }^{\circ}\text{C}$	89
Figure IV.30. Courbes de déformation de fluage à $T=340\text{ }^{\circ}\text{C}$ et sous différentes contraintes $\sigma = 98, 108$ et 118 MPa de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit 120 min à $500\text{ }^{\circ}\text{C}$	90
Figure IV.31. Courbes de fluage des fils de cuivre tréfilés à diamètre $d= 1,8\text{ mm}$ et recuit à $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ de 10 min et 120 min (2 h), sous ($T = 290\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $\sigma = 98\text{ MPa}$).....	91
Figure IV.32. Courbes de fluage des fils de cuivre tréfilés à diamètre $d= 1,8\text{ mm}$ et recuit à $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ de 10 min et 120 min (2 h), sous ($T = 290\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $\sigma = 108\text{ MPa}$).....	91
Figure IV.33. Courbes de fluage des fils de cuivre tréfilés à diamètre $d= 1,8\text{ mm}$ et recuit à $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ de 10 min et 120 min (2 h), sous ($T = 340\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $\sigma = 98\text{ MPa}$).....	92
Figure IV.34. Courbes de fluage des fils de cuivre tréfilés à diamètre $d= 1,8\text{ mm}$ et recuit à $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ de 10 min et 120 min (2 h), sous ($T = 340\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $\sigma = 108\text{ MPa}$).....	92
Figure IV.35. Variation de la vitesse de déformation stationnaire en fonction de la contrainte à $340\text{ }^{\circ}\text{C}$ de fil non recuit et fil recuit 10 min à $500, 600$ et $700\text{ }^{\circ}\text{C}$	94
Figure IV.36. Variation de la vitesse de déformation stationnaire en fonction de la contrainte à $340\text{ }^{\circ}\text{C}$ de fil sans recuit et fil recuit 10 min à $500, 600$ et $700\text{ }^{\circ}\text{C}$	94
Figure IV.37. Variation de la vitesse de déformation stationnaire en fonction de la contrainte aux $250, 290$ et $340\text{ }^{\circ}\text{C}$ de fil de cuivre sans recuit.....	95
Figure IV.38. Variation de la vitesse de déformation stationnaire en fonction de $1/T$ pour deux contraintes différentes de fil non recuit et recuit 10 min à $500, 600$ et $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ sous contrainte $\sigma = 98\text{ MPa}$	96
Figure IV.39. Variation de la vitesse de déformation stationnaire en fonction de $1/T$ pour deux contraintes différentes de fil non recuit et recuit à 10 min à $500, 600$ et $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ sous contrainte $\sigma = 108\text{ MPa}$	96
Figure IV.40. Variation de la vitesse de déformation stationnaire en fonction de $1/T$ pour deux contraintes différentes de fil non recuit et recuit 10 min à $500, 600$ et $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ sous contrainte $\sigma = 118\text{ MPa}$	97
Figure IV.41. Variation de la vitesse de déformation stationnaire en fonction de $(1/T)$ pour contraintes différentes de fil de cuivre non recuit.....	97

Figure IV.42. Courbes de déformation de fluage à $T=290\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =98\text{ MPa}$ de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit 10 min à 600 et $700\text{ }^{\circ}\text{C}$	98
Figure IV.43. Courbes de déformation de fluage à $T=290^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =98\text{ MPa}$ de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit 10 min à 600 et 700°C	99
Figure IV.44. Courbes de déformation de fluage à $T=290\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =98\text{ MPa}$ de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit 10 min à 600 et $700\text{ }^{\circ}\text{C}$	99
Figure IV.45. Variation de la vitesse de déformation stationnaire en fonction de la contrainte à $340\text{ }^{\circ}\text{C}$ de fil sans recuit et fil recuit 10 min à 600 et 700°C	100
Figure IV.46 . Courbes de déformation de fluage en fonction du temps des fils de cuivre tréfilés à taux de déformation de 77,5, 70 % à température $340\text{ }^{\circ}\text{C}$ et sous contrainte 98 MPa.....	100
Figure IV.47 . Courbes de déformation de fluage en fonction du temps des fils de cuivre tréfilés à taux de déformation de 77,5, 70 % à température $340\text{ }^{\circ}\text{C}$ et sous contrainte 98 MPa.....	101
Figure IV.48 . Courbes de déformation de fluage en fonction du temps des fils de cuivre tréfilés à taux de déformation de 77,5, 70 % à température $340\text{ }^{\circ}\text{C}$ et sous contrainte 108 MPa.....	101
Figure IV.49 . Courbes de déformation de fluage en fonction du temps des fils de cuivre tréfilés à taux de déformation de 77,5, 70 % et traité thermiquement à $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 10 min (à température $340\text{ }^{\circ}\text{C}$ et sous contrainte 98 MPa).....	102
Figure IV.50 . Courbes de déformation de fluage en fonction du temps des fils de cuivre tréfilés à taux de déformation de 77,5, 70 % et traité thermiquement à $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 10 min (à température $340\text{ }^{\circ}\text{C}$ et sous contrainte 108 MPa).....	102
Figure IV.51 . Courbes de déformation de fluage en fonction du temps des fils de cuivre tréfilés à taux de déformation de 77,5, 70 % et traité thermiquement à 700°C pendant 10 min (à température 340°C et sous contrainte 108 MPa).....	103
Figure IV.52 . Courbes de déformation de fluage en fonction du temps des fils de cuivre tréfilés à taux de déformation de 77,5, 70 % et traité thermiquement à $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 10 min (à température $340\text{ }^{\circ}\text{C}$ et sous contrainte 98 MPa).....	103
Figure IV.53. Courbes de déformation de fluage en fonction du temps des fils de cuivre tréfilés à taux de déformation de 77,5, 70 % et traité thermiquement à 600°C pendant 10 min (à température 340°C et sous contrainte 108 MPa).....	104

Figure IV.54. Courbes de déformation de fluage en fonction du temps des fils de cuivre tréfilés à taux de déformation de 77,5, 70 % et traité thermiquement à 600°C pendant 10 min (à température 340°C et sous contrainte 118 MPa).....	104
Figure IV.55. Microstructure du fil de cuivre tréfilé sans recuit et non flué.....	105
Figure IV.56. Microstructure du fil de cuivre tréfilé recuit à 500°C pendant 10 min et non flué.....	105
Figure IV.57. Microstructure du fil de cuivre tréfilé recuit à 700°C pendant 10 min et non flué.....	106
Figure IV.58. Micrographie après essai de fluage (118 MPa, 340 ° C et recuit à 500 ° C pendant min) de fil de cuivre tréfilé (faible densité de micropores loin de la zone de rupture).....	106
Figure IV.59. Micrographie après essai de fluage (118 MPa, 340 ° C et recuit à 700 ° C pendant 10 min) de fil de cuivre tréfilé (faible densité de micropores loin de la zone de rupture).....	107
Figure IV.60. Micrographie après l'essai de fluage (118 MPa, 340°C) de fil de cuivre tréfilé (faible densité de micropores loin de la zone de rupture).....	107
Figure IV.61. Fractographie après essai de fluage (98 MPa, 340°C et recuit 500°C pendant 10 Min) de fil de cuivre tréfilé (haute densité de micropores près de la zone de rupture).....	108
Figure IV.62. Fractographie après essai de fluage (118 MPa ,340 ° C) de fil de cuivre tréfilé non recuit. (Striction zone après l'essai de fluage).....	108
Figure IV.63. Fractographie après essai de fluage (118 MPa, 340 ° C) de fil de cuivre tréfilé et recuit à 700 ° C pendant 10 min. (striction zone après l'essai de fluage).....	109
Figure IV.64. Fractographie après essai de fluage (118 MPa, 340 ° C) de fil de cuivre tréfilé et recuit à 600 ° C pendant 10 min. (Striction zone après l'essai de fluage).....	109
Figure IV.65. Fractographie après essai de fluage (118 MP a, 340 ° C) de fil de cuivre tréfilé (striction zone après l'essai de fluage).....	110
Figure IV.66. Fractographie après essai de fluage (108 MPa, 340 ° C et recuit 500 ° C pendant 10 min) de fil tréfilé de cuivre. à haute densité de macropores près de la zone de rupture.....	110
Figure IV.67. Faciès de rupture en fluage de fil de cuivre tréfilé non traité thermiquement sous contrainte 118 MPa et température de fluage 290°C.....	111

Figure IV.68. <i>Faciès de rupture en fluage de fil de cuivre tréfilé traité thermiquement (température 500°C pendant 10 min) sous contrainte 118 MPa et température de fluage 290°C.....</i>	<i>112</i>
Figure IV.69. <i>Faciès de rupture en fluage de fil de cuivre tréfilé traité thermiquement (température 600 ° C pendant 10 min) sous contrainte 118 MP a et température de fluage 290 ° C.....</i>	<i>112</i>
Figure IV.70. <i>Faciès de rupture en fluage de fil de cuivre tréfilé (diamètre d =2,4 mm) non traité thermiquement sous contrainte 118 MPa et température de fluage 340°C.....</i>	<i>113</i>
Figure IV.71. <i>Faciès de rupture en fluage de fil de cuivre tréfilé (d=2,4 mm) traité thermiquement (température 600°C pendant 10 min) sous contrainte 118 MPa et température de fluage 290 ° C.....</i>	<i>113</i>
Figure IV.72. <i>Faciès de rupture en fluage de fil de cuivre tréfilé (diamètre d = 2,4 mm) traité thermiquement (température 700 ° C pendant 10 min) sous contrainte 118 MPa et température de fluage 340 ° C.....</i>	<i>114</i>
Figure .IV.73. <i>Faciès de rupture en fluage de fil de cuivre tréfilé sans traitement thermique et flué à 290 ° C sous contrainte 118 MPa. (MEB à fort grandissement).....</i>	<i>114</i>
Figure .IV.74. <i>Faciès de rupture en fluage de fil de cuivre tréfilé traité thermiquement à 500°C pendant 10 min et flué à 290°C sous contrainte 118 MPa (MEB à fort grandissement).....</i>	<i>115</i>
Figure .IV.75. <i>Faciès de rupture en fluage de fil de cuivre tréfilé traité thermiquement à 500 ° C pendant 10 min et flué à 290 ° C sous contrainte 118 MPa (grandissement X 1000).....</i>	<i>116</i>
Figure .IV.76. <i>Faciès de rupture en fluage de fil de cuivre tréfilé traité thermiquement à 600°C pendant 10 min et flué à 290°C sous contrainte 118 MPa (MEB à fort grandissement).....</i>	<i>116</i>
Figure .IV.77. <i>Faciès de rupture en fluage de fil de cuivre tréfilé traité thermiquement à 600°C pendant 10 min et flué à 290°C sous contrainte 118 MPa (MEB à fort grandissement X 1000).....</i>	<i>116</i>
Figure .IV.78. <i>Faciès de rupture en fluage de fil de cuivre tréfilé traité thermiquement à 500 ° C pendant 10 min et flué à 290 ° C sous contrainte 118 MPa (MEB à fort grandissement).....</i>	<i>117</i>
Figure .IV.79. <i>Faciès de rupture en fluage de fil de cuivre tréfilé traité thermiquement à 500°C pendant 10 min et flué à 290°C sous contrainte 118 MPa (MEB à fort grandissement).....</i>	<i>117</i>

Figure.IV.80. Fiche ASTM de cuivre pur.....	118
Figure IV.81. Spectre de rayon X du fil machine en cuivre (non réduit).....	118
Figure.IV.82. Spectres de DRX d'un fil de cuivre tréfilé de diamètre $d= 1,8$ mm a)fil non flué et non recuit b) fil flué à $340^{\circ}C$ pendant 10 min c) fil de cuivre flué à $340^{\circ}C$ sous 118 MPa et traité thermiquement à $500^{\circ}C$ pendant 10 min.....	119
Figure.V.1. Représentation graphique pour calculer l'exposant du temps de fluage transitoire m à la température de a) $250^{\circ}C$, b) $290^{\circ}C$ et $340^{\circ}C$	123
Figure.V.2. Relation entre la déformation par fluage transitoire et la température de fil de cuivre sous différentes contrainte 98,108 et 118 MPa.....	124
Figure.V.3. Comparaison entre les courbes expérimentale et prédite de fluage de fil de cuivre à la température de a) $250^{\circ}C$, b) $290^{\circ}C$ et $340^{\circ}C$	125
Figure.V. 4. L'erreur relative entre la modélisation et les données expérimentales.....	126
Figure.V.5. Comparaison entre les courbes expérimentale et prédite de fluage de fil de cuivre à la température de $290^{\circ}C$	127
Figure.V.6. Comparaison entre les courbes expérimentale et prédite de fluage de fil de cuivre à la température de $340^{\circ}C$	128
Figure.V. 7. L'erreur relative entre la modélisation et les données expérimentales.....	129
Figure.V. 8. L'erreur relative entre la modélisation et les données expérimentales.....	129
Figure.V.9. Comparaison entre les courbes expérimentale et prédite de fluage de fil de cuivre à la température de $290^{\circ}C$	130
Figure.V.10. Comparaison entre les courbes expérimentale et prédite de fluage de fil de cuivre à la température de $340^{\circ}C$	131
Figure.V. 11. L'erreur relative entre la modélisation et les données expérimentales à $T=290^{\circ}C$	131
Figure.V. 12. L'erreur relative entre la modélisation et les données expérimentales à $T=340^{\circ}C$	132
Figure.V.13. Comparaison entre les courbes expérimentale et prédite de fluage de fil de cuivre à la température de $290^{\circ}C$	133
Figure.V.14. Comparaison entre les courbes expérimentale et prédite de fluage de fil de cuivre à la température de $340^{\circ}C$	133
Figure.V. 15. L'erreur relative entre la modélisation et les données expérimentales à $290^{\circ}C$	134
Figure.V. 16. L'erreur relative entre la modélisation et les données expérimentales à $340^{\circ}C$	134

Listes des tableaux

<i>Tableau III.1. Composition massique en pourcentage en impuretés (%) de cuivre ETP.....</i>	<i>61</i>
<i>Tableau III.2. Caractéristiques du cuivre ETP utilisé à ENICAB.....</i>	<i>62</i>
<i>Tableau III.3 : réactifs d'attaque pour les observations métallographiques du cuivre et ses alliages</i>	<i>63</i>
<i>Tableau .IV.1 : Caractéristiques mécaniques de fil de cuivre tréfilé.....</i>	<i>74</i>
<i>Tableau IV.2. Valeurs des contraintes appliquées.....</i>	<i>74</i>
<i>Tableau IV.3. Les valeurs de facteur de Norton des fils tréfilés non traités et traité 10 min à T= 500, 600 et 700 ° C.....</i>	<i>95</i>
<i>Tableau IV.4. Les valeurs de l'énergie d'activation apparente Q_c pour différents essais de fluage de fil de cuivre tréfilé.....</i>	<i>97</i>
<i>Tableau.V.1. Liste des constantes de matériau déterminé pour equation..V. 11(fil de cuivre traité à 500°C pendant 120 min</i>	<i>124</i>
<i>Tableau.V.2. la valeur de l'erreur relative moyenne pour fil de cuivre traité à 500°C pendant 120 min.....</i>	<i>126</i>
<i>Tableau.V.3. Liste des constantes de matériau déterminé pour equation.V.11(fil de cuivre traité à 500°C pendant 10 min).....</i>	<i>127</i>
<i>Tableau.V.4. la valeur de l'erreur relative moyenne pou du fil de cuivre traité à 500°C pendant 10 min.....</i>	<i>130</i>
<i>Tableau.V.5. Liste des constantes de matériau déterminé pour equation.V.11(fil de cuivre traité à 600°C pendant 10 min).....</i>	<i>130</i>
<i>Tableau.V.6. la valeur de l'erreur relative moyenne pour du fil de cuivre traité à 600°C pendant 10 min.....</i>	<i>132</i>
<i>Tableau.V.7. Liste des constantes de matériau déterminé pour equation.V.11(fil de cuivre traité à 700°C pendant 10 min).....</i>	<i>132</i>
<i>Tableau.V.8.la valeur de l'erreur relative moyenne pour du fil de cuivre traité à 700°C pendant 10 min.....</i>	<i>135</i>

Sommaire

Sommaire

<i>Remerciements</i>	<i>ii</i>
<i>Listes des symboles</i>	<i>iii</i>
<i>Liste des figures</i>	<i>v</i>
<i>Liste des tableaux</i>	<i>xvi</i>
<i>Introduction générale</i>	<i>1</i>

Chapitre I: Théorie de fluage

I.1.Introduction.....	2
I.2.Définition.....	3
I.3.Principe.....	3
I.3.1.Principe du test de fluage	3
I.3.2.Machine de fluage	4
I.3.3.Eprouvettes.....	4
I.3.4.Courbe de fluage	6
I.4.Types de fluage	7
I.4.1.Domaine des fortes contraintes	8
I.4.1.1. contrôlé par le glissement thermique activé.....	8
I.4.1.2. contrôlé par la montée,	10
I.4.2.Domains des faibles contraintes	12
I.4.2.1. Diffusion transgranulaire.....	13
I.4.2.2. Diffusion intergranulaire.....	13
I.5.Carte d'Ashby.....	15
I.6.Les grandeurs de fluage	16
I.6.1.Influence de a contrainte et de la température	16
I.6.2.Méthode de détermination de l'énergie d'activation	17
I.6.2.1.Généralité	17
I.6.2.2.Diagramme $\log \varepsilon = f(1/T)$	18
I.6.2.3.Saut de température	18

I.6.3.Sensibilité à la contrainte n (Relation entre la vitesse de déformation et la contrainte).....	20
I.6.4.Relations entre la vitesse de déformation et la microstructure.....	21
I.6.4.1. Généralité	21
I.6.4.2. Relations entre les paramètres mécaniques et l'existence de grains	23
I.6.4.3. Relations entre les paramètres mécaniques et l'existence de sous-grains.....	24
I.6.4.3. Formation de la sous-structure	25
I.6.5. Recristallisation pendant la déformation (Recristallisation dynamique).....	27
I.7. L'endommagement par fluage.....	28
I.7.1. Définition d'endommagement de fluage.....	28
I.7.2. Combinaisons d'endommagements.....	29
I.7.3. Endommagement ductile par cavitation.....	30
I.7.4. Différentes Microstructures des métaux lors d'essai de fluage	34

Chapitre II: Fluage de cuivre

II.1.Introduction	40
II.2.Carte d'Ashby de cuivre pur.....	40
II.3. Travaux réalisés.....	40
II.3.1. L'influence de la température et la contrainte	40
II.3.2. L'influence de pré-déformation.....	51
II.3.3. L'influence de la taille de grain	55
3.3.1. Introduction.....	55
3.3.2. Résultats et les observations experimental.....	55
3.3.2.1. Stade de fluage transitoire.....	55
3.3.2.2. Stade de l'état stationnaire.....	57

Chapitre III : Matériaux étudiés et techniques expérimentales

III.1. Matériau étudié.....	61
III.2. Préparation des échantillons pour l'analyse micrographique	62
III.3. Eprouvettes(forme et dimension).....	63
III.4. Essai de traction.....	64
III.5. Essai de fluage	68
III.5.1. Description de machine de fluage.....	68
III.5.2. Condition des essais de fluage	69
III.6. Traitements thermiques	69
III.7. Microscope optique	69
III.8. Analyse par diffraction des rayons X (DRX).....	70
III.9. Microscope électronique à balayage (MEB).....	71

Chapitre IV : Résultats expérimentaux et discussions

IV.1. Introduction	73
IV.2. Essais de traction	73
IV.2.2. Effet de la contrainte	74
IV.3. Essais de fluage.....	74
IV.3.1. Effet de la contrainte.....	74
IV.3.1.1. Fluage à température constante $T=290^{\circ}\text{C}$	74
IV.3.1.2. Fluage à température constante $T=340^{\circ}\text{C}$	75
IV.3.2. Effet de la température	76
IV.3.3. Effet de traitements thermiques.....	78
IV.3.3.1. Effet de recuit à 500°C pendant 10 min	78
IV.3.3.2. Effet de recuit à 600°C pendant 10 min	81
IV.3.3.3. Effet de recuit à 700°C pendant 10min	83
IV.3.3.4. Effet de différentes températures de recuit	85
IV.3.3.5. Effet de recuit à 500°C pendant 120 min	89
IV.3.3.6. Effet du temps de recuit sur le comportement en fluage de fil de cuivre ...	90

IV.3.4.Sensibilité de la vitesse à la contrainte.....	93
IV.3.5.Calcul de l'énergie d'activation Q_c	95
IV.3. 6. Résultats des essais de fluage de fils de cuivre de diamètre $d = 2,4$ mm ...	98
IV.3.6.1.Les essais de fluage	98
IV.3.6.2. Sensibilité de la vitesse à la contrainte (n).....	99
IV. 3.7. Effet du taux de déformation.....	100
IV.3.7.1. Fils de cuivre tréfilés sans traitement thermique	100
IV.3.7.2. Fils de cuivre tréfilés traités à 700°C pendant 10 min.....	101
IV.3.7. 3. Fils de cuivre tréfilés traités à 600°C pendant 10 min.....	103
IV.4. Caractérisation de la microstructure.....	104
IV.4.1. Caractérisation de la microstructure avec la microscopie optique.....	104
IV.4.1.1. Microstructure du fil de cuivre tréfilé sans fluage.....	105
IV.4.1.2. Microstructure après fluage du fil de cuivre tréfilé en fluage.....	106
IV.4.2. Caractérisation de la microstructure avec le MEB.....	110
IV.4.2.1. Fil de cuivre tréfilé à diamètre $d=1,8$ mm.....	111
IV.4.2.2. Fil de cuivre tréfilé à diamètre $d=2,4$ mm.....	112
IV.4.3. Caractérisation par diffraction des rayons X.....	117

Chapitre V : Modélisation de fluage de cuivre

V.1. Introduction.....	120
V.2. Modélisation du fluage de cuivre.....	121
V.3. Application de modèle de fluage	123
V.3.1. Fil de cuivre traité à 500°C pendant 120 min (2 h).....	123
V.3.1.2. Les résultats de modélisation.....	124
V.3.2. Fil de cuivre traité à 500°C pendant 10 min	127
V.3.3. Fil de cuivre traité à 600°C pendant 10 min	130
V.3.4. Fil de cuivre traité à 700°C pendant 10 min	132
V.4. Conclusion.....	135
<i>Conclusion générale</i>	136

Références bibliographiques

Annexe

Introduction générale

Introduction générale

La solidité du fil de cuivre et la fiabilité des contacts électriques qu'il permet d'obtenir sont les raisons essentielles de l'emploi généralisé du cuivre dans toute l'industrie de la construction électrique, dans la distribution de l'énergie électrique, ainsi que dans la fabrication de matériels électriques et de composants électroniques. A titre d'exemple, 95% des fils conducteurs d'un avion sont en cuivre.

Ces fils sont obtenus par un processus de tréfilage qui consiste à faire passer le fil machine à travers des tréfileuses combinées verticales ou horizontales de diamètre de plus en plus réduit pour aboutir au diamètre final choisi. Notre étude est consacrée aux fils de cuivre tréfilé, émanant de l'entreprise des industries du câble de Biskra (EN.I.CA.B).

L'objectif : L'objectif principal de notre sujet de recherche est de comprendre le comportement du fil de cuivre lors des essais de fluage à haute température. Ce fil de cuivre est fabriqué par l'ENICAB Biskra. Pour aboutir à notre objectif, nous avons effectué plusieurs essais de fluage sous différentes contraintes, et températures. Des techniques complémentaires ont été aussi utilisées afin de mieux comprendre le matériau étudié.

Le travail de thèse et qui est constituée de cinq chapitres. En plus d'une introduction générale et aussi une conclusion générale.

Le premier chapitre nous avons présenté les théories du fluage et les différentes méthodes de calcul des paramètres de fluage, telle que la sensibilité et de l'énergie d'activation. Et aussi nous avons présenté les grandeurs qui contrôlent de fluage telle que la température et la contrainte. Nous avons parlé aussi sur les paramètres structuraux du matériau, tel que la sous-structure et sous-joints. Nous avons présenté aussi dans ce chapitre les types du fluage tel que le fluage dislocationnel (glissement ou montée de dislocations) et le fluage diffusionnel (transgranulaire ou intergranulaire). Et nous avons montré le mécanisme de l'endommagement de matériau lors l'essai de fluage.

Le deuxième chapitre, nous avons présenté quelques travaux de recherches scientifiques qui ont été déjà publiés sur le fluage de cuivre. D'abord on présente la carte d'Ashby du cuivre à haute pureté (99,9 %). Et puis nous avons montré l'effet de la contrainte et la température sur les échantillons lors du fluage, et l'effet de pré-

déformation sur le fil de cuivre en le fluage et enfin de ce chapitre nous avons montré l'effet de la taille de grain sur la vitesse de déformation et le durée de vie de fil de cuivre lors le fluage.

Le troisième chapitre nous avons donné une description du matériau étudié, ainsi que tests mécaniques avec les conditions bien définies lequel, nous réaliser les essais. Dans la dernière partie de ce chapitre, nous avons décrit les techniques expérimentaux tel que la Microscopie optique et la Microscopie électronique à balayage (MEB) et l'analyse par DRX.

Le quatrième chapitre est réservé aux résultats obtenus et leurs interprétations.

En premier lieu, nous avons présenté les résultats de essais de traction des fils de cuivre tréfilés avant et après les traitements thermiques. En second lieu, nous avons donné les résultats obtenus par le fluage, en variant certains paramètres telle que la contrainte, la température, et le taux de déformation (déformation par tréfilage), comme nous avons aussi étudié l'effet des traitements thermiques (Recuit). Puis nous avons donné les valeurs de l'exposant de la contrainte, et de l'énergie d'activation. L'observation du faciès de rupture des fils de cuivre tréfilés après le fluage, et celle de l'endommagement, a été fait par la microscopie optique et par la MEB. Finalement, les diffractogrammes des fils de cuivre avant et après le fluage, ont été présentés et discutés.

Le cinquième chapitre nous avons présenté une modélisation du fluage de cuivre, cette présentation expose un modèle d'Andrade modifié que nous avons proposé. Ce modèle a été étudié et validé à l'aide de nos résultats expérimentaux.

Chapitre I :

Théorie de fluage

I.1. Introduction :

Les propriétés en traction à température ambiante de la plupart des matériaux de structure sont peu dépendantes du temps. En effet, les résultats d'un essai de traction sont peu dépendants de la vitesse de chargement. A haute température, les performances en traction dépendent à la fois de la vitesse de déformation et du temps d'exposition à haute température. A haute température, de nouveaux mécanismes de déformation peuvent être mis en jeu. De nouveaux systèmes de glissement sont éventuellement activés. Les processus contrôlés par la diffusion sont accélérés et ont un effet significatif sur les propriétés mécaniques. Ainsi, la mobilité des dislocations est accentuée par le mécanisme de montée. Le " glissement" aux joints de grain peut également participer à la déformation.

Il faut également prendre en compte les modifications microstructurales provoquées par l'exposition prolongée à haute température. Les mécanismes de recristallisation peuvent provoquer un grossissement de la taille de grain. Les alliages à durcissement structural peuvent subir un surviellissement et voir leurs caractéristiques mécaniques s'affaiblir lorsque les particules de phase durcissante grossissent.

Enfin il faut prendre en considération l'interaction avec l'environnement. Par exemple les phénomènes d'oxydation intergranulaire sont accélérés à haute température. Les mécanismes mis en jeu à haute température étant largement dépendant du temps, on s'intéresse aux performances mécaniques à haute température, sous sollicitation constante sur des durées importantes. Dans de telles conditions, la déformation progressive du matériau est appelée fluage.

La dépendance en fonction du temps devient conséquente à partir d'une température qui est relative au matériau examiné : ce qui correspond à une haute température pour un matériau peut être classé dans les basses températures pour un autre. Pour corriger cet effet, on rapporte la température considérée à la température de fusion. Ainsi, généralement, le fluage prend une importance significative en ingénierie pour des températures supérieures à $0,5T_f$, T_f correspondant à la température absolue de fusion du matériau [1].

I.2. Définition :

A basse température, et en l'absence d'effet d'environnement, l'application d'une contrainte statique sur une éprouvette lisse (élément de volume) provoque, si celle-ci est suffisante, une déformation plastique qui, très rapidement, demeure constante. A haute température, un matériau se déforme plastiquement sous l'application d'une contrainte constante, même si elle est inférieure à la limite élastique. Ce phénomène est appelé fluage. Le domaine " haute température" correspond à un rapport T/T_f supérieur à 0,3. Pour un matériau donné, la résistance au fluage dépend du domaine de température, du niveau de contrainte appliquée et des paramètres microstructuraux [2].

I.3. Principe:**I.3.1. Principe du test de fluage :**

En pratique, lors d'essais de fluage, les éprouvettes sont le plus souvent soumises à une force constante (solicitation) (figure.I.1). La contrainte est alors supposée constante, à condition que la variation de section de l'éprouvette soit très faible. La contrainte est définie comme le rapport d'une force sur une surface (c'est-à-dire une pression). La déformation (la réponse à la contrainte) $\varepsilon_0(t, \sigma_0)$ dépend de conditions extérieures à la pièce : temps (t), valeur de la contrainte, température, pression, etc.

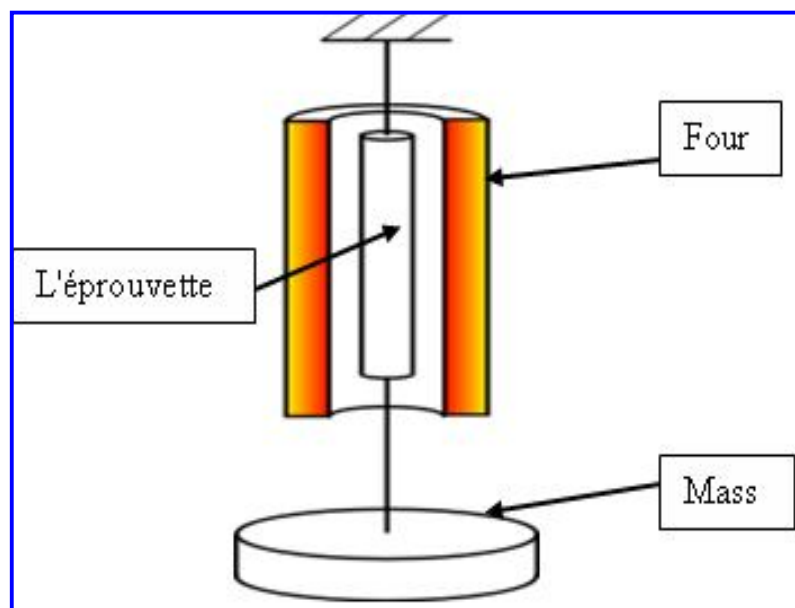


Figure I.1. Schéma de principe d'essai de fluage

1.3. 2.Machine de fluage:

Une expérience de fluage consiste à appliquer une charge à l'extrémité d'une éprouvette, l'autre extrémité étant maintenue solidaire d'un bâti fixe. On mesure au cours du temps le déplacement de l'extrémité libre de l'éprouvette (figure I.1). Une courbe type de fluage, exprimant la déformation en fonction du temps, est représentée dans la figure I.2.



Figure.I.2. Machine de fluage [3]

1.3.3.Eprouvettes :

On peut effectuer les essais sur un barreau cylindrique ou de section rectangulaire (éprouvette plate). L'éprouvette cylindrique permet d'avoir un système symétrique. Les éprouvettes cylindriques sont habituellement obtenues par tournage. Les éprouvettes plates peuvent être obtenues par sciage d'une tôle puis fraisage (figure I.3). Les éprouvettes sont fréquemment prélevées dans une pièce réelle ou un brut (lingot, tôle, profilé, ...). Dans ce cas, l'endroit où l'éprouvette est prélevée, et la direction de prélèvement ont une importance : la matière est souvent hétérogène et anisotrope. Cela pose le problème de la représentativité de l'essai (échantillonnage) [4].

Toutefois, l'essai n'a de sens que si l'éprouvette elle-même est homogène, ceci étant en général garanti par sa petite taille par rapport aux variations de propriétés de

la matière. Par ailleurs, pour l'analyse du résultat, on considère en général qu'elle est isotrope. Dans l'éprouvette, on s'intéresse à la partie calibrée, qui est la partie dans laquelle la section droite ne varie pas (partie de largeur uniforme). Au sein de cette partie calibrée, on trace deux repères « un peu à distance » des congés ; les efforts et la déformation dans cette partie entre repère est réputée uniforme (principe de Saint-Venant). La longueur de la partie calibrée est notée L_c . La longueur de la partie entre repères est notée L_0 , et est normalisée a :

Où
$$L_0 = K \sqrt{S_0}$$

- k est un coefficient dépendant du matériau ; pour l'acier, $k = 5,65$;
- S_0 est l'aire de la section droite.

Dans la pratique, pour une éprouvette cylindrique en acier de diamètre d_0 , on a

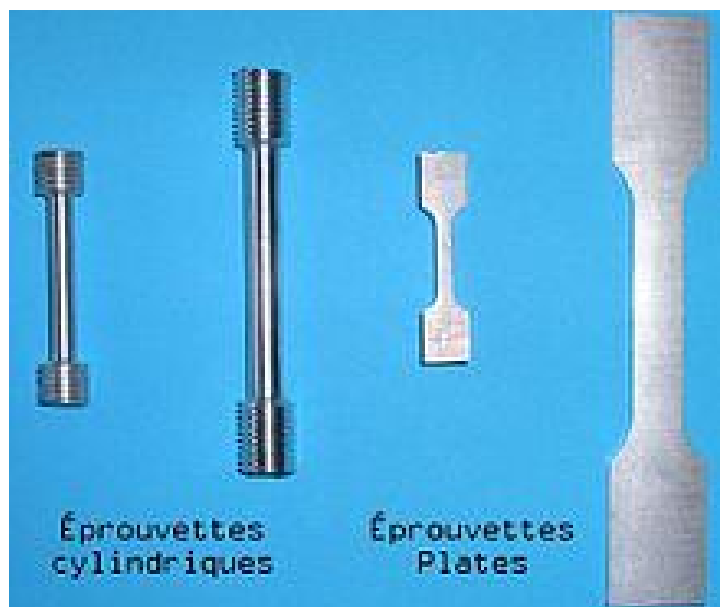


Figure I.3. Schéma des éprouvettes cylindriques et plates

On recense aussi des diverses géométries d'éprouvettes de fluage et traction, imposées par le choix du système de fixation (par exemple vissage, épinglage, collage, serrage...) comme présente à la figure I.4 [5].

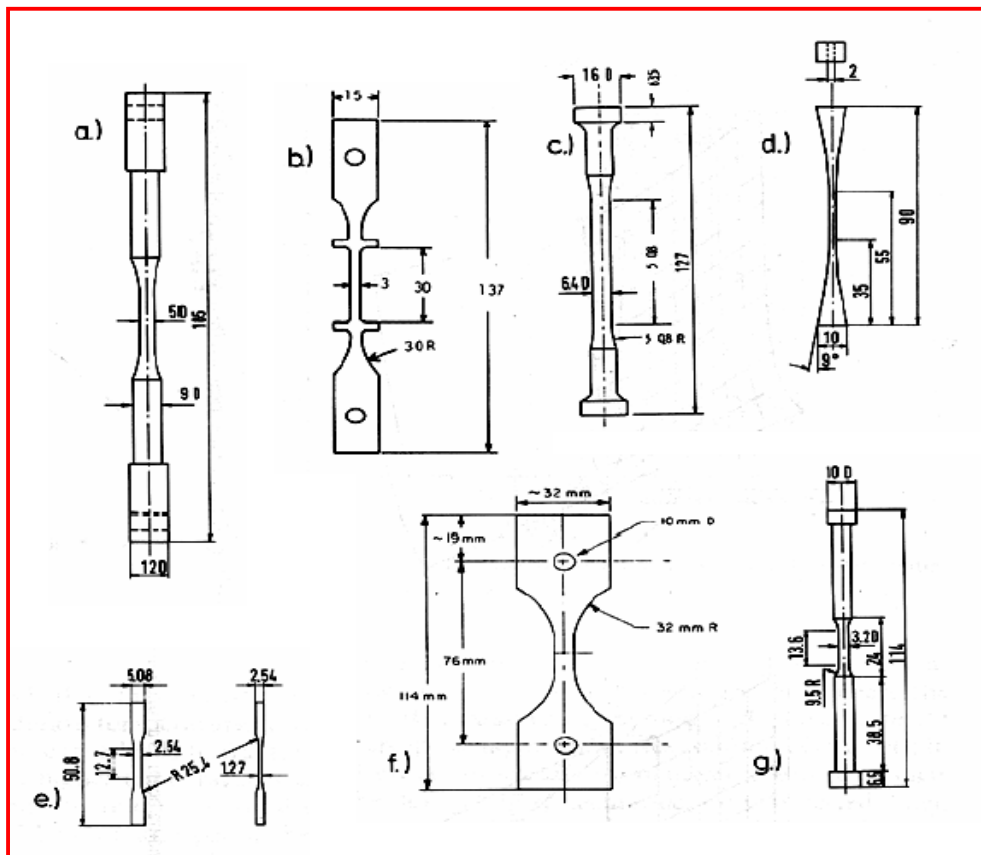


Figure I.4. Différentes éprouvettes de fluage et traction proposée par (a) Morell 1972, (b) Kawai et al. 1984, (c) Langer et al. 1979, (d) Grathwohl 1988, (e) Mah et al. 1985, (f) Govila 1982, (g) Boussuge et al [5].

I.3.4. Courbe de fluage:

La figure .I.5 montre une courbe obtenue après un essai de fluage. Cette courbe est représentée par le taux de déformation en fonction du temps.

On distingue trois stades, primaire, secondaire et tertiaire définis par Andrade depuis 1910 [2] (figure.I.5).

-Pendant le stade primaire ou transitoire, se caractérise par une vitesse de fluage décroissante, c'est-à-dire que la pente de la courbe diminue en fonction du temps, la résistance du matériau augmente ou qu'il fait objet d'un durcissement par écrouissage, des sous structure stables de dislocations se forment.

-Pendant le stade secondaire ou stationnaire, lors duquel la vitesse de déformation atteint sa valeur minimale et reste constante. Cette étape de fluage dure généralement plus longtemps que les deux autres. La vitesse de fluage constante s'explique par

l'équilibre qui s'instaure entre le processus de durcissement par écrouissage et la restauration favorisée par la température et la contrainte.

-Pendant le stade tertiaire, la vitesse de fluage augmente jusqu'à la rupture celle-ci résulte de modifications structurales ou métallurgiques, tel que la séparation de joints de grains et la formation de fissures, de cavités, de vides internes.

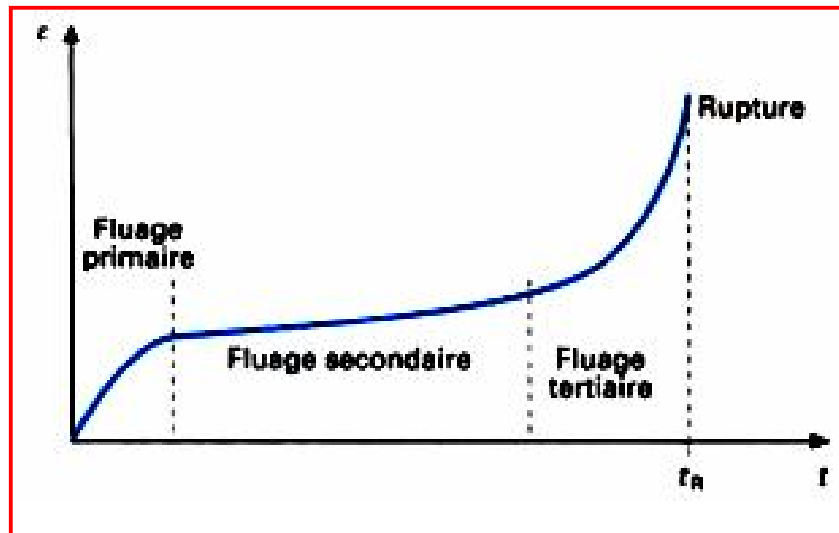


Figure I. 5. Courbe classique de fluage

I. 4. Types de fluage :

Il existe deux grandes classes de mécanismes à l'origine de la déformation plastique à haute température: le fluage dislocation et le fluage diffusion. La déformation du matériau est gouvernée par l'un ou l'autre des mécanismes, en fonction de la température ou de la contrainte appliquée. Nous exposerons ici les mécanismes prédominants par ordre croissant de température, ce qui correspond à un ordre décroissant de la contrainte [6,7]. La figure I.6 présente schématiquement les différents modes de déformation aux joints de grains.

- Fluage –dislocation contrôlée par le glissement thermique activé.
- Fluage-dislocation contrôlé par la restauration ou la montée.
- Fluage-diffusion aux joints de grains ou dans la matrice. Le fluage –diffusion est associé au mécanisme de glissement inter granulaire pour assurer la cohésion de la déformation au joint de grains.

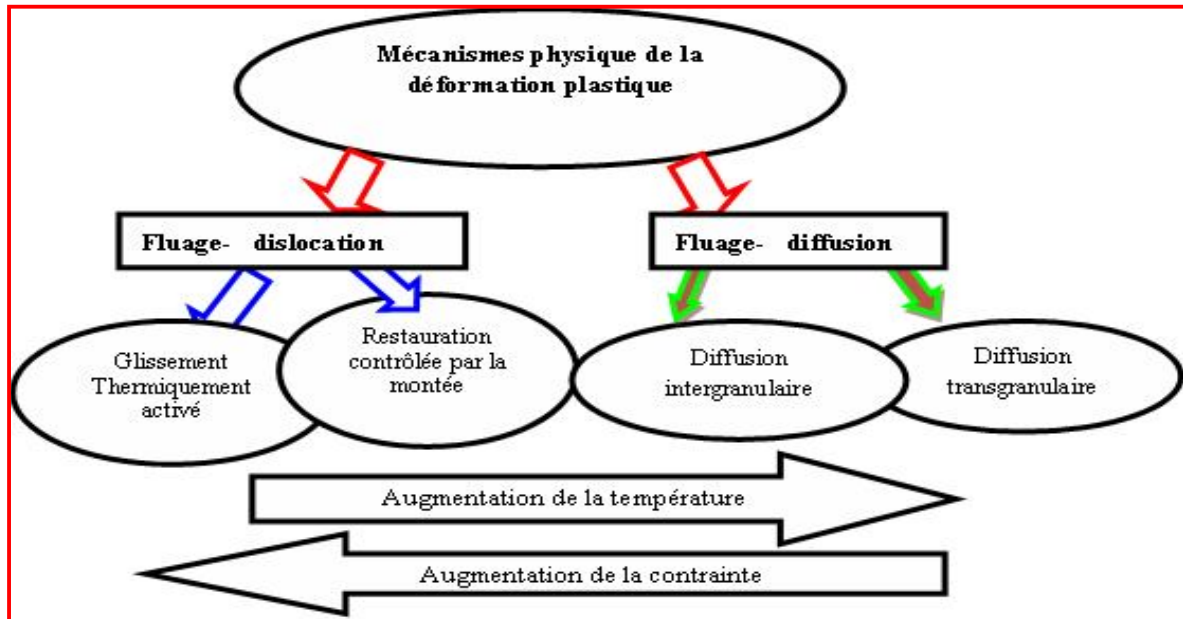


Figure I.6. Représentation schématique des modes de déformation en fonction de la température [2].

I.4.1. Domaine des fortes contraintes (Fluage dislocation):

I.4.1.1. Contrôlé par le glissement thermique activé:

Ce mécanisme prédomine aux températures intermédiaires ($T/T_f < 0.5$) et aux fortes contraintes, comme le montre la carte d'Ashby présentée dans la figure I.8. Il est contrôlé par le passage thermiquement activé des obstacles au glissement des dislocations (figure I.8). L'expression physique de la loi d'écoulement de ce domaine a été développée par Kocks et Mecking [7,8].

La vitesse secondaire de déformation est définie à partir de l'expression d'Orowan.

$$\dot{\epsilon} = \rho_m v b \quad (\text{I-1})$$

$\dot{\epsilon}$: La vitesse de déformation en cisaillement,

ρ_m : La densité des dislocations,

b : Vecteur de Burgers,

v : La vitesse des dislocations, liée au franchissement des obstacles et dépendant fortement de la contrainte et de la température. v peut s'écrire à partir du formalisme de l'activation thermique.

$$V = d v \exp(-\Delta G/KT) \quad (I-2)$$

K : La constante de Boltzmann

d : La distance à parcourir pour dépasser l'obstacle

V : La fréquence de saut des dislocations

ΔG : l'énergie d'activation apparente, qui se décompose en deux termes:

$$\Delta G = \Delta G_0 - W \quad (I-3)$$

Avec : $W = V^* \cdot \tau^*$

ΔG_0 : L'énergie d'activation intrinsèque, i.e. l'énergie totale nécessaire au franchissement des obstacles.

W : L'énergie fournie par la contrainte, produite de τ^* , la contrainte effective, et de V^* , le volume d'activation.

V' : le produit de l'aire balayée par une dislocation lors d'un événement d'activation et de b vecteur de Burgers.

$$V' = nb^3 \quad (I-4)$$

n : Le nombre d'atomes impliqués dans le processus.

La contrainte effective τ^* se déduit de la valeur expérimentale de la contrainte appliquée τ suivant :

$$\tau^* = \tau - \tau_\mu$$

τ_μ : la contrainte athermique, due aux contributions des mécanismes de franchissement qui ne sont pas thermiquement activés.

En reprenant l'expression d'Orowan, il vient:

$$\dot{\epsilon} = \rho_m v b \exp\left(-\frac{\Delta G_0 - (\tau - \tau_\mu) V^*}{KT}\right) \quad (I-5)$$

On retrouve une forme phénoménologique classique de la loi d'écoulement en réécrivant l'équation sous la forme suivante [8,9].

$$\dot{\epsilon} = \rho_m \nu \text{bexp} \left(- \frac{\Delta G_0 - \tau_\mu \left(\frac{\tau}{\tau_\mu} - 1 \right) V^*}{KT} \right) \quad (\text{I-6})$$

En supposant que $\tau^* \ll \tau_\mu$

Un développement limité d'ordre 1 en $(\tau / \tau_\mu - 1)$ de cette expression conduit à :

$$\dot{\epsilon} = \rho_m \nu \text{bexp} \left(- \frac{\Delta G_0}{KT} \right) \left(\frac{\tau}{\tau_\mu} \right)^{\frac{\tau_\mu \nu^*}{KT}} \quad (\text{I-7})$$

En posant $m = \tau_\mu \nu^* / KT$,

$$\dot{\epsilon}_0 = \rho_m \nu \text{bexp} (-\Delta G_0 / k T) \quad (\text{I-8})$$

On obtient alors la formulation classique en loi de puissance:

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 (\tau / \tau_\mu)^{1/m} \quad (\text{I-9})$$

I.4.1.2. Contrôlé par la montée, ou fluage restauration:

Ce domaine correspond à $T/T_f > 0.5$, comme le montre la carte d'Ashby présentée dans la figure (I.8) [10], toutes ces lois aboutissent à des expressions de la vitesse de déformation stationnaire en fonction de la contrainte en loi puissance, dite également loi de Norton.

- Modèle issu de la relation d'Orowan:

Pour des températures plus élevées où la diffusion devient un mécanisme important, les dislocations peuvent monter lorsque le glissement est bloqué par un obstacle (les atomes de soluté, les précipités...). Le régime stationnaire résulte d'un équilibre dynamique entre blocage et déblocage, ce qui revient à dire que le glissement entre deux obstacles est contrôlé par la montée ou le glissement dévié au

niveau des obstacles. Le modèle de Barret et Nix de 1955 [2] est le plus célèbre de cette catégorie: le glissement des dislocations vis génère la déformation, mais leur mouvement est gêné par la présence de crans sessiles qui ne peuvent suivre que par montée. Ces crans se déplacent par émission ou absorption de lacunes sous l'action de la contrainte appliquée la force motrice du glissement est donc la contrainte appliquée. Un régime d'équilibre est atteint quand la force de traînage des crans est compensée par la force résultante de la contrainte appliquée. La vitesse de déformation est de la forme:

$$\dot{\epsilon} = D_{vol}\sigma^3 \sinh(\sigma b^2\lambda/kT) \quad (I-10)$$

D_{vol} : est le coefficient de diffusion en volume,

λ : La distance entre les crans.

-Modèles fondés sur l'équilibre durcissement –restauration:

Ces modèles dérivent de l'idée de Bayley émise en 1926 [2]. Il propose que le régime stationnaire est atteint lorsque l'écrouissage est compensé par la restauration des dislocations. Il montre alors que la vitesse de déformation stationnaire correspond au rapport de la vitesse de restauration r sur le taux de consolidation h . En posant que la vitesse fluage est constante si la contrainte interne du matériau est constante au cours du temps.

$$E = r/h \quad (I-11)$$

Dans le modèle de Nabarro (1967) [2], la diminution de la contrainte interne (restauration) est causée par l'augmentation de la taille d'un réseau tridimensionnel obtenue par un mécanisme de montée des arcs de dislocations. L'élaboration du modèle reprend la démarche de fluage diffusion Nabarro-Herring pour lequel les sources de lacunes sont des dislocations et non le joint de grains.

Un état d'équilibre est défini quand la vitesse de production de dislocations est égale à leur vitesse d'annihilation par montée. La taille d'équilibre du réseau est alors atteinte et la vitesse de déformation stationnaire s'exprime :

$$E = D_{vol}b\sigma^3/\pi kT\mu^2 \log(4\mu/\pi\sigma) \quad (I-12)$$

D_{vol} : est le coefficient de diffusion en volume.

Et dans le cas où le transport de matière se fait par diffusion au cœur des dislocations:

$$\dot{\epsilon} = 4D_c b \sigma^5 / \pi^4 K T \mu^4 \quad (I-13)$$

D_c : Le coefficient de diffusion au cœur des dislocations.

I.4.2. Domaine des faibles contraintes (Fluage diffusion):

A plus haute température comme le montre la carte d'Ashby présentée dans la figure I.8, la vitesse de déformation est uniquement contrôlée par la vitesse de diffusion des lacunes.

En 1948, Nabarro propose que le gradient de concentration de lacunes entre deux surfaces d'un cristal soumis à un champ de contrainte non hydrostatique conduit à un flux de lacunes entre les surfaces, donc à un flux de matière en sens opposé. Ceci conduit à une déformation plastique du cristal.

La fraction atomique d'équilibre des lacunes formées proche des surfaces en tension s'écrit:

$$n_+ = \exp(-(\Delta G_f - \sigma b^3/kT)) \quad (I-14)$$

et proche des surfaces en compression.

$$n_- = \exp(-(\Delta G_f + \sigma b^3/kT)) \quad (I-15)$$

ΔG_f : est l'énergie libre de formation des lacunes.

Le nombre de lacunes transportées par seconde vers la face en tension de surface d^2 est défini d'après la première loi de Fick par:

$$\Phi = D_l d^2 \frac{n_+ - n_-}{\alpha d} \quad (I-16)$$

D_1 : est le coefficient de diffusion des lacunes et α un coefficient numérique. La sortie d'une lacune de la face en tension correspond à un allongement de b^3/d^2 . Pour Φ atomes par seconde, la vitesse de déformation dans le cristal s'écrit donc:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{2 \alpha D}{d^2} \sinh\left(\frac{\sigma b^3}{kT}\right) \quad (\text{I-17})$$

En linéarisation pour des faibles contraintes:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{D \sigma b^3}{d^2 kT}$$

Deux principaux modèles découlent de cette description: le modèle de Coble est consacré à la diffusion aux joints et le modèle de Nabarro-Herring décrit la diffusion de matière en volume à plus forte température.

I.4.2.1. Diffusion transgranulaire:

Le modèle de Nabarro_Herring (1950) [2] considère non-plus un monocristal, mais le cas plus générale de polycristaux. La démarche de Herring diffère de celle de Nabarro, car il utilise les potentiels chimiques des atomes à la place des concentrations de défauts. Le mouvement des lacunes dans un grain sous contrainte est représenté sur la figure I.7-a. La vitesse de déformation stationnaire contrôlée par la diffusion en volume s'écrit:

$$\dot{\varepsilon} = B \frac{D_{vol} \Omega}{d^2 kT} \sigma \quad (\text{I-18})$$

D_{vol} : Le coefficient de diffusion en volume,

Ω : Le volume atomique,

d : La taille moyenne des grains,

B : Un coefficient dépendant de la forme des grains et des conditions aux limites choisies aux joints.

I.4.2.2. Diffusion intergranulaire:

Le modèle de fluage de Coble (1963) [2] devient prédominant pour des cristaux de petite taille de grain, présentant donc une grande proportion d'interfaces. Comme Herring, la démarche de Coble est basée sur le calcul du flux de lacunes, non

plus dans les grains, mais dans les joints de grains. Le mouvement des lacunes des joints de grains d'un grain sous contrainte est représenté sur la figure I.7-b.

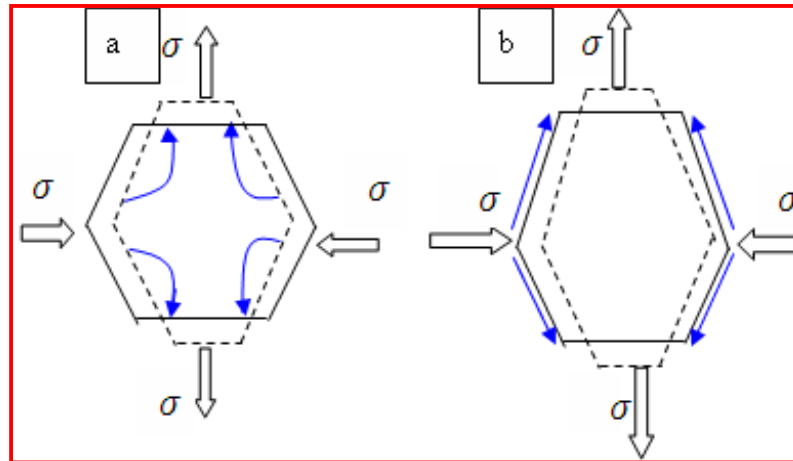


Figure I.7. Fluage–diffusion a) Transgranulaire, b) Intergranulaire

La vitesse de déformation stationnaire contrôlée par la diffusion intergranulaire s'écrit:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{148 D_{jdg} \delta \sigma \Omega}{\pi d^3 kT} \quad (\text{I-19})$$

Avec un paramètre supplémentaire par rapport à Herring, δ la largeur du joint, et l'intervention du coefficient de diffusion aux joints de grains, D_{jdg} .

- K : constante Boltzmann
- T : température K
- d : la taille moyenne des grains

Nous pouvons remarquer que les équations de la vitesse de déformation stationnaire, formulées d'après les mécanismes de diffusion, aboutissent à des relations linéaires avec la contrainte. Ceci concorde avec les relations établies empiriquement à forte température. A la différence des relations obtenues pour décrire le fluage –dislocation, la taille de grain intervient dans les équations de fluage du domaine du fluage-diffusion. Plus la taille de grain des matériaux est grande, plus la vitesse de fluage stationnaire diminue [2].

I.5. Carte d'Ashby:

En 1982, Frost et Ashby regroupent sur leur carte (σ, T) les principaux mécanismes de déformation de fluage. Elles sont construites pour un matériau et une taille de grain donnés. Les domaines de prédominance de chaque mécanisme sont tracés en fonction des axes normalisés : [contrainte de cisaillement (σ_s) / module de cisaillement (μ)] et [température / température de fusion (T_m)]. Les courbes des isovitesses sont également portées sur ce diagramme Frost 1982 [11]. intragranulaire est repoussé vers les basses températures.

Les différents domaines de fluage exposés au paragraphe (I.4.1) sont portés sur les cartes. On retrouve à forte contrainte et basse température le domaine de fluage-dislocation appelé également loi-puissance ("power-law creep"). Dans ce domaine, Ashby fait la distinction entre les basses températures (LT) où glissement et montée interviennent, et le fluage haute température (HT) où la montée prévaut. À forte température et basse contrainte le fluage-diffusion ("diffusionale flow") prédomine: en volume pour les plus hautes températures (fluage de type Nabarro-Herring) et aux joints de grains pour des températures plus faibles (fluage de type Coble) figure.I.8.

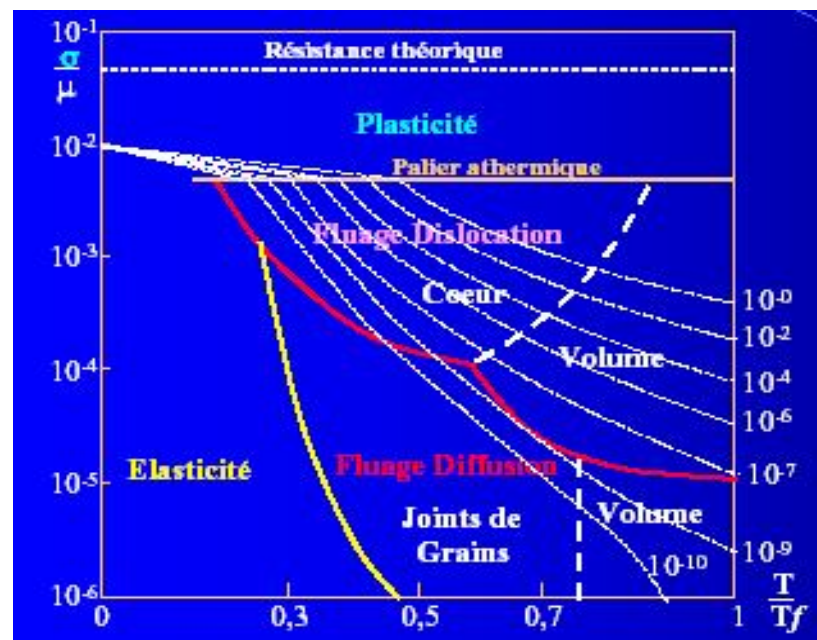


Figure I.8. Carte des mécanismes de déformation dans le cas du cuivre pur de 100 μm de taille de grain Frost 1982 [11].

I.6. Les grandeurs de fluage :

1.6.1. Influence de la contrainte et de la température:

En général une augmentation de température entraîne une agitation thermique plus élevée des atomes et augmentation de la valeur des coefficients de diffusion de ces atomes, phénomènes fondamentaux qui provoquent une augmentation de la vitesse de déformation du matériau. C'est pourquoi, pour analyser l'influence de la température, nous devons en outre faire intervenir le temps comme paramètre supplémentaire.

