

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

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



جامعة محمد خيضر بسكرة
كلية العلوم والتكنولوجيا
قسم: الهندسة الميكانيكية
المرجع:

Thèse présentée en vue de l'obtention
du diplôme de

Doctorat en Sciences

Spécialité : Génie Mécanique

Option : Métallurgie

**Etude de l'évolution microstructurale, texturale et de
comportement mécanique des fils en acier mi-dur tréfilés
industriellement**

Par :

Mohamed Chaouki NEBBAR

Soutenue publiquement le, 09/02/2020

Devant le jury composé de :

Abdelouahed CHALA	Professeur	Président	Université de Biskra
Mosbah ZIDANI	Professeur	Rapporteur	Université de Biskra
Djamel MIROUD	Professeur	Examineur	USTHB-Alger
Ahmed TAFRAOUI	Professeur	Examineur	Université de Bechar

Résumé

Cette étude est réalisée dans le cadre d'une collaboration scientifique avec la société nationale de tréfilage et de fabrication de produits de soudage (TREFISOUD) d'El-Eulma, Sétif-Algérie. Ce travail de recherche a pour but de mettre en évidence la relation entre l'évolution microstructurale et les propriétés mécaniques des fils tréfilés en acier mi-dur (C68D-2 et D45-2) destinés à la fabrication des matelas à ressorts. L'étude était essentiellement orientée sur l'évolution de la texture cristallographique en fonction de la déformation issue par le procédé de tréfilage industriel. Ceci, en effet, permettra d'établir une relation entre la microstructure et la variation des propriétés mécaniques des fils et par conséquent de cerner le problème de casse du fil lors de l'utilisation de ces deux fils en acier mi dur obtenus par tréfilage et utilisés dans la fabrication des matelas à ressorts et également d'économiser les pertes engendrées et satisfaire qualitativement les utilisateurs.

Une variété des techniques expérimentales de mesure et de caractérisation sont utilisées dans ce travail. Il s'agit de la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage (MEB), la diffraction des rayons X, la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD), essais de traction et de torsion et des mesures de la micro-dureté, dont certaines ont permis de corrélérer la microstructure aux propriétés mécaniques.

Mots-clés : Aciers mi-dur, Tréfilage, Microstructure, Texture cristallographique, Micro-dureté, Traction, Torsion.

ملخص

انجزت هذه الدراسة في إطار تعاون علمي مع الشركة الوطنية للقلذ وصناعة منتجات اللحام بالجزائر. الهدف من البحث هو تسليط الضوء على العلاقة بين التطورات البنيوية والخصائص الميكانيكية للأسلاك المتوسطة الصلابة (C68D-2 et D45-2) المستعملة في تصنيع المراتب ذوات النوابض. وجهت هذه الدراسة في الأساس نحو متابعة تطور البنية البلورية اعتمادا على التغيرات الناتجة عن عملية قلد الأسلاك مما يسمح بمعرفة العلاقة بين البنية والتغيرات في الخصائص الميكانيكية وبالتالي تحديد أسباب انكسار السلك اثناء عملية صناعة النوابض من اجل تفادي الخسائر وإرضاء الزبائن.

خلال هذه الدراسة تم استعمال عدة تقنيات للتوصيف والقياسات وهي المجهر الضوئي والإلكتروني (MEB)، توصيف البنية البلورية بواسطة حيود الأشعة السينية والنسيج البلوري بواسطة حيود الإلكترونات المنتشرة (EBSD) والسلوك الميكانيكي للصلادة، الجر والالتواء.

الكلمات المفتاحية: الفولاذ المتوسط الصلابة، القلذ، البنية المجهرية، النسيج البلوري، الصلادة، السحب، الالتواء.

Abstract

This study is carried out as part of a scientific collaboration with the national wire drawing and welding products manufacturing company (TREFISOUD) of El-Eulma, Sétif. The aim of this research work is to highlight the relationship between microstructural evolution and the mechanical properties of medium carbon steel drawn wires (C68D-2 and D45-2) intended for the manufacture of spring mattresses. The study was mainly oriented on the evolution of the crystallographic texture as a function of the deformation resulting from the industrial wire drawing process. This, in fact, will make it possible to establish a relationship between the microstructure and the variation in the mechanical properties of the wires and therefore to identify the problem of breakage of the wire during the use of these two medium carbon steel wires obtained by wire drawing and used in the manufacture of spring mattresses and also to save the losses generated and to qualitatively satisfy the users.

A variety of experimental measurement and characterization technics are used in this work. These are optical microscopy, scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction, back scattered electron diffraction (EBSD), tensile and torsional tests and micro-hardness measurements, some of which have allowed correlate the microstructure with mechanical properties.

Key words: Medium carbon steel, Wire drawing, Microstructure, Crystallographic Texture, Micro-hardness, Traction, Torsion.

Remerciements

Je voudrais tout d'abord exprimer ma profonde gratitude à mon directeur de thèse Monsieur Mosbah ZIDANI, Professeur à l'université de Biskra, chef d'équipe "Étude et Élaboration des Matériaux Métalliques" au laboratoire de génie énergétique et matériaux (LGEM), pour avoir encadré mon travail de recherche et de m'avoir poussé pour finaliser les travaux de thèse en quatre ans.

Je tiens également à remercier le partenaire industriel de cette thèse, Docteur Tahar ABID-Directeur d'exploitation à l'entreprise de TREFISOUD-El Eulma –Sétif - pour leur forte implication dans ce projet de thèse et la qualité de leur support technique.

Je remercie Monsieur Abdelouahed CHALA, Professeur à l'université de Biskra et directeur de laboratoire de recherche de physique des couches minces et applications (LPCMA)-Université de Biskra pour présider le jury de soutenance de thèse.

Je suis très reconnaissant à Monsieur Djamel MIROUD, Professeur à l'USTHB-Alger et directeur de laboratoire des sciences et génie des matériaux (LSGM)-USTHB et Monsieur Ahmed TAFRAOUI, Professeur à l'université de Bechar et directeur de laboratoire de recherche de fiabilité de génie mécanique d'avoir accepté de participer au jury et d'examiner ce travail. Je les remercie pour le temps qu'ils m'ont consacré.

Je souhaite aussi vivement remercier Monsieur Thierry BAUDIN, Directeur de recherche au CNRS-Laboratoire SP2M, ICMMO à l'université Paris-Sud, pour son apport considérable lors des caractérisations et analyses expérimentales des échantillons par la technique de l'EBSD et pour l'exploitation des résultats par le logiciel OIM Analysis.

J'adresse un très grand merci à Monsieur Saifi AMIROUCHE, Ingénieur de recherche et responsable d'atelier de prototypage et maintenance des équipements scientifiques au CRAPC pour les supports techniques et les discussions scientifiques au cours de réalisation de cette thèse.

Je remercie vivement mon épouse Docteur Imane BENELMIR pour son soutien au cours de la réalisation de cette thèse.

Mes remerciements sont adressés au Docteur Salim MESSAUDI-Maitre de conférence à l'université de Biskra pour ses conseils scientifiques.

Mes remerciements vont également au Dr. Toufik DJIMAOUI, Mr. Moussa ATHMANI, et Mr. Soheib MOKHTARA pour tous les échanges que nous avons eu tout au long de ces années de thèse.

Je tiens à remercier Monsieur Brahim GASMI, Ingénieur de laboratoire LPCMA à l'université de Biskra pour son aide.

En fin, mes vifs remerciements à ma grande et ma petite famille, tous mes amis et toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à l'aboutissement de cette thèse.

M.C.NEBBAR

Je dédie ce modeste travail à :

A MES TRES CHERS PARENTS

***Source inépuisable de tendresse, de patience et de sacrifice. Vos prières et vos Bénédiction
m'ont été d'un grand secours tout au long de ma vie.***

A mon épouse et mes petites anges RANA et NOUHA

A mes frère AZEDINE ET AYMAN

A mes sœurs.

A tous mes proches

Chaouki

Table des matières	Page
Introduction générale et Contexte industriel _____	01
Chapitre I Bibliographie _____	05
Section 1 Mise en forme par tréfilage _____	06
I. Procédé de mise en forme par tréfilage _____	07
II. Tréfilage industriel _____	08
2.1. Machines de tréfilage _____	08
2.1.1. Machine de tréfilage simple (mono passe) _____	09
2.1.2. Machine de tréfilage multiple (multi-passes) _____	09
a. Machine à passage direct _____	10
b. Machine à accumulation _____	10
c. Machine à glissement _____	10
2.2. Filière de tréfilage _____	10
2.3. Paramètres de tréfilage _____	12
2.3.1. Vitesse de tréfilage _____	12
2.3.2. Efforts appliqués sur le fil _____	15
2.4. Préparation de surface du fil avant tréfilage _____	16
2.4.1. Décapage chimique _____	17
2.4.2. Décalaminage _____	17
a. Procédé de décalaminage par flexion _____	17
b. Procédé de décalaminage par grenailage _____	18
2.5. Lubrification lors de tréfilage _____	18
2.5.1. Régimes de lubrification _____	19
2.5.2. Revêtement de surface _____	20
2.5.3. Savon sec de tréfilage des aciers _____	20
Section 2 Texture Cristallographique de déformation _____	22
1. Déformation plastique matériaux métalliques _____	23
1.1. Introduction _____	23
1.2. Mécanismes physiques de déformation plastique _____	23
1.2.1. Phénomènes de dislocations _____	25

a. Multiplication des dislocations	25
b. Annihilation des dislocations	26
2. Texture cristallographique	27
2.1. Détermination de la texture	28
2.2. Présentation de la texture	31
2.2.1. Projection stéréographique	31
2.2.1.1. Figure de pôles (FDP)	32
a. Figure de pôles directe	32
b. Figure de pôles inverse	33
2.2.2. Fonctions de distribution des orientations cristallines (FDOC)	34
2.2.3. Cartographie d'orientation	37
Section 3	
Evolution de microstructure et propriétés mécanique : Cas de tréfilage	39
1. Introduction	40
2. Aciers au carbone	40
3. Evolution de la microstructure des aciers au cours de tréfilage	44
3.1. Microstructure perlitique	44
3.1.1 Colonies de la perlite dans les aciers au carbone	44
3.1.2. Distance inter-lamellaire	45
3.2. Evolution de la microstructure	46
3.2.1. Evolution de la distance inter-lamellaire	50
4. Texture de tréfilage des aciers	50
5. Comportement mécanique au cours de tréfilage	54
Chapitre II	
Matériaux et techniques expérimentales	56
1. Matériaux étudiés	57
2. Tréfilage	57
2.1. Acier C68D-2	57
2.2. Acier D45-2	57
3. Prélèvement et préparation des échantillons	58
3.1. Polissage Mécanique	58

3.2. Polissage électrolytique pour l'analyse par EBSD	58
4. Techniques expérimentales d'analyse	59
4.1. Évolution de la microstructure	60
4.1.1. Microscopie Optique	60
4.1.2. Microscopie électronique à balayage (MEB)	60
4.1.3. Diffraction des rayons X (DRX)	61
4.2. Evolution de la texture cristallographique	63
4.2.1 Diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD)	63
4.2.2. Kernel Average Misorientation (KAM)	65
4.3. Étude du comportement mécanique	66
4.3.1. Essai de la microdureté vickers	66
4.3.2. Essais de traction	67
4.3.3. Essai de torsion simple	67
Chapitre III Résultats et interprétation	69
Section 1 Evolution microstructurale	70
1. Evolution de la microstructure	71
1.1. Analyse microscopique	71
1.1.1 Observation au microscope optique	71
a. Acier C68D-2	71
b. Acier D45-2	72
1.1.2. Observation au microscope électronique à balayage	74
a. Acier C68D-2	74
b. Acier D45-2	77
1.2. Analyse par EBSD	79
1.2.1. Etats non tréfilés	79
1.2.2. Etats tréfilés	80
1.3. Analyse par la diffraction des rayons X	82
a. Acier C68D-2	83
b. Acier D45-2	85
Section 2 Evolution texturale	86

2. Evolution de la texture	87
2.1. Cartographies FDP	87
2.1.1. Acier C68D-2	87
2.1.2. Acier D45-2	88
2.2 Figure de pôles	89
2.2.1. Acier C68D-2	90
2.2.2. Acier D45-2	91
2.3. Fonction de distributions des orientations cristallographiques	92
2.3.1. C68D-2	92
2.3.2. D45-2	93
2.4. Kernal average misorientation	94
Section 3 Comportement mécanique	95
3. Comportement mécanique	96
3.1. Microdureté	96
3.2. Traction	97
3.2.1. Acier C68D-2	97
3.2.2. Acier D45-2	98
3.3. Torsion	99
Conclusion générale & Perspective	100
Références Bibliographiques	104
Annexes	113
Annexe I : Morphologie des Joints de grains dans les microstructures des fils machine	113
Annexe II : Figures de pôles directes {111} et {100}	114
Annexe III : Figure de pôles inverses	116
Annexe IV : Analyse des résultats par le logiciel OIM Analysis	118

Liste des figures		Page
Introduction Générale		01
Figure 1	Représentation de matelas à ressorts	02
Figure 2	Ressorts Bonnell et Lieur utilisés dans la fabrication des matelas	03
Chapitre I		05
Section 1		06
Figure 3	Présentation de principe de tréfilage.	07
Figure 4	Etapas de tréfilage industriel.	08
Figure 5	Schéma d'une machine de tréfilage mono-passe.	09
Figure 6	Schéma d'une machine de tréfilage multi-passes.	10
Figure 7	Filière de tréfilage.	11
Figure 8	Passe de tréfilage.	12
Figure 9	Présentation schématique de différentes contraintes au cours de tréfilage.	15
Figure 10	Présentation de la calamine sur la surface du fil machine en acier.	16
Figure 11	Principe de décalaminage par flexion du fil machine.	18
Figure 12	Traitement du fil d'acier pour tréfilage.	21
Section 2		22
Figure 13	Lignes et bandes de glissement sur un échantillon métallique déformé plastiquement.	24
Figure 14	Structure des grains d'un échantillon métallique avant et après la déformation plastique par glissement.	24
Figure 15	Déformation plastique d'un échantillon métallique par le système de maclage.	25
Figure 16	Schéma de Mécanisme de multiplication des dislocations par la formation des boucles de Frank et Read.	26
Figure 17	Mécanisme d'annihilation de deux dislocations de signes opposés	27
Figure 18	Présentation des angles d'Euler.	29
Figure 19	Relation entre la matrice de rotation (orientation) et les descripteurs de la texture.	29
Figure 20	Correspondance entre le repère d'échantillon laminé KA et le repère cristallite	30
Figure 21	Correspondance entre le repère d'échantillon KA et le repère cristallite KB dans un échantillon tréfilé.	30
Figure 22	Principe de la projection stéréographique.	31
Figure 23	Description d'un pôle du plan sur la FDP {001} pour deux cristaux orientés différemment.	32
Figure 24	Présentation de la figure de pôles inverse.	33
Figure 25	Détermination des angles d'Euler.	34
Figure 26	Représentation schématique d'une microstructure constituée des grains i de volume V_i avec différentes orientations.	35
Figure 27	Fonction de distribution des orientations cristallographiques FDOC d'un acier.	36
Figure 28	Evolution de la texture en fonction du taux de déformation d'un acier.	37
Figure 29	Cartographie d'orientation en figure de pôle inverse (Construite par OIM Analysis).	38

	Section 3	39
Figure 30	Diagramme de phase Fer-Carbone.	40
Figure 31	Représentation schématique des structures cristallines du Fer.	41
Figure 32	Représentation schématique de la structure cristalline de la cémentite	42
Figure 33	Microstructure perlitique.	43
Figure 34	Microstructure martensitique.	43
Figure 35	Microstructure bainitique.	43
Figure 36	Colonie et nodule de perlite.	44
Figure 37	Micrographies MEB de la perlite grossière et fine.	45
Figure 38	Représentation schématique des distances inter-lamellaire vraie et apparente.	45
Figure 39	Représentation schématique de développement de la microstructure perlitique au cours de tréfilage.	47
Figure 40	Micrographies MEB des fils d'acier.	47
Figure 41	Illustration schématique de cinq chemins d'alignement de la structure perlitique	48
Figure 42	Microstructure ciel de Van Gogh	48
Figure 43	Micrographies MEB des fils tréfilés en acier hypoeutectoïde (0.52% C).	49
Figure 44	Micrographies MEB des fils tréfilés en acier hypereutectoïde (0.8% C).	49
Figure 45	Evolution de la distance inter-lamellaire au cours de tréfilage	50
Figure 46	Figure de pôles {110} d'un fil d'acier tréfilé à $\epsilon_r = 74.34\%$	51
Figure 47	Représentation schématique de la déformation par tréfilage dans la structure cubique centré.	52
Figure 48	Figure de pôles {110} d'un fil d'acier bi-phasé tréfilé.	52
Figure 49	Figure de pôles inverse {001} des fils d'acier perlitique.	53
Figure 50	Evolution de la résistance à la traction au cours de tréfilage des aciers perlitiques	54
Figure 51	Nombre de tours avant la rupture en fonction de taux de déformation par tréfilage	55
	Chapitre II	56
Figure 52	Composition chimique des aciers C68D-2 et D45-2.	57
Figure 53	Matériau de départ (Fil machine)	57
Figure 54	Tréfilage des aciers C68D-2 et D45-2.	58
Figure 55	Echantillon enrobé et attaqué chimiquement.	59
Figure 56	Polissage électrolytique.	59
Figure 57	Microscope optique métallographique Optika B-500.	60
Figure 58	Les émissions dues aux interactions d'un faisceau d'électrons avec un échantillon métallique.	61
Figure 59	Illustration schématique de la loi de Bragg	62
Figure 60	Diffractomètre Bruker D8 Advance.	63
Figure 61	Exemple d'une cartographie d'orientation	64
Figure 62	Principe de formation de diagramme de Kikuchi.	64
Figure 63	Kernel Average Misorientation (KAM).	65

Figure 64	Technique EBSD	65
Figure 65	Principe de dureté	66
Figure 66	Machine de traction (Zwick Roell Z250)	67
Figure 67	Principe de torsion simple.	68
Chapitre III		69
Section 1		70
Figure 68	Micrographie optique de section longitudinale de fil machine en acier C68D-2.	71
Figure 69	Micrographies optique de section longitudinale des fils tréfilés en acier C68D-2	72
Figure 70	Micrographie optique de section longitudinale de fil machine en acier D45-2	73
Figure 71	Micrographies optique de la section longitudinale des fils tréfilés en acier D45-2	73
Figure 72	Micrographie MEB de la section longitudinale de fil machine en acier C68D-2	74
Figure 73	Micrographies MEB de la section longitudinale des fils tréfilés en acier C68D-2	75
Figure 74	Représentation schématique de différents comportements des lamelles de cémentite au cours de tréfilage.	76
Figure 75	Micrographie MEB de la section longitudinale de fil machine en acier D45-2	77
Figure 76	Micrographies MEB de la section longitudinale des fils tréfilés en acier D45-2	78
Figure 77	Cartographie de microstructure construite par OIM et distributions des tailles de grains (DTG) calculées par EBSD des fils machine en aciers C68D-2 et D45-2	79
Figure 78	Cartographies de microstructure construites par OIM et distributions des tailles de grains (DTG) calculées par EBSD des fils tréfilés 1 en aciers C68D-2 et D45-2.	80
Figure 79	Cartographies de microstructure construites par OIM et distributions des tailles de grains (DTG) calculées par EBSD des fils tréfilés 2 en aciers C68D-2 et D45-2.	81
Figure 80	Diagrammes de diffraction RX des fils en acier C68D-2	83
Figure 81	Superposition des pics de diffraction RX des fils d'acier C68D-2.	83
Figure 82	Diagrammes de diffraction RX des fils en acier D45-2	85
Figure 83	Superposition des pics de diffraction RX des fils d'acier D45-2	85
Section 2		86
Figure 84	Cartographies EBSD en figure de pole inverse (IPF) des fils en acier C68D-2	87
Figure 85	Cartographies EBSD en figure de pole inverse (IPF) des fils en acier D45-2	89
Figure 86	Figure de pôles {110} (FDP) des fils en acier C68D-2	90
Figure 87	Figure de pôles {110} (FDP) des fils en acier D45-2	91
Figure 88	Coupes à $\varphi_2 = 90^\circ$ de Fonction de distribution des orientations cristallographiques (FDOC) des fils en acier C68D-2	92

Figure 89	Coupes à $\varphi_2 = 90^\circ$ de Fonction de distribution des orientations cristallographiques (FDOC) des fils en acier D45-2	93
Figure 90	Karnel average misorientation (KAM) des fils en acier C68D-2	94
Figure 91	Karnel average misorientation (KAM) des fils en acier D45-2	94
	Section 3	95
Figure 92	Evolution de la micro-dureté en fonction de taux de déformation des fils en acier C68D-2.	96
Figure 93	Evolution de la micro-dureté en fonction de taux de déformation des fils en acier D45-2.	96
Figure 94	Courbes de traction des fils en acier C68D-2.	97
Figure 95	Evolution de la résistance à la traction et l'allongement à la rupture des fils en acier C68D-2 en fonction de taux de déformation.	97
Figure 96	Courbes de traction des fils en acier D45-2.	98
Figure 97	Evolution de la résistance à la traction et l'allongement à la rupture des fils en acier D45-2 en fonction de taux de déformation	98
Figure 98	Evolution de nombre de tours par rupture des fils en acier C68D-2 en fonction de taux de déformation.	99
Figure 99	Evolution de nombre de tours par rupture des fils en acier D45-2 en fonction de taux de déformation.	99

Liste des tableaux

		Page
	Chapitre I	05
	Section 1	06
Tableau 1	Vitesse de tréfilage de la machine mono-passe pour différents matériaux métalliques	13
Tableau 2	Vitesse de tréfilage de la machine multi-passes pour différents matériaux métalliques	14
	Section 2	22
Tableau 3		24
Tableau 4	Plans facilités en maclage selon la structure cristallographique	25

ε %	Taux de déformation
ε_r	Taux de réduction
FM	Fil machine
α	Demi-angle de cône de travail dans la filière
v	Vitesse de tréfilage
S	Section du fil
P	Puissance d'entraînement de la machine de tréfilage
F_T	Force de tréfilage
σ_E	Contrainte d'entrée due à la traction du fil par le dispositif de revidage
σ_I	Contrainte due à la déformation plastique interne
σ_F	Contrainte due aux frottements par contact avec les parois de la zone de travail et la zone de calibrage de la filière
σ_R	Contrainte due à la discontinuité du champ de vitesse aux surfaces S1 et S2.
σ_0	Contrainte d'écoulement du fil (limite d'élasticité du fil)
τ	Contrainte de cisaillement à l'interface fil-filière
CFC	Cubique à face centrée
CC	Cubique centré
HC	Héxagonal compact
DL	Direction de laminage
DN	Direction normale
KA	Repère macroscopique lié à l'échantillon
KB	Repère microscopique lié au réseau cristallin
g	L'orientation d'un grain
FDP	Figure de pole
FDPI	Figure de pole inverse
FDOC	Fonction de distribution des orientations cristallographique
OIM	Orientation imaging microscopy
Fe₃C	Cémentite
λ_p	Distance minimale moyenne entre les plans des lamelles
λ_a	Distance apparente
d.i	Distance interlamellaire
\emptyset	Diamètre
C	Carbone
MEB	Microscopie électronique à balayage
DRX	Diffraction des rayons X
EBSD	Diffraction des électrons rétrodiffusée (Electron Back-Scatter Diffraction)
KAM	Kernel Average Misorientation
τ_{Coh}	Torseur de cohésion
AF	Axe du fil
DT	Direction de tréfilage
PLD	Perlite lamellaire droite
PLB	Perlite lamellaire bouclée
LCC	Lamelles de cémentite courbées
LCP	Lamelles de cémentite pliées
LCF	Lamelles de cémentite fines
ALC	Lamelles de cémentite alignées
CLC	Cisaillement des lamelles de cémentite
RLC	Rotation des lamelles de cémentite
F	ferrite

P	perlite
DTG	Distributions des tailles de grains
dp	Déplacement
Rm	Résistance à la traction
A%	Allongement à la rupture

Introduction Générale & Contexte Industriel

Introduction générale & Contexte industriel

Les aciers au carbone, restent les matériaux les plus utilisés dans les industries en raison de leur excellent rapport performances-prix. Ils offrent une large gamme de propriétés d'usage dérivant de leurs nombreuses variantes de microstructure, de texture et des propriétés mécaniques obtenues par des procédés faciles à employer sur le plan industriel. Les aspects texturales, microstructurales et mécaniques de ces aciers se présentent comme une solution puissante pour les adapter aux nombreux procédés de mise en œuvre et aux diverses requêtes de service. Ceci explique l'énorme nombre de travaux de recherche effectués sur la microstructure, la texture et les propriétés mécaniques des aciers au carbone en générale.

La proposition de cette étude rentre dans le cadre d'une collaboration scientifique avec l'entreprise nationale de tréfilage et fabrication des produits de soudage Trefisoud SPA, spécialisée dans la fabrication des produits sidérurgiques de type long. La Trefisoud offre aujourd'hui, une gamme variée de solutions destinées à différents secteurs comme l'industrie, l'agriculture, le bâtiment et les travaux publics ou encore l'artisanat.

En effet, qu'il s'agisse de fils tréfilés (de différents diamètres et nuances), d'aciers pour la fabrication des ressorts pour matelas, les câbles torons et les produits de soudage...etc. La Trefisoud couvre des applications très diverses par la production des fils tréfilés par des machines de type monopasses et multipasses.

L'objectif de cette étude est de mettre en évidence la relation entre l'évolution microstructurale, texturale et les propriétés mécaniques, principalement en microdureté, traction et torsion des fils tréfilés en aciers mi-dur, nuances C68D-2 et D45-2 destinés à la fabrication des matelas à ressorts (Figure 1).

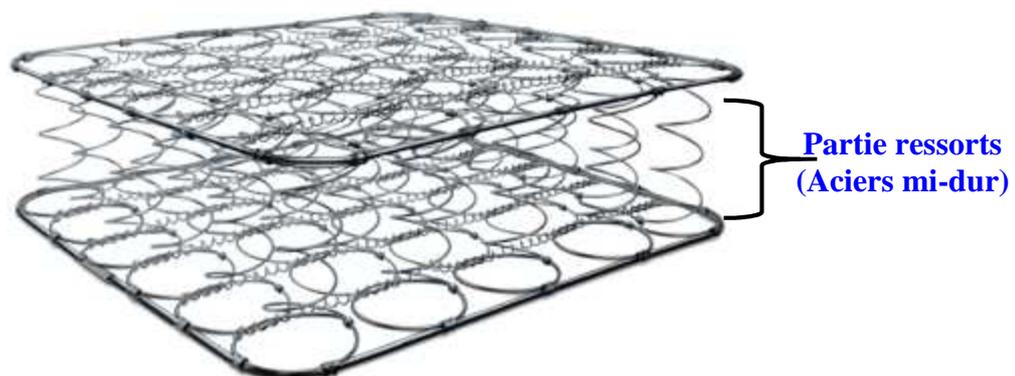


Figure 1. Représentation de matelas à ressorts

Le ressort bonnell est fait à partir de la nuance C68D-2 et le fil lieur en acier D45-2 (Figure 2). En effet, le comportement incertain en torsion des fils tréfilés se traduit souvent par des phénomènes des ruptures (casses fil) lors de la fabrication du ressort et plus exactement au niveau des nœuds. Ce problème fréquent de ruptures des ressorts, engendre pratiquement des pertes considérables en production, que ce soit, en matière de cadences où de rebut généré chez les matelassiers.

Depuis, l'entrée en production des fils tréfilés, à savoir les deux diamètres 2.20 mm (C68D-2) et 1.40 mm (D45-2), l'entreprise s'est engagée fidèlement pour satisfaire quantitativement et qualitativement ces clients en l'occurrence les fabricants des matelas à ressorts en ces produits, tout en intégrant dans sa chaîne de production un processus de fabrication moderne et fiable aboutissant aisément à l'obtention des fils tréfilés de qualité.

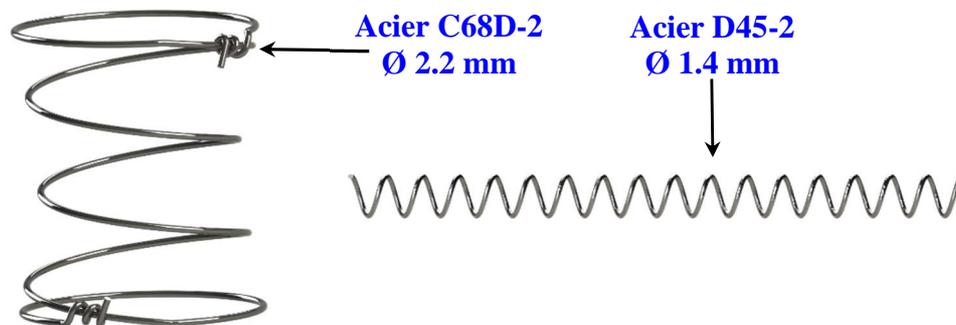


Figure 2. Ressorts Bonnell et Lieur utilisés dans la fabrication des matelas.

Cette étude est présentée en trois chapitres :

Chapitre I : Le procédé de mise en forme par tréfilage et comportement des aciers au cours de tréfilage.

Ce chapitre, a un caractère bibliographique, et comporte trois sections. La première section présente tous qui concerne le procédé de mise en forme par tréfilage (principe, paramètres, lubrification.....etc), la deuxième comporte les différentes présentations de l'évolution de la texture cristallographique et en fin la troisième fait une synthèse d'analyse des travaux de recherche en liaison avec l'évolution de la microstructure, la texture et les propriétés mécaniques des aciers (particulièrement les aciers eutectoïdes) au cours de tréfilage.

Chapitre II : Matériaux et techniques expérimentales

Ce chapitre est consacré à la présentation de deux nuances d'aciers étudiés ainsi qu'à la description des différentes techniques expérimentales de caractérisation, d'analyse et de mesure utilisées.

Chapitre III : Résultats et discussion

Dans le troisième chapitre, nous avons présenté les résultats des techniques expérimentales (Microscopie optique, Microscopie électronique à balayage, diffraction des rayons X, Diffraction des électrons rétrodiffusés, Micro-dureté, Traction et Torsion) concernant l'évolution microstructurales, texturale et le comportement mécanique des fils en aciers mi dur tréfilés. Une discussion des résultats est présentée dans ce chapitre.

En Fin, une conclusion générale retracera les résultats de cette étude et des perspectives en guise d'ouverture à de futurs travaux dans le même axe.

Chapitre I



Bibliographie

Section 1

Mise en forme par tréfilage

1. Procédé de mise en forme par tréfilage

Connu depuis la plus haute antiquité, le tréfilage est parmi les procédés de mise en forme les plus anciens et permet d'obtenir des fils métalliques de section et de forme bien déterminée. Le principe du tréfilage (Figure 3) est défini dans l'étymologie du mot, qui fait appel à deux notions : celle de 'traction' et celle de 'fil'. Il s'agit d'un procédé de transformation à froid consistant à faire passer le métal à travers un orifice calibré, appelé 'filière' (qui peut être assimilée à un cône) sous l'action d'une traction continue en présence d'un lubrifiant afin d'assurer le maintien d'un bon état de surface du fil métallique et de limiter l'échauffement provoqué par l'écroutissage du métal ^{[1][2]}.

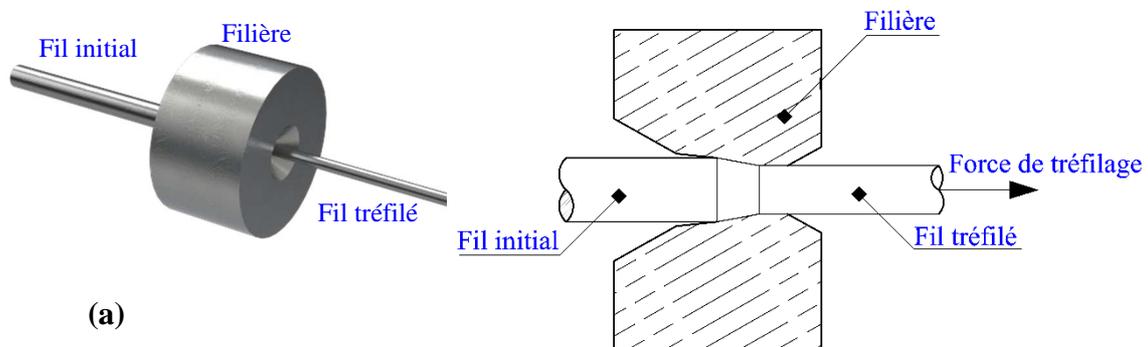


Figure 3. Présentation de principe de tréfilage : a) en 3D, b) coupe en 2D.

Le matériau de départ utilisé pour le tréfilage est appelé fil machine, provenant du laminage à chaud d'une barre de coulée produite par coulée continue et se présente, généralement, sous forme de bobines ^{[3][4]}. Cette mise en forme du fil au cours de l'étirage à travers les filières provoque une modification générale des propriétés mécaniques. Les variations de ces propriétés en fonction de l'écroutissage sont exploitées de façon à obtenir pour une géométrie donnée, des propriétés mécaniques souhaitées, un état de surface déterminé et une qualité de fil requise ^{[5][6]}. Le taux de déformation par tréfilage est défini par la relation suivante ^[7] :

$$\varepsilon\% = \frac{S_i - S_f}{S_i} \times 100 \quad (1)$$

Où S_i et S_f sont respectivement les valeurs des sections initiale et finale du fil. Que ce soit en tréfilage ou en extrusion, les taux de déformation ne sont jamais inférieurs à 10- 15 %.

1. Tréfilage industriel

Le tréfilage industriel comporte des étapes qui sont présentées dans la figure suivante.

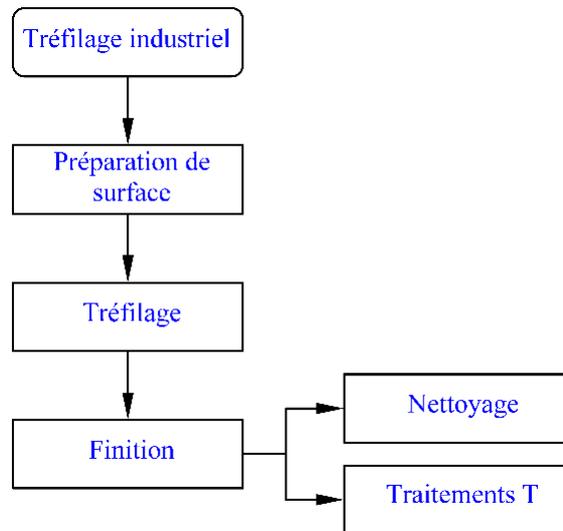


Figure 4. Etapes de tréfilage industriel.

1.1. Machines de tréfilage

Les trois éléments essentiels du matériel de tréfilage sont ^{[8][9]} :

- un dispositif pour le dévidage du fil appelé Cabestan,
- une machine à tréfiler,
- un dispositif de récupération du fil tréfilé.

Selon la réduction du diamètre souhaitée et le système de lubrification (lubrifiant sec ou humide), il existe deux types de machine de tréfilage :

- les machines de tréfilage à sec, qui permettent d'obtenir des fils jusqu'à 1 mm et utilisent des savons comme lubrifiants.
- les machines de tréfilage humide, qui sont particulièrement adaptées pour l'obtention de fils plus fins. L'ensemble des filières est immergé dans un bain de lubrifiant aqueux (généralement, une huile minérale) afin d'assurer le maintien d'un bon état de surface du fil métallique et de limiter l'échauffement provoqué par l'érouissage du métal.

Le nombre de passes (le passage d'une filière à autre) dépend de diamètre souhaité du fil tréfilé. Pour des réductions de section de l'ordre de 35%, ce sont des dispositifs simples (ou mono passes) qui sont utilisés. Pour des réductions de section plus importantes, il faut envisager des réductions successives et donc utiliser des machines multiples (appelées également multi passes) où le fil, dès qu'il a passé dans une filière, est entraîné dans une autre. Les dispositifs mono passes sont généralement utilisés pour des phases de calibrage, de finition ou pour l'obtention d'un état de surface particulier.

1.1.1. Machine de tréfilage simple (mono passe)

C'est la machine de base qui ne peut effectuer qu'une seule réduction (passe). Elle se compose d'un cabestan, d'un bloc à tréfiler et d'un dispositif de traction/récupération du fil tréfilé (figure.5).

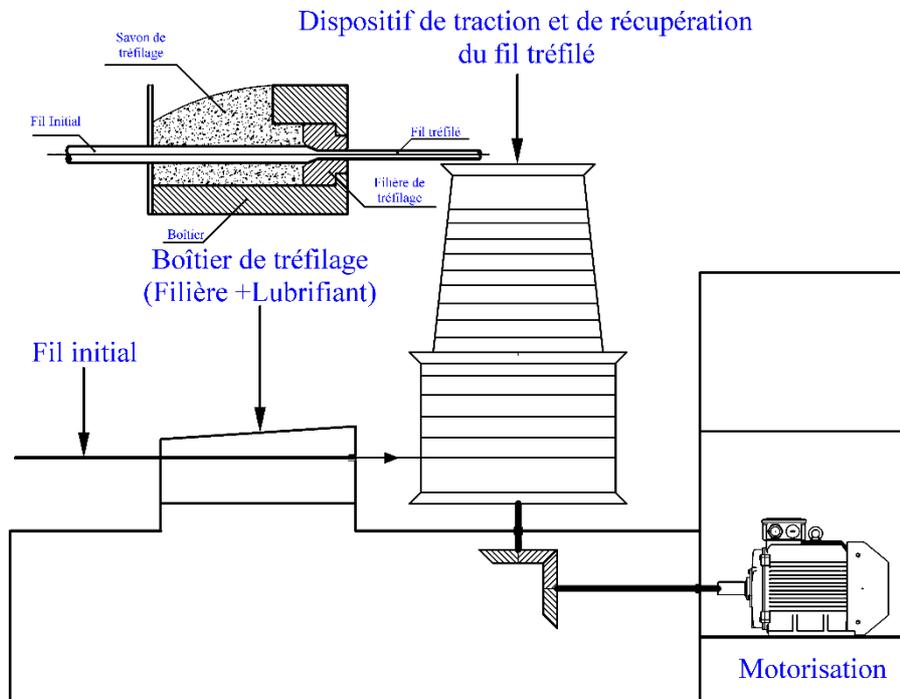


Figure 5. Schéma d'une machine de tréfilage mono-passe.

Le boîtier de tréfilage comprend le réservoir de lubrifiant (appelé également savonnier) et le support de filière dans lequel est logé l'outil calibrant.

1.1.2. Machine de tréfilage multiple (multi-passes)

Elle permet des réductions de section importantes grâce à un enchaînement de filières (Figure.6).

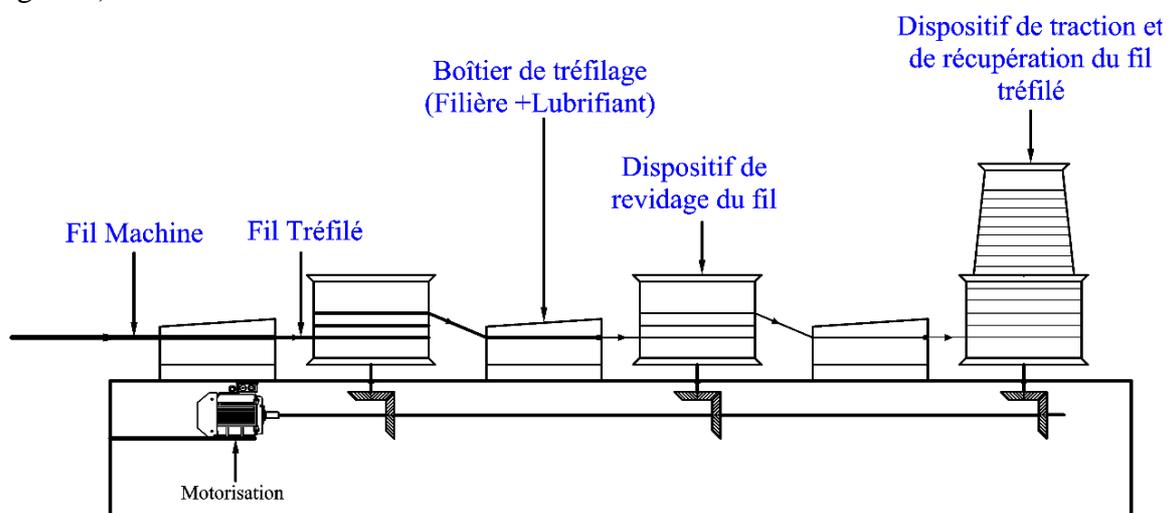


Figure 6. Schéma d'une machine de tréfilage multi-passes.

Il existe trois types de machines multiples :

a. machine à passage direct

C'est la machine la plus moderne et la plus répandue. Elle travaille en général à des vitesses élevées et sans glissement du fil sur les bobines grâce à un équilibrage rigoureux des vitesses. En effet, chaque bobine voit sa vitesse contrôlée par un moteur séparé dans le but d'assurer un débit massique de fil identique dans toutes les filières.

Les bobines n'accumulent que 5 ou 6 spires de fil. Ce type de machine est particulièrement destiné pour le tréfilage des aciers inoxydables, car ceux-ci ne nécessitent pas un refroidissement entre passes aussi poussé que d'autres types d'aciers.

b. Machine à accumulation

Dans ce type, il n'y a pas d'équilibrage automatique des vitesses. Les passes sont calculées pour que chaque filière débite plus de fil que ce qui est nécessaire à la suivante d'où une accumulation du fil sur la bobine. Cette dernière favorise le refroidissement du fil, problématique du point de vue métallurgique pour les aciers au carbone, et permet de ne pas interrompre la production de bobines aval en cas de problème sur les bobines amont.

c. Machine à glissement

Dans cette machine dédiée au tréfilage humide, il n'y a ni équilibrage des vitesses, ni accumulation de fil. Le glissement du fil sur les bobines compense les différences de vitesses. Ces équipements permettent de tréfiler du fil "en ébauche", c'est-à-dire qu'ils permettent de réduire le diamètre du fil machine de 5,5mm à 1 ou 2mm en plusieurs passes. Le fil peut ensuite être tréfilé en "reprise" à sec sur des bancs de même type ou bien en milieu humide sur des bancs fonctionnant en immergé pour l'obtention de fils très propres ^{[10][11]}.

1.2. Filière de tréfilage

Une filière de tréfilage est constituée d'un noyau dur en diamant (pour les fils plus fins) ou carbure de tungstène lié au cobalt (pour les fils gros et moyens) pour assurer la réduction de section. Dans certains cas, pour limiter l'usure des filières et leur échauffement au passage du fil, des noyaux en diamant peuvent être utilisés. Une monture en acier ou en aluminium vient enserrer le noyau pour lui permettre de résister aux fortes pressions appliquées au cours du tréfilage. La filière peut se décomposer en plusieurs parties (figure 7) ^{[12][13][14]} :

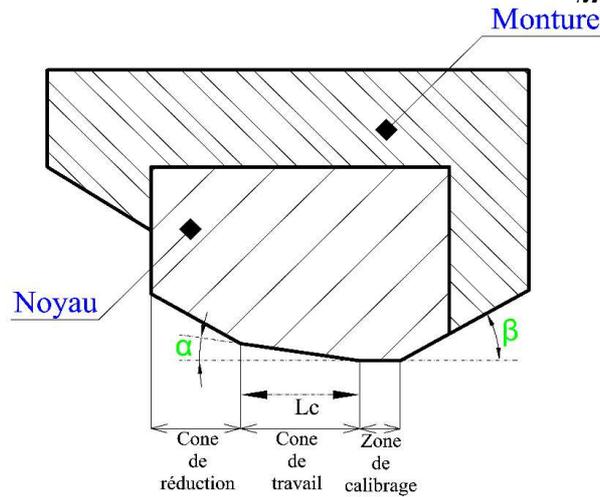


Figure 7. Filière de tréfilage.