Nous pouvons résumer brièvement les effets de la contrainte et de la température, dans le domaine plastique, sur un matériau cristallin ductile.

a) La contrainte met les dislocations en mouvement, grâce aux cisssions qui s'exercent sur les plans de glissement. Lorsque les dislocations se multiplient et agissent les unes sur les autres, leurs déplacements se trouvent de plus en plus limités, jusqu'à la cessation de la déformation plastique : c'est le phénomène de consolidation.

b) La température, par contre, a pour effet d'augmenter la mobilité des dislocations, à cause de l'agitation thermique, et réduire la contrainte de friction du réseau, puisque les cisssions nécessaires pour déplacer les dislocations sont plus faibles. Elle favorise en outre les mécanismes de restauration, par l'annihilation de dislocations de signe opposés. En d'autre terme la température entraîne un adoucissement.

Les effets combinés de la contrainte et de la température ont pour conséquence l'établissement d'un équilibre dynamique entre la consolidation et l'adoucissement. Selon les valeurs respectives de la contrainte et de la température, le matériau adopte soit un comportement viscoélastique, soit un comportement viscoplastique, lequel peut entraîner la rupture du matériau si la contrainte est maintenue suffisamment longtemps [12].

En faisant varier soit la température d'essai, soit le niveau de contrainte. Les résultats ainsi obtenus sont représentés graphiquement à la (figure I.9), qui donne la variation de la déformation en fonction du temps. Pour certaine combinaison «température- contrainte », les courbes de fluage $\varepsilon = f(t)$ présentent clairement trois stades (I, II, III) [12].

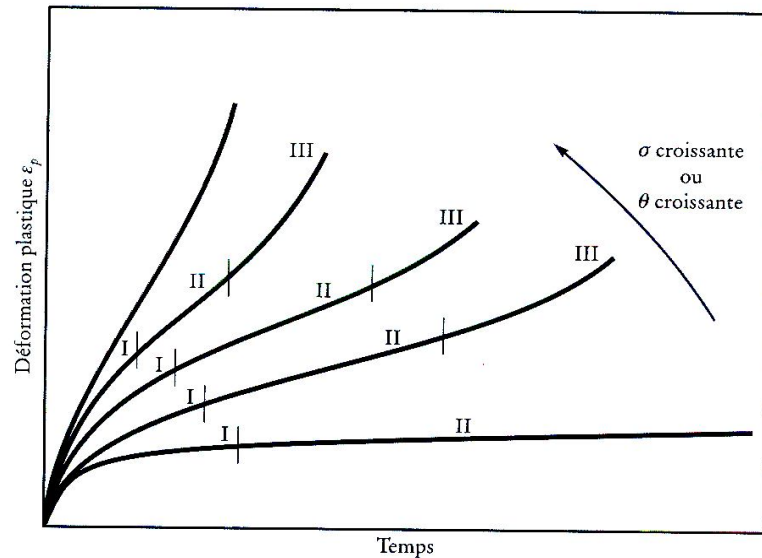


Figure I.9. Courbes de fluage, pour des températures ou des contraintes croissantes [12].

Au cours de fluage primaire, la vitesse de consolidation est plus élevée que la vitesse d'adoucissement, jusqu'au moment où un équilibre dynamique s'établit entre la consolidation et l'adoucissement : on a alors affaire au fluage secondaire, caractérisé par une vitesse de fluage secondaire $(d\varepsilon/dt)_{II}$ constante. La valeur de vitesse est fonction du niveau de contrainte et de température d'essai.

Puisque le mouvement des dislocations entraîne des déplacements irréversibles, le stade du fluage secondaire n'est pas de durée infinie. Apparaît alors bientôt le fluage tertiaire, caractérisé par une accélération de la déformation ($d\varepsilon/dt$ croît avec le temps), jusqu'au moment où la rupture se produit.

I.6.2. Méthodes de détermination de l'énergie d'activation:

I.6.2.1. Généralité:

Une des caractéristiques les plus évidentes de la déformation plastique à haute température est, (nous l'avons déjà mentionné), le fait que la vitesse de déformation est thermiquement activée, c'est-à-dire qu'elle suit une loi d'Arrhenius :

$$\dot{\varepsilon} = \varepsilon_0 \exp - \frac{Q}{RT} \quad (\text{I-20})$$

1.6.2.2. Diagramme $\text{Log } \dot{\epsilon}, \frac{1}{T}$ Méthode isotherme:

C'est la méthode qui découle directement de l'équation (20). On mesure la pente en régime quasi stationnaire de la courbe de fluage $\epsilon = f(t)$ de plusieurs éprouvettes fluées à la même contraintes et à différentes températures et on porte $\text{Log } \dot{\epsilon}$ en fonction de $\frac{1}{T}$ (figure I.10).

$$\text{-Donc à contrainte constante} \quad \left(\frac{d\epsilon}{dt} \right)_{\parallel} = C \exp \left(- \frac{Q}{RT} \right) \quad (\text{I-21})$$

où C paramètre dont la valeur dépend de T [6].

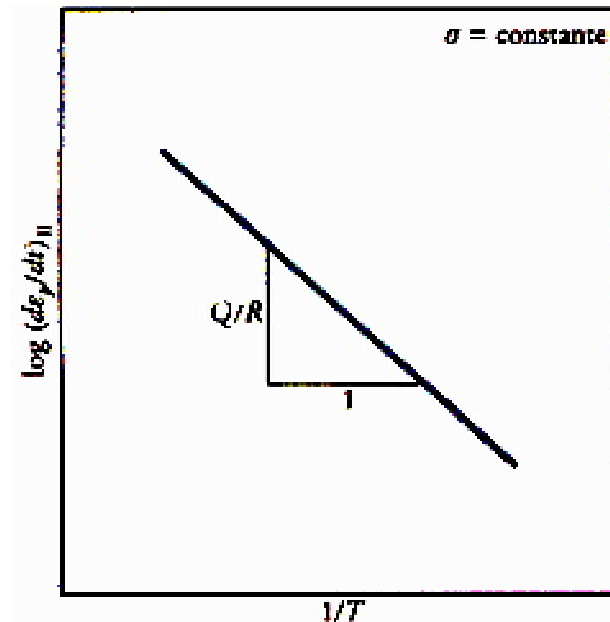


Figure I.10. Influence de la température sur la vitesse de fluage [12].

1.6.2.3. Saut de température :

Cette méthode, très utilisée, a été proposée par Tietz et Dorn (1956) [6] pour éviter la dispersion inhérente au fait d'utiliser des éprouvettes différentes pour chaque expérience à une température donnée ; elle consiste à effectuer des sauts rapides de température sur la même éprouvette (figure I.11). Si la vitesse du fluage était $\dot{\epsilon}_1$, à

la température T_1 elle devient $\dot{\epsilon}_2$ à la température T_2 et d'après l'équation (21) on peut écrire :

$$Q \approx R \frac{\Delta \log \dot{\epsilon}}{\Delta \left(\frac{1}{T} \right)} \quad (I-22)$$

L'avantage de cette méthode est que l'on peut admettre, si le saut de température est rapide, que la structure de l'éprouvette n'a pas changé et donc que l'on mesure l'énergie d'activation à contrainte et structure constante. Toutefois il est très difficile expérimentalement, compte tenu de l'inertie thermique de l'appareillage, d'effectuer des sauts de température très rapides. On ne peut mesurer une valeur de $\dot{\epsilon}$ significatif que lorsque le système s'est remis en équilibre à la nouvelle température et il n'est pas impossible que la structure de l'éprouvette n'ait, elle aussi, le temps de prendre un nouvel équilibre.

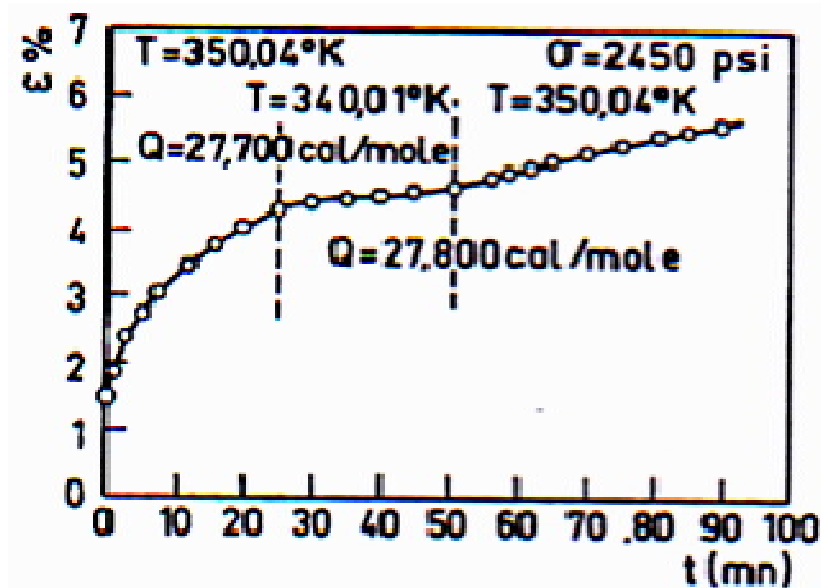


Figure I.11. Méthode de détermination de l'énergie d'activation de fluage de l'aluminium par saut de température [6].

I.6.3. Sensibilité à la contrainte n (relation entre la vitesse de déformation et la contrainte):

Sous chaque contrainte appliquée constante σ , on pourra mesurer à chaque température T , la vitesse de déformation en régime quasi permanent.

On obtient : $\dot{\varepsilon} = f(t)$ à $T = \text{cste}$ et les résultats peuvent avantageusement être reportés sous la forme d'un diagramme $\text{Log } \dot{\varepsilon}, \text{Log } \sigma$. A chaque température correspond une courbe.

D'après la relation $\dot{\varepsilon} = B \sigma^n$, de chaque point de la courbe la pente est :

Que nous appelons sensibilité à la contrainte (figure I.12)

$$n = \left(\frac{\partial \text{Log } \dot{\varepsilon}}{\partial \text{Log } \sigma} \right)_{T = \text{cste}} \quad (\text{I-23})$$

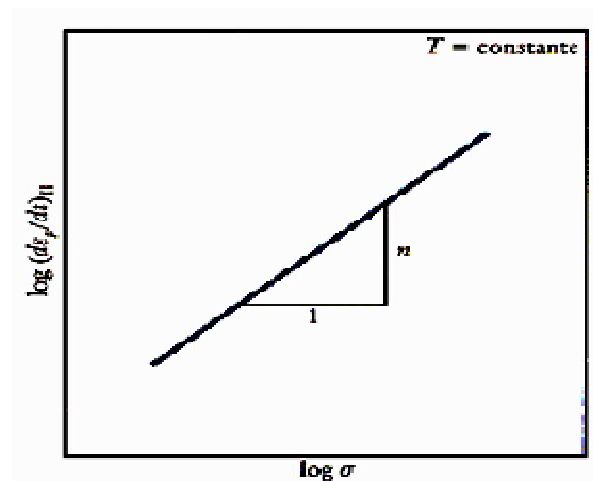


Figure I.12. Influence de la contrainte sur la vitesse de fluage [6].

Un classement des résultats de fluage est souvent établi en fonction de la sensibilité de la vitesse de déformation par rapport à la contrainte appliquée en traçant ces deux variables en représentation logarithmique. Sur un large éventail de contraintes, il apparaît trois domaines décrits par des lois de comportement distinctes :

- À basses contraintes, la majorité des matériaux répond de manière linéaire, ainsi

$$\dot{\varepsilon} \propto \sigma$$

- Aux contraintes intermédiaires, le comportement est décrit par une loi-puissance (dite loi de Norton) $\dot{\varepsilon} \propto \sigma^n$, avec n généralement compris entre 3 et 5.
- A plus fortes contraintes, le matériau suit une loi exponentielle.

Le stade stationnaire de fluage constitue en général une grande partie des courbes de fluage. Il a donc été beaucoup étudié. Comme la vitesse de déformation est en général proportionnelle au coefficient d'auto-diffusion D, il est possible de regrouper sur un même graphique les résultats d'essais réalisés à différentes températures en normant la vitesse de fluage avec D et la contrainte avec le module de cisaillement de chaque température (ou le module d'Young).

Une telle représentation, donnée sur la figure.I.13, permet de balayer un large spectre de vitesse de déformation. La figure a été obtenue d'après divers résultats de fluage menés sur l'aluminium pur rassemblés par Wu et Sherby [13].

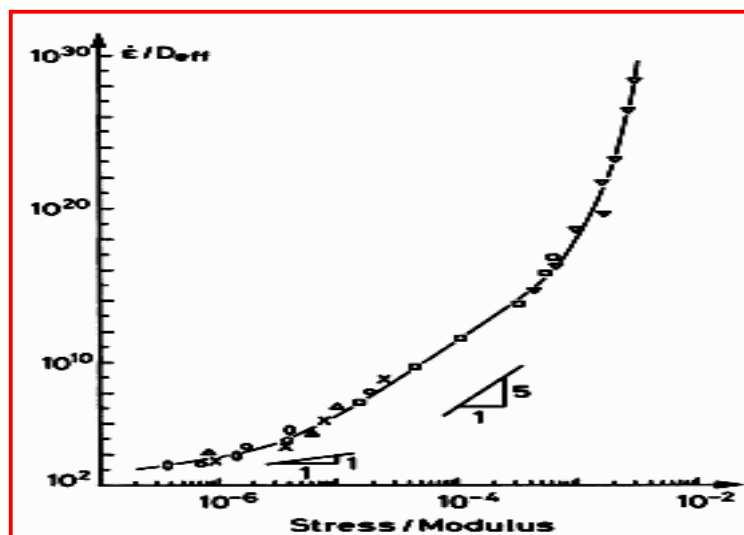


Figure.I.13. Vitesse de déformation stationnaire de l'aluminium sur une large gamme de contrainte, d'après Wu et Sherby, Nabarro 1995 [13]

I.6.4. Relations entre la vitesse de déformation et la microstructure:

I.6.4.1.Généralités:

Nous avons vu que la vitesse de déformation à haute température est très loin d'être uniquement déterminée si on connaît seulement la contrainte en régime permanent et la température et nous avons jusqu'à présent rassemblé sous l'étiquette (structure) tous les facteurs qui influent sur $\dot{\varepsilon}$ et qui sont liés à la nature même et à l'histoire de l'éprouvette.

a) A l'échelle de l'éprouvette :

L'éprouvette peut être constituée d'une ou de plusieurs phases de constitutions chimique ou cristallographique différentes. Ces phases peuvent être réparties de diverses façons dans l'éprouvette :

- on peut avoir des régions juxtaposées formées chacune d'une seule phase homogène. Ces régions peuvent comporter de nombreux grains ou bien être constituées d'un seul grain , la distribution des phases à travers l'éprouvette peut être aléatoire ou bien périodique (eutectiques orientés).
- Le volume des différentes phases peut être comparable, ou bien une phase peut être prédominante (matrice) .Dans ce dernier cas, les phases minoritaires peuvent être distribuées de façons homogène ou hétérogène, aléatoire ou ordonnée.

b) A l'échelle de la phase :

La description de la microstructure est faite en termes de la taille des grains, de leur forme (équiaxes ou allongés) et de leur orientation cristallographique préférentielle éventuelle (texture).

c) A l'échelle du grain :

On s'intéresse alors d'une part au joint de grain lui-même (forte ou faible désorientation –ségrégation d'impuretés- précipitations) et d'autre part à l'intérieur du grain :

Les éléments intragranulaires importants sont essentiellement :

- la nature, la densité et la distribution des dislocations (réseau de Frank, lignes de glissement, parois de polygonisation).
- La nature, la densité et la distribution des obstacles au mouvement des dislocations (précipités cohérents ou incohérents, inclusions, etc.).

Les expériences de fluage et de déformation à vitesse imposé ont fourni une masse impressionnante d'observations et de données essentiellement qualitatives qui sont de peu d'intérêt à l'état brut .Nous tenterons dans cette partie de dégager les points essentiels qui peuvent aider à la compréhension des mécanismes physiques. Nous verrons que la nature des liaisons du cristal (métallique,covalente,ionique ou moléculaire) a peu d'importance lorsqu'on s'intéresse à la microstructure,c'est pourquoi les exemples de ce partie auront aussi bien traité à des cristaux ioniques par exemple qu'a des métaux purs ou à des solutions solides.

Enfin, notons que la microstructure est fonction des paramètres mécaniques $\dot{\varepsilon}$, σ et de la température, tout autant que les paramètres mécaniques sont fonction de la microstructure. Il vaut donc mieux parler de relations entre vitesse ou contrainte et microstructure que d'effet de la microstructure sur $\dot{\varepsilon}$ ou σ .

I.6.4.2. Relations entre les paramètres mécaniques et l'existence de grains :

Les grains sont des cristaux d'orientation différente, séparés par des défauts à deux dimensions : les joints de grain. On peut en général définir pour des grains raisonnablement équiaxes une dimension caractéristique moyenne du grain : la taille de grain D_G . La déformation totale ε_t d'un agrégat polycristallin se compose en général de deux termes :

$$\varepsilon_t = \varepsilon_J + \varepsilon_G \quad (\text{I-22})$$

Le terme ε_J représente la déformation provoquée par le déplacement des grains les uns par rapport aux autres sans déformation de ceux-ci (déformation intergranulaire ou glissement au joints). Le terme ε_G représente la déformation des grains eux-mêmes (déformation intergranulaire).

Il est clair que le terme ε_J sera d'autant plus important que surface totale de joints par unité de volume sera plus importante c'est-à-dire que le grain sera plus fin (D_G faible). La contribution de ε_J à la déformation totale est également plus importante à très haute température [14]. Pour des tailles de grain assez grandes ($D_G \geq 100 \mu\text{m}$) la vitesse de déformation n'est pas sensible à la taille de grain. Ce point a été, en particulier, clairement montré par les expériences de Barret [15] sur des polycristaux de cuivre (figure.I.14).

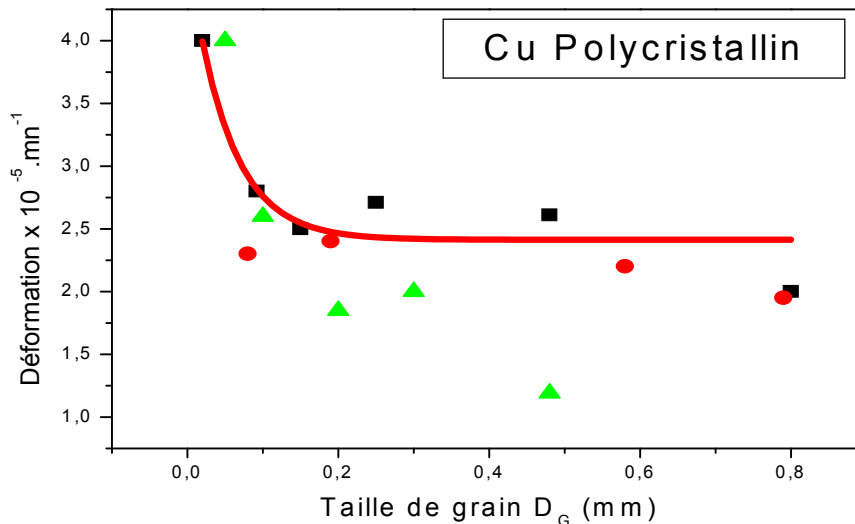


Figure.I.14. Effet de la taille de grain sur la vitesse de fluage [6].

Les lois de fluage $\varepsilon = f(T, \sigma)$ des polycristaux à gros grains ne seront donc pas sensiblement différents, en régime stationnaire, des lois de fluage des monocristaux.

Par contre, pour les polycristaux à grain fin ($D_G < 100\mu\text{m}$), la vitesse de déformation augmente lorsque D_G diminue. Ceci peut être attribué [16] à l'importance relative plus grande que prend le glissement aux joints lorsque D_G diminue. Toutefois la vitesse de glissement des joint dans un polycristal est gouvernée par les processus de déformation à l'intérieur des grains et il n'est pas possible d'obtenir une loi intrinsèque de glissement de joint à partir d'observations sur un polycristal [17].

Ce fait est particulièrement important pour la déformation à haute température des polycristaux à grain très fin par fluage-diffusion et dans le cas de déformation superplastique. Le glissement au joint de grain est obligatoire pour que les déformations des grains voisins soient compatibles et que le polycristal garde sa cohérence. On pourra alors décrire la déformation alternativement comme une déformation par diffusion accommodée par le glissement aux joints accommodé par diffusion. [18].

I.6.4.3. Relations entre les paramètres mécaniques et l'existence de sous-grains:

Le fait que pour des tailles de grain assez grandes la vitesse de déformation en fluage ne dépende plus de la taille de grain, vient de ce que lors du fluage à haute température les grains se fragmentent en sous-grains, blocs faiblement désorientés les

uns par rapport aux autres et séparés par des parois de dislocations ou sous-joints .C'est alors le sous-grain qui devient l'élément de base pour la déformation.

La fragmentation des grains en sous-grains lors de la déformation à haute température est connue depuis longtemps (Jenkins et al [19]) et est identique à la polygonisation par recuit à haute température de cristaux déformés (Guinier et al [20]).Les dislocations se réarrangent par montée en parois de dislocation séparant des blocs ou la densité de dislocation est relativement faible.

Ce phénomène est extrêmement général et on peut dire que lorsque la déformation est contrôlée par la montée des dislocations, elle est toujours accompagnée de la déformation de sous-grains. La sous-structure de polygonisation peut être mise en évidence par les nombreuses techniques, citons simplement ici:

- la microscopie optique en lumière polarisée
- les méthodes de topographie X (Berg-Barrett et Lang)
- la microscope électronique par transmission (TEM)
- la microscopie électronique par balayage (MEB).

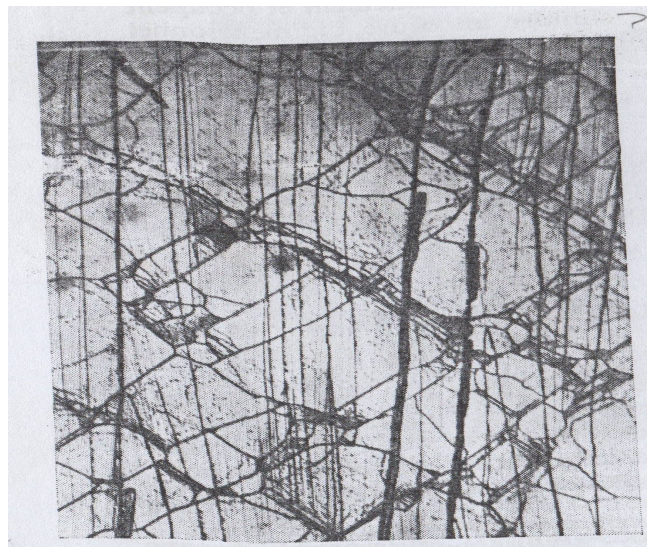


Figure .I.15. Monocristal de NaCl flué en compression ($\sigma = 35 \text{ g/mm}^2, T=680^\circ\text{C}, \varepsilon = 12 \%$, Figure d'attaque $\times 85$ (Photo de J.P.Poirier) [21].

I.6.4.3. Formation de la sous-structure :

a) Formation des sous-grains:

Les nombreuses observations expérimentales sont dans l'ensemble compatibles avec le mécanisme de formation suivant :

- Au début du stade primaire, la déformation s'opère souvent sur un seul système de glissement qui possède l'orientation la plus favorable. Les bandes de glissement de ce système primaire bloquent les dislocations du système secondaire. Celles-ci se réarrangent en parois et on obtient des bandes de sous-grains allongés sur le site des bandes de glissement primaire.
- Lorsque la déformation augmente pendant le stade primaire, le deuxième système de glissement devient de plus en plus actif et donne lui aussi des bandes de glissement discrètes. De plus le glissement du premier système est canalisé dans les sous-grains primitifs. Ce processus conduit à la fragmentation des régions plus larges entre les bandes de sous-grains et à l'égalisation des dimensions. Si on a seulement deux systèmes de glissement actifs, on arrive ainsi à des sous-grains à peu près parallélépipédiques limités par quatre parois a été analysée par microscopie électronique (Clauer et al) [22], ou par des techniques de rayons X [23].

Si la contrainte et la température sont fortes et que la montée est importante, les plans de glissement sont mal définis et on obtient des sous-grains équiaxes. Il en va de même si plus de deux systèmes de glissement sont actifs. Les parois des sous-grains ne sont plus alors de flexion pure ou de torsion pure.

b. Evolution de la sous-structure pendant le régime permanent

La sous-structure se forme pendant le stade primaire ou transitoire de la déformation et l'apparition d'un régime permanent à vitesse de déformation et contrainte constante coïncide toujours avec l'existence d'une sous-structure bien formée et sous-grains dont la taille, comme nous l'avons vu, est caractéristique de la contrainte appliquée. (ceci, bien entendu, n'est vrai que si la déformation fait intervenir la montée des dislocations. Le fluage-diffusion par transport de matière entre les joints de grains). On peut affirmer de façon très générale (Bird et al [24]) que la taille des sous-grains n'évolue plus pendant toute la durée du régime permanent et ne dépend donc pas de la déformation ϵ . De même la densité de dislocations à l'intérieur des sous-grains reste également constante pendant le régime permanent, après avoir décré pendant le stade primaire.

Ces constatations ne permettent cependant pas d'affirmer que sous-structure n'évolue plus et reste figée pendant le régime stationnaire. Tout, au contraire, porte à penser que l'organisation des dislocations en parois de sous-grains et de cellules et un

phénomène dynamique. La sous-structure est, pour ainsi dire, vivante et ne cesse de ce former et de se détruire. Pendant le régime permanent, les processus d'annihilation et de formation sont en équilibre dynamique.

Les expériences de déformation à chaud à vitesse imposée (torsion, filage, etc.) prouvent clairement ce point.. En effet on trouve toujours que les sous-grains restent équiaxes pour des déformations considérable alors même que les grains s'allongent beaucoup (Rossard et al [25]).

I.6.5. Recristallisation pendant la déformation (Recristallisation dynamique) :

Pour les fortes contraintes et vitesses de déformation, ou pour les très grandes déformations, il arrive qu'une recristallisation se produise. Ceci est souvent observé en traction ou torsion à chaud, de même qu'en fluage.

La recristallisation se manifeste sur les courbes $\varepsilon = f(t)$ ou $\sigma = f(t)$ par des phénomènes transitoires qui correspondent en fait au régime primaire de déformation qui s'instaure dans les grains nouvellement formés.

Sur les courbes de fluage, on observe une accélération brusque de la déformation puis la vitesse décroît jusqu'à un nouveau régime permanent (figure.I.16).

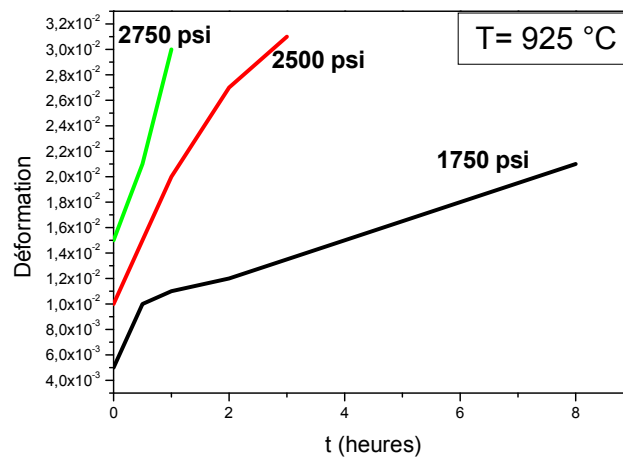


Figure.I.16. Recristallisation dynamique (Accélération du fluage de Nickel pur à 965 ° C [26]).

On voit donc que la restauration dynamique par formation de sous-grains et la recristallisation sont des processus qui dans une large mesure sont mutuellement exclusifs. Ceci se comprend facilement, puisque la force motrice de la recristallisation primaire dérive de l'énergie emmagasinée sous forme de dislocation dans les grains. Si cette énergie est fortement diminuée par le réarrangement des dislocations en parois, la force motrice de la recristallisation s'épuise rapidement et celle-ci ne se

produit pas. Hardwick et al [27], ont fait la revue des cas où l'on observe une recristallisation pendant le fluage, ils ont trouvé que l'on pouvait classer les métaux en deux catégories :

- les métaux qui recristallisent pendant le fluage : Pb, Ni, Cu, Fe γ .
- Les métaux qui ne recristallisent pas mais où la formation des sous-grains est facile et très marquée : Al, Fe α , Zn, Mg, Cd, Sn.

Ils ont également noté que la facilité de polygonisation, donc la difficulté de recristallisation, semble être liée à une forte valeur de l'énergie de faute d'empilement. En effet il est probable que les dislocations faiblement dissociées (forte γ_F) peuvent monter plus facilement que les dislocations fortement dissociées (faible γ_F) et donc que le réarrangement des dislocations en parois peuvent se faire plus facilement et plus vite dans les métaux à forte énergie de faute.

Pour un matériau donné, on peut observer la recristallisation ou la restauration dynamique par polygonisation dans les domaines différents de $\dot{\epsilon}$, σ , T. Glovers et al [18] ont effectué des expériences de torsion à chaud sur le fer Fe α . Ils ont observé que pour des faibles valeurs du paramètre de Zener-Hollomon ($Z < 5 \times 10^{12} \text{ s}^{-1}$) la recristallisation a lieu, accompagnée d'oscillations de contrainte. Par contre pour des valeurs de $Z > 5 \times 10^{12} \text{ s}^{-1}$ on obtient une sous-structure formée de sous-grains bien définis et la courbes ϵ , σ est plate.

I.7. L'endommagement par fluage

I.7.1. Définition de l'endommagement par fluage

L'endommagement de fluage (apparaît à haute température, suffisante pour que la vitesse de fluage sous effort constant (c'est-à-dire la vitesse de déformation) ne diminue jamais au cours du temps. Cela distingue ce type de fluage de celui qui peut exister à basse température, fluage logarithmique dont la vitesse ne cesse de décroître au cours du temps. Pour fixer les idées, cette température de fluage à haute température est, en degrés Kelvin, supérieure à la moitié de la température absolue de fusion.

À ces hautes températures, les phénomènes de diffusion sont actifs. Un matériau contient toujours une certaine proportion de positions atomiques inoccupées, des lacunes. La concentration de lacunes à l'équilibre est fonction exponentielle de la température. Par ailleurs, les lacunes peuvent migrer, et ceci d'autant plus vite que la

température est élevée. Ainsi la diffusion prend-elle place. Lorsque deux lacunes se rencontrent, elles peuvent former une bilacune (figure.I.17) ; avec une troisième, une trilacune et finalement une cavité. La formation des cavités est facilitée par l'existence d'une tension hydrostatique. (On comprend bien effectivement qu'au contraire une pression hydrostatique tend à les faire disparaître.) Sous contrainte de traction, il existe une contrainte hydrostatique, égale au tiers de celle-ci. Dans les conditions de fluage, des cavités sont donc susceptibles de germer, dans la mesure où l'énergie de leur surface est inférieure au travail de la contrainte appliquée au matériau. Elles peuvent le faire beaucoup plus facilement sur les joints de grains. En effet, l'énergie de joint de grain qui disparaît lors de l'apparition de la cavité contribue à augmenter le gain d'énergie résultant de cette formation de cavité. Les cavités qui ont germé sur les joints croissent par diffusion de lacunes le long de ces derniers. Cette croissance intéresse essentiellement les joints qui sont perpendiculaires à la contrainte principale maximale. Ces joints entièrement recouverts de cavités constituent autant de fissures, d'où résulte un endommagement [28].

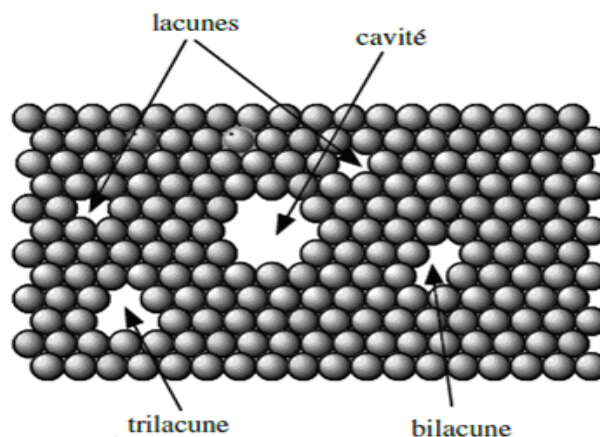


Figure. I.17. Schéma de création d'une cavité par diffusion de lacunes [28].

I.7.2. Combinaisons d'endommagements

La combinaison de sollicitations cycliques et d'un milieu agressif provoque un endommagement de fatigue corrosion. Dans certains cas, il y a simple superposition des deux phénomènes de fatigue et de corrosion sous contrainte. Mais dans d'autres cas, des effets de synergie interviennent et le taux d'endommagement est alors supérieur à l'addition des taux d'endommagement de fatigue pure et de celui de corrosion sous tension pure.

Les sollicitations cycliques à haute température provoquent l'endommagement de fatigue fluage. Les fissures de fatigue se propagent dans un matériau endommagé

par le fluage acquièrent une vitesse plus grande que celle de fatigue pure. La fatigue fluage s'accompagne en général d'interaction avec l'environnement, ce qui complique encore les phénomènes.

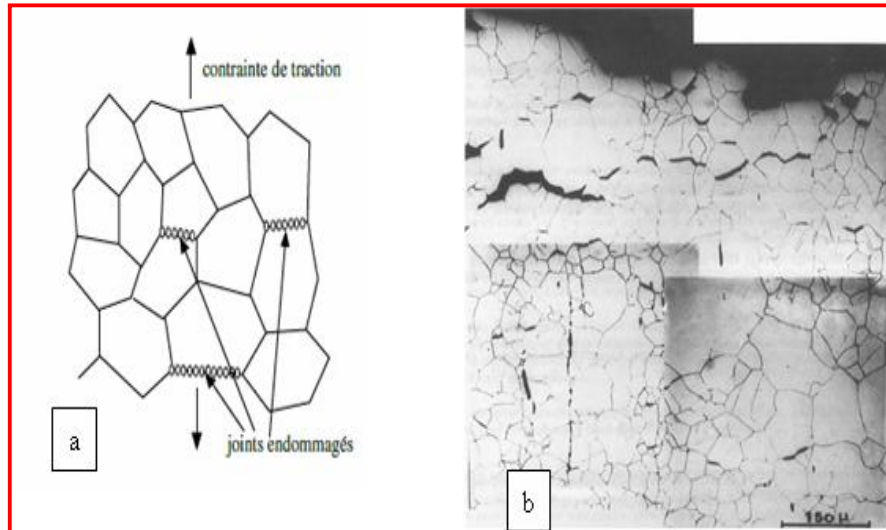


Figure. I.18. Joints de grains endommagés par fluage. Schéma et micrographie d'un acier inoxydable austénitique ayant subi un essai de fluage à 600 °C (avec l'autorisation d'Hermès Science) [28].

I.7.3. Endommagement ductile par cavitation

Soit maintenant un polycristal d'un matériau qui n'est pas susceptible de se cliver, du cuivre par exemple, mais aussi un acier austénitique, ou encore un alliage d'aluminium, tous matériaux CFC. Certains grains ont une orientation telle qu'une famille de leurs plans cristallographiques de glissement est soumise à une forte contrainte de cisaillement. Ils vont se déformer par des glissements et soumettre donc leurs voisins, qui eux restent élastiques, à des contraintes importantes. Ainsi les déformations par glissements vont-elles se propager de proche en proche et bientôt tout le polycristal se déformera plastiquement. À ce stade, aucune nouvelle surface n'a été créée et il n'y a pas d'endommagement. Notons que cette déformation par glissements se fait à volume constant. Cette constatation est de la plus haute importance ; nous aurons souvent l'occasion d'y revenir. De ce fait, une éprouvette qui s'allonge par déformation plastique doit diminuer de section. Aussi la contrainte appliquée, rapport de la force appliquée à la section portante, augmente-t-elle. Il faut que le matériau puisse résister à cette sollicitation croissante. Son écoulement,

résultant de la déformation plastique, lui permet de le faire jusqu'à un certain point car il arrive un moment où la diminution de section l'emporte.

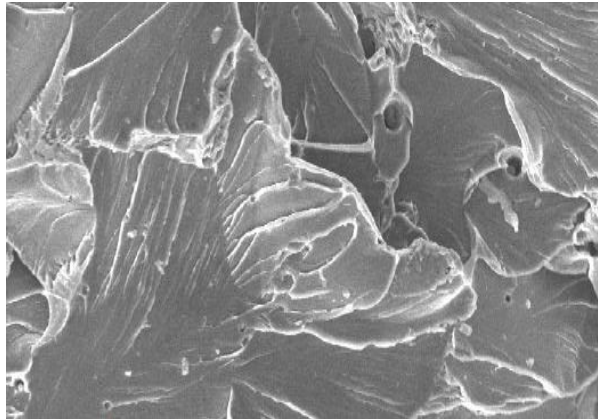


Figure.I.19. Fractographie d'un acier au carbone rompu par clivage. On observe des surfaces de rupture très planes, correspondant à divers grains et des réseaux de rivières qui se développent pour rattraper les désorientations entre grains voisins (cliché Djafari ECP)[28].

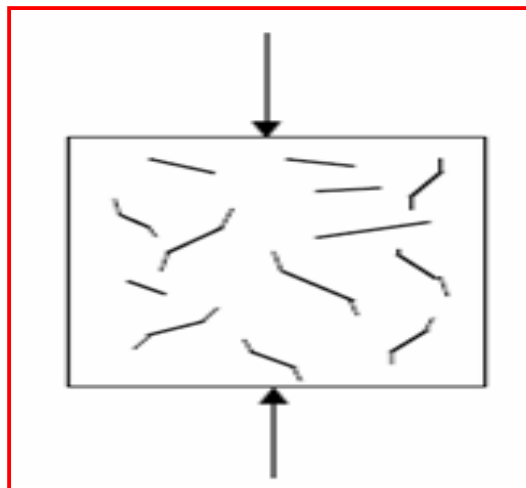


Figure. I.20. Schéma de la fissuration dans un essai de compression sur un matériau cimentaire [28].

La déformation se localise alors dans une partie de l'éprouvette qui s'amincit : il est apparu une striction (figure.I.21) et, si le chargement est à force contrôlée, brutalement la striction devient totale et l'éprouvette se rompt par instabilité plastique. Ce phénomène ne s'accompagne pas d'endommagement.

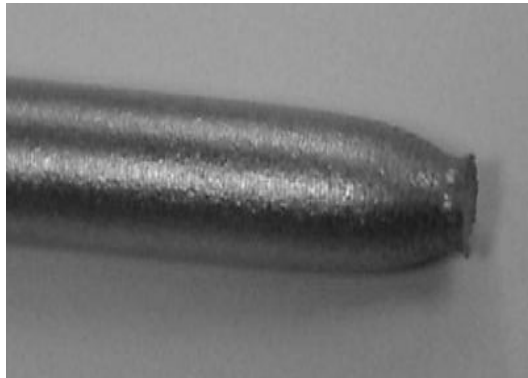


Figure. I.21. Striction d'une éprouvette de traction de 8mm de diamètre [27].

Cependant, dans la plupart des cas, le développement de la striction est interrompu par la rupture de l'éprouvette, avant que la striction ne devienne totale. Afin de comprendre ce qui s'est produit, nous effectuons une coupe de l'éprouvette par son axe, avant que cette rupture ne se soit produite (figure.I.22). En dessous de la surface, nous pouvons observer des cavités, allongées dans le sens de la déformation. Leur taille décroît au fur et à mesure que nous nous éloignons de la surface de rupture.



Figure. I.22. Coupe de la partie strictionnée d'une éprouvette en acier faiblement allié. On observe des cavités au sein de la partie strictionnée. Au centre elles se sont rejointes pour former une fissure (avec l'autorisation d'Hermès Science)[28].

Un examen plus attentif permet d'observer des inclusions dans ces cavités. Une observation complémentaire de la surface de rupture au microscope électronique à balayage (figure.I.23), révèle que cette surface est constituée de la juxtaposition de trous, appelés cupules. Au fond de certaines d'entre elles, nous pouvons voir des inclusions. Les cavités, en réduisant la section portante, constituent bien un endommagement. Nous pouvons chercher à expliquer ce qui s'est passé (figure.I.24).

Les inclusions dans les alliages sont par exemple des oxydes, des sulfures, des nitrures, qui sont très difficiles à déformer plastiquement par des glissements, du fait de leur structure cristallographique défavorable. Au sein d'un alliage qui, lui, se déforme plastiquement par glissements, elles constituent des zones où se concentrent les contraintes. La mécanique des inclusions permet de calculer cet accroissement local.

Suivant la nature des inclusions, et leur concentration, l'endommagement par formation de cavités peut être plus ou moins précoce. Un facteur essentiel est le taux de triaxialité des contraintes, c'est-à-dire le rapport de la contrainte moyenne à la contrainte équivalente, responsable de la déformation plastique. C'est une question que nous examinerons ultérieurement. Il suffit ici de signaler que ce taux de triaxialité des contraintes augmente au voisinage de l'axe de l'éprouvette lorsque la striction se développe. Les conditions sont alors remplies pour que les cavités croissent.

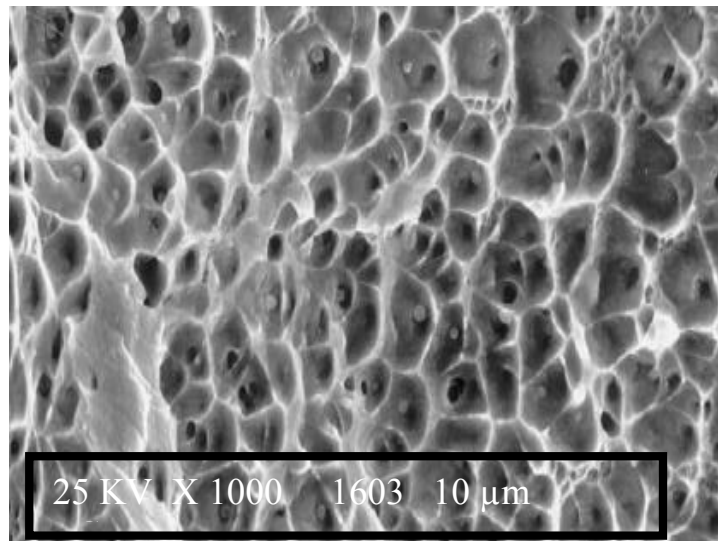


Figure. I.23. Fractographie montrant des cupules et les inclusions qui ont donné naissance aux cavités de rupture ductile (acier faiblement allié) [28].

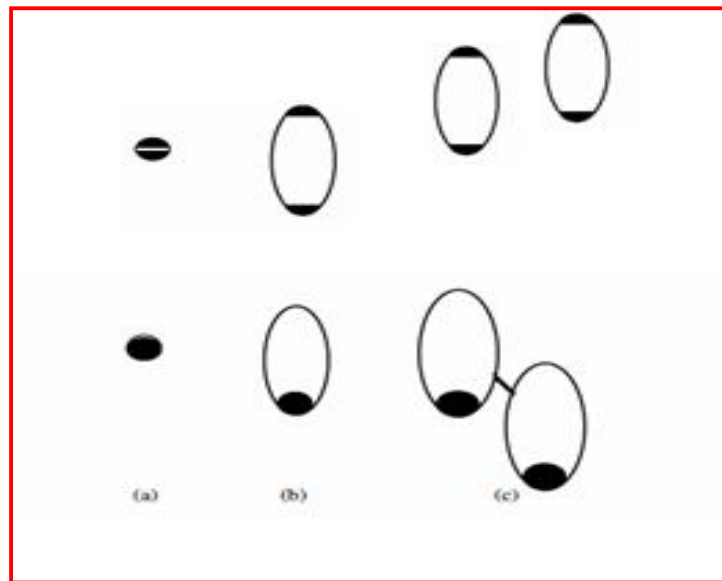


Figure. I.24. Schéma des trois stades de rupture ductile. (a) Naissance des cavités sur des inclusions. En haut, l'inclusion a été clivée ; en bas, l'inclusion a été décollée. (b) Croissance des cavités par déformation plastique de la matrice. (c) Coalescence des cavités. En haut striction des ligaments internes ; en bas coalescence par cisaillement [28].

I.7.7. Différentes Microstructures des métaux lors d'essai de fluage :

Nous présentons ici des micrographes des échantillons flués des différents métaux:

La figure.I.25 représente une demi-coupe polie (jusqu'à l'étape de polissage avec la solution SPM) proche du faciès de rupture d'une éprouvette d'Udimet 720 CR rompue après 90 h de fluage à 650°C sous une contrainte de 800 MPa [2].

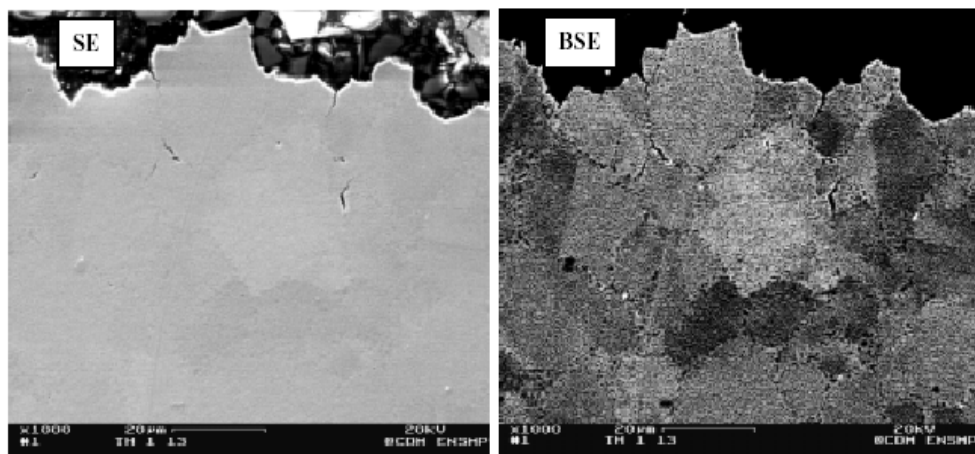


Figure. I.25. Demi-coupe polie proche du faciès de rupture après le fluage de l'Udimet 720 CR, 650°C sous 800 MPa, tr=90 h - MEB : cliché de gauche pris en électrons secondaires (SE) et cliché de droite pris en électrons rétrodiffusés (BSE) [2].

La figure I.26 présente une demi-coupe d'Udimet 720 HS rompue après 4270 h de fluage à 750°C sous 140 MPa, polie cette fois avec une solution SPM. La même zone est observée en SE et BSE.

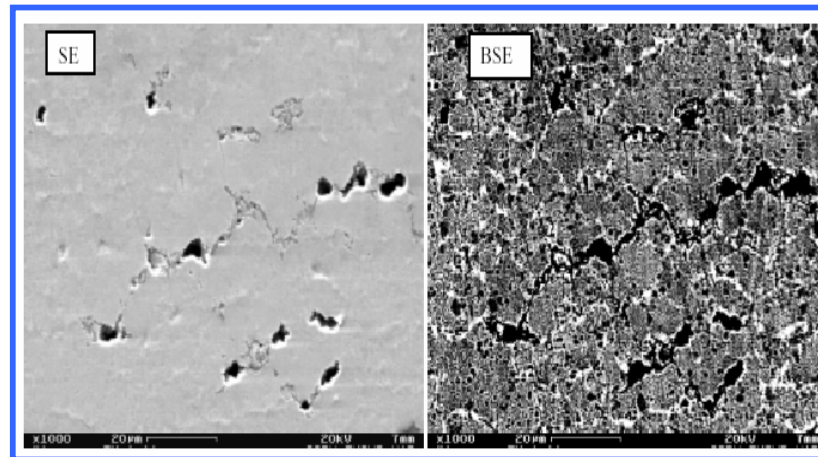


Figure. I.26. Détail d'une demi-coupe polie proche du faciès de rupture au fluage de l'Udimet 720 CR, 750°C sous 140 MPa, $t_r = 5915$ h – MEB[2].

Faciès de rupture en fluage de l'Udimet 720 HS à 750°C, les lèvres de cisaillement sont beaucoup moins marquées qu'à 650°C, comme l'illustre la figure I.27. Il apparaît nettement à plus fort grossissement des particules de poudre, saillantes ou sous forme de cratères sphériques. La finesse de la taille des grains austénitiques ne permet pas de conclure sur le caractère intragranulaire ou interparticulaire de la rupture [2].

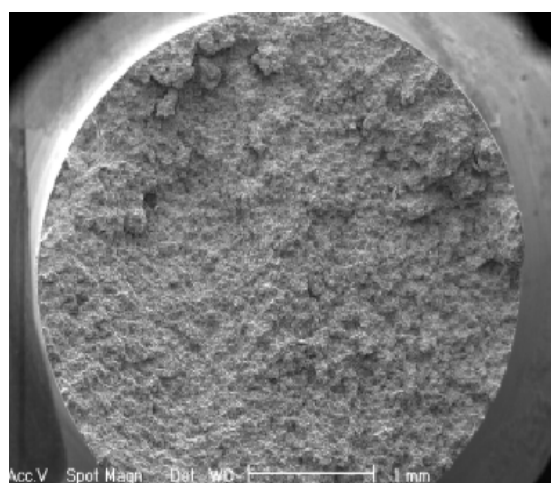


Figure .I.27. Faciès de rupture en fluage de l'Udimet 720 HS à 750°C sous 280 MPa, $t_r=333$ h - MEB à faible grossissement [2]

La densité et la taille des cavités augmentent avec le taux de déformation, figure I.28 sur la partie (a). Pour de plus forts niveaux de déformation, la coalescence provoque une décohésion totale du joint, i.e. une microfissure, figure I.28. Sur la partie (b). Enfin, les microfissures se propagent et coalescent à leur tour, conduisant à la ruine du matériau par fissuration macroscopique, figure I.34 sur la partie (c) [29]

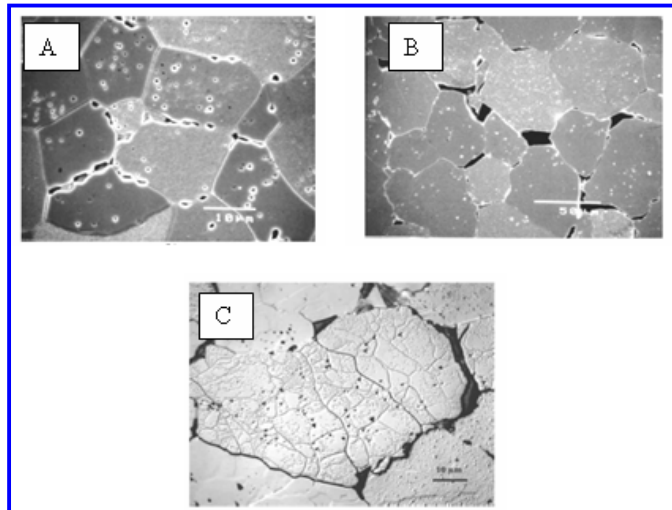


Figure I.28. Microstructures typiques observées au centre des pastilles déformées. a) Après fluage sous 25 MPa à 1 465°C, $\epsilon=2,1\%$, b) Combustible après fluage sous 50 MPa à 1 465°C, $\epsilon=8\%$ et c) Combustible après fluage sous 60 MPa à 1 465°C, $\epsilon=16,4\%$ [29].

La figure I.29 représente l'état microstructurale du fil machine en aluminium $d=9.5$ mm au cours du stade tertiaire (rupture de l'éprouvette) de fluage à 250°C sous 47.78 MPa. La coupe transversale (figure I.29c) et coupe longitudinal [20]

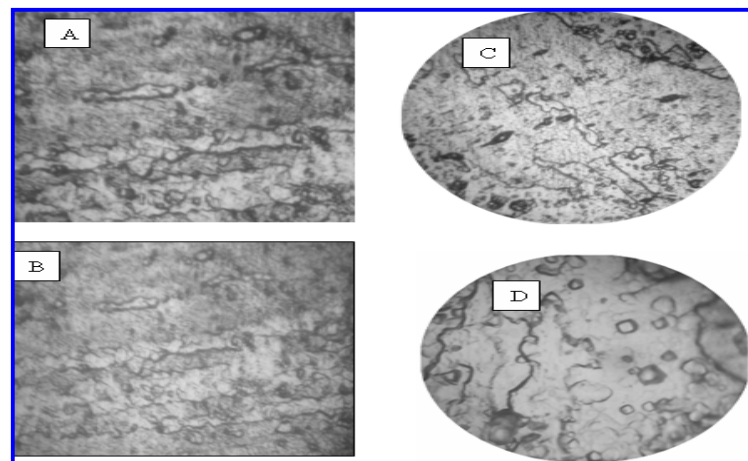


Figure I.29. Evolution de la microstructure du fil machine en aluminium au cours du 3^{ème} stade du fluage à 250°C sous 47,78 MPa .a),b) coupe longitudinal; c),d) coupe transversale [30].

La figure I.30 illustre une fractographie d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction 96.41 % et flué sous 144 MPa à 160 °C, la présence des cupules au centre de la surface avec une présence des cavités de plus en plus rapproché de la limite de la surface fracturée (figure I.30 (a)). Nous remarquons également des fissures qui sont formées par la coalescence de ces cavités à cause de l'effet de l'augmentation de la contrainte de 126 MPa à 144 MPa, responsables de la rupture du fil au troisième stade de fluage. La figure I.30 (b) révèle une microstructure caractérisée par une zone centrale de sa surface marquée par un arrachement matière selon un aspect en forme de cuvette. La morphologie de cette surface de rupture correspondant à un mode d'endommagement ductile [31].

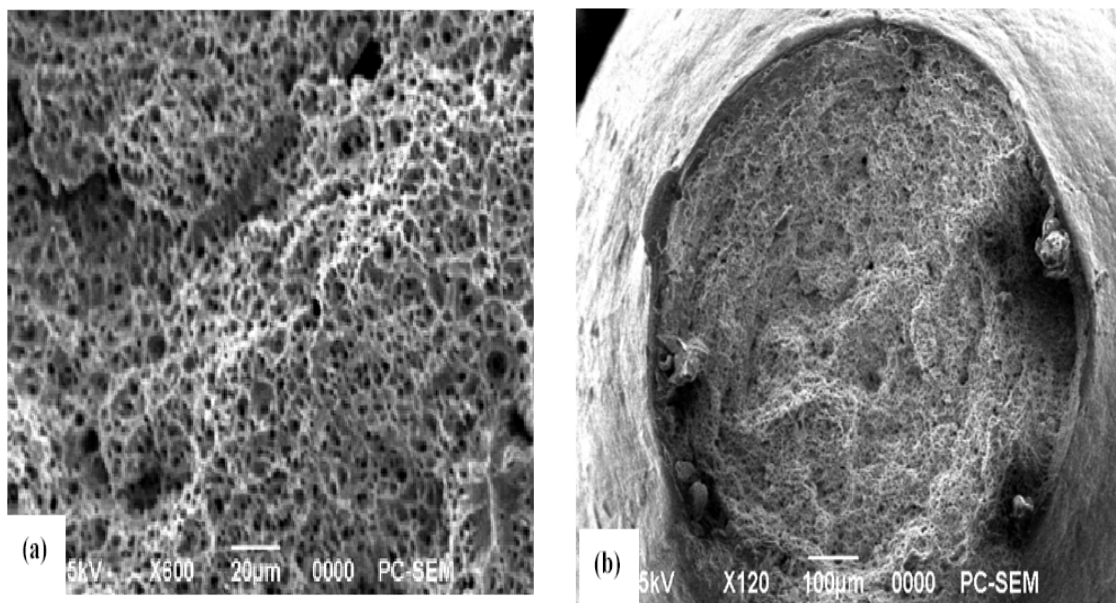


Figure I.30. Fractographies des surfaces fracturées d'un fil d'aluminium tréfilé à taux de réduction 96.41 % et flué sous 144 MPa à 160 °C (a) : fort agrandissement (x600) ; (b) : faible agrandissement (X120) [31].

Les observations par le MEB de la morphologie après rupture des éprouvettes soumis aux différents tests de fluage sont représentées dans les figures I.37 et 38. D'après ces observations, la rupture est de type (cup and cone morphology) et qui correspond à un matériau ductile. Beribeche [32] a constaté que la taille de la section après rupture est plus grande pour le fil tréfilé que les fils tréfilés et recuits (figure I.31).

L'endommagement apparaît sous forme de cavités internes au début du fluage tertiaire. La croissance des cavités conduit à une diminution de la section efficace et

donc à une augmentation de contrainte, la déformation étant une puissance n de la contrainte elle augmente très vite. La figure.I.31 présente les différentes observations au MEB des sections de la zone de rupture des différents fils tréfilés ($\epsilon = 94,94\%$) et qui confirment ce qui a été mentionné précédemment [32].

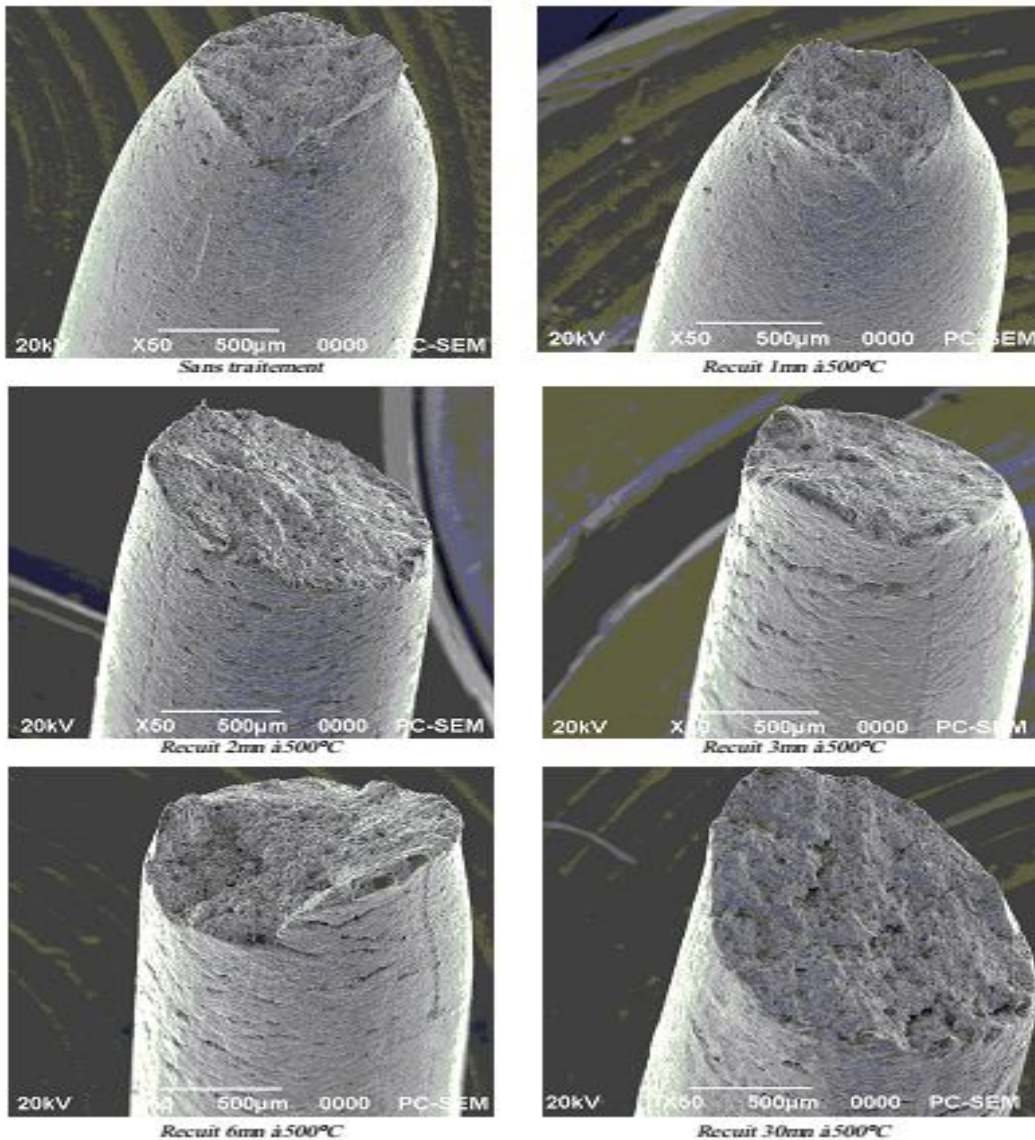


Figure.I.31. Observations au MEB de la section de rupture après fluage des différents fils (vue de profil X 50) [32].

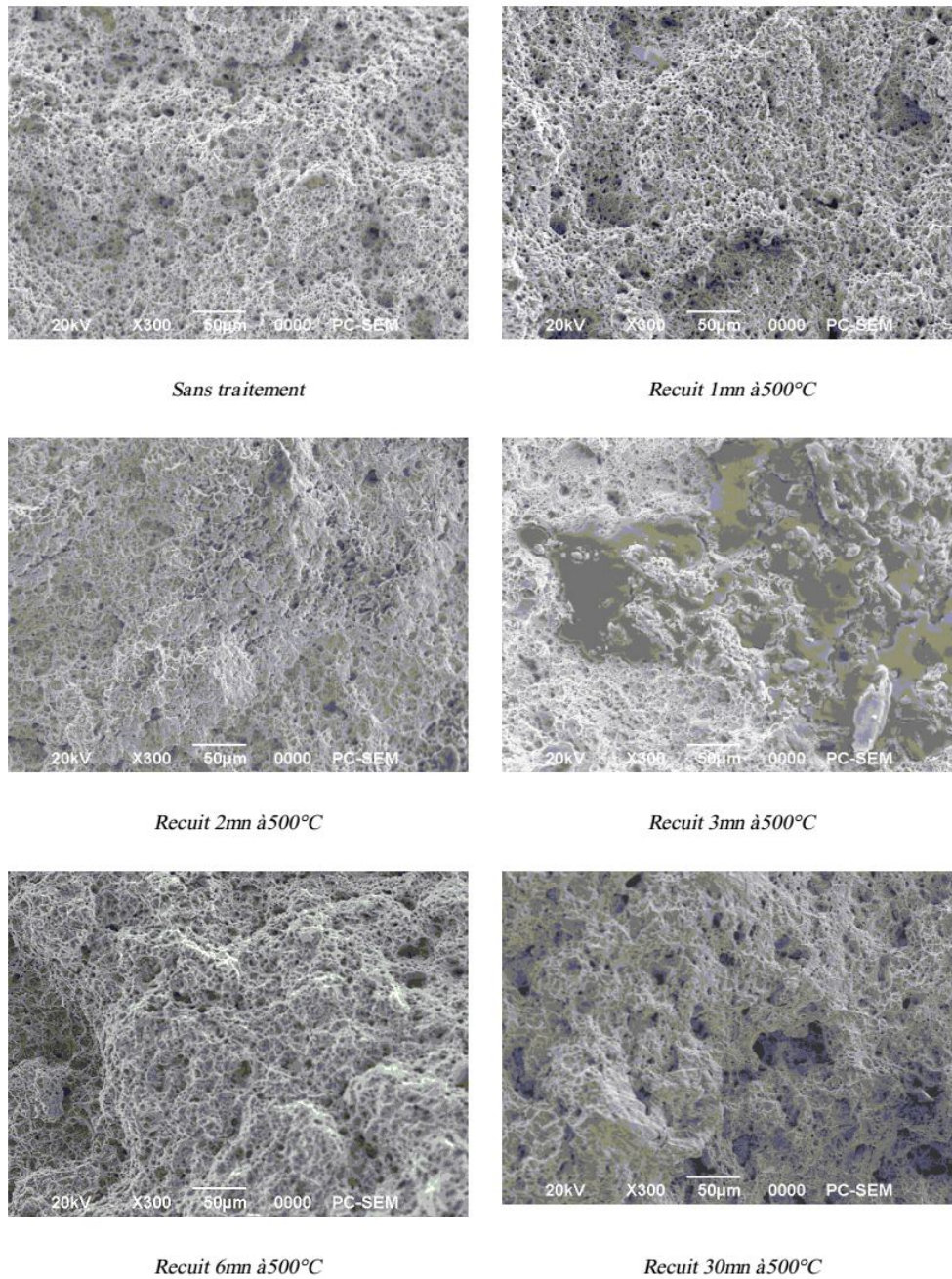


Figure.I.32. Observations au MEB de la section de rupture après fluage des différents fils (cœur du faciès X 300) [32].

Chapitre II :

Fluage de cuivre

II. 1.Introduction :

L'étude des comportements de cuivre lors des essais de fluage est d'un grand intérêt scientifique et industriel. On note que plusieurs travaux scientifiques ont été effectués sur plusieurs matériaux mais peu de travaux ont été publiés sur le comportement au fluage de cuivre.

II.2. Carte d'Ashby de cuivre pur :

On doit noter que la carte d'Ashby représente une référence scientifique pour étudier le comportement du matériau au fluage.

La figure II.1 représente les différents mécanismes de fluage de cuivre pure de diamètre de grain $d=100 \mu\text{m}$.

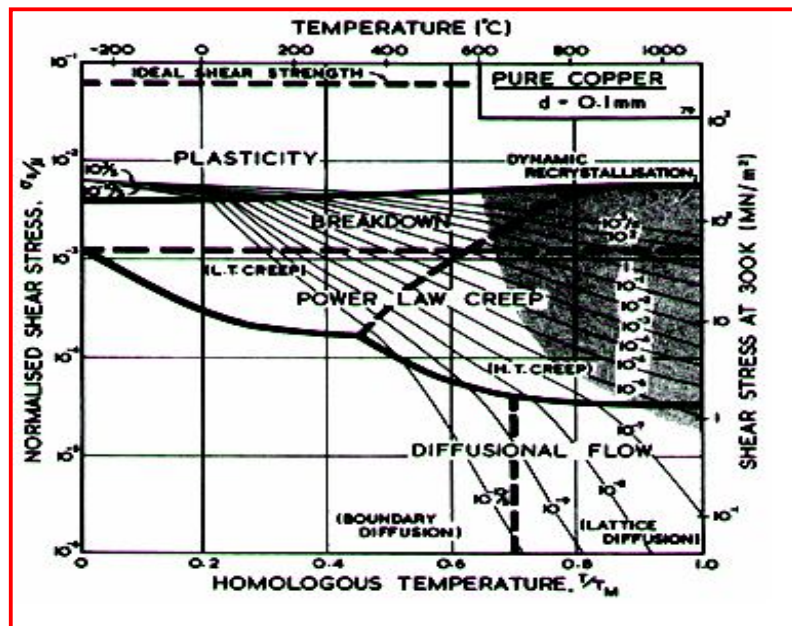


Figure II.1. Carte des mécanismes de déformation dans le cas du cuivre pur de $100 \mu\text{m}$ de taille de grain Frost et Ashby [12].

II.3. Travaux réalisés:

II.3.1. L'influence de la température et de la contrainte :

Ayensu et al. [33] avaient fait des études de fluage sur des fils de cuivre tréfilés et qui sont utilisés comme des lignes de transport de l'électricité à haute tension. L'étude a été réalisée à haute température, et aussi sous l'influence des rayonnements solaires. Le diamètre d'échantillon qui a été caractérisé est $d=2,10 \text{ mm}$ et les tests

de fluage sont effectués aux températures 300,400 et 500 ° C et sous les contraintes 7,08, 14,16 et 21,24 MPa. Cependant, l'objectif était de comprendre le comportement durant le fluage de ces échantillons de cuivre sous des conditions de laboratoire afin de prendre en considération les données lors des processus de fabrication et ceci pour assurer un longue durée de vie.

Les auteurs ont trouvé que la valeur de l'exposant de contrainte n est entre 2.0 à 2.4 (figure.II.2) et l'énergie d'activation Q allant de 61.3 à 63.2 KJ/mole (figure.II3). Ils ont observé que l'exposant de contrainte n diminue avec l'augmentation de la température et l'énergie d'activation diminue avec l'augmentation de la contrainte. Le mécanisme de déformation est attribué au glissement du joint de grain et à l'auto diffusion des atomes de cuivre dans le joint du grain calculé d'après le modèle de Coble dans une rangée de $2.2 \times 10^{-11} \text{ cm}^2/\text{s}^{-1}$ à $2.2 \times 10^{-10} \text{ cm}^2/\text{s}^{-1}$.

D'après cette étude, ils ont montré que la loi de puissance du phénomène de fluage et le mécanisme dominant à des températures intermédiaires (0.3 à $0.7 T_f$, où T_f représente la température absolue du point de fusion) dépendent de l'exposant de contrainte n et l'énergie d'activation de fluage Q .

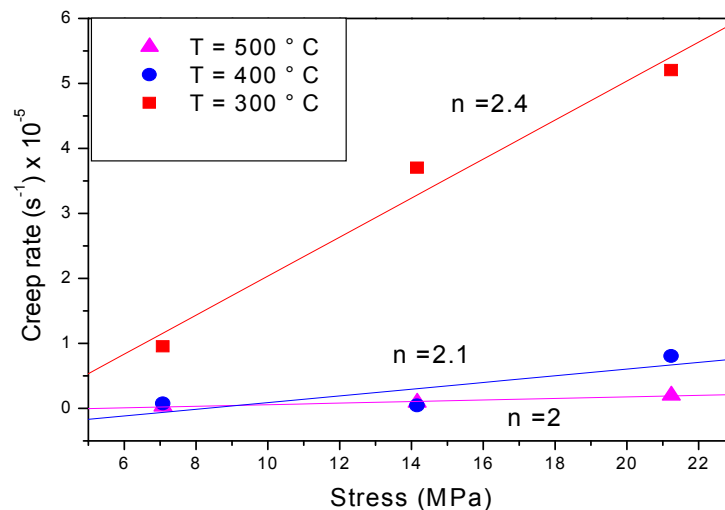


Figure. II.2. Courbe logarithmique de la vitesse de fluage fonction de la contrainte pour températures 300, 400 et 500 ° C [33].

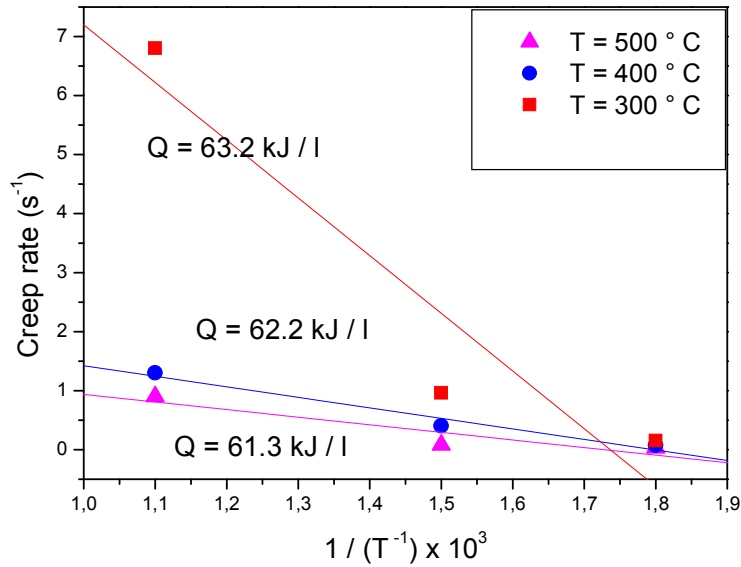


Figure. II.3. Vitesse de déformation en fonction de l'inverse de température pour températures 300, 400 et 500 °C [33].

La sensibilité de la vitesse à la contrainte en fonction de la température est représentée dans la figure.II.4. La figure.II.5 montre la variation de l'énergie d'activation avec la contrainte. La valeur moyenne de la sensibilité de la vitesse à la contrainte est d'environ 2,2, ce qui caractérise de glissement aux joints de grains.

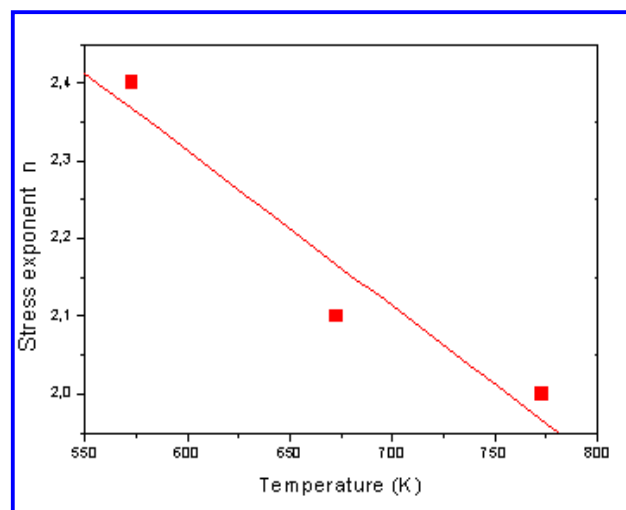


Figure II.4. La sensibilité de la vitesse à la contrainte (n) en fonction de température (K) [33].

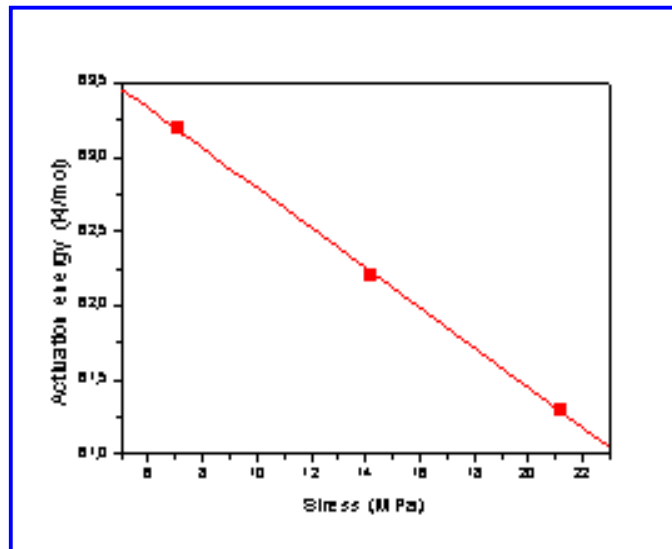


Figure II.5. Courbe d'énergie d'activation en fonction de contrainte [33].

Ayensu et al [21] considèrent que les valeurs de la sensibilité de la vitesse à la contrainte obtenues dans leurs travaux de recherche, qui sont proches de 2, indiquent que le mécanisme de fluage c'est le fluage de dislocation contrôlé par le glissement thermiquement activé. Les auteurs considèrent que les valeurs d'énergie d'activation sont en accord avec d'autres travaux, car, elles sont du même ordre de grandeur que ceux rapportées pour le plomb et, qui a la même structure que le cuivre.

Zikry et Georgy[34] ont effectué des études sur des échantillons de cuivre d'une pureté de 99,99% et d'alliages de composition homogénéisée de zinc en 28% de cuivre, sous la forme de fils tréfilés de section circulaire de diamètre de 1 mm. Ces échantillons ont été préparés avec soin pour essais de fluage et étaient recuit sous vide pendant 2 h à 450°C pour éliminer l'effet de pré-déformation à froid. Des essais de fluage ont ensuite été effectués à des différentes températures 200, 300 et 400°C.

Figures II 6.a-b présentent des séries typiques de courbes de fluage obtenues par ces auteurs. Ces ensembles de courbes sont obtenus pour:

- un cuivre pur testé à 300 ° C et la contrainte varie de 87 à 175 MPa.
- alliage de cuivre Cu -28% Zn testé à 300 ° C et la contrainte appliquée varie de 137 à 300 MPa.

La figure II.7 présente les courbes obtenues à partir de la relation entre le logarithme de la contrainte appliquée et le logarithme de la vitesse de fluage en

régime permanent $\dot{\epsilon}_s$, et ce qui permis aux auteurs de déterminer le paramètre de sensibilité de la vitesse à la contrainte n :

$$n = \left(\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_s}{\partial \ln \sigma} \right)_T \quad (\text{II-1})$$

aux températures d'essai différentes de 200, 300 et 400 °C de a) cuivre pur et b) pour l'alliage de cuivre Cu -28%Zn ils ont obtenues :

a) pour le cuivre pur et à n'importe quelle température la pente m' augmente avec l'augmentation de la contrainte mais le changement de la température de 200 à 400 °C ne modifie pas le paramètre n .

b) pour la solution solide Cu -28 % Zn de la pente n à une température constante est indépendante de la contrainte, et le changement de température de 200 à 400 °C a un effet sur les valeurs de m' considérée comme négligeable.

La figure II.8 illustre le changement de n avec la contrainte appliquée. Il représente une relation importante concernant le paramètre de sensibilité de la vitesse à la contrainte de fluage. La figure II.8a pour le cuivre pur, montre que n augmente régulièrement avec la contrainte à des niveaux inférieurs pour atteindre environ 5 à 100 MPa. Il commence alors à augmenter de façon accélérée à des niveaux plus élevés de contrainte pour atteindre plusieurs ordres de grandeur d'environ 30 à 170 MPa.

A partir de ce travail de recherche sur le cuivre pur et sur la solution solide de cuivre-zinc (Cu-28% Zn) que la valeur du n de paramètre de sensibilité de la vitesse à la contrainte de fluage est indépendante de la contrainte. La variation de la température dans les essais de fluage jusqu'à 400 °C n'a pas changé ce phénomène et son effet sur les valeurs absolues de n est négligeable. Pendant le fluage. Le paramètre de sensibilité de la vitesse à la contrainte est toujours constant malgré le changement de contraintes appliquées.

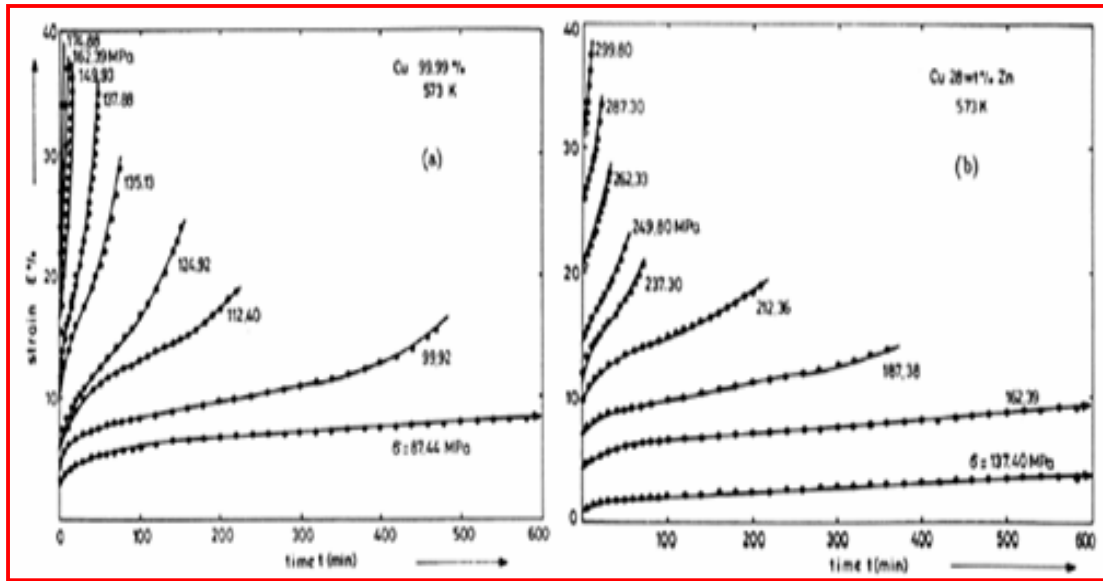


Figure II.6. vitesse de déformation en fonction du temps a) pour le cuivre pur b) alliage de cuivre Cu -28% Zn [34].

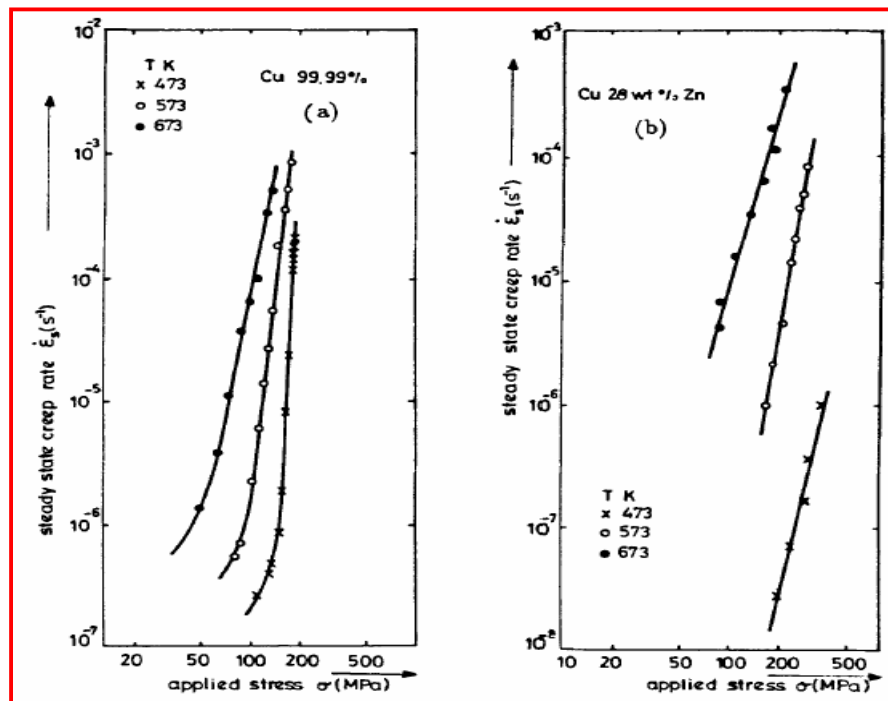


Figure II. 7. Relations entre la vitesse de fluage en régime permanent et la contrainte appliquée: a) pour le cuivre pur, b) pour solution solide Cu -28% Zn[34].

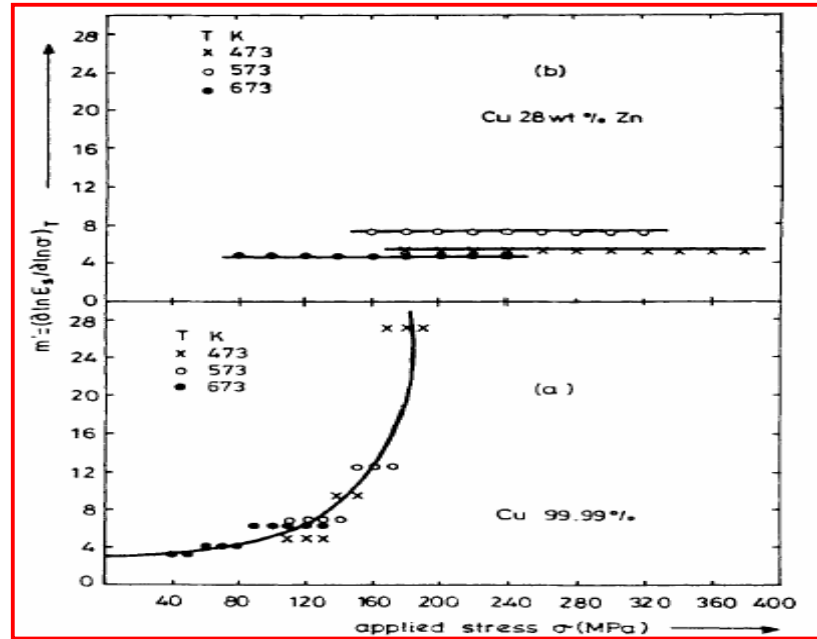


Figure II.8. Dépendance de la sensibilité de la vitesse à la contrainte (m') de la contrainte appliquée: a) pour le cuivre pur; b) pour solution solide Cu -28% Zn [34].

Boumerzoug et Beribeche [35] ont étudié le fluage sur un fil de cuivre tréfilé de composition 99.9 Cu, 0.001Bi, 0.002Sb, 0.002As, 0.005Fe, 0.002Fe, 0.002Ni, 0.005Pb, 0.002Sn, 0.004s, 0.004Zn et 0,073 autres éléments. Ce matériau est réduit par déformation plastique au cours d'un tréfilage à froid. Le taux de réduction choisi dans cette étude est $\epsilon = 85,94\%$.

Les deux types de échantillons ont été testés: les fils tréfilés à froid qui ne sont pas traités thermiquement et les fils traités pour 1 et 10 min à $T = 500^\circ \text{C}$.

Les essais de fluage ont été réalisées dans deux conditions différentes: la première concerne les fils de cuivre tréfilés à froid. Dans ce cas, les contraintes appliquées sont: $\sigma_1 = 185 \text{ MPa}$, $\sigma_2 = 210 \text{ MPa}$, et $\sigma_3 = 236 \text{ MPa}$, à température constante $T = 170^\circ \text{C}$. La deuxième concerne des fils tréfilés à froid sous une contrainte constante $\sigma = 210 \text{ MPa}$ à différentes températures $T_1 = 93^\circ \text{C}$, $T_2 = 170^\circ \text{C}$, $T_3 = 230^\circ \text{C}$ et $T_4 = 275^\circ \text{C}$.

La figure II.9 présente les courbes de déformation de fluage en fonction du temps de fil de cuivre tréfilé, obtenu à différentes contraintes ($\sigma_1 = 185$, $\sigma_2 = 210$ et $\sigma_3 = 236 \text{ MPa}$) et à température constante $T = 170^\circ \text{C}$. Selon ce résultat, il est clair que le temps de la rupture diminue avec l'augmentation de la contrainte appliquée.

La figure II.10 représente l'effet de la température sur le comportement des fils de cuivre tréfilés lors de l'essai de fluage aux différentes températures $T_1=93\text{ °C}$, $T_2=170\text{ °C}$, $T_3=230\text{ °C}$ et $T_4=275\text{ °C}$, et sous contrainte constante $\sigma = 210\text{ MPa}$. Selon ces résultats les auteurs ont trouvé que chaque fois que la température augmente, la déformation augmente aussi.

La figure II.11 présente l'effet du temps de recuit sur le comportement des fils de cuivre tréfilés lors de l'essai de fluage à une température constante $T=240\text{ °C}$ et sous contrainte constante $\sigma = 138\text{ MPa}$. On remarque que lorsque le temps de recuit augmente le temps de rupture diminue.

Boumerzoug et Beribeche ont observé au MEB (figure II.12) la forme de la région de rupture du fil tréfilé qui a été traité thermiquement à 500 °C pendant 10 mn. La zone de rupture a un plus bas diamètre par rapport aux autres régions. Ils ont observé aussi au MEB les microstructures longitudinales et transversales de fil tréfilé de cuivre lors d'essai de fluage à température $T=170\text{ °C}$ et sous contrainte $\sigma = 210\text{ MPa}$ et traité thermiquement à 500 °C pendant 10 min (figure II.13). Ils ont constaté une densité élevée de microfissures près de la région de rupture. Cependant, la section transversale montre une densité des micropores. En conséquence, ils ont déduit que ces micropores et microfissures mènent par la suite à la rupture complète du fil.

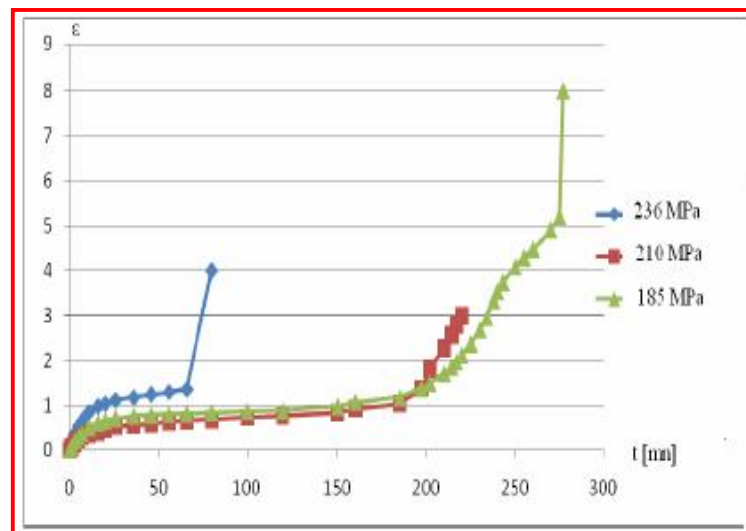


Figure II.9. Les courbes de fluage à la température constante $T=170\text{ °C}$ du fils tréfilés de cuivre ($\epsilon=85.94\%$) sous les contraintes $\sigma_1=185\text{ Mpa}$, $\sigma_2=210\text{ Mpa}$, et $\sigma_3=236\text{ MPa}$ [35].

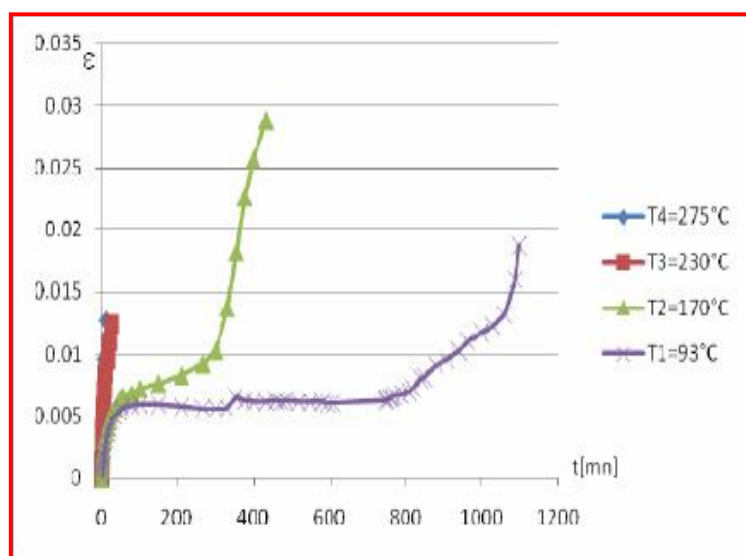


Figure II.10. Les courbes de fluage du fil de cuivre tréfilé au taux de tréfilage $\epsilon = 85.94\%$ à la température ($T_1=93^\circ\text{C}$, $T_2=170^\circ\text{C}$, $T_3=230^\circ\text{C}$ et $T_4=275^\circ\text{C}$) sous contrainte constante $\sigma=210\text{MPa}$ [35].

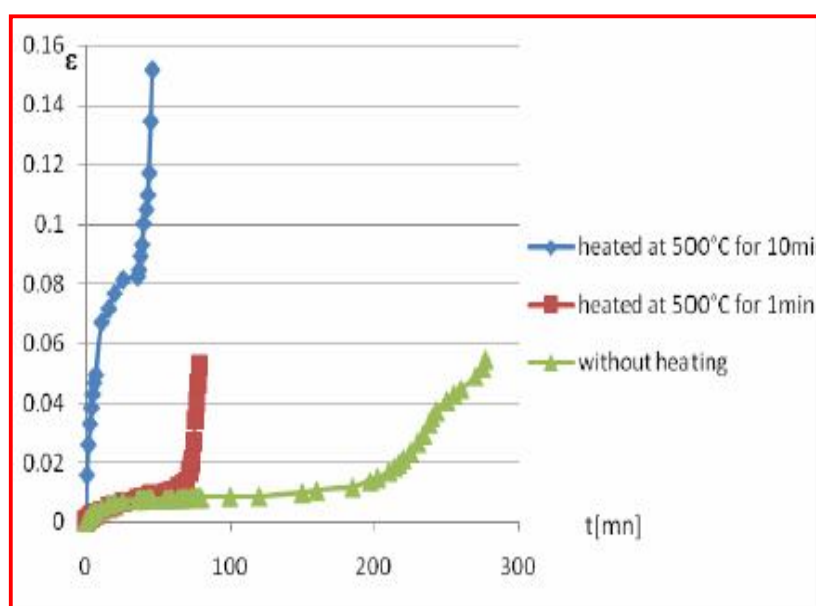


Figure II.11. Les courbes de fluage à la température $T=170^\circ\text{C}$ et sous la contrainte $\sigma = 210\text{ Mpa}$ du fil de cuivre tréfilé au taux de tréfilage $\epsilon=85.94\%$, et traité thermiquement à 500°C pendant 1min et 10min et sans traitement thermique [35].

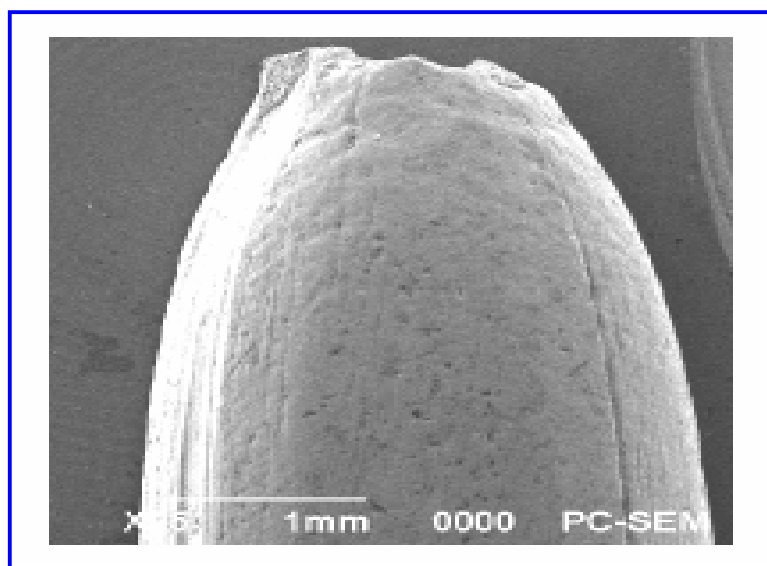


Figure II.12. L'observation par le MEB pour du fil tréfilé de cuivre après l'essai de fluage ($\sigma=210$ MPa à $T=170^{\circ}\text{C}$) qui a été recuit à 500°C pendant la minute 10 (échantillon après la rupture) [35].

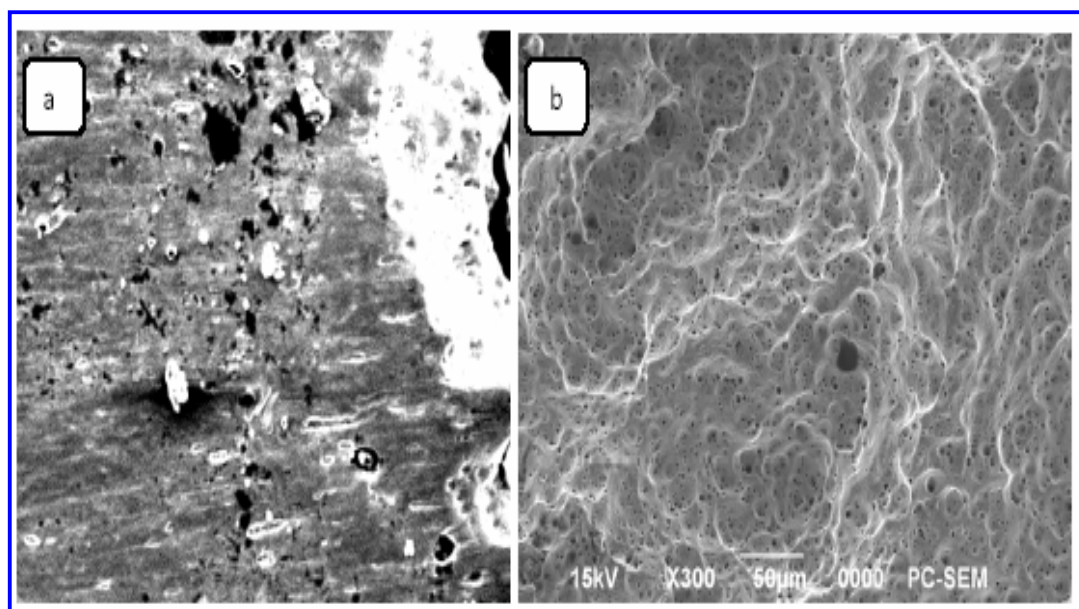


Figure II.13. Microstructure de fil de cuivre tréfilé à froid après l'essai de fluage ($\sigma=210$ MPa à $T=170^{\circ}\text{C}$). (a) coupe longitudinale et (b) coupe transversale [35].

William et al. [36] ont travaillé sur les essais de fluage sur des échantillons de forme d'une barre ronde d'un état recuit de cuivre à haut-conductivité (OFHC) contenant 99,99% de cuivre déterminé par une analyse chimique, et le diamètre de grain moyen $d=0,025$ mm. Les essais de fluage sont effectués aux différentes températures 43, 121 et 148 °C. Ils ont observé des micro-fissures durant les tests de fluage qui conduisent à la fracture du matériau. La figure.II.14 montre ces éprouvettes de cuivre après fluage et comment la forme de la zone de rupture change avec la température de l'essai. D'autre part, la figure.II.15 montre les microstructures de différentes éprouvettes après les essais de fluage. Ces figures montrent les microfissures observées par William et al [24].

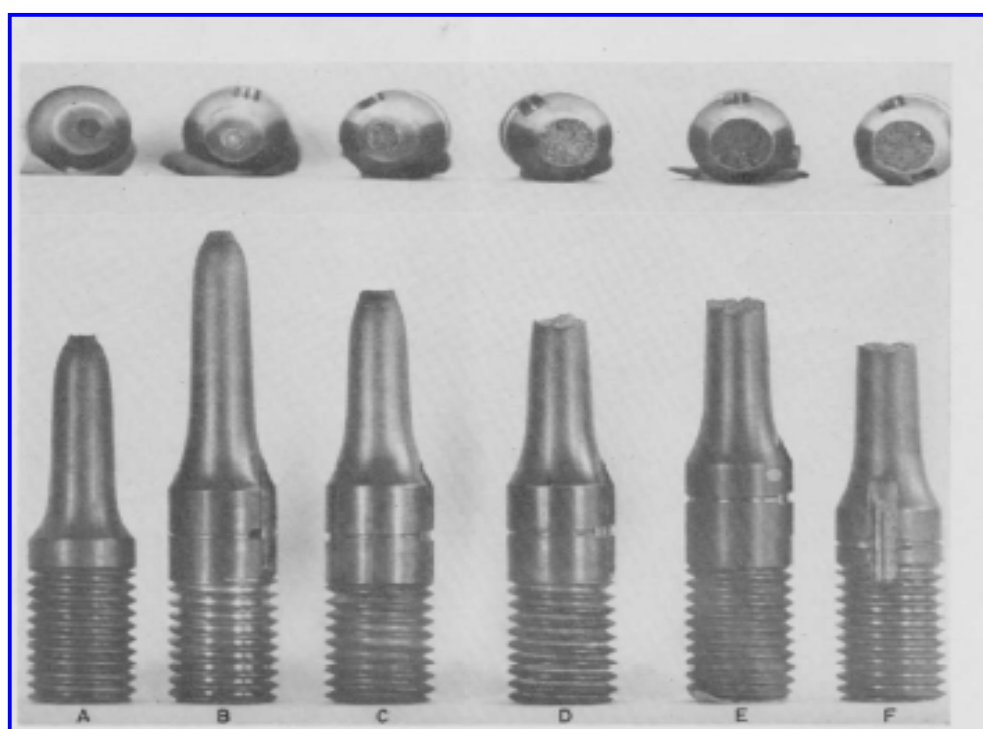


Figure. II. 14.Échantillons après fracturation à différentes températures taux final [36].

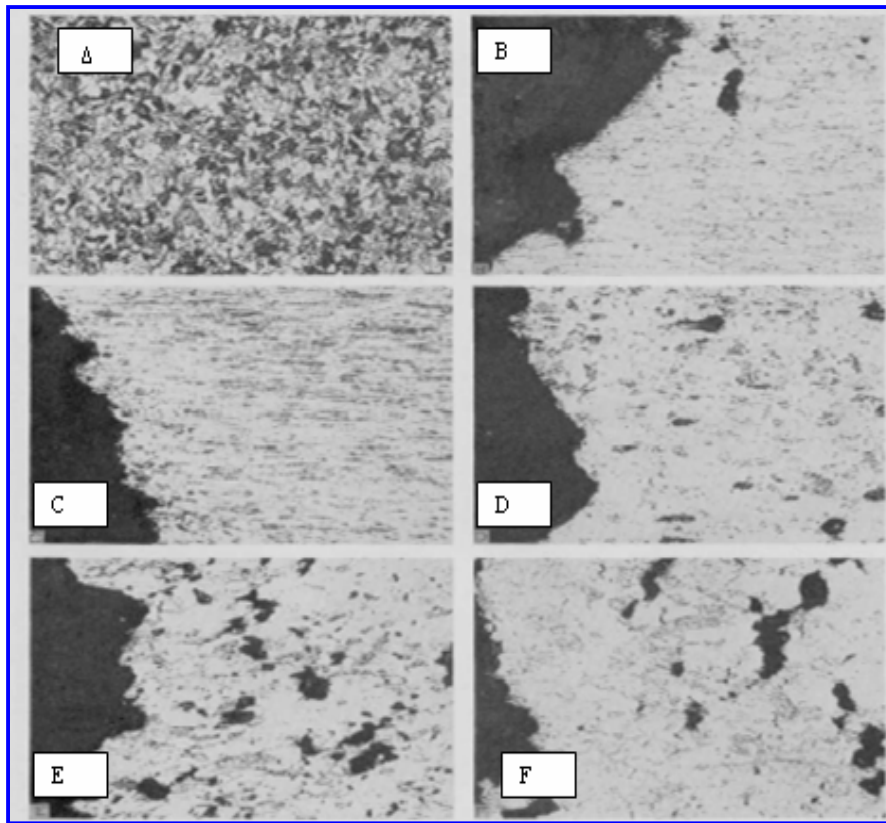


Figure. II.15. la taille des grains de cuivre recuit et structures à la rupture des échantillons testés à différentes températures [36].

II.3.2. L'influence de pré-déformation :

Zbigniew et Kowalewski [37] ont faits les tests du fluage sur le cuivre pur aux températures 250 ° C et 300 ° C. Ces essais ont été réalisés pour le cuivre à l'état de prédéformation plastique à la température ambiante. Dans le cas du cuivre prédéformé des valeurs de 2,5 %, 5,0 %, 7,5 % et 10 % ont été sélectionnés dans les tests à 250 ° C, tandis que les tests à 300 ° C ont été réalisés pour des éprouvettes ayant une réduction allant jusqu'à 5 % et 10 %.

Les résultats expérimentaux pour le cuivre sont présentés dans les figures. II.16 (a), (b) respectivement. Il a été montré que la vitesse minimale de déformation par fluage et l'allongement diminuent lorsque la pré-déformation plastique augmente.

Tel type de réponse est proportionnelle à la pré-déformation plastique uniquement jusqu'à $\epsilon = 5\%$ dans le cas du cuivre. Une augmentation de déformation préalable a conduit à l'augmentation de la vitesse de fluage pour le cuivre.

La pré-déformation modifie également la durée des stades de fluage typiques de cuivre testé. La durée de fluage primaire diminue, en pratique, indépendamment au taux de déformation plastique préalable. Dans le cas de cuivre pur la durée du stade secondaire diminue, quand la pré-déformation plastique augmente.

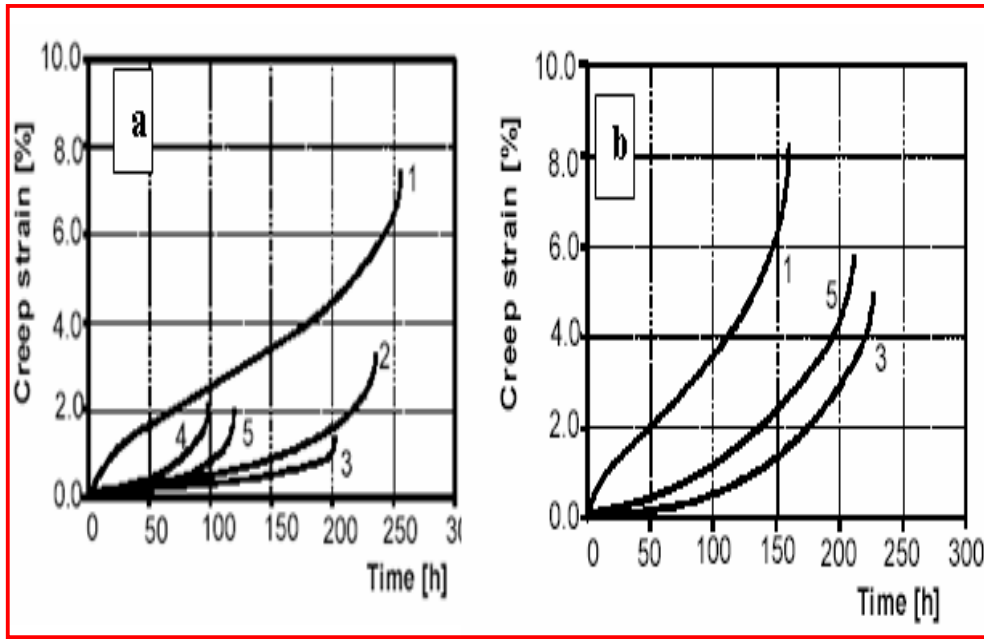


Figure II.16. Courbe de fluage de cuivre pur à : a) 70 et $T = 523\text{ K}$; b) 45 et $T = 523\text{ K}$ (1-matériau reçue à l'état ; 2, 3, 4,5- matériau pré-déformé jusqu'à 2.5, 5.0, 7.5, 0.0%, respectivement [37]).

Les principaux résultats de Zbigniew et Kowalewski [37] sont:

1. La résistance au fluage en traction est généralement augmentée par une prédéformation plastique, et qui a été exprimée par une diminution significative de la vitesse de fluage. Cependant, l'effet de la déformation, sur les deux matériaux examinés, n'est pas proportionnelle à l'augmentation de la pré-déformation.
2. Les résultats démontrent que le processus de rupture par fluage peut être modifié par un travail à froid préalable. Dans le cas du cuivre testé, sa durée de vie lors du fluage dépend de la température.
3. La valeur de la déformation par fluage pour les deux températures considérées a été nettement réduite, à cause de faibles valeurs de la pré-déformation.
4. L'allongement des éprouvettes testées diminue proportionnellement avec l'augmentation de la pré-déformation.

Wilshire et Battenbough [38] ont étudié les essais de fluage sur un cuivre à haute conductivité cuivre (99,95%, Cu) et qui a été fourni sous la forme de barres tréfilés à froid, de 10 mm de diamètre à partir desquelles des éprouvettes cylindriques ont été usinées d'une longueur de 25,4 mm et un diamètre de 4 mm. Ces échantillons ont été recuits sous un vide de 10^{-4} Pa pendant 1 heure à 700 ° C pour obtenir un diamètre moyen des grains de 40 μ m.

Donc ils ont réalisé des essais du fluage à 413, 450 et 550 ° C, c'est-à-dire au-dessous de la température du recuit qui est de 660 ° C. Les essais de fluage ont été achevés dans l'air utilisant :

(a) Une vraie contrainte constante de la machine avec un chargement de levier d'un rapport 10:1 pour les contraintes de 10 MPa et plus.

(b) Une charge machine constante sans chargement des leviers, mais avec des cellules de charge linéaires pour une contraintes de vérification des essais à 10 MPa et moins.

A partir d'une étude microstructurale, ils trouvèrent que, la rupture se produit systématiquement par cavitation, avec les observations suivantes :

a- Les cavités sont isolées aux joints de grains, leur volume croit lentement au stade primaire du fluage pour les deux valeurs de $n=1$, et $n=4,5$ (figure II.17).

b- Les cavités se forment préférentiellement près des surfaces d'échantillon (figure II.19 (a) et (b)), avec diminution du nombre de cavités et de fissures de la surface vers le centre (figure II.19(c)), ils suggèrent que les cavités nucléés préférentiellement à petites particules d'oxyde créées par la pénétration de l'oxygène le long des joints de grains lors de fluage.

c- Le taux des cavités augmente avec l'augmentation de la déformation par fluage, éventuellement formant une facette de grain unique fissurée à partir de laquelle se produit des large fissures à plusieurs facettes du grain dans des endroits variés le long de la longueur de jauge des éprouvettes fracturés (Figure II.19(c)).

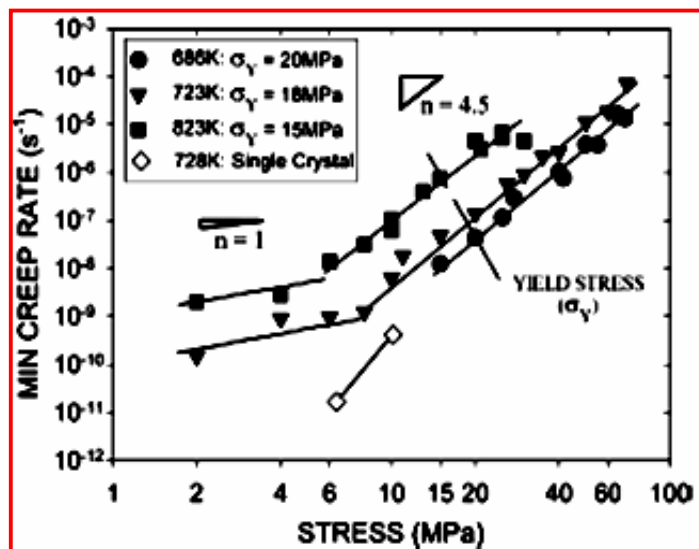


Figure II.17. La dépendance du vitesse minimum de fluage en fonction de la contrainte, à 413-550 ° C pour le cuivre polycristallin, montrant également les vitesses enregistrés pour les monocristaux de cuivre à 450 ° C [38].

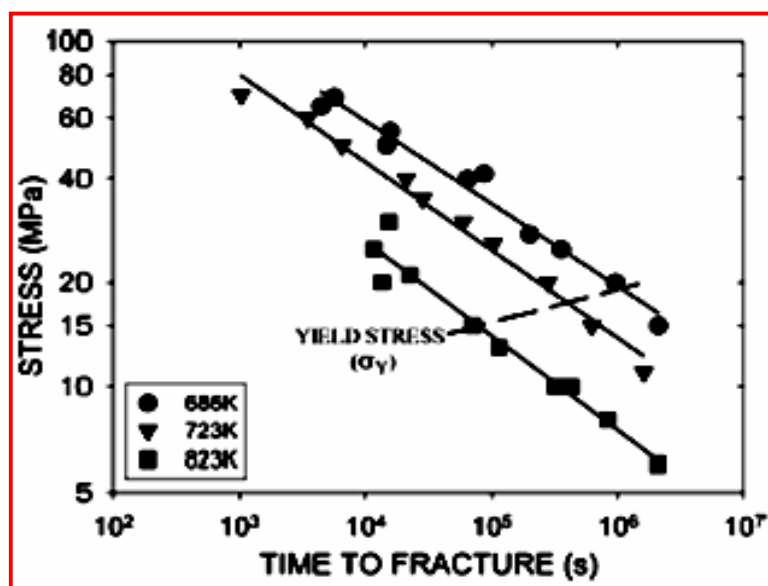


Figure II.18. Dépendance de contrainte avec le temps de rupture de cuivre polycristallin. à 413-550 ° C [38].

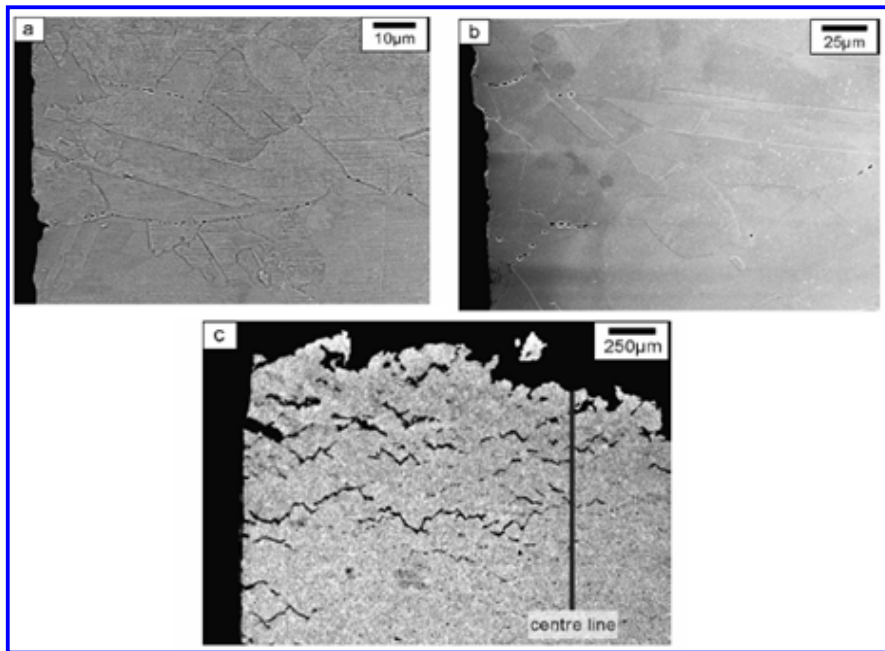


Figure II.19. Les cavités des joints de grains présentes dans le cuivre polycristallin en aire pour des tests interrompus pendant les stades primaire (a) : à 2 MPa et 450 ° C quand $n = 1$ et (b) : à 25 MPa et 550 ° C quand $n = 4.5$, tandis que (c) : montre que la cavité et la fissure se développent dans l'échantillon testé à 50 MPa et 413 ° C pour $n = 4.5$ [38].

II.3.3. L'influence de la taille de grain :

Al-Ganainy et al [39] ont étudié l'alliage de cuivre (Cu -2% Sn), cet alliage présente une combinaison de conductivité thermique élevée et une excellente résistance mécanique. Les courbes de fluage isothermes de Cu- 2 %Sn ont été obtenues dans la région de solution solide à des températures de 300, 350, 400 et 450 ° C, sous contraintes constants de 64 MPa jusqu'à 111 MPa. Avec ses traitements thermiques les échantillons ont des tailles de grains 18, 42,79 et 118 μm respectivement.

-Résultats et les observations expérimentales

Les courbes qui représentent la fonction (déformation-temps) sont effectuées sous contraintes appliquées constantes de 64 à 111MPa, à la température 450 ° C pour les échantillons du diamètre de grain 79 μm qui est représenté sur la figure.II.20a. La dépendance sur le diamètre des grains et la température sont représentés sur les figures.II.20b et c.

- Stade de fluage transitoire

Le fluage transitoire est décrit par l'équation (II-1).

$$\mathcal{E}_{tr} = \beta t^m \quad (\text{II-1})$$

Où ε_{tr} et t sont la déformation du fluage transitoire, et le temps, β et m sont des constantes en fonction des conditions expérimentaux. Les pentes de ces droites donnent les valeurs des l'exposant du temps transitoire du fluage. La dépendance linéaire de m et l'inverse de la contrainte appliquée ($1/\sigma$) aux différentes températures constantes, cela est illustré sur la figure.II.26. Il est clair d'après la figure.II.21, que $m = 3$, alors les auteurs ont trouvé que m a diminué avec l'augmentation à la fois de la température et de la contrainte appliquée. Le paramètre de fluage transitoire β du alliage Cu -2 Sn augmente avec la contrainte σ (figure. II.21) et la température T (figure.II.27a), ses valeurs comprises entre 6×10^{-4} et 67×10^{-4} . La dépendance de la température et les valeurs β pour toutes contraintes appliquée sera de la forme de type Arrhenius :

$$\beta = \beta_0 e^{-Q/RT} \quad (\text{II-2})$$

L'énergie d'activation de fluage transitoire Q_{tr} est calculée à partir des pentes de la droite les lignes de la figure.II.22a, ses valeurs comprises entre 23 et 37,7 kJ / mol. Al-Ganainy et al ont tracé l'énergie d'activation en fonction de la contrainte appliquée σ (figure.II.22b). Il est bien clair que Q_{tr} augmente rapidement avec la contrainte appliquée jusqu'à 88 MPa, pour les contraintes plus élevées Q_{tr} devient constant.