- Un cône de réduction qui joue le rôle d'entonnoir de dégagement et qui permet aussi de répartir et d'entraîner le lubrifiant.
- Un cône de travail, de demi-angle α et de longueur L_c équivalente à 1.5 le diamètre de sortie: c'est dans cette partie de la filière que s'effectue la réduction de section du fil.
- Une zone de calibrage, qui permet de calibrer le diamètre du fil. Sa longueur correspond environ à la moitié du diamètre de sortie.
- Un cône de sortie, d'angle β qui permet un déchargement progressif de la filière et l'évacuation du lubrifiant.

La conservation du volume, entre l'entrée et la sortie de filière, au cours de la déformation plastique permet d'écrire :

Allongement du fil :

$$\lambda = \frac{L_f}{L_i} = \left(\frac{R_i}{R_f} \right)^2 \quad (2)$$

Avec L_i et L_f : longueur initial et final du fil.

R_i et R_f : rayon initial et final du fil (figure 8).

Réduction du fil :

$$r = 1 - \left(\frac{R_f}{R_i} \right)^2 \quad (3)$$

Déformation du fil:

$$\varepsilon = \ln \lambda = 2 \ln \left(\frac{R_i}{R_f} \right) \quad (4)$$

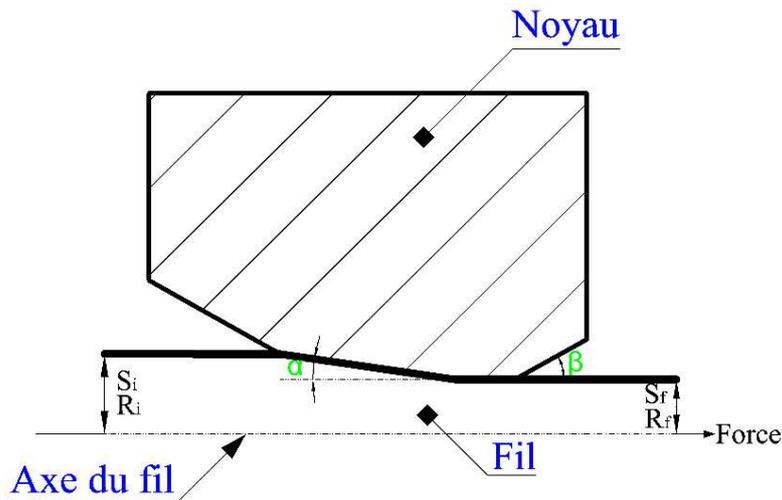


Figure 8. Passe de tréfilage.

La filière se dégrade au cours de tréfilage à cause d'une usure par fatigue ou d'une usure abrasive engendrée par une mauvaise lubrification. La durée de vie d'une filière est relative à des nombreux facteurs : la nuance du métal, la préparation de surface du fil, l'état de surface du fil machine (rugosité), nature et forme de la filière (angles de raccordement), le refroidissement, le lubrifiant et la vitesse de tréfilage [10].

1.3. Paramètres de tréfilage

Les principaux paramètres du processus sont : l'angle de travail α , la réduction r , le coefficient de frottement fil-filière μ et la vitesse de tréfilage. Pour les vitesses élevées, la chaleur produite, par la déformation plastique et par le frottement entre le fil et filière, a une grande influence sur la qualité finale du fil, la lubrification, les propriétés mécaniques de la filière et l'usure des filières [8][10][15].

1.3.1. Vitesse de tréfilage

Pour la machine mono-passes, la vitesse de tréfilage recommandée pour différents matériaux métalliques est donnée dans le tableau.

Tableau 1. Vitesse de tréfilage de la machine mono-passe pour différents matériaux métalliques ^[24]

Matériau (Fil)	Résistance admissible R_m (MPa)	Vitesse maximale v_{max} (m/s)
Acier	400	20
	800	15
	1300	10
Cuivre (Cu)	250	20
Laiton, Bronze	400	
Aluminium (Al) et ses alliages	80-100	25

Pour le tréfilage multi-passes, la vitesse est différente d'une passe à une autre, et comme le volume du fil est constant, la vitesse de tréfilage augmente avec la réduction du fil.

$$v_1 \times S_1 = v_2 \times S_2$$

$$v_1 \times S_1 = v_n \times S_n$$

$$v_1 = \frac{v_n \times S_n}{S_1} \quad (5)$$

Où :

v_1 : vitesse de la 1^{ère} passe (m/s)

v_2 : vitesse de la 2^{ème} passe (m/s)

v_n : vitesse de la n^{ème} passe (m/s)

S_1 : section du fil après 1^{ère} passe (mm)

S_2 : section du fil après 2^{ème} passe (mm)

S_n : section du fil après n^{ème} passe (mm).

Le tableau présente les valeurs standard de la vitesse de tréfilage dans les machines multi-passes.

Les grandes vitesses sont toujours appliquées pour les dernières passes.

Tableau 2. Vitesse de tréfilage de la machine multi-passes pour différents matériaux métalliques ^[24].

La	Matériau (Fil)	Résistance admissible R_m (MPa)	Vitesse v_n (m/s)
	Acier		400
		800	15
		1300	10
Cuivre (Cu)		250	20
Laiton, Bronze		400	
Aluminium (Al) et ses alliages		80-100	25

vitesse de rotation du cabestan est calculée à partir de la vitesse de tréfilage suivant la formule :

$$\eta = \frac{v \times 60}{d \times \pi} \quad (6)$$

Où :

v : vitesse de tréfilage (m/s),

d : diamètre de cabestan (m)

η : vitesse de rotation de cabestan v (t/min).

La puissance d'entraînement de la machine de tréfilage est déterminée à partir de la force et la vitesse de tréfilage suivant la formule :

1. Pour la machine mono-passe

$$P = \frac{F_T \times v}{\eta_M} \quad (7)$$

Où :

P : puissance d'entraînement de la machine de tréfilage

F_T : Force de tréfilage

η_M : efficacité de la machine de tréfilage (0 à 1).

Pour la machine multi-passes

$$P = \sum P_n \quad (8)$$

P_n : puissance d'entraînement pour chaque passe.

1.3.2. Efforts appliqués sur le fil

La Force de traction appliquée au fil et la compression qui apparaît le long des parois de la filière comme force de réaction sont les acteurs principaux de la déformation plastique par tréfilage dans la filière ^[11].

Les travaux d'Avitzur ^[16] permettent de déterminer les efforts agissant dans la zone du cône de travail, de la force due aux dispositifs de revidage du fil à l'entrée du contact mais aussi de celle due aux frottements dans la zone de calibrage.

La figure 9 montre les différentes contraintes au cours de contact entre le fil et la filière au procédé de tréfilage.

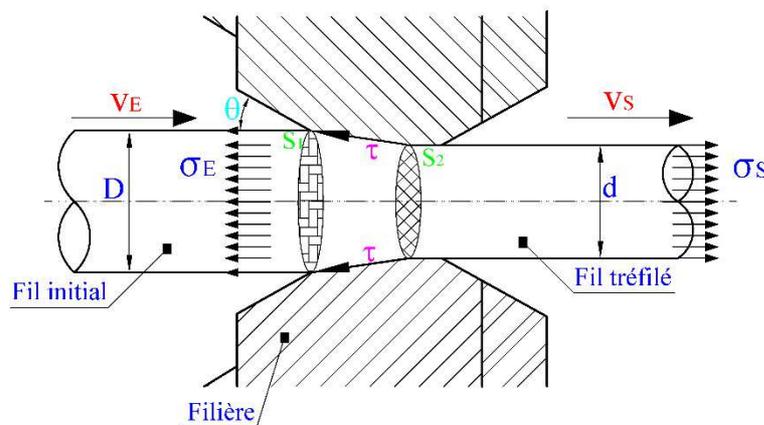


Figure 9. Présentation schématique de différentes contraintes au cours de tréfilage.

Où :

D : diamètre initial du fil (mm)

d : diamètre final du fil (mm)

v_E : vitesse d'entrée du fil dans la filière (m/s)

v_s : vitesse de sortie du fil de la filière (m/s).

L'effort de tréfilage est donné par l'équation :

$$\sigma_s = \sigma_E + \sigma_I + \sigma_F + \sigma_R \quad (9)$$

σ_E : contrainte d'entrée due à la traction du fil par le dispositif de revidage,

$\sigma_I = \sigma_0 \varepsilon$: contrainte due à la déformation plastique interne,

$\sigma_F = \varepsilon \tau \cot(\theta/2)$: contrainte due aux frottements par contact avec les parois de la zone de travail et la zone de calibrage de la filière,

σ_R : Contrainte due à la discontinuité du champ de vitesse aux surfaces S_1 et S_2 .

$$\sigma_R = \frac{2\sigma_0}{\sqrt{3}} \left[\frac{\theta}{\sin^2\left(\frac{\theta}{2}\right)} - \cot\left(\frac{\theta}{2}\right) \right] \quad (10)$$

Ou :

$$\varepsilon = 2 \ln\left(\frac{D}{d}\right) : \text{déformation du fil,}$$

σ_0 : contrainte d'écoulement du fil (limite d'élasticité du fil),

τ : contrainte de cisaillement à l'interface fil-filière.

La répartition de la contribution moyenne de chaque contrainte à l'effort de tréfilage est à 10% pour la contrainte d'entrée σ_E , 40% pour la contrainte de déformation plastique interne σ_I , 20% pour la contrainte σ_R liée aux frottements internes à l'entrée et à la sortie de la filière et 30 % pour la contrainte σ_F due aux frottements par contacts à l'interface.

1.4. Préparation de surface du fil avant tréfilage

Le matériau de départ utilisé pour le tréfilage est appelé fil machine. De diamètre de l'ordre de 5,5 mm pour les aciers mi-dur, il provient du laminage à chaud de billettes produites par coulée continue et se présente sous forme de couronnes, refroidies à l'air. La surface du fil est recouverte d'une couche d'oxydes métalliques, appelée aussi calamine, dont l'épaisseur est en fonction de la température de sortie du fil.

Le calamine reste adhérent à la surface de fil machine. Celle-ci est formée de trois composants (Figure 10):

- wüstite FeO (en contact avec le métal),
- magnétite Fe₃O₄,
- hématite Fe₂O₃.

Les calamines les plus adhérentes comportent une forte proportion de Fe₃O₄. Les calamines dont l'épaisseur à 14 μm présentent des caractéristiques d'adhérence faible. Par contre, les épaisseurs inférieures à 14 μm, l'adhérence varie en fonction du taux de décomposition de la wüstite, qui est un composé non stœchiométrique Fe_{1-x}O devenant métastable au-dessous de 570°C [10][17].

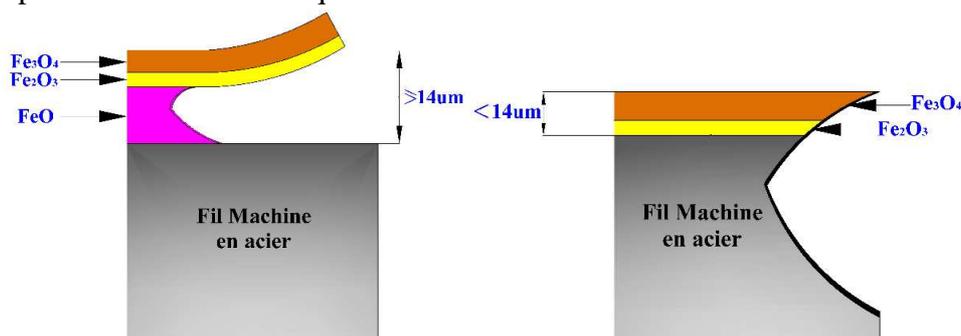


Figure 10. Présentation de la calamine sur la surface du fil machine en acier.

Suite à son caractère abrasif, de sa dureté et de son ductilité nulle, la couche de la calamine doit être éliminée avant le procédé tréfilage par différentes actions de nettoyage de surface qui sont^{[9][10]} :

- Action chimique (Décapage chimique),
- Action mécanique (Décalaminage),
- Combinaison de deux actions.

1.4.1. Décapage chimique

Dans la production des fils tréfilés en acier mi-dur, le décapage chimique est très indispensable et qui consiste à immerger les couronne du fil machine dans des cuves d'acide chaud (généralement HCl ou H₂SO₄ pour les aciers). Son but est d'enlever la couche de la calamine.

1.4.2. Décalaminage ^[7]

Le cout élevé de l'utilisation des acides (environ 10% du cout du fil machine) pour enlever la couche de la calamine nécessite l'application d'un autre procédé par action mécanique qui est le procédé décalaminage.

a. Procédé de décalaminage par flexion

Pour des épaisseurs de calamine non décomposée supérieures à 10 µm, soit un taux massique de 5‰ de fil machine d'un diamètre de 5,5 mm, un allongement du fil provoque l'éclatement et le décollement des couches d'oxydes. Si l'on fait subir un allongement de 6% à un fil machine recouvert d'un taux de calamine de 5 à 6‰, après cette opération le taux de calamine dite résiduelle est de l'ordre de 0,5 à 1‰. En pratique, on obtient cet allongement en faisant subir au fil une ou plusieurs flexions alternées dans des plans différents, en le cambrant sur des galets de diamètre approprié fonction de diamètre du fil machine. Le diamètre D (en mm) des galets est lié au diamètre d (en mm) du fil machine et à l'allongement A (%) qui doit subir celui-ci par la relation :

$$D = d \times \frac{100 - A}{A} \quad (11)$$

La figure 11 montres le principe de décalaminage de fil machine d'acier par flexion avant tréfilage

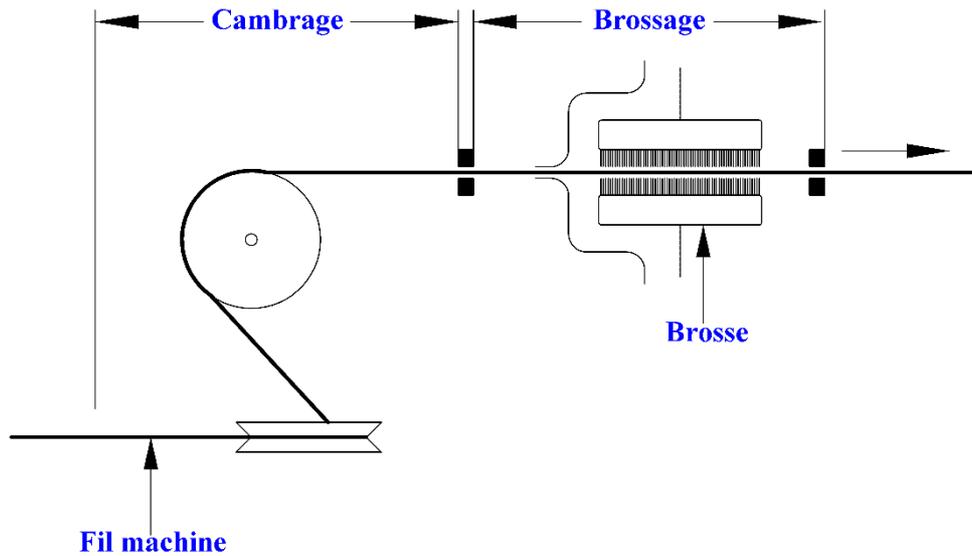


Figure 11. Principe de décalaminage par flexion du fil machine.

b. Procédé de décalaminage par grenaillage

Le principe de décalaminage par grenaillage est de bombarder le fil machine à l'aide de plusieurs flux de grenaille dont la disposition permet de toucher la totalité de la périphérie. Suivant les dispositifs, le traitement se fait:

- en couronne, qui impose des manutentions spéciales pour chaque unité
- au défilé sur un fils, qui peut être placé en avant de la machine de tréfilage ou sur plusieurs fils par des stations (grenailleuse) indépendantes de la machine de tréfilage.

1.5. Lubrification lors de tréfilage

Le frottement lors du procédé du tréfilage est un phénomène parasite, puisqu'en s'opposant au mouvement et à la déformation, il augmente ainsi l'effort de tréfilage et les pertes d'énergie, il augmente la nature hétérogène de la déformation et disperse les caractéristiques du matériau. Il génère une augmentation de la température au cours de l'opération et rend les conditions de tréfilage critiques (rayures du fil, usure de la filière). L'objectif est donc de le minimiser en ajustant les paramètres du procédé (réduction du fil, angle de filière) ou en utilisant un bon lubrifiant (c'est-à-dire un lubrifiant qui recouvre de manière homogène le fil, se traduisant par une bonne mouillabilité ou tension de surface) ^{[8][18]}.

La présence de lubrifiant au cours de procédé de tréfilage est pour but et de diminuer la friction, d'éviter les échauffements excessifs aux grandes vitesses, de protéger le fil contre la corrosion et d'améliorer ainsi la durée de vie de la filière et du fil tréfilé par la formation d'un film épais sur le fil de manière à éviter toute interaction entre le métal et la filière qui pourrait conduire à une dégradation de l'état de surface. Ils permettent ainsi des réductions successives, mais

donnent un aspect terne au fil. Suivant les applications ultérieures du fil, une nécessité de nettoyage pour éliminer tous les résidus de lubrifiant

En général, pour les fils de gros et moyens diamètres, ce sont des savons qui sont utilisés (tréfilage à sec).

Un lubrifiant de tréfilage doit être ^{[8][19]} :

- stable chimiquement au cours de l'utilisation,
- stable thermiquement,
- non-coloré,
- non-toxique et sans fumée,
- éliminable facilement par l'eau, la chaleur ou bien les solvants,
- capable de former un film protecteur sur la surface métallique, et fournir un aspect surfacique brillant sans aucun lubrifiant résiduel,
- promouvoir un traitement de surface supplémentaire,
- compatible avec la machine de tréfilage,
- agréable à utiliser, acceptable pour les opérateurs,
- viable au point de vu cout.

1.5.1. Régimes de lubrification ^{[10][20]}

Trois régimes fondamentaux rencontrés en tréfilage :

1. Régime limite : qui traduit une forte interaction entre le fil et la filière. L'épaisseur moyenne est de quelques couches moléculaires. Les lubrifiants concernés sont les émulsions et huiles légères,
2. Régime hydrodynamique à vitesses plus élevées : est caractérisé par l'existence d'un film épais et continu de lubrifiant qui assure un frottement plus modéré de par la quasi-absence de contact filière-fil. Les épaisseurs sont relativement importantes (de l'ordre de 1 à 10 μm). Ce régime concerne essentiellement les savons et huiles épaisses,
3. régime mixte (ou discontinu), qui se définit comme intermédiaire entre le régime hydrodynamique et le régime limite et qui présente donc des caractères de chacun des deux : la dénomination de régime "poches-plateaux" désigne la présence de cavités contenant du lubrifiant et de zones où le contact filière-fil est plus intime. Ce régime est le siège d'interactions directes entre les deux corps et engendre donc un frottement et une usure plus importants.

Le choix d'un lubrifiant pour le procédé de tréfilage reste très difficile (perspective).

1.5.2. Revêtement de surface

Dans la technique de lubrification sèche, le lubrifiant généralement est une poudre sèche de savon, placée dans le boîtier de tréfilage et qui est ramassée par la surface du fil lors de son passage dans le boîtier. Avec les matériaux difficiles à tréfiler, tels que les aciers durs et mi-durs, la surface du fil peut être revêtue soit par un matériau plus souple, soit d'un revêtement de conversion ^{[19][22]}. Ce revêtement assure également une protection limite en cas de mauvaise lubrification et permet d'éviter ainsi tout risque de grippage.

L'élaboration de ces revêtements se fait soit au défilé, soit au trempé où le recouvrement le plus homogène c'est lors de revêtement au défilé.

Les traitements de surface par revêtement du fil sont :

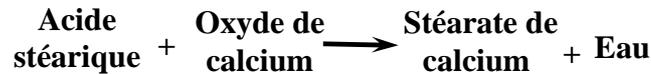
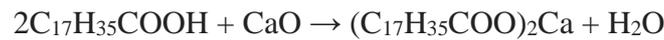
- réaction à l'interface métal/dépôt par des réactifs, produisent une modification de la couche superficielle du fil. Il s'agit de traitements tels que la phosphatation ou l'oxalation. Ces traitements de conversion possèdent l'avantage d'être particulièrement adhérents, mais leur inconvénient est qu'ils sont polluants. Ils sont généralement mis en œuvre avant le tréfilage des aciers au carbone.

-dépôts salins (sans réactifs) qui sont formés par condensation ce qui explique qu'ils soient moins adhérents que les traitements de conversion. Ils s'éliminent toutefois mieux après tréfilage. Ils sont utilisés pour le tréfilage des aciers inoxydables ^{[10][23]}.

1.5.3. Savon sec de tréfilage des aciers

Les savons secs de tréfilage sont des produits très techniques du fait des différents paramètres imposés par les conditions de tréfilage. Il est nécessaire de connaître parfaitement les matières premières et de maîtriser le procédé de fabrication pour produire des savons convenant parfaitement aux conditions de tréfilage. Leur formulation est très importante puisqu'elle va conditionner leurs propriétés physico-chimiques et mécaniques (consistance) et, par ce biais, leurs performances au cours du tréfilage, c'est-à-dire leur aptitude à former un film homogène et suffisamment épais (quelques micromètres) pour s'intercaler entre le fil et la filière et éviter toute interaction indésirable entre les deux antagonistes ^[21]. Il s'agit de corps pulvérulents composés d'une matière grasse (issue de la réaction de saponification) et de charges minérales. Généralement, il existe deux catégories de savon qui sont les savons métalliques et les savons sodiques. Parmi les savons métalliques les plus utilisés sont celles de calcium qui ne sont pas soluble dans l'eau à cause de la présence d'un pourcentage élevé de stéarate de calcium.

Pour obtenir un stéarate de calcium ^[10] :



Les charges utilisées peuvent être la chaux et l'oxyde de titane pour les savons de calcium et chaux et borax, pour les savons sodiques.

Les différents traitements effectués avant et lors de procédé de tréfilage sont présentés dans la figure suivante.

Traitement avant et lors de tréfilage				
	Décapage acide (Avant)	Revêtement (Avant)	Lubrification (Lors)	Nettoyage après tréfilage
1)	Couche d'oxyde 	Support de lubrifiant 	Savon poudre 	Difficile
2)	Couche d'oxyde 	Revêtement de conversion 	Ssavon poudre 	Difficile
3)	Couche d'oxyde 		Film 	Facile

Figure 12. Traitement du fil d'acier pour tréfilage : 1) support de lubrifiant et poudre de savon, 2) revêtement de conversion et poudre de savon, 3) film de savon par dispersion aqueuse.

Section 2



Texture cristallographique de déformation

1. Déformation plastique matériaux métalliques

1.1. Introduction

Toute application d'un effort dépassant la limite d'élasticité sur un matériau engendre une déformation irréversible dite 'déformation plastique'; les atomes ne se déplacent plus autour de leur position d'équilibre, ils changent de positions [25]. Cette déformation conduit à l'écroutissage et durcissement du matériau. Ce phénomène aussi appelé consolidation dépend de la composition chimique du matériau, du taux de déformation appliquée et des conditions de déformation (température, vitesse et mode de déformation) [26] et correspond à une augmentation du nombre de point de blocage du mouvement des dislocations. Il vient contrecarrer l'augmentation du nombre de dislocations, et modifie le seuil au-delà duquel les déformations ne sont plus réversibles [27][28]. En effet, pour qu'il y ait déformation plastique, il faut des dislocations. La déformation plastique à froid est fonction du nombre et du type (coin, vis) des dislocations qui se sont déplacées. Lorsqu'il n'y en a pas assez pour répondre à la déformation exigée, des nouvelles dislocations prennent naissance, soit à la surface soit dans des sources intérieures. Elles se déplacent sous l'effet de la contrainte appliquée sur leur plan de glissement primaire, qui est le plan cristallographique, sur lequel l'effort pour son déplacement est minimal. Mais la plupart des dislocations n'aboutissent jamais à la surface du matériau, où elles pourraient quitter le cristal. Ces déplacements entraînent une hétérogénéité de la microstructure et de la texture cristallographique [26].

1.2. Mécanismes physiques de déformation plastique

Physiquement, lorsqu'on déforme plastiquement un polycristal métallique, on constate à l'échelle microscopique que la surface du métal est couverte de bandes, appelées bandes de glissements et des macles. Le glissement et le maclage sont les deux principaux mécanismes physiques permettant d'accommoder la déformation plastique.

Les bandes de glissement (Figure 13) montre qu'elles sont constituées de lignes plus fines et plus rapprochées [29].

En première analyse, la déformation plastique des métaux apparaît donc comme résultant de glissements irréversibles de certains plans cristallographiques les uns par rapport aux autres ; les lignes ou bandes de glissement caractérisent l'émergence de ces glissements à la surface de l'éprouvette.

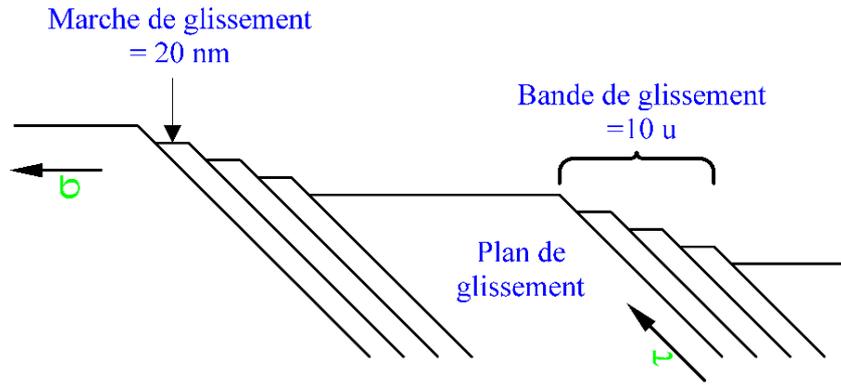


Figure 13. Lignes et bandes de glissement sur un échantillon métallique déformé plastiquement.

Les plans et directions de glissement sont les plans et les directions les plus denses des réseaux cristallins, tels que ceux listés dans le tableau 3 pour les principaux métaux usuels.

Tableau 3. Plans et directions de glissement pour les métaux usuels [29].

Structure	Métaux	Plans de glissement	Direction de glissement
CFC	Al, Ag, Cu, Fe γ , Ni, Au	{111}	[110]
CC	Fe α , Mo, Nb	{110}, {112}, {123}	[111]
HC	Ti, Zn, Mg, Cd, Be	{0001}, {1010}, {1011}	[1120]

Le mode de déformation plastique par glissement conduit à une modification de la forme des grains qui génère une structure ou morphologie fibreuse (Figure 14).

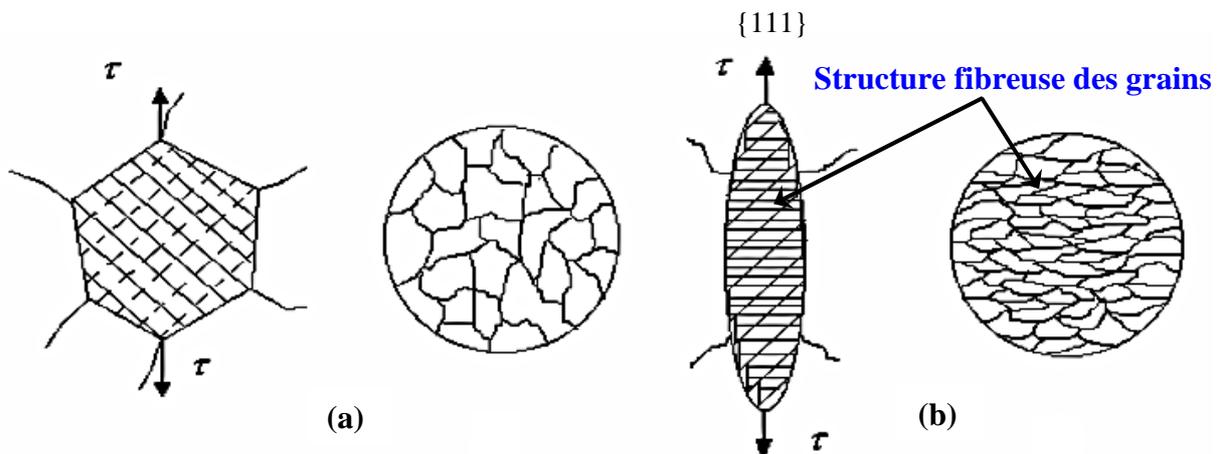


Figure 14. Structure des grains d'un échantillon métallique avant et après la déformation plastique par glissement (a) avant et (b) après [7].

Parfois, les matériaux métalliques réagissent au cisaillement auquel ils sont soumis par un mécanisme particulier, différent du glissement des dislocations qui est le maclage. Le maclage est l'opération qui amène une partie du cristal à être cisailée entre deux plans (qui vont former les interfaces avec la partie non déformée (Figure 15)) [30].

Le taux de cisaillement induit est donné par la géométrie du système de maclage (plan et direction cristallographiques de maclage) dans la maille cristalline. On observe surtout le maclage dans les matériaux dont le nombre de systèmes de glissement est réduit, par exemple ceux de structure hexagonale compacte [31].

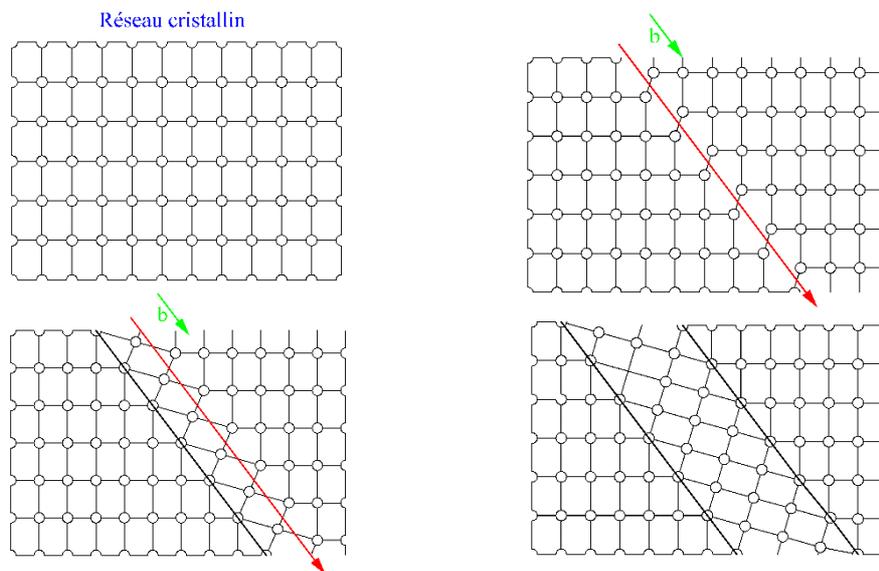


Figure 15. Déformation plastique d'un échantillon métallique par le système de maclage.

Tableau 4. Plans facilités en maclage selon la structure cristallographique.

Structure	Métaux	Plans de macle
CFC	Al, Ag, Cu, Fe γ , Ni, Au	{111}
CC	Fe α , Mo, Nb	{112}
HC	Ti, Zn, Mg, Cd, Be	{1012}

1.2.1. Phénomènes de dislocations

a. Multiplication des dislocations

Pour atteindre des grandes déformations le glissement d'une seule dislocation n'est pas suffisant. Il en faut beaucoup qui se multiplient à partir d'un mécanisme. L'exemple le plus classique est la source de Frank Read. Elle est activée à partir d'un segment de dislocation épinglé à ses deux extrémités A et B (Figure 16). Celui-ci se courbe sous l'effet de la contrainte et les portions de dislocation parallèles étant de signes contraires, elles sont soumises à des

forces opposées. L'arc agrandit jusqu'à donner une boucle qui se détache et continue à se développer. Il reste le segment de dislocation qui est prêt à recommencer et ainsi à créer un nombre de boucles qui peut être infini [32].

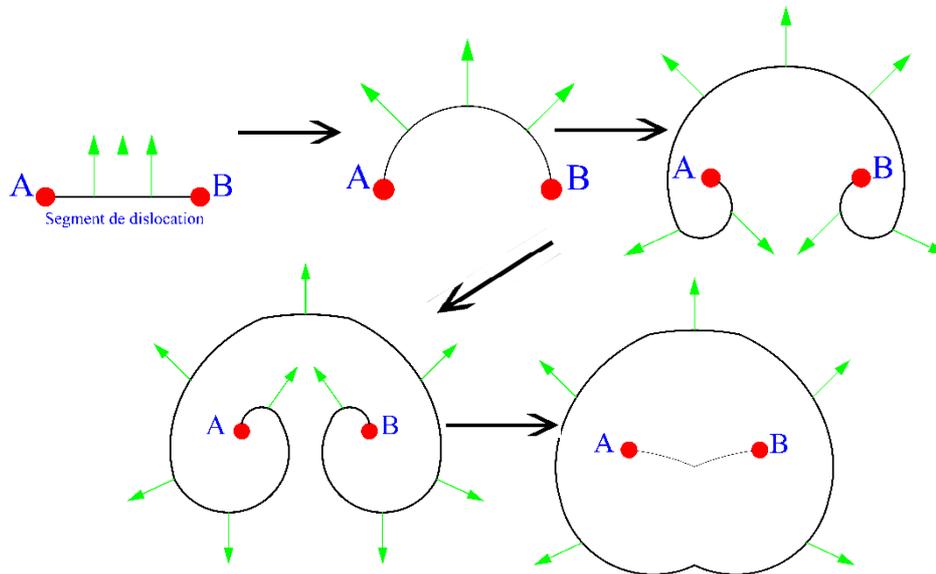


Figure 16. Schéma de Mécanisme de multiplication des dislocations par la formation des boucles de Frank et Read.

b. Annihilation des dislocations

Des sources sont réparties dans le cristal et émettent des dislocations selon divers plans de glissement. Une fraction de celles-ci s'élimine à la surface en laissant des marches. La densité de celles qui restent dans le cristal atteint une valeur limite grâce à des mécanismes internes d'annihilation. Pour cela, il faut, par exemple que les dislocations de signes opposés réagissent et donc qu'elles ne soient pas astreintes à se déplacer uniquement dans leurs plans de glissement. Ce mouvement hors du plan de glissement peut se faire par montée qui met en jeu le transport d'atomes sur plusieurs distances interatomiques. Ainsi le demi-plan supplémentaire visible en deux peut disparaître par montée si on lui enlève des atomes ou on ajoute (Figure 17) [32][33].

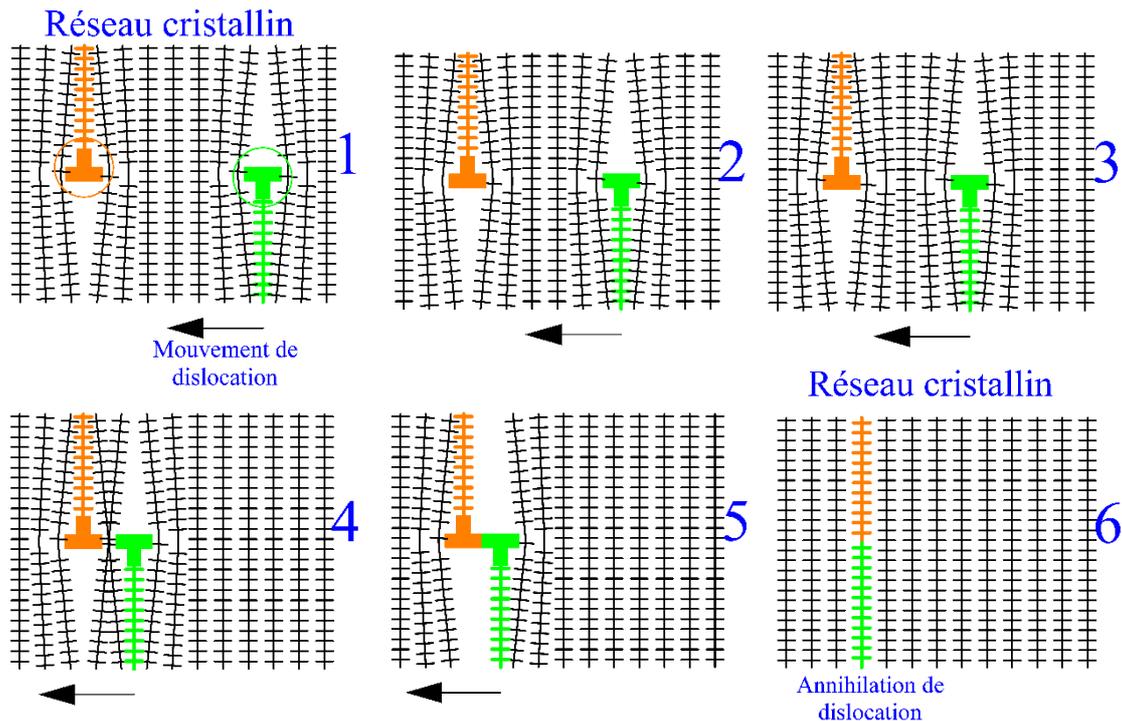


Figure 17. Mécanisme d'annihilation de deux dislocations de signes opposés.

2. Texture cristallographique

Il est bien établi actuellement que la microstructure gouverne en grande partie les propriétés des matériaux, entre autres la résistance à la rupture, la tenue à la fatigue et au fluage, l'aptitude à la mise en forme par déformation plastique. Le terme microstructure recouvre un grand nombre de paramètres ; parmi les principaux, citons la taille et la forme des grains, la distribution du type des joints de grains, la répartition des phases en présence et les orientations préférentielles des grains ou texture cristallographique. La maîtrise de la microstructure et de la texture pour l'optimisation des propriétés des matériaux industriels, nécessite la compréhension des différents phénomènes physicochimiques qui régissent les étapes du processus de recristallisation.

Au cours de sa mise en forme, un solide polycristalin subit des déformations qui ont comme conséquences des modifications microstructurales telles que : la forme des grains, la densité des dislocations, l'orientation cristallographique des grains. Lorsque les déformations sont importantes, elles donnent lieu à une orientation cristallographique préférentielle des grains dans le matériau, on dit alors que celui-ci est texturé. Déterminer la texture cristallographique d'un matériau polycristallin revient à déterminer les orientations cristallographiques des grains qui le constituent. Cette texture de déformation dépend de la nature du métal et du mode de déformation (laminage, tréfilage). Elle est naturellement créée lors de la solidification, et

modifiée progressivement lors d'une déformation plastique par rotation du réseau lorsque les systèmes de glissement sont activés [34][35].

2.1. Détermination de la texture

Plusieurs méthodes existent pour caractériser les textures. Pour décrire une texture, il faut pouvoir mettre en relation le système d'axes d'un cristal ou de plusieurs cristaux avec un axe de référence. Dans le cas des métaux étant mis en forme, les axes de références concernent habituellement les directions particulières de la mise en forme. La direction normale à la direction de mise en forme est souvent utilisée. Cette direction correspond aussi au plan de mise en forme par perpendicularité [36]. Une tôle laminée a une direction de laminage (DL), c'est-à-dire la direction d'entrée vers la sortie du métal dans les rouleaux. La tôle étant plane, il est possible de visualiser qu'elle possède un plan de laminage, c'est-à-dire les surfaces parallèles qui sont mises en contact avec les rouleaux. En cherchant une droite perpendiculaire à ce plan, il est possible de trouver la direction normale (DN), qui traverse la tôle par son épaisseur. La direction perpendiculaire à ces deux directions est la direction transversale (DT) [36][37].

Pour déterminer la texture d'un matériau on considère chaque grain, constituant le polycristal, comme un petit monocristal qui en raison de la structure des arrangements atomiques peut se comporter de manière très anisotrope pour certaines propriétés physiques. Un ensemble de cristaux aux propriétés anisotropes (polycristal) peut, si ceux-ci sont disposés de façon aléatoire, avoir un comportement macroscopique isotrope. Mais au cours d'une solidification ou au cours d'une déformation plastique (laminage, tréfilage, traction, compression,...), les grains ne sont plus orientés de manière aléatoire; on dit alors que le matériau présente une texture de solidification ou de déformation. Dans l'échantillon on définit un repère macroscopique K_A (X,Y,Z) lié à l'échantillon. Pour un grain on définit un repère microscopique K_B (x,y,z) lié à son réseau cristallin. L'orientation g d'un grain par rapport à l'échantillon est définie par l'orientation du repère K_B par rapport au repère K_A . Celui-ci peut être défini par exemple par les trois rotations d'Euler (Figure 18) qui amènent en coïncidence le repère K_A avec le repère K_B . L'orientation g du grain est alors notée $g(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ et le passage d'un repère à l'autre s'écrit [38]:

$$K_B = g(\varphi_1, \phi, \varphi_2)K_A \quad (12)$$

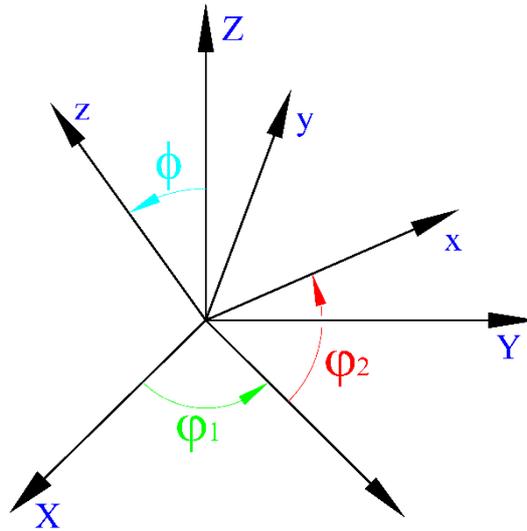


Figure 18. Présentation des angles d'Euler.

Avec :

$$g = \begin{pmatrix} a_{11} & a_{12} & a_{13} \\ a_{21} & a_{22} & a_{23} \\ a_{31} & a_{32} & a_{33} \end{pmatrix} \quad (13)$$

Ou a_{ij} est la matrice de rotation (orientation) liant les deux référentiels.

La matrice d'orientation est l'outil mathématique pour tous les calculs de descripteurs (FDP, FDOC...) de la texture comme illustré dans la figure 19.

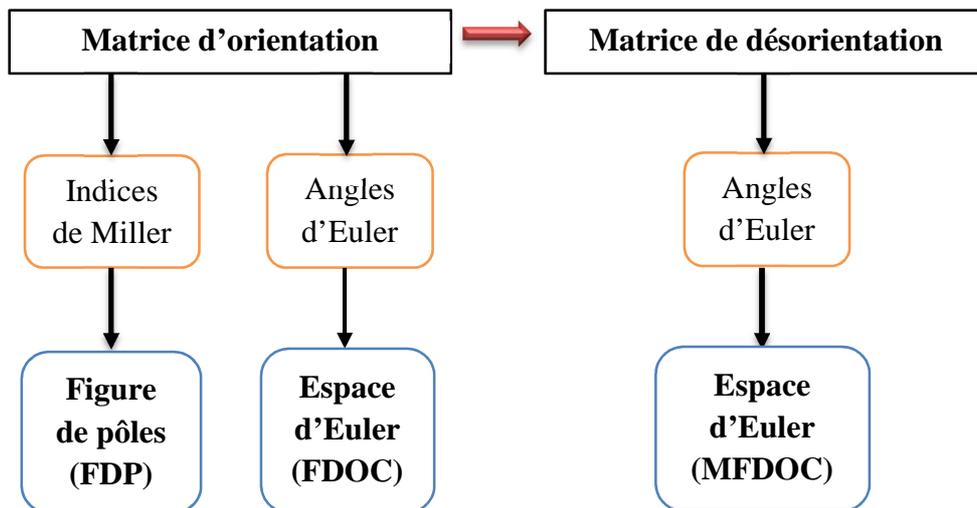


Figure 19. Relation entre la matrice de rotation (orientation) et les descripteurs de la texture [43].

En métallurgie, l'orientation des grains par rapport à un repère macroscopique lié à l'échantillon est exprimée par un couple $(hkl)[uvw]$, ou (hkl) est le plan du cristal parallèle au plan de

l'échantillon et $[uvw]$, la direction cristallographique parallèle à la direction de laminage (DL) (Figure 20) ^[39].

Or du point de vue de l'échantillon, pour décrire complètement l'orientation des grains, il est nécessaire de prendre le repère lié à l'échantillon polycristallin (K_A : repère macroscopique) et le repère lié au réseau cristallin des grains (K_B : repère microscopique).