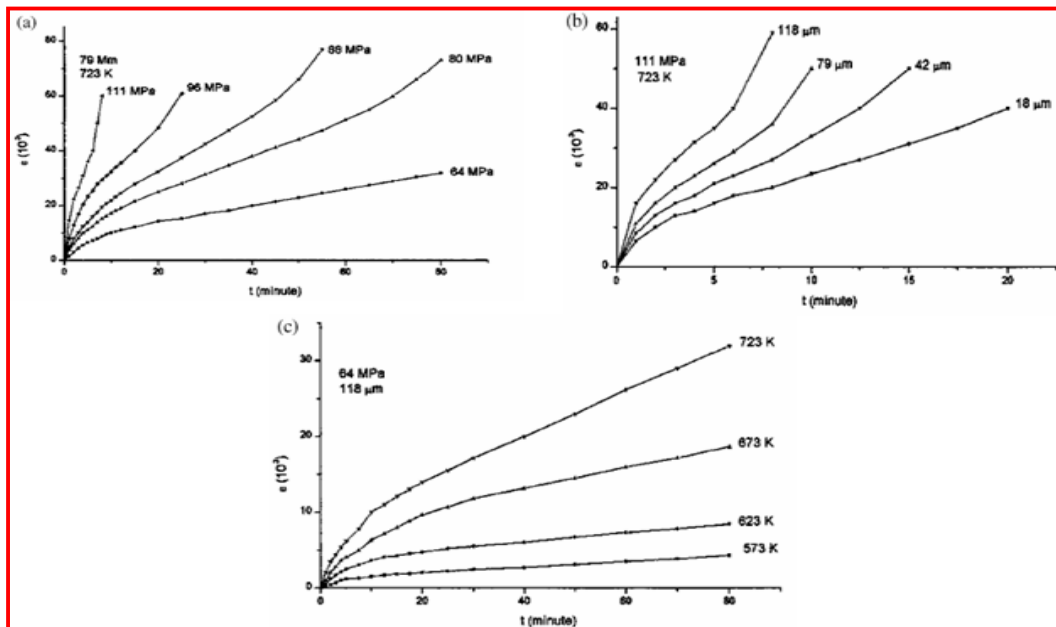


Figure.II. 20. Courbes de fluage représentatifs pour le fil de Cu-2% Sn : (a) avec diamètre de grain $79 \mu\text{m}$ à 450°C sous différentes appliquée contraintes. (b) Au 450°C sous une contrainte appliquée de 111 MPa pour différents diamètres de grain. (c) avec un diamètre de grain $118 \mu\text{m}$ sous une contrainte appliquée de 64 MPa à des températures de déformation différents [39].

- Stade état stationnaire :

La vitesse de fluage stationnaire $\dot{\epsilon} = \partial\epsilon / \partial t$ est obtenue dans la même gamme de température (300-450 ° C). La dépendance linéaire entre la vitesse de fluage stationnaire et la taille de grain pour les échantillons à 350 ° C, sous différentes contraintes appliquées est présentée dans la figure.II.23. La vitesse de déformation ϵ^* augmente avec l'augmentation de la température T et la taille de grain d voir (figure.II.23). La formule empirique de la dépendance de ϵ^* et la taille de grain d est exprimée par Petch [17].

$$\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon}_0 + bd \quad (\text{II-3})$$

Où ϵ^*_0 et b sont des constantes en fonction de la condition expérimentale. La dépendance de contrainte σ et de ϵ^* pour tous les échantillons de différents diamètres des grains, à une température quelconque est vérifiée par l'équation suivante :

$$\dot{\epsilon} = C \sigma^m \quad (\text{II-4})$$

Où C est une constante qui dépend des conditions de l'essai de fluage et m est l'exposant de la contrainte ($m = (\partial \ln \dot{\epsilon} / \partial \ln \sigma)$), c'est bien clair que la relation entre ($\ln \epsilon^*$) et ($\ln \sigma$) aux différents diamètres de grain à température constante $T = 300$ ° C comme indiqué dans l'exemple représentatif de la figure.II.24a. Selon la figure.II.24b, les auteurs ont tracé la valeur moyenne de l'exposant m en fonction de la température, ils ont trouvé que cette dépendance est une équation empirique de la forme:

$$(\text{II-5})$$

$$m = 0.655 + 45 \times 10^{-4} T$$

L'énergie d'activation du fluage de l'alliage de cuivre (Cu-2% Sn) de certains diamètres des grains sous différentes contraintes appliquées est calculé à partir des pentes des droites relatives de ($\ln \epsilon^*$) et ($1/T$) comme ils sont représentés sur la figure.II.25a. Les valeurs moyennes de l'énergie d'activation sont 100.2, 84.3, 74.2 et 67.1 KJ/mol pour les échantillons avec les diamètres de grains correspondants à 18, 42, 79 et 118 μm , respectivement (figure.II.25b). Il est clair qu'à partir de figure.II.25b que Q , a diminué avec l'augmentation de diamètre du grain.

L'énergie d'activation Q de fluage qui est en relation linéaire avec l'inverse de la taille de grain ($1/d$), est présentée sur la figure.II.25c pour l'alliage de Cu-2% Sn. Les auteurs ont trouvé une relation empirique de la forme suivante :

$$Q = 64.9 + 658.7 d^{-1} \tag{II-6}$$

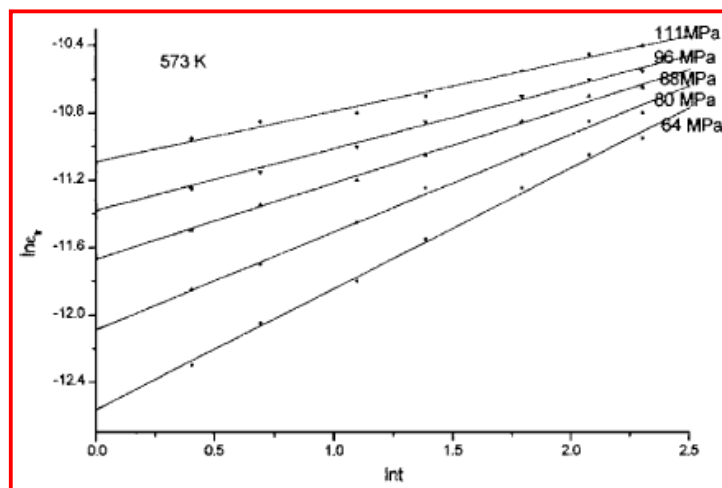


Figure.II. 21. Les exemples représentatifs de la relation entre $\ln \epsilon_{tr}$ et $\ln t_r$ à $T = 300^\circ C$ sous des contraintes différentes [39].

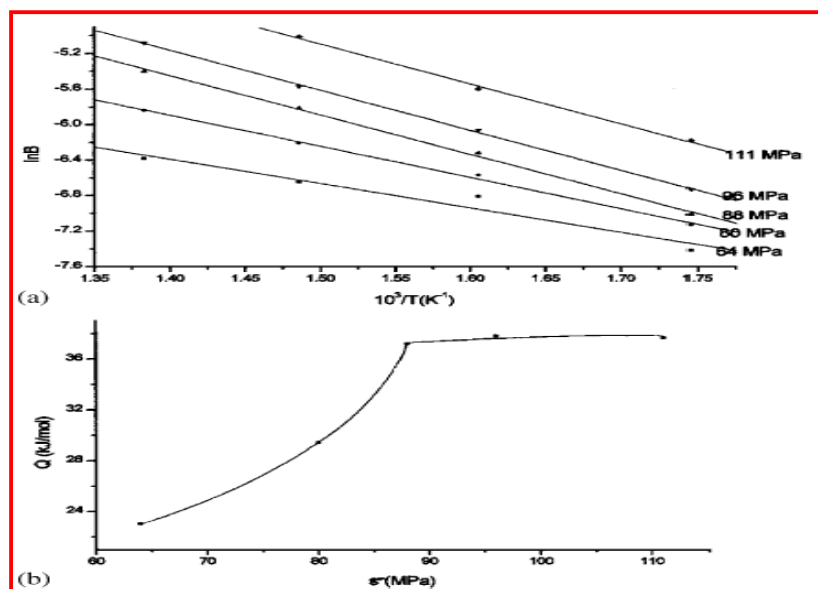


Figure.II.22. (a) Les lignes droites obtenues à partir de la corrélation de la relation entre $\ln B$ et $(10^3 / T)$, (b) La dépendance de l'énergie d'activation de fluage transitoire Q_{tr} sur la contrainte appliquée σ [39].

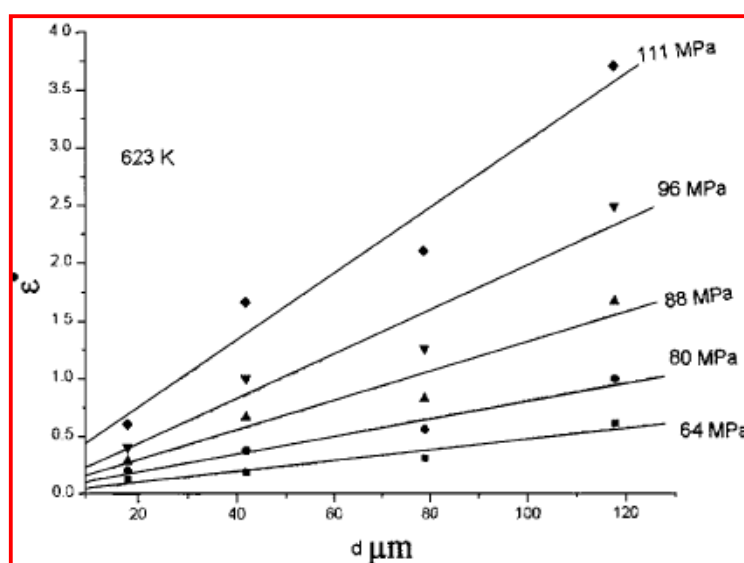


Figure.II. 23. Exemple représentatif pour la dépendance des taux de fluage stationnaire et les diamètres des grains à 350 ° C sous différentes contraintes [39].

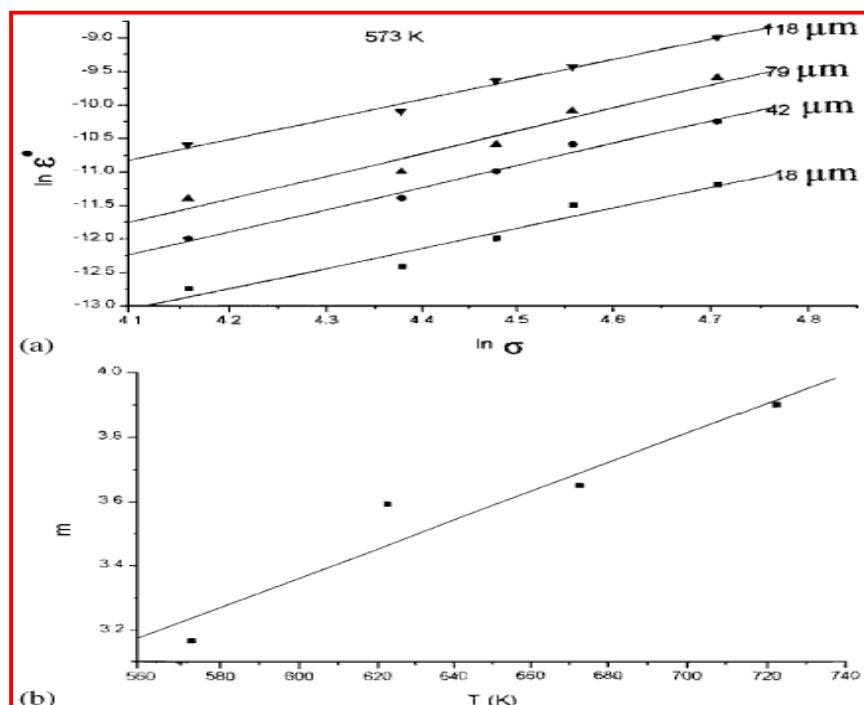


Figure.II.24. (a) un exemple représentatif de la relation entre $\ln \dot{\epsilon}^*$ et $\ln \sigma$ pour différents diamètres de grains à 300 ° C. (b) la variation exposant de la contrainte m avec la température T [39].

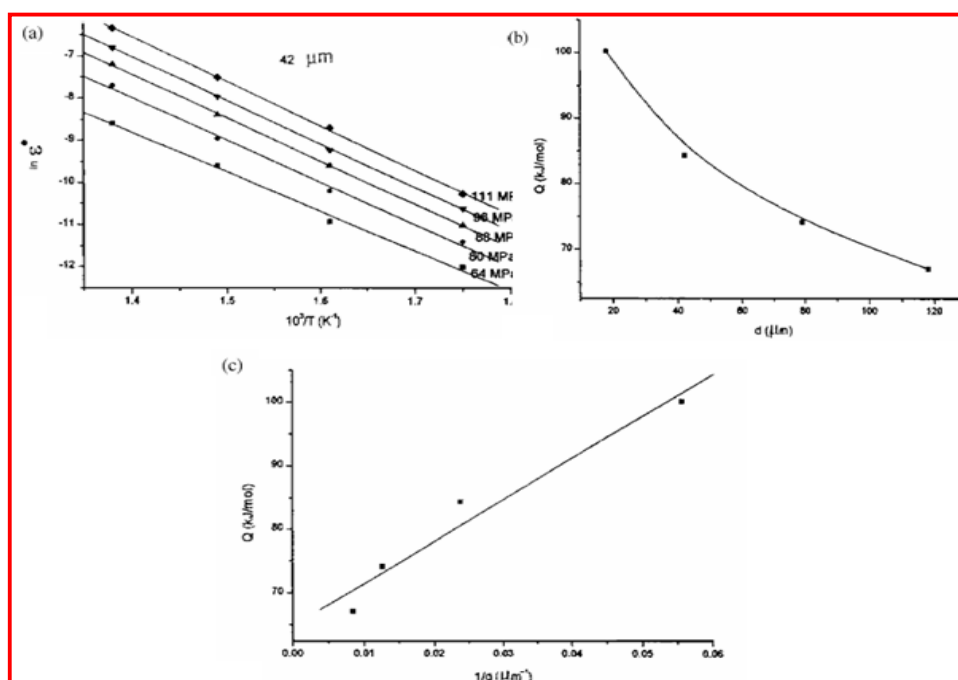


Figure II.25. (a) La dépendance linéaire entre $\ln \dot{\epsilon}^*$ et $(10^3/T)$ pour les fils de diamètre de grains 42 μm (un exemple représentatif). (b) La dépendance de vitesse de déformation stationnaire et de l'énergie d'activation Q sur le diamètre des grains d . (c) la corrélation linéaire obtenue entre l'énergie d'activation Q et la taille de grain d [39].

Chapitre III :

Matériaux étudiés et techniques expérimentales

III.1. Matériau étudié:

Introduction:

Le tréfilage est de faire passer le fil machine préalablement décapé, traité et lubrifié à travers une série d'orifices calibrés appelés filières. La filière est l'élément essentiel du tréfilage. Elle est constituée d'un élément dur en carbure de tungstène contenu dans un support d'acier. La partie active de la filière est constituée du cône de travail ou cône de tréfilage (figure III.1).

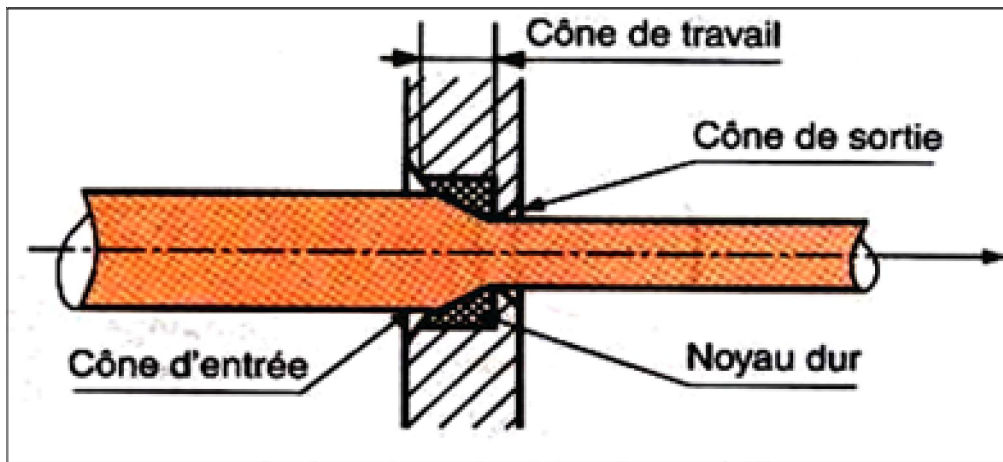


Figure III.1. Schéma de principe de tréfilage [40].

L'entreprise E.N.I.CA.Biskra utilise le procédé de tréfilage à froid sur plusieurs types de fils machines de différents matériaux et nuances.

Dans notre étude, on a opté pour le fil machine en cuivre ETP (*Electrolytic Tough Pitch*), de diamètre initial égal à 8,00 mm et de composition chimique décrite dans le Tableau III.1 et III.2

Tableau III.1. Composition massique en pourcentage en impuretés (%) de cuivre ETP.

Cuivre	Bismuth	Antimoine	Arsenic	Fer	Nickel	Plomb	Etain	Soufre	Zinc
Cu	Bi	Sb	As	Fe	Ni	Pb	Sn	S	Zn
99,9	0,001	0,002	0,002	0,005	0,002	0,005	0,002	0,004	0,004

Tableau III.2. Caractéristiques du cuivre ETP (Fil machine)

Diamètre	Résistance à la traction	Allongement relatif	Résistivité électrique
Ø (mm)	R _m (MPa)	A (%)	ρ
8,0±0,5	200-250	30	58

III.2. Préparation des échantillons pour l'analyse micrographique:

L'analyse micrographique a pour principal but la mise en évidence de la structure de l'échantillon. L'analyse micrographique se fait sur des surfaces polies et attaquées chimiquement. L'obtention de ces surfaces pour nos échantillons étudiés en cuivre à haute pureté, nécessite différentes étapes :

La collecte des fils de cuivre de différentes sections, et qui a été effectuée au niveau de l'E.N.I.C.A.Biskra.

- Puis on a procédé à la découpe des fils de différentes sections, en petits cylindres de hauteur : 1cm.
- Le découpage se fait à vitesse lente et sous une coulée d'eau froide afin d'éviter l'échauffement des échantillons.
- Dans un premier temps, nous faisons une ébauche de façon à polir brièvement et grossièrement les faces et à casser les angles des petits cylindres pour ne se blesser les doigts ; puis les échantillons subissent un pré polissage, qui s'effectue en plusieurs étapes avec du papier à grains abrasifs en carbure de silicium de marque Buehler, de plus en plus fins (200, 400, 600, 800, 1200, 2400).
- Après chaque polissage les échantillons sont nettoyés de tout résidu à l'aide de l'eau distillée puis séchés à l'air froid comprimé.
- Le polissage de finition se fait à l'aide de la pâte diamantée répartie à l'aide d'un diluant, sur le second disque de la polisseuse recouvert d'un tissu feutre. La granulométrie utilisée est de 21 μm.
- Pour les opérations de polissage, nous avons utilisé une polisseuse de type PHOENIX ALPHA de marque ANALIS.
- Avant l'étude micrographique, il nous faut procéder à une attaque chimique, dans le but de rendre les grains, les joints de grains, et autres composants de la microstructure visibles à l'aide d'un microscope optique.

A chaque matériau, correspond un réactif d'attaque bien défini, et dans les conditions d'utilisation sont bien définies.

Pour le cuivre de pureté industrielle, on utilise généralement une solution d'acide nitrique HNO_3 concentrée à 55%, pour une durée d'attaque de sec 1 à quelques secondes selon la température ambiante dans le laboratoire. Certains auteurs préfèrent d'autres réactifs selon leurs besoins (Tableau III.3).

Tableau III.3 : réactifs d'attaque pour les observations métallographiques du cuivre et ses alliages [41].

Composition		Durée de l'attaque	Alliages et observations
100 gr	$(NH_4)_2S_2O_8$	60 secondes environ	-Cuivres. -Alliages monophasés : Laitons ; Brouzes ; ... (mise en évidence des joints de grains de la phase α)
1 Litre	Eau distillée		
35 gr	$FeCl_3$ (cristaux)	20 à 30 secondes	-Cuivre et tous alliages cuivreux.
250 gr	HCl ($d \approx 1,34$ à $20^\circ C$)		
1 Litre	Ethanol: 95°		
Faire dissoudre les cristaux de $FeCl_3$ (cristaux) dans le HCl , puis ajouter l'alcool.			
50%	$NaOH$ (30%)	8 à 12 secondes.	
50%	Eau oxygénée (30V)		
Solution concentrée de HNO_3 à 55%		~ 1 seconde	-Pour tous les types de cuivres.

Les échantillons sont ensuite nettoyés à l'éthanol et séchés sous un flux d'air froid. Cette dernière opération est très délicate, car elle ne doit pas laisser de trace sur la surface.

On not que des observations microscopiques sont effectuées sur des échantillons de cuivre découpés des éprouvettes qui ont subis des essais de fluage. Cette étude a pour but de mettre en évidence les causes de la rupture durant les tests de fluage.

III.3. Eprouvettes (forme et dimension):

L'éprouvette est obtenue par un prélèvement d'un fil machine de cuivre de diamètre 8 mm et des fils de cuivre tréfilés de diamètre respectivement 1.8 mm et de longueur initiale L_0 de 100 mm (figure III.2).

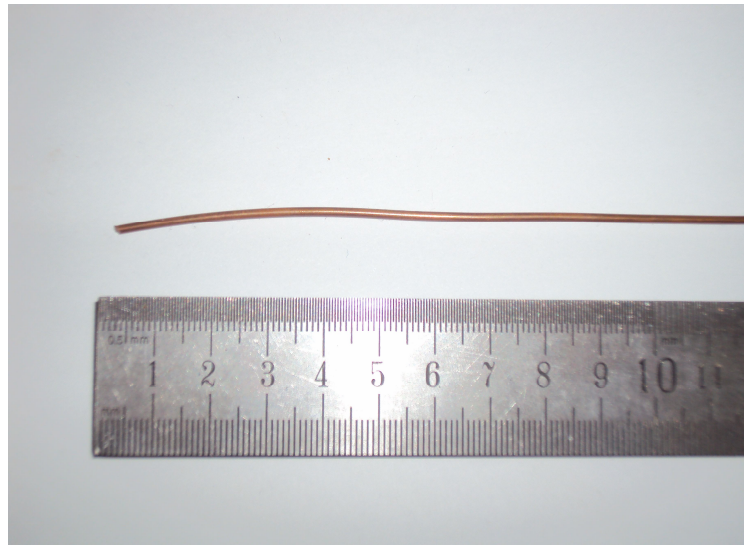


Figure III.2. Eprouvettes des fils de cuivre tréfilé.

III.4. Essai de traction :

L'essai est pratiqué sur machine de traction. Une fois l'éprouvette en place, on applique une légère précharge afin d'être sûr que l'on n'a pas de jeu. Puis, on effectue un déplacement de la travée qui a pour effet d'étirer l'éprouvette, et on mesure l'effort généré par ce déplacement ; le mouvement peut se faire par un système de vis sans fin ou un piston hydraulique, l'effort se mesure par la déformation élastique de la travée ou, plus communément, par un capteur de force inséré dans la ligne de charge (figure III.6).

a) Matériau ductile :

Dans un premier temps, la déformation est élastique. La courbe de traction est donc une droite, la pente de cette droite donne le module de Young E . À partir d'un certain allongement, la courbe s'infléchit : c'est le début de la déformation plastique. La transition peut être franche (rupture de pente), ce qui permet de déterminer facilement la limite d'élasticité R_e . On a dans ce cas là en général un plateau avec une contrainte inférieure à la contrainte maximale dans le domaine élastique, correspondant au fait que les dislocations se sont libérées des atomes étrangers qui les

épinglaient. On définit alors une limite d'élasticité haute, R_{eH} , qui est le maximum de la partie élastique, et une limite d'élasticité basse, R_{eL} , correspondant au plateau.

Lorsque la rupture n'est pas franche c'est notamment le cas des matériaux très ductiles, on définit la limite d'élasticité conventionnelle comme étant la contrainte donnant 0,2 % de déformation résiduelle, $R_{e0,2}$; on peut aussi la définir pour d'autres valeurs de déformation résiduelle (par exemple $R_{p0,1}$ pour 0,1 % de déformation).

La courbe de traction présente ensuite un maximum qui détermine la résistance à la traction conventionnelle R_m . L'allongement plastique à ce point est appelé allongement sous charge maximale et est noté A_g ; c'est la déformation résiduelle maximale que l'on peut imposer. On définit également l'allongement total sous charge maximale, A_{gt} , qui inclue la déformation élastique. Le paramètre A_g renseigne sur la déformation maximale que l'on peut atteindre pour de la mise en forme, et A_{gt} permet de régler l'appareil de mise en forme (puisque c'est une déformation totale que l'on impose). À partir de ce point, la déformation est concentrée dans une zone, c'est la striction (« étranglement »). La force enregistrée diminue, puisque la section diminue dans la zone de striction. La rupture a ensuite lieu dans la zone de striction. La charge unitaire R n'a pas de sens particulier à l'endroit de la rupture.

La courbe de traction rationnelle est, quant à elle, toujours croissante. La striction marque un point d'inflexion, puisque la section diminue plus vite que la force. On note que la contrainte vraie σ atteinte au moment de la rupture est très supérieure à la charge unitaire R [42].

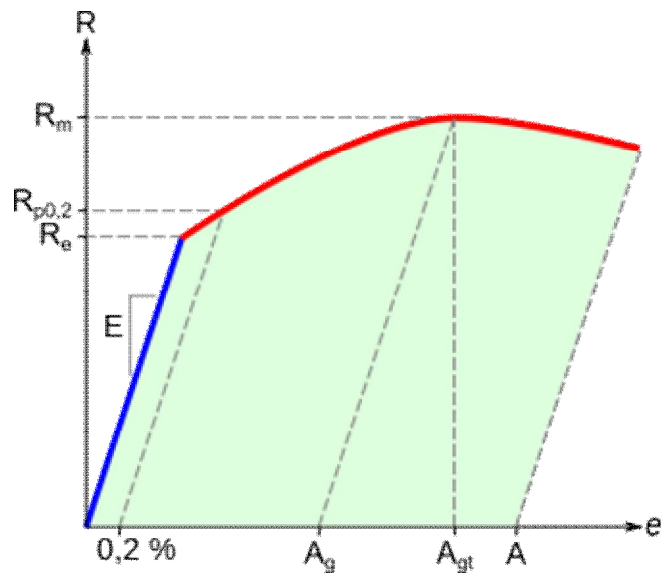


Figure III.3. Courbe de traction conventionnelle de matériau ductile [42].



Figure III.4. Faciès de rupture typique pour un matériau ductile (alliage d'aluminium) [42].

b) Matériau fragile :

Dans le cas d'un matériau fragile, la rupture survient en fin de domaine élastique. La surface de rupture est globalement perpendiculaire à l'axe de traction. L'allongement à la rupture est nul ou très faible. On ne peut déduire de la courbe que le module de Young E , et la résistance à la traction R_m (figure III.5)



Figure III.5. Éprouvette rompue d'un matériau fragile (fonte). [Éprouvette rompue d'un matériau fragile (fonte)] [41].



Figure III.6. Machine d'essai de traction ZWICK 100 kN même extensomètre.

III.5. Essais de fluage :

III.5.1. Description de la machine de fluage:

En général, les essais de fluage sont réalisés sur des machines à charge constante utilisant la force de pesanteur : une masse est fixée à l'éprouvette ou, bien souvent, pour les essais de longue durée, un système d'amplification de la charge à bras de levier est utilisé.

Notre dispositif de fluage est composé d'un poids et d'un bras de levier relié à un mors sur lequel l'éprouvette est fixée (figure. III.7).

L'allongement de l'éprouvette est mesuré par un appareil de mesure optique d'une précision de 0.01 mm, placé au niveau du mors mobile.

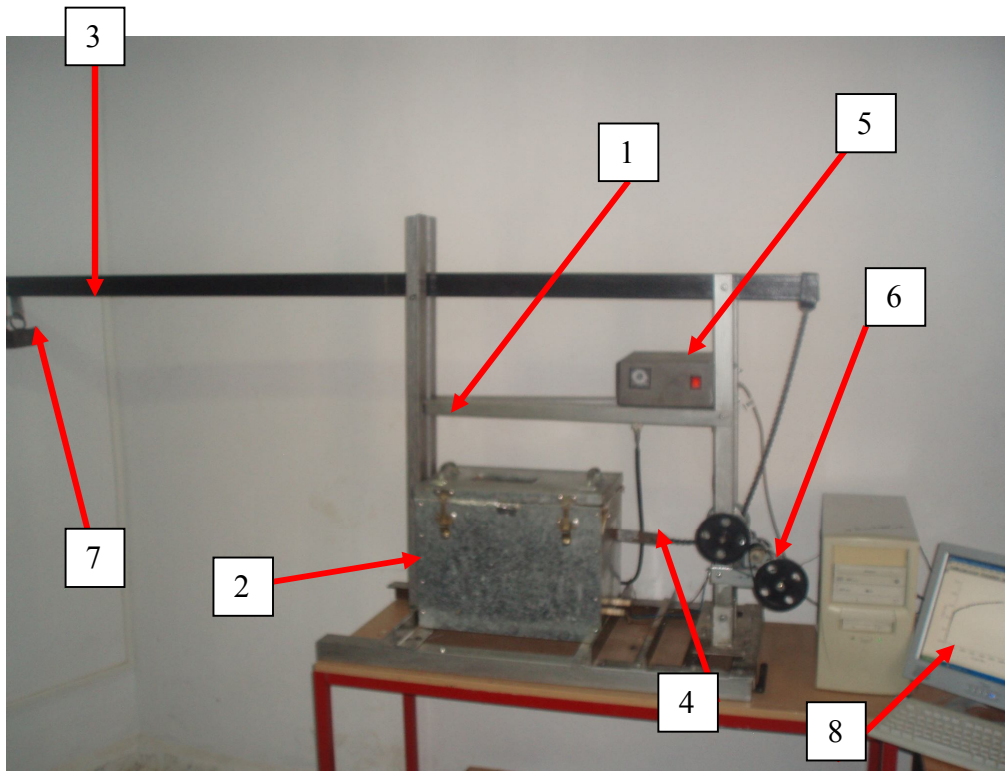


Figure III.7. Schéma d'une machine de fluage

-Les constituants de la machine sont:

- 1-Bati
- 2-Four électrique
- 3-Bras de levier
- 4-Mors mobil

5-Thermorégulateur

6-Système d'acquisition

7-Charge

8-Affichage des résultats

III.5.2. Condition des essais de fluage:

Les conditions de nos essais du fluage sont :

- Les températures 290 et 340 ° C.
- Les contraintes 98, 108 et 118 MPa
- On note que les traitements thermiques à température 500, 600 et 700 ° C pendant 10 min ont été appliqués sur des éprouvettes de cuivre avant l'essai de fluage.

III.6. Traitements thermiques:

Afin d'étudier l'effet des recuits sur les fils de cuivre, des traitements thermiques ont été réalisés dans un four programmable, (Figure III.8), avec enceinte chauffante.



Figure III.8. Four programmable pour traitements thermiques.

III.7. Microscopie optique:

Les échantillons sont observés à l'aide d'un microscope optique (Figure III.9), muni de 4 objectifs (x4, x16, x40, x100) et équipé d'un appareil photo numérique de marque Canon PowerShot G7, de longueur focale 29mm, et de définition 7.0 Giga-pixels. Les photos sont obtenues avec un temps d'exposition de 1/1000 de seconde,

cela nous permet d'avoir des différents grossissements, en jouant sur le zoom de l'appareil photo, et les objectifs du microscope.

Nous avons réalisé cette analyse au sein du laboratoire de département de génie mécanique à l'université de Biskra. Cette technique nous permet ainsi d'observer l'évolution microstructurale de notre matériau.



Figure III.9. Microscope optique HUND T100-WETZLAR.

III.8. Analyse par diffraction des rayons X (DRX):

La diffraction des rayons X a été utilisée dans le but d'accéder à des informations sur l'évolution de la texture, la structure cristalline ainsi que l'évolution des paramètres de mailles. Ces d'informations sont facilement accessibles par cette méthode. On peut même déterminer les fractions volumiques de phases existantes dans la matrice et aussi la composition chimique du matériau.

L'ensemble des spectres de diffraction a été réalisé sur un Diffractomètre Panalytical X'Pert PRO (figure III.10).

Le rayonnement X monochromatique est produit par une anticathode en cuivre. Le filtre est constitué de nickel et ne laisse passer que la raie $K\alpha$ ($\lambda\alpha = 1.5406 \text{ \AA}$). L'alimentation du tube est assurée par un générateur délivrant une d.d.p de 45 KV et un courant de 40 mA.

Les positions des pics dans l'espace angulaire étudié sont données par la fameuse relation de Bragg :

$$\sin \theta = \frac{n \lambda}{2 d_{hkl}}$$

Cette équation comporte deux paramètres expérimentaux qui sont θ (l'angle d'incidence du faisceau X par rapport à la famille de plan (hkl)), et λ (longueur d'onde de la radiation utilisée). Pour réaliser les conditions de diffraction sur une famille de plans {hkl} ; la longueur d'onde incidente a été fixée et la variable prise en compte est donc l'angle θ .



Figure III.10. *Diffractomètre Panalytical X'Pert (D8 ADVANCE) BRUKER.*

III.9. Microscopie électronique à balayage (MEB):

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour scanning electron Microscopy) est une technique de microscopie basée sur le principe des interactions électrons –matière. Un faisceau d'électron balaie la surface de l'échantillon à analyser qui en réponse, réémet certaines particules. Différents détecteurs permettent d'analyser ces particules et de reconstruire une image de la surface. La microscopie

électronique à balayage est un outil particulièrement pertinent pour l'observation de l'état d'endommagement du faciès des éprouvettes rompues après sollicitation en fluage de part sa profondeur de champ et sa forte résolution. Dans la pratique, les MEB actuels les plus conventionnels, c'est-à-dire équipés de détecteurs d'électrons secondaires permettant d'atteindre une résolution de l'ordre de 20 nm et un grossissement qui peut aller jusqu'à 300000 fois. L'appareil que nous avons utilisé est de type Jeol JSM-LV6390 à filament en tungstène qui se trouve à l'université de Biskra (figure III.11).



Figure III.11. Microscopie électronique à balayage (MEB).

Chapitre IV :

Résultats expérimentaux et discussions

IV.1. Introduction:

Ce chapitre présente les résultats des essais de tractions et de fluages menés sur un fil de diamètre 1.8 mm de cuivre tréfilé à 77,5 % dans l'entreprise des industries du câble de Biskra (EN.I.CA.B). Et aussi, on a fait les caractéristiques de la microstructure avec le microscope optique et le MEB et aussi le diffractomètre.

IV.2. Essais de traction :

Les essais de traction permettent d'évaluer les grandeurs caractéristiques : la limite d'élasticité, contrainte maximale et ductilité.

À partir des valeurs de la limite d'élasticité de chaque fil testé en traction (figure IV.1), nous avons déterminé les valeurs des contraintes à appliquer sur chaque éprouvette de l'essai de fluage. Ces valeurs sont choisies généralement inférieures à la limite élastique (R_e), tout en évitant de dépasser cette valeur pour ne pas plastifier le matériau lors du chargement. Le tableau IV.1 rassemble les valeurs de quelques grandeurs mécaniques obtenues après des essais de traction sur le fil de cuivre tréfilé.

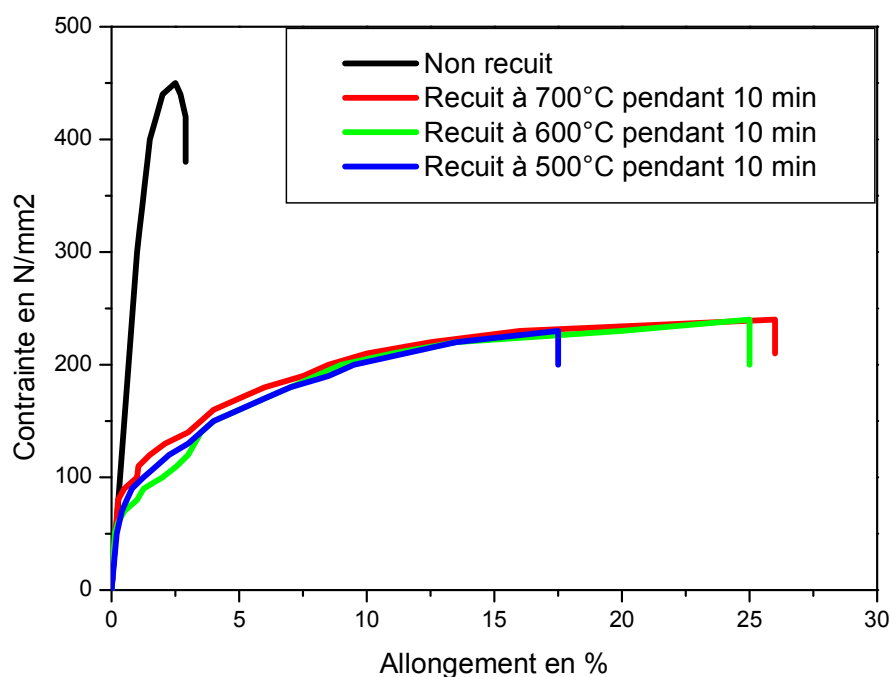


Figure IV.1 : Courbe de traction de fil de cuivre tréfilé de diamètre $d=1,8$ mm à l'ambiante.

Tableau .IV.1 : Caractéristiques mécaniques de fil de cuivre tréfilé.

Diamètre du fil (mm)	Re (MPa)	Rr (MPa)	A (%)
1.8	300	450	2

IV.2.2. Effet de la contrainte :

Dans cette partie d'étude, le choix de la contrainte à appliquer sur chaque fil est déterminé selon une proportionnalité de contrainte où la contrainte maximale de rupture de chaque fil est multipliée par un coefficient égale à 0.56 pour des faibles contraintes et multipliée par 0.81 pour des fortes contraintes (d'après Keisuke Ishikawa) [43].

Les valeurs obtenues sont représentées dans le tableau IV.2.

Tableau IV.2. Valeurs des contraintes appliquées.

Diamètre du fil (mm)	Coefficient	R _m (MPa)	σ faible (MPa)
1,8	0.56	450	252

IV.3. Essais de fluage :

Dans cette partie d'étude, nous présentons les résultats des différents essais de fluage

IV.3.1. Effet de la contrainte:**IV.3.1.1. Fluage à température constante T = 290 ° C:**

Les essais de fluage sont menés sous différentes contraintes : 98, 108 et 118 MPa, avec une température constante de 290 ° C. Nous avons travaillé avec une température intermédiaire tel que $T/T_f < 0.5$ et une forte contrainte.

La figure IV.2 représente les courbes de déformation en fonction du temps d'un fil de cuivre tréfilé de diamètre 1.8 mm, soumis aux contraintes (98, 108, 118 MPa) et T = 290 °C.

D'après les résultats enregistrés nous remarquons qu'à chaque fois la contrainte appliquée augmente, la déformation (ε) augmente, alors que le temps de rupture diminue. L'augmentation de la contrainte favorise un glissement des dislocations.

On constate aussi l'apparition de tous les stades de fluage (primaire, secondaire, tertiaire) pour les trois courbes de fluage mais leurs temps diminuent avec la croissance de la contrainte appliquée.

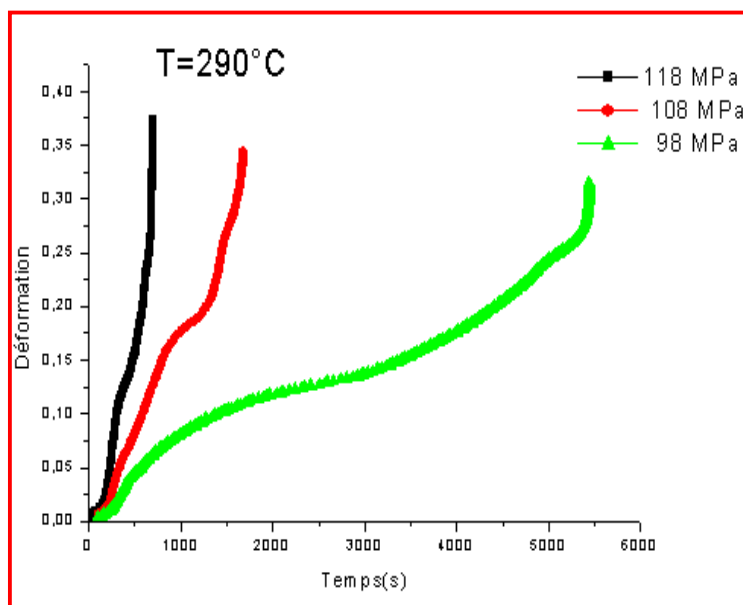


Figure IV.2. Courbes de déformation de fluage en fonction du temps du fil de cuivre tréfilé $d = 1.8$ mm, ($\sigma_1 = 98$ MPa, $\sigma_2 = 108$ MPa, $\sigma_3 = 118$ MPa) et $T = 290^\circ\text{C}$

IV.3.1.2. Fluage à température constante $T = 340^\circ\text{C}$:

Les essais de fluage sont menés sous différentes contraintes : 98, 108, 118 MPa, avec une température constante de 340°C .

La figure IV.3 représente les courbes de déformation de fluage des fils de cuivre tréfilés en fonction du temps. Le fil de cuivre tréfilé de diamètre 1,8 mm est soumis aux contraintes 98, 108 et 118 MPa à $T = 340^\circ\text{C}$.

Le même phénomène observé dans la figure IV.2 est aussi observé dans ce deuxième cas, c'est-à-dire que, chaque fois que la contrainte appliquée augmente, la déformation (ϵ) augmente également, alors que le temps de rupture diminue.

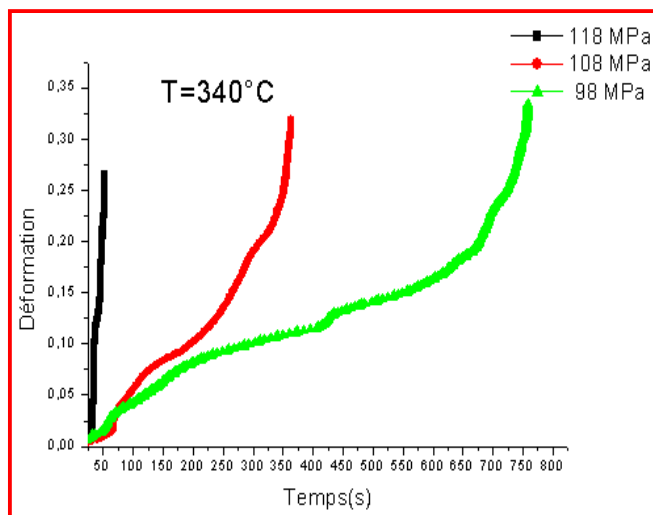


Figure IV.3. Courbes de déformation de fluage en fonction du temps du fil de cuivre tréfilé $d = 1.8$ mm, ($\sigma_1 = 98$ MPa, $\sigma_2 = 108$ MPa, $\sigma_3 = 118$ MPa) et $T = 340^\circ\text{C}$

IV.3. 2. Effet de la température:

Dans cette partie, nous avons étudié le fluage des fils de cuivre tréfilés à deux températures différentes : 290°C et 340°C , sous une contrainte constante de 98, 108 et 118 MPa. Les figures IV. 4, 5 et 6 présentent les résultats des essais de fluage pour les contraintes 98, 108 et 118 MPa respectivement. Cependant, on remarque que plus la température augmente plus la vitesse de déformation augmente et le temps de rupture diminue, cela peut s'expliquer par le fait que le fluage est un processus thermiquement activé et se traduit par des mécanismes qui font adoucir rapidement le matériau et diminuent sa résistance ce qui est en accord avec les travaux de Beniwal et al [44].

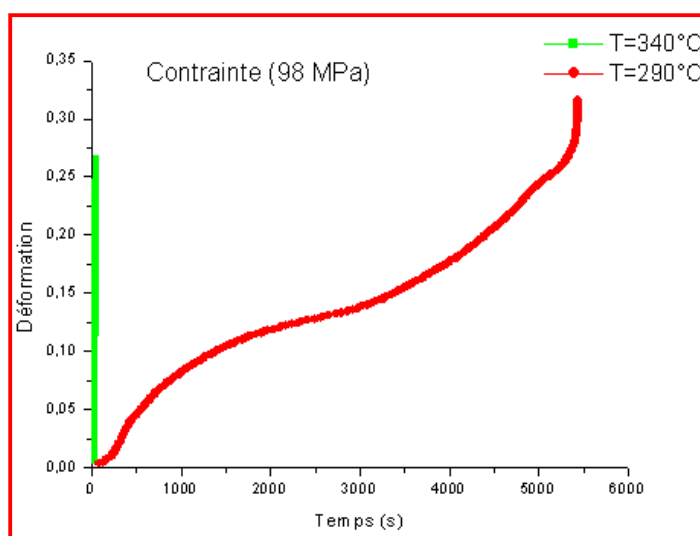


Figure IV.4. Courbes de déformation de fluage en fonction du temps du fil de cuivre tréfilé $d = 1.8$ mm, ($T_1 = 290^\circ\text{C}$, $T_2 = 340^\circ\text{C}$) et $\sigma = 98$ MPa.

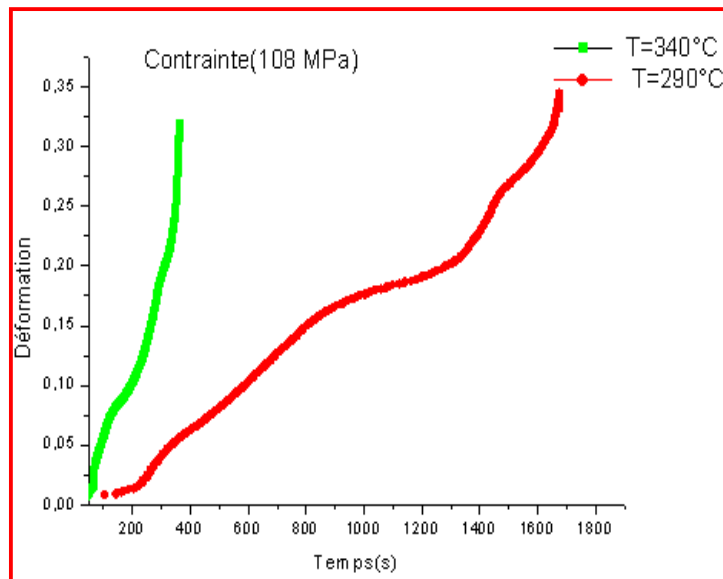


Figure IV.5 : Courbes de déformation de fluage en fonction du temps du fil de cuivre tréfilé $d = 1.8$ mm, ($T_1=340^{\circ}\text{C}$, $T_2=290^{\circ}\text{C}$) et $\sigma = 108$ MPa.

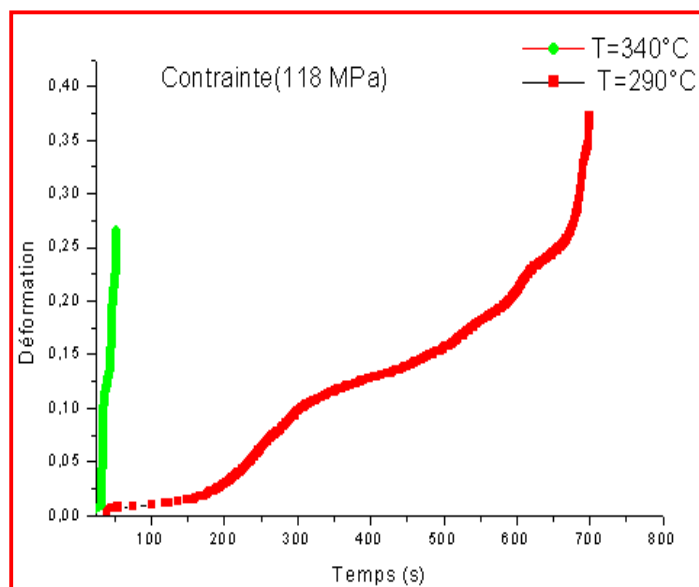


Figure IV.6. Courbes de déformation de fluage en fonction du temps du fil de cuivre tréfilé $d = 1.8$ mm, ($T_1=340^{\circ}\text{C}$, $T_2=290^{\circ}\text{C}$) et $\sigma = 118$ MPa.

IV.3.3. Effet de traitement thermique (recuit):

IV.3.3.1. Effet de recuit à 500 ° C pendant 10 min :

Les figures IV.7, 8 et 9 illustrent les courbes des fluage des fils de cuivre tréfilés sous les conditions suivantes ($T = 290\text{ °C}$ et $\sigma = 98, 108$ et 118 MPa), par contre, les figures IV.10,11 et 12 représentent les courbes des fluage des fils de cuivre tréfilés à $T=340\text{ °C}$ et $\sigma = 98, 108$ et 118 MPa . Ces essais ont été appliqués sur des fils de cuivre tréfilés de diamètre 1,8 mm avec un état tréfilé et recuit à 500 °C pendant 10 min. On remarque que les courbes des fils tréfilés et recuit à 500 °C pendant 10 min ont la plus grande durée de vie par rapport aux fils tréfilés et non recuit (figures IV.7, 8 et 9,10, 11 et 12). Ce comportement est dû à la microstructure de chaque fil ou le fil tréfilé et non recuit a été durci par le procédé de tréfilage, c'est pourquoi il a une durée de vie plus longue. Cependant, ce fil a une mauvaise conductivité électrique, donc il doit être traité thermiquement pour restaurer ces propriétés électriques.

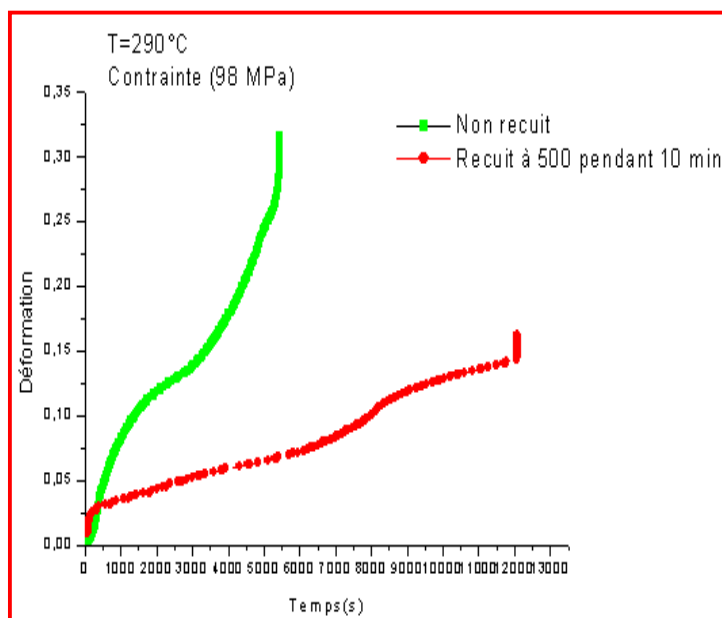


Figure IV.7. Courbes de déformation de fluage de fil de cuivre tréfilé sans recuit et du fil à recuit à 500 °C pendant 10 min

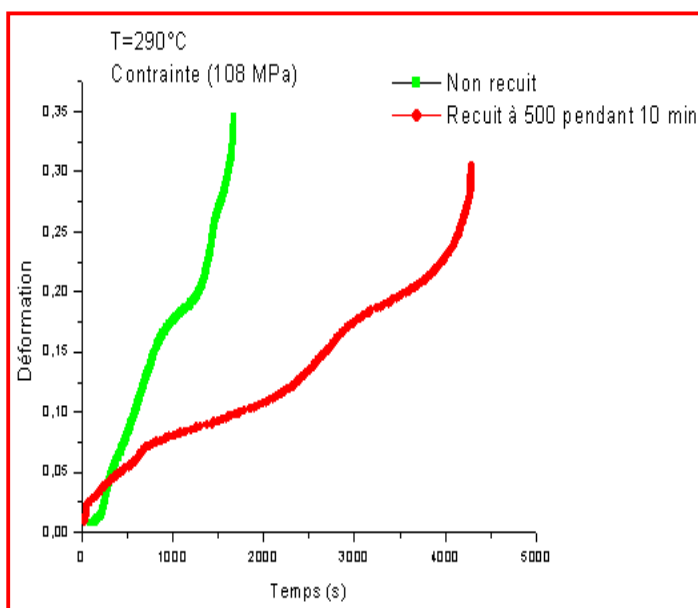


Figure IV.8. Courbes de déformation de fluage à $T=290^{\circ}\text{C}$ et $\sigma=108\text{ MPa}$ de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit à 500°C pendant 10 min.

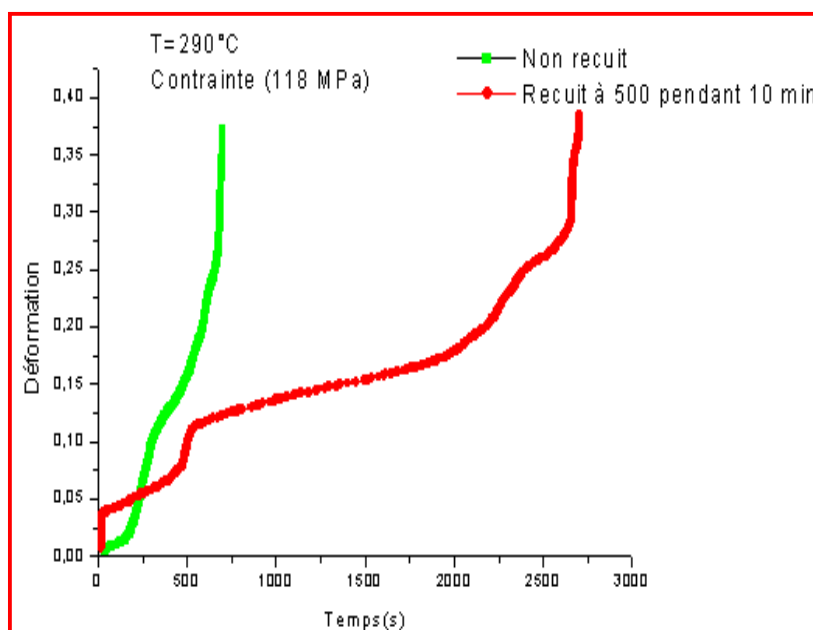


Figure IV.9. Courbes de déformation de fluage à $T=290^{\circ}\text{C}$ et $\sigma=118\text{ MPa}$ de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit à 500°C pendant 10 min.

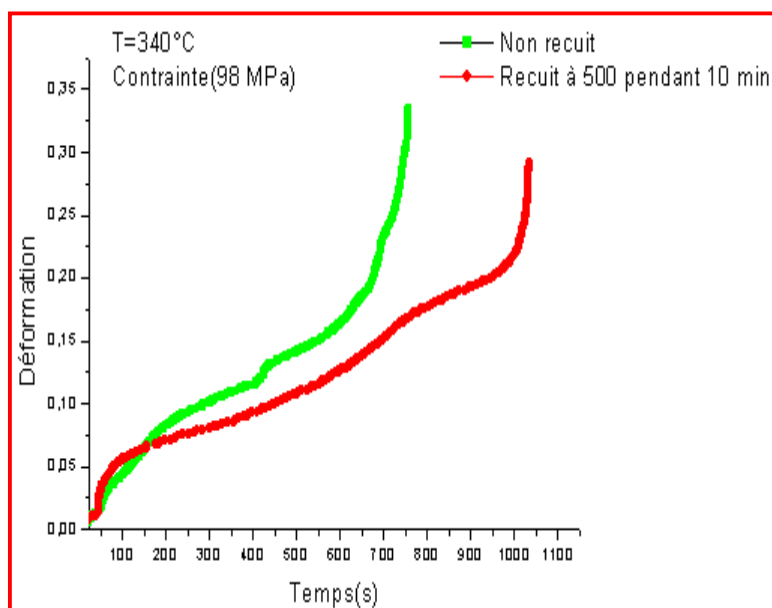


Figure IV.10. Courbes de déformation de fluage de fil de cuivre tréfilé à $T=340\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =98\text{ MPa}$ non recuit et du fil recuit à $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 10 min

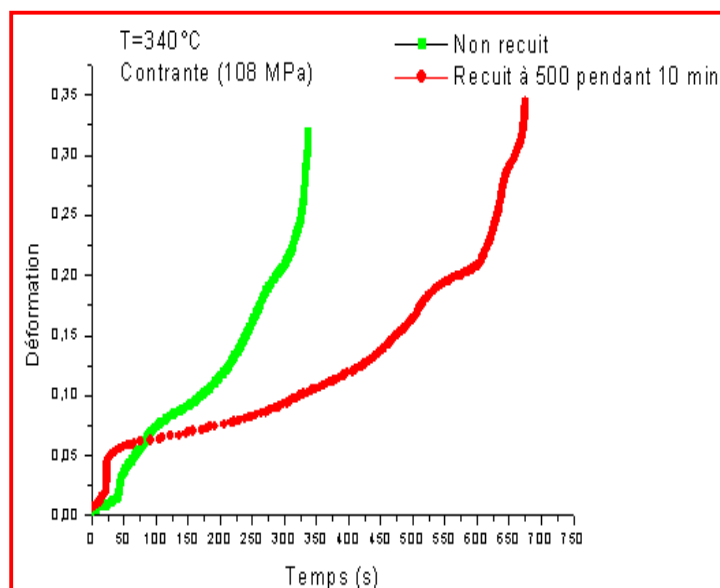


Figure IV.11. Courbes de déformation de fluage à $T=340\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =108\text{ MPa}$ de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit à $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 10 min.

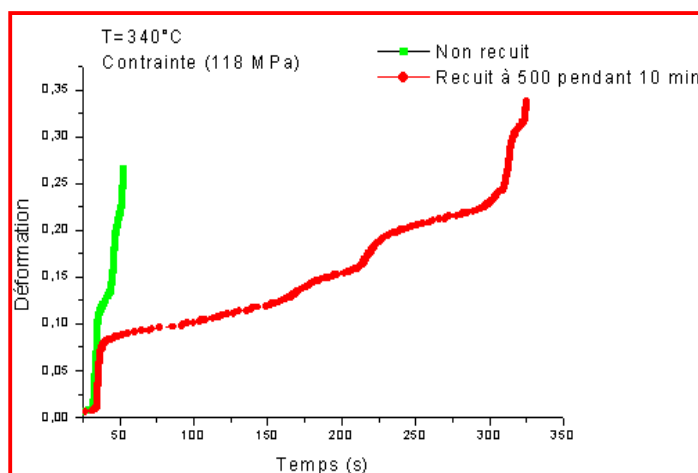


Figure IV.12. Courbes de déformation de fluage à $T=340^{\circ}\text{C}$ et $\sigma = 118\text{ MPa}$ de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit à 500°C pendant 10 min

IV.3.3.2. Effet de recuit à 600°C pendant 10 min :

Les figures IV.13, 14 et 15 illustrent les courbes de fluage des fils de cuivre tréfilés à $T = 290^{\circ}\text{C}$ et $\sigma = 98, 108$ et 118 MPa , et les figures IV.16 et 17 représentent les courbes de fluage des fils de cuivre tréfilés à $T = 340^{\circ}\text{C}$ et $\sigma = 98, 108$ et 118 MPa . Ces essais sont appliqués sur des fils de cuivre tréfilés de diamètre 1,8 mm et recuit à 600°C pendant 10 min. On remarque que les courbes des fils tréfilés et recuit à 600°C pendant 10 min ont le plus grand temps de rupture par rapport aux fils tréfilés et non recuit dans toutes les figures (IV.13, 14, 15, 16 et 17). Ce fil tréfilé et recuit à 600°C pendant 10 minutes a une structure à grains fins, c'est pourquoi il a une durée de vie plus longue par rapport à un fil non traité.

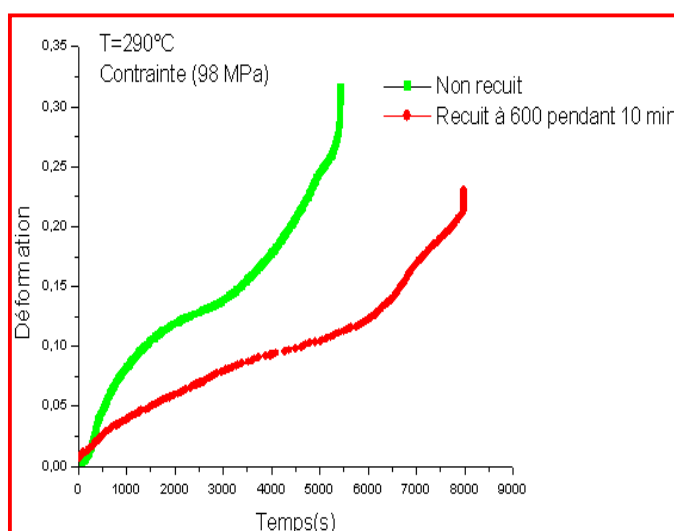


Figure IV.13. Courbes de déformation de fluage à $T = 290^{\circ}\text{C}$ et $\sigma = 98\text{ MPa}$ de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit à 600°C pendant 10 min

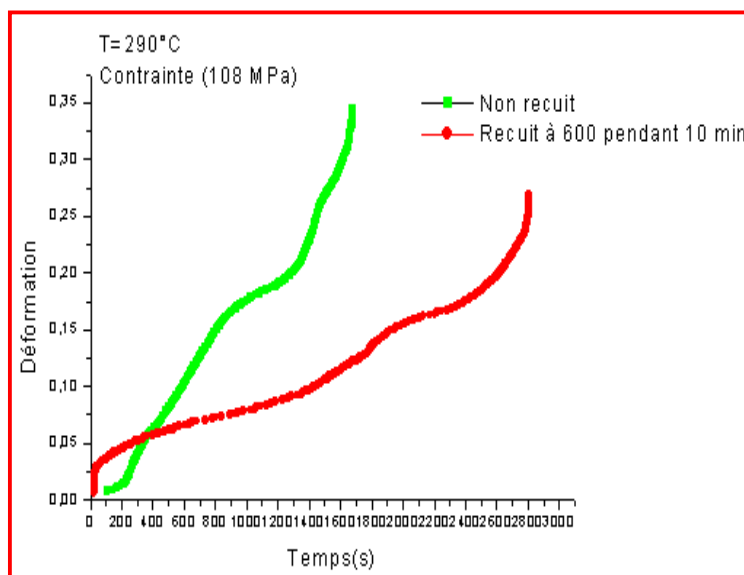


Figure IV.14. Courbes de déformation de fluage à $T=290\text{ °C}$ et $\sigma=108\text{ MPa}$ de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit à 600 °C pendant 10 min

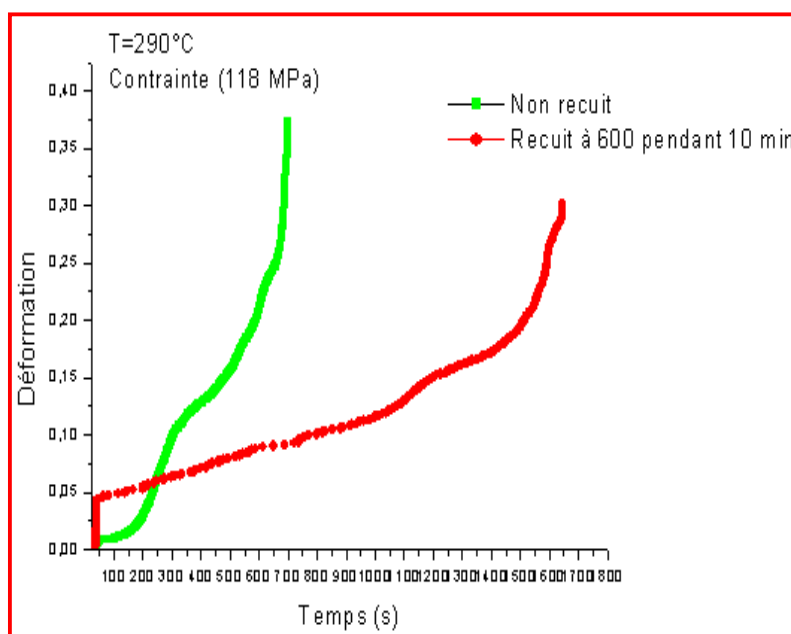


Figure IV.15. Courbes de déformation de fluage à $T=290\text{ °C}$ et $\sigma=118\text{ MPa}$ de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit à 600 °C pendant 10 min

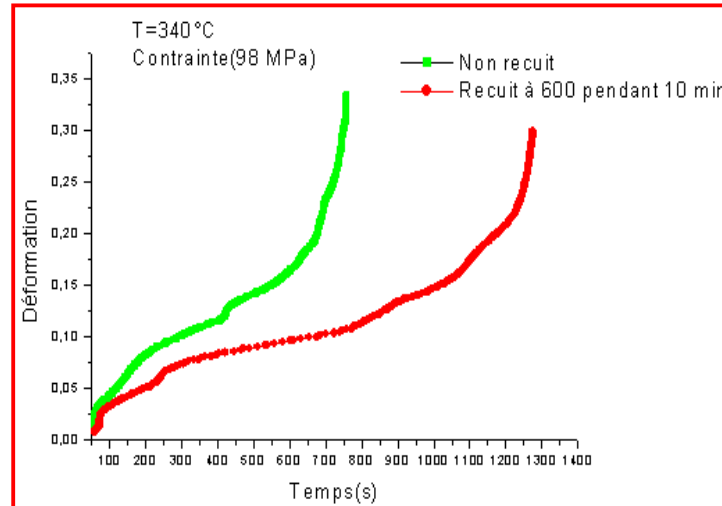


Figure IV.16. Courbes de déformation de fluage à $T=340\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $\sigma=98\text{ MPa}$ de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit à $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 10 min

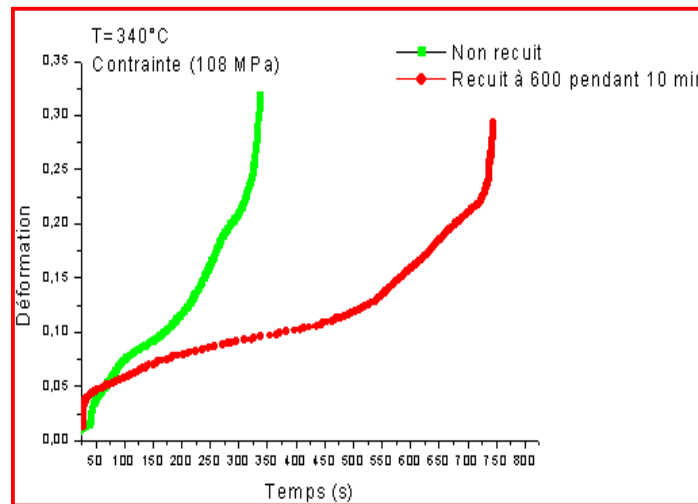


Figure IV.17. Courbes de déformation de fluage à $T=340\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $\sigma=108\text{ MPa}$ de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit à $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 10 min.

IV.3.3.3. Effet de recuit à $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 10 min:

Les figures IV.18 et 19 représentent les courbes de fluage des fils de cuivre tréfilés à $T=290\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $\sigma=98$ et 118 MPa , et les figures IV.20 et 21 représentent les courbes de fluage des fils de cuivre tréfilés à $T=340\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $\sigma=98$ et 118 MPa . Ces essais sont appliqués sur des fils de cuivre tréfilés de diamètre $1,8\text{ mm}$ et recuit à $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 10 min. On note que les courbes des fils tréfilés non traité ont toujours un temps de rupture très court que les fils tréfilés et recuit à $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 10 min.

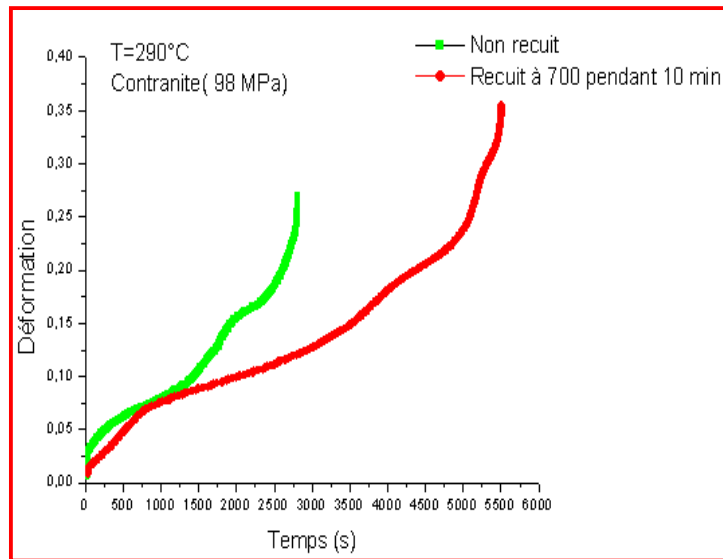


Figure IV.18. Courbes de déformation de fluage à $T=290^{\circ}\text{C}$ et $\sigma=98\text{ MPa}$ de fil de cuivre tréfilé de non recuit et du fil recuit à 700°C pendant 10 min

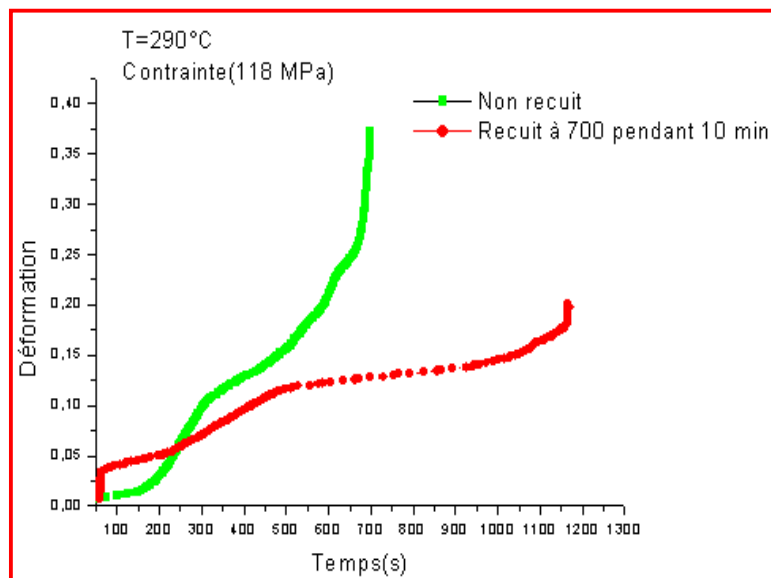


Figure IV.19. Courbes de déformation de fluage à $T=290^{\circ}\text{C}$ et $\sigma=118\text{ MPa}$ de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit à 700°C pendant 10 min.

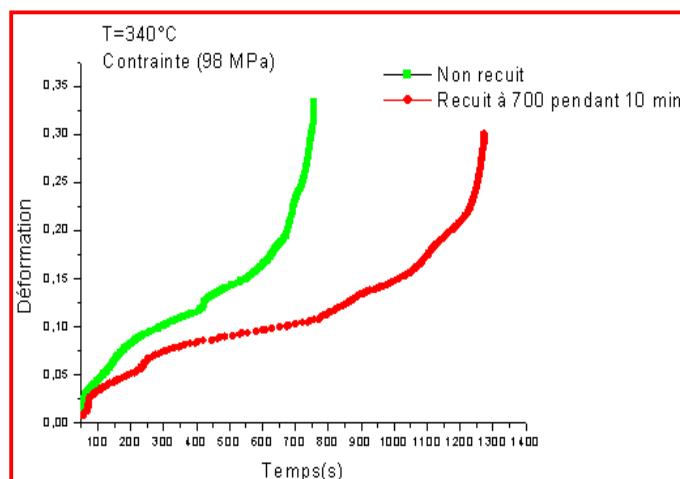


Figure IV.20. Courbes de déformation de fluage à $T=340\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =98\text{ MPa}$ de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit à $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 10 min

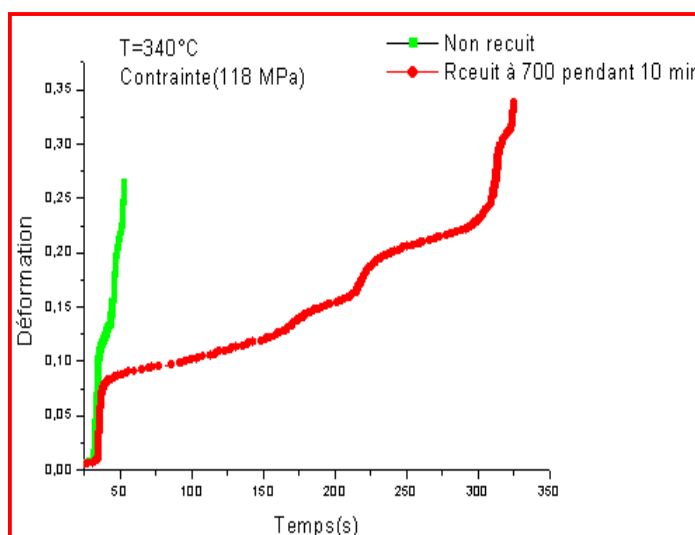


Figure IV.21. Courbes de déformation de fluage à $T=340\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =118\text{ MPa}$ de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit à $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 10 min

IV.3.3. 4. Effet de différentes températures de recuit :

Les courbes de déformation en fonction du temps durant des essais de fluage à 290 et 340 ° C sous des contraintes 98, 108 et 118 MPa des fils de cuivre tréfilés et traité thermiquement sont présentées dans les figures IV.22, 23 ,24 ,25 ,26 et 27. Le matériau non recuit est utilisé comme échantillon de référence. Il est clair que ce dernier matériau a la plus courte durée de vie (temps de rupture = 12 s) par exemple dans la figure IV.27 et dans la figure IV.23 est 1500 s). De plus, la courbe d'essai de fluage de ce matériau présente les trois étapes de fluage. Cependant, à partir de ces courbes, le traitement thermique des matériaux

augmente le temps de rupture. On peut conclure que le temps de rupture dépend de la température du traitement thermique préalable (température de recuit).

Avec l'augmentation de la température jusqu'à 700 ° C pendant 10 min de traitement thermique de fil tréfilé de cuivre, le comportement au fluage change, c'est-à-dire, le temps de rupture devient plus court et ceci en comparaison avec les autres matériaux traités thermiquement.

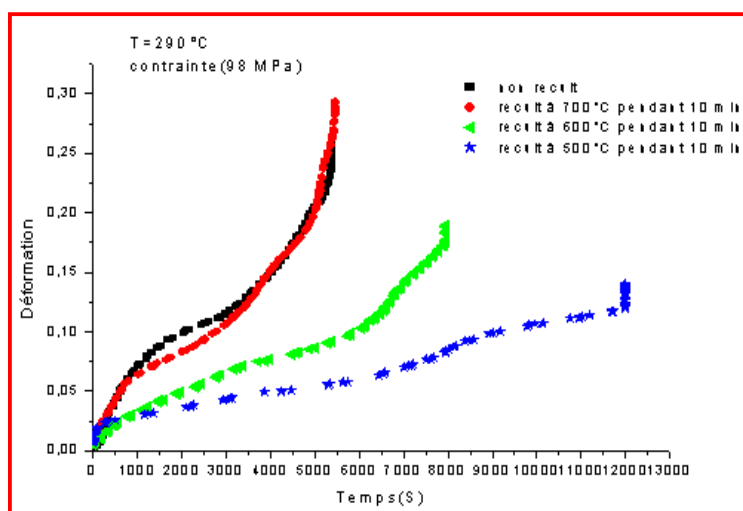


Figure IV.22. Courbes de déformation de fluage à $T=290\text{ °C}$ et $\sigma=98\text{ MPa}$ de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit 10 min à 500,600 et 700 ° C

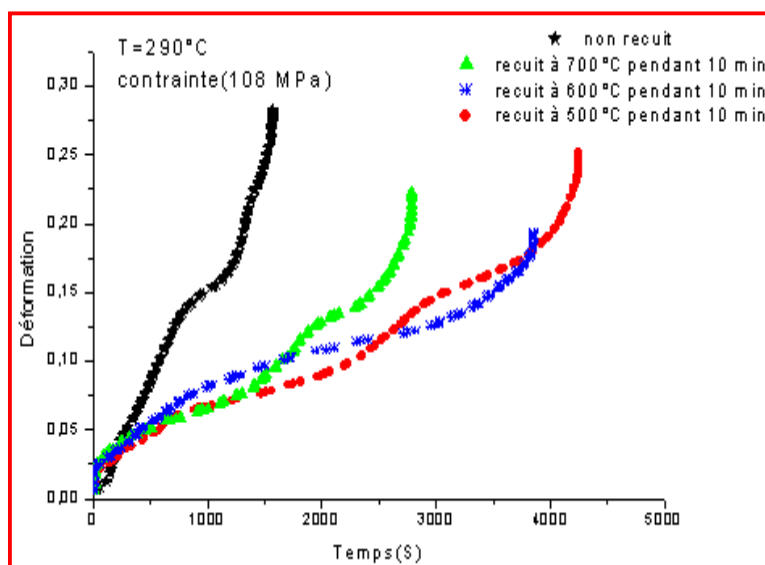


Figure IV.23. Courbes de déformation de fluage à $T=290\text{ °C}$ et $\sigma=108\text{ MPa}$ de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit 10 min à 500,600 et 700 ° C

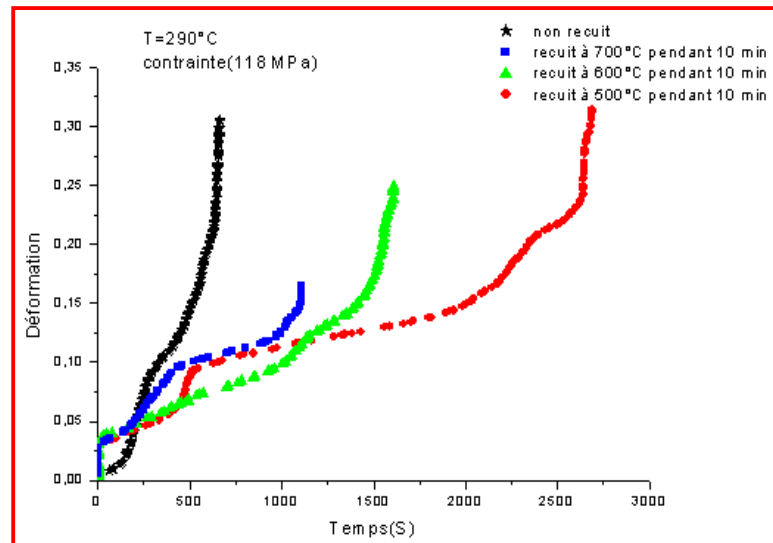


Figure IV.24. Courbes de déformation de fluage à $T=290\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $\sigma=118\text{ MPa}$ de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit 10 min à 500,600 et 700 ° C

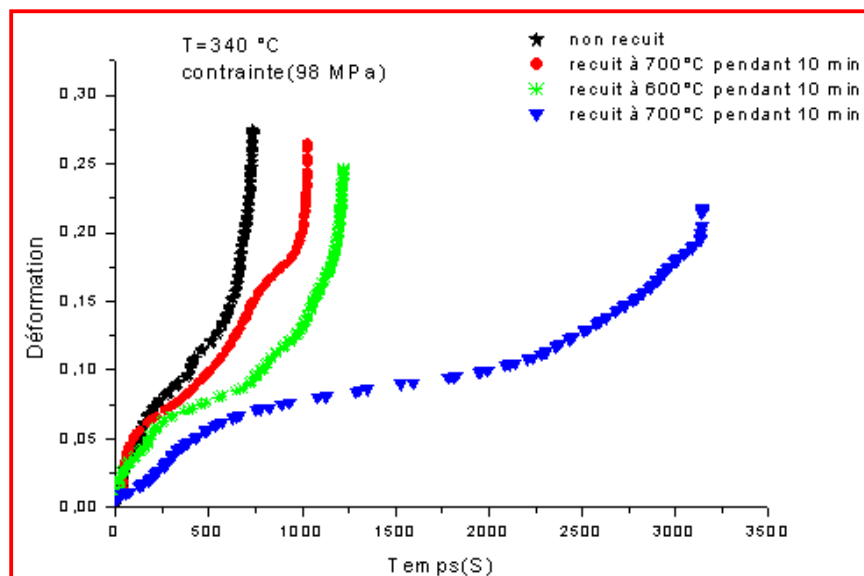


Figure IV.25. Courbes de déformation de fluage à $T=340\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $\sigma=98\text{ MPa}$ de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit 10 min à 500,600 et 700 ° C.

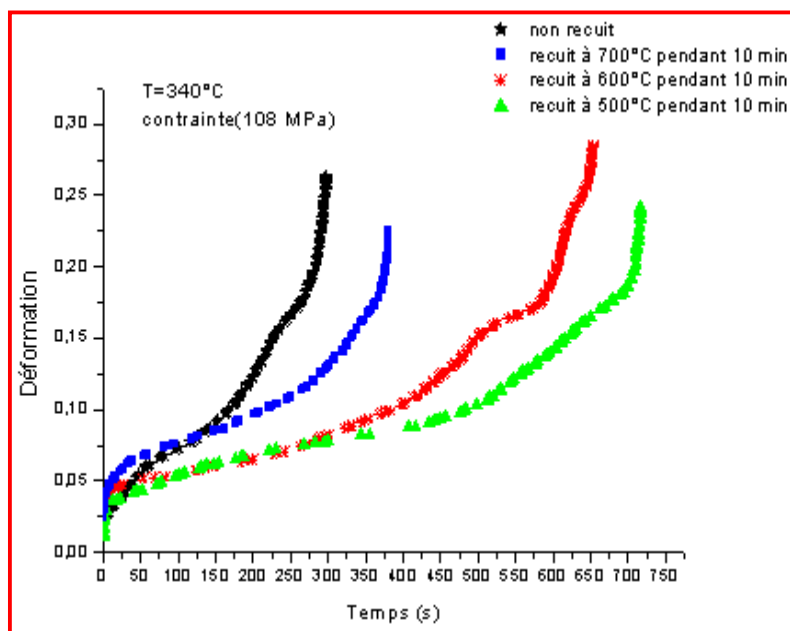


Figure IV.26. Courbes de déformation de fluage à $T=340\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =108\text{ MPa}$ de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit 10 min à 500,600 et 700 ° C

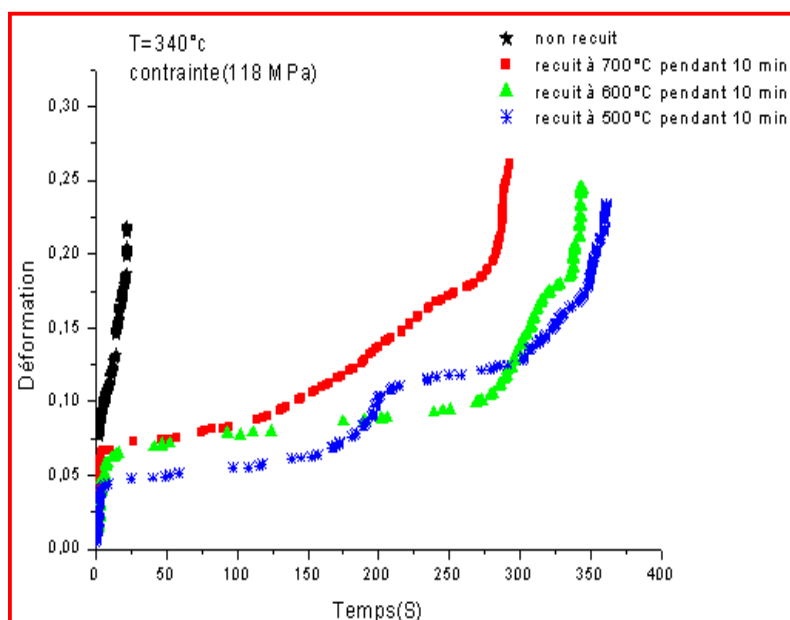


Figure IV.27. Courbes de déformation de fluage à $T=340\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =118\text{ MPa}$ de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit 10 min à 500,600 et 700 ° C

IV.3.3.5. Effet de recuit à 500 ° C pendant 120 min :

Les figures.IV.28,29 et 30, illustrent des courbes de déformation en fonction du temps d'un fil de cuivre tréfilé à diamètre 1,8 mm et recuit pendant 120 min à 500 ° C et $\sigma=98, 108$ et 118 MPa. Nous constatons que le stade primaire et tertiaire de fluage a une durée très courte par rapport au stade secondaire. Le temps de rupture est beaucoup plus supérieure comparé aux tests précédents, cela signifie que ce temps de recuit a permis d'avoir la taille de grain optimale qui améliore la résistance au fluage [45].

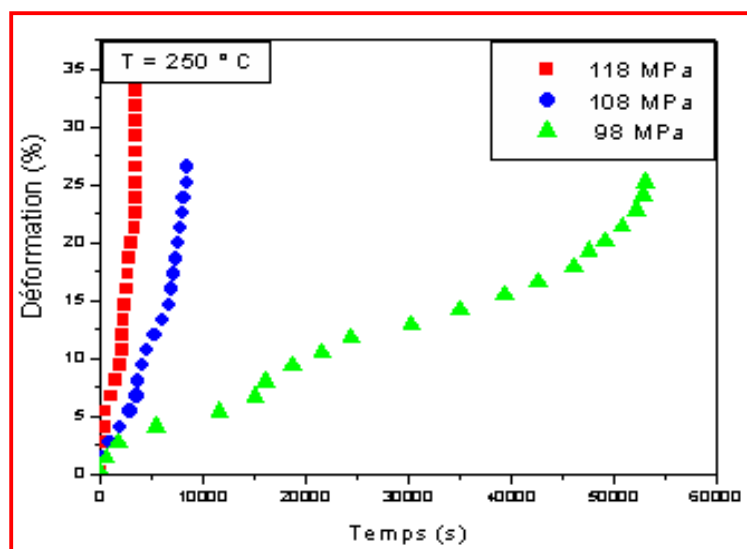


Figure IV.28. Courbes de déformation de fluage à $T=250$ ° C et sous différentes contraintes $\sigma=98, 108$ et 118 MPa de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit 120 min à 500 ° C.

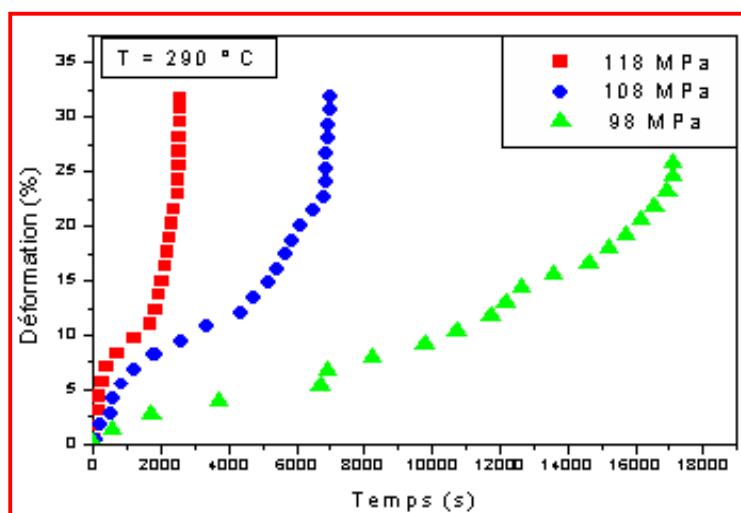


Figure IV.29. Courbes de déformation de fluage à $T=290$ ° C et sous différentes contraintes $\sigma=98, 108$ et 118 MPa de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit 120 min à 500 ° C.

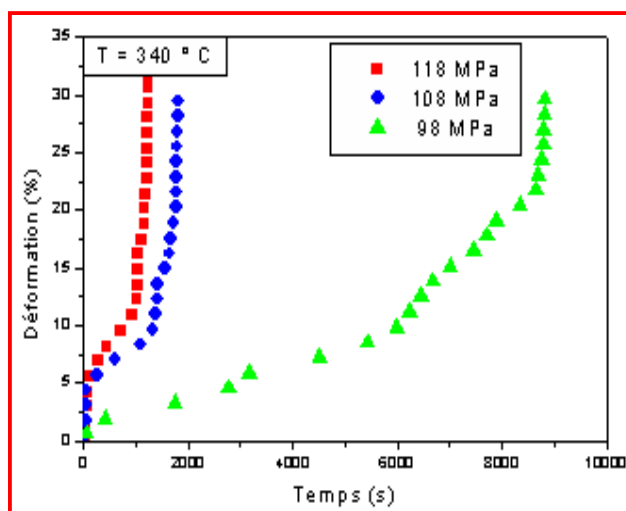


Figure IV.30. Courbes de déformation de fluage à $T=340\text{ }^{\circ}\text{C}$ et sous différentes contraintes $\sigma=98, 108$ et 118 MPa de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit 120 min à $500\text{ }^{\circ}\text{C}$.

IV.3.3.6. L'effet du temps de recuit sur le comportement en fluage de fil de cuivre

Les figures IV.31,32,33 et 34, illustrent des courbes de fluage d'un fil de cuivre tréfilé à diamètre $d=1.8\text{ mm}$ et recuit de 10 min et 120 min à température de 290 et $340\text{ }^{\circ}\text{C}$ et sous les contraintes $\sigma=98,108$ et 118 MPa . Nous avons remarqué que le fil de cuivre traité à $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 120 min représente le temps de rupture le plus long comparé à un fil de cuivre traité à $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 10 min ce qui améliore la résistance au fluage du matériau. Par exemple à la figure.V.31 on remarque que le temps de rupture de test de fluage de fil traité à $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 120 min est supérieur à celui traité à $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 10 min de 1,54 fois sous les conditions de test du fluage ($290\text{ }^{\circ}\text{C}$ et 98 MPa). On remarque que si on augmente la température de fluage $290\text{ }^{\circ}\text{C}$ jusqu'à $340\text{ }^{\circ}\text{C}$, le temps de rupture change et le facteur de temps de rupture diminué (1,01) par rapport un fil de cuivre dans la figure.V.31 ($T=340\text{ }^{\circ}\text{C}$ et 98 MPa). Ce résultat s'explique par le fait que le recuit provoque une croissance de la taille du grain et comme la vitesse de déformation au fluage est inversement proportionnelle à la taille du grain selon l'équation de Coble, Poirier [6], cela provoque la diminution de la vitesse de fluage stationnaire et l'augmentation du temps de rupture.

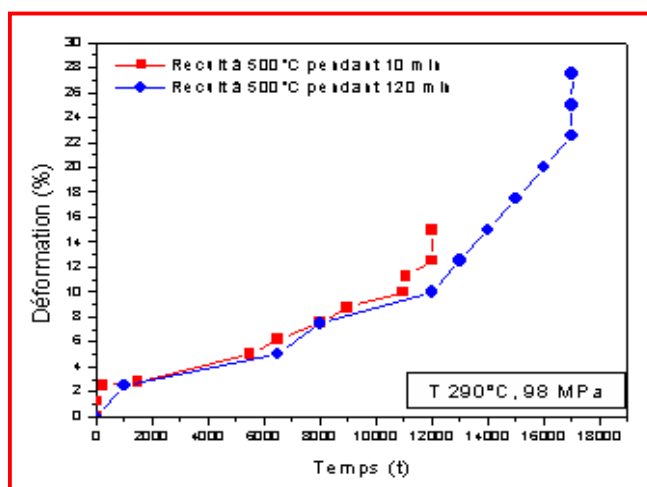


Figure IV.31. Courbes de fluage des fils de cuivre tréfilés à diamètre $d=1,8$ mm et recuit à 500°C de 10 min et 120 min (2 h), sous ($T=290^{\circ}\text{C}$ et $\sigma=98$ MPa).

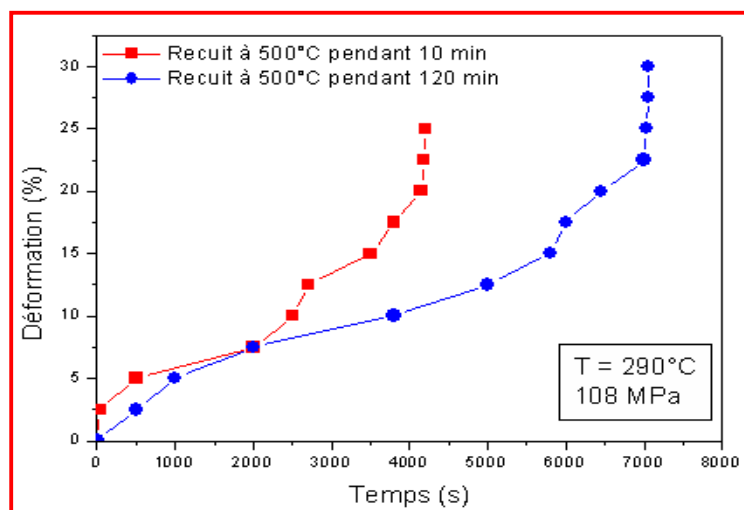


Figure IV.32. Courbes de fluage des fils de cuivre tréfilés à diamètre $d=1,8$ mm et recuit à 500°C de 10 min et 120 min (2 h), sous ($T=290^{\circ}\text{C}$ et $\sigma=108$ MPa).

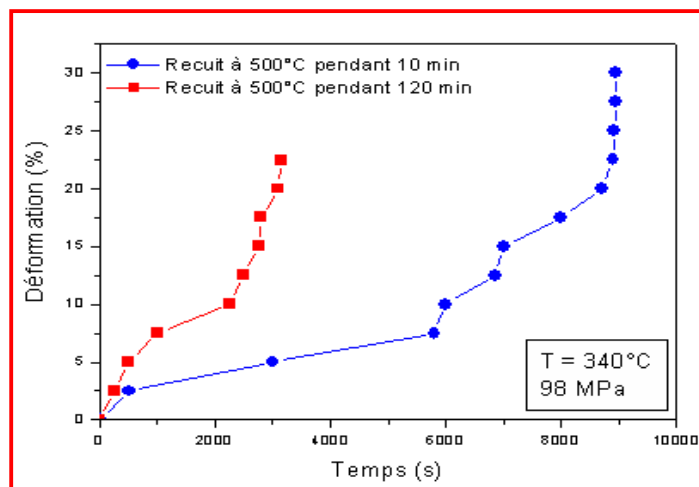


Figure IV.33. Courbes de fluage des fils de cuivre tréfilés à diamètre $d = 1,8 \text{ mm}$ et recuit à $500 \text{ }^\circ\text{C}$ de 10 min et 120 min (2 h), sous ($T = 340 \text{ }^\circ\text{C}$ et $\sigma = 98 \text{ MPa}$).

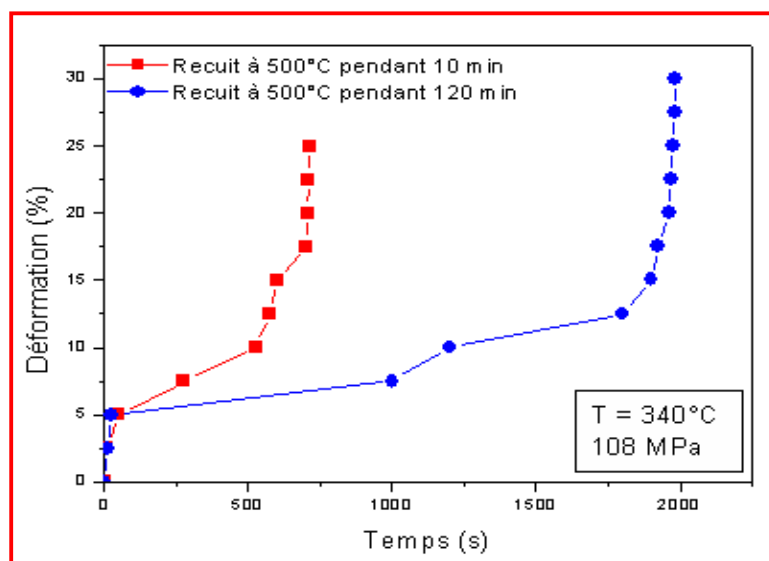


Figure IV.34. Courbes de fluage des fils de cuivre tréfilés à diamètre $d = 1,8 \text{ mm}$ et recuit à $500 \text{ }^\circ\text{C}$ de 10 min et 120 min (2 h), sous ($T = 340 \text{ }^\circ\text{C}$ et $\sigma = 108 \text{ MPa}$).

IV.3.4. Sensibilité de la vitesse à la contrainte:

Dans le but de mettre en évidence les vitesses de déformation par fluage, les figures IV.35-37, illustrent l'évolution des vitesses de déformation en fluage stationnaire en fonction des contraintes appliquées pour une température constante. Ces vitesses sont représentées dans un repère logarithmique ($\log(\dot{\varepsilon})$) en fonction de ($\log(\sigma)$). Cette représentation permet de visualiser la sensibilité de la vitesse à la contrainte. En supposant que la vitesse de déformation s'écrive selon la relation $\dot{\varepsilon} = B\sigma^n$ (loi explicitée Norton). Il a été constaté que la valeur de la sensibilité à la contrainte n varie entre ($n=6$ jusqu'à $n=12,13$), à cause des fortes contraintes appliquées à moyenne température, ce qui montre que la déformation du matériau est gouvernée par un mécanisme de fluage dislocation. Ces valeurs sont en accord avec les travaux de Zikry et Georgy [34], qu'ils ont trouvé qu'aux températures d'essai (200, 300 et 400 °C), et de contrainte (40 MPa jusqu'à 200 MPa), que les valeurs de la sensibilité de la vitesse de contrainte varie entre ($n = 5$ jusqu'à $n = 28$) de fil du cuivre pur 99.99 % et tréfilé (diamètre $d=1$ mm).

La figure IV.35 regroupe les variations de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte à 290 °C des fils tréfilés sans recuit et avec recuit pendant 10 min à 500, 600 et 700 °C. Nous constatons que la vitesse de déformation en fluage de fil tréfilé sans recuit est beaucoup plus rapide.

La figure IV.36 regroupe les variations de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte à 340 °C des fils tréfilés sans recuit et avec recuit pendant 10 min à 500, 600, 700 °C. Nous constatons que la vitesse de déformation en fluage de fil tréfilé sans recuit est aussi beaucoup plus rapide.

La figure V.37 montre la dépendance de la vitesse de fluage stationnaire et la contrainte du fil de cuivre traité à 500 °C pendant 120 min avec les conditions de tests de fluage ($T=250, 290$ et 340 °C). Il a été constaté que la valeur de la sensibilité à la contrainte n varie entre ($n=9,21$ jusqu'à 10,14), ce qui montre aussi que la déformation du matériau est gouvernée par un mécanisme de fluage dislocation.

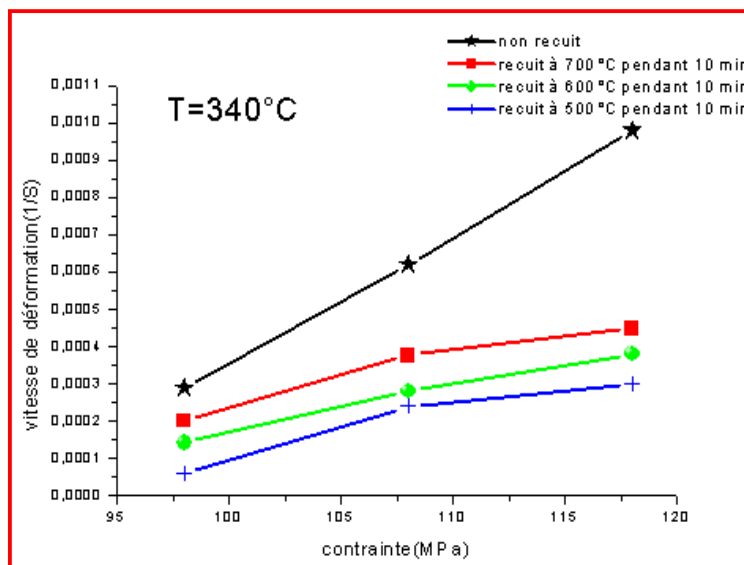


Figure IV.35. Variation de la vitesse de déformation stationnaire en fonction de la contrainte à 340 °C de fil non recuit et fil recuit 10 min à 500,600 et 700 °C.

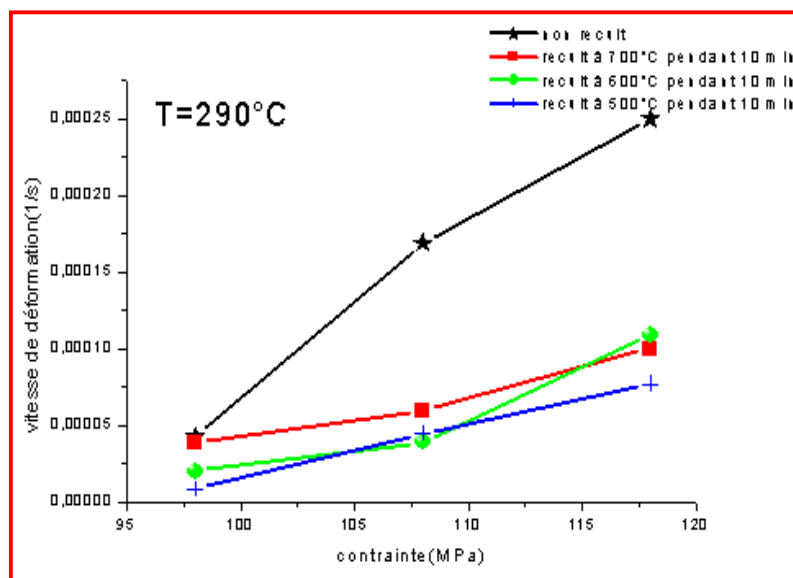


Figure IV.36. Variation de la vitesse de déformation stationnaire en fonction de la contrainte à 290 °C de fil sans recuit et fil recuit 10 min à 500,600 et 700 °C.

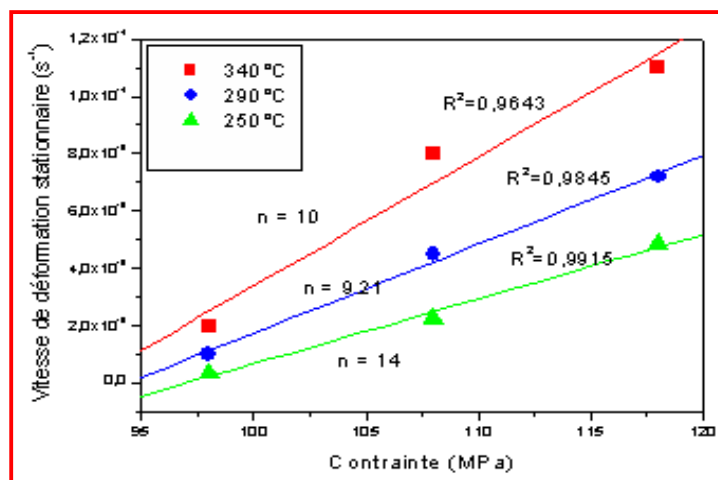


Figure IV.37. Variation de la vitesse de déformation stationnaire en fonction de la contrainte aux 250, 290 et 340 °C de fil de cuivre sans recuit.

Alors les valeurs de constante de Norton n (la sensibilité de la vitesse à la contrainte) varient de 6 jusqu'à 13,18. (Tableau IV.3):

Tableau IV.3. Les valeurs de facteur de Norton des fils tréfilés non traités et traité 10 min à $T= 500, 600$ et 700 °C

Etat de fil	Constant de Norton (n)				
	Fil non traité	Fil traité à 700 °C pendant 10 min	Fil traité à 600 °C pendant 10 min	Fil traité à 500 °C pendant 10 min	Fil traité à 500 °C pendant 120 min (2 h)
T=290°C	6,75	6	8,5	10	9,21
T=340°C	9,11	8,83	11,27	12	10

IV.3.5.Calcul de l'énergie d'activation Q_c :

On constate que l'énergie d'activation la plus élevée est celle du fil de cuivre non traité. Par contre, le matériau traité à 700 °C a la plus grande valeur de Q_c par rapport aux autres fils de cuivre tréfilés et traités 10 min à 500 et 600 °C, et le fil de cuivre traité à 500 °C pendant 120 min. On note que de l'énergie d'activation apparente, implique un changement dans le mécanisme de fluage. D'autres essais ont montré que les valeurs de l'énergie d'activation apparente Q_c sont égales à 106,1 et 90,3 kJ / mol.

D'après Akbari et al [46], l'énergie d'activation de cuivre pur a une valeur moyenne de 112,4 k J/mol. Ils ont indiqué que ces valeurs d'énergie d'activation sont proches de 138 kJ/mol et qui correspondent au mécanisme de fluage contrôlé par la montée des dislocations dans le cuivre.

Les figures IV. 38, 39, 40 et 41, illustrent l'évolution logarithmique des vitesses de déformation en fluage stationnaire en fonction de la température pour différentes contraintes 98,108 et 118 MPa. Ces figures montrent clairement que chaque fois qu'on diminue la température de traitement thermique, la valeur de l'énergie d'activation augmente.

La figure.IV.41 représente aussi l'évolution logarithmique des vitesses de déformation en fluage stationnaire en fonction de la température de fil de cuivre traité à 500 ° C pendant 120 min (2 h), mais menés sous 98,108 et 118 MPa. Les valeurs de l'énergie d'activation sont 50,75, 31,75 et 22,25 kJ/mol respectivement aux contraintes 98, 108 et 118 MPa.

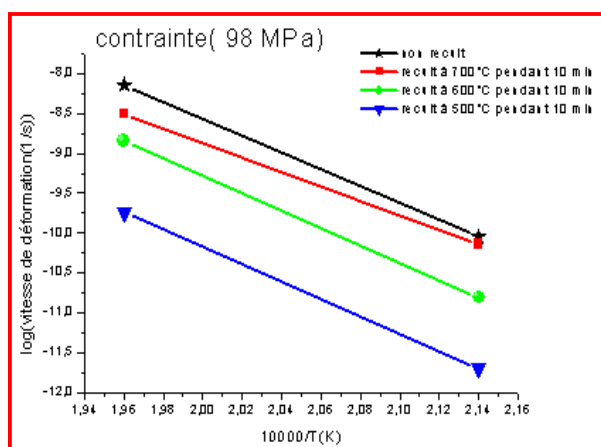


Figure IV.38. Variation de la vitesse de déformation stationnaire en fonction de $1/T$ pour deux contraintes différentes de fil non recuit et recuit 10 min à 500, 600 et 700 ° C sous contrainte $\sigma = 98$ MPa.

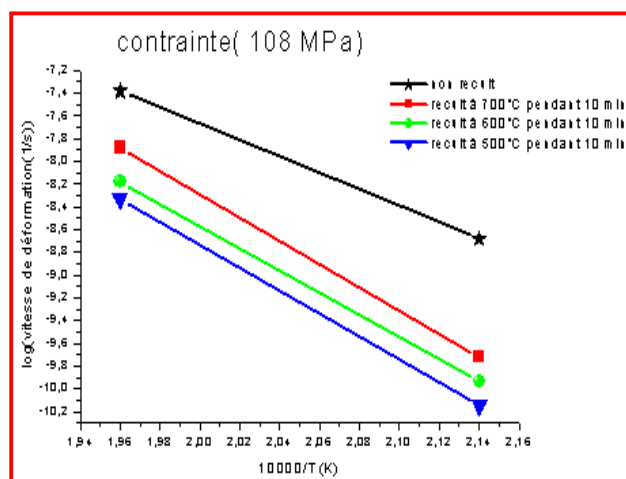


Figure IV.39. Variation de la vitesse de déformation stationnaire en fonction de $1/T$ pour deux contraintes différentes de fil non recuit et recuit à 10 min à 500, 600 et 700 °C sous contrainte $\sigma = 108$ MPa.

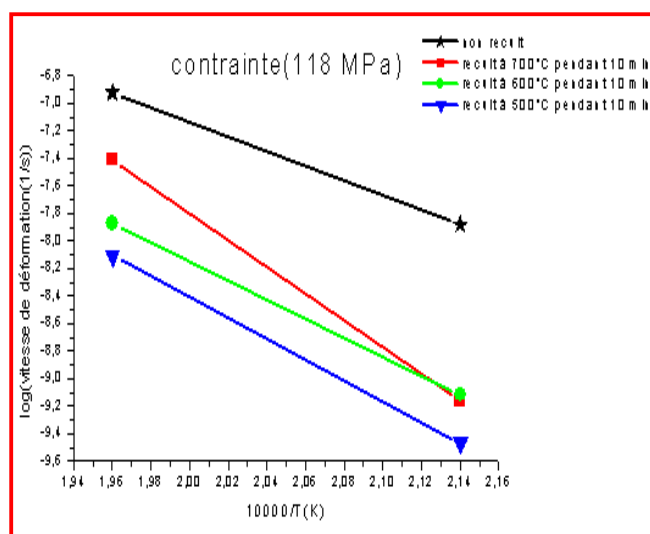


Figure IV.40. Variation de la vitesse de déformation stationnaire en fonction de $1/T$ pour deux contraintes différentes de fil non recuit et recuit 10 min à 500, 600 et 700 °C sous contrainte $\sigma = 118$ MPa.

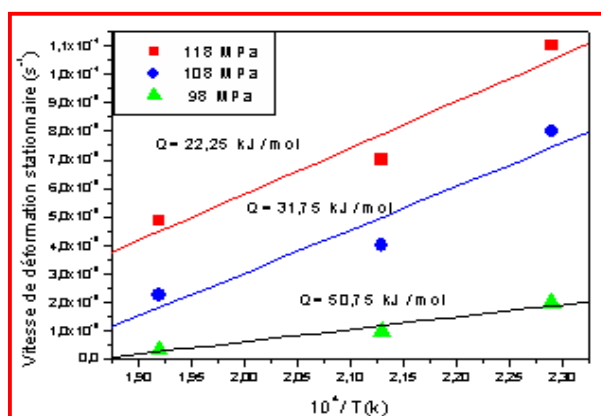


Figure IV.41. Variation de la vitesse de déformation stationnaire en fonction de $(1/T)$ pour contraintes différentes de fil de cuivre non recuit.

Les valeurs de l'énergie d'activation Q_c obtenues à partir de nos résultats sont rassemblées dans le tableau IV.4. Ces valeurs de Q_c varient de 80,75 à 147,11 kJ / mol.

Tableau IV.4. Les valeurs de l'énergie d'activation apparente Q_c (KJ/mol) pour différents essais de fluage de fil de cuivre tréfilé.

	Q_c (kJ/mol)				
	Non traité	Traité à 700 ° C pendant 10 min	Traité à 600 ° C pendant 10 min	Traité à 500 ° C pendant 10 min	Traité à 500 ° C pendant 120 min
$\sigma = 118$ MPa	147,11	127	105,47	107	22,25
$\sigma = 108$ MPa	121	106,16	103	99,82	31,75
$\sigma = 98$ MPa	110,2	94	86,55	80,75	50,75

IV.3. 6. Résultats des essais de fluage de fils de cuivre de diamètre $d = 2,4$ mm :

IV.3.6.1. Les essais de fluage

Dans cette partie du travail, nous avons étudié les expériences de fluage sur des fils de cuivre tréfilé d'un diamètre de 2,4 mm. Nous avons donc choisi les fils suivants : un fil de cuivre sans traitement thermique, un fil traité à 600 ° C et un autre traité à 700 ° C, pour voir l'effet des traitements thermiques sur le comportement du fil de cuivre au cours de l'expérience de fluage.

L'évolution de la déformation des fils de cuivre tréfilés non traité et traités thermiquement à 600 et 700 ° C pendant 10 min a été présentée dans les figures.VI.42 et 43. Nous avons trouvé dans tous ces résultats, que le fil de cuivre traité à la température 600 ° C possède le plus grand temps de rupture et cela signifie aussi qu'il a la plus grande résistance au fluage. Nous pouvons dire que nous avons trouvé les mêmes résultats de fluage de fil de cuivre tréfilé d'un diamètre de 1,8 mm surtout par rapport à un fil de cuivre non traité et traité à 600 et 700 ° C a température de fluage 340 ° C.

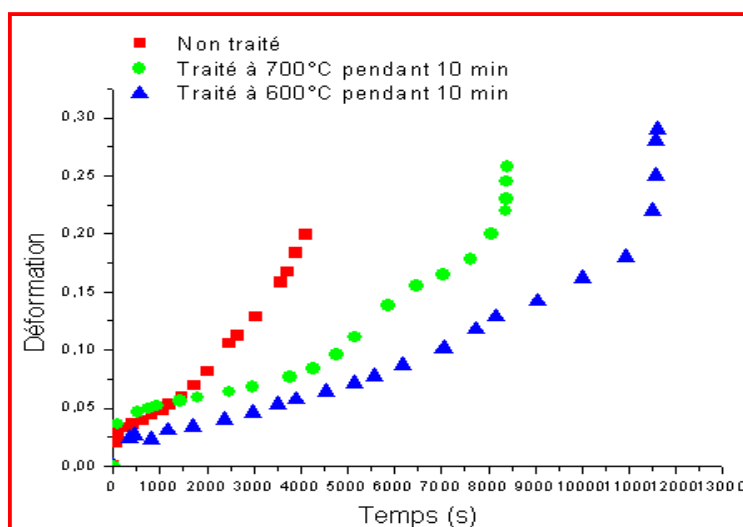


Figure IV.42. Courbes de déformation de fluage à $T=290\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =98\text{ MPa}$ de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit 10 min à 600 et 700 ° C.

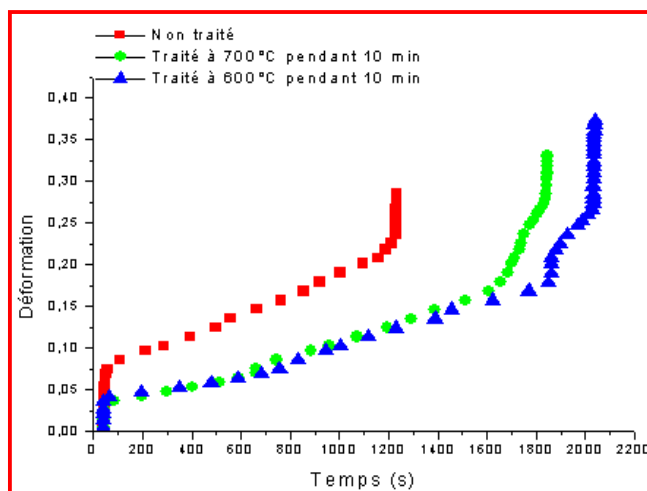


Figure IV.43. Courbes de déformation de fluage à $T=290^{\circ}\text{C}$ et $\sigma =98\text{ MPa}$ de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit 10 min à 600 et 700°C

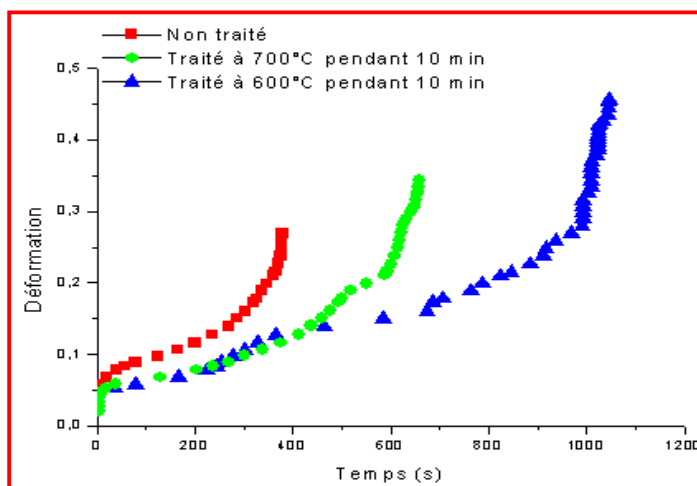


Figure IV.44. Courbes de déformation de fluage à $T=290\text{ }^{\circ}\text{C}$ et $\sigma=98\text{ MPa}$ de fil de cuivre tréfilé non recuit et du fil recuit 10 min à 600 et 700 ° C

IV.3.6.2. Sensibilité de la vitesse à la contrainte (n) :

La figure VI.45 regroupe les variations de la vitesse de déformation en fonction de la contrainte à 340 ° C de fil de cuivre tréfilé non traité et traité à 600 et 700 ° C. Les résultats montrent un seul mécanisme de fluage. Pour un fil de cuivre non traité, le mécanisme de déformation est fluage de dislocation puisque la valeur de n est 4. Cette valeur de n indique que la vitesse de déformation est contrôlée avec des glissements ou monté des dislocations [8]. Mais pour les fils de cuivre traitées à 600 et 700 ° C, les valeurs de n ($n = 6,11$ et $7,22$ respectivement des fils de cuivre traité à 700 et 600 ° C) impliquent l'occurrence de loi de puissance à la rupture [9].