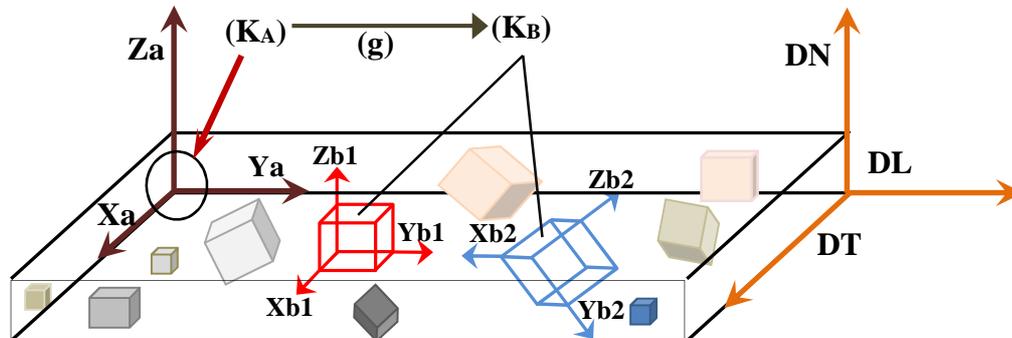


Figure 20. Correspondance entre le repère d'échantillon laminé K_A et le repère cristallite.

En revanche, dans le cas de fils présentant une symétrie de révolution (cas de tréfilage), DN est parallèle à l'axe du fil, DL et DT sont deux directions macroscopiques a priori quelconques contenues dans la "section transverse" du fil (Figure 21).

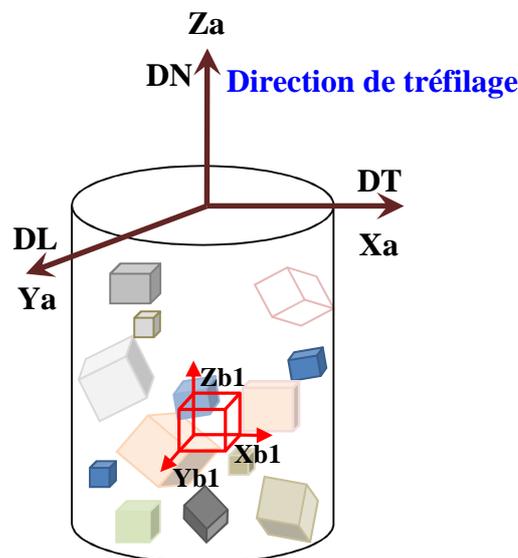


Figure 21. Correspondance entre le repère d'échantillon K_A et le repère cristallite K_B dans un échantillon tréfilé ^[7].

2.2. Présentation de la texture

2.2.1. Projection stéréographique.

La projection stéréographique est une représentation plane de la structure cristalline dont son principe est :

- Soit K_A (DL, DT, DN) le repère lié à l'échantillon,
- le cristal est placé au centre d'une sphère appelée sphère de pôles
- la normale $[h,k,l]$ du plan $\{hkl\}$ coupe la sphère au point P, appelé pôle du plan $\{hkl\}$, et est repéré dans K_A (DL,DT, DN) lié à l'échantillon par les angles (φ, ψ) ,
- le pôle P situé dans l'hémisphère nord est relié au point S (pôle sud) par le segment $[p,s]$. Ce segment coupe le plan de projection π de la sphère en P' appelé projection stéréographique de P sur π .

L'orientation du plan $\{hkl\}$ est alors représentée sur le plan π par le point P'. Ce point est repéré par les angles φ, ψ : $P'(\varphi, \psi)$ (Figure 22) ^[38]

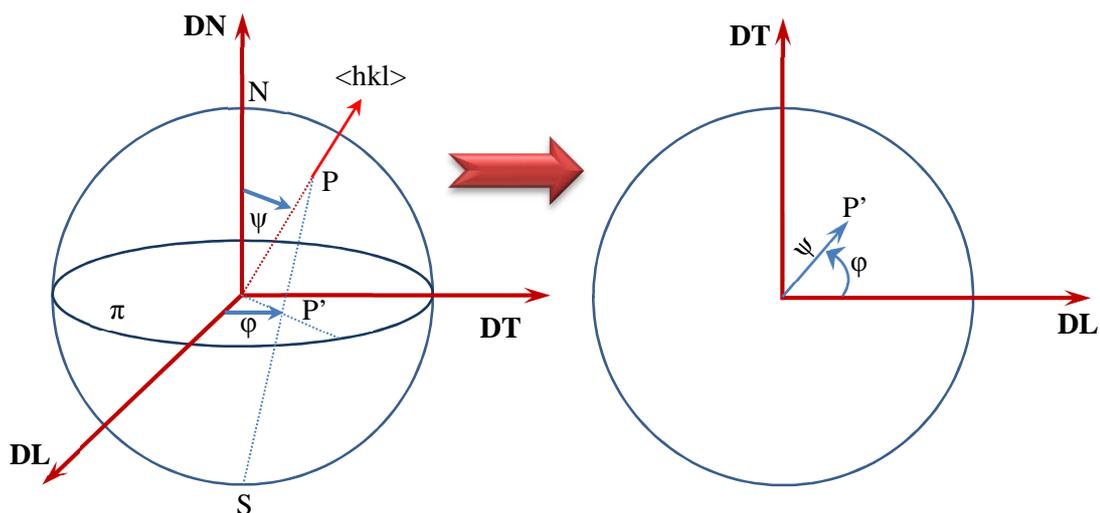


Figure 22. Principe de la projection stéréographique.

Dans le plan de la projection stéréographique (DL, DT) l'orientation de tous les grains formant un polycristal peut être représentée.

La détermination de g nécessite la mesure expérimentale des orientations cristallographiques à l'aide des figures de pôles obtenues par diffraction des R.X, des neutrons ou des électrons rétrodiffusés ^[38].

2.2.1.1. Figure de pôles (FDP)

a. Figure de pôles directe

La représentation des textures la plus utilisée est certainement la figure de pôles qui donne la distribution des normales $\vec{h} = \langle hkl \rangle^*$ aux plans cristallographiques $\{hkl\}$ dans le repère de l'échantillon K_A [39].

Les figures de pôles sont construites par projection stéréographique, sur le plan de l'échantillon, de la distribution des densités de pôles d'une famille de plans $\{hkl\}$ dans toutes les directions de l'échantillon. Pour chaque FDP $\{hkl\}$, les points représentés décrivent les directions $\langle hkl \rangle$ normales aux plans $\{hkl\}$. La figure 23 donne deux exemples pour la figure de pôles $\{001\}$. De fait, il n'y a donc que les directions $\langle 001 \rangle$ qui sont considérées. Pour le premier cristal, son axe $\langle 001 \rangle$ est parallèle à la direction normale de l'échantillon. Après projection, l'orientation de cet axe se trouve donc au centre de la FDP $\{001\}$. Pour le second cristal, qui a subi une rotation selon la direction de laminage, son axe $\langle 001 \rangle$ est alors incliné par rapport à la direction DN. Par conséquent, l'orientation de cet axe est sur l'axe DT, au lieu d'être au centre de la FDP $\{001\}$ [40][41].

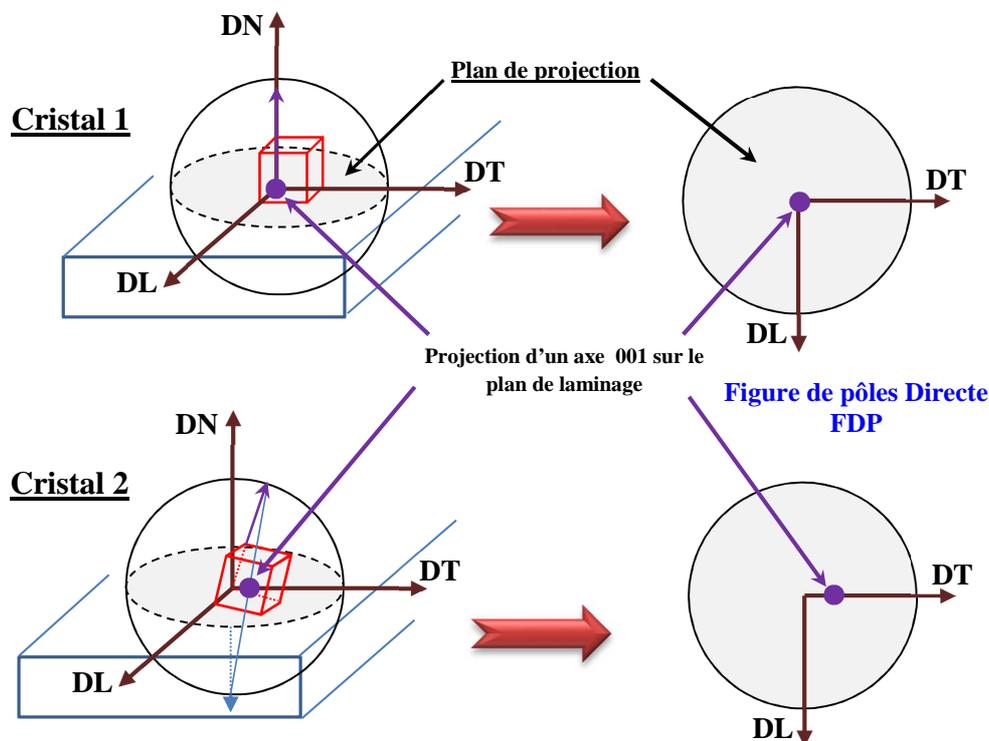


Figure 23. Description d'un pôle du plan sur la FDP $\{001\}$ pour deux cristaux orientés différemment.

b. Figure de pôles inverse

C'est la distribution, sur une projection stéréographique liée au cristal, de la densité de pôles des différentes familles de plans $\{hkl\}$ dans une direction donnée de l'échantillon. Elle consiste à isoler une partie de la figure de pôle où toutes les orientations possibles sont représentées, elle permet donc de renseigner sur les familles de plan présentes mais ne donne pas accès à l'orientation du cristal si elle n'est accompagnée d'une autre figure de pôle inverse selon une autre direction d'observation.

La symétrie du système cubique implique la possibilité d'une représentation dans le triangle stéréographique standard $[001], [011], [111]$ (Figure 24). La méthode la plus satisfaisante pour représenter une texture uni axiale appelée une texture de fibre (texture possédant un axe de révolution, comme les matériaux tréfilés) est la figure de pôles inverse ^{[42][43]}.

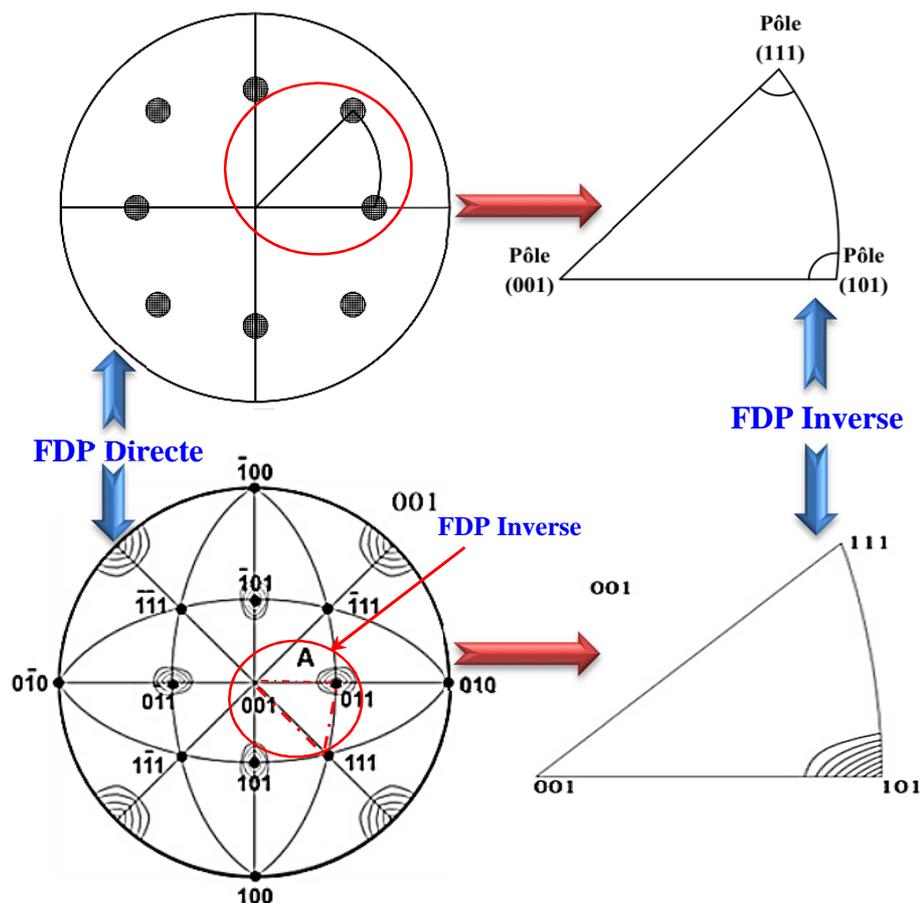


Figure 24. Présentation de la figure de pôles inverse.

2.2.2. Fonctions de Distribution des Orientations Cristallines (FDOC)

Les fonctions de distribution des orientations cristallines (FDOC), appelées en anglais « orientation distribution function » ou ODF, est une fonction statistique qui caractérise la texture cristalline de la phase étudiée et permettent de représenter la texture en utilisant les angles d'Euler plutôt que les indices de Miller. Comme il a été mentionné auparavant, les angles d'Euler sont les trois angles de rotation du l'échantillon pour qu'il rejoigne l'orientation du cristal. La Figure 25 présente les étapes permettant d'obtenir les angles d'Euler selon la méthode développée par Bunge. La première étape consiste à faire tourner l'orientation du cristal d'un angle φ_1 autour de l'axe normal (DN). Les directions de laminage (DL) et transversales (DT) seront conséquemment changées. Il faut ensuite effectuer une rotation d'un angle ϕ autour de la direction de laminage modifiée. La troisième rotation φ_2 se fait autour de la direction normale modifiée [36][44].

- Une rotation φ_1 autour de DN (Figure 25-a)

$$(0 \leq \varphi_1 \leq 2\pi) \quad X \rightarrow X' \quad Y \rightarrow Y' \quad Z \rightarrow Z'$$

- Une rotation ϕ autour de X' (Figure 25-b)

$$(0 \leq \phi \leq \pi) \quad X' \rightarrow X'' \quad Y' \rightarrow Y'' \quad Z' \rightarrow Z''$$

- Une rotation φ_2 autour de Z'' (Figure 25-c)

$$(0 \leq \varphi_2 \leq 2\pi) \quad X'' \rightarrow X_b \quad Y'' \rightarrow Y_b \quad Z'' \rightarrow Z_b$$

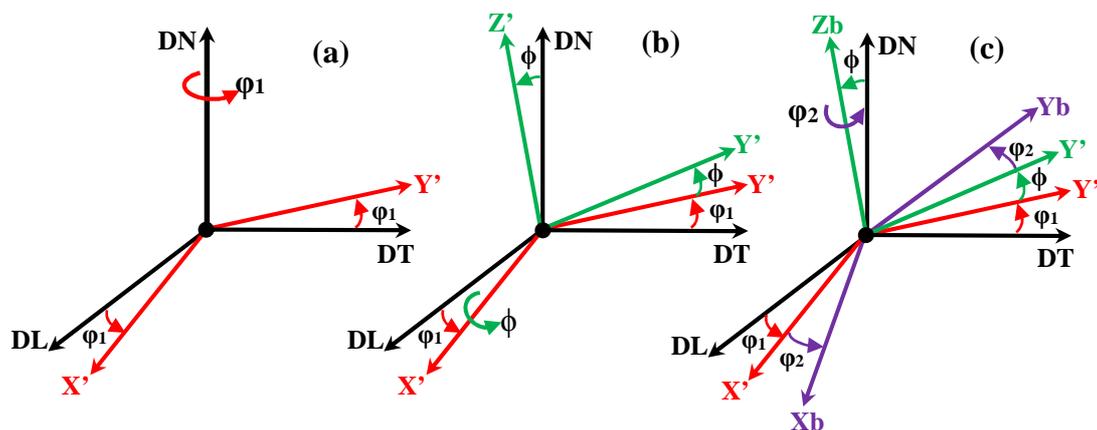


Figure 25. Détermination des angles d'Euler.

En utilisant tous les groupes d'angles d'Euler recueillis au travers de la somme des grains analysés, il est possible de représenter les résultats dans l'espace d'Euler. Pour les matériaux cubiques, cet espace est constitué de trois axes : φ_1 , ϕ et φ_2 . Les axes présentent des valeurs allant de 0 à 90°. Par exemple, pour la présentation de la FDOC par les angles

d'Euler dans un échantillon qui a une microstructure constituée de différents grains i de volume V_i avec différentes orientations. Les grains qui ont la même orientation dans une plage d'orientation $g + dg$ sont colorés en gris (Figure.26).

La fonction de distribution des orientations cristallines est définie par la relation :

$$\frac{dV(g)}{V} = f(g)dg \quad (13)$$

$$\text{Ou : } dg = \frac{1}{8\pi^2} \sin(\phi)d\phi_1 d\phi d\phi_2 \text{ et } \oint f(g)dg = 1 \text{ (Méthode de Bunge)} \quad (14)$$

Avec : V est le volume de l'échantillon,

dV est le volume de chaque cristallite (grain) i avec l'orientation g dans l'élément angulaire dg .

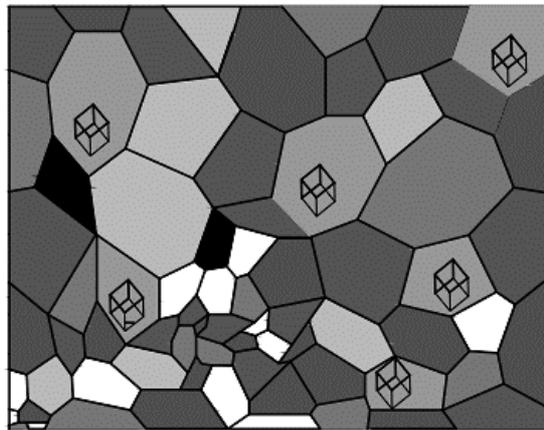


Figure 26. Représentation schématique d'une microstructure constituée de grains i de volume V_i avec différentes orientations ^[37].

La figure 27 présente une FDOC dans l'espace d'Euler en trois dimensions. Comme il est difficile d'utiliser une figure en trois dimensions dans sur une feuille en deux dimensions, les FDOC sont habituellement présentées sous forme de tranches de l'espace d'Euler où un des angles est fixé à plusieurs valeurs placées à intervalle régulier. Il est donc possible d'obtenir des figures dans lesquelles les valeurs des axes variables évoluent le long des axes X et Y alors que le troisième axe est fixé.

Sur la figure 27, il est possible d'observer une FDOC avec ϕ_2 fixé à des valeurs allant de 0° à 90° avec des intervalles de 5° . Comme il est possible de voir à la figure 25, les matériaux cubiques à faces centrées sont habituellement représentés dans les FDOC avec les valeurs de ϕ_2 fixées. Une troisième façon de représenter les FDOC est en fixant deux des trois axes. La figure résultante présente l'intensité du signal, soit l'amplitude de la texture, en fonction de la variation d'un angle. Cette méthode permet de mieux visualiser l'intensité d'une texture par rapport à

l'utilisation des courbes de niveaux. Cependant, comme deux des trois axes sont fixés, il n'est possible de représenter que les textures qui sont englobées dans ces deux axes. A partir de cette dernière représentation, il est également possible d'effectuer des zooms qui permettent de visualiser certaines cases particulières de la FDOC, pour les cubiques une case intéressante est la case $i g, = 45^\circ$.

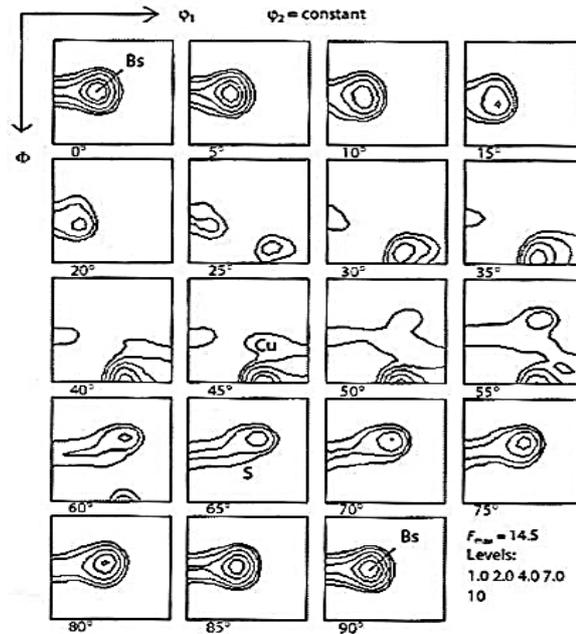


Figure 27. Fonction de distribution des orientations cristallographiques FDOC d'un acier ^[13].

D'un autre côté, cette représentation est intéressante pour voir l'évolution d'une certaine texture en variant une variable externe au système d'axes, comme par exemple le taux de déformation. La Figure 28 présente l'évolution de textures dans un acier selon le taux de réduction. Les FDOC sont utiles, car elles permettent de représenter toutes les informations directionnelles des cristaux par opposition aux figures de pôle qui ne représentent les textures que selon une famille de direction particulière. De plus, les FDOC rendent l'identification de textures plus facile, elles fournissent des données quantitatives et permettent d'identifier les fibres de textures. Elles ne sont cependant pas sans défaut. Chaque texture apparaît trois fois dans les FDOC et conséquemment il y a de l'information redondante. Un deuxième défaut est qu'il y a de la distorsion pour de faibles valeurs de ϕ . Cet artefact provient du fait que lorsque $\phi = 0$, une certaine valeur de $\phi_1 + \phi_2$ représente une certaine texture peu importe la valeur spécifique de ces angles. Cette distorsion est observable dans l'espace d'Euler en trois dimensions ainsi que pour l'espace d'Euler en deux dimensions avec les valeurs de ϕ fixées ^[36].

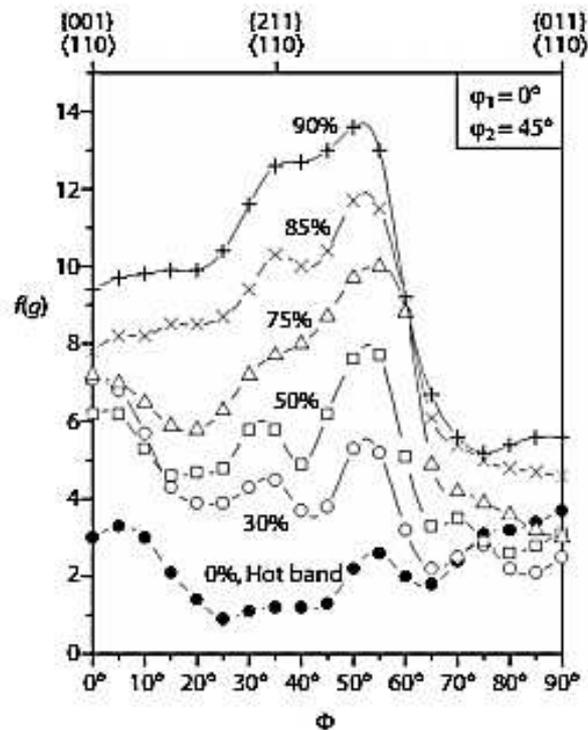


Figure 28. Evolution de la texture en fonction du taux de déformation d'un acier ^[37].

Pour le calcul de la FDOC, il existe plusieurs méthodes comme la méthode harmonique proposée par Bunge ^[45] et Roe ^[46], la méthode vectorielle proposée par Williams ^[47] et développée par Ruer ^[48] et Vadon ^[49]. La méthode harmonique utilise un développement en série sur des bases d'harmoniques et qui consiste à développer $F(g)$ sur un système orthogonal en série harmoniques généralisées.

2.2.3. Cartographie d'orientation

La FDP et la FDOC ne permettent pas de préciser la répartition spatiale des orientations dans un polycristal. Pour ce faire, il est nécessaire d'utiliser des approches locales qui décrivent simultanément la microstructure (taille et forme des grains) et la microtexture (orientation cristallographique des grains). La diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD, Electron BackScatter Diffraction) dans un microscope électronique à balayage (MEB) est une technique qui permet la construction de cartographies d'orientations et le calcul de la FDOC localement. Elle permet donc de visualiser non seulement la taille et la forme des grains, mais aussi leur orientation cristallographique ^[50].

À l'aide de l'EBSD, il est possible de créer des cartographies d'orientation, des images dans lesquelles les orientations de grains individuels sont observables. Deux méthodes pour représenter les cartographies d'orientation. La méthode utilisant le triangle de la figure de pôles inverse et celle utilisant les angles d'Euler. La méthode se servant du triangle de la figure de

pôles inverse consiste à exprimer la texture de chaque grain avec un code de trois couleurs, souvent rouge, bleu et vert. La Figure 29 présente le triangle utilisé pour les matériaux cubiques. Chaque couleur représente une des directions présentées dans le triangle de la figure de pôles inverse, soit $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$. Comme dans le cas de la figure de pôles inverse, l'analyse est effectuée par rapport à une direction de référence seulement.

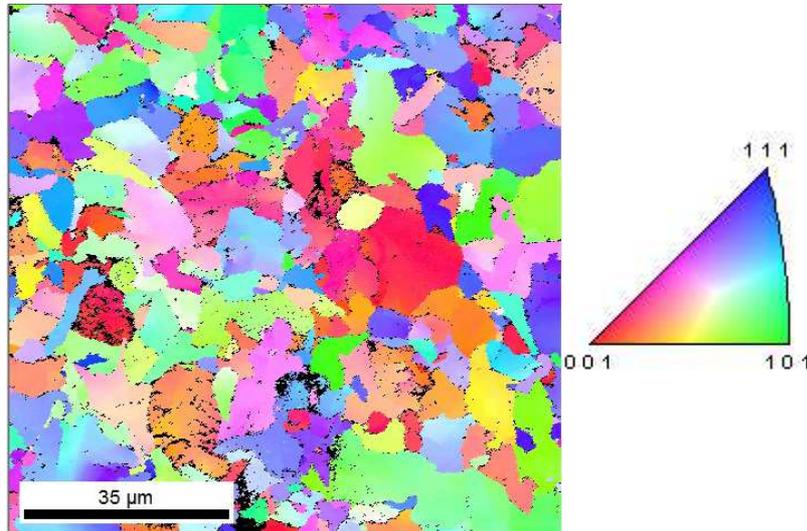


Figure 29. Cartographie d'orientation en figure de pole inverse (Construite par OIM Analysis).

La deuxième méthode consiste à utiliser une légende de couleur représentant les angles d'Euler. Chaque angle est d'une certaine couleur et plus la valeur de l'angle augmente, plus la teinte devient pâle. En mélangeant les trois couleurs sur chaque grain, et donc les trois angles d'Euler, il est possible d'exprimer la texture complète ^[13].

Section 3



Evolution microstructurale et propriétés
mécaniques : Cas de tréfilage

1. Introduction

La fabrication des ressorts à haute résistance est généralement effectuée à partir de fils en acier eutectoïde contenant entre 0,6 et 0,9 % de carbone [51].

L'objectif de cette section est de présenter une revue bibliographique sur l'évolution de l'état microstructural, textural et l'évolution des propriétés mécaniques (dureté, traction et torsion) des fils d'acier au cours de procédé de tréfilage

Au cours de fabrication des fils par le procédé de tréfilage, les fils d'acier subissent de fortes déformations à l'origine des importantes modifications microstructurales, texturales et mécaniques observées. Ces modifications se manifestent à différentes échelles, du niveau macroscopique jusqu'au niveau microscopique.

Des différents travaux de recherche sur l'évolution de la microstructure, la texture et les propriétés mécanique des aciers ont permis d'ouvrir les portes aux industriels pour le choix des aciers pour le procédé tréfilage et pour produire des fils tréfilés de qualité pour chaque application.

2. Aciers au carbone

On appelle acier un alliage binaire de fer et de carbone dont la teneur en carbone est inférieure à 2% massique [52]. Cette teneur max vient à cause de la limite de solubilité du carbone, à haute température, dans une phase de structure cubique à faces centrées (CFC) du fer, appelée austénite (γ) (Figure 30) [53].

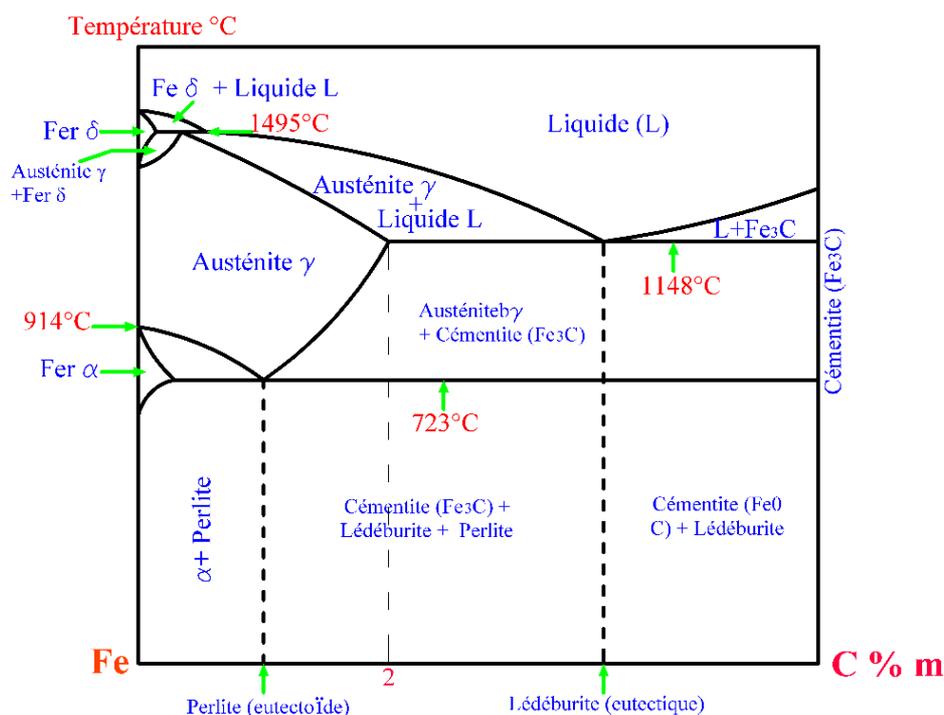


Figure 30. Diagramme de phase Fer-Carbone.

La structure cristalline du fer pur est une structure cubique à faces centrées (Figure 31-a) pour une gamme de températures s'étendant entre 914 °C et 1394 °C [54]. Cette phase est plus couramment appelée phase austénitique et est notée γ . En dehors de cet intervalle de température, la structure de fer pur devient une structure cubique centrée (Figure 31-b). Cette structure est appelée Fe δ et nommée ferrite δ si l'on se trouve entre 1394 °C et 1538 °C et, en dessous de 914 °C, on note Fe α la phase présente, et est nommée ferrite α . Ces deux structures sont moins compactes que la structure CFC.

Généralement, des éléments d'alliages (Si, Mn...etc) sont ajoutés aux aciers pour améliorer leurs caractéristique et propriétés mécaniques [54].

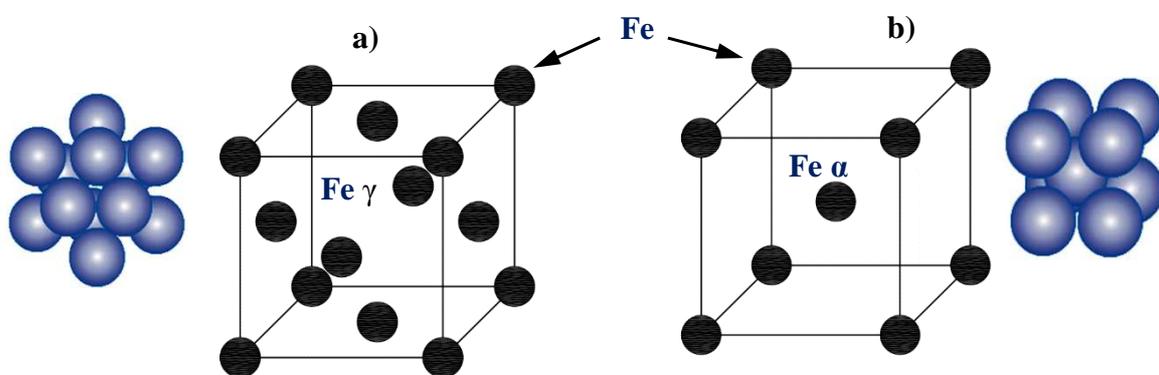


Figure 31. Structures cristallines du Fer a) Cubique à face centrée ou CFC (Fer δ) et b) Cubique centrée ou CC (Fer α).

Dans la structure CFC, le nombre d'atome par maille est plus important par rapport à la structure cc : 4 atomes par maille contre 2 pour la structure cubique centrée. Les paramètres de mailles de la ferrite et de l'austénite sont différents. Il vaut 0,286 nm à 20°C pour le fer α et 0,358 nm à 914 °C pour le fer γ [55]. Les volumes spécifiques des deux mailles restent relativement proches, mais une légère contraction de 1,03% volumique de passage de la phase ferritique à la phase austénitique. De plus, chacune de ces phases a des sites interstitiels (0,053 pour le Fe γ et 0,019 nm pour le Fe α) que seuls les atomes qui ont des faibles rayons peuvent les occuper comme le carbone ($r=0.077$ nm).

L'occupation par un atome de carbone d'un site interstitielle dans la phase austénitique ou ferritique a un effet de création d'une distorsion dissymétrique du réseau cristallin [56], à cause de rayon atomique du carbone qu'est plus élevé que celui du site interstitiel qu'il occupe. Néanmoins, dans le cas de la structure cubique centrée de la ferrite, les sites octaédriques ont des dimensions petites que dans la structure CFC (0,019 nm contre 0,053 nm pour la structure

Section 3

Evolution microstructurale et propriétés mécaniques : Cas de tréfilage

CFC). Ainsi, le carbone n'a pas la même limite de solubilité dans les deux phases. Elle est plus élevée dans l'austénite (environ 2% en masse dans l'austénite contre 0,02% en masse dans la ferrite) [57].

Pour des teneurs en carbone supérieures à 0,02% et afin de conserver l'équilibre, il se forme lors du refroidissement de la phase γ , un mélange appelé perlite ($\text{Fe } \alpha + \text{cémentite}$) [58].

La cémentite (carbure de Fer- Fe_3C) possède un réseau cristallin orthorhombique comportant 12 atomes de fer et 4 atomes de carbone (Figure 32). Ses paramètres de maille à la température ambiante sont : $a = 0.453 \text{ nm}$; $b = 0.511 \text{ nm}$; $c = 0,677 \text{ nm}$ [59] [60].

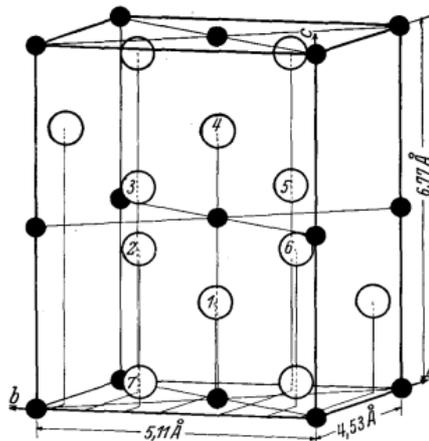


Figure 32. Représentation de la structure cristalline de la cémentite [59].

Le diagramme de phase Fer-Carbone (Figure 30) montre que pour une concentration précise de carbone dans l'acier, à savoir 0,77 % massique, le passage de la phase $\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$ à la phase austénitique γ se produit de manière isotherme. Il s'agit alors d'une transformation appelée eutectoïde. Les domaines de transformations traversés pour des teneurs inférieure et supérieure à 0,77% sont alors différents [61]. L'appellation des aciers selon leurs contenus en carbone est :

- Acier eutectoïde : teneur en carbone égale à 0.77% (Figure 33).
- Acier hypereutectoïde de : teneur en carbone supérieur à 0.77% (Figure 34).
- Acier hypoeutectoïde : teneur en carbone inférieur à 0.77% (Figure 35).

Au cours du refroidissement des aciers, la phase austénitique ne sera plus stable. La vitesse de refroidissement modifie la nature des transformations de phase qui peuvent se produire :

- 1^{er} cas : Si la vitesse de refroidissement est faible, on se trouve dans un état proche de l'équilibre, la diffusion du carbone est alors possible. Le refroidissement de la phase austénitique va ainsi conduire à la formation d'un mélange $\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$ (phase perlitique).
- 2^{eme} cas : Si la vitesse de refroidissement est rapide, le carbone ne peut pas diffuser et se retrouve piégé dans la maille. Cette transformation est hors d'équilibre et conduit à la formation d'une phase métastable qui est la martensite.

Section 3

Evolution microstructurale et propriétés mécaniques : Cas de tréfilage

-3^{ème} cas : Si des vitesses de refroidissement est intermédiaire entre les deux (1^{er} et 2^{ème} cas), les structures bainitiques sont apparues.

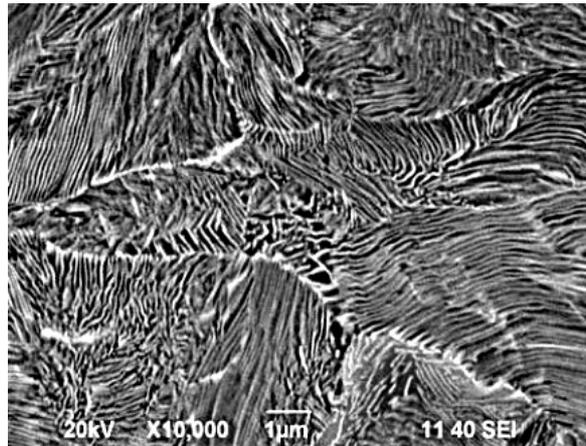


Figure 33. Microstructure perlitique [62].

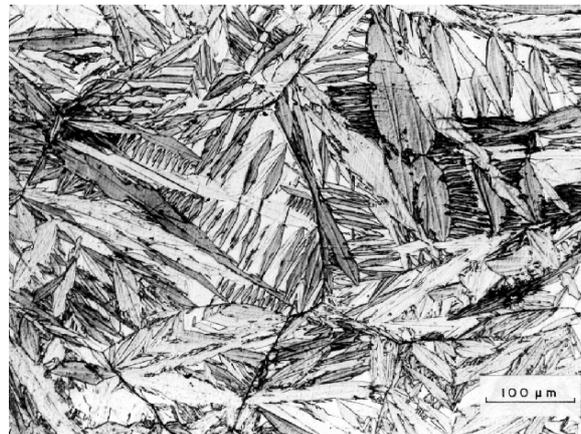


Figure 34. Microstructure martensitique [63].

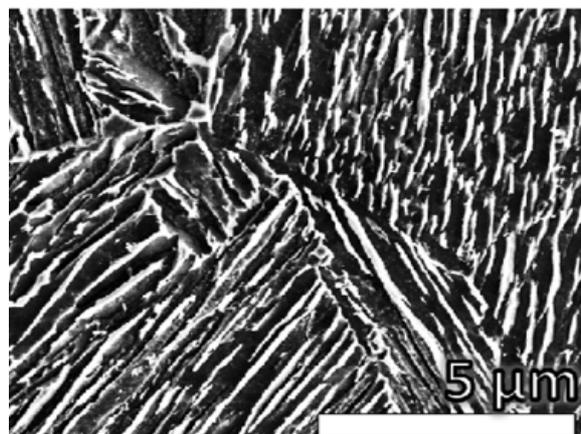


Figure 35. Microstructure bainitique [64].

3. Evolution de la microstructure des aciers au cours de tréfilage

Au cours de passage de fil d'acier à travers des filières, la microstructure et les propriétés mécaniques vont subir des changements importants.

L'évolution de la microstructure des aciers au cours de procédé de tréfilage été un sujet de nombreuse études depuis les travaux de Embury et Fisher ^[65].

3.1. Microstructure perlitique

3.1.1 Colonies de la perlite dans les aciers au carbone

Une colonie de perlite, ou grain de perlite, est composée d'une alternance de lamelles de ferrite et de cémentite comme elle montre la figure 36.

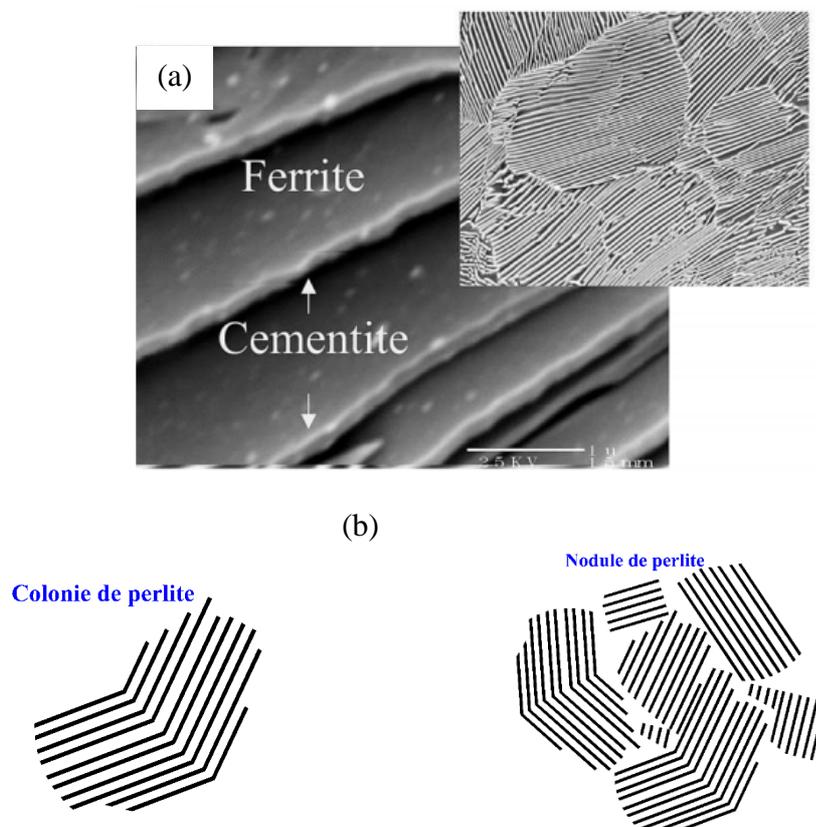


Figure 36. Colonie et nodule de perlite : a) micrographie MEB, b) représentation schématique ^{[66][77]}.

Les colonies de perlite sont issues des anciens grains d'austénite et la taille de ces colonies dépend des conditions de refroidissement de l'austénite. On distingue en général la perlite fine et la perlite grossière (Figure 37) que l'on différencie par la distance inter-lamellaire λ (100 nm pour la fine à plus de 500 nm pour la grossière).

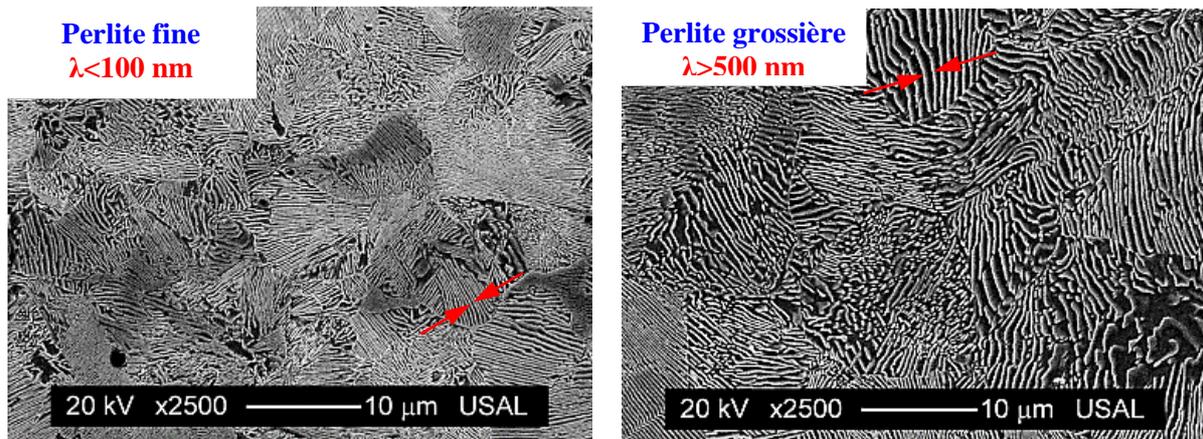


Figure 37. Micrographies MEB de la perlite grossière et fine [67].