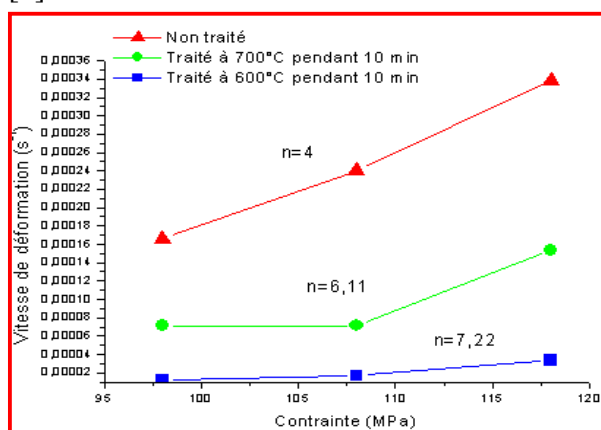


Figure IV.45. Variation de la vitesse de déformation stationnaire en fonction de la contrainte à 340 ° C de fil sans recuit et fil recuit 10 min à 600 et 700 ° C.

IV. 3.7. Effet du taux de déformation

IV.3.7.1. Fils de cuivre tréfilés sans traitement thermique

Les figures IV.46, 47 et 48 illustrent les courbes de fluage des fils de cuivre tréfilés à froid avec des taux de déformation 77,5 % (d=1,8 mm) - 70 % (d=2,4 mm) respectivement à des contraintes 98,108 et 118 MPa et à température 340 ° C. On a remarqué que les fils de cuivre tréfilés pour un taux de déformation faiblement réduit (70%) présentent une durée de vie presque cinq fois supérieur par rapport à ceux fortement réduit (77,5%) à la contrainte 98 MPa (figure VI.46), 7 fois à la contrainte 108 MPa (figure VI.47) et aussi 16 fois à la contrainte 118 MPa. On peut dire que le matériau de taux de déformation réduit se caractérise par une diminution de la densité des dislocations résiduelles en présentant une structure à gros grains qui favorise la déformation de fluage.

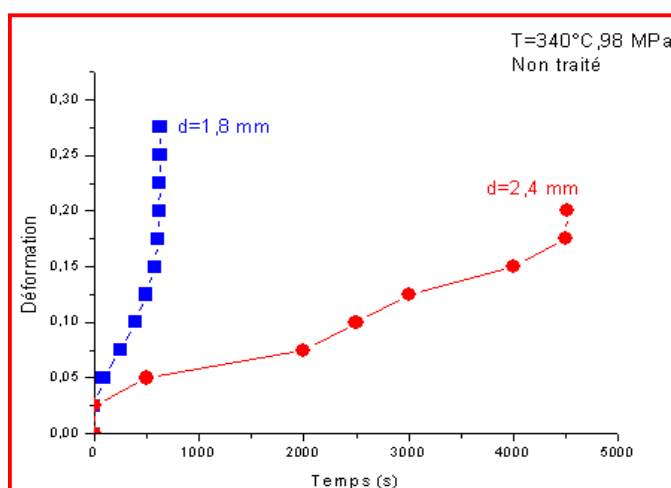


Figure IV.46. Courbes de déformation de fluage en fonction du temps des fils de cuivre tréfilés à taux de déformation de 77,5, 70 % à température 340 ° C et sous contrainte 98 MPa.

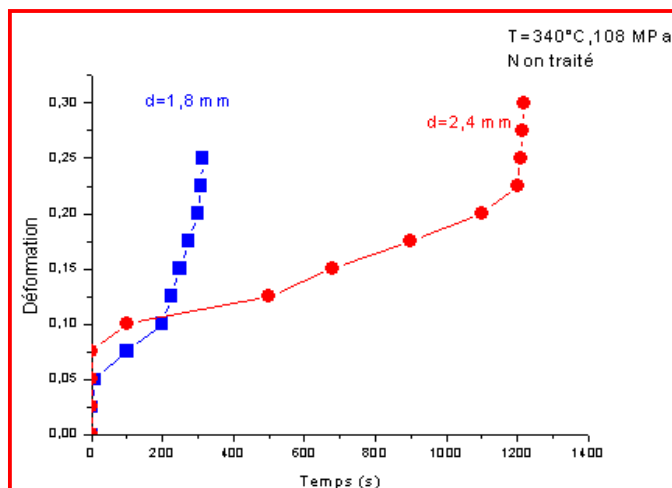


Figure IV.47. Courbes de déformation de fluage en fonction du temps des fils de cuivre tréfilés à taux de déformation de 77,5, 70 % à température 340 ° C et sous contrainte 98 MPa.

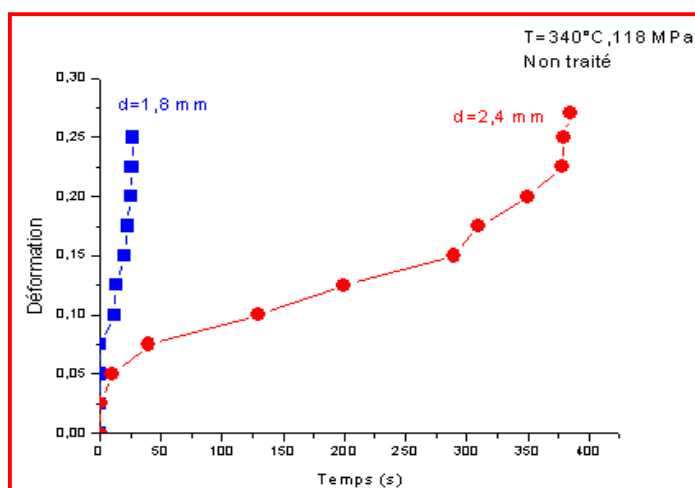


Figure IV.48. Courbes de déformation de fluage en fonction du temps des fils de cuivre tréfilés à taux de déformation de 77,5, 70 % à température 340 ° C et sous contrainte 108 MPa.

IV.3.7.2. Fils de cuivre tréfilés et traités à 700 ° C pendant 10 min :

Les figures IV.49, 50 et 51 illustrent les courbes de fluage du fil de cuivre de 1,8 mm et de 2,4 mm de diamètre avec un état tréfilé et recuit à 700°C pendant 10 minutes respectivement à des contraintes de 98, 108 et 118 MPa. Nous constatons que le fil de cuivre tréfilé et recuit de diamètre 2,4 mm prédéformé de 70 % présente un temps de rupture élevé par rapport au fil de cuivre tréfilé et recuit de diamètre 1,8 mm prédéformé de 75,5 %. Par exemple dans la figure IV.49 ou le résultat de l'essai de fluage obtenu sous la contrainte 98 MPa, le temps de rupture d'un fil prédéformé 70% presque huit fois une durée de vie par rapport à un fil prédéformé 75,5 %.

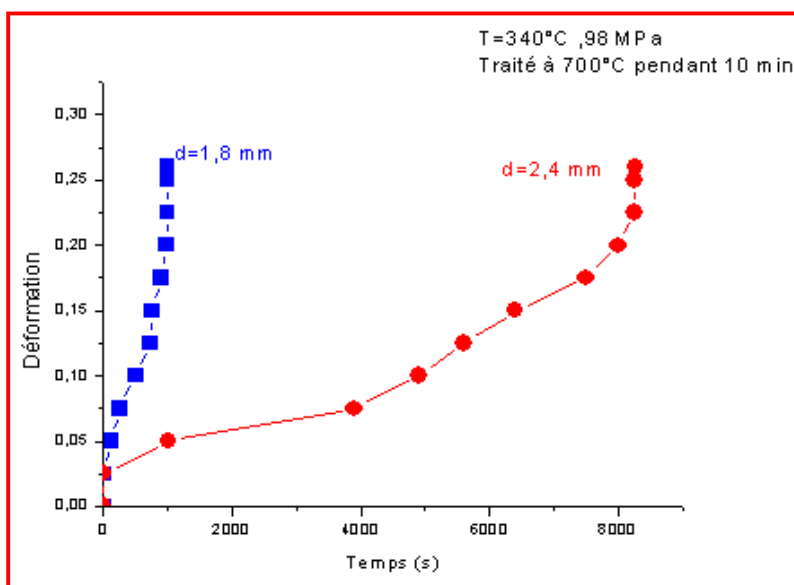


Figure IV.49. Courbes de déformation de fluage en fonction du temps des fils de cuivre tréfilés à taux de déformation de 77,5, 70 % et traité thermiquement à 700 ° C pendant 10 min (à température 340 ° C et sous contrainte 98 MPa).

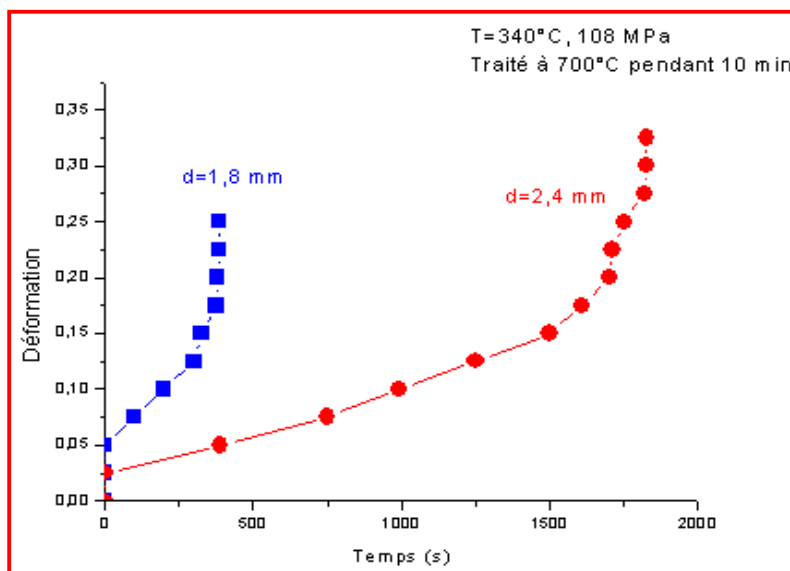


Figure IV.50. Courbes de déformation de fluage en fonction du temps des fils de cuivre tréfilés à taux de déformation de 77,5, 70 % et traité thermiquement à 700 ° C pendant 10 min (à température 340 ° C et sous contrainte 108 MPa).

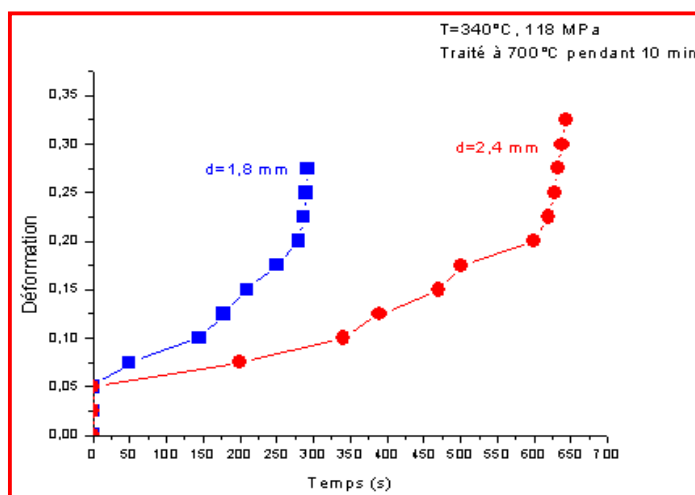


Figure IV.51 .Courbes de déformation de fluage en fonction du temps des fils de cuivre tréfilés à taux de déformation de 77,5, 70 % et traité thermiquement à 700°C pendant 10 min (à température 340°C et sous contrainte 108 MPa).

IV.3.7. 3. Fils de cuivre tréfilés traité à 600 ° C pendant 10 min :

Les figures.IV.52, 53 et 54 représentent les courbes de fluage du fil de cuivre de 1,8 mm et de 2,4 mm de diamètre avec un état tréfilé et recuit à 600 ° C pendant 10 minute respectivement à contraintes 98, 108 et 118 MPa. On a remarqué que les fils tréfilé de taux de déformation faiblement réduit (70%) présente une ductilité presque cinq fois par rapport à ceux fortement réduit (77,5 %) à contrainte 98 MPa (figure.IV.52) et une vitesse de déformation de fluage élevée, ce qui veut dire que le matériau de taux de déformation réduit se caractérise par une diminution de la densité des dislocations résiduelles en présentant une structure à gros grains qui favorise la déformation de fluage.

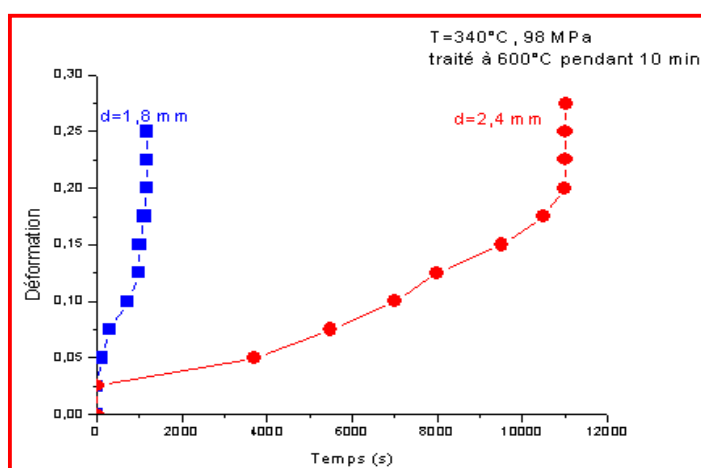


Figure IV.52 .Courbes de déformation de fluage en fonction du temps des fils de cuivre tréfilés à taux de déformation de 77,5, 70 % et traité thermiquement à 600 ° C pendant 10 min (à température 340 ° C et sous contrainte 98 MPa).

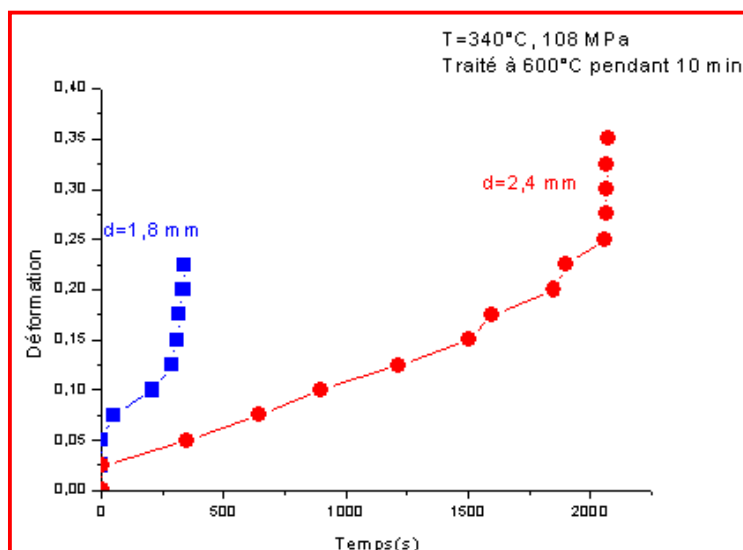


Figure IV.53. Courbes de déformation de fluage en fonction du temps des fils de cuivre tréfilés à taux de déformation de 77,5, 70 % et traité thermiquement à 600°C pendant 10 min (à température 340°C et sous contrainte 108 MPa).

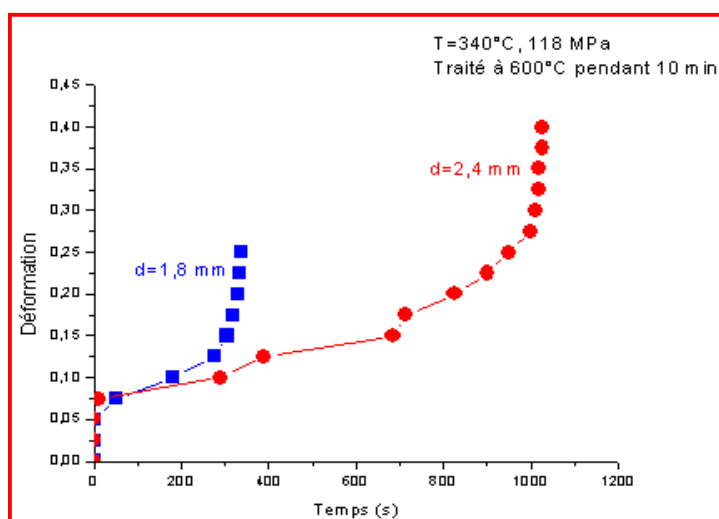


Figure IV.54. Courbes de déformation de fluage en fonction du temps des fils de cuivre tréfilés à taux de déformation de 77,5, 70 % et traité thermiquement à 600°C pendant 10 min (à température 340°C et sous contrainte 118 MPa).

IV.4. Caractérisation de la microstructure :

IV.4.1. Caractérisation de la microstructure avec la microscopie optique :

Dans cette partie d'étude nous avons utilisé la microscopie optique afin de suivre l'évolution microstructurale du comportement des fils de cuivre tréfilés avant et après fluage aux différentes températures et contraintes.

IV.4.1.1. Microstructure du fil de cuivre tréfilé sans fluage:

On a trouvé lors des essais de fluage qu'en augmentant la température de traitement thermique du fil tréfilé de cuivre à 700 ° C, la durée de vie du matériau est plus courte par rapport aux autres matériaux traités. Ce résultat peut être expliquée par microscopie optique comme le montre l'observation microscopique des fils de cuivre non traités (figure IV.55) et après traitements thermiques à 500 ° C (Figure IV.56) et 700 ° C (figure IV.57). Dans ce cas, le traitement thermique à 700 ° C augmente la taille des grains par rapport aux autres fils traités. Toutefois, le traitement thermique de fils tréfilés à 500 ° C pendant 10 minutes induit une recristallisation primaire qui se caractérise par des grains plus fins. Cette dernière microstructure confère au matériau une durée de vie plus longue. Il est connu que le renforcement augmente avec la taille la plus petite des grains et qui est associée à une augmentation de la densité de dislocations à l'intérieur des grains en raison des sources de dislocations d'activation [47].

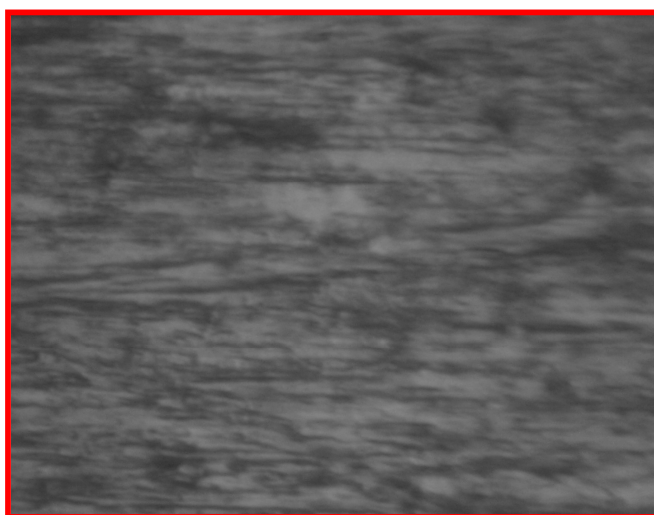


Figure IV.55. Microstructure du fil de cuivre tréfilé sans recuit et non flué

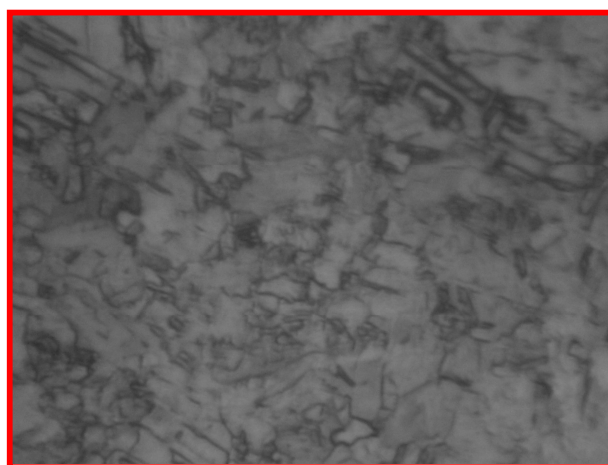


Figure IV.56. Microstructure du fil de cuivre tréfilé recuit à 500 °C pendant 10 min et non flué

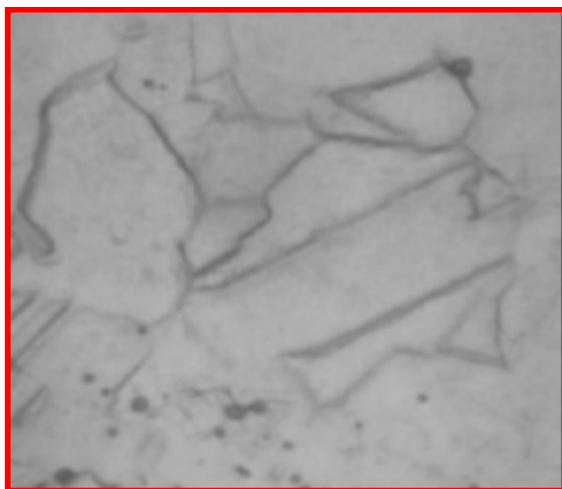


Figure IV.57. Microstructure du fil de cuivre tréfilé recuit à 700 ° C pendant 10 min et non flué

IV.4.1.2. Microstructure après fluage du fil de cuivre tréfilé:

Afin d'observer les caractéristiques microstructurales qui ont été générées au cours de l'essai de fluage, les éprouvettes de fil de cuivre ont été examinées par microscopie optique (figure IV.58, 59 ,60 et 61). Nous suggérons que la principale cause de la fracture du cuivre au cours de l'essai de fluage est la présence de haute densité des micro-pores dans ce matériau industriel comme le montrent les figures (IV.58, 59 ,60 et 61). Dans notre cas, la croissance de fissure est provoquée par la coalescence des micropores ce qui induit la rupture du matériau dans la zone de striction.

Dans ce contexte, Williams et Thomas [36] ont étudié le fluage du cuivre de haute pureté, où des micro-fissures ont été observées durant le fluage. Il a été trouvé par Zinkle et Lee [48] que l'origine de pores dans le cuivre était due à l'effet de l'oxygène généré au cours de l'essai de fluage. Les fissures dans les métaux flués peuvent avoir comme origine, la préexistence de défauts et des processus liés à la corrosion.

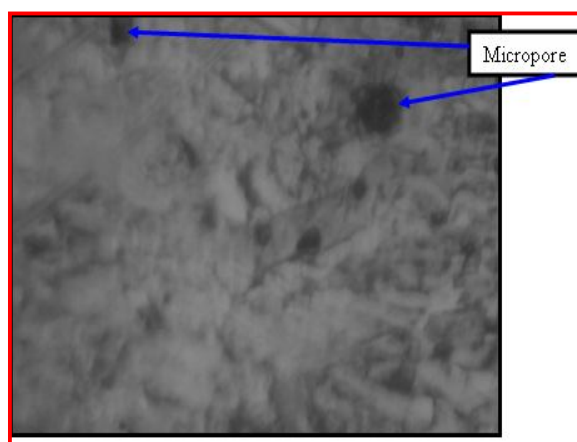


Figure IV.58. Micrographie après essai de fluage (118 MPa, 340 ° C et recuit à 500 ° C pendant min) de fil de cuivre tréfilé (faible densité de micropores loin de la zone de rupture).

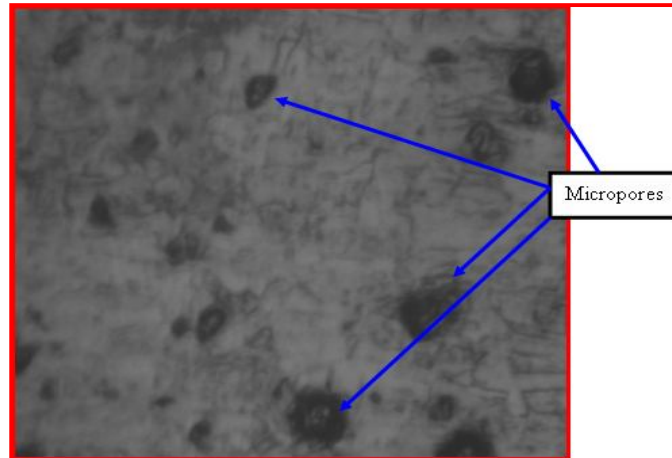


Figure IV.59. Micrographie après essai de fluage (118 MPa, 340 ° C et recuit à 700 ° C pendant 10 min) de fil de cuivre tréfilé (faible densité de micropores loin de la zone de rupture).

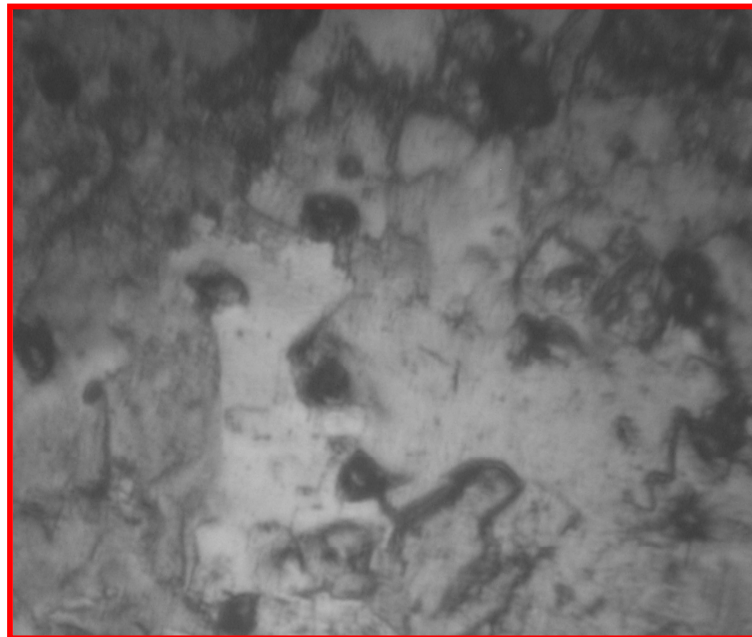


Figure IV.60. Micrographie après l'essai de fluage (118 MPa, 340 ° C) du fil de cuivre tréfilé (faible densité de micropores loin de la zone de rupture).

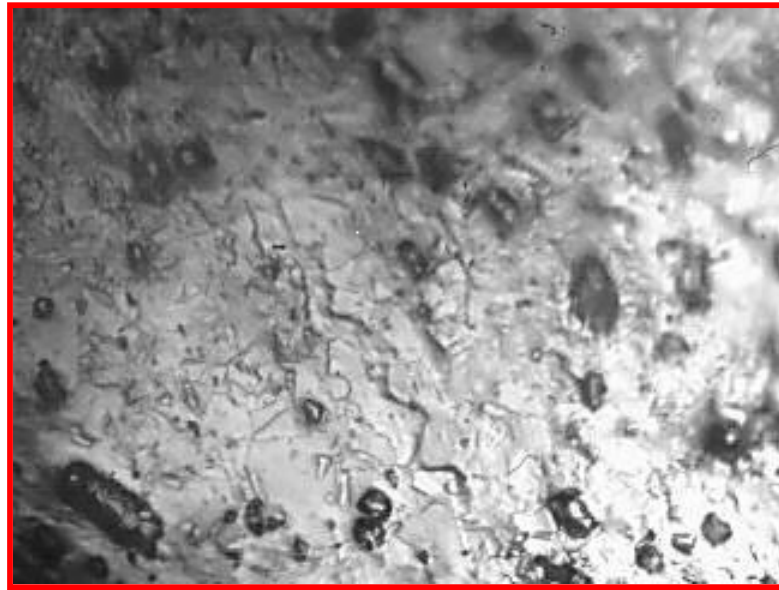


Figure IV.61. Fractographie après essai de fluage (98 MPa, 340 °C et recuit 500 °C pendant 10 min) du fil de cuivre tréfilé (haute densité de micropores près de la zone de rupture).

L'observation macrographique de la zone de rupture montre clairement la région de striction qui est caractérisée par un diamètre inférieur par rapport aux autres parties de l'éprouvette figure IV.62, 63,64 et 65.

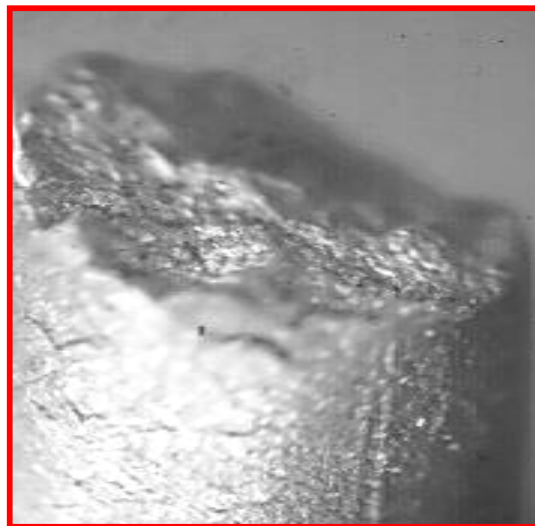


Figure IV.62. Fractographie après essai de fluage (118 MPa ,340 °C) du fil de cuivre tréfilé non recuit. (Striction zone après l'essai de fluage)

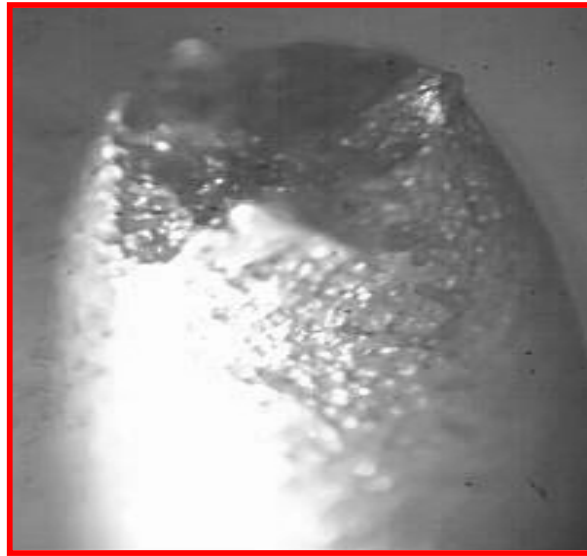


Figure IV.63. Fractographie après essai de fluage (118 MPa, 340 ° C) du fil de cuivre tréfilé et recuit à 700 ° C pendant 10 min. (striction zone après l'essai de fluage)

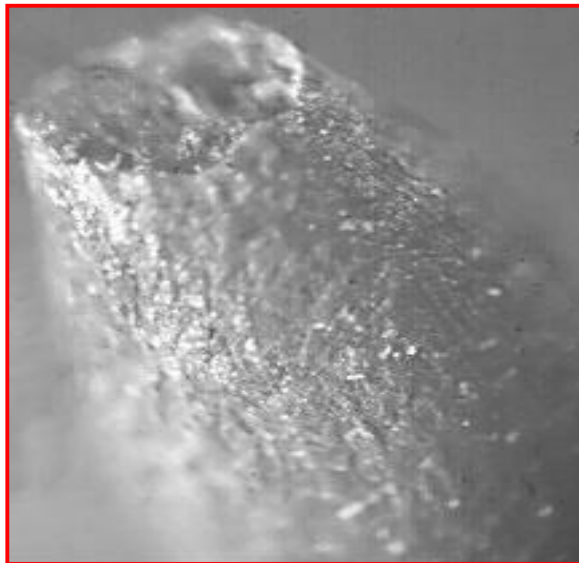


Figure IV.64. Fractographie après essai de fluage (118 MPa, 340 ° C) du fil de cuivre tréfilé et recuit à 600 ° C pendant 10 min. (Striction zone après l'essai de fluage)

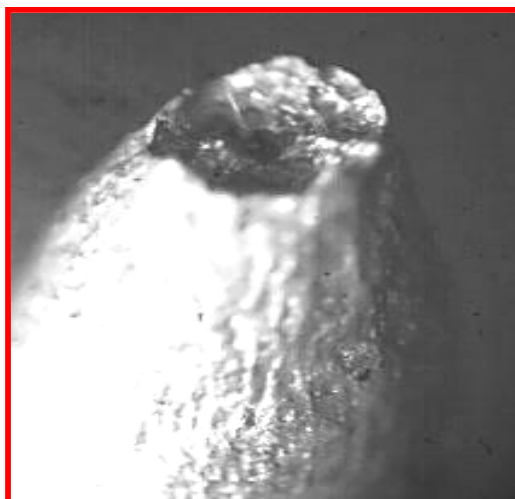


Figure IV.65. Fractographie après essai de fluage (118 MPa, 340 °C) du fil de cuivre tréfilé (striction zone après l'essai de fluage).

Une coupe longitudinale de la zone proche de rupture du fil de cuivre qui a subi un essai de fluage montre la formation de cavités (macro-pores) figure IV.59. Ces macropores provoquent la rupture rapide du matériau.

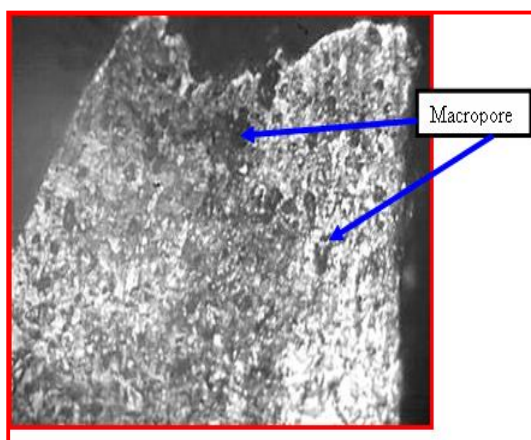


Figure IV.66. Fractographie après essai de fluage (108 MPa, 340 °C et recuit 500 °C pendant 10 min) du fil tréfilé de cuivre à haute densité de macropores près de la zone de rupture.

IV.4.2. Caractérisation de la microstructure avec le MEB :

Dans cette partie d'étude nous avons utilisé le microscope électronique à balayage (MEB) afin de suivre l'évolution microstructurale du comportement des fils de cuivre tréfilés après les essais de fluage aux différentes températures et contraintes.

IV.4.2.1. fil de cuivre tréfilé à diamètre $d=1,8$ mm :

La figure IV.67 montre le faciès de rupture de fil de cuivre tréfilé et non traité thermiquement après l'essai de fluage à 290°C sous la contrainte de 118 MPa. Le centre du faciès est plat et des lèvres de cisaillement sont observées sur le pourtour. Il semble donc que l'endommagement se développe d'abord à cœur. La différence majeure de géométrie de cette éprouvette suivant la température concerne la réduction de cette section d'éprouvette, elle est presque uniforme sur toute la longueur utile à 290°C , ce qui est en accord avec les travaux de Beniwal et al [44].

La figure IV.68 représente le faciès de rupture de fil de cuivre tréfilé et traité thermiquement à 500°C pendant 10 min en essai de fluage à 290°C sous contrainte 118 MPa. Cependant on trouve dans la figure IV.68 que la réduction de la section de fil de cuivre traité à 500°C est localisée et conduisant à une striction importante (60 %).

La figure IV.69 représente le faciès de rupture de fil de cuivre tréfilé et traité thermiquement à 600°C pendant 10 min en l'essai de fluage à 290°C sous contrainte 118 MPa. On observe la même chose que la figure IV.68 et la réduction de section de ce fil presque 64 %. On peut dire aussi, d'après les figures IV.67 et 68, que les traitements thermiques augmentent la ductilité des fils de cuivre tréfilé.

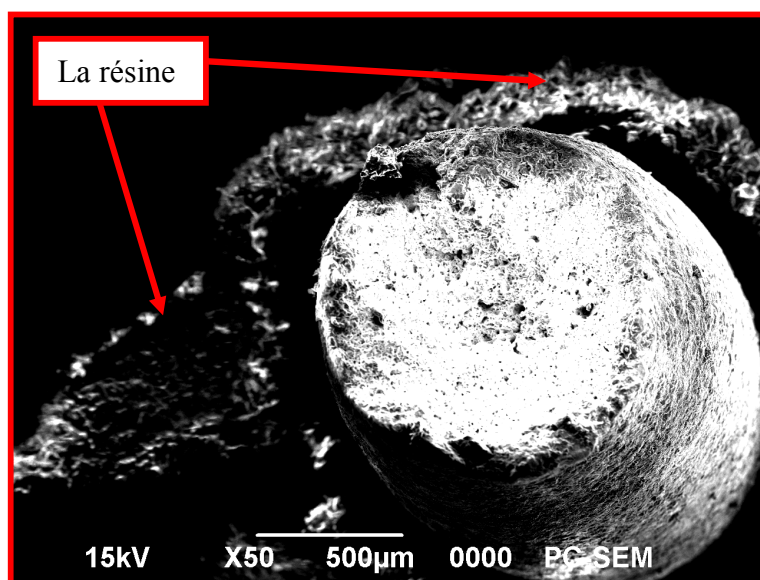


Figure IV.67. Faciès de rupture après essai de fluage du fil de cuivre tréfilé non traité thermiquement sous contrainte 118 MPa et température de fluage 290°C (MEB à faible grossissement).

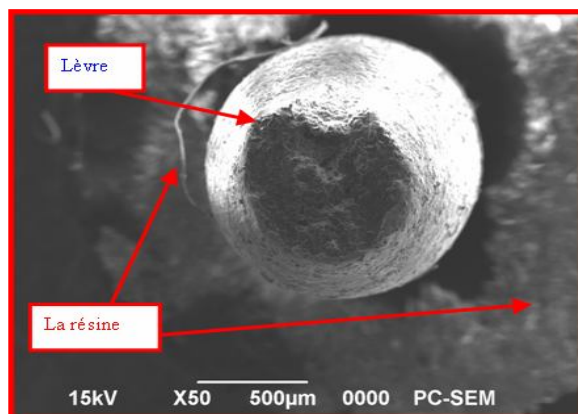


Figure IV.68. Faciès de rupture après fluage du fil de cuivre tréfilé traité thermiquement (température 500 ° C pendant 10 min) sous contrainte 118 MPa et température de fluage 290 ° C (MEB à faible grossissement).

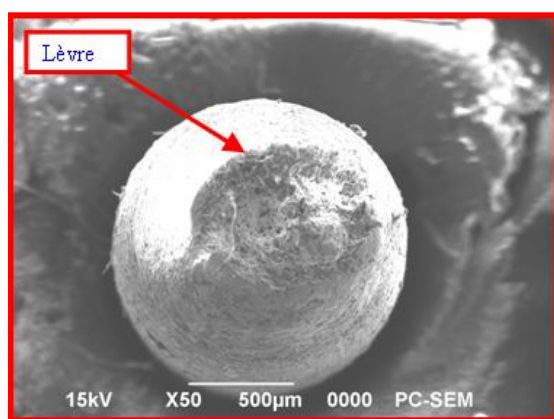


Figure IV.69. Faciès de rupture après fluage du fil de cuivre tréfilé traité thermiquement (température 600 ° C pendant 10 min) sous contrainte 118 MPa et température de fluage 290 ° C (MEB à faible grossissement).

IV.4.2.2. Fil de cuivre tréfilé à diamètre $d = 2,4$ mm :

La figure IV.70 représente l'observation au MEB de faciès de rupture d'un fil de cuivre tréfilé (sans traitement) à la température 290 ° C et sous une contrainte de 118 MPa. On peut dire que la rupture de fil de cuivre à diamètre $d = 2,4$ mm est une rupture ductile puisque le faciès de rupture n'est pas plat, et la réduction de la section du fil de cuivre est presque petite (84 %).

Les figures IV.71, 72 montrent successivement la rupture d'un fil de cuivre tréfilé de diamètre $d = 2,4$ mm traité à 600 et 700 ° C sous les conditions de fluage suivantes (température $T=290^{\circ}\text{C}$ et la contrainte 118 MPa). Généralement la rupture des fils de cuivre de diamètre $d = 2,4$ mm et traité thermiquement sont des ruptures ductiles puisqu'on remarque une grande variation de la section de l'éprouvette jusqu'à la zone de rupture. Par exemple,

dans la (figure IV.72) la réduction de section d'échantillon est presque la moitié 53 % pour le fil de cuivre tréfilé et traité à 600 ° C et 57 % pour le fil de cuivre traité à 700 ° C. On note toujours que l'endommagement se développe d'abord au coeur de l'éprouvette, ce qui est en accord avec les travaux de Diha et Boumerzoug [49].

La figure.IV.73 illustre le même faciès de rupture à plus fort grossissement de fil de cuivre sans traitement thermique et qui a un diamètre $d = 1,8$ mm et flué à 290 ° C sous une contrainte de 118 MPa (Figure.IV.67). Ainsi il est possible de localiser les cavités par rapport aux joints de grains. Les observations révèlent que les cavités sont surtout présentes aux joints de grains. Le caractère intergranulaire de l'endommagement a été confirmé par des cavités et des fissures. La connexion entre les différentes cavités forme des microfissures, et la propagation de ces dernières conduit à la rupture [50]. Et on remarque aussi que les cavités ne sont pas nombreuses et avec de différente taille comme le montre la figure IV.73.

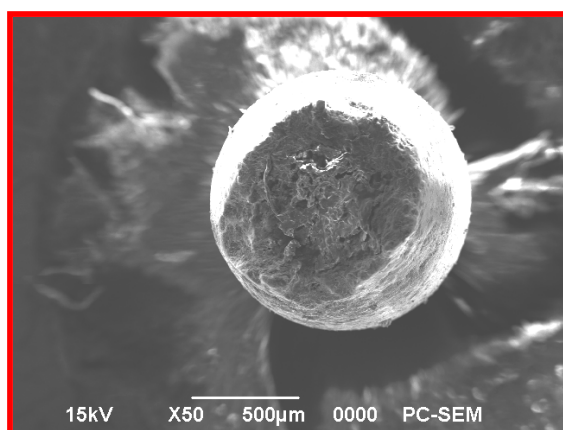


Figure IV.70. *Faciès de rupture après fluage du fil de cuivre tréfilé (diamètre $d = 2,4$ mm) non traité thermiquement sous contrainte 118 MPa et température de fluage 340 ° C (MEB à faible grossissement).*

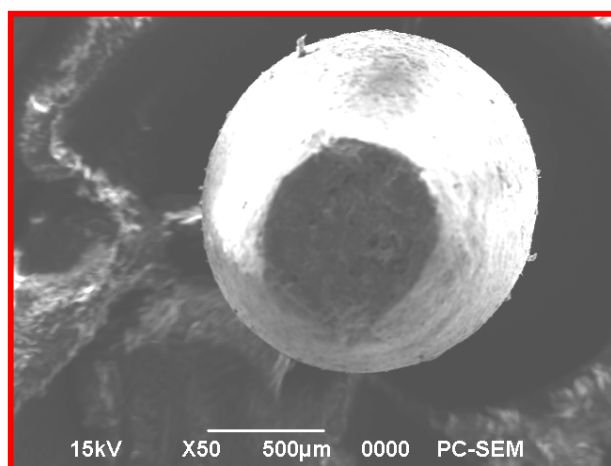


Figure IV.71. *Faciès de rupture après fluage du fil de cuivre tréfilé ($d = 2,4$ mm) traité thermiquement (température 600 ° C pendant 10 min) sous contrainte 118 MPa et température de fluage 290 ° C (MEB à faible grossissement).*

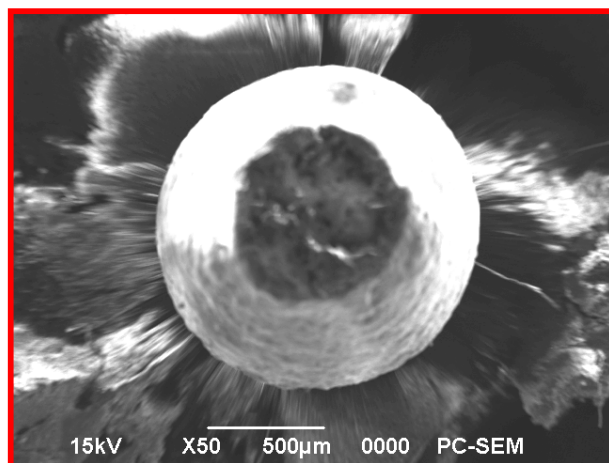


Figure IV.72. Faciès de rupture après fluage du fil de cuivre tréfilé (diamètre $d = 2,4 \text{ mm}$) traité thermiquement (température 700°C pendant 10 min) sous contrainte 118 MPa et température de fluage 340°C (MEB à faible grossissement).

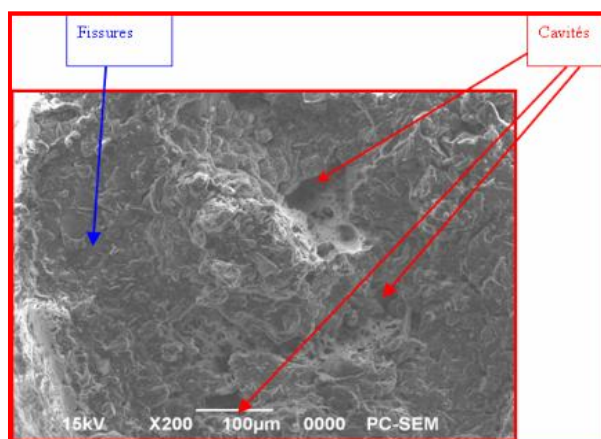


Figure .IV.73. Faciès de rupture après fluage du fil de cuivre tréfilé sans traitement thermique et flué à 290°C sous contrainte 118 MPa. (MEB à fort grandissement).

La figure IV.74 illustre le faciès de rupture de fil de cuivre traité thermiquement à 500°C pendant 10 minutes et flué à la température 290°C sous une contrainte de 118 MPa (fil de cuivre de diamètre $d = 1,80 \text{ mm}$). On observe au MEB de nombreuses cavités formées lors du fluage sur tout dans la zone de rupture et qui sont de différentes tailles. Par exemple la taille des petites cavités sont entre $3 \mu\text{m}$ et $14 \mu\text{m}$ et les grandes tailles sont entre $25 \mu\text{m}$ et $52 \mu\text{m}$. On a observé aussi quelques fissures un peut grandes. On peut déduire que l'endommagement est du à la formation des fissures et de cavités près de la zone de rupture, les résultats confirment que le type de cavitation est intergranulaire.

La figure.IV.75 montre le même faciès de rupture que celui de la figure .IV.51, mais avec un agrandissement X 1000, afin de montrer clairement les cavités.

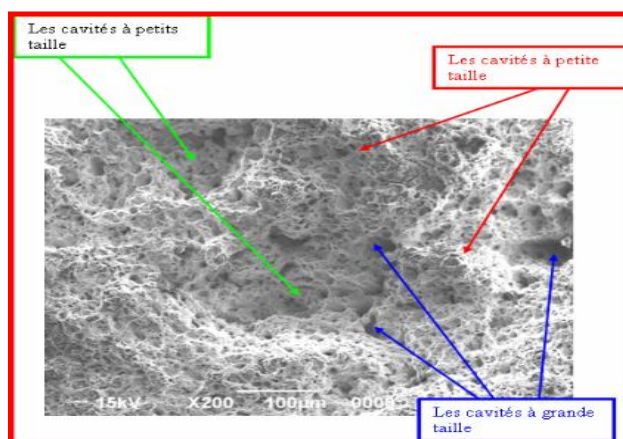


Figure .IV.74. *Faciès de rupture après fluage du fil de cuivre trefilé traité thermiquement à 500 ° C pendant 10 min et flué à 290 ° C sous contrainte 118 MPa (MEB à fort grandissement).*

La figure IV.76 illustre le faciès de rupture du fil de cuivre traité thermiquement à 600 ° C pendant 10 minutes et flué à la température 290 ° C sous une contrainte de 118 MPa (fil de cuivre de diamètre $d = 1,80$ mm). Dans cette figure, on observe qu'il y a une fissure bien visible et peu de cavités.

La figure IV.78 représente le faciès de rupture de fil de cuivre sans traitement thermique et flué à la température 340 ° C sous une contrainte de 118 MPa (fil de cuivre de diamètre $d = 2,4$ mm). On observe au MEB quelques grosses cavités formées lors de l'essai de fluage surtout dans la partie de rupture et plus particulièrement au cœur de la zone de striction. Nous avons observé aussi quelques fissures. On peut déduire que l'endommagement est du à la formation de fissures et de cavités dans la zone de rupture, ce résultat est similaire aux travaux de Beribeche [32].

La figure IV.79 illustre le faciès de rupture de fil de cuivre traité thermiquement à température 600 ° C pendant 10 min et flué à la température 340 ° C sous une contrainte de 118 MPa (fil de cuivre de diamètre $d = 2,4$ mm). L'observation au MEB montre quelques cavités surtout dans le cœur de la zone de striction.

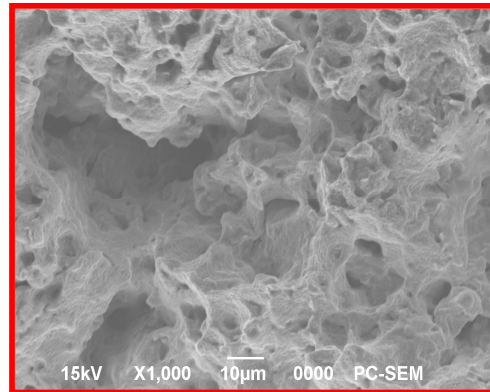


Figure .IV.75. *Faciès de rupture après fluage du fil de cuivre tréfilé traité thermiquement à 500 ° C pendant 10 min et flué à 290 ° C sous contrainte 118 MPa (grandissement X 1000).*

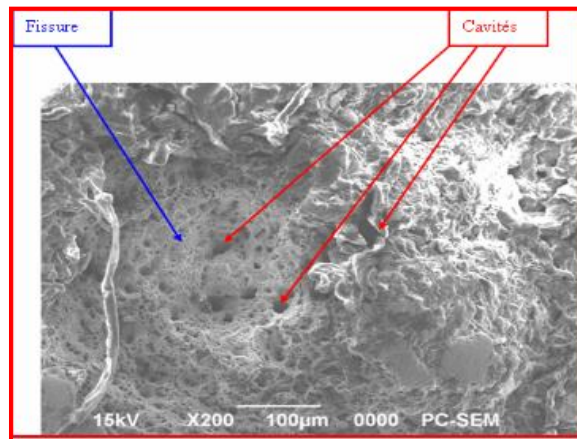


Figure .IV.76. *Faciès de rupture après fluage du fil de cuivre tréfilé traité thermiquement à 600 ° C pendant 10 min et flué à 290 ° C sous contrainte 118 MPa (MEB à fort grandissement).*

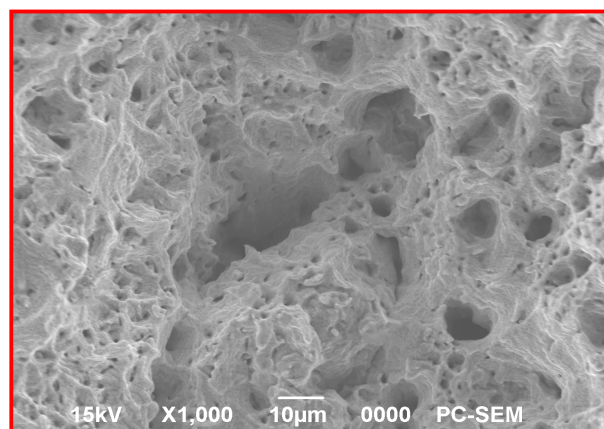


Figure .IV.77. *Faciès de rupture après fluage du fil de cuivre tréfilé traité thermiquement à 600°C pendant 10 min et flué à 290°C sous contrainte 118 MPa (MEB à fort grandissement X 1000).*

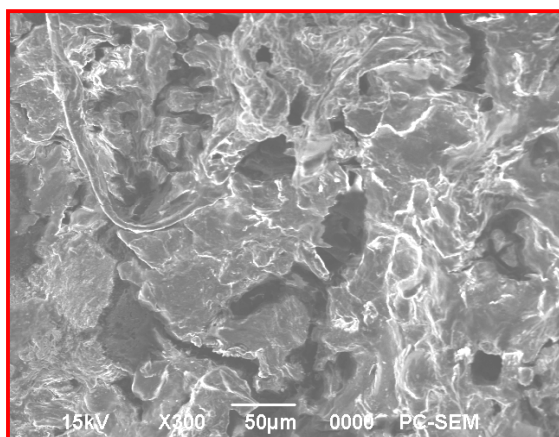


Figure .IV.78. *Faciès de rupture après fluage du fil de cuivre tréfilé traité thermiquement à 500 ° C pendant 10 min et flué à 340 ° C sous contrainte 118 MPa (MEB à fort grandissement).*

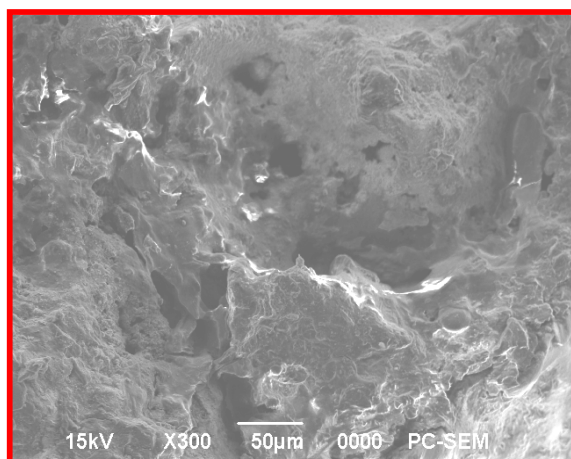


Figure .IV.79. *Faciès de rupture après fluage du fil de cuivre tréfilé traité thermiquement à 500 ° C pendant 10 min et flué à 340 ° C sous contrainte 118 MPa (MEB à fort grandissement).*

IV.4.2. Caractérisation par diffraction des rayons X :

De manière à étudier plus précisément les changements structuraux à l'issue des essais de fluage. Nous avons réalisé des diffractogrammes sur trois fils de cuivre tréfilés, un fil de cuivre non recuit et non flué, un fil de cuivre flué et un fil de cuivre flué et traité thermiquement à 500 ° C pendant 10 min. Ces diffractogrammes révèlent des raies de diffraction relatives à phase de structure cubique à faces centrées. L'examen de spectre de diffraction de DRX de l'état initial (fil machine en cuivre non déformé) en figure.IV.81, a bien montré que les intensités relatives de ces pics sont un peu identiques à ceux données par les fiches ASTM (figure.IV.80).

La figure.IV.82 montre l'évolution de l'intensité des pics des spectres de DRX d'un fil de cuivre tréfilé de $d = 1,8$ mm (fil de cuivre non flué et non traité thermiquement, fil de cuivre flué à 340 ° C sous 118 MPa et Fil de cuivre flué à 340 ° C sous 118 MPa et traité

thermiquement à 500 ° C pendant 10 min). On observe une variation des intensités de pics par rapport à l'état initial ou les intensités des pics (200) et (220) augmentent d'une manière considérable par rapport au fil de cuivre non flué et non recuit (figure.IV.82a). Mais selon le spectre de fil de cuivre flué, on remarque que l'intensité des pics (200), (220) et (111) sont diminuée, et dans la figure.IV.82c on observe aussi que l'intensité des spectres (200), (220) et (111) sont diminuée.

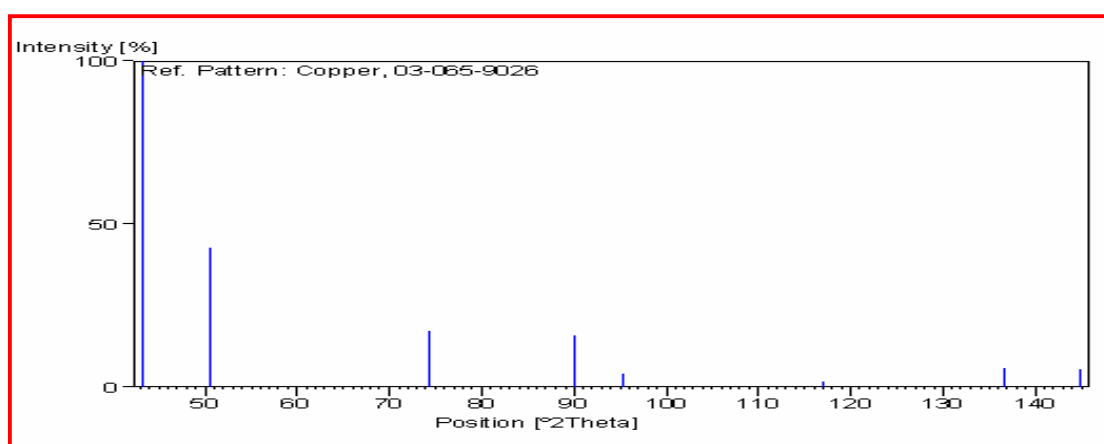


Figure.IV.80. Fiche ASTM de cuivre pur.

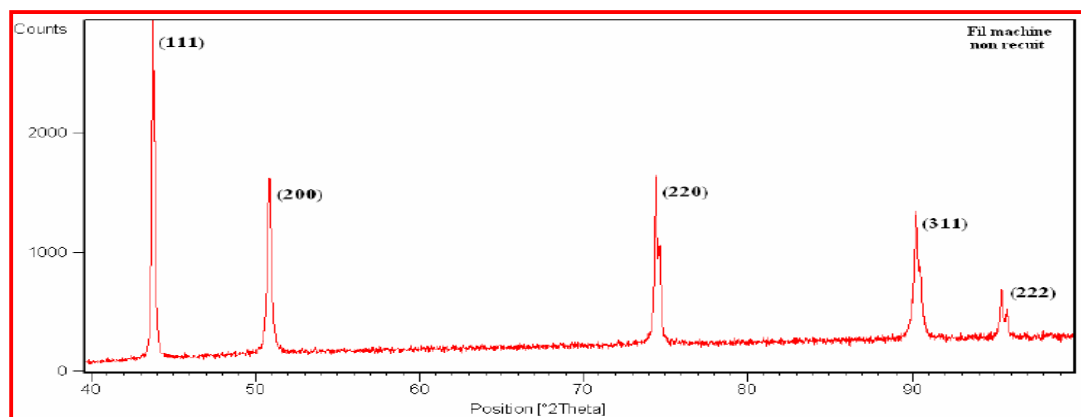


Figure IV.81. Spectre de rayon X du fil machine en cuivre (non réduit) [51].