3.1.2. Distance inter-lamellaire

La distance inter-lamellaire de la perlite est un paramètre de microstructure très important pour les aciers contenant de la perlite.

Cette distance (d.i) λ_p est définie comme une distance qui sépare deux lamelles d'une même phase constitutive de la perlite (figure 38). A une échelle micrométrique, la structure perlitique est périodique, de période λ_p . La d.i est en fonction de la vitesse de refroidissement (v_r) et de la composition de l'acier, lors de la transformation perlitique [68].

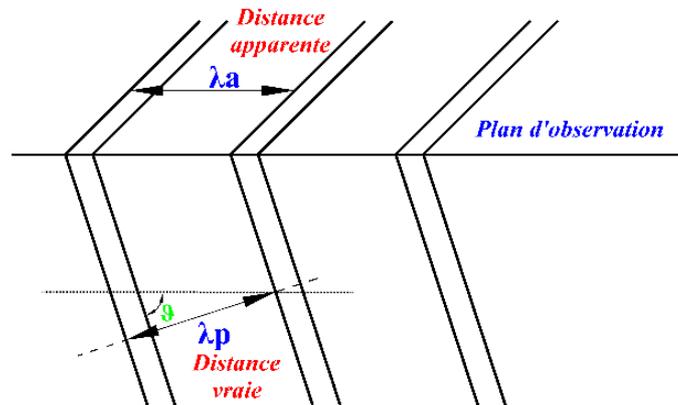


Figure 38. Représentation schématisée des distances inter-lamellaire vraie et apparente [14].

La différence entre la distance vraie λ_p (distance minimale moyenne entre les plans des lamelles) et la distance apparente λ_a (Figure 38) c'est que la distance apparente est le résultat de l'intersection des lamelles avec le plan d'observation de l'échantillon (Figure 38). Localement, les deux mesures sont liées selon la relation (15) et en moyenne, la distance inter-lamellaire apparente λ_p est liée à la distance inter-lamellaire vraie (moyenne) λ_p par la relation (16).

$$\lambda_a = \frac{\lambda_p}{\sin(\theta)} \quad (15)$$

$$\lambda_p = \frac{\pi}{4} \lambda_a \quad (16)$$

Les fluctuations locales de température et de composition peuvent générer une large distribution d'espacement inter-lamellaire dans un même échantillon de perlite (ou dans une même colonie). Lors d'un tréfilage intense, la distance inter-lamellaire peut être réduite d'une centaine de nanomètres à moins de 10 nm, faisant de la perlite tréfilée un nanomatériau. On comprend qu'à cette échelle la d.i est déterminant dans les mécanismes de déformation susceptibles d'avoir lieu.

En générale, la caractérisation de la d.i d'une perlite par la distance apparente (moyenne) et la détermination de cette distance est réalisée par diverses techniques d'analyses d'images à savoir, la microscopie électronique à balayage en électrons secondaires (SE) sur des sections polies de l'acier attaquées par un réactif métallographique qui est le Nital ou Picral ^[69].

3.2. Evolution de la microstructure

Languillaume et al (1997) ^[70] ont étudié l'influence de procédé de tréfilage sur la structure d'un acier perlitique à 0.7% mass de carbone ayant subi une déformation d'environ $\epsilon = 3.5$. La microstructure à l'état brut de déformation est très fine, la distance inter-lamellaire valant environ 20 nm, et contient des déformations élastiques internes élevés. Le résultat majeur concerne la cémentite qui subit au cours du tréfilage une dissolution au moins partielle. La dissolution de la cémentite est interprétée par la déstabilisation de cette phase du fait de l'augmentation de son énergie libre provenant de l'amincissement des lamelles ainsi que de la création de marches de glissement au cours de tréfilage.

3.2.1. Alignement de la microstructure

Au cours de tréfilage, les lamelles de la cémentite s'alignent parallèlement à l'axe du fil. Embury et fisher ^[65] ont été les premiers qui ont mis en évidence une inclinaison des lamelles de perlite vers l'axe de tréfilage dès $\epsilon = 0,7$ (Figure 39).

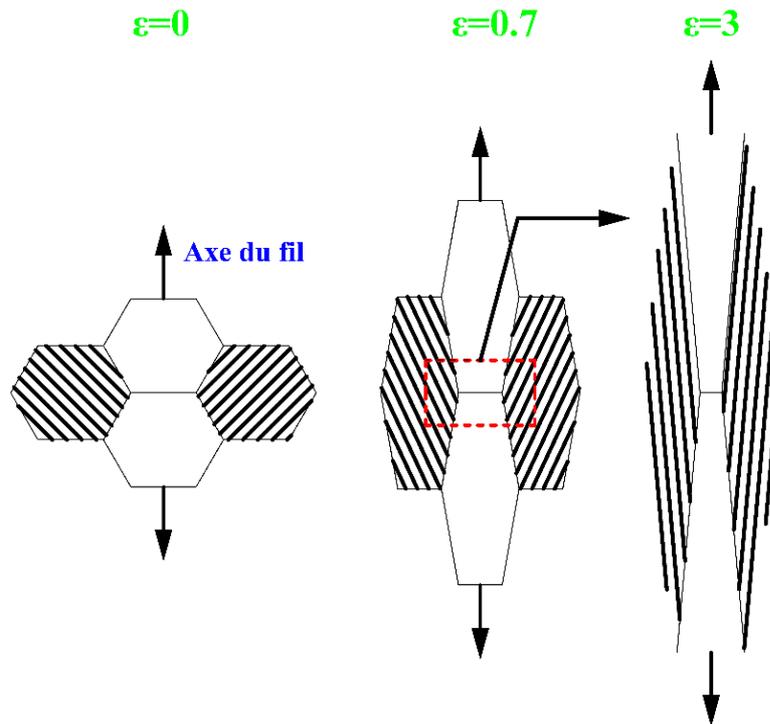


Figure 39. Représentation schématique de développement de la microstructure perlitique au cours de tréfilage ^[71].

L'alignement de la microstructure se fait par une rotation et par pliage des lamelles qui sont perpendiculaires à l'axe du fil (Figure 41). Cet alignement est dû à un cisaillement dans la ferrite parallèlement au plan des lamelles ^[72]. A partir de ces deux phénomènes, cinq chemins pour aligner la microstructure perlitique (figure 40).

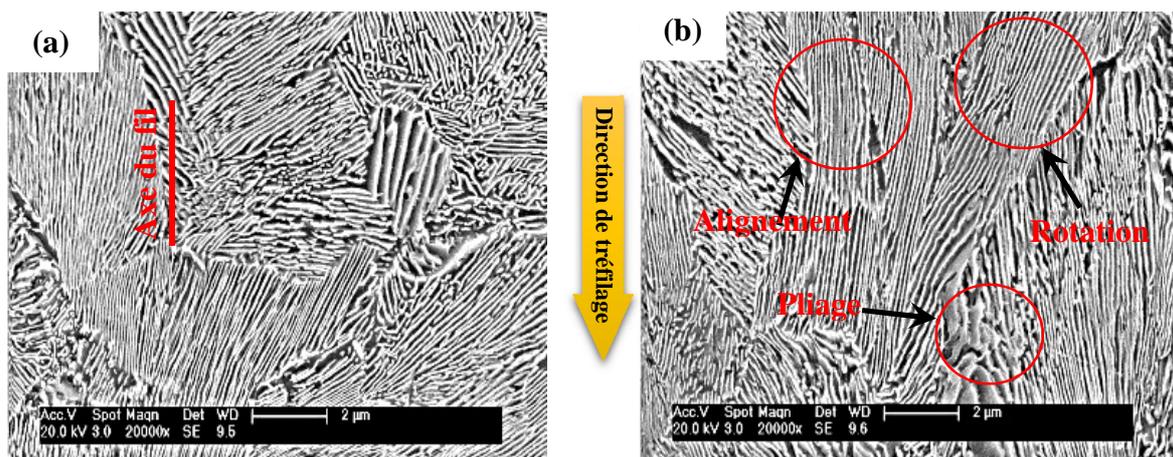


Figure 40. Micrographies MEB des fils d'acier : a) état non tréfilé et b) état tréfilé à $\epsilon=0.5$ ^[73].

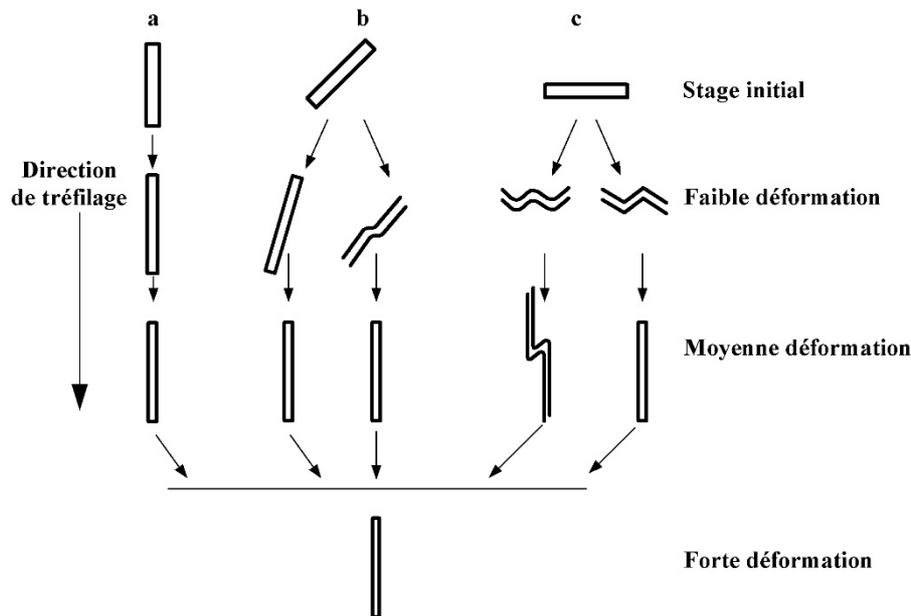


Figure 41. Illustration schématique de cinq chemins d'alignement de la structure perlitique : a) alignement, b) rotation et c) pliage ^[74].

Une courbure de la microstructure dans le plan transversal du fil est également observée. Le terme de microstructure en ciel de Van Gogh reflète bien la morphologie globale prise par les colonies perlitiques à un taux de déformation important. La figure 42 montre ce type de microstructure ^{[75][76][77]}.

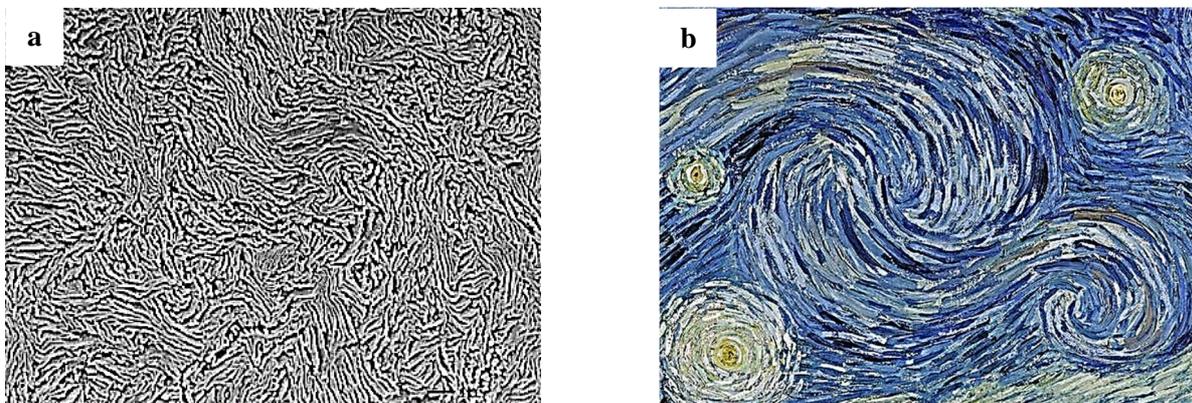


Figure 42. Microstructure ciel de Van Gogh : a) micrographie MEB ($\epsilon=1.83$) et b) image ciel de Van Gogh ^{[76][77]}.

W.J.Nam (2002) ^[78] et J.Turibio (2004) ^[79] ont étudié l'évolution de la microstructure au cours de tréfilage des aciers hypoeutectoïdes. Les changements morphologiques de la perlite générés lors du tréfilage sont : Les lamelles de cémentite sont initialement orientées aléatoirement, les lamelles qui sont initialement parallèles à l'axe du fil s'alignent progressivement le long de l'axe de fil avec l'augmentation de taux de tréfilage. Ces lamelles sont déformées, amincies et

Section 3

Evolution microstructurale et propriétés mécaniques : Cas de tréfilage

prennent une forme fibreuse (texture métallographique ou morphologique), tandis que les lamelles qui sont orientés d'une manière verticale par rapport à l'axe du fil ont été pliées après tréfilage.

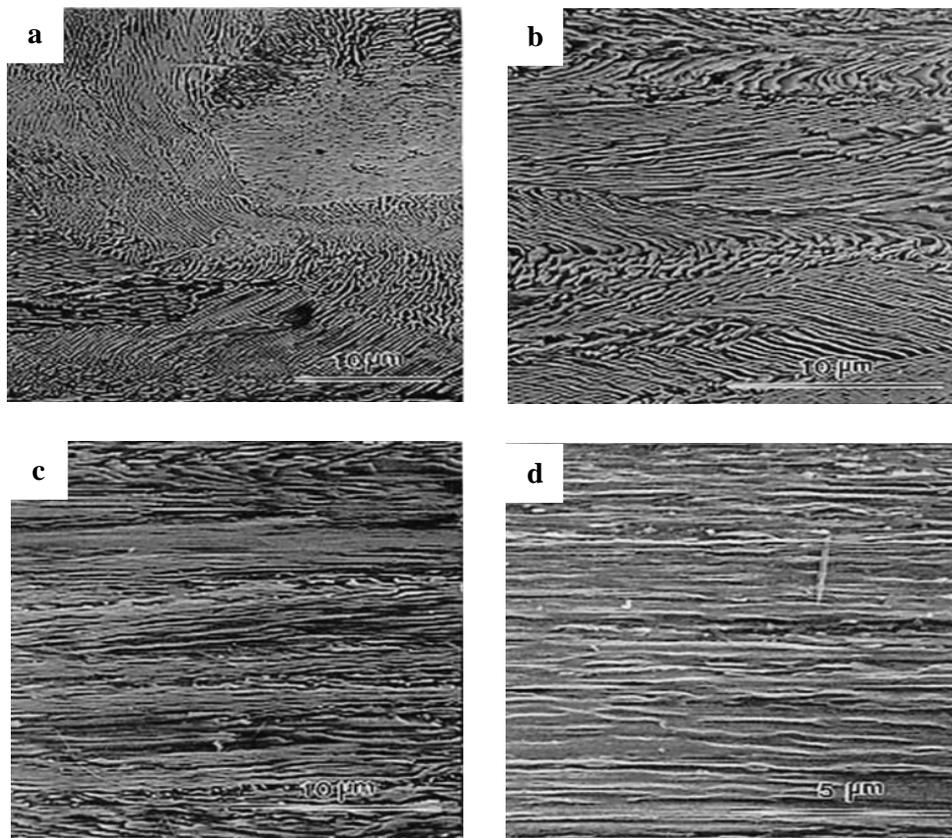


Figure 43. Micrographies MEB des fils tréfilés en acier hypoeutectoïde (0.52% C)

a) $\varepsilon = 0.6$, b) $\varepsilon = 1.19$, c) $\varepsilon = 2.06$ et d) $\varepsilon = 2.63$ ^[78] (Déformation logarithmique).

Après une déformation de $\varepsilon = 2,06$ sur la figure 43-c, la plupart des lamelles de cémentite sont alignées le long de l'axe de tréfilage et seront des lamelles fibreuse à $\varepsilon = 2,63$ (figure 43-d).

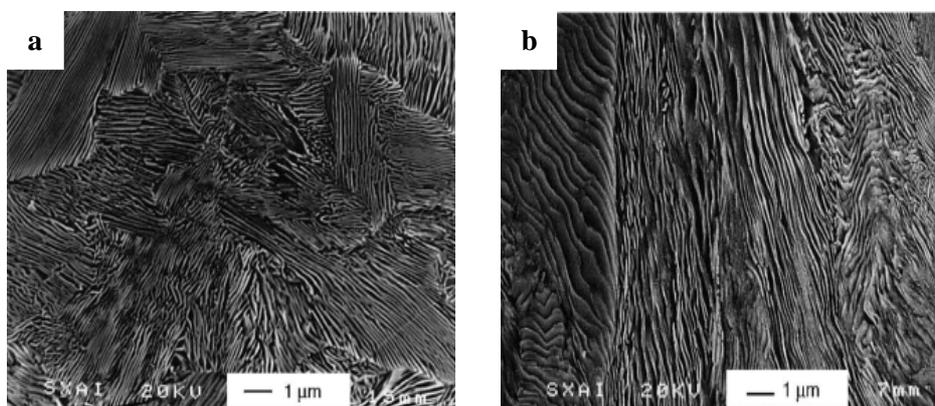


Figure 44. Micrographies MEB des fils tréfilés en acier hypereutectoïde (0.8% C)

a) Etat initiale b) Etat tréfilé ^[79].

3.2.1. Evolution de la distance inter-lamellaire

La distance inter-lamellaire est le paramètre morphologique principal de la perlite. A l'état brut de laminage, la distance inter-lamellaire est essentiellement fonction de la composition de l'acier et du processus de refroidissement lors du laminage.

Zelin (2002) ^[77] a étudié l'évolution de la microstructure d'un acier perlitique au cours de tréfilage où il a trouvé que la distance inter-lamellaire diminue (figure 45). Cette diminution dépend de l'inclinaison des lamelles par rapport à l'axe du fil. Les lamelles parallèles verront leur distance inter-lamellaire fortement diminuée en comparaison de celles qui sont presque perpendiculaires à l'axe du fil. J.Likes (1963) ^[80] a proposé une méthode statistique de détermination de la distance inter-lamellaire dans la perlite.

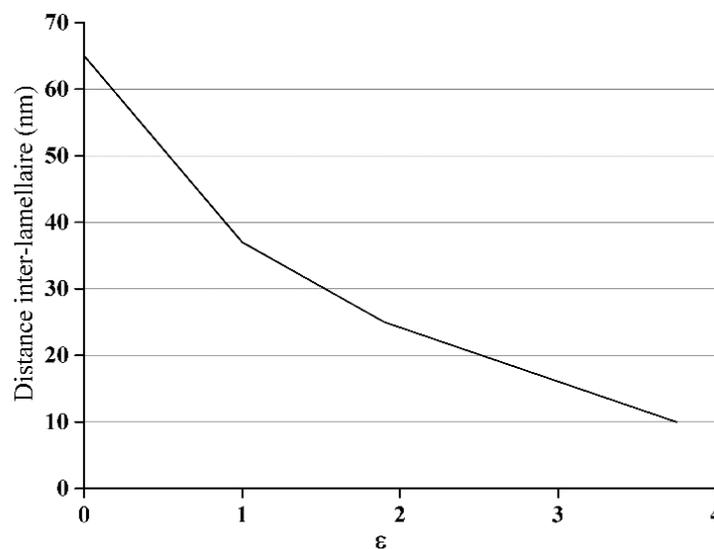


Figure 45. Evolution de la distance inter-lamellaire au cours de tréfilage ^[80].

4. Texture de tréfilage des aciers

Lorsque on déforme suffisamment un métal dont la texture initiale n'est pas trop prononcée, la texture finale présentera les symétries du mode d'élaboration, dans le cas du tréfilage l'axe du fil est axe de révolution de l'ensemble de la texture ^[39].

Au cours du tréfilage, les très grandes déformations plastiques atteintes confèrent au fil une texture cristallographique. Il a été montré que le tréfilage des métaux de structure cubique centré, et en particulier des aciers perlitiques, provoque un alignement préférentiel de la direction cristallographique [110] des grains avec l'axe du fil. Au contraire, dans le plan transversal, il n'y a pas systématiquement d'orientation privilégiée. Dans le cas où celle-ci est inexistante, on parle de texture de fibre $\langle 110 \rangle$. Il se peut aussi que des plans de la famille $\{hkl\}$

s'orientent de façon privilégiée perpendiculairement à la direction radiale du fil. Dans ce cas-là, on parle de texture cylindrique, cyclique ou encore circulaire que l'on note $\{hkl\} \langle 110 \rangle$.

Cependant, la déformation imposée au fil n'est pas homogène en volume. En effet, la surface du fil est déformée de façon plus importante que son cœur. De façon similaire, la texturation du fil ne sera donc pas homogène le long de son rayon. Cette texturation radiale a été mise en évidence par diffraction des rayons X par Heizmann (1994) ^[81]. Trois zones de texturation différentes ont pu être distinguées :

- la zone de surface du fil ($0,8 \varnothing < r < \varnothing$) de texture principalement fibreuse $\langle 110 \rangle$,
- une zone intermédiaire ($0,5 \varnothing < r < 0,8 \varnothing$) de texture cylindrique $\{110\} \langle 110 \rangle$ dont l'axe de fibre $\langle 110 \rangle$ peut présenter un écart angulaire avec l'axe du fil pouvant atteindre 20° en fonction des conditions de tréfilage ^[38],
- la zone de cœur ($0 < r < 0,5 \varnothing$) avec une texture fibreuse $\langle 110 \rangle$ prononcée.

Ces trois zones peuvent s'étendre plus ou moins en fonction de l'angle α de la filière. Ainsi, plus ce dernier est élevé, plus la zone intermédiaire s'étend au détriment de la zone de cœur ^[81].

Les textures que l'on rencontre dans les fils correspondent à des textures de fibre, qui se caractérisent par la présence dans de nombreux grains d'une direction $\langle hkl \rangle$ parallèle à l'axe du fil ou faisant un angle avec lui. Pour un matériau de structure cubique centrée la direction est du type $\langle 110 \rangle$. Les éléments de symétrie de la texture sont ainsi mis en évidence aux travers des figures de pôles qui présentent une symétrie de révolution (Figure 46) ^[82].

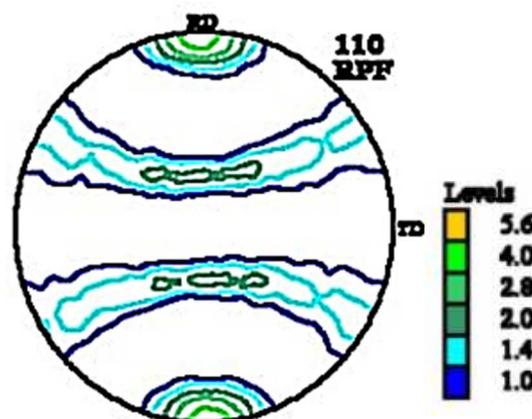


Figure 46. Figure de pôles $\{110\}$ d'un fil d'acier tréfilé à $\varepsilon_r = 74.34\%$ ^[82].

Les textures de tréfilage présentent les mêmes orientations préférentielles que celle obtenues par laminage ; à savoir une fibre $\alpha \{110\}$ parallèle à l'axe du fil et des directions $[111]$ perpendiculaires au même axe.

Section 3

Evolution microstructurale et propriétés mécaniques : Cas de tréfilage

Il est évident que les matériaux étudiés étant biphasés (ferrite et perlite) et compte tenu des conditions de déformation imposées, le seul moyen qu'ont ces matériaux pour accommoder la déformation est le système de glissement. De ce fait il ne peut y avoir une grande variété de textures possibles. Tous les auteurs observent une texture de fibre $\{110\}$ dans le cas du tréfilage.

Won Jong Nam et all (1995) ^[83] ont remarqué la formation d'une texture $\{110\}$ dans les fils d'acier au cours de tréfilage. Ils ont supposé que les directions $[100]$, $[0\bar{1}1]$ et $[011]$ sont respectivement les axes x, y et z, avec z est l'axe de fil. La déformation par tréfilage dans les structures cubique centré (CC) entraîne généralement une déformation par traction le long de l'axe du fil $[011]$, une déformation par compression latérale le long de la direction $[100]$ et aucune déformation latérale le long de l'axe de $[0\bar{1}1]$ (Figure 47).

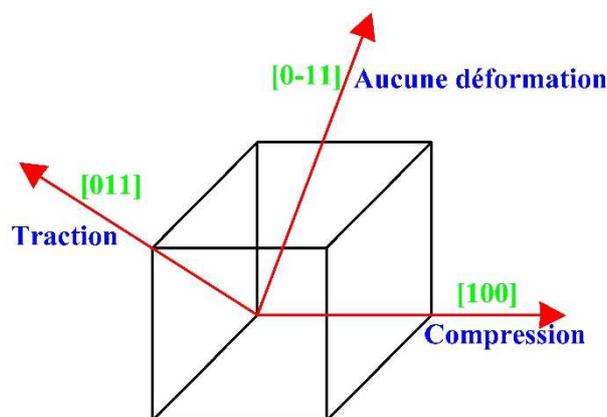


Figure 47. Représentation schématique de la déformation par tréfilage dans la structure cubique centré.

Van Acker et all (1996) ^[84], ont trouvé la présence de la texture de fibre $\alpha \{110\}$ presque parfaite (figure 48).

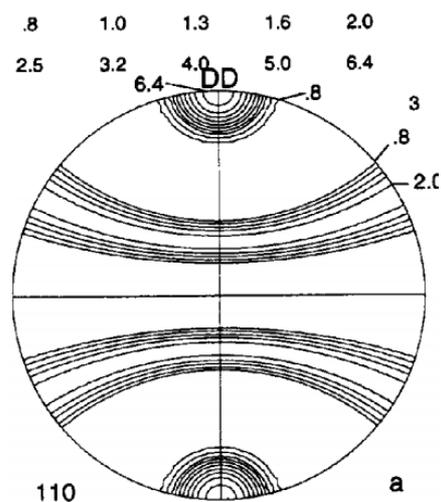


Figure 48. Figure de pôles $\{110\}$ d'un fil d'acier bi-phasé tréfilé ^[84].

Kumar et al (2011) ^[85] ont présenté la texture cristallographique {110} dans des fils d'acier perlitique tréfilés en termes de figures de pôle inverse (Figure 49). Ils ont remarqué que l'état de fil non tréfilé a une texture cristallographique aléatoire. Au cours de tréfilage, les orientations commencent à regrouper vers la direction de tréfilage (Axe du fil).

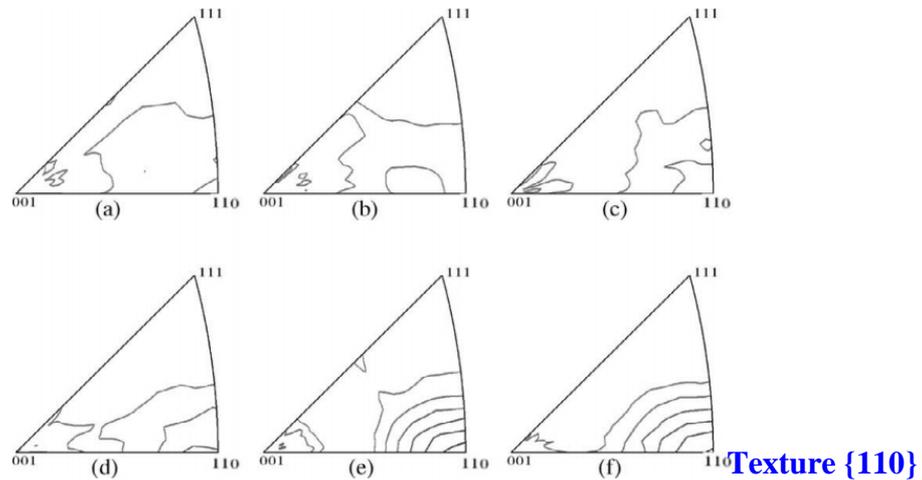


Figure 49. Figure de pôles inverse {001} des fils d'acier perlitique ^[85].

Au cours du tréfilage, les très grandes déformations plastiques confèrent au fil une texture cristallographique. Il est bien connu qu'une texture cristallographique de type axial [110] se développe pendant le tréfilage des aciers ^{[86] [87] [88] [89] [90] [91] [92]}.

5. Comportement mécanique au cours de tréfilage

Lors de la déformation à froid, les propriétés mécaniques, telles que la limite élastique et la résistance à la traction, augmentent en raison de l'accumulation des contraintes plastiques dans les matériaux ^{[93][94]}. L'orientation cristallographique est le facteur responsable de changement des propriétés mécaniques lors de la déformation ^[100].

Phelippeau et all (2005) ^[5] ont étudié l'évolution de la micro-dureté Vickers, la résistance à la traction et l'allongement à la rupture de deux nuances d'acier au cours de tréfilage. Ils ont montré que la micro-dureté ^[101] et la résistance à la traction augmentent avec le taux de déformation et par contre pour l'allongement à la rupture qui diminue au cours de tréfilage.

Elwazri et all (2005) ^[102], a montré que les propriétés de résistance sont liées à la distance interlamellaire dans les aciers perlitiques.

Nam et all (1995) ^[83] ont montré qu'un bon alignement des lamelles de cémentite le long de l'axe du fil au cours de tréfilage donne une bonne résistance à la traction aux fils tréfilés (Figure 50).

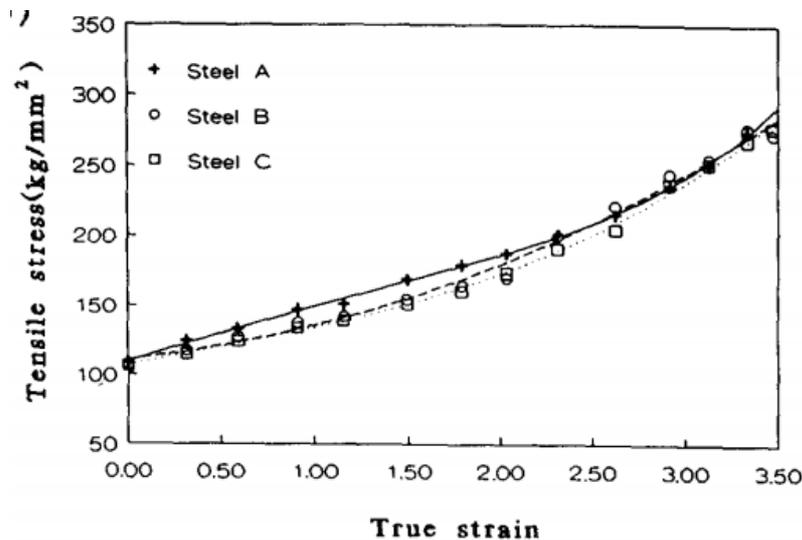


Figure 50. Evolution de la résistance à la traction au cours de tréfilage des aciers perlitiques ^[83].

Section 3

Evolution microstructurale et propriétés mécaniques : Cas de tréfilage

Zelin (2002) ^[77] a étudié l'effet de tréfilage des aciers perlitiques sur le nombre de tours avant la rupture des fils par l'essai de torsion et a montré que ce dernier est en fonction du taux de déformation (Figure 51). Une augmentation de nombre de tours avant la rupture du fil après une déformation inférieure à 2 et puis une diminution qu'est attribuée aux certains facteurs : des contraintes élastiques élevées aux interfaces lamellaires et des contraintes locales accompagnées des ruptures des lamelles de cémentite (le facteur le plus important).

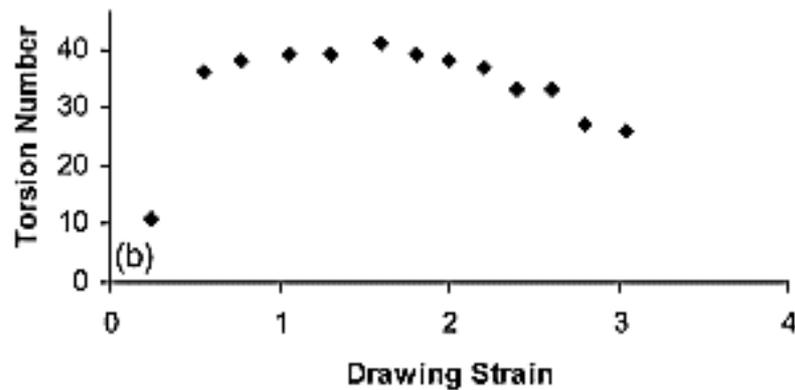


Figure 51. Nombre de tours avant la rupture en fonction de taux de déformation par tréfilage ^[77].

Chapitre II

Matériaux

&

Techniques expérimentales

1. Matériaux étudiés

Dans cette étude nous nous sommes intéressés par deux nuances d'acier qui ont des teneurs en carbone de 0.465% et 0.675%. Il s'agit donc des aciers de type hypoeutectoïdes.

Pour les aciers à 0.465 et 0.675% C les structures finales obtenues seront des structures ferrito-perlitiques (perlite majoritaire).

La figure 52 présente la composition chimique de chaque nuance.

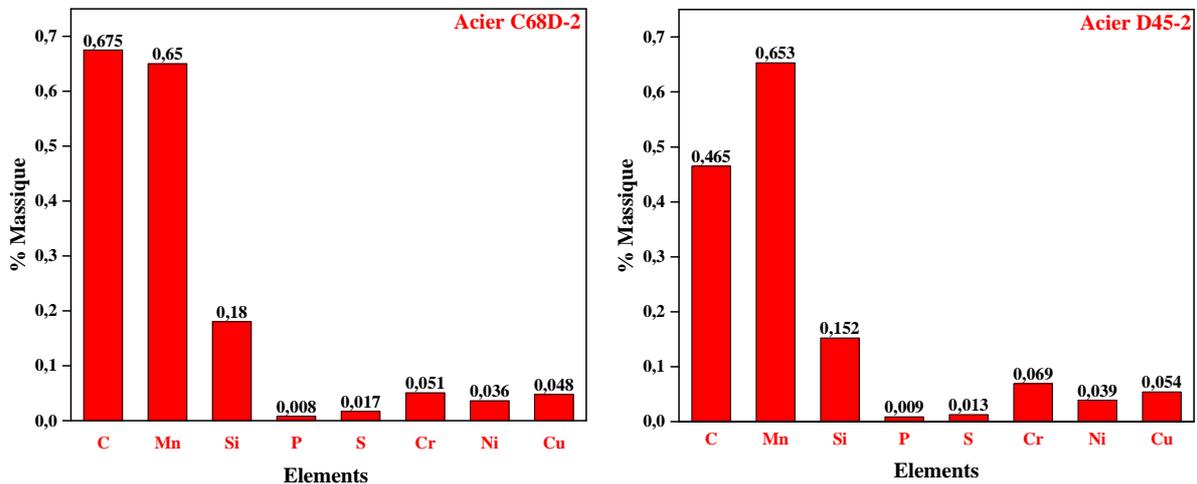


Figure 52. Composition chimique des aciers C68D-2 et D45-2.

Le matériau de départ utilisé pour le tréfilage est appelé fil-machine de 5,5 mm de diamètre, il provient du laminage à chaud de billettes produites par coulée continue et se présente sous forme de couronnes (Figure 53), refroidies à l'air. La surface du fil est recouverte d'une couche d'oxydes métalliques, appelée aussi calamine, dont l'épaisseur est fonction de la température de sortie du fil. A cause de son caractère abrasif, de sa dureté et de son absence de ductilité, cette couche doit être éliminée avant le tréfilage. Différents procédés de nettoyage de surface ont été présentés dans le chapitre I-Section 1.



Figure 53. Matériau de départ (Fil machine).

2. Tréfilage

2.1. Acier C68D-2

La figure 54 présente les paramètres de tréfilage (diamètres, vitesses et nombre de passes) utilisés dans cette étude.

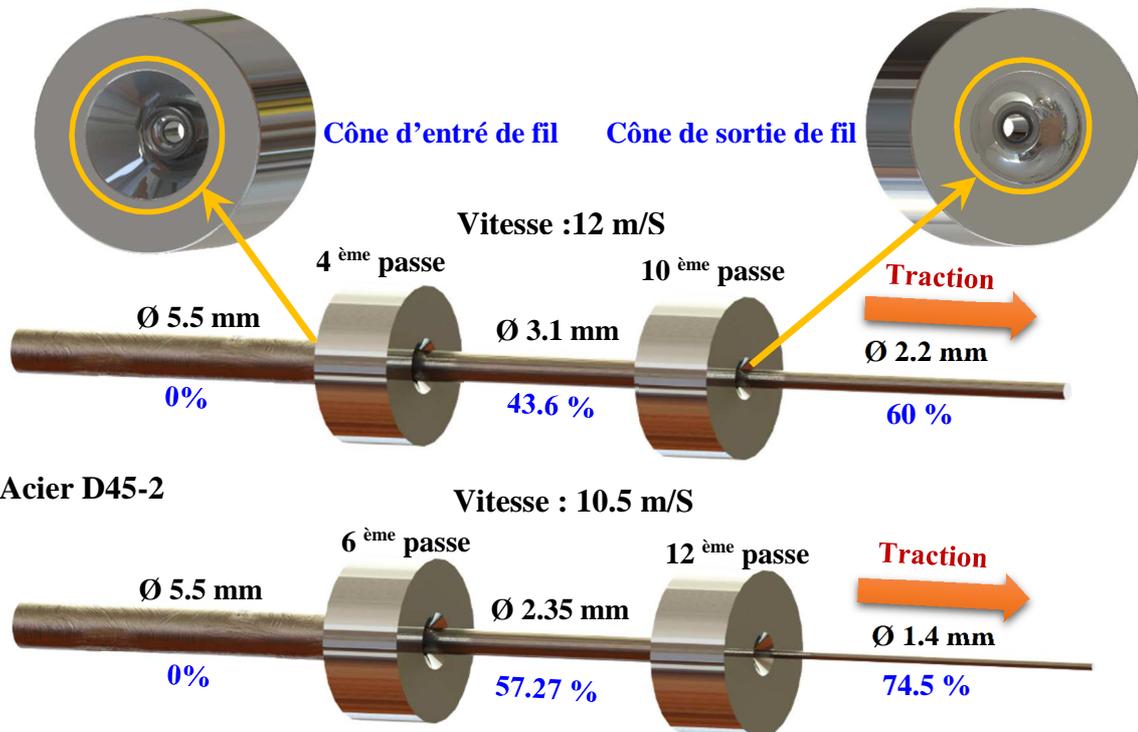


Figure 54. Tréfilage des aciers C68D-2 et D45-2.

3. Prélèvement et préparation des échantillons

Le prélèvement des échantillons s'effectue de telle façon qu'il faudrait éviter la déformation structurale due à l'échauffement lors du découpage. La dimension préférée peut avoir la longueur de 15 mm. Les échantillons sont enrobés dans une résine synthétique.

3.1. Polissage Mécanique

L'opération qui suit est le procédé de polissage, qui consiste à faire passer l'échantillon à examiner sur différents papiers abrasifs au carbure de silicium (SiC) de granulométrie décroissante et la lubrification est effectuée à l'eau. Le polissage final se fait sur un disque tissé tissu à l'aide de la pâte diamantée.

Les grades successivement utilisés : 120 → 400 → 800 → 1200 → 2400 → 4000.

Le polissage est terminé à la pâte diamantée de granulométrie 3 µm puis 1 µm jusqu'à l'obtention d'un poli miroir (Figure 55).

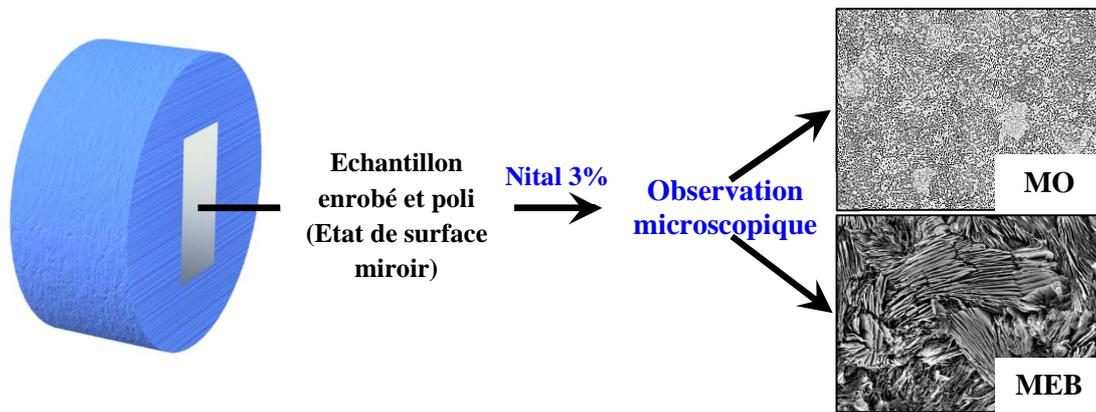


Figure 55. Echantillon enrobé et attaqué chimiquement.

3.2. Polissage électrolytique pour l'analyse par EBSD

Un polissage électrolytique après le polissage mécanique est indispensable. Le but de ce polissage est d'éliminer l'érouissage superficiel induit par le polissage mécanique. Cette étape délicate est importante pour l'obtention de bandes de diffraction de bonne qualité, permettant une bonne indexation des diagrammes de diffraction.

Le polissage électrolytique consiste en la dissolution anodique d'un métal suivant une réaction de type $M \rightarrow Mn^+ + ne^-$. Cette réaction prend place préférentiellement là où le matériau forme des crêtes, ce qui tend au cours du temps à rendre sa surface parfaitement plane et polie miroir. De plus, le polissage électrolytique permet de retirer la couche de matière érouie par le polissage mécanique.

Le dispositif expérimental associe un récipient contenant un électrolyte (la température pouvant être contrôlée), un générateur de tension, une cathode et l'échantillon jouant le rôle d'anode, (Figure 56). Pour un échantillon donné, le polissage fait intervenir de nombreux paramètres : nature, température et agitation de l'électrolyte, tension appliquée, durée du polissage, distances entre les différents éléments et méthodes de rinçage et de séchage.

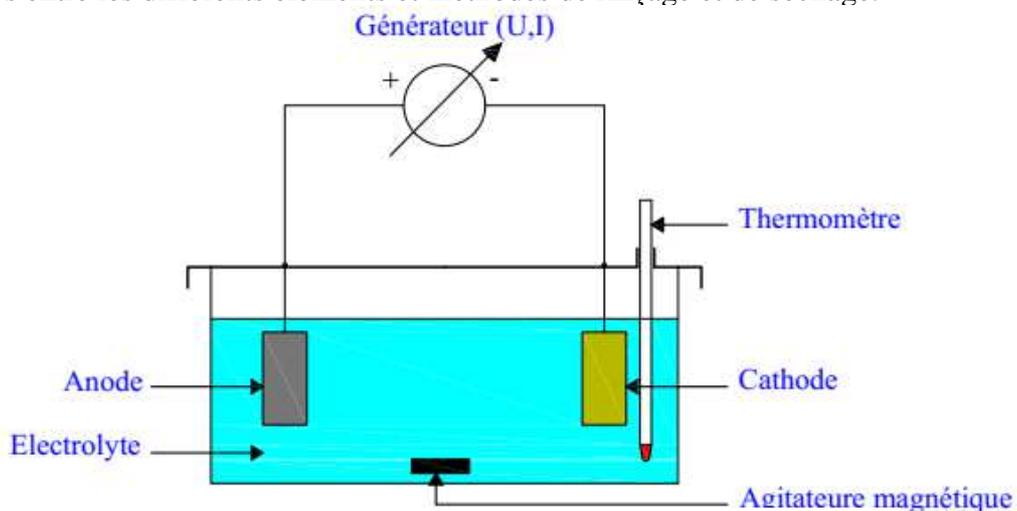


Figure 56. Polissage électrolytique.

4. Techniques expérimentales d'analyse

Les techniques expérimentales utilisées dans cette étude, visent à comprendre la corrélation en l'évolution de la microstructure, la texture et les propriétés mécaniques de deux nuances d'acier C68D-2 et D45-2 au cours de tréfilage.

1. Les caractérisations de la microstructure et la de texture cristallographique ont été réalisées comme suit :

– Microscopie optique : Laboratoire de recherche en génie énergétique et matériaux de l'université Mohamed Khider Biskra-Algérie.

– Microscopie électronique à balayage : Laboratoire d'analyse de la microstructure et la texture du centre de recherche scientifique et technique en analyses physico-chimiques CRAPC-Algérie.

– EBSD : Laboratoire SP2M, ICMMO à l'université Paris-Sud.

2. Essais mécaniques

Les essais mécaniques ont été menés principalement dans deux laboratoires, à savoir :

– Essais de traction et de torsion : Laboratoire d'essais mécaniques à la société nationale de tréfilage et de fabrication des produits de soudage des fils (Trefisoud)-Algérie;

– Essais de micro-dureté : Laboratoire de génie énergétique et matériaux de l'université Moahamed Khider de Biskra.

4.1. Évolution de la microstructure

4.1.1. Microscopie Optique

La microscopie optique a été utilisée dans cette étude pour but de caractériser le type, la morphologie et l'homogénéité de la microstructure. Les échantillons d'aciers ont été observés au microscope optique en mode réflexion de type Optika équipé de la caméra Optika 4083.11 LT avec différents grossissements.



Figure 57. Microscope optique métallographique Optika B-500 MET (Laboratoire LGEM).

4.1.2. Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique qui fournit des informations à haute résolution de la surface d'un échantillon en utilisant le principe d'interaction électrons-matière.

Lorsqu'un faisceau d'électrons est incident sur un échantillon (Figure 58), on a plusieurs types d'interactions électron-matière ou effets qui se produisent :

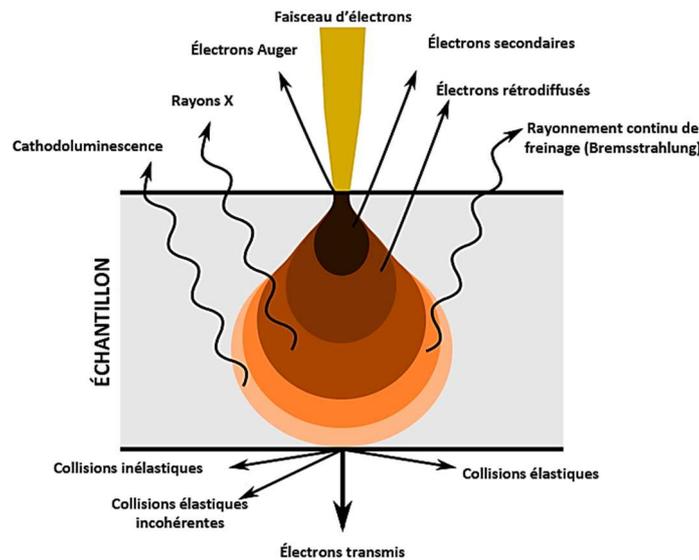


Figure 58. Emissions dues aux interactions d'un faisceau d'électrons avec un échantillon métallique.

- Electrons Auger, qui sont des électrons émis lors de la désexcitation d'un atome de l'échantillon. Ces électrons permettent l'analyse élémentaire de surface.
- Rayons X, caractéristiques des atomes dans l'échantillon et qui résultent des transitions électroniques dans l'échantillon dues au bombardement avec les électrons. Les rayons X sont utilisés pour l'analyse EDX (Energy-Dispersive X-ray spectroscopy).
- Cathodoluminescence, qui est l'émission de la lumière visible suite au bombardement par le faisceau électronique. Ce rayonnement est particulièrement utilisé en géologie, et donne des informations sur les niveaux électroniques de l'échantillon.
- **Electrons secondaires, produits par ionisation (interaction inélastique électron-électron) et permettent d'obtenir des informations sur la topographie de la surface.**
- Electrons rétrodiffusés. Ils sont produits par interaction élastique, c'est-à-dire, interaction ou collision des électrons du faisceau incident avec le noyau des atomes de l'échantillon et permettent d'obtenir un contraste chimique de surface.
- Rayonnement continu de freinage (Bremsstrahlung) qui est un rayonnement électromagnétique créé par un ralentissement de charges électriques.

- Collisions inélastiques, utilisées en EELS (Energy Electron Loss Spectroscopy) qui est une technique d'analyse élémentaire complémentaire de l'EDX et permet l'analyse des éléments légers.
- Collisions élastiques incohérentes.
- Electrons transmis. Ils sont utilisés en microscopie électronique en transmission (MET) pour faire de l'imagerie.
- **Collisions élastiques (électrons diffractés) qui permettent d'obtenir des informations sur la cristallographie de l'échantillon par diffraction des électrons.**

Dans notre étude on s'intéresse à des informations sur la topographie de l'échantillon en utilisant les électrons secondaires (SE), des informations cristallographiques via la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD).

4.1.3. Diffraction des rayons X (DRX)

Afin de révéler les phases existantes et la présence changements cristallins causés par le tréfilage nous avons utilisé la technique de diffraction des rayons X.

L'acier est un matériau polycristallin formé des grains ou chaque grain est en fait un monocristal constitué d'un empilement régulière d'atomes Cet empilement peut être décrit par des ensembles de plans cristallins définis par une distance d_{hkl} qui dépend des indices de Miller h , k , l . Cette distance d_{hkl} est mesurable par la diffraction des rayons X par la loi de Bragg:

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin\theta \quad (17)$$

Avec :

λ - longueur d'onde du rayonnement X,

n - ordre de diffraction,

d_{hkl} - distance interréticulaire qui sépare deux plans de même famille $\{hkl\}$,

θ - angle de diffraction.

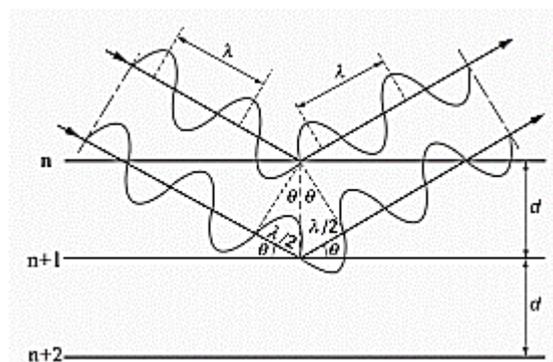


Figure 59. Illustration schématique de la loi de Bragg.

La diffraction des rayons X est une diffusion cohérente des photons X du faisceau incident sur les électrons des atomes du réseau périodique qui composent l'échantillon analysé. Chaque atome du matériau constitue alors une source secondaire de photons X en phase avec les

photons primaires. En effet les pics de diffraction X représentent des figures d'interférence (cônes de diffraction) de ces sources photoniques enregistrés par un détecteur. C'est donc la structure atomique (sa position relative) du matériau qui est analysée par la technique DRX.

Tous les diffractogrammes de cette étude sont réalisés sur un diffractomètre de type Bruker D8 Advance. La production des rayons X se fait par une anticathode en cuivre avec une longueur d'onde $\lambda_{K_{\alpha}} = 1,5406 \text{ \AA}$



Figure 60. Diffractomètre Bruker D8 Advance.

4.2. Evolution de la texture cristallographique

4.2.1. Diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD)

La diffraction des électrons rétrodiffusée (en anglais Electron Back-Scatter Diffraction-EBSD ou encore Backscatter Kikuchi Diffraction ou BKD) ^{[95][96]} est une technique installée dans un microscope électronique à balayage très utilisée en particulier en métallurgie ^[97] pour caractériser et obtenir des informations microstructurales quantitatives à propos de la nature cristallographique de la plupart des matériaux cristallins. Elle détermine l'orientation cristallographique (Cartographie d'orientation cristalline dans la figure 61), la taille des grains, les joints de grain, la texture et les différentes phases du matériau ^[98].

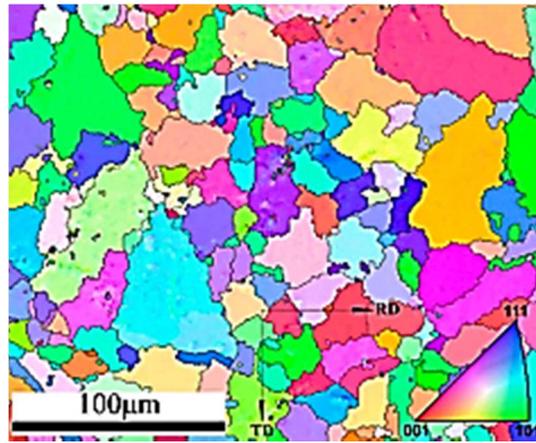


Figure 61. Exemple d'une cartographie d'orientation

Le principe de la mesure consiste à focaliser un faisceau d'électrons sur le grain dont on souhaite connaître l'orientation. Les électrons rétrodiffusés, en incidence de Bragg avec les plans réflecteurs environnants vont diffracter selon deux cônes de diffraction, pour chaque plan réflecteur. L'intersection de ces cônes avec un écran de détection, forme des hyperboles assimilables à des droites. L'ensemble constitue le diagramme de Kikuchi (Figure 62). Une indexation par référence à des structures existantes des différentes droites permet de déterminer l'orientation cristallographique du grain connaissant sa structure cristalline.

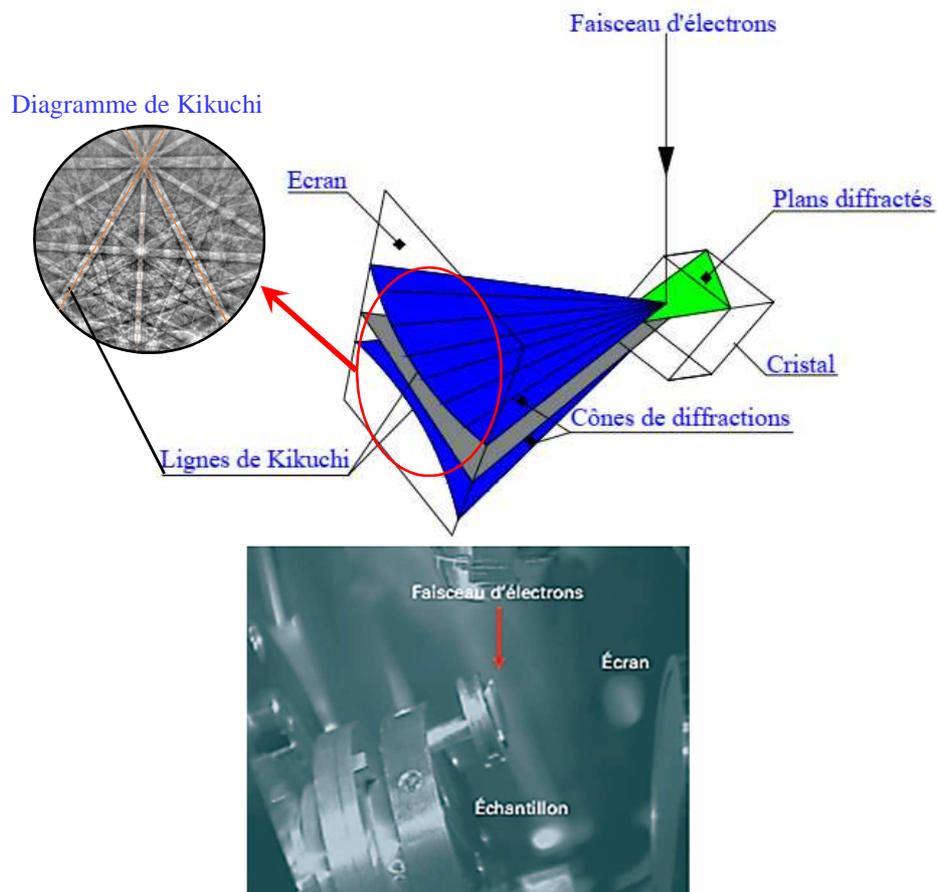


Figure 62. Principe de formation de diagramme de Kikuchi.

Le traitement des données est effectué à l'aide du programme OIM™ (Orientation Imaging Microscopy) de la compagnie TSL, qui indexe automatiquement les diagrammes de diffraction.

4.2.2. Kernel Average Misorientation (KAM).

Afin de quantifier les désorientations locales dans un grain, on utilise le 'Kernel Average Misorientation (KAM)'. Le KAM représente la moyenne des désorientations entre le pixel analysé et les pixels du kernel (Figure 63) en excluant les désorientations supérieures à un angle limite correspondant à l'angle de désorientation seuil de définition d'un joint de grain [99].

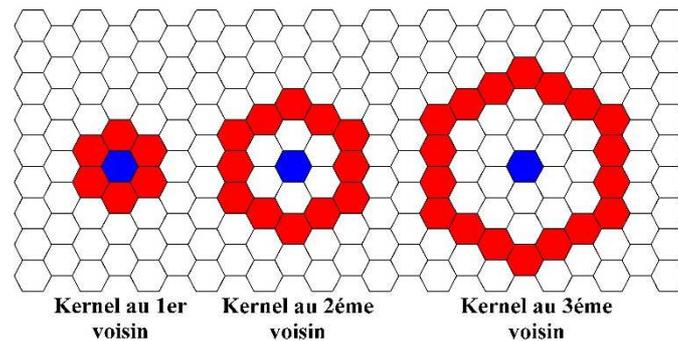


Figure 63. Kernel Average Misorientation (KAM) [99].

Un microscope Zeiss 940 couplé au système EBSD-TSL EDAX est utilisé dans cette étude (Figure 64).

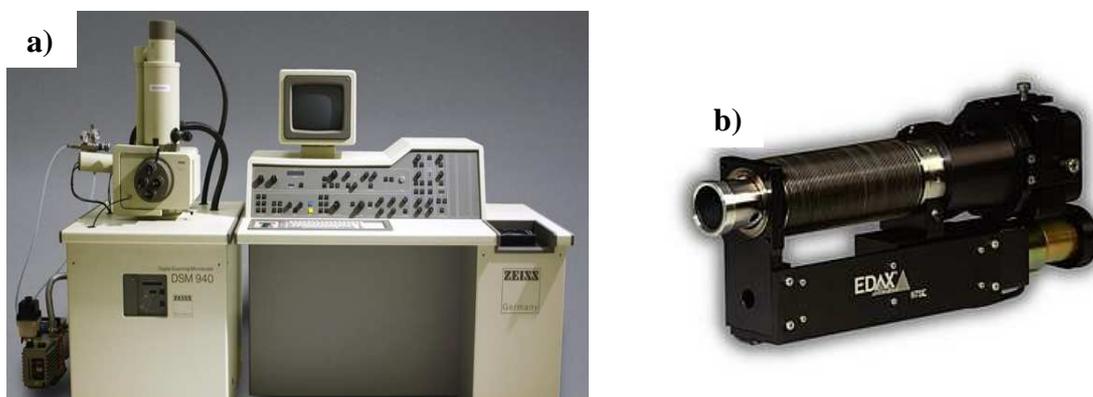


Figure 64. Technique EBSD, a) MEB Zeiss 940 et b) Caméra d'acquisition EBSD-TSL EDAX.

4.3. Étude du comportement mécanique

4.3.1. Essai de la micro-dureté Vickers

La dureté d'un métal définit la résistance qu'oppose une surface du métal à la pénétration par un autre corps plus dur. La mesure de dureté Vickers se fait avec une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre les deux faces opposées égal à 136° . L'empreinte a donc la forme d'un carré ; on mesure les deux diagonales d_1 et d_2 de ce carré à l'aide d'un appareil optique. On obtient la valeur d en effectuant la moyenne de d_1 et d_2 . C'est d qui sera utilisé pour le calcul de la dureté. La force et la durée de l'appui sont normalisées.

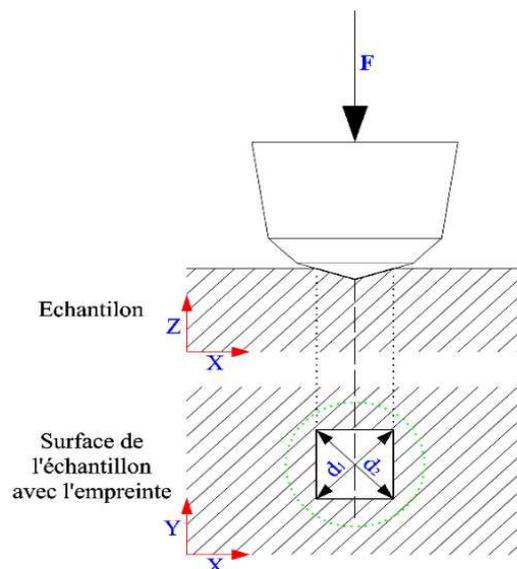


Figure 65. Principe de dureté

$$Hv = 0.189 \times \frac{F_{Hv}}{d_{Hv}^2} \quad (18)$$

Ou :

F_{Hv} : Force appliquée et d_{Hv} : $(d_1+d_2)/2$.

Les mesures sont réalisées sous une charge de 500 g appliquée pendant 20 secondes à l'aide d'un micro-duromètre de marque Wolpert Wilson de laboratoire LGEM.

4.3.2. Essais de traction

L'essai de traction est l'essai mécanique le plus fréquemment utilisé. Il consiste à soumettre le fil d'acier à étudier à deux efforts F de tension de sens opposés et de même valeurs absolues. La ligne d'action étant confondue avec l'axe de symétrie ou de rotation de l'éprouvette. On mesure instantanément l'allongement Δl , correspondant.

Une machine de traction est constituée d'un bâti portant une traverse mobile. L'éprouvette de traction, vissée ou enserrée entre des mors, selon sa géométrie, est amarrée à sa partie inférieure à la base de la machine et à sa partie supérieure à la traverse mobile (dans le cas d'une machine

mécanique) ou au vérin de traction (dans le cas d'une machine hydraulique). Le déplacement de la traverse vers le haut réalise la traction. Une machine de traction comporte une cellule de charge, qui permet de mesurer l'effort appliqué à l'éprouvette et le déplacement de l'éprouvette peut être suivi de diverses façons. Les dispositifs expérimentaux sont généralement asservis et peuvent être pilotés à vitesse de montée en charge, à charge constante, à vitesse de déformation constante, etc. selon ce qui peut être proposé par le système de pilotage.

Tous les essais sont réalisés selon la norme NF EN ISO 6892-1:2016 par une machine de type Zwick/Roell Z250.



Figure 66. Machine de traction (Zwick Roell Z250) (Laboratoire Trefisoud).

4.3.3. Essai de torsion simple

Essai de torsion simple (Figure 67) consiste à mesurer le nombre de tours de torsion avant rupture, sur une longueur normalisée égale à 100 fois le diamètre du fil.

L'essai de torsion le plus usuel, consiste à tordre le fil dans un seul sens jusqu'à la rupture, à repérer la capacité de déformation en comptant le nombre de tours, qui est ensuite rapporté à la longueur de l'éprouvette ; de cette façon c'est l'allongement de rupture de la fibre extérieure qui est mesuré.

L'essai de torsion est particulièrement sensible aux défauts superficiels qui jouent un grand rôle dans la plupart des emplois des fils métalliques.

Un fil est sollicité en torsion simple lorsque le torseur de cohésion s'écrit sous la forme :

$$\{\tau_{coh}\}_G = \begin{Bmatrix} 0 & M_t \\ 0 & 0 \\ 0 & 0 \end{Bmatrix}_G \quad (19)$$



Figure 67. Principe de torsion simple.

Chapitre III

Résultats

&

Discussions

Section 1



Evolution microstructurale

1. Evolution de la microstructure

1.1. Analyse microscopique

1.1.1 Observation par microscopie optique

a. Acier C68D-2

L'observation au microscope optique de la surface du fil machine de de la nuance C68D-2 (Figure 68-a) montre une microstructure biphasée relativement homogène de ferrite (grains clairs) et de perlite (grains sombres). La proportion de perlite est très grande à celle de ferrite ce qu'est en accord avec la teneur moyenne en carbone de cette nuance d'acier ^[103]. Les grains de ferrite apparaissent en gamme de couleurs de blanc à gris causée par des caractéristiques de la caméra et par l'aptitude de chaque grain à l'attaque chimique (les grains les plus sombres sont les plus attaqués). Chaque grain perlitique est composé de la ferrite avec des lamelles de cémentite et l'ensemble des grains constitue une colonie (Figure 68-b).

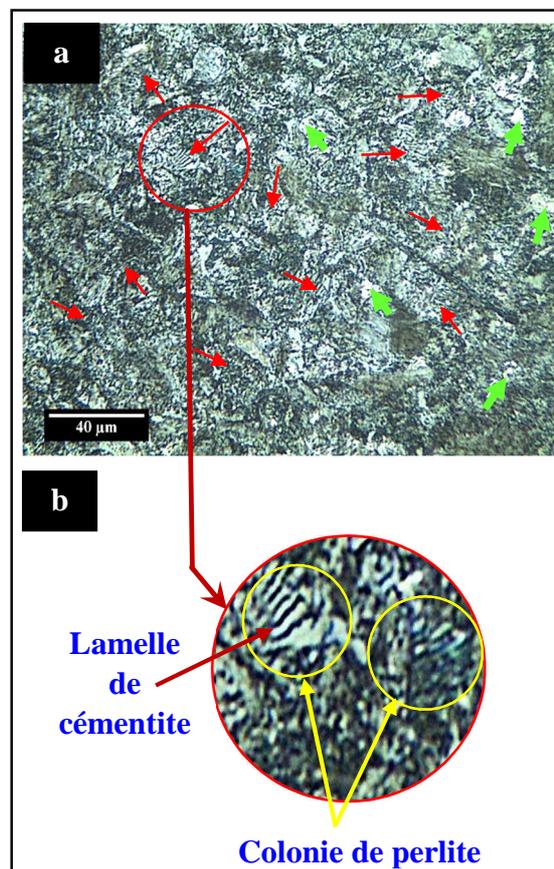


Figure 68. Micrographie optique de section longitudinale de fil machine en acier C68D (\varnothing 5.5 mm) → exemples grains Ferrite, → exemples grains perlite.

Au cours de la déformation par tréfilage, les grains ferritique et perlitique s'orientent et allongent vers la direction de tréfilage DT (Figure 69) et les fils prennent une microstructure fibreuse texturée appelée texture de tréfilage ^[14].

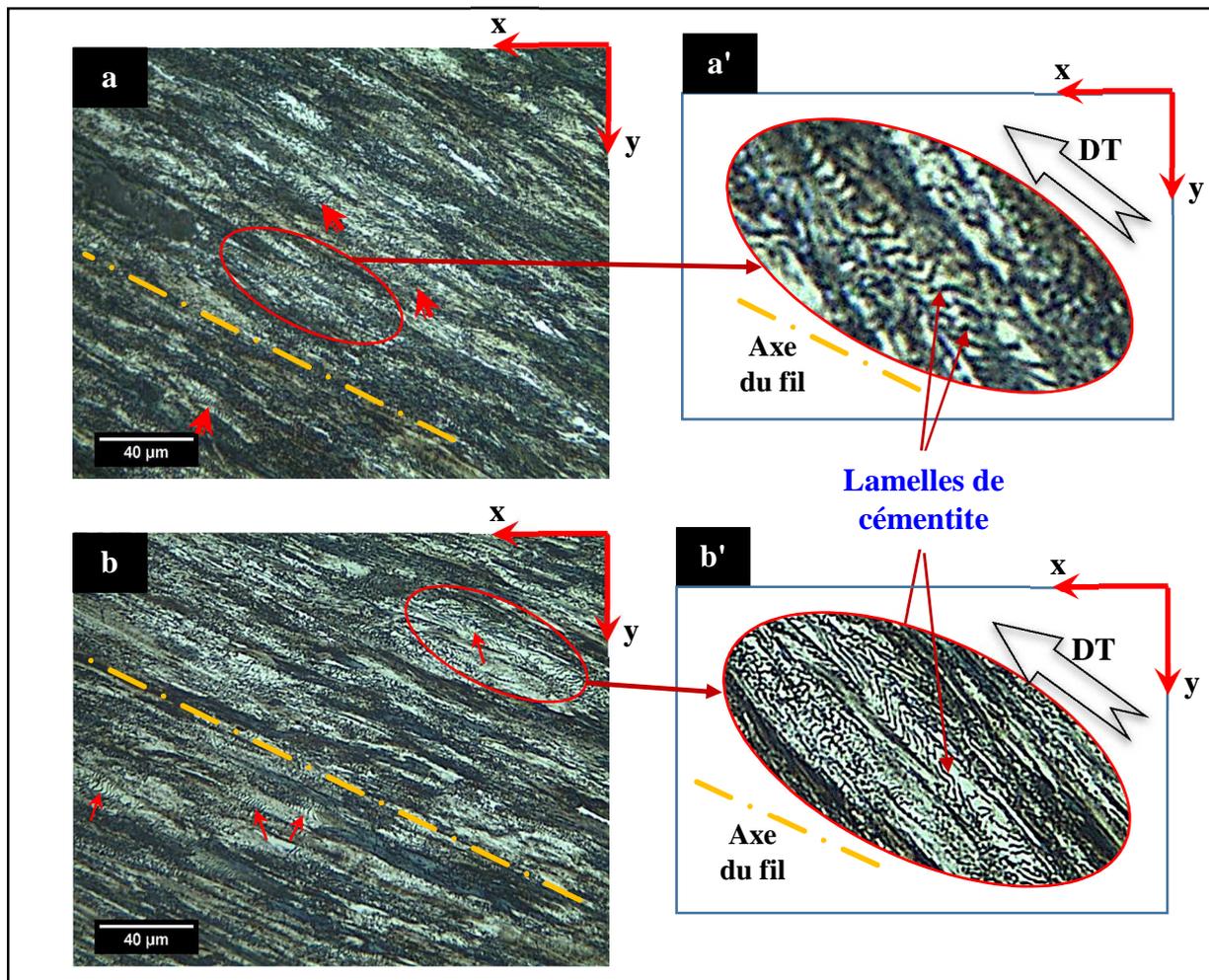


Figure 69. Micrographies optiques de section longitudinale des fils tréfilés d'acier C68D.

a) $\varepsilon_r=43.6\%$ et b) $\varepsilon_r=60\%$.

Les figures 69 a' et b' montrent la déformation des grains de la perlite causée par le tréfilage ou les lamelles de cémentite de chaque grain prennent une forme probablement due à sa première position par rapport à l'axe du fil (AF) [74].

b. Acier D45

La figure 70 présente une micrographie optique de la section longitudinale du fil machine de la nuance D45-2. Cette micrographie montre une microstructure biphasée composée de ferrite (phase claire) et de perlite (phase sombre) qu'est le constituant majeur et qu'est en accord avec la teneur moyenne en carbone de cette nuance d'acier.

La proportion de la perlite est moins par rapport à la nuance C68D-2.

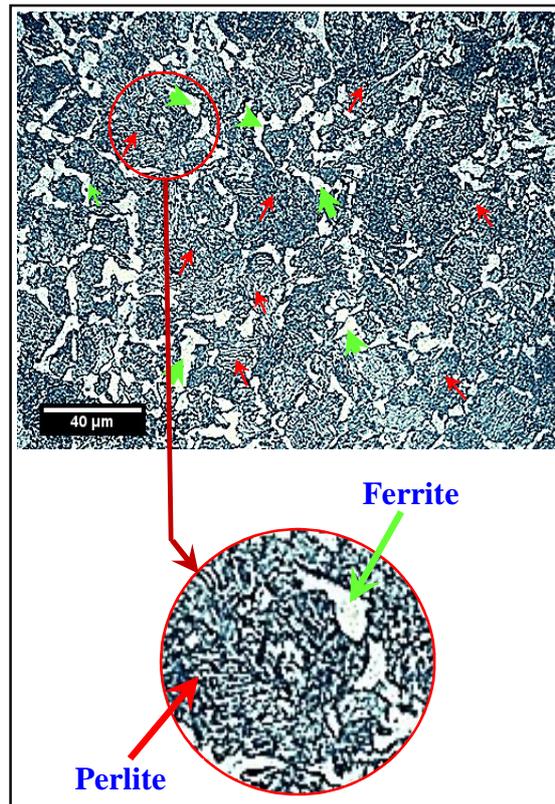


Figure 70. Micrographie optique de section longitudinale de fil machine en acier D45-2 (Ø 5.5 mm) → exemple des grains ferritique, → exemple des grains perlitique.

Les micrographies optiques de la figure 71 présentent l'état tréfilé des fils de nuance D45-2. on remarque que les grains ferritiques et perlitiques s'orientent et s'allongent vers la direction de tréfilage ^[78].

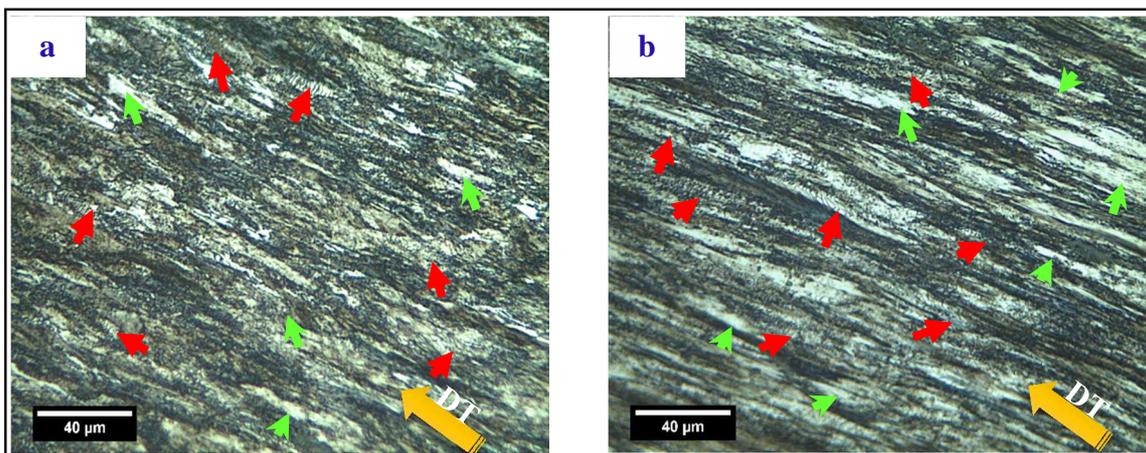


Figure 71. Micrographies optiques de la section longitudinale des fils tréfilés en acier D45-2. a) $\epsilon_r=57.27\%$ et b) $\epsilon_r=74.54\%$.

1.1.2. Observation au microscope électronique à balayage

a. Acier C68D-2

La figure 72 présente une micrographie MEB du fil machine de la nuance C68D-2. Nous pouvons remarquer que la microstructure est composée de la perlite lamellaire majoritaire (colonies) et la ferrite minoritaire et ça confirme les résultats de l'observation optique. Chaque colonie de perlite a sa propre direction lamellaire. Les lamelles de cémentite sont présentées par la couleur claire et la ferrite par la couleur sombre. Deux morphologies de perlite peuvent être observées, l'une avec des lamelles droites (PLD) et l'autre avec des lamelles bouclées (PLB) (Figure 72-a). La microstructure globale est homogène sans aucun signe de déformation plastique et les grains sont équiaxes avec une texture cristallographique et des orientations des lamelles de cémentite aléatoires.

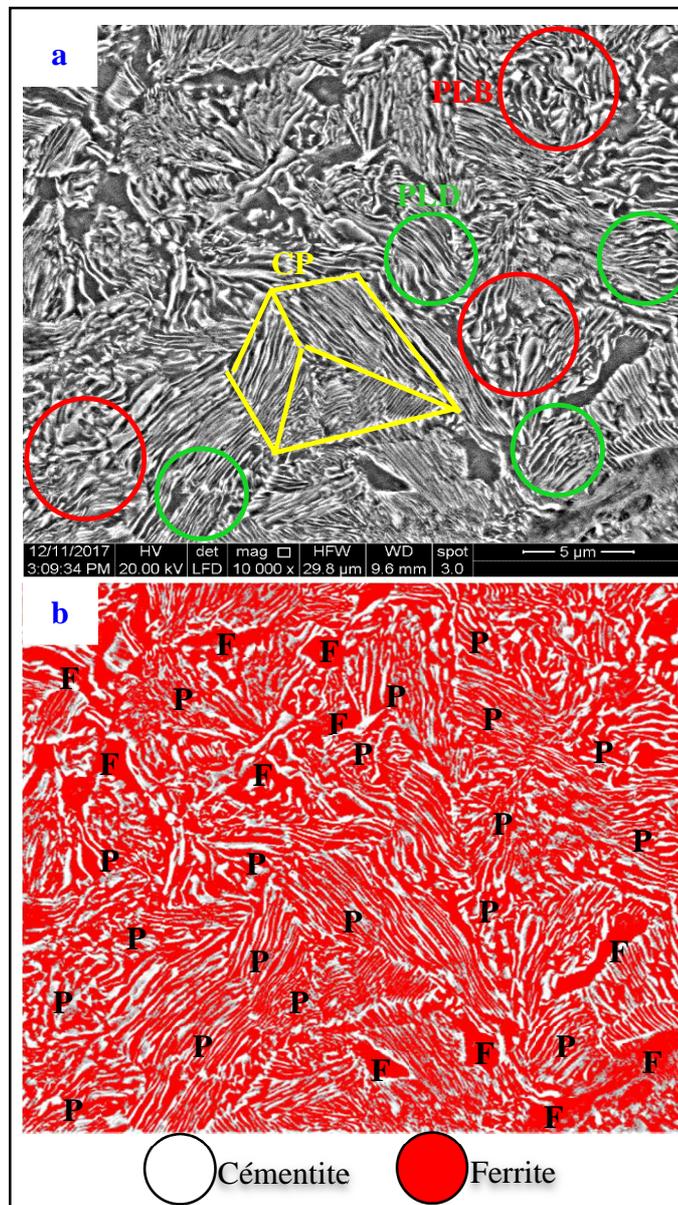


Figure 72. Micrographie MEB de la section longitudinale de fil machine en acier C68D-2 (Ø 5.5 mm) a) Micrographie MEB, b) Illustration des composés (traitée par ImageJ).

Les conséquences de tréfilage pour deux taux de déformation différents sur la microstructure de fil machine sont présentées dans la figure 73. Nous pouvons constater que la morphologie (colonies perlitique et grains ferritiques) des fils tréfilés est complètement différente à celle de fil machine. Après le tréfilage, les colonies de perlite ont été changées d'une manière constatable ou plusieurs types de changement de morphologie lamellaire sont constatés avec une orientation progressive vers la direction de tréfilage (DT) et parallèlement à l'axe du fil (AF) [78][79].

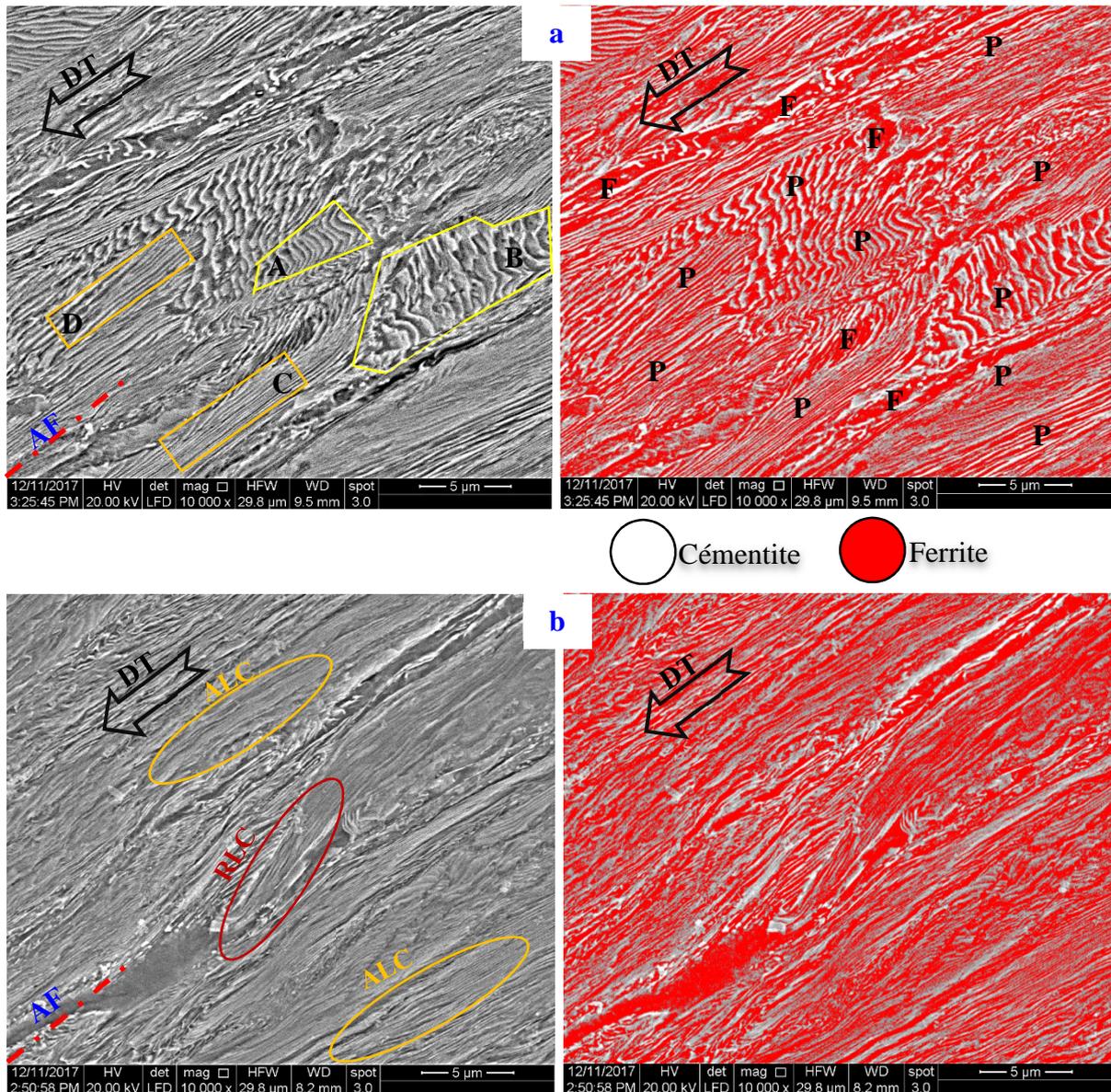


Figure 73. Micrographies MEB de la section longitudinale des fils tréfilés en acier C68D-2.
a) $\epsilon_T=43.6\%$ et b) $\epsilon_T=60\%$.

A 43.6% de déformation (Figure 73-a), les lamelles de cémentite comportent quatre morphologies différentes qui sont : A- courbées (LCC), B- pliées (LCP), C-fines (LCF) et D-alignées (ALC) avec la direction de tréfilage **DT**. Cette différence de comportement entre les

lamelles de cémentite est due à l'orientation initiale (avant tréfilage) des lamelles de chaque grain perlitique par rapport à la direction du tréfilage. On observe aussi le cisaillement des lamelles de cémentite (**CLC**) dans certaines régions du fil (Figure 73-a) causé par tréfilage à 43.6 % de réduction et à 60% de réduction, ces lamelles s'orientent vers la direction de tréfilage par l'effet de rotation (**RLC**). La distance inter-lamellaire (**DI**) diminue avec le taux de déformation et la microstructure est devenue fibreuse [14].

A 60 % de déformation (Figure 73-b) les lamelles de cémentite s'orientent et s'alignent avec la direction de tréfilage DT [80].

La figure 74 schématise les différents changements des lamelles de cémentite issus de tréfilage à 43.6 % et 60 % de déformation.

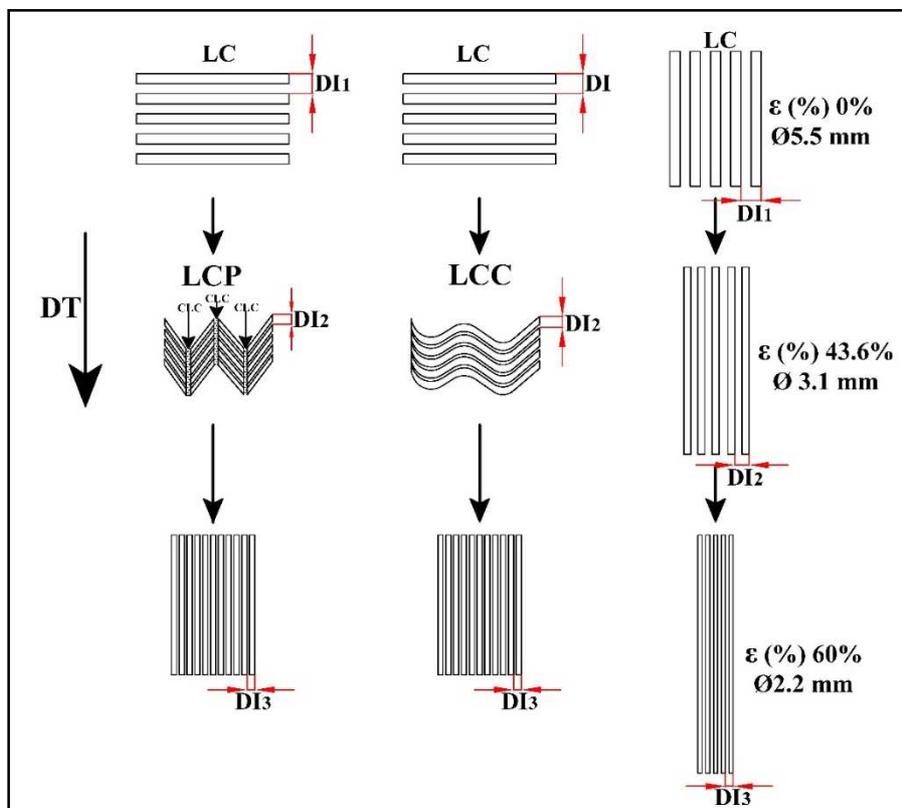


Figure 74. Représentation schématique de différents comportements des lamelles de cémentite au cours de tréfilage.

b. Acier D45

La figure 75 présente une micrographie MEB du fil machine de la nuance D45-2. Nous pouvons remarquer que la microstructure est composée de deux phases (ferrite (**F**) et perlite (**P**)). Chaque colonie de perlite a sa propre direction lamellaire. Les lamelles de cémentite sont présentées par la couleur claire et la ferrite par la couleur sombre. Deux morphologies de perlite peuvent être observées, l'une avec des lamelles droites (**PLD**) majoritaire et l'autre avec des lamelles bouclées (**PLB**) (Figure 75-a). La microstructure globale est homogène sans aucun signe de déformation plastique et les grains sont équiaxes avec une texture cristallographique et des orientations des lamelles de cémentite aléatoires.

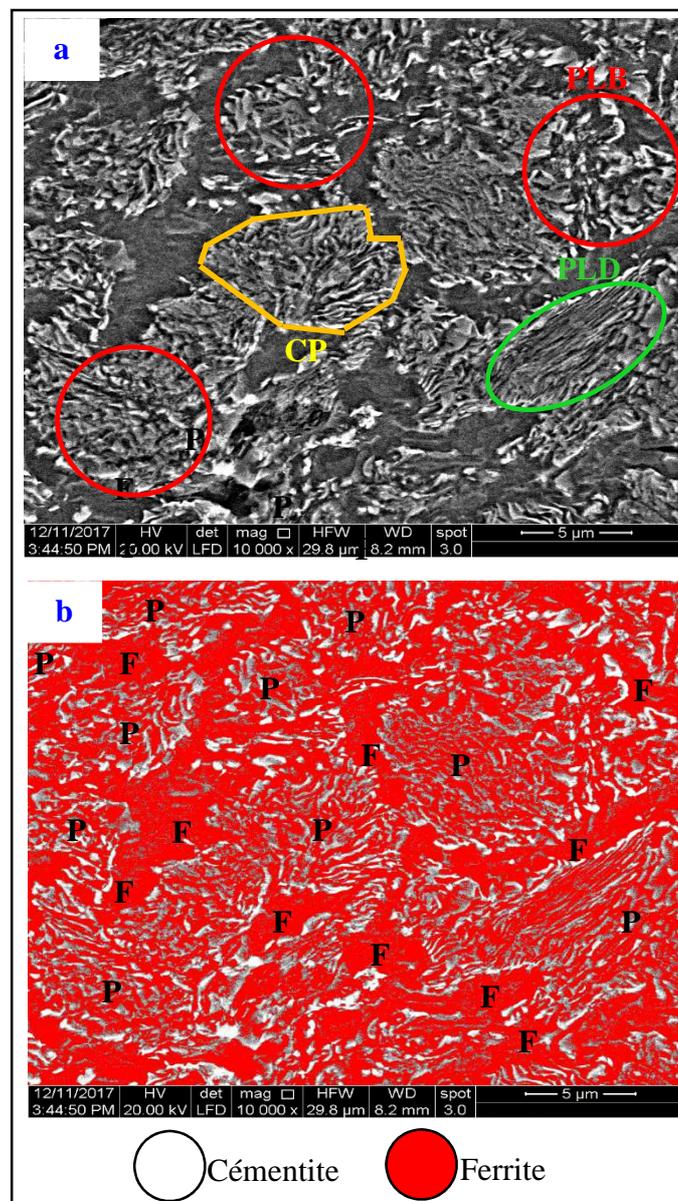


Figure 75. Micrographie MEB de la section longitudinale de fil machine en acier D45-2 (\varnothing 5.5 mm) a) Micrographie MEB, b) Illustration des composés (traitée par ImageJ).