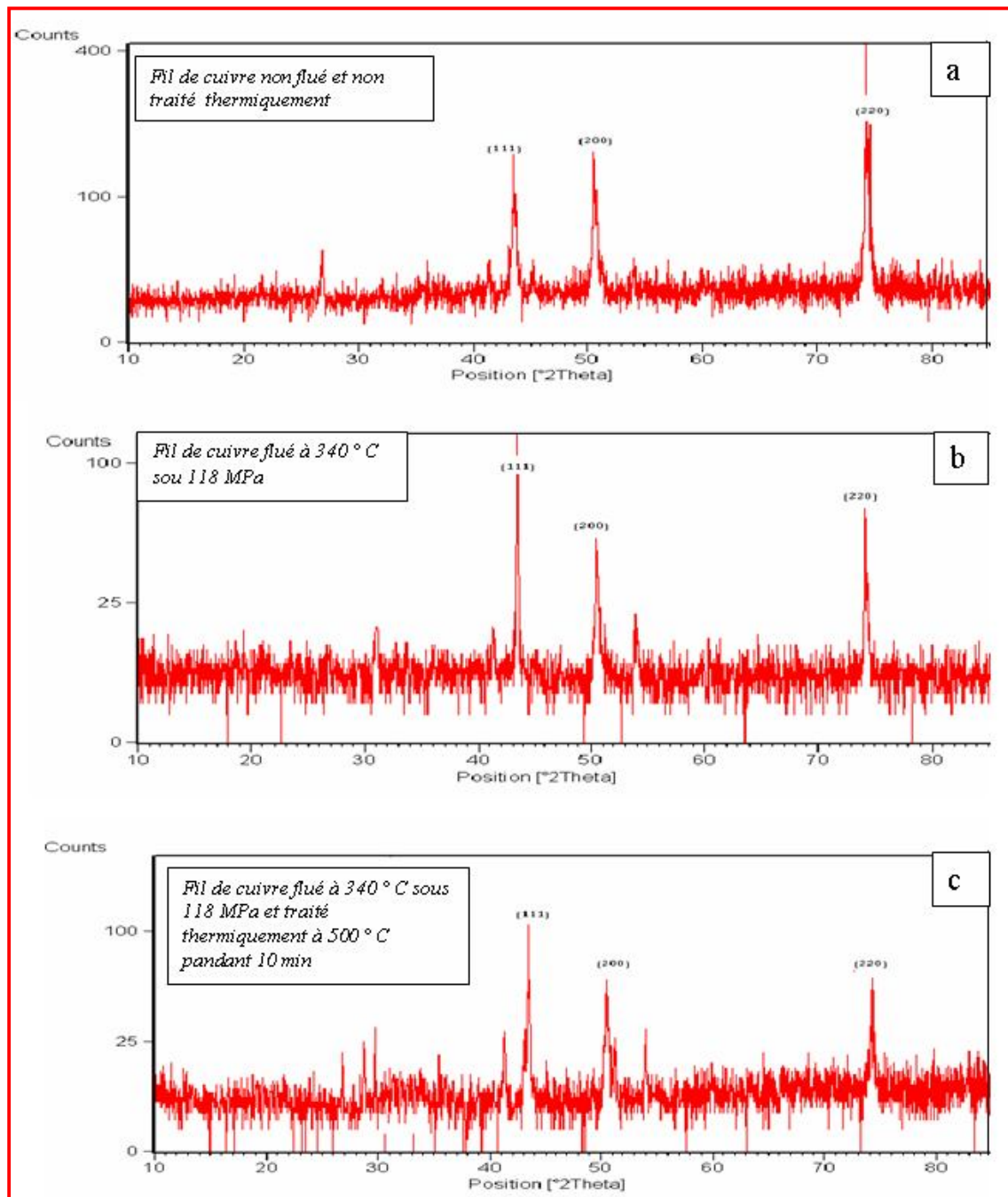


Figure IV.82. Spectres de DRX d'un fil de cuivre tréfilé de diamètre $d = 1,8$ mm a) fil non flué et non recuit b) fil flué à 340 °C pendant 10 min c) fil de cuivre flué à 340 °C sous 118 MPa et traité thermiquement à 500 °C pendant 10 min

Chapitre V :

Modélisation du fluage de cuivre

V.1. Introduction

Le développement de phénomènes de fluage n'est pas encore suffisamment connu, en particulier dans des conditions de contrainte uniaxiale. Cependant, d'autres investigations de fluage microscopique complexes sont nécessaires pour parvenir à une meilleure compréhension de la nature du processus. Dans le fluage tertiaire il y a une accélération de la déformation avec l'augmentation de la vitesse de fluage. La forme de la partie finale de la courbe de fluage et la durée de l'étape de fluage tertiaire dépendent de la composition du matériau, la contrainte et la température [51].

La coalescence de cavités ou de propagation des micro-fissures conduit à la rupture finale. La rupture du fluage est généralement inter-granulaire [52]. Dyson [53] distingue trois grandes catégories des endommagement de fluage: la déformation d'endommagement, l'endommagement induit thermiquement et l'endommagement provoqués par l'environnement. La déformation d'endommagement induits est classé en deux types ; un effort excessif à la cavitation et aux joints des grains [54]. Les deux mécanismes se produisent dans tous les matériaux polycristallins.

Afin de décrire les comportements de fluage des métaux et alliages, de nombreux chercheurs ont essayé d'établir un modèle de comportement [56-66]. Par exemple Horstemeyer et Bammann [56] ont effectué un examen sur le développement et l'utilisation de la théorie des variables interne et formulations thermodynamique pour les dislocations, fluage, et des liaisons mécanique des milieux continus. Besson et al. [57] ont proposé un modèle qui intègre au fluage en loi de puissance, le fluage par diffusion et un simple terme de l'endommagement pour simuler le comportement à la rupture en fluage. Stewart et al. [58] ont développé un nouveau modèle de comportement anisotrope d'endommagement de fluage tertiaire basé sur la théorie de la plasticité de cristal pour les matériaux anisotropes. Les résultats indiquent que la déformation de fluage a été modélisée avec haute précision.

Cependant, il y a de nombreux chercheurs ont vérifié de l'équation d'Andrade par des expériences [67-71]. Par exemple Cottrell et Aytakin [67] ont trouvé que la loi Andrade parfaitement proche de l'expérimental du fluage à contrainte constante de zinc polycristallin et monocristallin. Kennedy [68] a compilé les résultats d'expériences dans différentes conditions expérimentales sur différents matériaux: acier, béton, nylon, graphite, etc.; dans tous les cas, l'accord est excellent avec l'équation d'Andrade.

Dans cette étude, nous avons modifié l'équation d'Andrade par la relation de Kachanov et Rabotnov. La comparaison des courbes de déformation de fluage expérimentaux et modélisé pour toutes les contraintes appliquées sur le fil de cuivre.

V.2. Modélisation du fluage de cuivre :

Le model d'Andrade [72] est basée sur la déformation plastique ε et la contrainte constante σ , il est montré par l'équation.V.1.

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + B t^m + \dot{\varepsilon}_m t. \quad (\text{V-1})$$

$$\dot{\varepsilon}_m = A \left(\frac{\sigma}{1-w} \right)^n. \quad (\text{V-2})$$

Où ε_0 est la déformation plastique et élastique instantanée, A , B et m sont des constantes des matériaux. Le terme t^m est le modèle de fluage primaire et $\dot{\varepsilon}_m$ la vitesse de déformation de fluage.

Des équations précédentes, on constate que Andrade a tracé seulement le premier et le deuxième stade de fluage, mais le troisième stade n'est pas achevé. Pour cette raison, nous devons substituer l'équation.V. 2 (relation de la Kachanove [73] et Rabotnov [74]) dans equation.V. 1 pour avoir une nouvelle équation :

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 + B t^m + A \left(\frac{\sigma}{1-w(t)} \right)^n t. \quad (\text{V-3})$$

Ou w ($0 < w < 1$) est une variable, qui a été introduite par Kim et al. [75] pour présenter l'endommagement du matériel.

$$w(t) = 1 - \left(1 - \frac{t}{t_r} \right)^{\frac{1}{i+1}}. \quad (\text{V-4})$$

Les constantes des matériaux a , n et l peuvent être déterminées à partir du fluage stationnaire. Soit $\dot{\varepsilon}_{m1}$ et $\dot{\varepsilon}_{m2}$, les vitesses de fluage stationnaire, σ_1 et σ_2 les contraintes constantes, respectivement. Ainsi, les constantes du matériau n et A peuvent être estimées à partir des équations suivantes:

$$n = \frac{\log\left(\frac{\dot{\varepsilon}_{m1}}{\dot{\varepsilon}_{m2}}\right)}{\log(\sigma_1/\sigma_2)} \quad (\text{V-5})$$

$$A = \frac{\dot{\varepsilon}_{m1}}{\sigma_1^n} = \frac{\dot{\varepsilon}_{m2}}{\sigma_2^n} \quad (\text{V-6})$$

Dans les gammes de température considérée dans notre travail, on constate que l'augmentation de la température provoque une augmentation dans les paramètres A et B , pour cela on peut écrire A et B en fonction de la température. En supposant que la dépendance de température de type Arrhenius, les relations suivantes peuvent être utilisées pour calculer A , B (équation.V.7 et équation.V.8).

$$B = B_0 e^{-(Q_{tr}/RT)} \quad (\text{V-7})$$

$$A = A_0 e^{-(Q/RT)} \quad (\text{V-8})$$

Q_{tr} et Q sont des énergies d'activation de fluage transitoire (primaire) et de fluage, respectivement.

$$Q_{tr} = \left[\frac{\partial \ln B}{\partial (-1/RT)} \right]_{\sigma} \quad (\text{V-9})$$

$$Q = \left[\frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}_m}{\partial (-1/RT)} \right]_{\sigma} \quad (\text{V-10})$$

En substituant l'équation.V.7 et l'équation.V.8 dans l'équation.V.3, on obtient le modèle de fluage suivant:

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 + \left[B_0 e^{-(Q_{tr}/RT)} \right] t^m + \left[A_0 e^{-(Q/RT)} \left(\frac{\sigma}{1-w(t)} \right)^n \right] t \quad (\text{V-11})$$

Le fluage transitoire dans la référence [54], est représenté à la deuxième partie de l'équation.V. 3, on peut écrire cette équation (Eq.12).

$$\varepsilon_{tr} = Bt^m \tag{V-12}$$

V.3. Application du modèle de fluage

V.3.1. Fil de cuivre traité à 500 ° C pendant 120 min (2 h)

Nous pouvons calculer l'exposant du temps de fluage transitoire m avec l'équation.V.13 (Figure.V.1). Les valeurs de m sont changées avec la température et la contrainte, par exemple à la figure.V.1a, $m = 0,415, 0,56$ et $0,60$ sous les contraintes 98,108 et 118 MPa, respectivement à la température de 250 ° C. Lin et al. [48], ils ont trouvé le paramètre $m = 0,55$ pour le cuivre cette valeur m est très proche de la notre.

$$m = \left[\frac{\partial \ln \varepsilon_{tr}}{\ln t} \right] \tag{V-13}$$

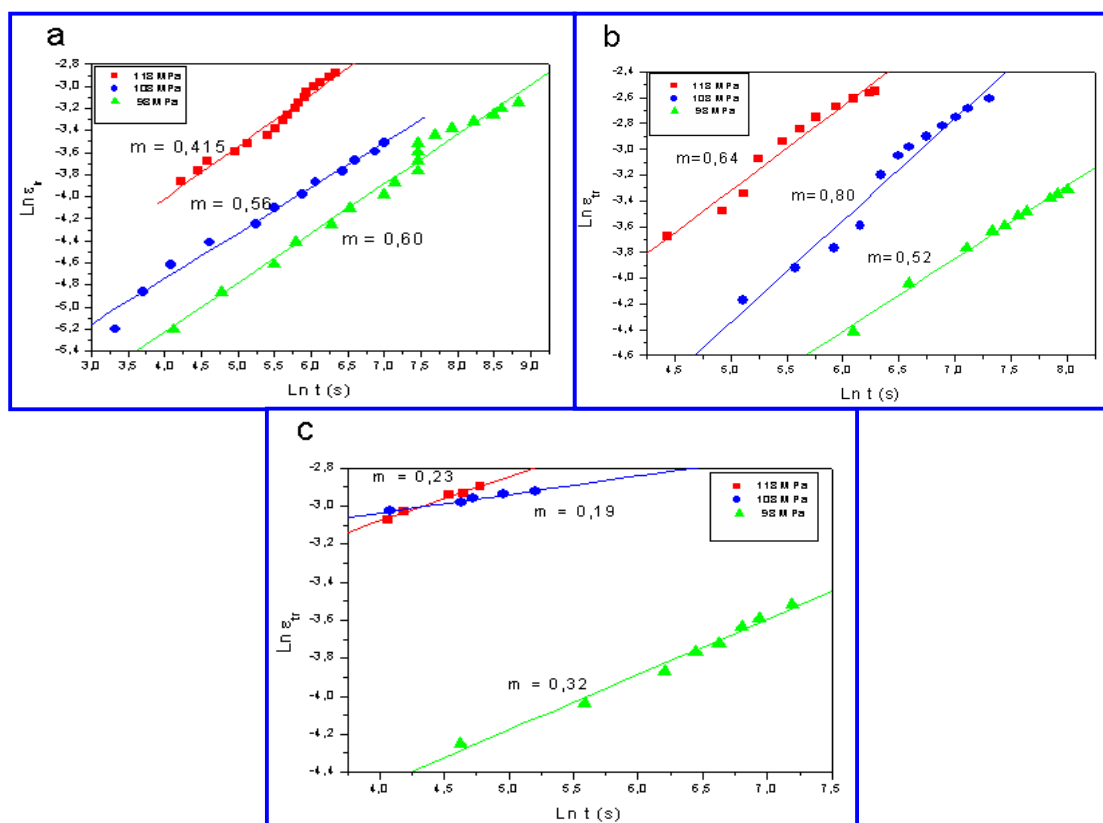


Figure.V.1. Représentation graphique pour calculer l'exposant du temps de fluage transitoire m à la température de a) 250 ° C, b) 290 ° C et 340 ° C.

L'énergie d'activation du fluage transitoire Q_{tr} [68], est calculé à partir de l'équation.V.9.les valeurs du Q_{tr} sont comprises entre 18,5 et 20 kJ / mol, Il est clair qu'à partir de la figure.V.2 que Q_{tr} diminue avec la diminution de la contrainte appliqué.

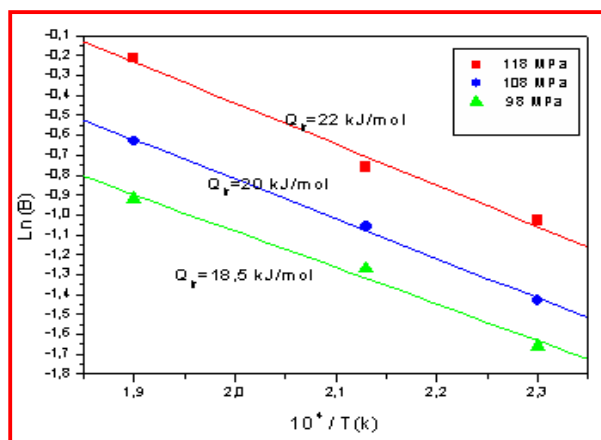


Figure.V.2. Relation entre la déformation par fluage transitoire et la température de fil de cuivre sous différentes contrainte 98,108 et 118 MPa.

V.3.1.2. Les résultats de modélisation

Les constantes de l'équation.V.11 sont déterminées dans le tableau.V.1, pour le fil de cuivre traité à 500° C pendant 120 min. La figure.V.3 montre la comparaison entre les résultats expérimentaux et la modélisation par l'équation.V.11. De toute évidence, un accord entre les valeurs mesurées et calculées (simulation) est satisfaisant dans les températures de fluage de 250, 290 et 340 ° C, Cela indique que le modèle de comportement proposés peuvent donner une bonne estimation des premières, secondaires et tertiaires stage de fluage pour de fil de cuivre tréfilé.

Tableau.V.1. Liste des constantes de matériau déterminé pour l'équation.V.11(fil de cuivre traité à 500 ° C pendant 120 min

T (°C)	σ (MPa)	ϵ_0 (%)	A	B	n	$t_{rupture}$ (s)	l	m	Q_{tr}	Q
250	98	0,12	65.10^{-34}	0.32	14	3479	16	0.415	18.5	50.75
	108	0,23		0.27		8422		0.56	20	31.75
	118	0,19		0.18		53083		0.60	22	22.25
290	98	0,55	24.10^{-28}	0.33	9.21	18000	11.21	0.64	18.5	50.75
	108	0,76		0.66		7500		0.80	20	31.75
	118	0,66		0.72		2750		0.52	22	22.25
340	98	1,25	48.10^{-26}	0.39	10	9000	12	0.23	18.5	50.75
	108	0,74		0.74		1900		0.19	20	31.75
	118	2,5		0.88		1300		0.30	22	22.25

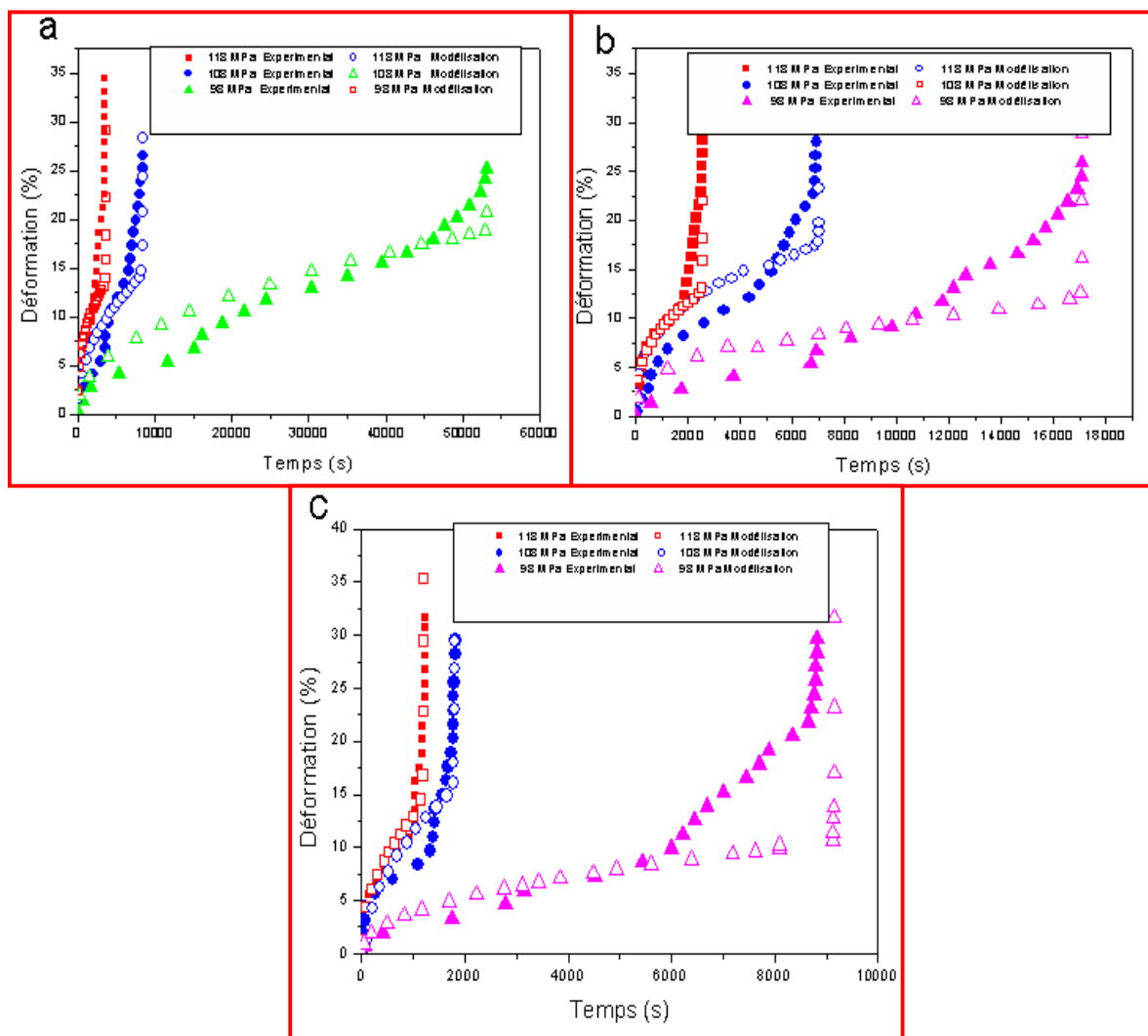


Figure.V.3. Comparaison entre les courbes expérimentale et prédite de fluage de fil de cuivre à la température de a) 250 ° C, b) 290 ° C et 340 ° C.

La figure.V.4 montre les valeurs de l'erreur relative (*Error %*), qui sont calculé à partir de l'équation.V.14. Pour les essais de fluage du fil de cuivre, nous avons observé que les valeurs de *Error %* sont comprises entre des valeurs petites et moyennes, par exemple dans la figure.V.4a l'erreur moyenne est égal à 25 et 22% à température $T = 250 \text{ ° C}$ et $\sigma = 98$ et 108 MPa. D'autre part, dans la figure.V.4b, nous constatons que les valeurs de l'erreur relative sont petites par exemple 1 et 0,2% pour un fil de cuivre à $\sigma = 118$ et 98 MPa, respectivement avec $T = 290 \text{ ° C}$ et.

$$Error(\%) = \left| \frac{\varepsilon_E - \varepsilon_P}{\varepsilon_E} \right| \cdot 100 \quad (\%) \quad (V-14)$$

Où ε_E et ε_p sont la déformation expérimental et la déformation par modélisation, respectivement. On a calculé l'erreur relative moyenne ($Error_M$) pour tous les essais de fluage, comme ils sont présentés dans le tableau.V.2. Nous avons constaté que les valeurs de l'erreur sont comprises entre 5, 18 et 10, 11%, sont inférieur à 10%.

$$Error_M = \frac{\sum_{i=1}^N Error(\%)}{N} \tag{V-15}$$

N: présente le nombre des points choisis sur chaque courbe de fluage (entre courbe expérimentale et prédiction).

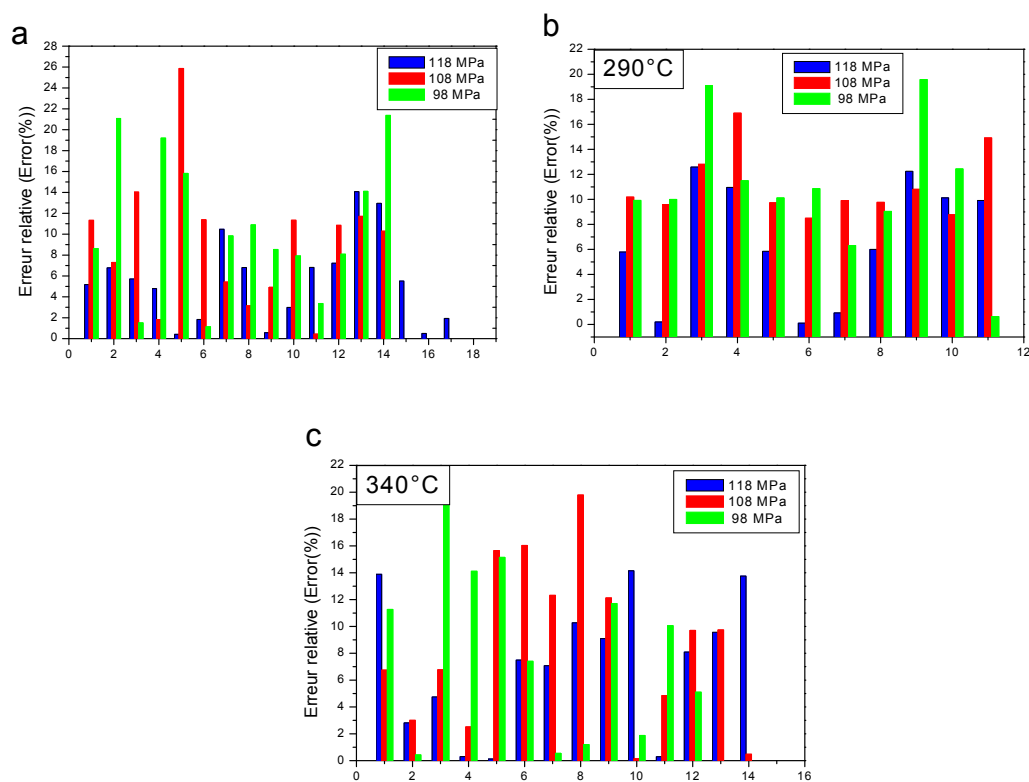


Figure.V. 4. L'erreur relative entre la modélisation et les données expérimentales.

Tableau.V.2. la valeur de l'erreur relative moyenne pour fil de cuivre traité à 500 °C pendant 120 min.

Relative error moy ($Error_M$)	T=250°C	T=290°C	T=340°C
$\sigma = 98$ MPa	5,18	6,76	7,28
$\sigma = 108$ MPa	9,21	8,84	8,42
$\sigma = 118$ MPa	8,87	10,11	7,22

V.3.2. Fil de cuivre traité à 500 ° C pendant 10 min

Les constantes de l'équation.V.11 sont déterminées et données dans le tableau.V.3, pour du fil de cuivre traité à 500 ° C pendant 10 min. Les figures.V.7, 8 et 9 montrent que, les courbes de fluage expérimentales et la modélisation par l'équation.V.3, sont très proches, c'est bien claire que ce modèle de fluage à proposer peut donner une bonne estimation de fluage de fil de cuivre tréfilé et traité à 500 ° C pendant 10 min.

Tableau.V.3. Liste des constantes de matériau déterminé pour l'équation.V.11 (fil de cuivre traité à 500 ° C pendant 10 min)

T (°C)	σ (MPa)	ϵ_0 (%)	A	B	n	$t_{rupture}$ (s)	l	m	Q_{tr}	Q
290	98	0,18	7.10^{-20}	0.37	10	12000	12	0.33	41.5	80.75
	108	0,27		0.29		4210		0.16	58	99.82
	118	0,11		0.11		2451		0.48	42	107
340	98	0,44	5.10^{-18}	0.29	12	3200	14	0.16	41.5	80.75
	108	0,45		0.12		711		0.26	58	99.82
	118	0,66		0.13		354		0.50	42	107

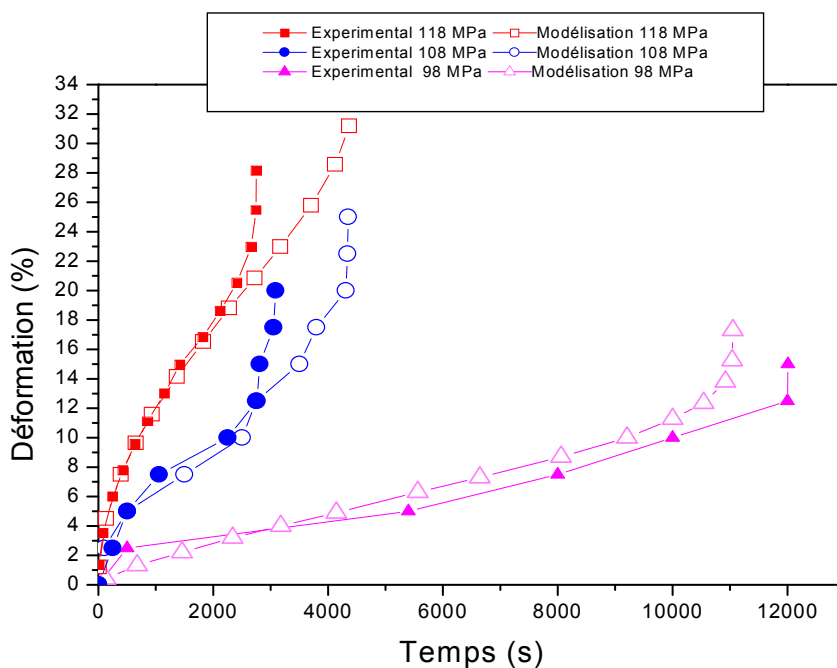


Figure.V.5. Comparaison entre les courbes expérimentale et prédite de fluage de fil de cuivre à la température de 290 ° C.

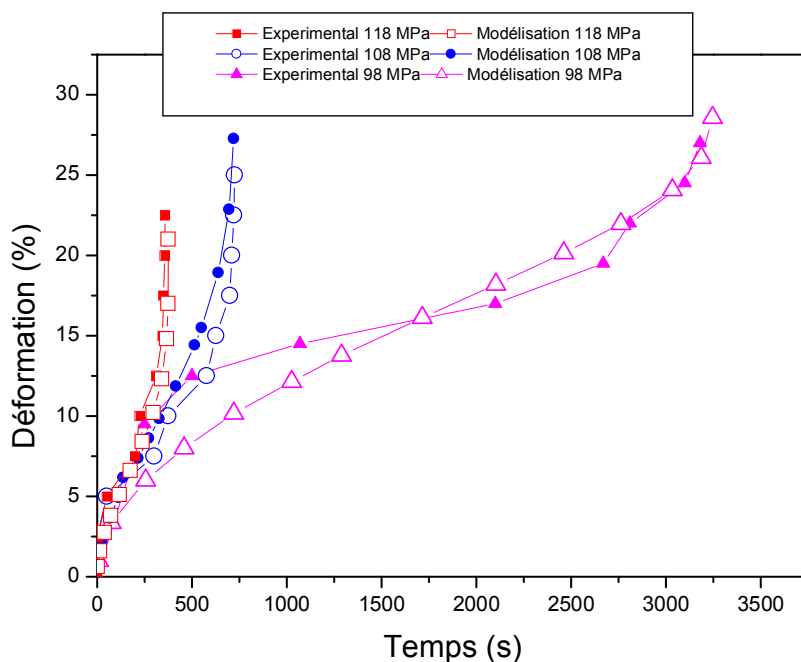


Figure.V.6. Comparaison entre les courbes expérimentale et prédite de fluage de fil de cuivre à la température de 340 ° C.

Les figures.V.7 et 8 montrent les valeurs de l'erreur relative (*Error %*), qui sont calculé par equation.V.14. pour les essais de fluage du fil de cuivre traité à 500 ° C pendant 10 min. Nous avons observé que les valeurs de *Error %* sont petites, par exemple dans la figure.V.7 l'erreur moyenne égal à 16 et 7 % dans des conditions de fluage $T = 290$ ° C et $\sigma = 98$ et 108 MPa.

On a calculé l'erreur relative moyenne (*Error_M*) pour tous les essais de fluage, comme ils sont présenté dans le tableau.V.4, Nous avons observé que les valeurs de l'erreur sont comprises entre 1.17 et 13.07 %.

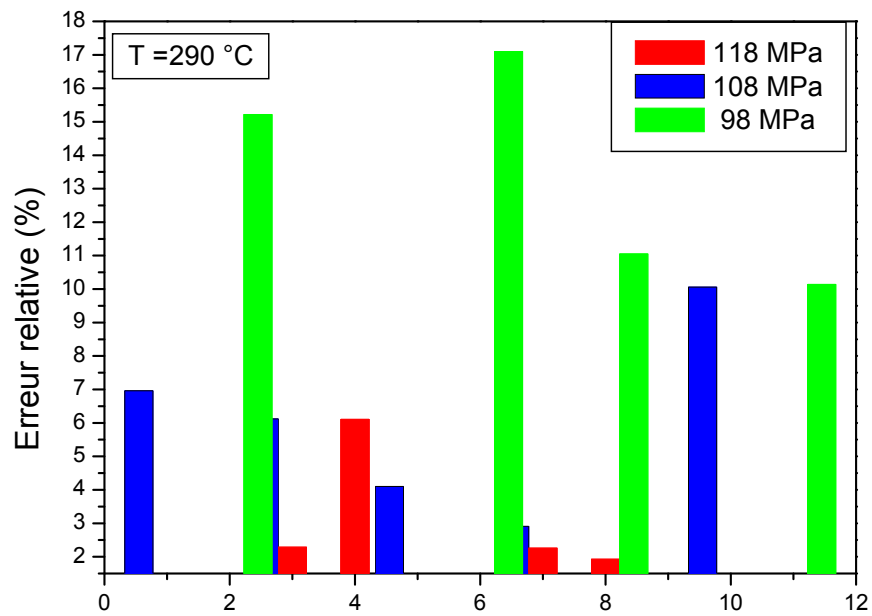


Figure.V. 7. L'erreur relative entre la modélisation et les données expérimentales à T=250 ° C.

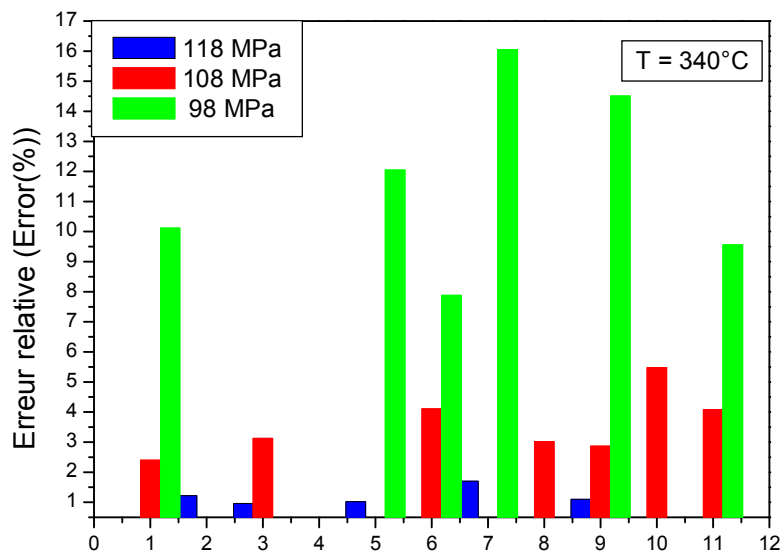


Figure.V. 8. L'erreur relative entre la modélisation et les données expérimentales à T= 290 ° C.

Tableau.V.2. la valeur de l'erreur relative moyenne pour du fil de cuivre traité à 500 ° C pendant 10 min.

Relative error moy (Error _M)	T=290°C	T=340°C
σ = 98 MPa	5,18	11,57
σ = 108 MPa	5,82	3,41
σ = 118 MPa	13,07	1,17

V.3.3. Fil de cuivre traité à 600 ° C pendant 10 min

Les figures.V.9 et 10 montrent que les comparaisons entre les résultats mesurés et la modélisation par l'équation.V.11. De toute évidence, un accord entre les valeurs mesurées et simulés est satisfaisant dans la température 290 et 340 ° C, cela indique que notre modèle de comportement à propose peut donner une meilleure estimation de fluage pour de fil de cuivre tréfilé et traité à 600 ° C pendant 10 min.

Tableau.V.5. Liste des constantes de matériau déterminé pour l'équation.V.11 (fil de cuivre traité à 600 ° C pendant 10 min)

T (°C)	σ (MPa)	ε ₀ (%)	A	B	n	t _{rupture} (s)	l	m	Q _{tr}	Q
290	98	0,16	25.10 ⁻¹⁹	0.37	8.5	8000	10.5	0.71	68.5	86.55
	108	0,12		0.30		3800		0.73	60	103
	118	0,15		0.23		1500		0.70	48	86.55
340	98	0,57	20.10 ⁻¹⁸	0.71	11.2	1080	13	0.52	68.5	86.55
	108	0,42		0.52		650		0.50	60	103
	118	0,71		0.39		320		0.38	48	86.55

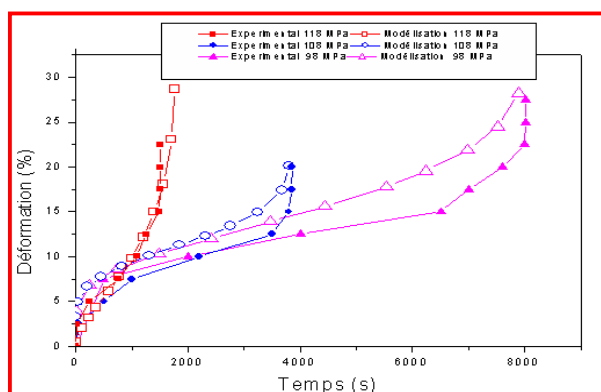


Figure.V.9. Comparaison entre les courbes expérimentale et prédite de fluage de fil de cuivre à la température de 290 ° C.

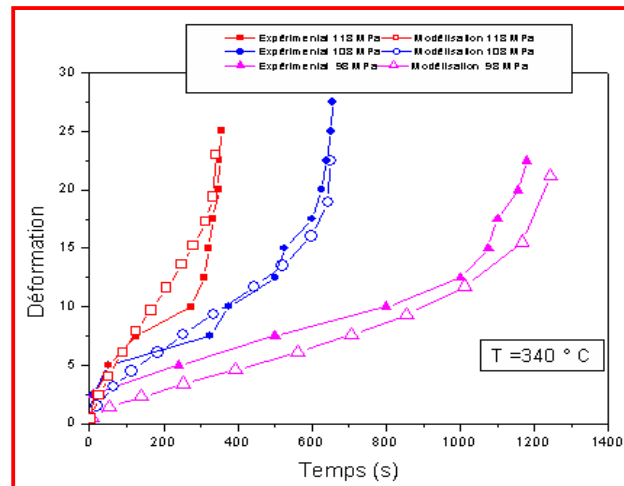


Figure.V.10. Comparaison entre les courbes expérimentale et prédite de fluage de fil de cuivre à la température de 340 °C.

Les figures.V.11 et 12 illustrent les valeurs de l'erreur relative (*Error %*), pour les essais de fluage du fil de cuivre traité à 600 °C pendant 10 min. Nous avons constaté que les valeurs de *Error %* sont comprise entre des petites valeurs et moyennes, par exemple dans la figure.V.11 l'erreur moyenne égal à 16 et 14 % dans des conditions de fluage $T = 290$ °C et $\sigma = 108$ et 118 MPa. D'autre part, dans la figure.V.12, nous constatons que les valeurs de l'erreur relative petites sont égales à 2 et 4 % pour un fil de cuivre à $T = 340$ °C et $\sigma = 98$ et 108 MPa, respectivement.

On a calculé l'erreur relative moyenne (*Error_M*) pour tous les essais de fluage, comme ils sont présentés dans le tableau.V.6. Nous avons observé que les valeurs de l'erreur moyenne sont comprises entre 2.2 et 11, 11%.

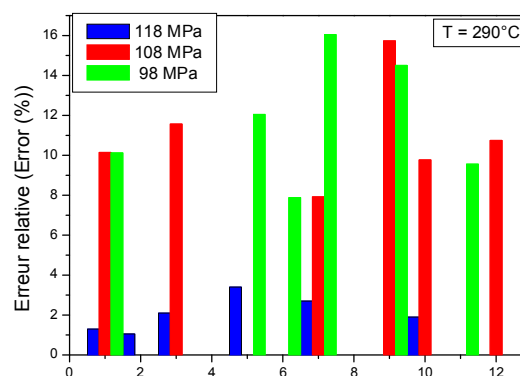


Figure.V. 11. L'erreur relative entre la modélisation et les données expérimentales à $T=290$ °C.

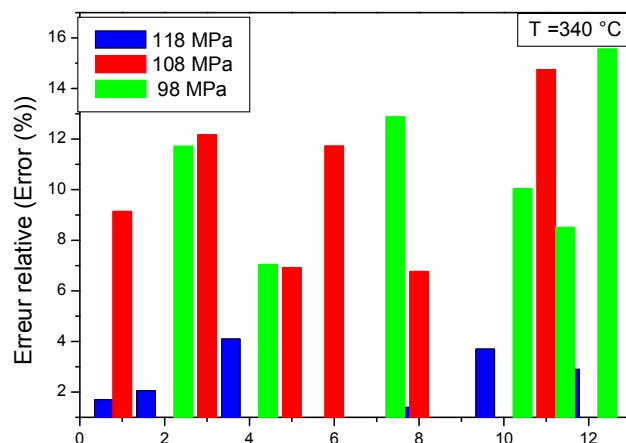


Figure.V. 12. L'erreur relative entre la modélisation et les données expérimentales à T =340°C.

Tableau.V.6. la valeur de l'erreur relative moyenne pour du fil de cuivre traité à 600 ° C pendant 10 min.

Relative error moy (Error _M)	T=290°C	T=340°C
σ = 98 MPa	10,67	9,91
σ = 108 MPa	10,81	11,11
σ = 118 MPa	2,2	3,11

V.3.4. Fil de cuivre traité à 700 ° C pendant 10 min

Les figures.V.13 et 14 montrent que les résultats expérimentaux et la modélisation par l'équation.V.11. On trouve que notre model a proposé est très proche que les résultats expérimentaux dans la température 290 et 340 ° C et sous les contraintes 98, 108 et 118 MPa.

Tableau.V.7. Liste des constantes de matériau déterminé pour l'equation.V.11 (fil de cuivre traité à 700 ° C pendant 10 min)

T (°C)	σ (MPa)	ε ₀ (%)	A	B	n	t _{rupture} (s)	l	m	Q _{tr}	Q
290	98	0,18	22.10 ⁻²²	0.72	6	4810	8	0.58	71	94
	108	0,27		0.7		3780		0.44	64	106
	118	0,85		0.58		1600		0.61	55	127
340	98	0,33	4.10 ⁻¹⁹	0.44	8.83	1100	11	0.38	71	94
	108	0,52		0.25		624		0.31	64	106
	118	0,11		0.82		340		0.16	55	127

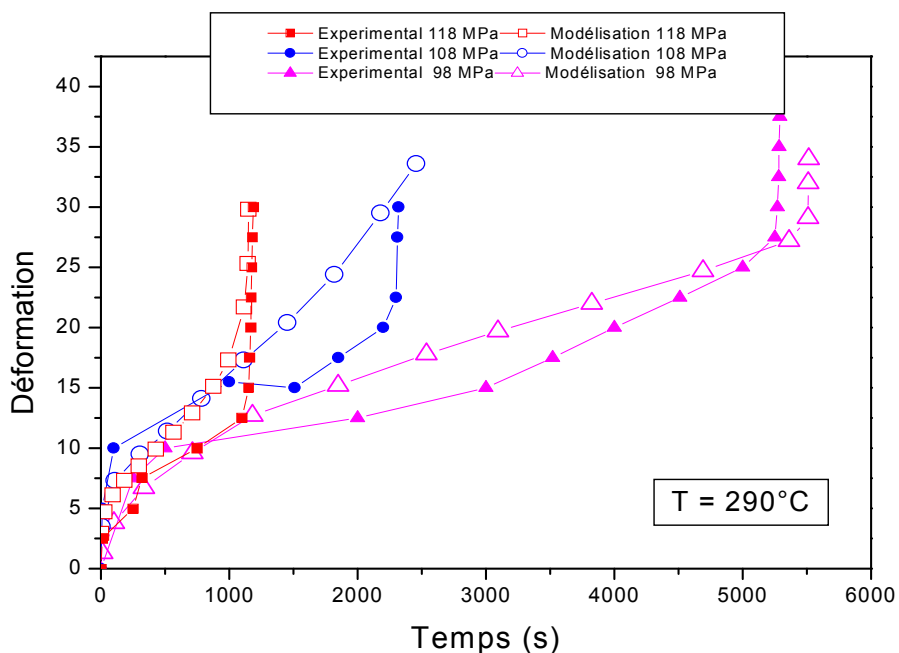


Figure.V.13. Comparaison entre les courbes expérimentale et prédite de fluage de fil de cuivre à la température de 290 °C.

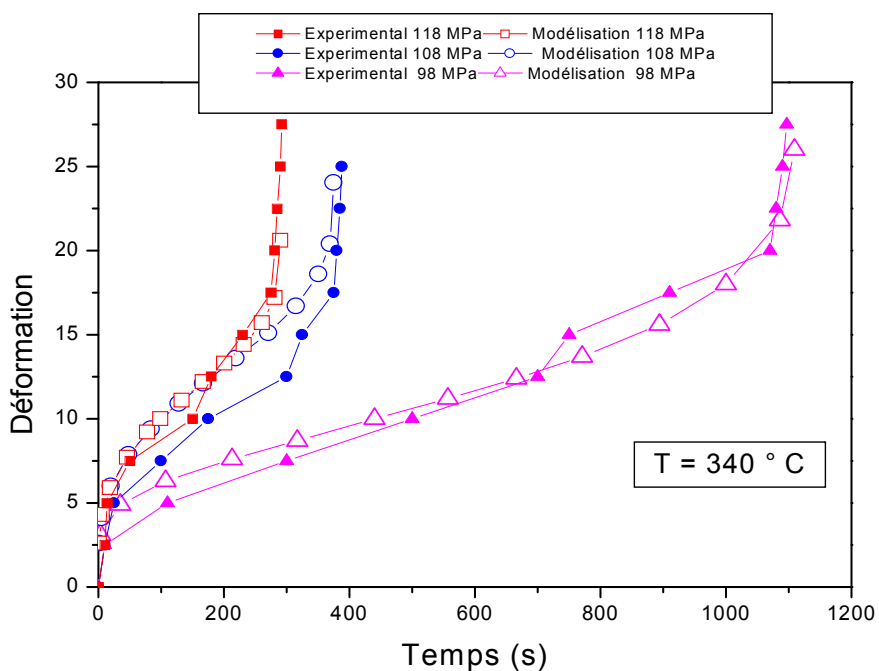


Figure.V.14. Comparaison entre les courbes expérimentale et prédite de fluage de fil de cuivre à la température de 340 °C.

Nous avons observé que les valeurs de $Error\%$ sont des petites valeurs, par exemple dans la figure.V.16, nous constatons que les valeurs de l'erreur relative petites sont égales à 5 et 6 % pour un fil de cuivre à $T = 340\text{ °C}$ et $\sigma = 108$ et 118 MPa , respectivement.

On a calculé l'erreur relative moyenne ($Error_M$) pour les essais de fluage, comme ils sont présentés dans le tableau.V.8. Nous avons observé que les valeurs de l'erreur sont comprises entre 5,03 et 11,18 %.

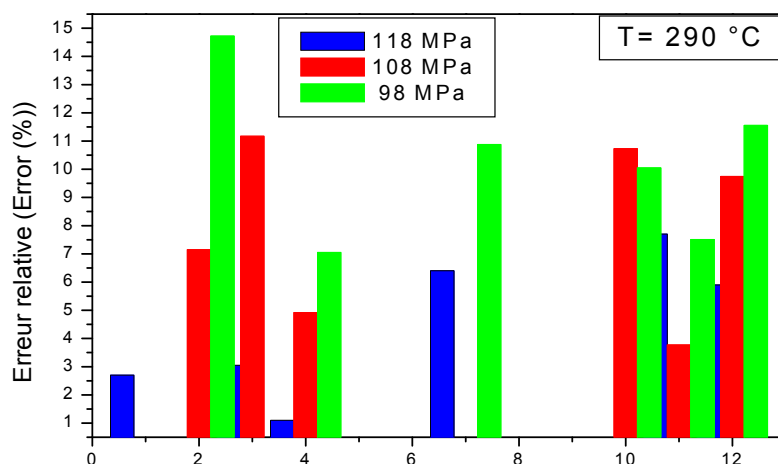


Figure.V. 15. L'erreur relative entre la modélisation et les données expérimentales à 290 °C .

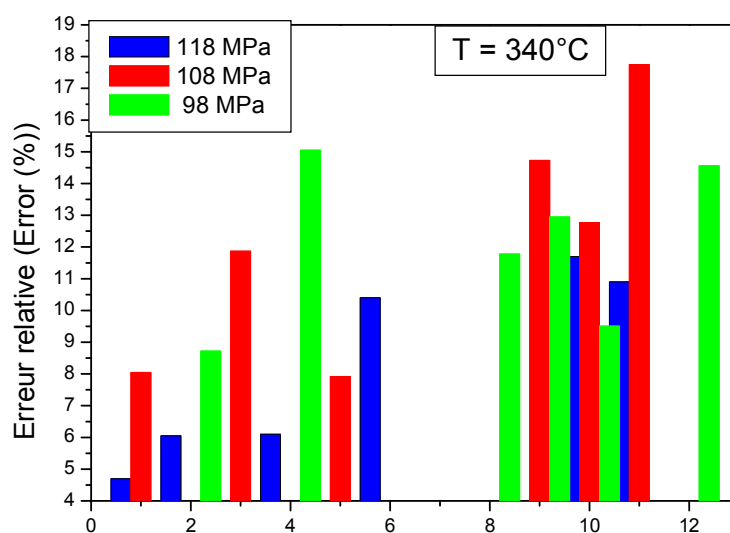


Figure.V. 16. L'erreur relative entre la modélisation et les données expérimentales à 340 °C .

Tableau.V.8. la valeur de l'erreur relative moyenne pour du fil de cuivre traité à 700 ° C pendant 10 min.

Relative error moy (Error _M)	T=290°C	T=340°C
$\sigma = 98$ MPa	9,85	10,3
$\sigma = 108$ MPa	7,5	11,18
$\sigma = 118$ MPa	5,03	7

V.4. Conclusion

Nous avons vérifié notre modèle du fluage sur différent fils de cuivre tréfilé et traité thermiquement, aux hautes températures et sous contraintes appliqué. On peut déduire que ce model donne une estimation précise du fluage à haute température pour le fil de cuivre tréfilé. Nous avons aussi vérifié notre model modifié avec plusieurs matériaux tel que l'aluminium et les alliages de cuivre.

Conclusion générale

Conclusion générale

Dans ce travail de recherche, nous avons étudié le comportement du fil de cuivre lors de plusieurs essais de fluage. On note que ce fil est fabriqué par l'ENICAB de Biskra et qui a un grand intérêt industriel et économique. Des essais de fluage ont été appliqués sur des fils de cuivre tréfilé à différents diamètres (1,8 et 2,4 mm) et aussi à différents traitements thermiques (500, 600 et 700 ° C pendant 10 min et 500 ° C pendant 120 min). Nous voulions par cette étude, comprendre les phénomènes et les mécanismes de fluage concernant le cuivre. Et puis avec les moyens de caractérisations tel que le microscope optique et le MEB on peut savoir le type d'endommagement lors des essais de fluage.

Nos principaux résultats sont les suivants:

- 1- l'effet de la contrainte lors de l'essai de fluage sur les fils de cuivre tréfilé avec différents diamètres est considérable telle qu'une augmentation de la contrainte se manifeste par une augmentation de la vitesse de déformation de fluage et de la diminution du temps de rupture.
- 2- L'effet de la température lors d'essai de fluage de fil de cuivre est bien remarqué, puisque chaque fois que la température augmente, la vitesse de déformation en fluage augmente mais le temps de la rupture diminue.
- 3- Pour l'influence des traitements thermiques, on a constaté que le fil de cuivre qui a été traité à la température 500 ° C pendant 120 min a plus grande durée de vie, c'est-à-dire ce traitement améliore la résistance de ce matériau.
- 4- On a remarqué aussi que l'énergie d'activation Q_c et le paramètre de sensibilité n dépendent des conditions de fluage (contraintes et températures).
 - L'énergie d'activation augmente avec l'augmentation de température de pré-traitement thermique.
 - Le paramètre de sensibilité n augmente avec la diminution de la température de pré-traitement thermique.

Avec les valeurs des deux paramètres (n , Q), on a pu connaître le mécanisme du fluage. Dans notre cas le mécanisme de fluage du fil de cuivre tréfilé avec les conditions de notre travail est de type fluage de dislocation.

5- Constatant l'analyse microstructurale sur les fils de cuivre tréfilés, nous avons constaté que la rupture des fils de cuivre tréfilé a un comportement ductile.

6- Nous avons vérifié notre modèle du fluage sur différents fils de cuivre tréfilé et traité thermiquement, aux hautes températures et sous contraintes appliquées. On peut déduire que ce modèle donne une estimation précise du fluage à haute température pour le fil de cuivre tréfilé.

Perspectives :

Nos perspectives se résument dans les points suivants :

- Etude des autres mécanismes de fluage par exemple le fluage diffusif du cuivre.
- Comprendre le mécanisme de recristallisation dynamique lors de l'essai de fluage.
- Simulation numérique du fluage des métaux (résoudre les problèmes de viscoplasticité avec les volumes finis et les éléments finis).
- Faire un modèle du fluage de cuivre ou d'aluminium avec les paramètres microstructuraux tel que la densité des dislocations, la taille de grain et aussi les cavités lors du fluage tertiaire.
- Etude du fluage et de traction à haute température sur des échantillons de cuivre, et la corrélation entre le fluage et la traction des métaux.

Références

Références bibliographiques

- [1] R.E.Smallman, A.H.W.Ngan, *Physical metallurgy and advanced materials*, 7^e édition, Elsevier, 2007.
- [2] S. Dubiez-Le goff, *Comportement et endommagement d'un superalliage élaboré par compression isostatique à chaud*, Thèse de doctorat, ENSMP, (2003).
- [3] M. Arnoux, *Etude du comportement en fluage à haute température de superalliage monocristallin à base de nickel MCNG : Effet d'une surchauffe*, Ecole nationale supérieure de Mécanique et D'aérotechnique, Thèse doctorat, (2006)
- [4] Wikipedia, Internet
- [5] L. Massard, *Etude du fluage de réfractaire électrofondus du système Alumine-Zircone-silice*, Thèse doctorat, Ecole de mine de paris, (2005).
- [6] J.P. Poirier, *Plasticité à haute température des solides cristallins*, Ed. Eyrolles, (1976).
- [7] U.F. Kocks, *Realistic constitutive relations for metal plasticity*, Materials Science and Engineering, A317, n°1-2, pp.181-187, (2001).
- [8] H. Mecking, U.F. Kocks, Fischer H., *Hardening, Recovery and creep in FCC monocrystals and polycrystals*, Proc.4th Int. Conf, On the strength of metal and alloys, Nancy, France, pp.334-359. (1976).
- [9] E.F. Rauch, *Etude de l'écroutissage des métaux : Aspect microstructuraux et lois de comportement*, Thèse d'Habilitation, INPG, (1993).
- [10] M. Fivel, *Etudes numériques à différentes échelles de la déformation plastique des monocristaux de structure cfc*, Thèse de doctorat, INPG, (1997).
- [11] Fiché pdf de plasticité en internet.
- [12] H.J.Frost, M.F.Ashby, *Deformation-Mechanism Maps*, The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics USA, (1972)
- [13] J.P. Bailon, J.M.Dorlot, *Des matériaux*, 3^e édition, (2000).
- [14] R.N.Stevens, *Grain boundary sliding in metals*, Met.Rev.v11, 129 (1966).
- [15] C.R.Barrett, J.L.Lytton, O.D.Sherby, *Effect of grain size and annealing treatment on steady state creep of copper*, Trans AIME, 170 (1967).
- [16] O.D.Sherby, P.M. Burke, *Mechanical behavior of crystalline solids at elevated temperature*, Progr.Mat.Sci.v13, 325 (1967).

- [17] R.N.Stevens, *Grain boundary sliding and diffusion creep in polycrystalline solide*, Surf.Sci. v31, 543 (1972).
- [18] O.D.Sherby, J.L.Robbins, A.Golberrry, *Calculation of activation volumes for self-diffusion and creep at high temperature*, J.Appl.Phys., v41.3961 (1970).
- [19] C.H.M Jenkins, G.A.Mellor, *Investigation of the behavior of metals under deformation at high temperature.part I: structural changes in mild steel and commercial irons during creep*, J.Iron.Steel Inst., 321, 179 (1935).
- [20] A.Guimier, J.L.Strudel, *Stacking fault formation and mechanical twinning in nickel base super alloys during tensile deformation at high temperature*,(1970).
- [21] J.P.Poirier, G.Martin, *Observation d'un cristal bidimensionnel de lignes de dislocations dans le chlorure de sodium*, Phil.Mag., v27, 1455 (1973)
- [22] A.H.Clauer, M.S.Seltzer, B.A.Wilcox, *creep of CoO single crystals*, J.Mat.Sci. v6, 1379 (1971).
- [23] A. Orvola, R. Fiedler, J. Cadek, *On the lattice misorientation in copper single crystals after high temperature creep*, Phil.Mag, v 24, 733 (1971).
- [24] J.E. Bird, A.K. Mukherjee, J.E.Dorn, *Correlation between high temperature creep behavior and structure* (1969).
- [25] C. Rossard, *Formation de la striction dans la déformation à chaud par traction*, Rev.Met. V 63, 225 (1966)
- [26] S. Degallaix, B. Ilschner, *Caractérisation expérimental des matériaux I*, (2007).
- [27] D. Caillard and J.L. Martin, *New trends in creep microstructural models for pure metals*, Revue physique appliqué, (1987).
- [28] D. Ayrault, *Fluage à haute température de superalliages base nickel monocristallins*, Thèse de doctorat, Ecole de mine de Paris, (1989).
- [29] D. Kaddour, *Fluage isotherme et anisotherme dans les domaines monophasés (α et β) et biphasés ($\alpha + \beta$) d'un alliage Zr-1 %NbO*, Thèse de doctorat, Ecole de Mine de Paris, (2004).
- [30] A.Diha, *Comportement des fils tréfilés lors de fluage*, Mémoire de Magistère, Université de Biskra, (2010).
- [31] A.Diha, *Etude de fluage des fils d'aluminium tréfilés*, Thèse de doctorat, Université de Biskra, (2014).
- [32] A.Beribeche, *Etude de fluage des fils de cuivre tréfilés*, Thèse de doctorat, Université de Biskra, (2014).

- [33] A. Ayensu, G.K. Quainoo and S.K. Adjepong, *Grain Boundary creep in copper*, Journal of Materials Science Letters 12(1993)1008-1010.
- [34] M.B. Zikry and K.H. Georgy, *Effect of temperature on the grain boundary movements during creep in copper and copper-zinc alloy*, Acta Physica Hungarica 72 (1), pp 7-12, (1992).
- [35] Z. Boumerzoug, A. Berribeche, *The creep behavior of industrial copper drawn wires*, communication Internationale en France, (2010)
- [36] D. Jenkins. William and G. Digges. Thomas, *Creep of High-Purity Copper*, J. Res. Natl. Inst. Standard, Vol.45 No.2, August (1950).
- [37] Z. Kowalewski L. IPPT PAN, Département de la résistance des matériaux, PL 00-049 Varsovie, Pologne.
- [38] J. Kesler, R. Bourgeois, H. Chauvel, Memothech, Génie des matériaux, Edition Casteila, Novembre Paris (2001).
- [39] G.S. Al-Ganainy, A. Fawzy, F. Abd El-Salam, *Transient and steady-state creep characteristics of Cu-2 wt% Sn in solid solution region*, Physica B 344 (2004) 443-450.
- [40] I.N. Vladimirov, S. Reese, G. Eggeler, *Constitutive modeling of the anisotropic creep behavior of nickel-base single crystal superalloys*. Int J Mech Sci 2009;51:305-13.
- [41] M.F. Horstemeyer, D.J. Bammann, *Historical review of internal state variable theory for inelasticity*, International Journal of Plasticity 26 (9), 1310-1334 (2010).
- [42] Z.L. Kowalewski, D.R. Hayhurst, B.F. Dyson, *Mechanisms-based creep constitutive equations for an aluminium alloy*, Journal of Strain Analysis 29: 309-316 (1994).
- [43] K. Ishikawa, H. Okuda, Y. Kobayashi, *Creep of pure aluminium materials at low temperature*, Department of mechanical engineering, Toyo university, Kawagoe, Saitama, Japan, (1998).
- [44] N. S. Beniwal, H. O. Gupta, D.K. Dwivedi, "Effect of creep on reliability of distribution transformers," National System Conference, Indian Institute of Technology Roorkee, pp. 623- 627, Dec. 17-19 (2008).
- [45] A. Lasalmonie, J.L. Strudel, Review, Influence of grain size on the mechanical behaviour of some high strength materials, Journal of Materials Science, 21, n°6, pp. 1837-1852 (1986).