1.2. Analyse par EBSD

1.2.1. Etats non tréfilés

Les cartographies de microstructure reconstruites par OIM Analysis des fils machines de deux nuances (C68D-2 et D45-2) sont présentées sur la Figure 77 et montrent des distributions aléatoires des grains sur les deux zones étudiées (Bords et centres des fils).

Les distributions des tailles de grains (DTG en diamètre) calculées par OIM pour les deux zones des fils machines montrent une distribution des tailles étalées dans les centres des fils (entre 0,41- 25,788 μm pour l'acier C68D-2 et 0,335-32.206 μm pour l'acier D45-2) par rapport aux bords (entre 0,408-14,139 μm pour l'acier C68D-2 et 0,330-17,962 μm pour l'acier D45-2). Cette différence de tailles de grains est due à la vitesse de refroidissement après la coulée continue des fils machine, qu'est lente aux centres par rapport aux bords des fils.

Pour l'acier C68D-2, une fraction surfacique de 1/5 est occupée par des grains de taille de l'ordre de 13,43 μm au centre du fil et une fraction 1/6 par de grains de taille de 6,70 μm au bord du fil.

Pour l'acier D45-2, une fraction surfacique de 1/5 est occupée par des grains de taille de 15,66 μm dans le centre du fil et une fraction 1/5 par de grains de taille de 9,56 μm .

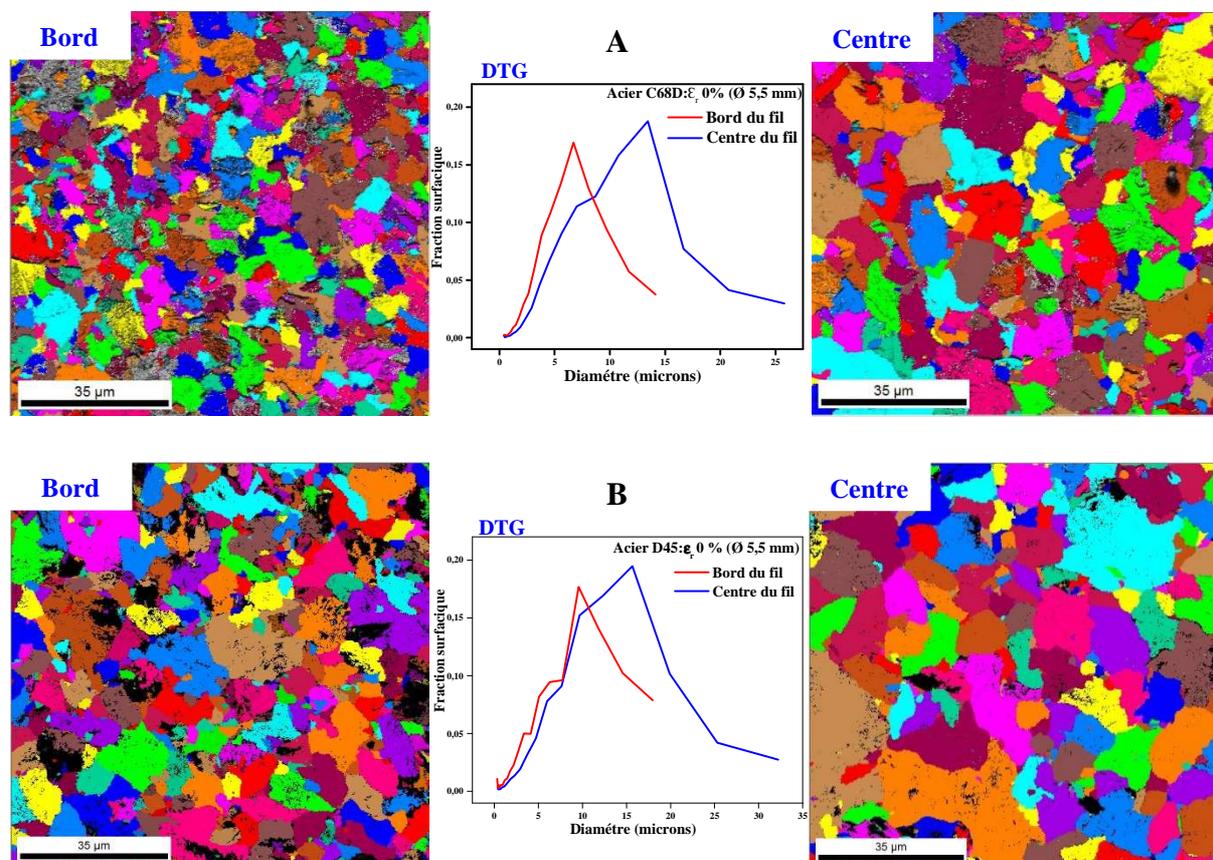


Figure 77. Cartographies de microstructure construite par OIM et distributions des tailles de grains (DTG) calculées par EBSD des fils machines :A) C68D, B) D45-2.

1.2.2. Etats tréfilés :

La figure 78 présente les cartographies de microstructure des fils tréfilés (aux centres et aux bords) de l'acier C68D-2 ($\epsilon_r=43,6\%$) et de l'acier D45-2 ($\epsilon_r=57,27\%$). On remarque que les grains sont allongés et orientés vers la direction DT pour les deux nuances. Cet allongement est dû à l'effet mécanique de tréfilage. La distribution des tailles de grains (DTG) pour l'acier C68D-2 montre une certaine différence entre le centre et le bord (de 0,17 à 12,08 μm au centre et de 0,17 à 13,02 μm au bord). Par contre, pour la nuance D45-2, la distribution DTG est étalée au centre du fil déformé (de 0,18 à 32,59 μm) par rapport au bord du fil (de 0,18 à 14,96 μm).

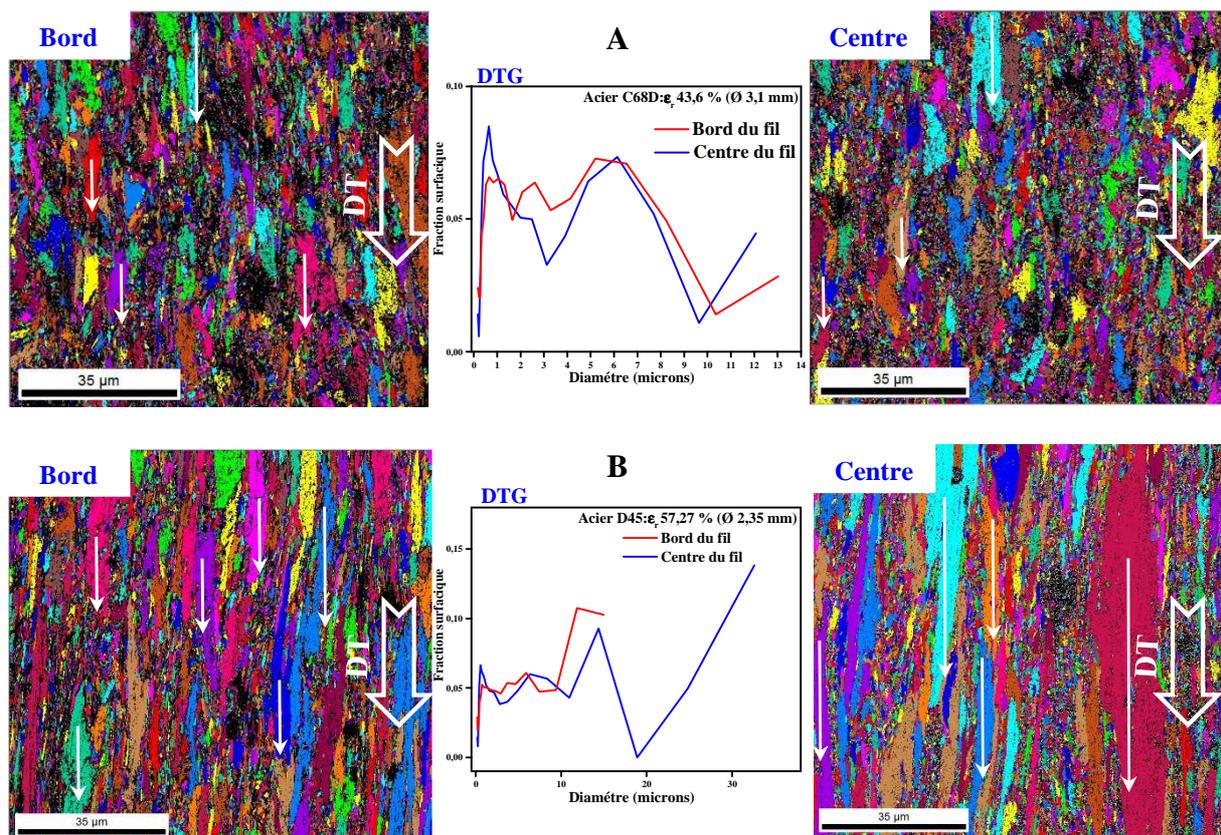


Figure 78. Cartographies de microstructure construites par OIM et distributions des tailles de grains (DTG) calculées par EBSD des fils tréfilés :A) C68D-2 ($\epsilon_r=43,6\%$), B) D45-2 ($\epsilon_r=57,27\%$).

Les plus grandes fractions surfaciques des fils déformés en aciers C68D-2 et D45-2 sont occupées par des grains de taille de 0,64, 32,59 respectivement aux centres et 5,2, 11,85 aux bords des fils.

Après un taux de déformation de 60 % pour l'acier C68D-2 et 74,5 % pour l'acier D45-2, les grains continuent à s'orienter et allonger avec la direction DT (Figure 79). La distribution DTG est étalée au centre (de 0,18 à 14,47 μm) par rapport au bord du fil (de 0,18 à 8,01 μm) de l'acier D45-2.

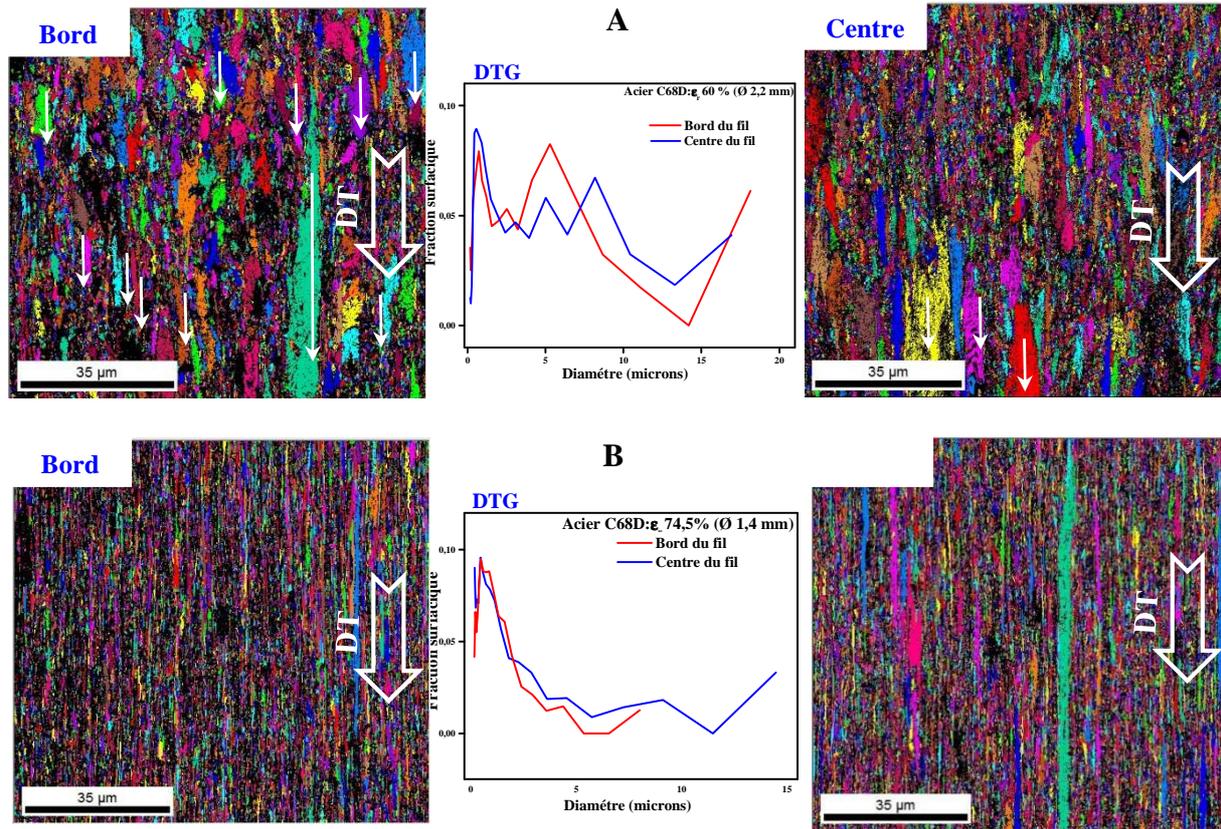


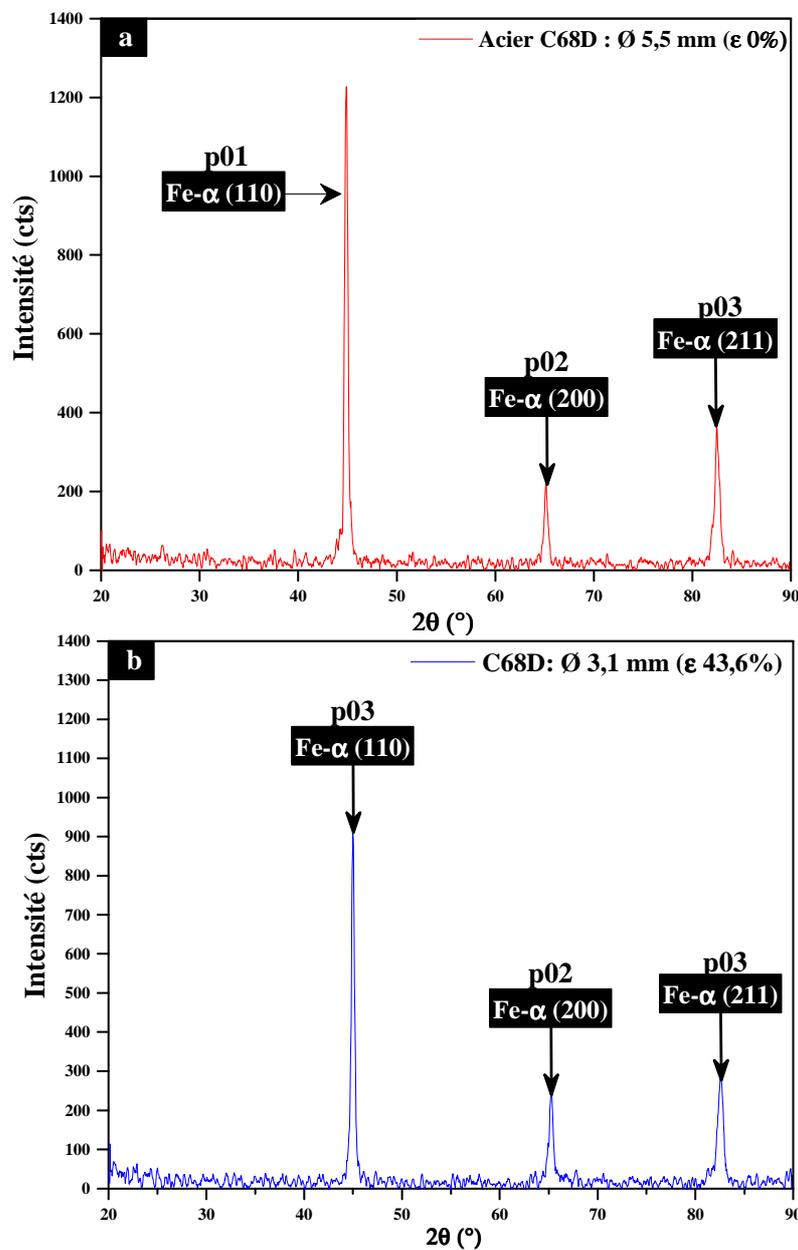
Figure 79. Cartographies de microstructure construites par OIM et distributions des tailles de grains (DTG) calculées par EBSD des fils tréfilés :A) C68D-2 ($\epsilon_r=60\%$), B) D45-2 ($\epsilon_r=74.5\%$).

1.3. Analyse par la diffraction des rayons X

Afin d'étudier les changements structuraux issus de tréfilage, nous avons analysé trois fils de diamètres différents ($\emptyset 1$: état non tréfilé (FM), $\emptyset 2$: état tréfilé 1, $\emptyset 3$: état tréfilé 2 (produit final)) pour chaque nuance. Les diagrammes de diffraction RX de cette étude sont réalisés en configuration θ - 2θ et ont été enregistrés à température ambiante pour chaque fil.

a. Acier C68D-2

La figure 80 présente les diagrammes de diffraction RX de trois fils en acier C68D-2. Ces diagrammes de diffraction RX révèlent des pics de diffraction correspondant à une structure de type cubique centré (CC) pour les trois fils.



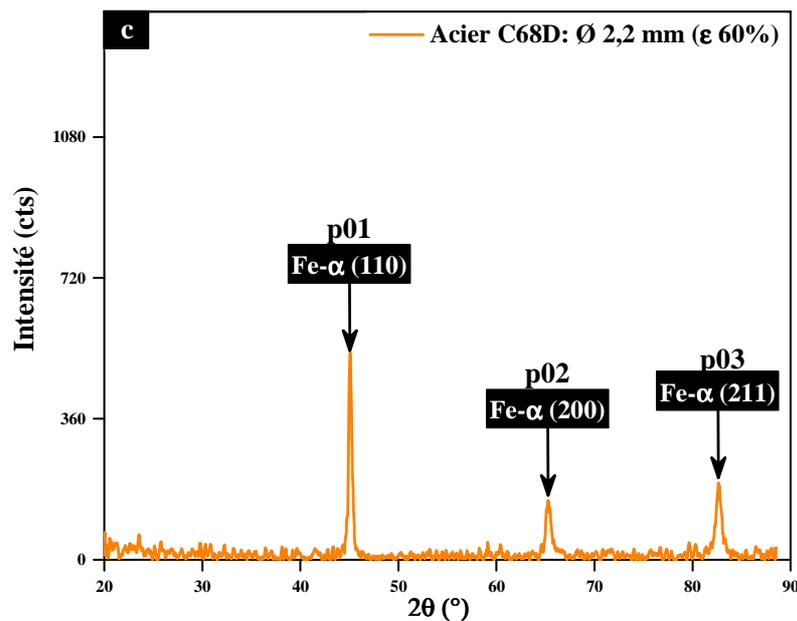


Figure 80. Diagrammes de diffraction RX des fils en acier C68D-2

a) $\epsilon_r = 0 \%$, b) $\epsilon_r = 43.6 \%$ et c) $\epsilon_r = 60 \%$.

La figure 81 présente la superposition de trois pics de diffraction (p01, p02 et p03) pour les trois fils étudiés. Le profil de chaque pic de diffraction est constitué de trois paramètres : la position angulaire, l'intensité et la largeur à mi-hauteur. Nous pouvons remarquer le changement de la position angulaire 2θ au cours de la déformation vers des grands angles. Ce changement est un signe de modification (Diminution) des paramètres cristallins (loi de Bragg). Cette diminution est due à la déformation de réseau cristallin et les contraintes résiduelles engendrées par l'effet de tréfilage.

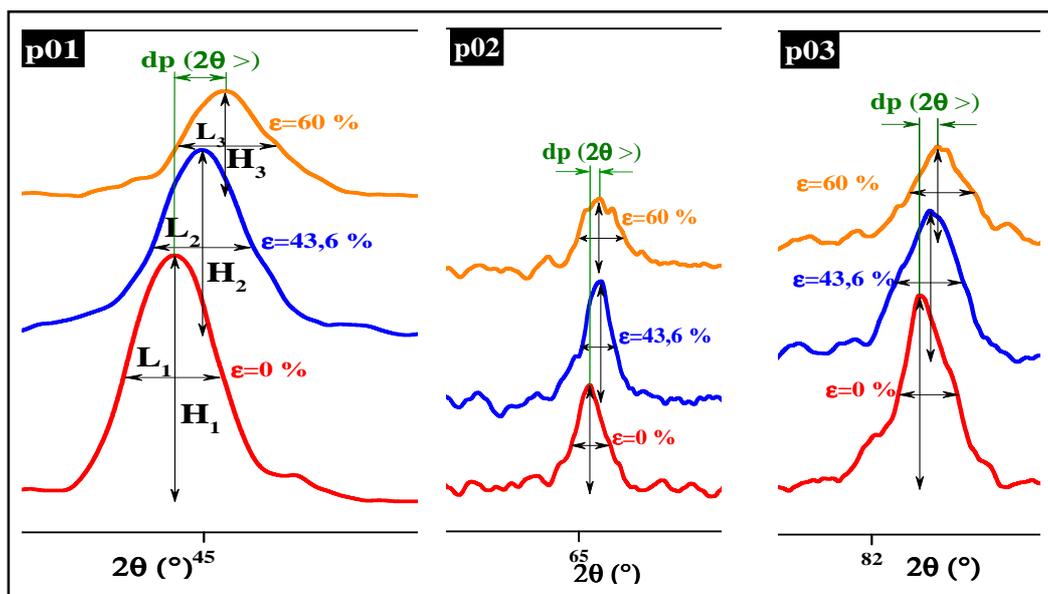
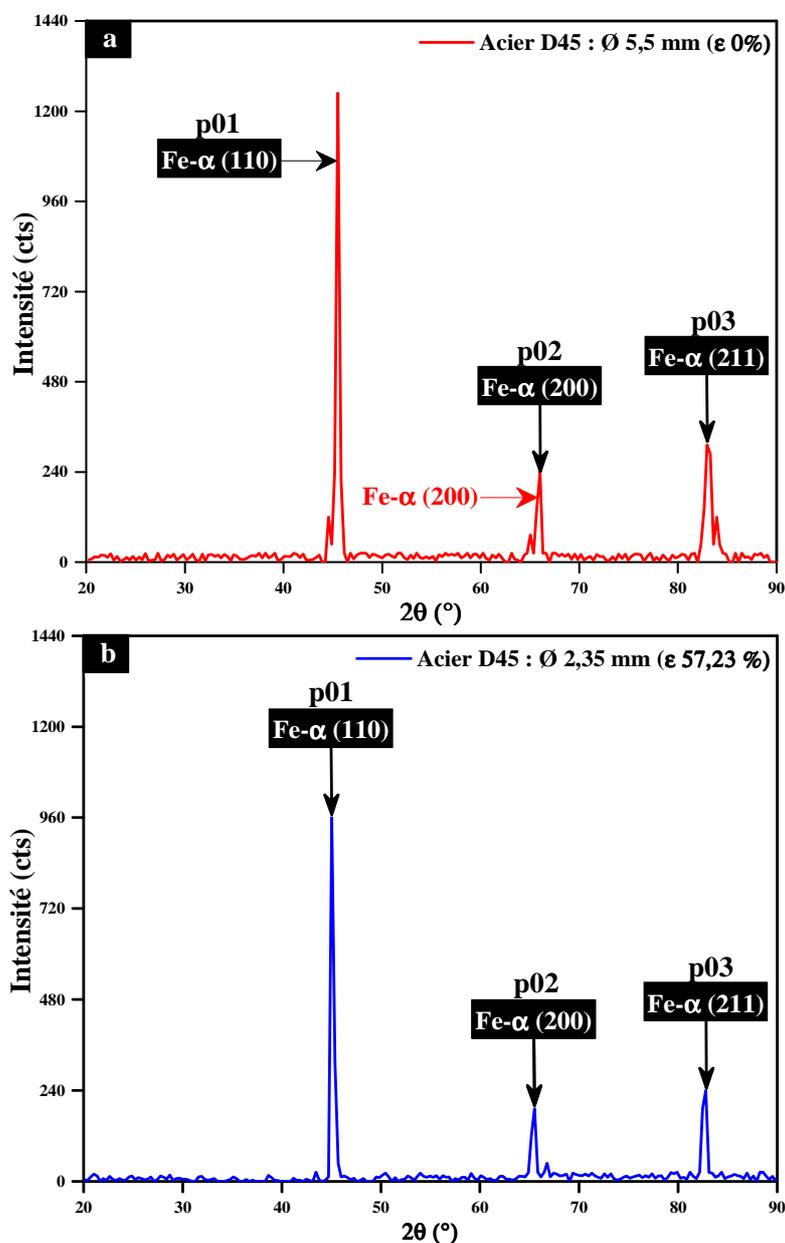


Figure 81. Superposition des pics de diffraction RX des fils d'acier C68D-2.

Nous pouvons remarquer aussi l'élargissement des pics de diffraction au cours de déformation dû aux micro-contraintes (contrainte propre de chaque cristallite) et la diminution des tailles de cristallites. La diminution de l'intensité diffractée est due principalement à l'augmentation de la densité de dislocation après déformation.

b. Acier D45-2.

La figure 82 présente les diagrammes de diffraction RX de trois fils en acier C68D-2. Ces diagrammes de diffraction RX révèlent des pics de diffraction correspondent à une structure de type cubique centré (CC) pour les trois fils.



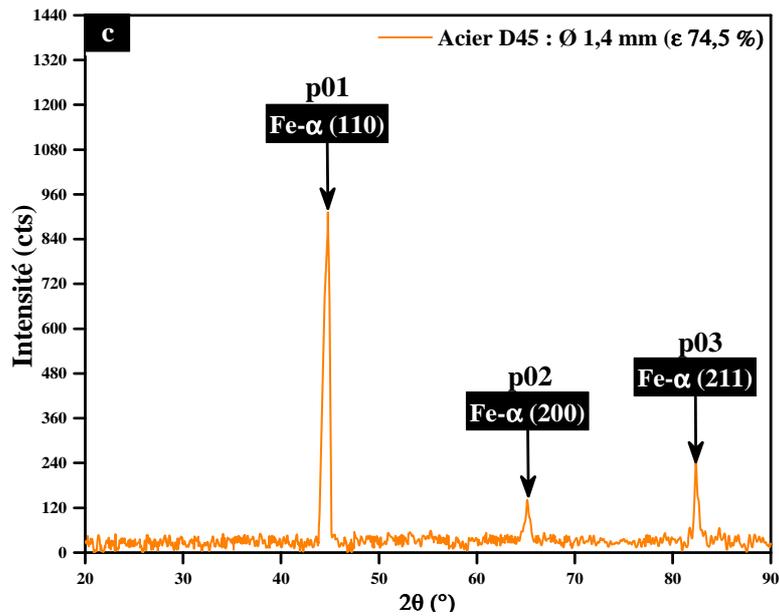


Figure 82. Diagrammes de diffraction RX des fils en acier D45-2

a) $\epsilon_r = 0 \%$, b) $\epsilon_r = 57.27 \%$ et c) $\epsilon_r = 74.5 \%$.

La figure 83 présente la superposition de trois pics de diffraction pour les trois fils étudiés. Nous pouvons remarquer le changement de la position angulaire 2θ au cours de la déformation vers des petits angles (dp). Ce changement est un signe de modification (Extension de réseau) des paramètres cristallins (Condition de Bragg). La diminution de l'intensité diffractée est due à la multiplication des dislocations et des défauts d'empilement.

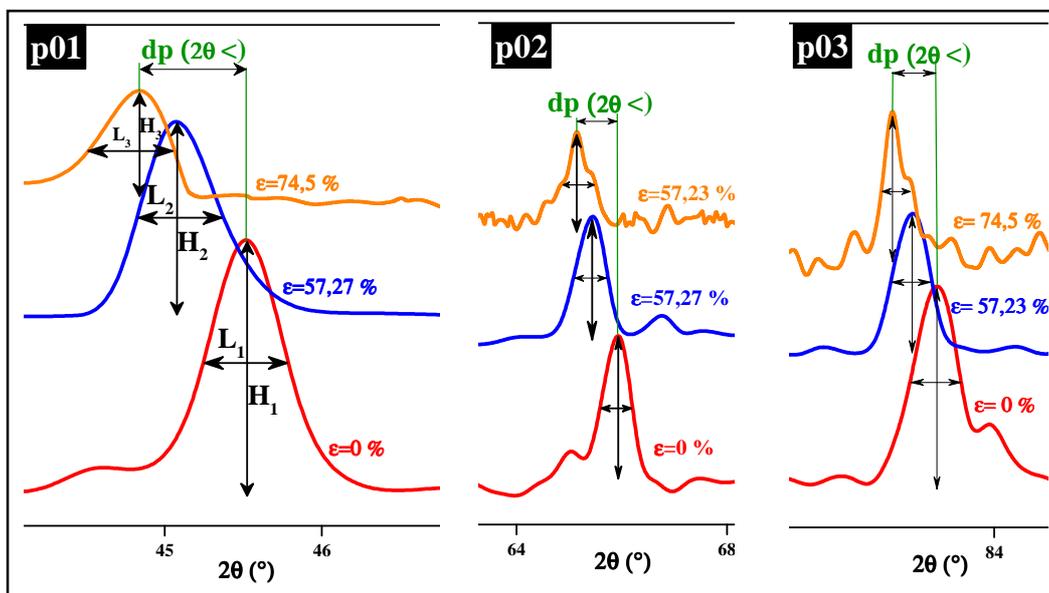


Figure 83. Superposition des pics de diffraction RX des fils d'acier D45-2.

Section 2



Evolution texturale

2. Evolution de la texture

2.1. Cartographies FDPI

2.1.1. Acier C68D-2

La figure 84 présente les cartographies EBSD d'orientation en figure de pole inverse construite par OIM Analysis de fil machine et de deux fils déformés avec différents taux de déformation en acier C68D-2.

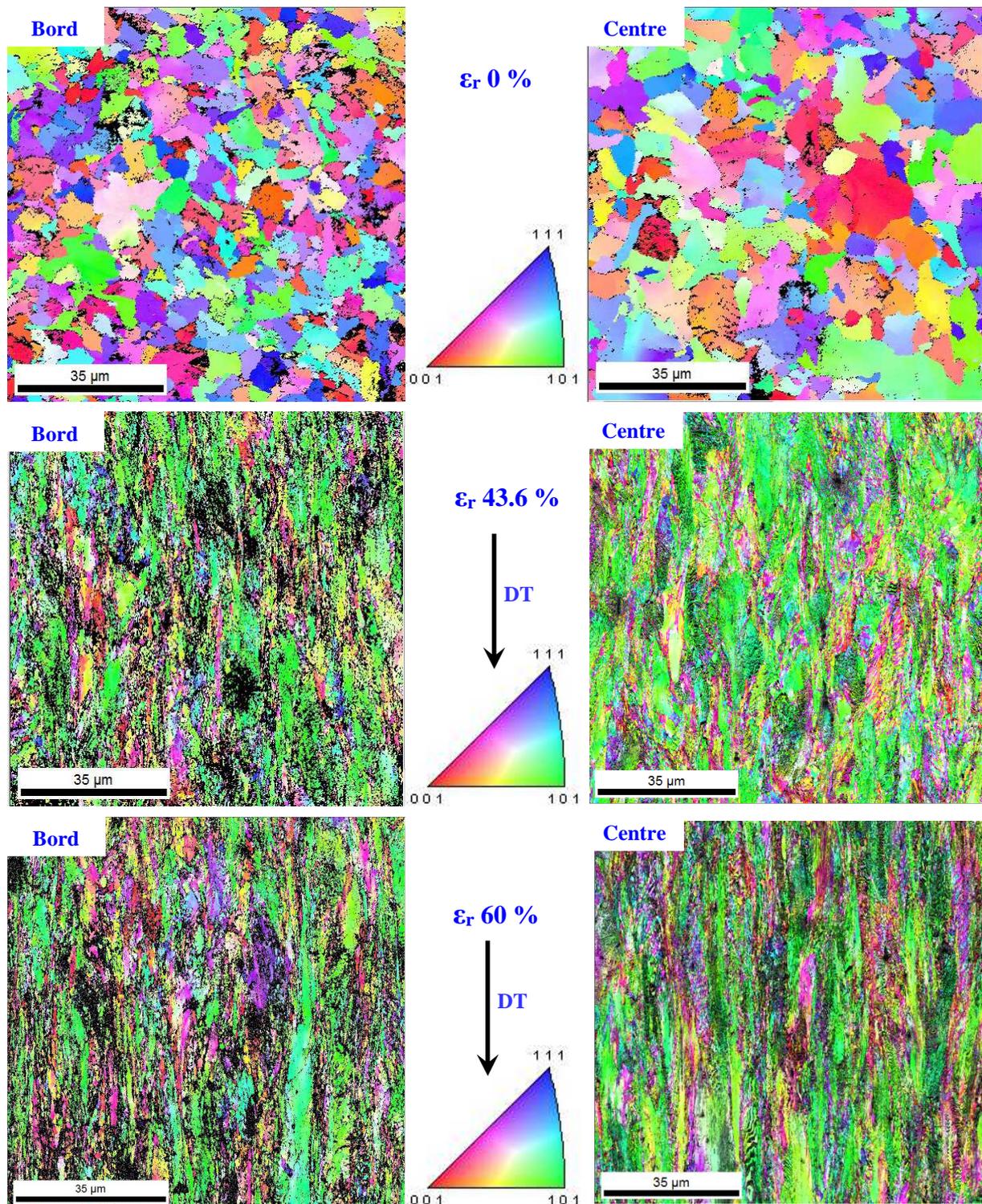


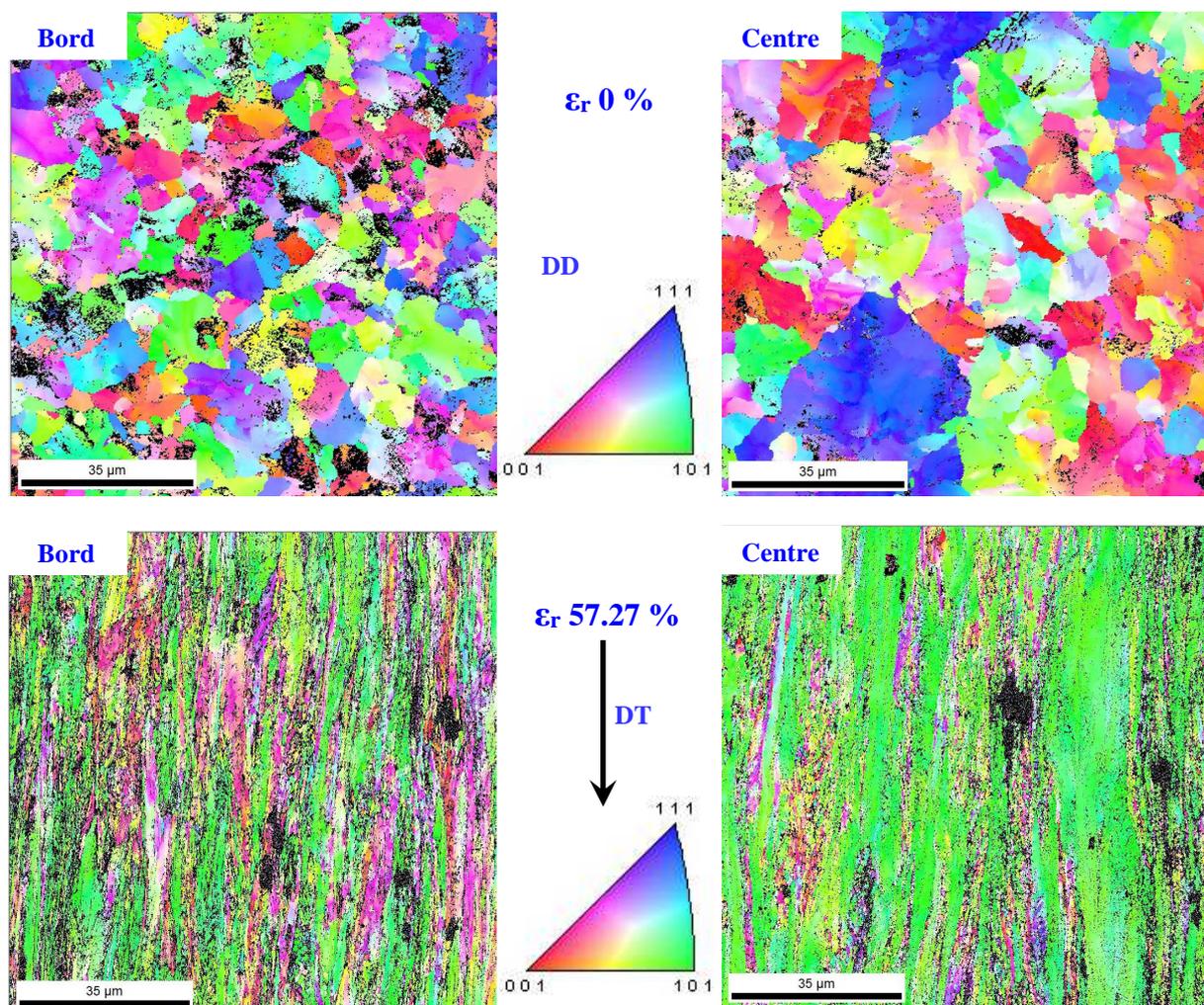
Figure 84. Cartographies EBSD en figure de pole inverse (IPF) des fils en acier C68D-2.

La cartographie du fil machine ($\epsilon_r = 0\%$) montre l'absence des orientations préférentielles dominantes (les orientations sont aléatoires et les distributions homogènes au centre et au bord du fil). Les deux zones du fil (centre et bord) sont reliées principalement aux trois familles d'orientation 001, 011 et 111.

Après le tréfilage, nous pouvons remarquer que la couleur majoritaire est le vert qui correspond à la famille d'orientation 011 parallèle à l'axe du fil avec des traces des autres couleurs (autres orientations) pour les deux taux de déformation (46.3 et 60 %). Le contraste de la fibre $\langle 110 \rangle$ est plus prononcé au cœur par rapport au bord à $\epsilon_r = 60\%$. Ces constats mettent en évidence l'effet de taux de déformation par tréfilage sur l'évolution texturale du fil.

2.1.2. Acier D45-2

La figure 85 présente les cartographies EBSD d'orientation en figure de pôle inverse construite par OIM Analysis de fil machine et de deux fils déformés avec deux différents taux de déformation en acier D45-2.



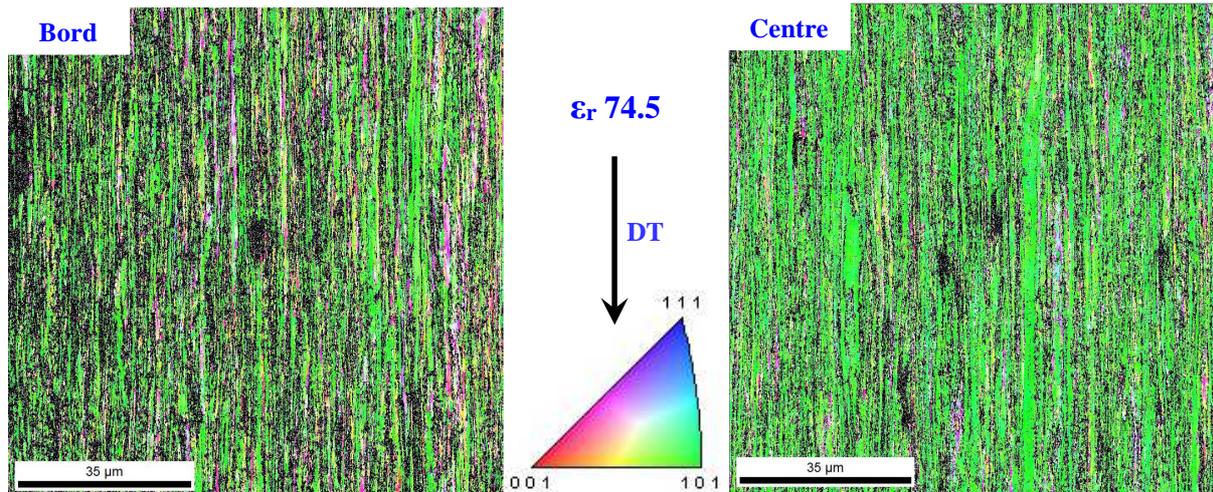


Figure 85. Cartographies EBSD en figure de pole inverse (IPF) des fils en acier D45-2.

La cartographie du fil machine ($\epsilon_r = 0\%$) montre l'absence des orientations préférentielles dominantes (les orientations sont aléatoires et les distributions homogènes au centre et au bord du fil). Les deux zones du fil (centre et bord) sont reliées principalement aux trois familles d'orientation 100, 110 et 111.

Comme on peut voir après le tréfilage, la couleur principale est le vert qui correspond à la famille d'orientation 110 parallèle à l'axe du fil avec des traces des autres couleurs (autres orientations) pour les deux taux de déformation (57.27 et 74.5 %). Le contraste de la fibre $\langle 110 \rangle$ est plus prononcé au cœur par rapport au bord aux deux taux de déformation. Ces résultats soulignent l'effet de taux de déformation par tréfilage sur l'évolution de la texture du fil.

2.2 Figure de pôles directe

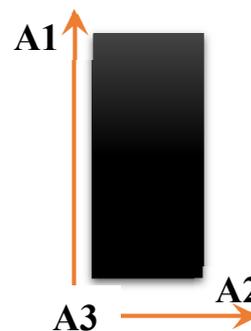
Les figures suivantes regroupent les figures de pôles $\{110\}$ des fils (Etat non tréfilé et tréfilé) d'aciers C68D-2 et D45-2 respectivement.

Les analyses ont été faites sur une coupe longitudinale.

A1 = Axe du fil (DT).

A2 = Direction radiale (DR).

A3 = Direction normale au plan (A1, A2) (DN).



2.2.1. Acier C68D-2

En premier lieu, on constate sur les figures de pôles des fils tréfilés (Figure 86) la présence de la texture de fibre $\langle 110 \rangle$ aux bords et centres des fils et parallèle à la direction A1 (direction de tréfilage) [82][104] et puis cette texture de fibre est développée au cours de déformation [85] et renforcée aux centres des fils avec les intensités maxima de 7.780 pour $\varepsilon=43.6\%$ et 5.007 pour $\varepsilon=60\%$ par rapport aux bords des fils (5.023 pour $\varepsilon=43.6\%$ et 6.631 pour $\varepsilon=60\%$)

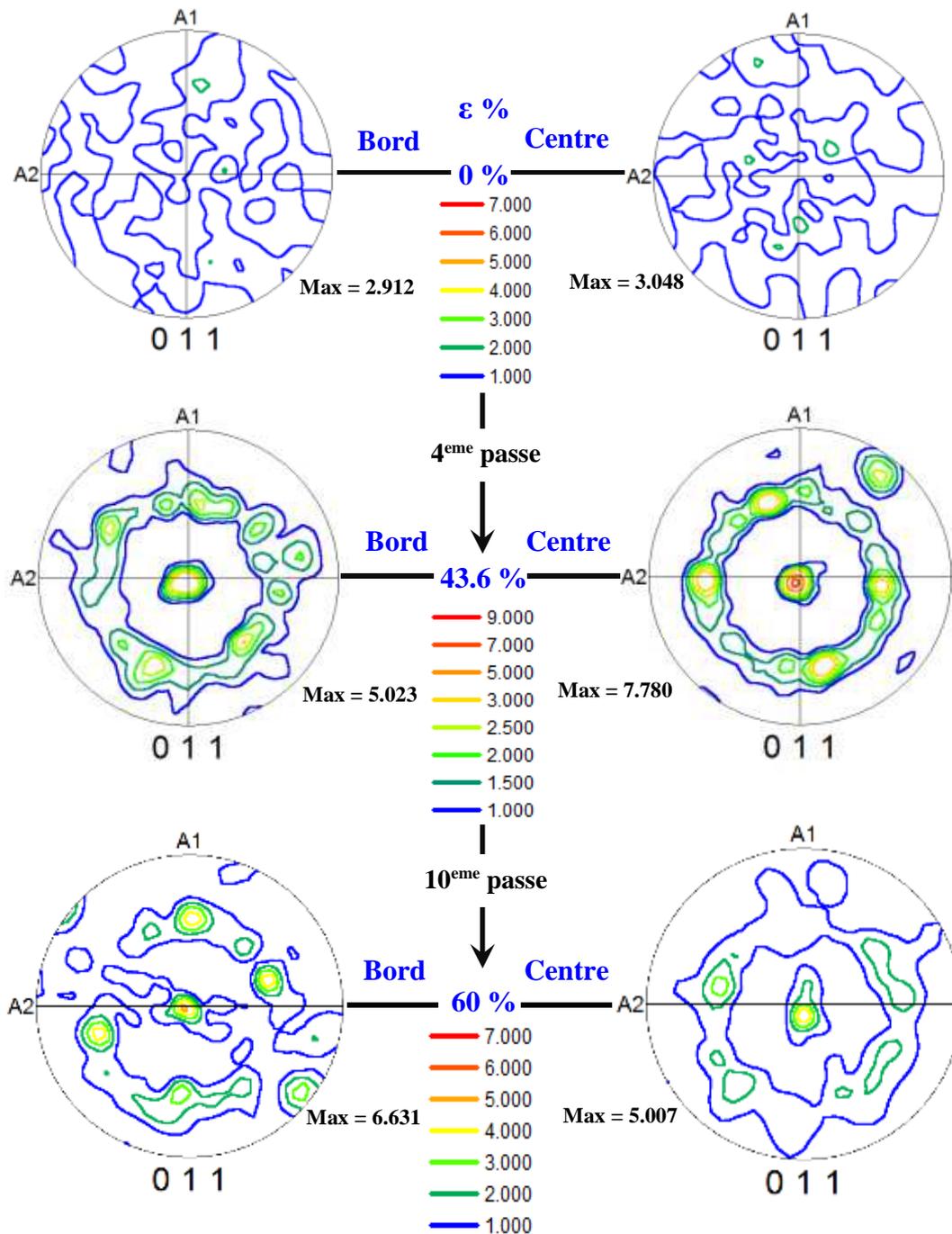


Figure 86. Figure de pôles $\{110\}$ des fils en acier C68D-2.

2.2.2. Acier D45-2

De la même façon pour la nuance D45-2, une texture de fibre <110> présente aux bords et centres des fils tréfilés et toujours parallèle à la direction A1 (direction de tréfilage) et puis cette texture est développée au cours de déformation [82][104] et renforcée aux centres des fils avec les intensités maximales de 15.378 pour $\epsilon_r=57.27\%$ et 14.603 pour $\epsilon_r=74.5\%$ par rapport aux bords des fils (6.853 pour $\epsilon_r=57.27\%$ et 8.487 pour $\epsilon_r=74.5\%$). Nous pouvons remarquer aussi une symétrie presque parfaite au centre et autour de l'axe du fil à $\epsilon_r=74.5\%$

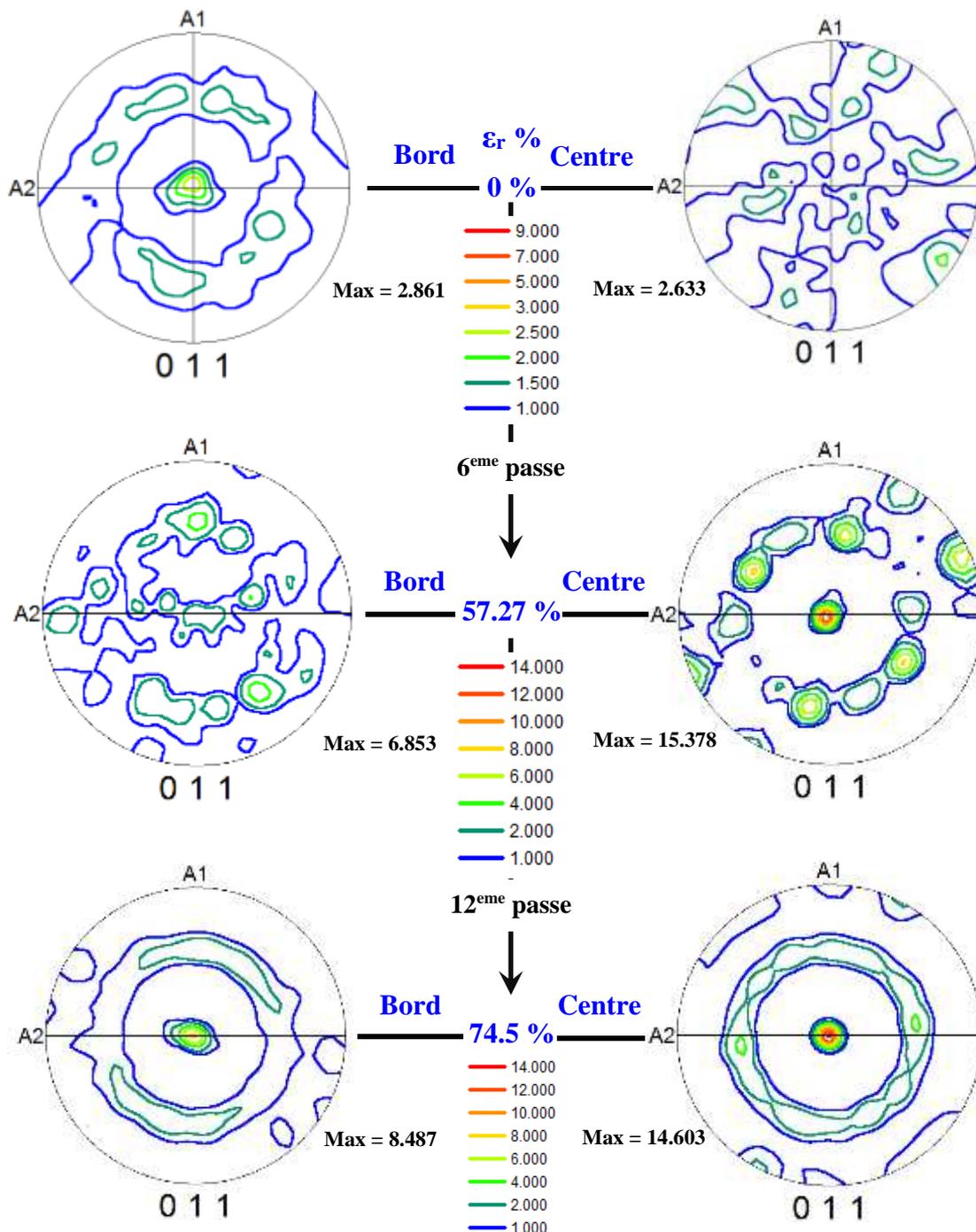


Figure 87. Figure de pôles {110} des fils en acier D45-2.

2.3. Fonction de distributions des orientations cristallographiques (FDOC)

Les coupes de la fonction de distributions des orientations cristallographiques (FDOC) à $\varphi_2 = 90^\circ$ avant et après tréfilage sont présentées sur les Figures 85 et 86 pour les aciers C68D-2 et D45-2 respectivement.

2.3.1. C68D-2

Dans la figure 85 il apparaît uniquement un développement de la texture de fibre $\langle 110 \rangle // DT$ à $\varepsilon = 43.6\%$. Cette fibre est majoritaire et renforcée au centre par rapport au bord (Intensité max = 34.923 au centre et 19.952 au bord). A $\varepsilon = 60\%$ la texture de fibre $\langle 110 \rangle // DT$ reste majoritaire et renforcée au bord de fil par rapport au centre (15.442 au centre et 40.016 au bord). Ce constat confirme l'évolution et renforcement de la texture de fibre 110 parallèle à la direction de tréfilage de l'acier C68D-2.

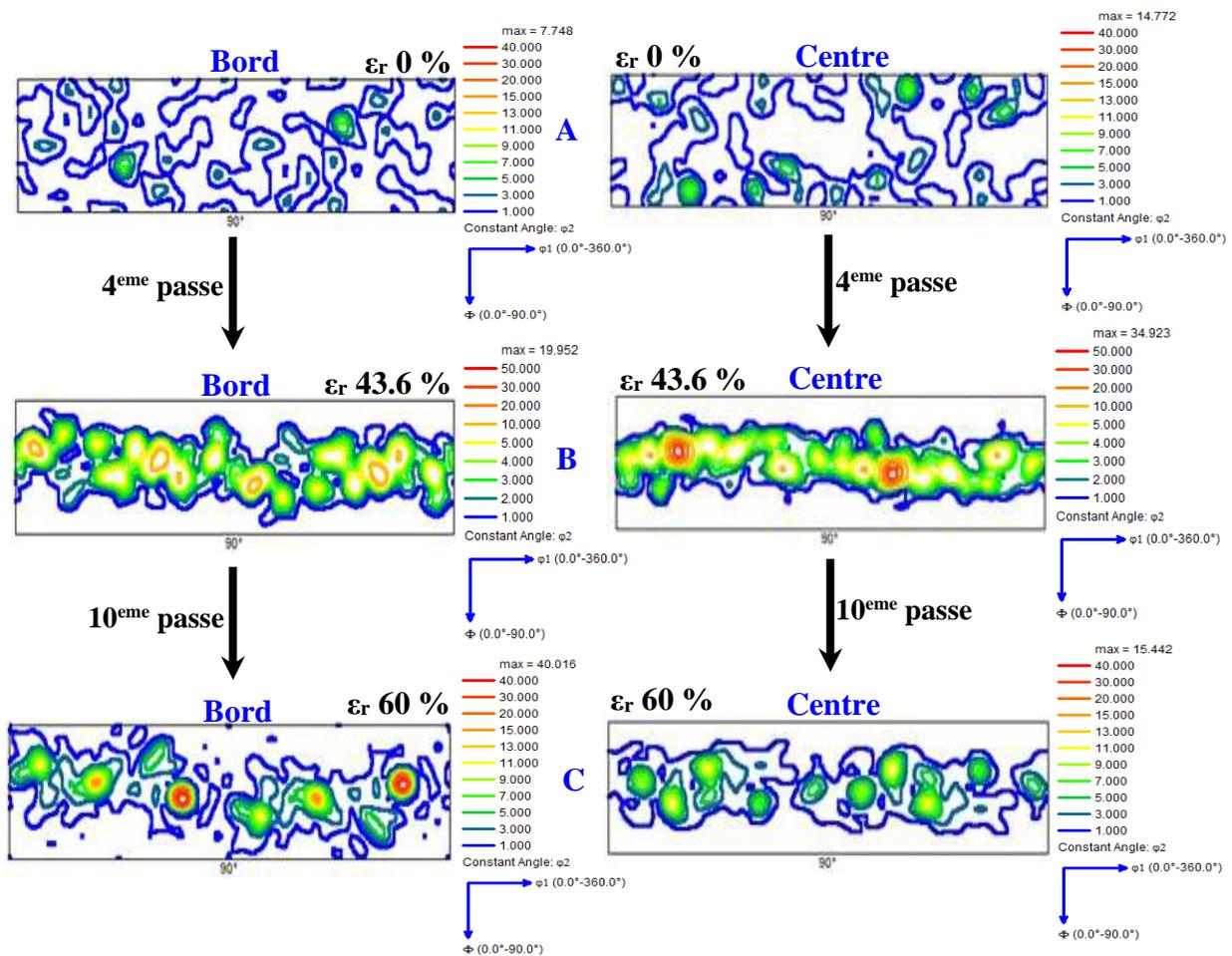


Figure 88. Coupes à $\varphi_2 = 90^\circ$ de Fonction de distribution des orientations cristallographiques (FDOC) des fils en acier C68D-2.

2.3.2. D45-2

Pour l'acier D45-2 (Figure 89), nous observons la présence des fibres $\langle 100 \rangle // DN$ et $\langle 100 \rangle // DN$ minoritaires au centre du fil machine et la fibre $\langle 110 \rangle // DN$ majoritaire au bord du fil machine provoquée par le procédé d'élaboration par laminage à chaud. Nous pouvons remarquer la disparition des fibres ($\langle 111 \rangle$ et $\langle 100 \rangle // DN$) (minoritaires) au centre et bord du fil après tréfilage.

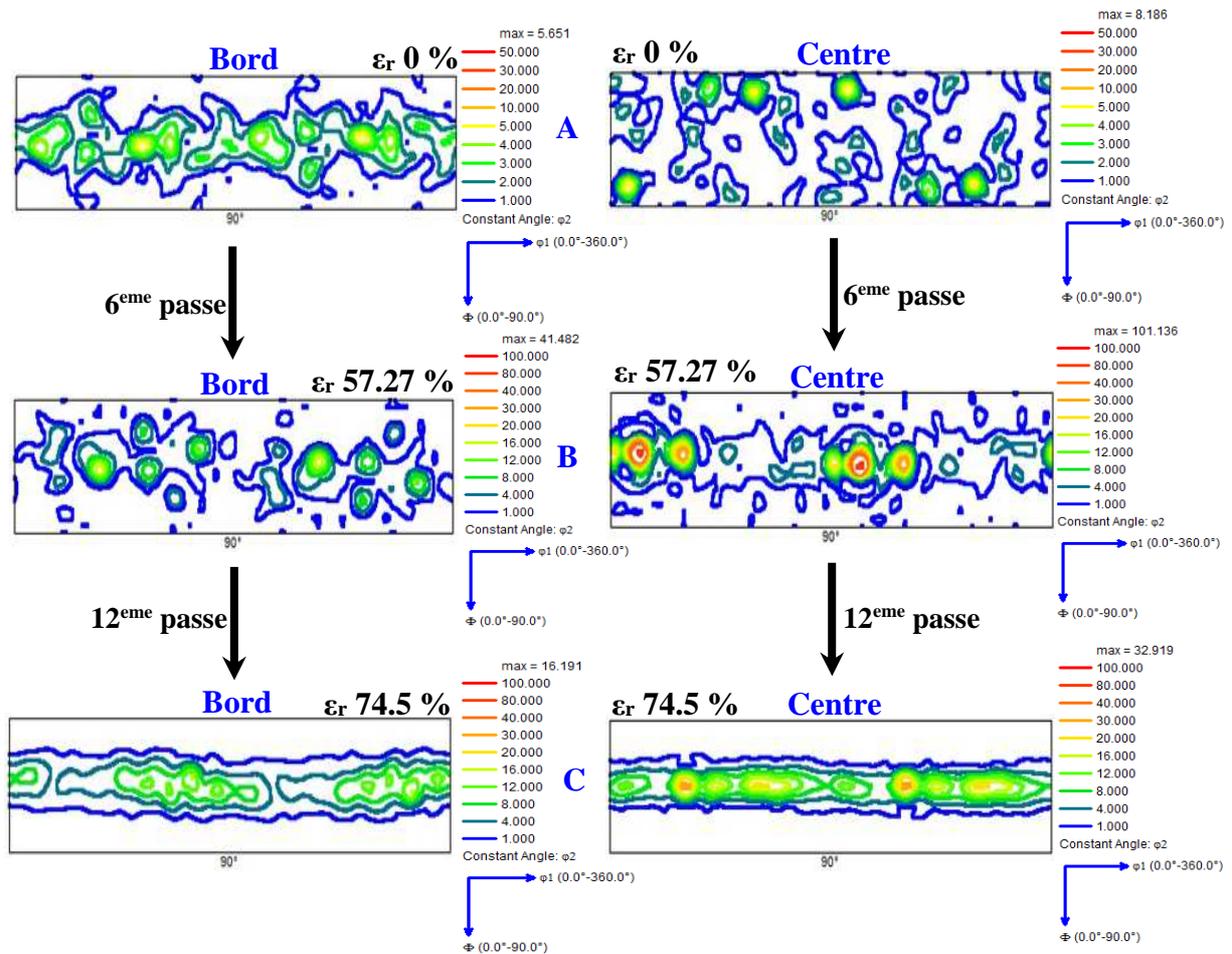


Figure 89. Coupes à $\varphi_2 = 90^\circ$ de Fonction de distribution des orientations cristallographiques (FDOD) des fils en acier D45-2.

2.4. Karnel average misorientation

Les figures 90 et 91 représentent respectivement le KAM des fils machine et des fils tréfilés aux centres et aux bords de deux nuances d'acier C68D-2 et D45-2. Pour les fils tréfilés, les deux graphes sont superposés est déplacés vers les valeurs élevées par rapport aux fils machine. Ces déplacements sont relatifs à des désorientations inter-granulaires causées par la déformation par tréfilage.

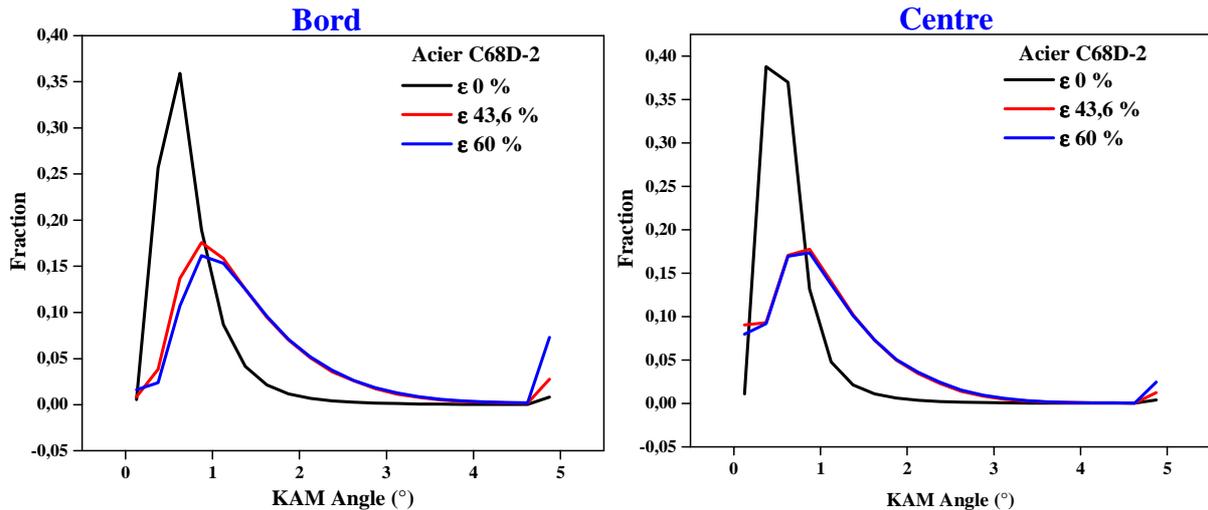


Figure 90. Karnel average misorientation (KAM) des fils en acier C68D-2.

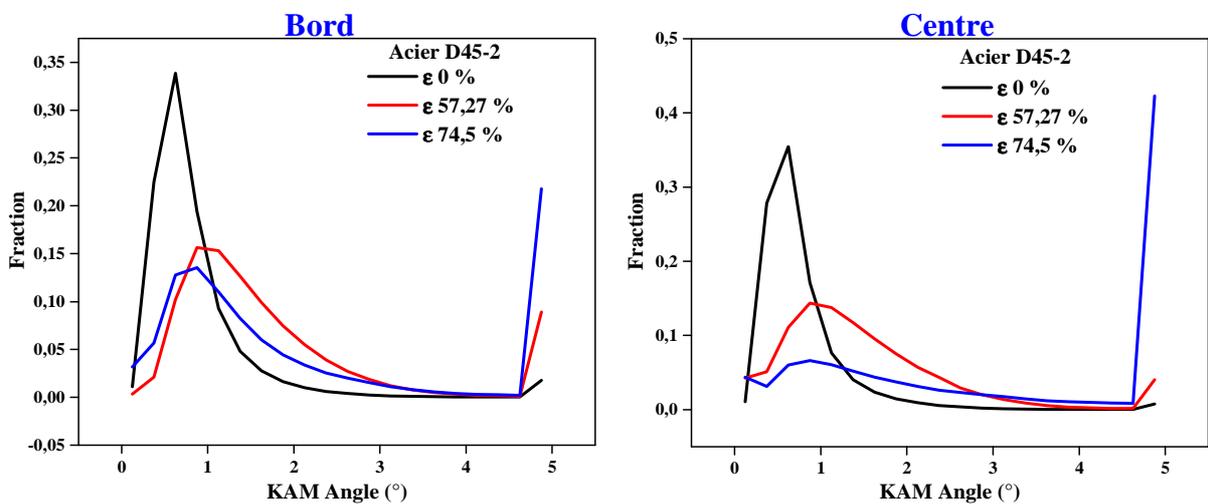


Figure 91. Karnel average misorientation (KAM) des fils en acier D45-2.

Section 3



Comportement mécanique

3. Comportement mécanique

3.1. Micro-dureté

Dans notre étude, les mesures de micro-dureté Vickers étaient un complément de caractérisation important afin de suivre l'évolution de la dureté des fils au cours de tréfilage.

Les figures. 92 et 93 représentent l'évolution de la micro-dureté des fils en aciers C68D-2 et D45-2 respectivement en fonction du taux de déformation par tréfilage.

Nous avons constaté l'augmentation de la micro-dureté avec le taux de déformation pour les deux nuances. Ces augmentations sont dues à l'accumulation des défauts cristallins (particulièrement les dislocations) et la diminution de la distance inter-lamellaire dans la perlite causée par le tréfilage.

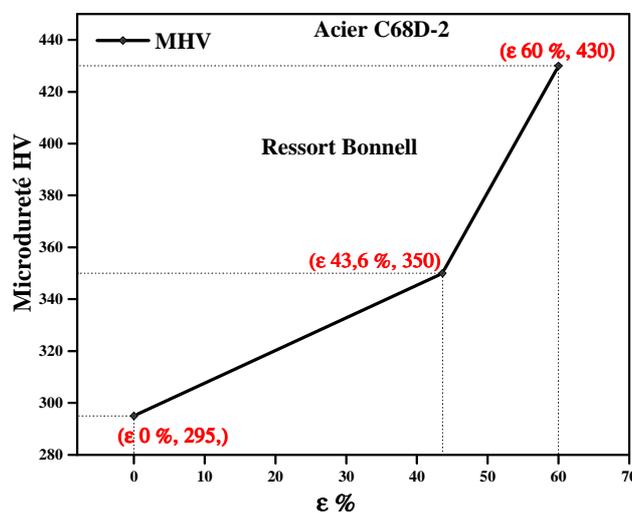


Figure 92. Evolution de la micro-dureté en fonction de taux de déformation des fils en acier C68D-2.

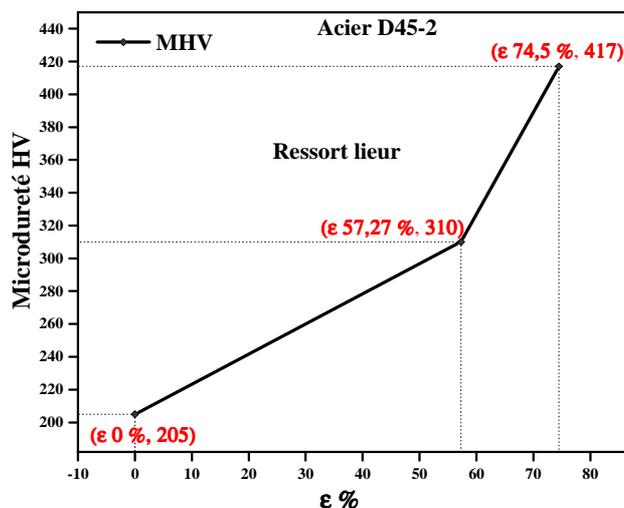


Figure 93. Evolution de la micro-dureté en fonction de taux de déformation des fils en acier D45-2.

3.2. Traction

3.2.1. Acier C68D-2

La figure 94 présente les courbes de traction conventionnelles des fils en acier C68D-2 (Fil machine et fils tréfilés à $\varepsilon_r=46.3\%$ et 60%).

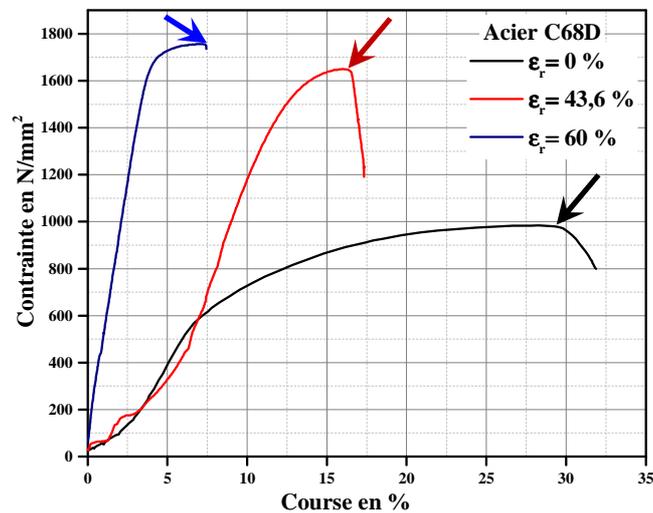


Figure 94. Courbes de traction des fils en acier C68D-2.

L'effet de déformation plastique par tréfilage se traduit par :

- Augmentation de module d'élasticité
- Diminution de l'allongement à la rupture (Figure 92-a)
- Augmentation de la résistance à la traction (Figure 92-b)

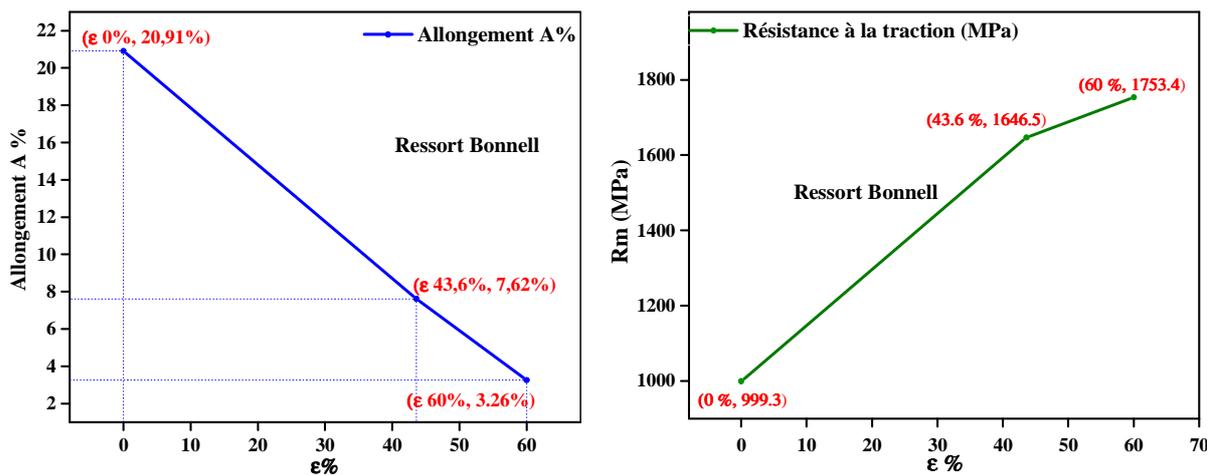


Figure 95. Evolution de la résistance à la traction et l'allongement à la rupture des fils en acier C68D-2 en fonction de taux de déformation.

3.2.2. Acier D45-2

La figure 96 présente les courbes de traction conventionnelles des fils en acier D45-2 (Fil machine et fils tréfilés à $\epsilon_r=57.27\%$ et 74.5% de taux de déformation).

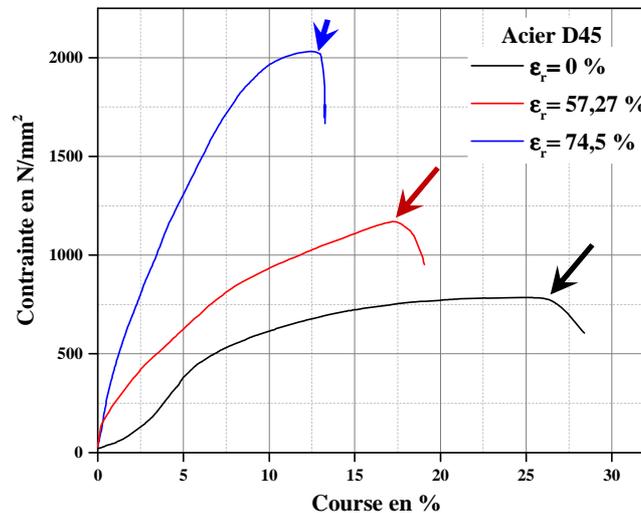


Figure 96. Courbes de traction des fils en acier D45-2.

L'effet de déformation plastique par tréfilage se traduit par :

- Augmentation de module d'élasticité
- Diminution de l'allongement à la rupture (Figure 94-a)
- Augmentation de la résistance à la traction (Figure 93-b)

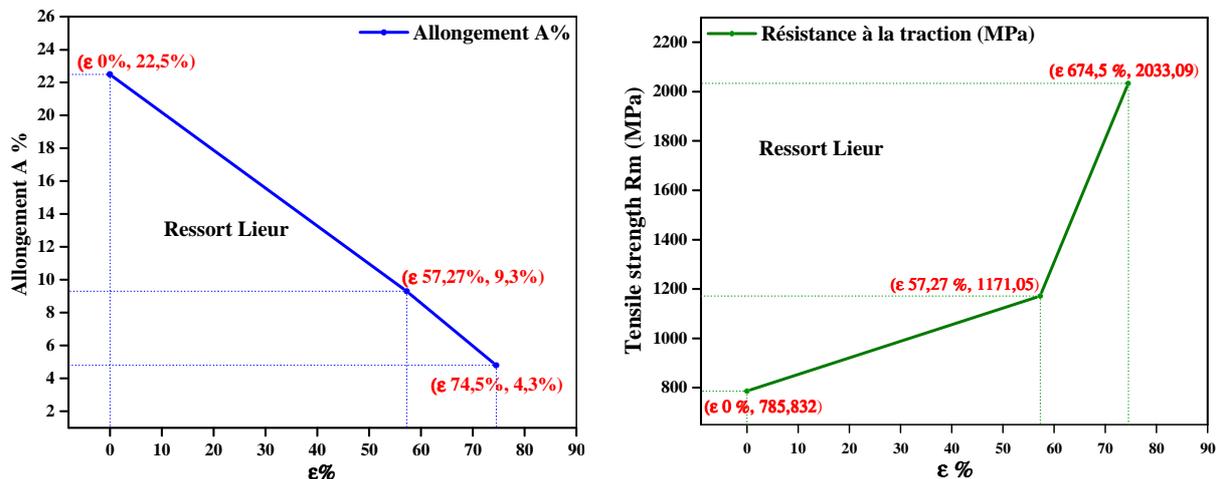


Figure 97. Evolution de l'allongement à la rupture et la résistance à la traction des fils en acier D45-2 en fonction de taux de déformation.

Comme les résultats de HV, ces comportements mécaniques en traction pour les deux nuances sont dus à l'accumulation des défauts cristallins (particulièrement les dislocations) et la diminution de la distance inter-lamellaire dans la perlite causée par le tréfilage.

3.3. Torsion

Les figures 98 et 99 présentent l'évolution de nombre de tours avant rupture nt/r des fils (fil machine et fils tréfilés) en aciers C68D-2 et D45-2

Nous pouvons remarquer que le nt/r augmente avec le taux de déformation pour les fils d'acier C68D-2 et atteindre une valeur de 37 tours avant la rupture pour $\epsilon_r=60\%$ (Figure 95).

Pour les fils en acier D45-2, nous observons l'augmentation de nt/r (40 t/r à $\epsilon_r 57.27\%$) puis une diminution (32 t/r à $\epsilon_r 74.5\%$). Cette diminution due à la perte de la ductilité causée de déformation par tréfilage à 74.5 % de déformation.

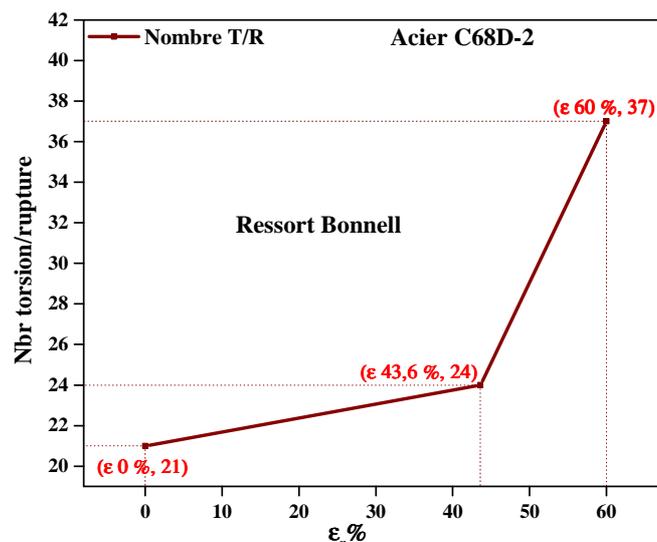


Figure 98. Evolution de nombre de tours par rupture des fils en acier C68D-2 en fonction de taux de déformation.

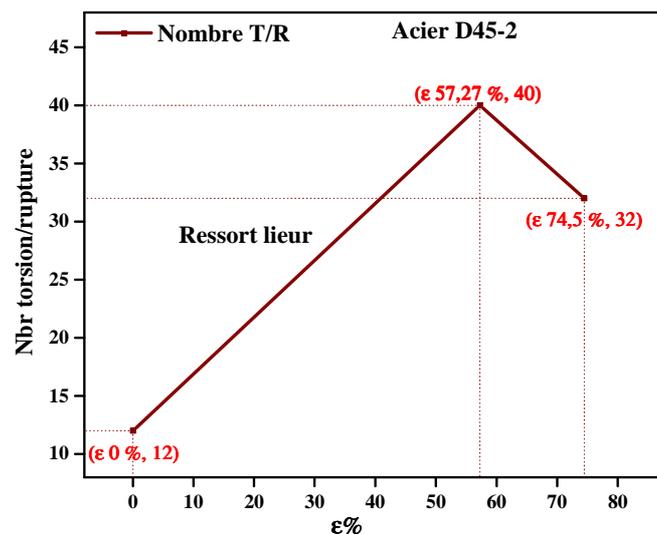


Figure 99. Evolution de nombre de tours par rupture des fils en acier D45-2 en fonction de taux de déformation.

Conclusion Générale & Perspectives

Conclusion générale et Perspectives

L'objectif de ce travail était de caractériser l'évolution de la microstructure, la texture et les propriétés mécaniques des fils en acier mi-dur au cours de tréfilage industriel.

Les caractérisations expérimentales permettent de suivre l'évolution des microstructures, texture et l'évolution des propriétés mécaniques des fils d'acier au cours de tréfilages. Ces caractérisations nécessitent à la fois l'utilisation des techniques locales comme la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) en microscopie à balayage (MEB) et des techniques globales comme la diffraction des rayons X (DRX).

- Les observations optiques et sous microscope électronique à balayage ont mis en évidence la microstructure des fils en aciers mi-dur et son évolution au cours de tréfilage.

Grâce à la microscopie optique, nous avons pu caractériser la présence de la structure perlitique lamellaire dans les deux nuances d'aciers avec la phase ferritique, et cette structure est déformée au cours de tréfilage.

La microscopie électronique à balayage, nous a permis d'affiner l'analyse de la morphologie des grains. Au cours de tréfilage, les lamelles de cémentite s'orientent vers la direction de tréfilage et la microstructure de deux nuances présentes une texture morphologique parallèle à l'axe du fil. Au cours de tréfilage, différentes formes de lamelles de cémentite sont observées. Quatre pour la nuance C68D-2 (des lamelles courbées-LCC, pliées-LCP, fines-LCF et alignées-LCA) et deux pour la nuance D45-2 (des lamelles bouclées-LCB et des lamelles alignées-LCA) avec le phénomène de cisaillement et rotation des lamelles dans les deux nuances due aux positions initiales de ces lamelles par rapport à l'axe du fil.

- L'analyse par diffraction des rayons X nous a montrée des changements structuraux au cours de tréfilage pour les deux nuances d'acier étudiées à savoir :

- Une compression de réseau cristallin pour la nuance C68D-2 due à la diminution des paramètres cristallin par l'effet de l'écroutissage.

- Une extension de réseau cristallin pour la nuance D45-2. Cette extension est due à l'augmentation des paramètres cristallins.

- Diminution de l'intensité de diffraction pour les deux nuances, due à l'accumulation des défauts dans les réseaux cristallins et l'augmentation de la densité de dislocation.

- L'analyse par la diffraction des électrons rétrodiffusés nous a montré que :
 - les distributions des tailles de grains calculées pour les deux zones des fils machines est fils tréfilés sont étalées dans les centres par rapport aux bords.
 - la texture cristallographique évolue en fonction du taux de déformation pour les deux nuances (C68D-2 et D45-2).
 - le développement d'une texture de fibre $\langle 110 \rangle$ provient de l'effet de tréfilage sur les bords et les centres des fils de deux nuances d'acier.
 - l'hétérogénéité de texture observée dans le fil en acier C68D-2 tréfilé à 60 % est en partie responsable des casses de fil lors de la fabrication des ressorts bonnells.
- Les essais mécaniques appliqués sur les fils en aciers C68D-2 et D45-2 montre que :
 - l'augmentation de la micro-dureté et la résistance à la traction en fonction du taux de déformation.
 - la diminution de l'allongement à la rupture et le nombre des tours /ruptures en fonction du taux de déformation.

Ces changements dus à l'affinement des grains et l'accumulation des défauts cristallins et l'augmentation de la densité de dislocation causés par tréfilage

Perspectives

Ce travail constitue une première étape d'une étude complète de deux nuances d'acier mi-dur C68D-2 et D45-2 au cours de procédé de tréfilage.

Les perspectives après cette étude sont :

- d'appliquer des traitements thermiques après tréfilage (traitement de patentage en particulier) et d'étudier les mécanismes de recristallisations de deux nuances.
- d'étudier la limite de tréfilabilité de deux nuances d'acier mi-dur.
- de suivre l'évolution de la microstructure et texture cristallographique au cours de torsion.
- d'étudier les paramètres de tréfilage (vitesse, lubrifiants ...etc) et aussi les phénomènes engendrés lors de contacts fil / filière de tréfilage (étude tribologique) et l'effet de ces paramètres sur l'évolution de la texture cristallographique.
- une étude microstructurale plus approfondie sur les deux nuances d'acier mi-dur par des techniques d'analyses de pointes (Microscopie électronique en transmission (MET), diffraction des neutrons....etc) pourrait conduire à une meilleure compréhension et optimisation de la qualité des produits finis.

- Enfin, une simulation d'un modèle qui regroupe toutes les évolutions microstructurales, texturales et mécaniques des aciers hypo-eutectoides au cours de tréfilage en fonction de leurs compositions chimiques (perspective à long terme).

Références Bibliographiques

Références bibliographique

- [1] U.PRISCO, "Strain Hardening of Carbon Steel During Wire Drawing" *Materials Research*, vol 21, pp. 1-5, 2018.
- [2] B. VERLINDEN, J.DRIVER, I. SAMAJDAR, Roger D. Doherty "Thermo-Mechanical Processing of Metallic Materials- Forming Techniques", Pergamon Materials Series, First Edition, 2007.
- [3] T. MASSÉ "Study and Optimization of High Carbon Steel Flat Wires", Thèse de doctorat en Mécanique numérique, École nationale supérieure des mines de Paris-France, 2010.
- [4] C.ADRIANA, T.S.DIEHLA, A.D.S.ROCHA, "Experimental Analysis of Residual Stresses in Pre-Straightened SAE 1045 Steel", *Materials Research*, vol 20, pp. 1554-1562, 2017.
- [5] A. PHELIPPEAU, S. POMMIER, T. TSAKALAKOS, M. CLAVEL, C. PRIOUL, "Cold Drawn Steel Wires—Processing, Residual Stresses and Ductility—Part I: Metallography and Finite Element Analyses", *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, Vol 29, pp.243-253, 2006.
- [6] N.A. RAJI, O.O. OLUWOLE, "Mechanical Properties of Cold-Drawn Low Carbon Steel for Nail Manufacture: Experimental Observation", *Research Journal of Applied Sciences, Engineering and Technology*, Vol 5, pp. 118-122, 2013.
- [7] M.ZIDANI, "Texture et Recristallisation lors de Recuits du Fil d'Acier Doux (0,06% C) Trefilé à Froid", Thèse de Doctorat en Sciences en Métallurgie, Université Mohamed Khider-Biskra-Algérie, 2006.
- [8] G.VEGA, "Optimisation de Mise en Forme par Tréfilage : Approche Expérimentale, Modélisation et Simulation Numérique", Thèse de Doctorat en Sciences et Génie des Matériaux, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2010. Université de Lille 1-France, 2009.
- [9] G.SIMONNET. Tréfilage de l'Acier M645, *Techniques de l'Ingénieur*, pp.2-11, 1996.
- [10] C.LEVRAU, "Compréhension et Modélisation des Mécanismes de Lubrification Lors du Tréfilage des Aciers Inoxydables avec les Savons Secs", Thèse de Doctorat en Sciences et Génie des Matériaux, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris-France, 2006.
- [11] C. GENIN, "Optimisation de Systèmes Colloïdaux en Phase Aqueuse pour la Lubrification en Conditions Extrêmes : Application au Tréfilage", Thèse de Mécanique, École Centrale de Lyon-France, 2007.
- [12] R.N. WRIGHT, "Wire Technology: Process Engineering and Metallurgy", Second Edition, Elsevier Science, 2016.

- [13] H.S.VALBERG, "Applied Metal Forming", Norwegian University of Science and Technology, 2010.
- [14] A.LAMONTAGNE," Etude Des Mécanismes Physiques Responsables Des Evolutions Microstructurales des Aciers Perlitiques au Cours du Tréfilage et du Vieillissement Post-Tréfilage", Thèse de Doctorat en Matériaux, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon-France, 2014.
- [15] G. VEGA, A. HADDI, A. IMAD," Influence des Conditions du Tréfilage sur le Comportement Thermomécanique dans le Cas d'un Fil en Cuivre", 19ème Congrès Français de Mécanique, 2009.
- [16] B.AVITZUR," Metal Forming: Processes and Analysis", McGraw-Hill series in materials science and engineering, 1968.
- [17] S.VALETTE,"Influence de la Preoxydation d'un Acier sur l'Adherence de son Revêtement en Alumine Depose par Voie Plasma Thermique", Thèse de Doctorat en Procédés et Matériaux, Université de Limoges-France, 2004.
- [18] J. EICKEMEYER, H.R. VOGEL, J. REICHERT, M. REHM, " Metal Drawing By Means of Solid Soap Films", Journal of Materials Processing Technology, Vol.61, pp. 250-253, 1995.
- [19] B.HUE,"Lubrification Efficiency and Die Design in Wire Drawing", Thèse de Doctorat en Physiosophie, Université d'Aston de Birmingham-Angleterre, 1997.
- [20] H.FAY, " Films Lubrifiants Supramoléculaires Organisés : de la Microstructure aux Propriétés Tribologiques", Thèse de Doctorat en Procédés et Matériaux en Chimie Physique, Université Bordeaux 1-France, 2011.
- [21] C. LEVRAU, E. FELDER, M. MANTEL, N. TRUONG DINH," Une méthode d'identification de la rhéologie du métal et du lubrifiant lors du tréfilage", 40^{ème} colloque annuel du Groupe Français de Rhéologie, 2005.
- [22] S. M. BYON, S. J. LEE, D. W. LEE, Y. H. LEE, Y. LEE," Effect of Coating Material and Lubricant on Forming Force and Surface Defects in Wire Drawing Process", Transactions of Nonferrous Metals Society of China, Vol 21, pp. 104-110, 2011.
- [23] L. DUBAR , J.P. BRICOUT , C. WIERRE , P. MEIGNAN," New Surface Processes for Cold Forging of Steels", Surface and Coatings Technology, Vol 102, pp. 159-167, 1998.
- [24] H. TSCHAETSCH," Metal Forming Practise: Processes – Machines – Tools", Springer, 2006.
- [25] G.MURRY, R. LÉVÊQUE," Aide-mémoire Métallurgie", 2^e Edition, 2016.
- [26] R.BOUCHAÏB, A. ELHAMI, Mis en Forme des Matériaux : Simulation, Emboutissage, Hydroformage et Fabrication Additive, Volume 1, 2017.