- [46] A.Akbari-Fakhrabadi, R.Mahmadi, A.Karsaz and A.R.Geranmayeh, *Creep behavior of copper and Cu-0.3Cr-0.1Ag alloy*, Journal of Engineering Materials and Technology, V.1132,04 (2010).
- [47] H.Conrad, *Effect of grains size on the lower yield and flow stress of iron and steel*, Acta Metallurgica, v 11, 75-77 (1963).
- [48] S.J. Zinkle and E.H. Lee, *Effect of Oxygen on Vacancy Cluster Morphology in Metals*, Metall.Mater.Trans. 21A, (1990), pp. 1037-51.
- [49] A.Diha, Z.Boumerzoug, *Creep behavior of an industrial aluminium drawn wire*, *Advanced Materials Research*, v 629, 90-94 (2013).
- [51] L.Fallah, *Etude des fils électriques tréfilés, Mémoire de Magistère, 2010.*
- [44] J. Dvorak, V. Sklenicka, P. Kral, M. Svoboda and I. Saxl, *Characterization of creep behaviour and*, Sci. 25, (2010 microstructure changes in pure copper processed by equal-channel angular dressing," Rev. Adv. Mater.), 225-232.
- [47] R.E.Smallman, A.H.W.Ngan, *Physical metallurgy and advanced materials*, Seventh edition 2007, Elsevier.
- [48] J. Lin, Z.L. Kowalewski, J. Cao, *Creep rupture of copper and aluminium alloy under combined loadings-experiments and their various descriptions*, International Journal of Mechanical Sciences 47:1038–1058 (2005).
- [49] I. Dlouhy, B. Strnadel, *The effect of crack propagation mechanism on the fractal dimension of fracture surface in steels*, Engineering Fracture Mechanics 78: 726-738 (2008).
- [50] M.W. Decker, J.R. Groza, J.C. Gibeling, *Creep properties of an copper-8% chromium-4% niobium alloy*, Materials Science & Engineering A 369 ; 101–111 (2004).
- [51] S. Spigarelli, *Microstructure-based assessment of creep rupture strength in 9 Cr steels*, International Journal of Pressure Vessels and Piping 101 : 64-71 (2013).
- [52] B. Wilshire, A.J. Battenbough, *Creep and creep fracture of polycrystalline copper*, Materials Science and Engineering A 443:156–166 (2007).
- [53] Z. Boumerzoug, S. Gareh and A. Berribeche, *Effect of prior-heat treatment on the creep behavior of an industrial drawn copper*, Word Journal of Condensed Matter Physics 2 : 241-245 (2012).
- [54] B.F. Dyson, *Material data requirements, creep damage mechanisms, and predictive models. In: Larson, L.H. (ed.) High Temperature Structural Design*, Mechanical Engineering Publ., London, 335 – 354 (1992).

- [55] M.F. Ashby, C. Gandhi, D.M.R Taplin, *Fracture-mechanism maps and their construction for f.c.c. metals and alloys*, Acta Metall 27, 699 -729 (1979).
- [56] B.F. Dyson, M. McLean, *Microstructural evolution and its effects on the creep performance of high temperature alloys*, Cambridge University Press, Cambridge, 1998.
- [57] Besson, J. et al, 2009. *Analysis of creep lifetime of a ASME Grade 91 welded pipe*. Engineering Fracture Mechanics 76 (10), 1460–1473.
- [58] Stewart CM, Gordon AP, Ma YW, Neu RW. *An anisotropic tertiary creep damage constitutive model for anisotropic materials*. Int J Pres. Ves. Pip. 88:356–64 (2011).
- [59] F.A Leckie, D.R. Hayhurst, *Constitutive equations for creep rupture*, Acta Metallurgica 25:1059–1070 (1977).
- [60] H. Altenbach, O. Morachkovsky , K. Naumenko, A. Sychov, *Geometrically nonlinear bending of thin-walled shells and plates under creep-damage conditions*, Arch Appl Mech 67 : 339 – 352 (1997).
- [61] A. Bodnar, M.Chrzanowski, *A non-unilateral damage in creeping plates*. In: Zyczkowski, M. (ed.) *Creep in Structures*. Springer, Berlin, Heidelberg, v191,287 – 293.
- [62] J.T. Boyle, J. Spence, *Stress Analysis for Creep*, London, Butterworth, 1983.
- [63] S. Murakami, Y. Liu, *Mesh-dependence in local approach to creep fracture*, Int. J. of Damage Mech, v 4, 230 – 250 (1995).
- [64] S. Murakami, N. Ohno, *A continuum theory of creep and creep damage*, Springer, Berlin, (1981):.
- [65] J.Y. Kim, K.S. Na, Y.D. Kim, J.H. Kim, K.Y. Lee, K. N. Kim, S.J. Kim, *Creep behavior of Zr-1.5 Nb-0.4 Sn-0.1 Fe-0.1 Cu alloy* , Acta Mechanica Solida Sinica 21 : 308-311 (2008).
- [66] S. Bökenheide, M. Wolff, Compos. Mater. Sci. 64 (2012) 34–37.
- [67] A.H. Cottrel, V. Aytakin, Journal of the institute of metals , v71, (1950)
- [68] A.J.Kennedy, *Processes of creep and fatigue in metals*, Oliver and Boyd, London (1962).
- [69] F.D.Fischer, J.Svoboda, *Chemically and mechanically driven creep due to generation and annihilation of vacancies with non-ideal sources and sinks*. International Journal of Plasticity 27 (9), 1384–1390 (2011).

- [70] C. Phaniraj, M. Nandagopal, S.L. Mannan, P. Rodriguez, B.P. Kashyap, *Acta Mater.* 44 (1996) 4059–4069.
- [71] Z.L. Kowalewski, D.R. Hayhurst, B.F. Dyson, *J. Strain Anal. Eng.* 29 (1994) 309–316.
- [72] J. Betten, *Creep Mechanics*, Second Edition. Springer-verlag berlin Heidelberg, 2005.
- [73] L.M. Kachanov, *The theory of creep*, Boston Spa: National Lending Library, 1958.
- [74] Y.N. Rabotnov, *Creep problems in structural members*. Amsterdam: North Holland Publishing Company; 1969.
- [75] J. Lemaitre, J.L. Chaboche, *Mechanics of Solid Materials*, Cambridge University Press, Cambridge 192, Levinson, M, 1981.

Annexe

CONSTITUVE MODELLING FOR CREEP OF DRAWN COPPER WIRE

Zakaria Boumerzoug¹⁾, Salim Gareh^{2)*}

¹⁾ *Laboratoire des Matériaux Semi-conducteurset Métalliques (LMSM), Université de Biskra, 07000 Biskra, Algérie*

²⁾ *Department of Mechanical Engineering, Faculty of Technology, University of Biskra, Biskra 07000, Algeria*

Received: 23.10.2014

Accepted: 14.11.2014

* Corresponding author: *e-mail: garehsalim@gmail.com, Tel: +213796651689, Department of Mechanical Engineering, Faculty of Technology, University of Biskra, Biskra 07000, Algeria*

Abstract

The high-temperature creep behaviour of drawn copper wire was studied by different constant stresses 98,108 and 118 MPa and under the temperatures of 250, 290 and 340°C. This study deals with the creep based prediction modelling of an industrial copper wire. The proposed unified creep damage constitutive equations were determined using experimental data achieved for materials at applied stress. The comparison of experimental and predicted effective creep strain curves is carried out for all applied stresses applied on the drawn copper wire. The evaluated stress exponent $n = 9.21, 10$ and 14 and the activation energy $Q = 22.25, 31.75$ and 50.75 indicated that the creep deformation of the drawn copper wire is controlled by the dislocation creep. The evaluated of the mean relative error from 5.18% to 10.11% confirmed the creep strain predicted by the proposed model well agree with experimental data.

Keywords: creep deformation, drawn copper wire, creep constitutive model

1 Introduction

Copper in particular has attracted attention due to its good properties such as low resistivity. Due to its high ductility which is the ability to be easily drawn into wires, copper dawning is very attractive manufacturing process. The wire drawing is a process that is used for the manufacturing of metal wires. Copper wire has long been the preferred conductor material. The demands of electrical technology require copper to have higher mechanical properties and to be capable of using at elevated operating temperatures while still retaining the good conductivity for which it is selected in the first place [1].

Creep is the process by which plastic flow occurs when a constant stress is applied to a metal for a prolonged period of time. After the initial strain ϵ_0 which follows the application of the load, creep usually exhibits a rapid transient period of flow before is settles down to the linear steady-stage, which eventually gives way to tertiary creep and fracture [2].

However, creep phenomena development is still not sufficiently recognized, especially under uniaxial stress conditions. However, further complex microscopic creep investigations are required to achieve a better understanding of the nature of the process. In a uniaxial creep curve tertiary creep is observed as the increase of the creep rate. The shape of the final part of the creep curve and the duration of the tertiary creep stage depend on the material composition, the stress and the temperature [3]. The origins of tertiary creep are progressive damage processes

including the formation, growth and coalescence of voids on grain boundaries, coarsening of precipitates and environmental effects [4-10].

In order to describe the creep behaviours of metals and alloys, many researchers have tried to establish constitutive models, such as continuum damage equation and Andrade's equation [11-17]. For example Authors [11] performed a review on the development and the use of internal state variable theory based on the Coleman and Gurtin thermodynamics formulations for dislocations, creep, and continuum damage mechanics. Authors [12] proposed a model which integrated the power-law creep, diffusional creep and a simple damage term for simulating the creep-failure behaviour of the inter-critical heat affected zone. Authors [13] developed a new anisotropic tertiary creep damage constitutive model based on crystal plasticity theory for anisotropic materials. Results indicated that creep deformation was modelled accurately. Author [14] compiled the results of experiments in different experimental conditions on different materials: steel, concrete, nylon, graphite, etc.; in all cases the agreement is excellent with the Andrade's equation.

In this investigation, we have modified Andrade's equation by the relationship of the state damage. The comparison of experimental and predicted effective creep strain curves is carried out for all applied stresses on the copper wire.

2 Material and experimental methods

The material used in this investigation is an industrial copper wire of composition 99.9 Cu, 0.001 Bi, 0.002 Sb, 0.002 As, 0.005 Fe, 0.002 Fe, 0.002 Ni, 0.005 Pb, 0.002 Sn, 0.004S, 0.004 Zn and 0.073 (wt. %), others elements. Samples having gauge length of 100 mm and diameter of 1.8 mm obtained after cold wire-drawing process were annealed at 500°C for 2 hours. The creep specimens were tested at temperature 250, 290 and 340 °C and under stress 98, 108, and 118 MPa.

2.1 Approach Modelling

A relationship for describing high-temperature plastic deformation within the structural phenomenological model of the Andrade [18] is based on the plastic deformation ε , arising from a constant stress σ , is expressed in the Eq. 1:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + B t^m + \dot{\varepsilon}_m t \quad (1)$$

$$\dot{\varepsilon}_m = A \left(\frac{\sigma}{1-w} \right)^n \quad (2)$$

where ε_0 is the instantaneous plastic deformation, B and m are material constants. The term tm models the primary creep and is the creep rate.

We know that the Andrade's equation plot only first and second stage of the creep curve, but not plot third stage. For that reason we have to substitute Eq. 2 (relationship of Kachanov [19] and Rabotnov [20]) into Eq. (1).

$$\varepsilon(t) = \varepsilon_0 + B t^m + A \left(\frac{\sigma}{1-w(t)} \right)^n t \quad (3)$$

A variable w ($0 < w < 1$) was introduced by [21] to present the state of damage of material.

$$w(t) = 1 - \left(1 - \frac{t}{t_r}\right)^{\frac{1}{n+1}} \quad (4.)$$

The material constants A , n , and l can be then determined from the stationary creep. Let $\dot{\epsilon}_{m1}$ and $\dot{\epsilon}_{m2}$ be minimum creep rates for constant stresses σ_1 and σ_2 , respectively. Then the material constants n and A can be estimated from:

$$n = \frac{\log\left(\frac{\dot{\epsilon}_{m1}}{\dot{\epsilon}_{m2}}\right)}{\log\left(\frac{\sigma_1}{\sigma_2}\right)} \quad (5.)$$

$$A = \frac{\dot{\epsilon}_{m1}}{\sigma_1^n} = \frac{\dot{\epsilon}_{m2}}{\sigma_2^n} \quad (6.)$$

within the temperature ranges considered in this work, increasing temperature caused an increase in the parameters A and B , for that the material constants A and B should be replaced by the functions of temperature. Assuming the Arrhenius type temperature dependence the following relations can be utilized (Eq. (7) and Eq. (8)).

$$B = B_0 e^{-(Q_{tr}/RT)} \quad (7.)$$

$$A = A_0 e^{-(Q/RT)} \quad (8.)$$

where Q_{tr} and Q are the activation energies of creep and transient creep, respectively.

$$Q_{tr} = \left[\frac{\partial \ln B}{\partial (-1/RT)} \right]_{\sigma} \quad (9.)$$

$$Q = \left[\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_m}{\partial (-1/RT)} \right]_{\sigma} \quad (10.)$$

Substituting Eq. (7) and Eq. (8) into Eq. (3) yields the creep model Eq. (11):

$$\epsilon = \epsilon_0 + \left[B_0 e^{-(Q_{tr}/RT)} \right] t^m + \left[A_0 e^{-(Q/RT)} \left(\frac{\sigma}{1-w} \right)^n \right] t \quad (11.)$$

3 Results and Discussion

Fig. 1 present the curves of creep strain versus time of copper draw wire, obtained at different applied stress (118, 108 and 98 MPa) at temperature 250, 290 and 340°C. Generally, the time dependent elevated temperature creep deformation can be represented by the creep strain time curve which is usually distinguished by the primary, secondary and tertiary stages. Following the initial strain on loading, the creep rate gradually decreases during the primary stage. The creep rate continues to decrease and reach a minimum or secondary value during the secondary

stage. During the tertiary stage, due to the increase of cavitations and cracks in the specimens, the creep rate rapidly increases, which lead to the final fracture.

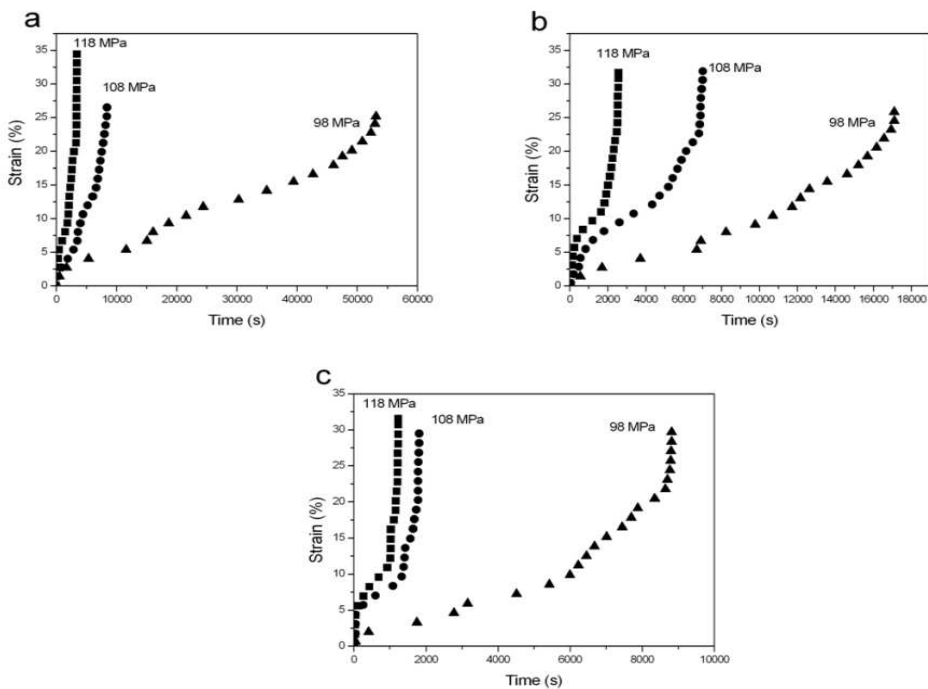


Fig.1 Experimental creep curves for copper wire at temperature of (a): 250°C, (b): 290°C and (c): 340 °C

The minimum creep rate of the copper wire has the applied stress dependence as shown in Fig. 2a. The stress exponent, n is about 14, 9.21 and 10 respectively for copper wire at temperature 250, 290 and 340°C. These n values indicate the dominance of dislocations glide and climb as the rate controlling deformation mechanisms [21].

The activation energy of transient creep Q_{tr} [22], as calculated from the slopes of the straight lines of **Fig. 2b** has values ranging between 18.5 and 20 kJ/mol. To determine the activation energy for creep Q , the minimum creep rates were measured in the temperature between 250,290 and 340°C and at the applied stress 98,108 and 118 MPa. The values of the activation energy Q are equal to 22.25, 31.75 and 50.75 kJ/mol for copper wire under stress 98,108 and 118 MPa respectively (**Fig. 2c**).

The transient creep in Ref [22], is represented the second part in Eq. (3); this means that it can be written the following Eq. (12).

$$\varepsilon_{tr} = Bt^m \quad (12.)$$

We can calculate the transient creep time exponent m with the Eq. (13) (**Fig.3**). The values of the m are changing with temperature and stress, for example in **Fig. 4a**, $m = 0.415, 0.56$ and 0.60 under stress 98,108 and 118 MPa, respectively at temperature 250°C. In Ref [3], they calculated the parameter $m = 0.55$ for copper.

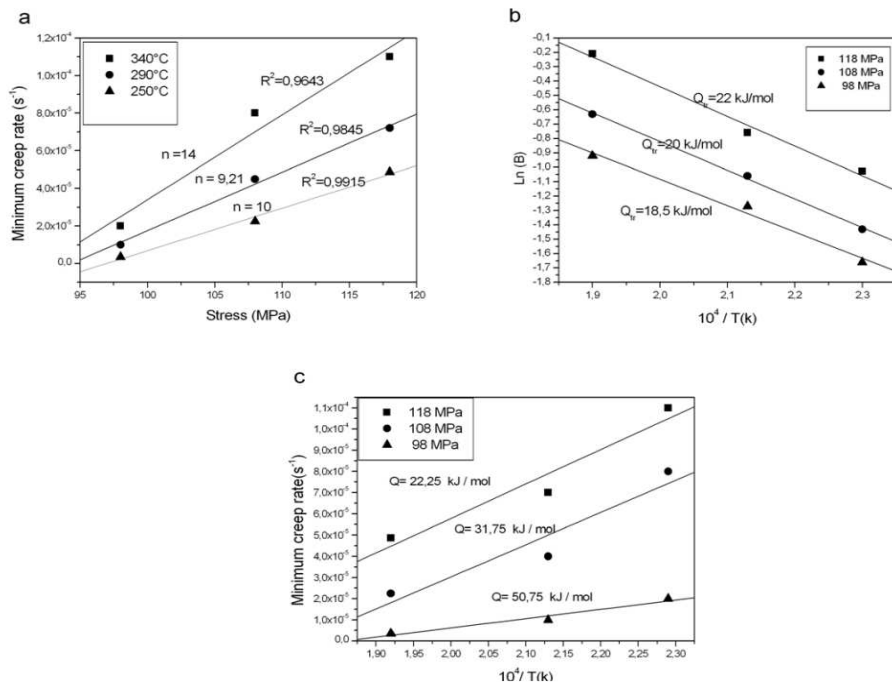


Fig.2 a) Minimum creep rates versus stress for copper wire at temperature of 250, 290 and 340°C, b) Relation between transient creep strain and temperature for copper wire under different stress 98,108 and 118 MPa. c) Relation between minimum creep rate and temperature for copper wire under different stress 98,108 and 118 MPa

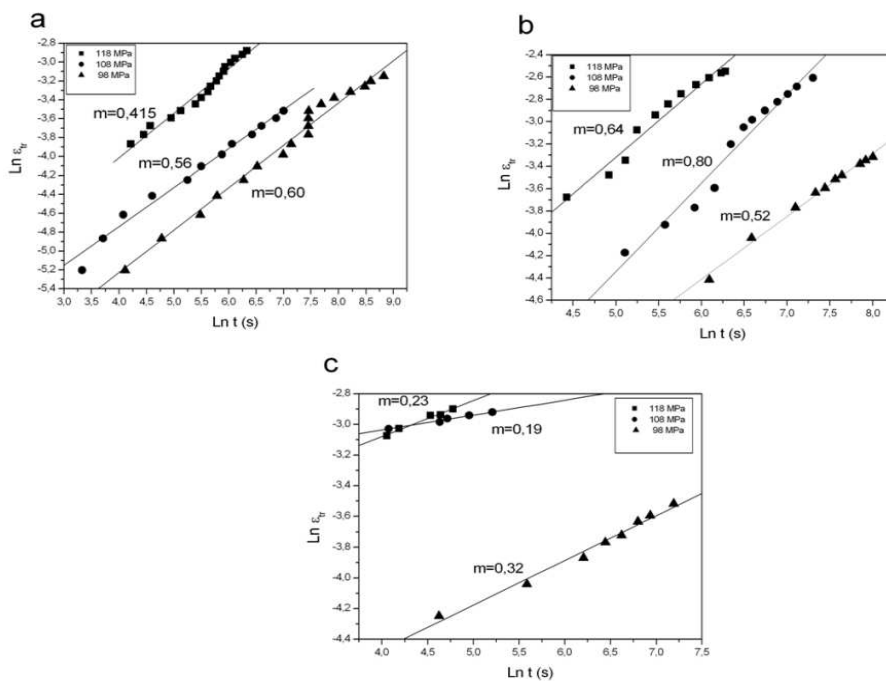


Fig.3 Representation graphical for calculate the transient creep time exponent m at temperature of a) 250 °C, b) 290°C and 340°C

$$m = \left[\frac{\partial \ln \varepsilon_{tr}}{\ln t} \right] \quad (13.)$$

These curves are predicted data by using the determined material constants, listed in **Table 1**. **Fig. 4** show that the comparisons of the measured and predicted creep strains by Eq. (11). Obviously, an agreement between measured and calculated values is satisfactory under the creep temperature of 250, 290 and 340°C, which indicates that the proposed constitutive models can give a good estimate of the first, secondary and tertiary stages creep deformation for drawn copper wire.

Table 1 List of determined material constants for Eq (11)

T (°C)	σ (MPa)	ε_0 (%)	A	B	n	$t_{rupture}$ (s)	l	m	Q_{tr}	Q
250	98	0,12	$65 \cdot 10^{-34}$	0.32	14	3479	16	0.415	18.5	50.75
	108	0,23		0.27		8422		0.56	20	31.75
	118	0,19		0.18		53083		0.60	22	22.25
290	98	0,55	$24 \cdot 10^{-28}$	0.33	9.21	18000	11.21	0.64	18.5	50.75
	108	0,76		0.66		7500		0.80	20	31.75
	118	0,66		0.72		2750		0.52	22	22.25
340	98	1,25	$48 \cdot 10^{-26}$	0.39	10	9000	12	0.23	18.5	50.75
	108	0,74		0.74		1900		0.19	20	31.75
	118	2,50		0.88		1300		0.30	22	22.25

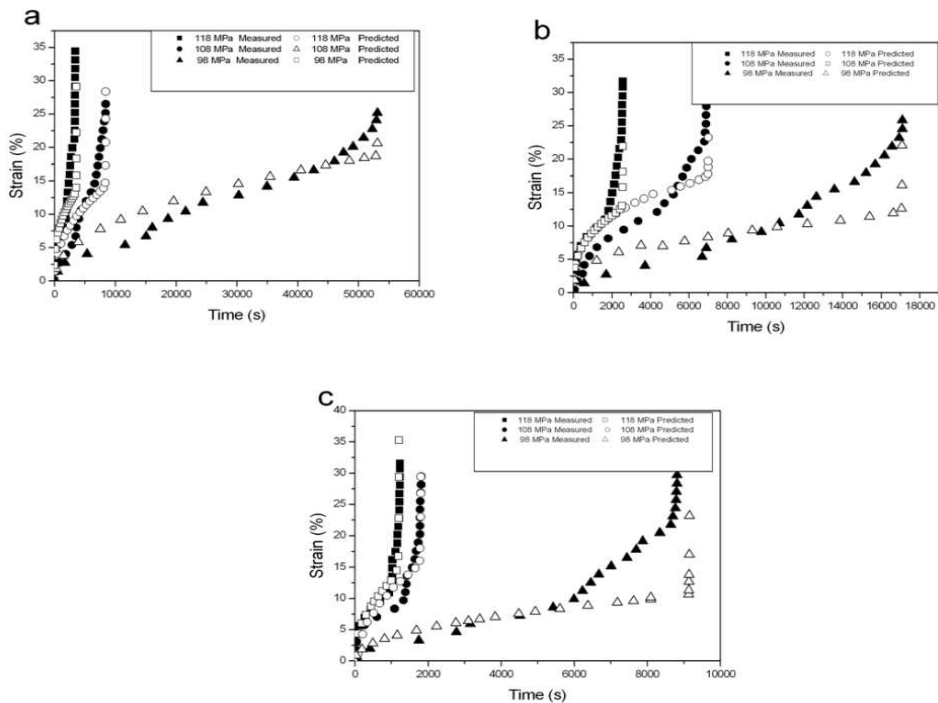


Fig.4 Comparison of experimental and predicted effective strain creep curves for copper wire at temperature of a) 250°C, b) 290°C and c) 340°C

Where ε_E and ε_P are the experimental strain and prediction strain, respectively. We have calculated the mean relative error ($Error_M$) for all creep testes as in **Table 2**, using Eq. (15). We observed that the values of the $Error_M$ are between 5.18 and 10.11 %, which is less than 10 %.

$$Error(\%) = \left| \frac{\varepsilon_E - \varepsilon_P}{\varepsilon_E} \right| 100 \quad (\%) \quad (14.)$$

$$Error_M = \frac{\sum_{i=1}^N Error(\%)}{N} \quad (15.)$$

N presents the number of data points on each creep curve (between curve experimental and prediction), which we calculated the relative error.

Table 2 The value of the mean relative error ($Error_M$).

Relative error moy (ErrorM)	T=250°C	T=290°C	T=340°C
$\sigma = 98$ MPa	5.18	6.76	7.28
$\sigma = 108$ MPa	9.21	8.84	8.42
$\sigma = 118$ MPa	8.87	10.11	7.22

4 Conclusion

Constitutive model to describe the high temperature creep behaviour of drawn copper wire based on the modification of the Andrade's equation. The creep curves of drawn copper wire predicted by proposed model well agree with experimental results, which confirm that the developed creep constitutive model can give an accurate and precise estimate of the high temperature creep behaviour for drawn copper wire.

References

- [1] V. Callcut: *High Copper Alloys-High Strength Coppers for Demanding Electrical Applications*, 2006
http://www.copper.org/publications/newsletters/innovations/2006/09/high_cu_alloys.html
- [2] R.E. Smallman, A.H.W. Ngan: *Physical metallurgy and advanced materials*, Elsevier, 2007
- [3] J. Lin, Z.L. Kowalewski, J. Cao: *International Journal of Mechanical Sciences*, Vol. 47, 2005, No. 7, p. 1038–1058, DOI:10.1016/j.ijmecsci.2005.02.010
- [4] I. Dlouhy, B. Strnadel: *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 78, 2008, No. 3-4, p. 726-738, DOI:10.1016/j.engfracmech.2007.03.038
- [5] M.W. Decker, J.R. Groza, J.C. Gibeling: *Materials Science & Engineering A*, Vol. 369, 2004, No. 1-2, p. 101–111, DOI:10.1016/j.msea.2003.10.306
- [6] S. Spigarelli: *International Journal of Pressure Vessels Piping*, Vol. 101, 2013, p. 64-71, DOI:10.016/j.ijpvp.2012.10.2005
- [7] B. Wilshire, A.J. Battenbough: *Materials Science & Engineering A*, Vol. 443, 2007, No. 1-2, p. 156–166, DOI:10.1016/j.msea.2006.08.094
- [8] Z. Boumerzoug, S. Gareh, A. Berribeche: *Word Journal of Condensed Matter Physics*, Vol. 2, 2012, No. 4, p. 241-245, DOI:10.4236/wjcmp2012
- [9] A. Beribeche, Z. Boumerzoug, V. Ji: *Advanced Materials Research*, Vol. 811, 2013, p. 9-13, DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.811.9
- [10] A. Diha, Z. Boumerzoug: *Advanced Materials Research*, Vol. 629, 2013, p. 90-94, DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.629.90

- [11] M.F. Horstemeyer, D.J. Bammann: International Journal of Plasticity, Vol. 26, 2010, No. 9, p. 1310–1334, DOI:10.1016/j.ijplas.2010.06.005
- [12] J. Besson, S. Leclercq, V. Gaffard, A.F. Gourgues-Lorenzon: Engineering Fracture Mechanics, Vol. 76, 2009, No.10, p.1460–1473, DOI:10.1016/j.engfracmech.2008.12.007
- [13] C.M. Stewart, A.P. Gordon, Y.W. Ma, R.W. Neu: International Journal of Pressure Vessels Piping, Vol. 88, 2011, No. 8-9, p. 356–364, DOI:10.1016/j.ijpvp.2011.66.010
- [14] A.J. Kennedy: Processes of creep and fatigue in metals, Oliver and Boyd, London, 1962.
- [15] W.F. Budd, T.H. Jacka: Cold Regions Science and Technology, Vol. 16, 1989, No. 2 , p.107- 144,DOI:10.1016/0165-232x(89)90014-1
- [16] T. A. Venkatesh, D. C. Dunand: Acta Materialia, Vol. 47, 1999, No. 17, p. 4275 – 4282, DOI:10.1016/s1359-6454(99)00308-0
- [17] J. C. Dandrea, R. Lakes: Mechanics Time-Depend Materials, Vol. 13, 2009, No. 3, p. 303–315,DOI:10.1007/s11043-009-9089
- [18] L.M. Kachanov: *The theory of creep*, Boston Spa, National Lending Library, 1958
- [19] Y.N. Rabotnov: *Creep problems in structural members*, Amsterdam, North Holland Publishing Company, 1969
- [20] J. Lemaitre, J.L. Chaboche: *Mechanics of Solid Materials*. Cambridge University Press, Cambridge 192, Levinson, M, 1981
- [21] J.Y. Kim et al.: Acta Mechanica Solida Sinica, Vol. 21, 2008, No. 4, p. 308-311, DOI:10.1007/s10338-008-0835-0
- [22] G.S. Al-Ganainy, A. Fawzy, F. Abd El-Salam: Physica B, Vol. 344, 2004, No.1-4 , p. 443-450,DOI:10.1016/j.phusb.2003.10.028

Acknowledgments

We would like to thank Dr. S. Benramache, Mr. A. Heciniand, Mr. H. Bentrach for their help.

Effect of Prior-Heat Treatments on the Creep Behavior of an Industrial Drawn Copper

Zakaria Boumerzoug*, Salim Gareh, Abdellatif Beribeche

Laboratory of Metallics Semiconductor Materials, University of Biskra, Biskra, Algeria.
Email: *zboumerzoug@yahoo.fr

Received September 3rd, 2012; revised October 5th, 2012; accepted October 16th, 2012

ABSTRACT

The effect of prior-heat treatments at 500°C, 600°C and 700°C on the creep behavior of an industrial drawn copper has been studied under constant stresses (98, 108 and 118 MPa) and temperatures (290°C and 340°C). The results revealed that the creep behavior and the creep life of the material depend strongly on these prior-heat treatments. The apparent activation energy Q_c for different creep tests of a drawn copper wire was calculated. The fracture mechanism of the material is characterized using optical microscopy.

Keywords: Copper; Creep; Drawn Wire; Heat Treatment

1. Introduction

In material science, creep is the tendency of a solid material to slowly move or deform permanently under the influence of stresses. In general, creep occurs in three stages: Primary, secondary and tertiary stage. For primary stage which occurs at the beginning of the tests, the creep is mostly transient. In secondary stage, the rate of creep becomes roughly steady and is called steady state creep. In tertiary stage, the creep rate increases at a high rate leading to the fracture of the material.

The mechanism governing creep in pure metals remains the subject of unresolved debate [1]. The creep behavior of industrial metals is even more complicated. The mechanism responsible for the creep is driven by several parameters such as variation of grain shape [2], grain size distribution [3], grain growth [4] and complex twin/CSL boundary structure [5]. Additional complications such as inert precipitate and particle accumulation at grain boundaries in alloys [6] make theoretical interpretation of the creep data more difficult.

Copper in particular has attracted attention due to its good properties such as low resistivity. Due to its high ductility which is the ability to be easily drawn into wires, copper drawing is very attractive manufacturing process. The wire drawing is a process that is used for the manufacturing of metal wires. Copper wire has long been the preferred conductor material. The demands of electrical technology require copper to have higher mechanical properties and to be capable of using at elevated operat-

ing temperatures while still retaining the good conductivity for which it is selected in the first place [7].

On the other hand, its ductility can influence its creep characteristics making the study of resistance to creep one of the prime engineering importances. Consequently, it is important to characterize its creep and creep behaviors because this material requires adequate creep resistance to ensure reliable performance in service. We note that there were creep tests carried out on high purity copper wires [8-16]. However, some limited scientific works have been concerned on creep behavior of drawn copper [15,16]. Schwope, Smith and Jackson [15], have been studied creep properties of several types of commercial coppers. In their investigation, data were presented showing the effect of cold work on the short time creep strengths of various types of commercial copper under several conditions. Ayensu, Quainoo, and Adjepong [16], have been investigated creep mechanism of an industrial hard-drawn copper wires which were tested at temperatures of 300°C, 400°C and 500°C under uniaxial stresses of 7.08, 14.16 and 21.24 MPa. From activation energy values the creep mechanism is governed by grain boundary sliding.

This investigation is an attempt to understand the effect of prior heat treatment at 500°C, 600°C and 700°C on creep behavior of an industrial drawn copper.

2. Experimental Techniques

The material used in this study is an industrial copper electric wire of composition 99.9 Cu, 0.001 Bi, 0.002 Sb, 0.002 As, 0.005 Fe, 0.002 Fe, 0.002 Ni, 0.005 Pb, 0.002 Sn,

*Corresponding author.

0.004 S, 0.004 Zn and 0.073 others elements. Creep experiments were conducted in a creep test machine using samples having gauge length of 10 mm and cross sectional area of 8×3.2 mm. The creep specimens were tested at temperatures 290°C and 340°C and a stress of 98, 108 and 118 MPa. All of the tests were continued until fracture occurred. The strain-time readings were continuously recorded by PC-based data acquisition system (**Figure 1**). Optical microscopy was used as complementary technique to illustrate the microstructural evolution of the drawn copper during prior-heat treatments (500°C, 600°C and 700°C) and after fracture.

3. Results and Discussion

Strain versus time plots after creep tests at 340°C and 98 MPa of heat treated drawn copper are presented in **Figure 2**. The non-heat treated material is used as a reference sample. It is clear that this last material has the shortest life time, (time of rupture = 12 min). In addition, the creep test curve of this material exhibits the three stages of creep. However, from these curves, the heat



Figure 1. Creep machine test.

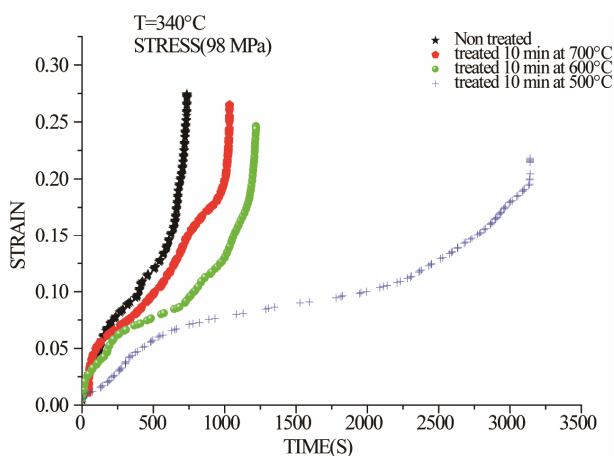


Figure 2. Creep curves of drawn copper at 340°C and 98 MPa.

treated materials have the longer creep life. Moreover, time to fracture depends on temperature of the prior-heat treatment. The drawn copper which has been heated 10 min at 500°C exhibits the longer creep life. In contrary to our results, Schwöpe, Smith, and Jackson [15] have investigated several commercial copper and reported that cold work increases its creep strength.

By increasing the temperature of prior-heat treatment of drawn copper to 700°C, the creep behavior changes because the life time of the material becomes shorter in comparison to the other heat treated materials. This result can be explained by optical microscopy of drawn copper before (**Figure 3(a)**) and after heat treatments at 500°C (**Figure 3(b)**) and 700°C (**Figure 3(c)**). In this case, heat treatment at 700°C increases the grain size in comparison to the rest of the heat treated materials. However, the heat treatment of drawn wire at 500°C during 10 min induces primary recrystallization which is characterized by finer grains. This last microstructure gives the material a longer time to fracture. It is known that the increased strengthening with smaller grain size is associated with the increased dislocation density in the grain interiors due to the activation dislocation sources [17].

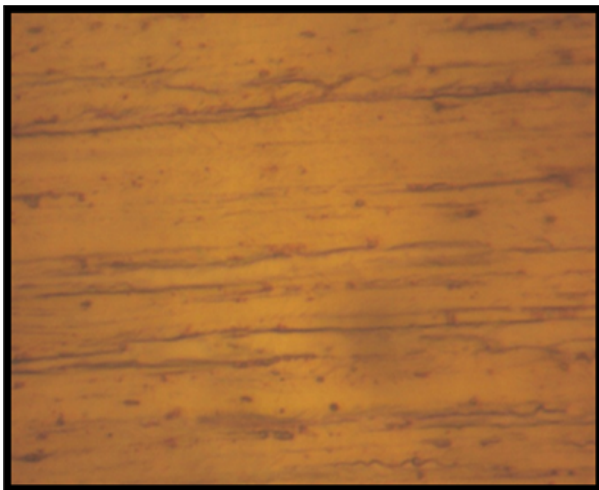
By increasing the applied stress during a creep test, the same phenomenon is observed. The results of creep tests obtained at 108 and 118 MPa are shown respectively in **Figures 4** and **5**. In this case, primary creep was observed immediately after loading in all four samples. The duration of the primary stage increases with increasing the temperature of prior heat treatment.

The curves of strain versus stress (**Figure 6**) show that the strain rate varies linearly with the applied stress. Consequently, the apparent activation energy can be deduced. The activation energy for creep Q_c is defined as [18]:

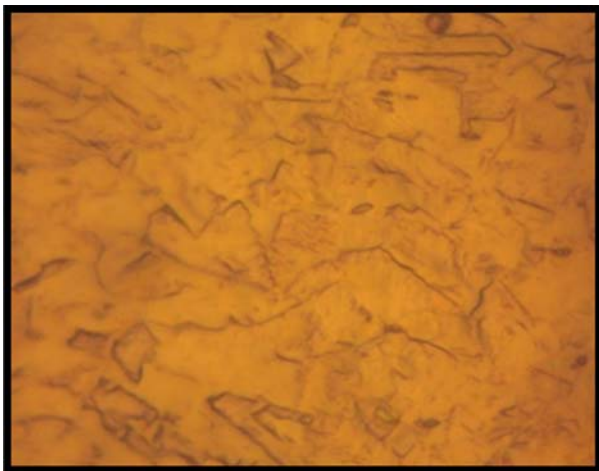
$$Q_c = \left[\frac{\partial \log \dot{\epsilon}}{\partial (-1/KT)} \right]_{\sigma}$$

Thus, the activation energy Q_c can be derived from the slope of $\log \left(\frac{\partial \epsilon}{\partial t} \right)$ versus $\frac{1}{T}$ plots. The values of the apparent activation energy Q_c for different creep tests are shown in **Table 1**. These values of Q_c vary from 80.75 to 147.11 kJ/mol. The non-heat treated drawn copper has the higher activation energy. The heat treated material at 700°C has the highest value of Q_c compared with the other heat treated materials. The change in apparent activation energy implies a change in the creep mechanism. Other investigations have found that the values of the apparent energy Q_c are equal to 106.1 ± 0.2 and 90.3 ± 2.1 kJ/mol for the impressed and the pressed sample respectively [19].

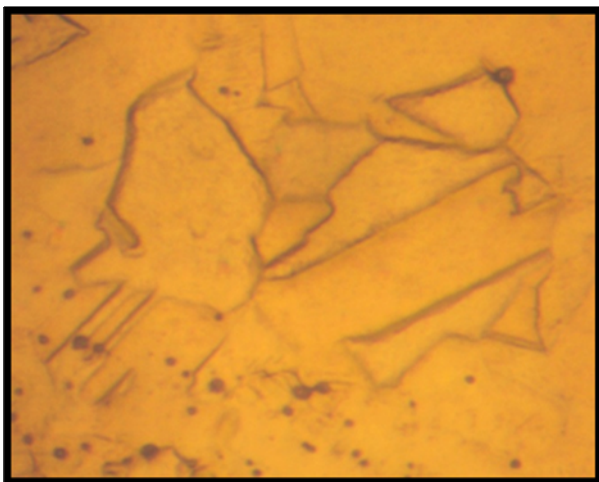
For pure copper an average of the activation energies of $112.4 \text{ kJ/mol}^{-1}$ has been reported by Akbari, Mahmadi,



(a)



(b)



(c)

Figure 3. Microstructures of drawn copper: (a) Before heat treatment, (b) after heat treatment for 10 min at (b) 500°C and (c) 700°C.

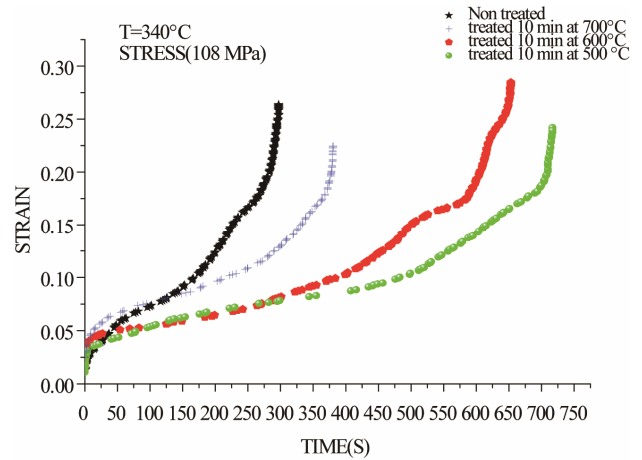


Figure 4. Creep curves of drawn copper at 340°C and 108 Mpa.

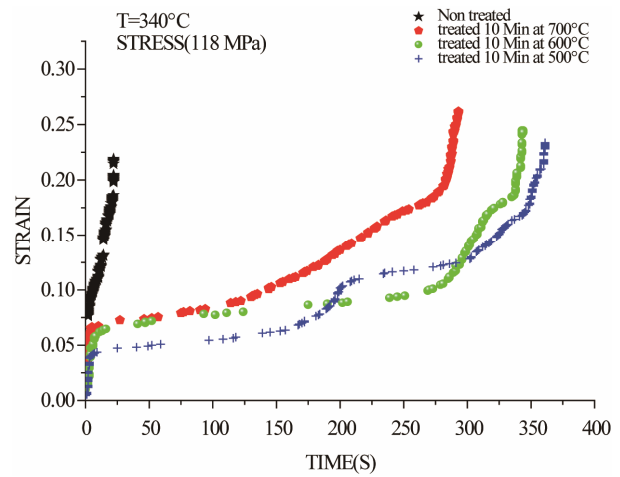


Figure 5. Creep curves of drawn copper at 340°C and 118 Mpa.

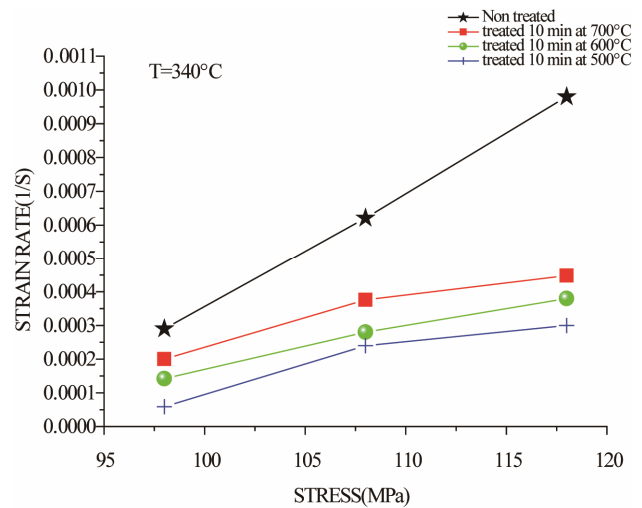
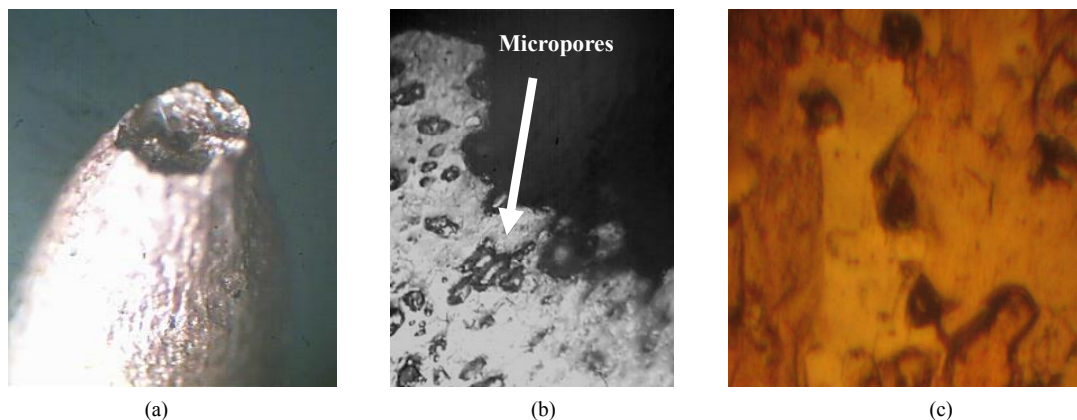


Figure 6. Strain rate plotted against applied stress for copper wires tested at 340°C (drawn wire non-treated, treated 10 min at 500°C, 600°C and 700°C).

Table 1. Values of the apparent activation energy Q_c for different creep tests of a drawn copper wire.

Q_c (kJ/mol)	Non treated	Treated 10 min at 700°C	Treated 10 min at 600°C	Treated 10 min at 500°C
$\sigma = 118$ MPa	147.11	127	105.47	107
$\sigma = 108$ MPa	121	106.16	103	99.82
$\sigma = 98$ MPa	110.2	94	86.55	80.75

**Figure 7. Profil view after creep test (118 MPa, 340°C) of drawn copper. (a) Necking zone after creep test; (b) High density of micropores near fracture zone; (c) Low density of micropores far in the fracture zone.**

Karsaz and Geranmayeh [20]. They have indicated that these values of activation energies are close to 138 kJ/mol⁻¹ for dislocation climb in copper. In this present study, the values of apparent activation energy are close to this mechanism of climbing.

In order to observe the microstructural features that have been generated during the creep test, the wires were examined by optical microscopy. Profil views of drawn copper after creep test are presented in **Figure 7**. We suggest that the main cause of the fracture of the copper during creep test is the presence of high density of micro-porosity in this industrial material as it is shown in **Figure 7(b)**. Cracks can occur in creeping metals from pre-existing flaws, fatigue, corrosion-related processes, and porosity. In our case, crack growth is caused by the coalescence of micro-pores with each other which induces the fracture of the material at the necking zone. For example, Williams and Thomas [21] studied the creep of high-purity copper, where micro-cracking phenomenon has been observed in these materials during creep tests which led to complete fracture. It has been found by Zinkle and Lee [22] that the origin of the formation of voids in copper was the effect of oxygen.

4. Conclusions

The effect of prior-heat treatments on the creep behavior of an industrial drawn copper has been studied under constant stresses and temperatures. The main results can be summarized as:

The difference of the creep behavior is attributed to the initial microstructure of drawn copper, *i.e.*, the finer grains obtained after isothermal annealing at 500°C gives the material a longer time to fracture during creep test. However, the non-heat treated drawn copper has the higher activation energy and its creep mechanism is governed by climbing process. The origin of the fracture during creep test was the formation of micro-pores at the necking zone.

REFERENCES

- [1] B. Wilshire, "Observations, Theories and Predictions of High Temperature Creep Behaviour," *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 33, No. 2, 2002, pp. 241-248. [doi:10.1007/s11661-002-0086-5](https://doi.org/10.1007/s11661-002-0086-5)
- [2] J. H. Schneibel, R. L. Coble and R. M. Cannon, "The Role of Grain Size Distributions in Diffusional Creep," *Acta Metallurgica*, Vol. 29, No. 7, 1981, pp. 1285-1290. [doi:10.1016/0001-6160\(81\)90019-5](https://doi.org/10.1016/0001-6160(81)90019-5)
- [3] P. M. Hazzledine and J. H. Schneibel, "Theory of Coble Creep for Irregular Grain Structures," *Acta Metallurgica et Materialia*, Vol. 41, No. 4, 1993, pp. 1253-1262. [doi:10.1016/0956-7151\(93\)90176-S](https://doi.org/10.1016/0956-7151(93)90176-S)
- [4] B. Burton, "A Theoretical Upper Limit to Coble Creep Strain Resulting from Concurrent Grain Growth," *Journal of Materials Science*, Vol. 28, No. 18, 1993, pp. 4900-4903. [doi:10.1007/BF00361153](https://doi.org/10.1007/BF00361153)
- [5] P. A. Thorsen and J. B. Sorensen, "Deposition of Material at Grain Boundaries in Tension Interpreted in Terms of Diffusional Creep," *Materials Science and Engineering:*

- A*, Vol. 265, No. 1-2, 1999, pp. 140-145.
[doi:10.1016/S0921-5093\(98\)01139-3](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(98)01139-3)
- [6] B. Burton and W. B. Beere, "Grain Boundary Diffusional Creep of Materials Containing Particles," *Philosophical Magazine A*, Vol. 43, No. 6, 1981, pp. 1561-1568.
[doi:10.1080/01418618108239527](https://doi.org/10.1080/01418618108239527)
- [7] V. Callcut, "High Copper Alloys-High Strength Coppers for Demanding Electrical Applications," 2006.
http://www.copper.org/publications/newsletters/innovations/2006/09/high_cu_alloys.html
- [8] P. Regnier and M. F. Felsen, "Influence of Burning Grain Boundaries on the Creep Rate of Diffusion to Son Bamboo Structure and Determination of the Corresponding Surface Tension," *Philosophical Magazine A*, Vol. 43, No. 1, 1981, pp. 11-27.
[doi:10.1080/01418618108239390](https://doi.org/10.1080/01418618108239390)
- [9] M. C. Inman, D. McLean and H. R. Tipler, "Interfacial Free Energy of Copper Antimony Alloys," *Proceedings of the Royal Society of London*, Vol. 273, 1963, p. 538.
- [10] J. H. Hoage, "Surface Tension Studies on Uranium and Copper," US Atomic Commission Report HW-78132, 1963.
- [11] H. Udin, A. J. Shaler and J. Wulff, "The Surface Tension of Solid Copper," *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, Vol. 185, 1949, p. 186.
- [12] H. Udin, *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, Vol. 189, 1951, p. 63.
- [13] A. L. Pranatis and G. M. Pound, "Viscous Flow of Copper at High Temperatures," *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, Vol. 203, 1955, p. 644.
- [14] V. Srivastava, K. R. McNee, H. Jones and G. W. Greenwood, "The Effect of Low Stresses on Creep and Surfaces Profiles of Thin Copper Wires," *Acta Materialia*, Vol. 51, No. 15, 2003, pp. 4611-4619.
[doi:10.1016/S1359-6454\(03\)00298-2](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(03)00298-2)
- [15] A. D. Schwope, K. F. Smith and L. R. Jackson, "The Comparative Creep Properties of Several Types of Commercial Coppers," *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, Vol. 185, 1950, p. 409.
- [16] A. Ayensu, G. K. Quainoo and S. K. Adjepong, "Grain Boundary Creep in Copper," *Journal of Materials Science Letters*, Vol. 12, No. 13, 1993, pp. 1008-1010.
[doi:10.1007/BF00420200](https://doi.org/10.1007/BF00420200)
- [17] H. Conrad, "Effect of Grain Size on the Lower Yield and Flow Stress of Iron and Steel," *Acta Metallurgica*, Vol. 11, 1963, pp. 75-77.
- [18] M. E. Kasner, M. Teresa and P. Prado, "Fundamentals of Creep in Metals and Alloys," Elsevier, Tokyo, 2004.
- [19] J. Dvorak, V. Sklenicka, P. Kral, M. Svoboda and I. Saxl, "Characterization of Creep Behaviour and Microstructure Ganges in Pure Copper Processed by Equal-Channel Angular Dressing," *Reviews on Advanced Materials Science*, Vol. 25, 2010, pp. 225-232.
- [20] A. Akbari-Fakhrabadi, R. Mahmadi, A. Karsaz and A. R. Geranmayeh, "Creep Behavior of Copper and Cu-0.3Cr-0.1 Ag Alloy," *Journal of Engineering Materials and Technology*, Vol. 132, No. 4, 2010, Article ID: 044501.
[doi:10.1115/1.4002356](https://doi.org/10.1115/1.4002356)
- [21] W. D. Jenkins and G. Digges, "Creep of High-Purity Copper," *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, Vol. 45, No. 2, 1950.
- [22] S. J. Zinkle and E. H. Lee, "Effect of Oxygen on Vacancy Cluster Morphology in Metals," *Metallurgical and Materials Transactions*, Vol. 21, No. 5, 1990, pp. 1037-1051.

المخلص

الهدف الرئيسي من هذا العمل العلمي هو دراسة سلوك أسلاك النحاس المصنوعة بطريقة القلد في تجارب الزحف عند اجهادات ودرجات حرارة مختلفة. لهذا قمنا بدراسة أسلاك النحاس ذات أقطار مختلفة (1.8 و 2.4 ملم) ومعالجات حرارية مختلفة (500 و 600 و 700 درجة مئوية لمدة 10 دقائق و 500 درجة مئوية لمدة 120 دقائق). وقد أظهرت النتائج التجريبية انه كلما زاد الإجهاد أو درجة الحرارة فإن سرعة التشوه الزحف تزداد أيضا و زمن انهيا السلك النحاسي يقل. لقد لاحظنا أيضا أن المعالجات الحرارية تحسن مقاومة الأسلاك النحاسية في تجربة الزحف، ووجدنا أن المعالجة الحرارية عند 500 درجة مئوية لمدة 120 دقيقة هي أفضل معالجة حرارية للأسلاك النحاسية في تجارب الزحف. ووفقا للمتغيرات n و Q ، فإن نوع الزحف هو الزحف الأنخلاعي. إن غالبية العينات الملاحظة بالمجهر الإلكتروني الماسح أظهرت سلوك لين، ووجدنا أن الأسلاك النحاسية سلوكها لين. وأخيرا، لقد قمنا بتغيير علاقة اندراد فاصح لدينا معادلة جديدة للزحف، وبمقارنة هذه المعادلة مع النتائج التجريبية، فوجدنا أن هذا النموذج قريب جدا من منحنيات الزحف التجريبية.

الكلمات المفتاحية: الزحف. الأسلاك النحاسية. القلد. الحبيبات.

Résumé

L'objectif principal de notre travail scientifique, c'était l'étude du comportement des fils de cuivre tréfilé après des essais du fluage aux différentes contraintes et températures. Pour cela nous avons étudié des fils de cuivre aux différents diamètres 1,8 et 2,4 mm et aux différents traitements thermiques 500, 600 et 700 ° C pendant 10 min et 500 pendant 120 min. Les résultats expérimentaux montrent que chaque fois que la contrainte et la température augmentent la vitesse de déformation en fluage augmente aussi et la durée de vie des échantillons diminue. Nous avons montré aussi que les traitements thermiques ont amélioré la résistance de fil de cuivre, et le traitement à la température 500 ° C pendant 120 min est le meilleur traitement avec laquelle le fil de cuivre a une grande durée du vie. D'après les grandeurs de n et Q , le type de fluage est de type fluage-dislocation. Avec les analyses microstructurales, on a constaté que la rupture obtenue est une rupture ductile. Enfin, nous avons modifié le model d'Andrade, et avec la comparaison entre ce model avec l'expérimentale, on a constaté que ce model est très proche aux courbes expérimentales de fluage.

Mots clés : Fluage ; Fil de cuivre ; Tréfilage ; Grain

Abstract

The main objective of our scientific work was the study of the behavior of copper wire drawn during the creep test at different stresses and temperatures. We have studied copper wire with different diameters 1.8 and 2.4 mm and different heat treatments 500, 600 and 700 ° C for 10 minutes and 500 ° C for 120 min. Experimental results show that when the time the strain and temperature increases, creep strain rate increases and the lifetime's of the sample decreases. We have also shown that the heat treatments have improved the resistance of copper wire, and the treatment at temperature 500 ° C for 120 min is the best treatment with which the copper wire has a large length of life. According to the values of the variables n and Q , the type of the creep is dislocation. With the microstructure analysis, we found that the rupture type obtained is ductile fracture. Finally, we have changed the Andrade model, and by the comparison of this model with experimental, we deduced that this model is very close to the experimental creep curves.

Keywords: Creep; Copper wire; drawing; grain