- [27] H. OUDIN, " Introduction à la Plasticité", École Centrale de Nantes, 2009.
- [28] B.RADI, A.EL HAMI, " Mise en Forme des Matériaux : Simulation, emboutissage, hydroformage et Fabrication additive", ISTE Editions, Vol 1, 2017.
- [29] M.COLOMBIÉ, " Matériaux métalliques", 2^e Edition, 2017.
- [30] T.RICHETON, " Dynamique et Complexité de la Déformation Plastique : Étude Par Émission Acoustique", Thèse de Doctorat en Science et Génie des Matériaux, Institut National Polytechnique de Grenoble-France, 2006.
- [31] L.T.NGUYEN, " Contribution à l'Étude des Mécanismes de Plasticité dans les Hexagonaux Compacts lors de l'Essai de Nanoindentation : Application au Zinc", Thèse de doctorat en Mécanique, Université de Reims-France, 2014.
- [32] J.CASTAING, " Déformation Plastique des Solides cristallins : Cinétique des Changements de Microstructure", Image de la physique (CNRS), 1984.
- [33] J.L.COLLET, " Les mécanismes de Déformation d'un Acier TWIP FeMnC : Une Etude par Diffraction des Rayons X", Thèse de Doctorat en Matériaux, Institut Polytechnique de Grenoble-France, 2009.
- [34] P. WEI, H. ZHOU, H LIU, C.ZHU, W.WANG, G.DENG, " Investigation of Grain Refinement Mechanism of Nickel Single Crystal During High Pressure Torsion by Crystal Plasticity Modeling", Materials, Vol.12, pp.1-15, 2019.
- [35] P.WILSON, " Recent Developments in the Study Of Recrystallization", Thermal Engineering, 2013.
- [36] A. BOIS-BROCHU, " Effets de la Texture Cristallographique sur les Propriétés Mécaniques Statiques de l'Alliage Aéronautique Al-Li 2099", Thèse de Doctorat en Génie des matériaux et Métallurgie, Université Laval-Canada, 2017.
- [37] O. ENGLER.V. RANDLE, "Introduction to Texture Analysis: Macrotecture, Microtexture, and Orientation Mapping", 2^e Edition, 2010.
- [38] A.ABDELLAOUI, " Etude de la Texture Cristallographique de Fils d'Acier Perlitiques en Fonction des Conditions de Tréfilage : Influence sur les Propriétés Mécaniques", Thèse de Doctorat en Matériaux et Structures, Université de Metz-France, 1995.
- [39] C. SCHUMAN, " Etude de l'Evolution de la Texture Cristallographique d'Aciers Extra Doux au cours du Tréfilage et d'une Opération Particulière de Laminage. Détermination des Contraintes Internes", Thèse de doctorat en Sciences de l'ingénieur, Institut Supérieur de Génie Mécanique et Productique, Metz-France 1994.
- [40] M.H. MATHON, " Caractérisation des Textures par Diffraction Neutronique", Collection SFN, Vol. 9, pp. 49-64, 2008.

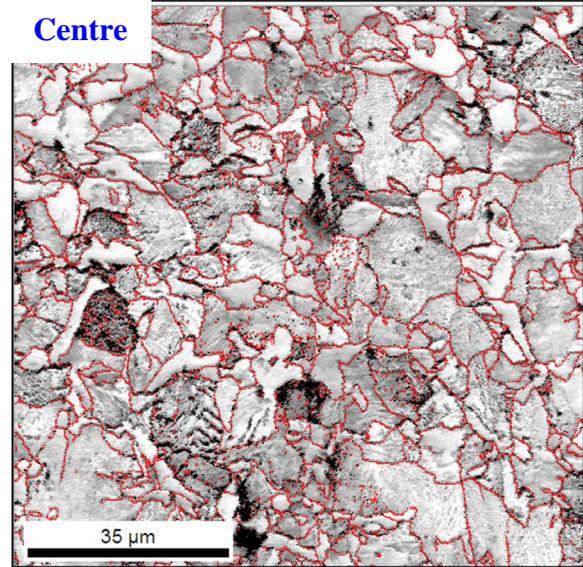
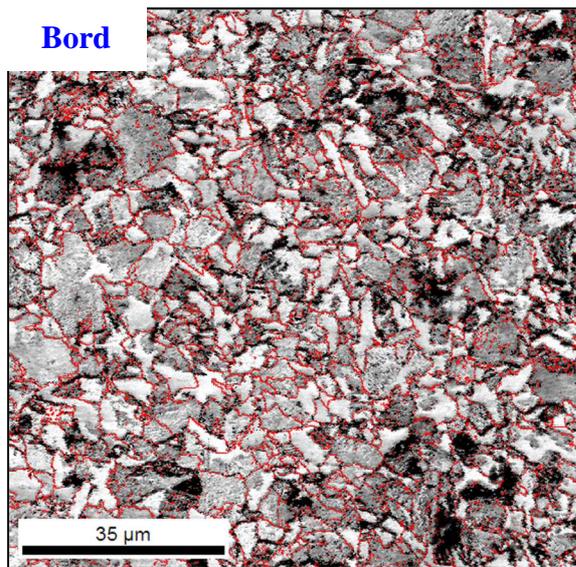
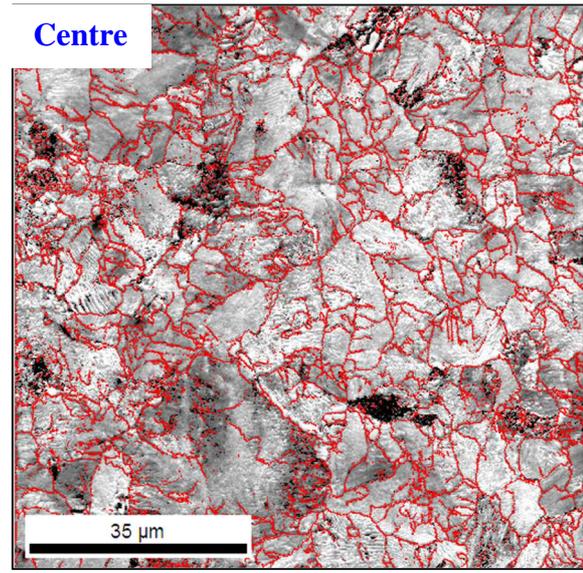
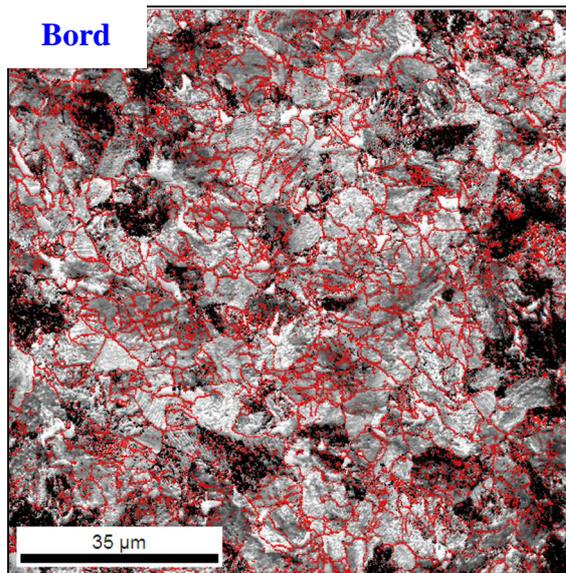
- [41] W.WANG," Etude Des Mécanismes de Recristallisation de Nouveaux Alliages à Base de Ni", Thèse de Doctorat en Sciences et Génie des matériaux, Université Paris-Sud-France, 2014.
- [42] G. E. LLOYD, N. H. SCHMIDX, D. MAINPRICE, D. J. PRIOR," Crystallographic Textures", Mineralogical Magazine, Vol. 55, pp. 331-345, 1991.
- [43] S. SUWAS, R. K. RAY," Crystallographic Texture of Materials", Engineering Materials and Processes, 2014.
- [44] P.VONLANTHEN," EBSD-Based Investigations of Upper Mantle Xenoliths, Snowball Garnets and Advanced Ceramics", GeoFocus, Vol 18, 2007.
- [45] H.J.BUNGEET R.C.ESLING," Quantitative Texture Analysis", German Society for Metallurgy, 1982.
- [46] R.J.ROE," Inversion of Pole Figures for Materials Having Cubic Crystal Symmetry", Journal of Applied Physics, Vol. 37, pp. 2069-2072, 1966.
- [47] R. O.WILIAMS," Analytical Methods for Representing Complex Textures by Biaxial Pole Figures", Journal of Applied Physics, Vol. 39, pp. 4329-4335, 1967.
- [48] D. RUER, R. BARO," Méthode Vectorielle d'Analyse de la Texture des Matériaux Polycristallins de Réseau Cubique", Journal of Applied Crystallography, Vol 10, pp. 458-464, 1977.
- [49] A.VADON, J.J.HEIZMANN," Advantages of the Vector Method to Study the Texture of Well Textured Thin Layers", Advances in X-ray Analysis, Vol 32, 1988.
- [50] T.BAUDIN, D.CHATEIGNER, C ESLING, L LUTTEROTTI, M.MORALES," Analyse des Textures Cristallographiques et des Microstructures", Reflets de la Physique, N°44-45, pp. 80-85, 2015.
- [51] R.K.JANUTIENĖ, "Investigation of Fracture of Carbon Steel Springs Used for Furniture Application", Mechanical technologies, Vol. 22, pp.432.437, 2016.
- [52] W. F. HOSFORD, 'Iron and steel', Cambridge University Press, 2012.
- [53] M.HANTCHERLI," Influence d'Éléments d'Addition sur les Transformations de la Martensite Revenue dans les Aciers Faiblement Alliés", Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieur des Mines de Saint-Etienne-France, 2010.
- [54] A.COCHARD,' Microstructures et Propriétés Mécaniques des Alliages de Type Duralumin du Breguet 765 N°504 64-PH : Approche Historique et Sciences des Matériaux", Thèse de Doctorat en physique de la matière, Université de Toulouse-France, 2016.
- [55] C.J.BOULANGER, "Contribution à l'Etude de la Purification du Fer et à la Détermination de ses Points de Transformation", Revue de métallurgie de Paris, Vol. 53 (4), pp. 311–319, 1956.

- [56] P. LACOMBE, G. BÉRANGER, "Structures et Diagrammes d'Equilibre des Diverses Nuances d'Aciers Inoxydables: Conséquences sur Leur Traitements Thermiques", Les Éditions de Physiques, 1990.
- [57] J.CHIPMAN, "Thermodynamics and Phase Diagram of the Fe-C System", Metallurgical and Materials Transactions B, Vol.3, pp. 55-64, 1972.
- [58] Z.S.BASINSKI, W.HUME-ROTHERY, A. L. SUTTON," The Lattice Expansion of Iron', Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences, Vol. 229 (1179), pp. 459-467, 1955.
- [59] Sterling B. Hendricks,' The Crystal Structure of Cementite', Crystalline Materials, Vol.74, pp.534-545, 1930.
- [60] S.SHIMURA,' A Study on the Structure of Cementite', Proceedings of the Imperial Academy, Vol.6, pp.269-271, 1930.
- [61] M. HANTCHERLI," Influence d'Éléments d'Addition sur les Transformations de la Martensite Revenue dans les Aciers Faiblement Alliés", Thèse de Doctorat en Science et Génie des Matériaux, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne-France, 2010.
- [62] S.XIANG, Y.HEA, W.SHIA, X.JIA, Y.TANA, J.LIUA, R.G.BALLINGER," Chloride-Induced Corrosion Behavior of Cold-Drawn Pearlitic Steel Wires", Corrosion Science, Vol.141, pp.221-227, 2018.
- [63] J.R.C.GUIMARÃES, P.R.RIOS" Microstructural Path Analysis of Martensite Dimensions in FeNiC and FeC Alloys", Materials Research, Vol 18, pp.595-601, 2015.
- [64] S.HE, B.HE, K.ZHU, M.X. HUANG," On the Correlation Among Dislocation Density, Lath Thickness and Yield Stress of Bainite", Acta Materialia, Vol.135, pp.382-389, 2017.
- [65] J.D.EMBURY, R.M.FISHER, "The Structure and Properties of Drawn Pearlite", Acta Metallurgica, Vol.14, pp.147-159, 1966.
- [66] R.KRUMMEICH," Contribution Micromécanique au Comportement Multi-Echelles d'un Matériau Composite Elastoplastique Lamellaire", Thèse de Doctorat en mécanique et matériaux, Université de Metz-France, 2001.
- [67] J.TORIBIO, B.GONZALEZ, J.C.MATOS, F.J.AYASO," Influence of Microstructure on Strength and Ductility in Fully Pearlitic Steels", Metals, Vol.6, pp. 1-12, 2016.
- [68] F.VANDER VOORT, A.ROÓSZ," Measurement of the Interlamellar Spacing of Pearlite", Metallography, Vol.17, pp. 1-17 1984.
- [69] J.L. MCCALL, P. M. FRENCH," Metallography as a Quality Control Tool", Springer US, 1980.

- [70] J. LANGUILLAUME, G. KAPELSKI, B. BAUDELET, " Cementite Dissolution in Heavily Cold Drawn Pearlitic Steel Wires", *Acta Materialia*, Vol.45, pp.1201-1212, 1997.
- [71] D.R. LESUER, C.K. SYN, O.D. SHERBY, " Influence of Severe Plastic Deformation on the Structure and Properties of Ultrahigh-Carbon Steel Wire", *NATO Advanced Research Workshop-Investigations and Applications of Severe Plastic Deformation*, pp.357-366, 1999.
- [72] G.LANGFORD, " A study of the deformation of patented steel wire", *Metallurgical and Materials Transactions B*, Vol.1, pp. 465-477, 1970.
- [73] L.ZHOU, Y.ZHAO, F.FANG, " Effect of Reserved Texture on Mechanical Properties of Cold Drawn Pearlitic Steel Wire", *Advanced Materials Research*, Vol.936, pp. 1948-1955, 2014.
- [74] X.ZHANG, A.GODFREY, N.HANSEN, X.HUANG, " Hierarchical Structures in Cold-Drawn Pearlitic Steel Wire", *Acta Materialia*, Vol.61, pp. 4898-4909, 2013.
- [75] J. G.SEVILLANO, L.M.MUÑOZ, J. F.FUSTER, " Ciels de Van Gogh et propriétés mécaniques", *Le Journal de Physique IV*, Vol.8, pp. 155-165, 1998.
- [76] J.TORIBIO, " Structural Integrity of Progressively Cold-Drawn Pearlitic Steels: From Raffaello Sanzio to Vincent Van Gogh", *Structural Integrity Procedia*, Vol.3, pp. 3-10, 2017.
- [77] M.ZELIN, " Microstructure Evolution in Pearlitic Steels During Wire Drawing", *Acta Materialia*, Vol.50, pp. 4431-4447, 2002.
- [78] W.J.NAM, " Effect of Carbon Content on the Hall-Petch Parameter in Cold Drawn Pearlitic Steel Wires", *Journal of Materials Science*, Vol.37, pp. 2243-2249. 2002.
- [79] J. TORIBIO, " Relationship Between Microstructure and Strength in Eutectoid Steels", *Materials Science and Engineering A*, Vol.387, pp. 227-230, 2004.
- [80] J.LIKES, " Détermination de la Distance Interlamellaire de Perlite", *Revue de Statistique Appliquée*, Tome. 11, pp. 95-103, 1963.
- [81] J. J. HEIZMANN, T.MONTESIN, A. VADON, " Circular Texture in Thin Wires", *Materials Science Forum*, Vol. 157-162, pp. 701-708, 1994.
- [82] M.ZIDANI, S.MESSAOUDI, T.BAUDIN, D.SOLAS, M. H. MATHON, " Deformation Textures in Wire Drawn Pearlitic Steel", *International Journal of Material Forming*, Vol.3, pp. 7-11, 2010.
- [83] W.J.NAM, C.M.BAE, " Void Initiation and Microstructural Changes During Wire Drawing of Pearlitic Steels", *Materials Science and Engineering*, Vol. 203, pp. 278-285, 1995.

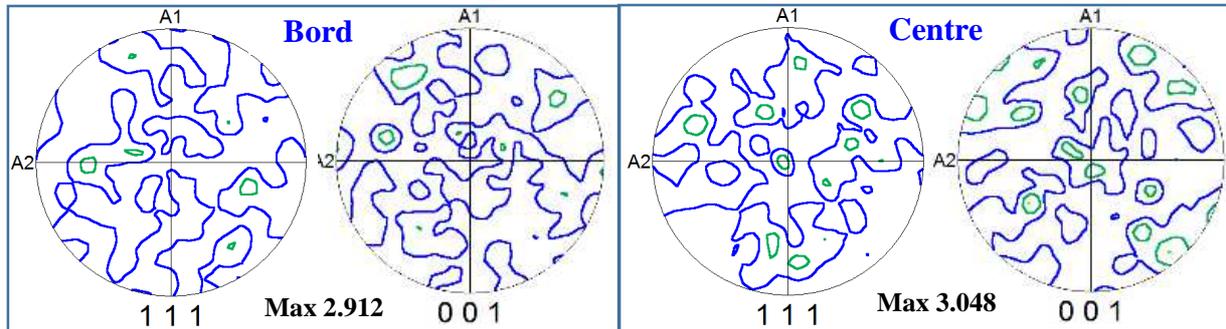
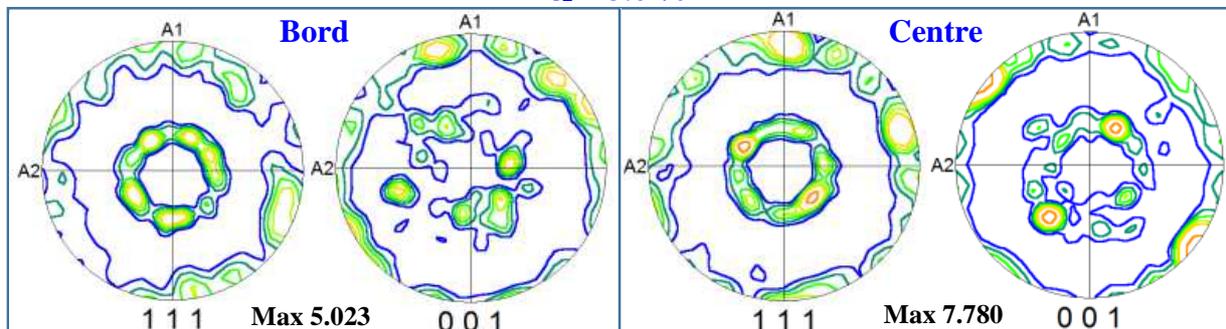
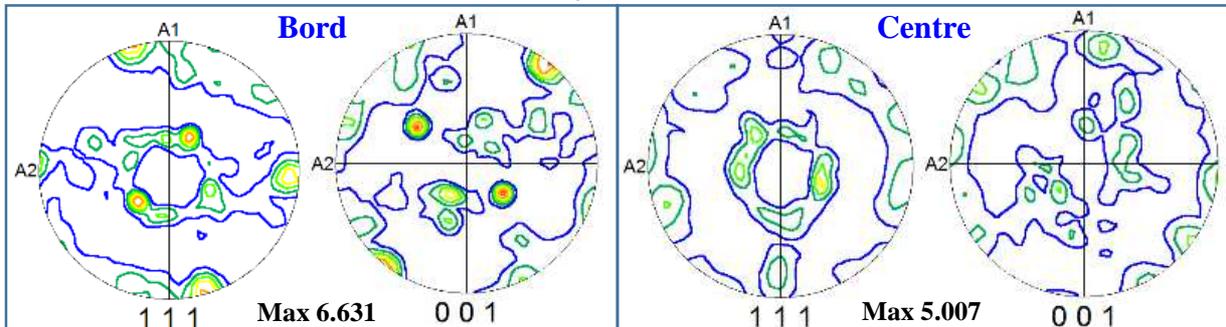
- [84] K.ACKERI, J. ROOT, P. V.HOUTTE, E.AERNOUDTI," Neutron Diffraction Measurement of The Residual Stress in the Cementite and Ferrite Phases of Cold-Drawn Steel Wires",Acta Materialia, Vol.44, pp. 4039-4049, 1996.
- [85] P.KUMAR, N.P.GURAO, A.HALDAR, S.SUWAS," Progressive Changes in the Microstructure and Texture in Pearlitic Steel during Wire Drawing", ISIJ International, Vol. 51, pp. 679-684, 2011.
- [86] J.W. PILARCZYKA, P. V.HOUTTE , E. AERNOUDTB," Effect of Hydrodynamic and Roller Die Drawing on The Texture Of High Carbon Steel Wires", Materials Science and Engineering A, Vol.197, pp. 97-101, 1995.
- [87] Y. TOMOTA, T. SUZUKI, A. KANIE, Y. SHIOTA, M. UNO, A. MORIAI, N. MINAKAWA, Y. MORII," In Situ Neutron Diffraction of Heavily Drawn Steel Wires With Ultra-High Strength Under Tensile Loading", Acta Materialia, Vol. 53, pp. 463-467, 2005.
- [88] M. ZIDANI, Z. BOUMERZOU, T.BAUDIN, R.PENELLE," Texture and Evolution of Recrystallization in Low Carbon Steel Wire", Materials Science Forum, Vol. 514-516, pp. 554-558, 2006.
- [89] F. YANG, C. MA, J.Q. JIANG, H.P. FENG, S.Y. ZHAI," Effect of Cumulative Strain on Texture Characteristics During Wire Drawing of Eutectoid Steels",Scripta Materialia, Vol. 59, pp. 850-853, 2008.
- [90] T.Suzuki, Y.Tomota, A.Moriai H.Tashiro," High Tensile Strength of Low-Carbon Ferritic Steel Subjected to Severe Drawing", Materials Transactions, Vol. 50, pp.51-55, 2009.
- [91] N.Guo, B.Luan, Q.Liu," Influence of Pre-Torsion Deformation on Microstructures And Properties of Cold Drawing Pearlitic Steel Wires", Materials and Design, Vol.50, pp. 285-292, 2013.
- [92] F.FANG, Y.ZHAO, L.ZHOU, X.HU, Z.XIE, J.JIANG," Texture Inheritance of Cold Drawn Pearlite Steel Wires After Austenitization", Materials Science & Engineering A, Vol. 618, pp. 505-510, 2014.
- [93] Y.MA, M.YANG, P.JIANG, F.YUAN, X.WU," Plastic Deformation Mechanisms in a Severely Deformed Fe-Ni-Al-C Alloy with Superior Tensile Properties", Scientific Reports volume 7, N° 15619, 2017.
- [94] W.WANG, Y.MA, M.YANG, P.JIANG, F.YUAN, X.WU," Strain Rate Effect on Tensile Behavior for a High Specific Strength Steel: From Quasi-Static to Intermediate Strain Rates", Metals,Vol. 8, pp 1-14, 2017.
- [95] T.MAITLAND, S.SITZMAN," Backscattering Detector and EBSD in Nanomaterials Characterization", Scanning Microscopy for Nanotechnology, pp. 41-75, 2006.

- [96] R.A.SCHWARZER, D.P.FIELD, B.L.ADAMS, M .KUMAR, A.J.SCHWARTZ," Present State of Electron Backscatter Diffraction and Prospective Developments", Electron Backscatter Diffraction in Materials Science, 2009.
- [97] T.BAUDIN," Analyse EBSD - Principe et Cartographies d'Orientations", Techniques de l'ingénieur, 2010.
- [98] H.YAN," Crystal Structure, Martensitic Transformation Crystallography, Mechanical And Magnetocaloric Performance Of Ni(Co) Mnin Multifunctional Alloys",Thèse de Doctorat en Science des Matériaux, Université Northeastern-Boston-USA, 2016.
- [99] C.KERISIT, S.JACOMET, N.BOZZOLO, M.HOUILLON, W.GESLIN, V.LLORCA, R.E. LOGÉ," Mesures des Hétérogénéités de Déformation du Tantale Déformé à Froid et Conséquences sur la Recristallisation", Conférence Matériaux, France, 2010.
- [100] H.HU, "Texture of Metals", Texture, Vol.1, pp.238-255, 1974.
- [101] P. KUMAR, N. P. GURAO, A. HALDAR, S.SUWAS," Progressive Changes in the Microstructure and Texture in Pearlitic Steel during Wire Drawing", ISIJ International, Vol. 51, pp.679-684, 2011.
- [102] A.M. ELWAZRI, P. WANJARA," The Effect of Microstructural Characteristics of Pearlite on the Mechanical Properties of Hypereutectoid Steel", Materials Science and Engineering A, Vol.404, pp. 91-98, 2005.
- [103] H.L. Yi," Full Pearlite Obtained by Slow Cooling in Medium Carbon Steel", Materials Science and Engineering A, Vol. 527, pp. 7600-7604, 2010.
- [104] M.C. NEBBAR, M. ZIDANI1, T. DJIMAOU1,, T. ABID, H. FARH, T. ZIAR, A.L. HELBERT, F. BRISSET, T.BAUDIN," Microstructural Evolutions and Mechanical Properties of Drawn Medium Carbon Steel Wire", International Journal of Engineering Research in Africa, Vol. 41, pp. 1-7, 2019.

Annexe I : Morphologie des joints de grains dans les microstructures des fils machine**1-Acier C68D-2****2-Acier D45-2**

Annexe II : Figures de pôles directes {111} et {100}

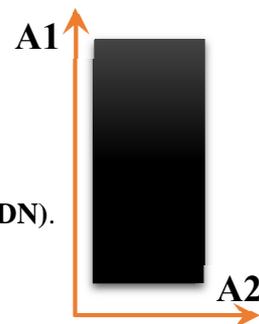
1. Acier C68D-2

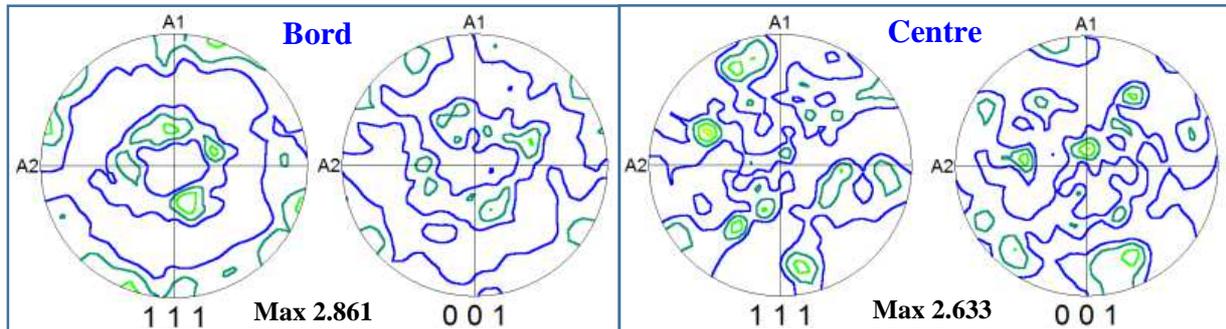
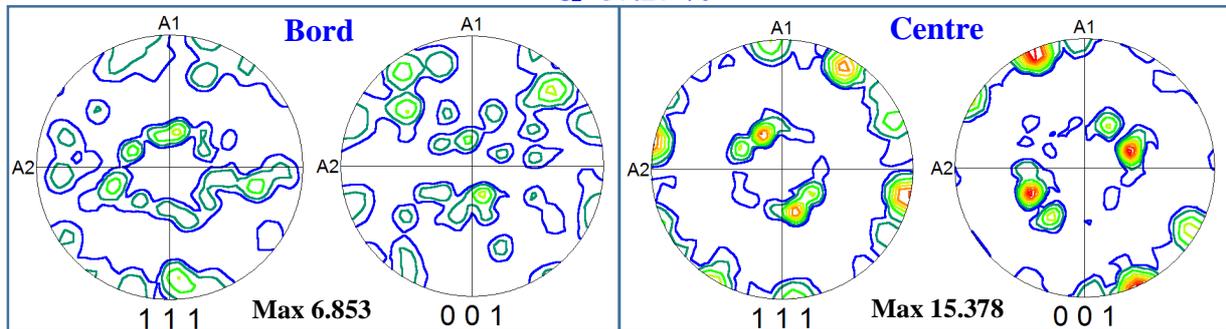
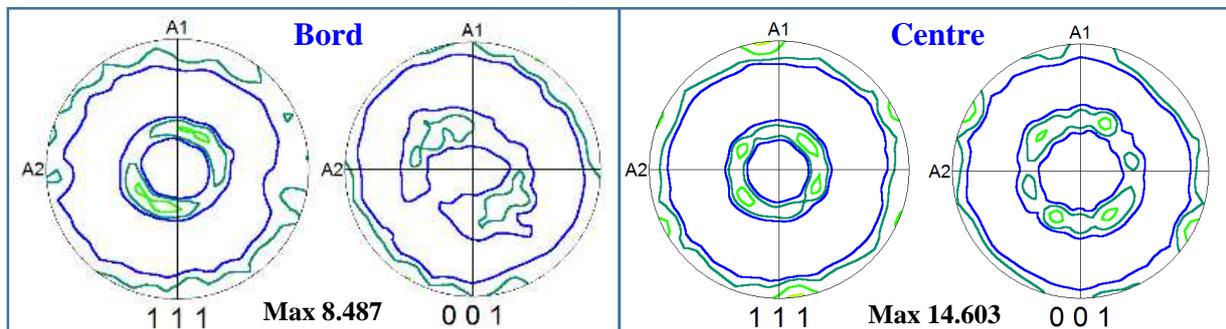
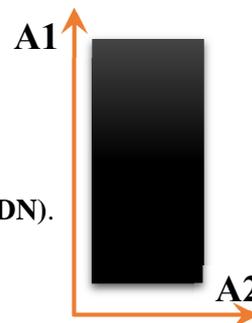
 $\varepsilon_1=0\%$  $\varepsilon_2=43.6\%$  $\varepsilon_3=60\%$ 

A1 = Axe du fil (DT).

A2 = Direction radiale (DR).

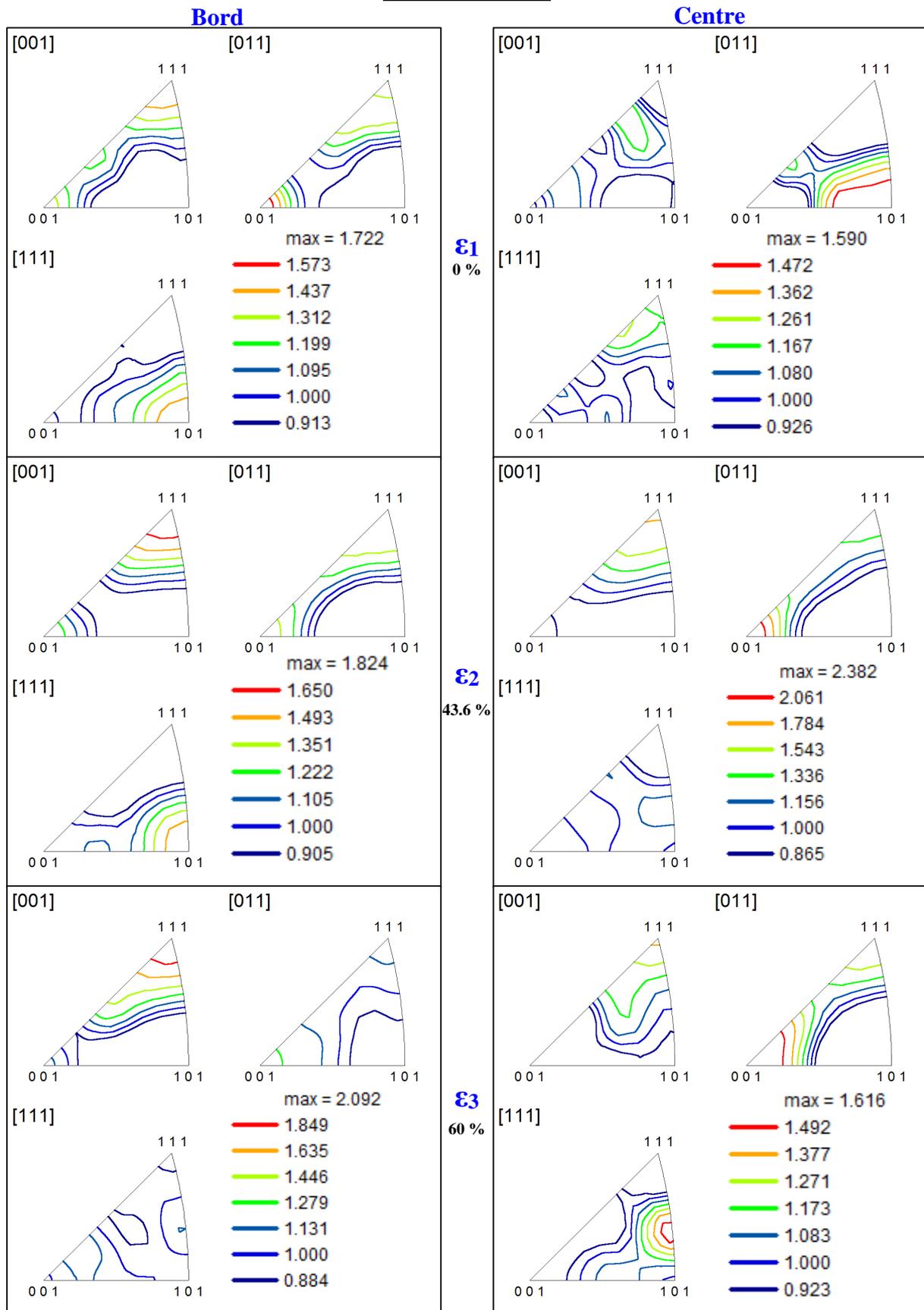
A3 = Direction normale au plan (A1, A2) (DN).



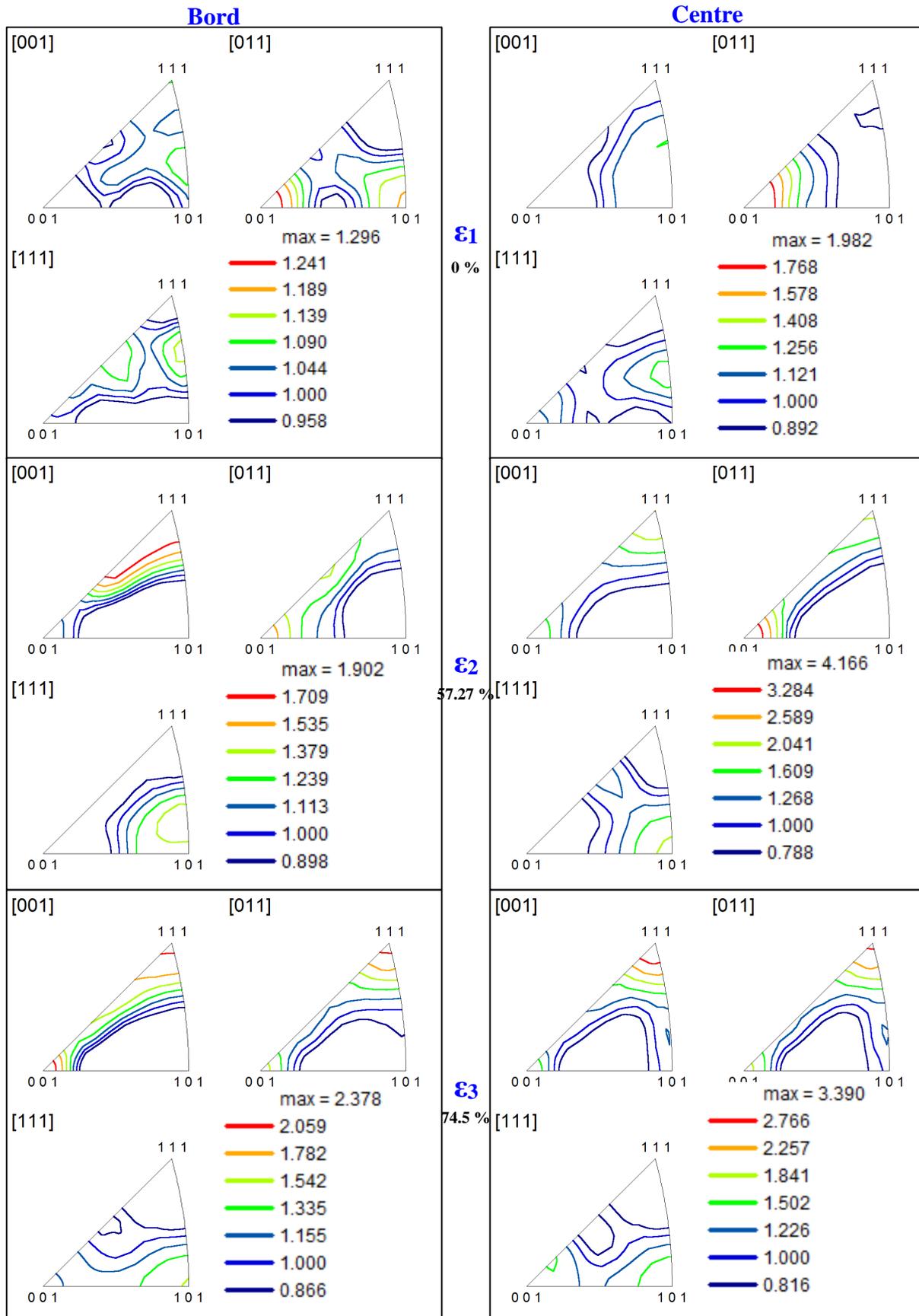
2. Acier D45-2 $\varepsilon_1=0\%$  $\varepsilon_2=57.27\%$  $\varepsilon_3=74.5\%$ A1 = Axe du fil (**DT**).A2 = Direction radiale (**DR**).A3 = Direction normale au plan (A1, A2) (**DN**).

Annexe III : Figure de pôles inverses

1. Acier C68D-2



2. Acier D45-2



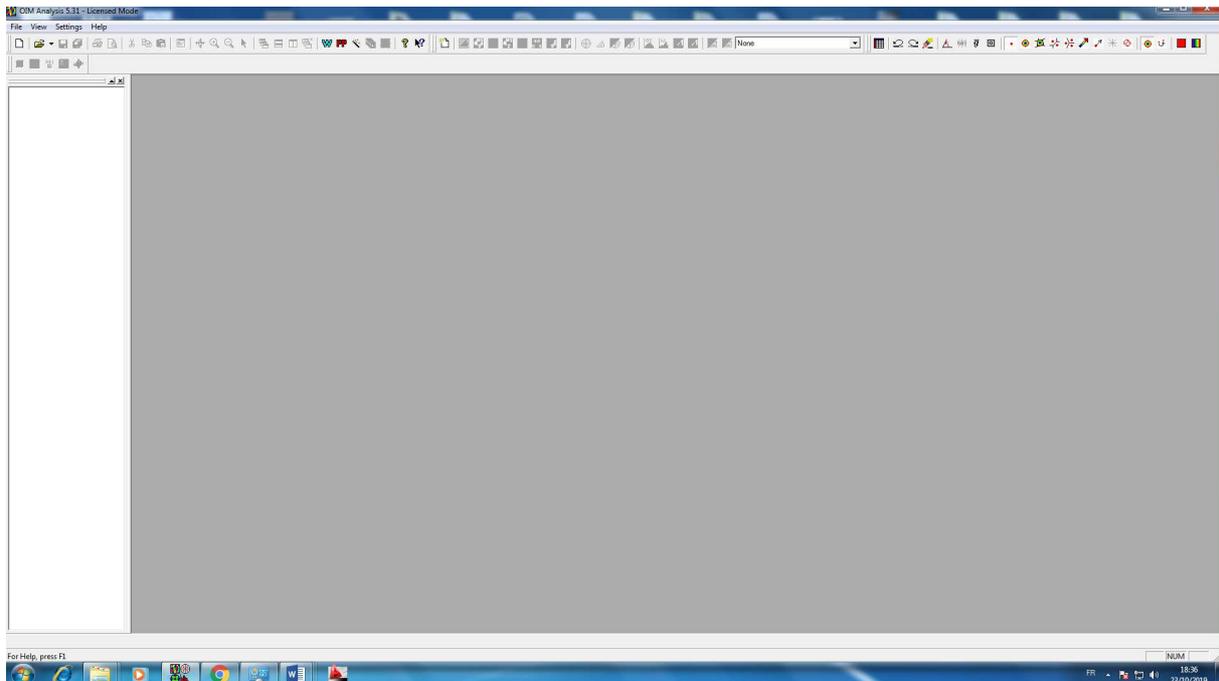
Annexe IV : Analyse des résultats par le logiciel OIM Analysis

La version de l'OIM utilisée dans cette étude pour l'analyse de la texture cristallographique est 5.31 (Version libre et limitée).

Icône



Interface (Double clic sur l'icône de l'OIM)



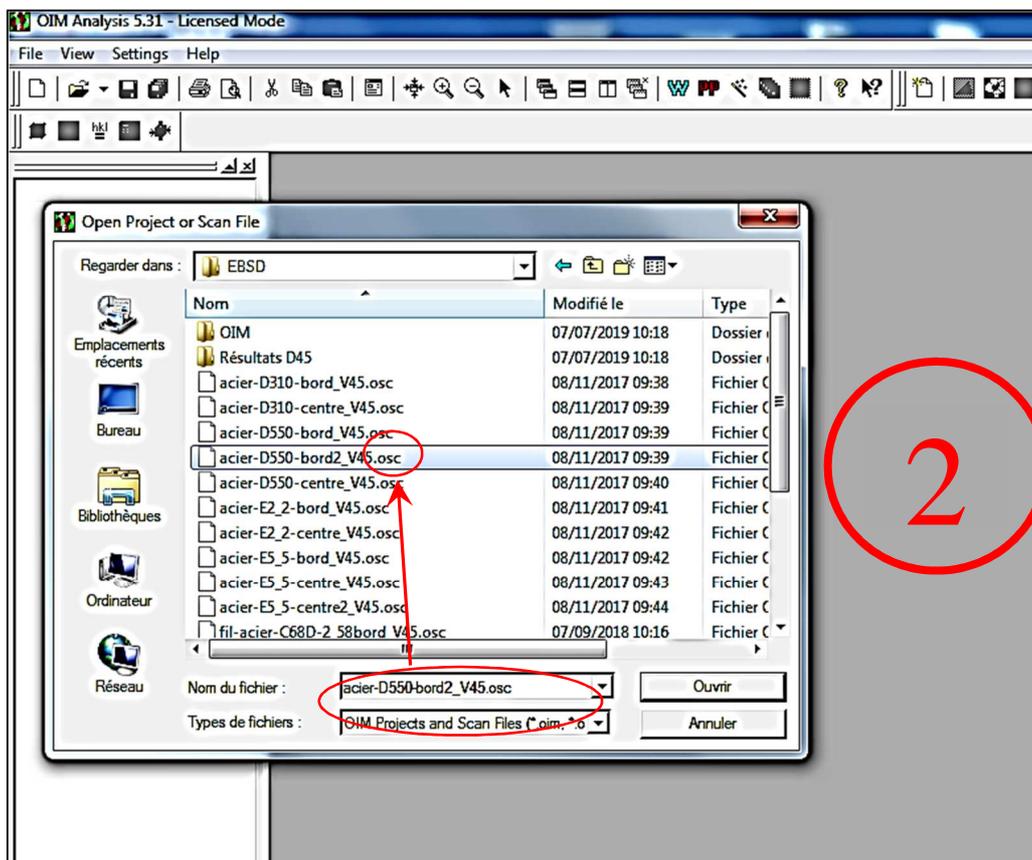
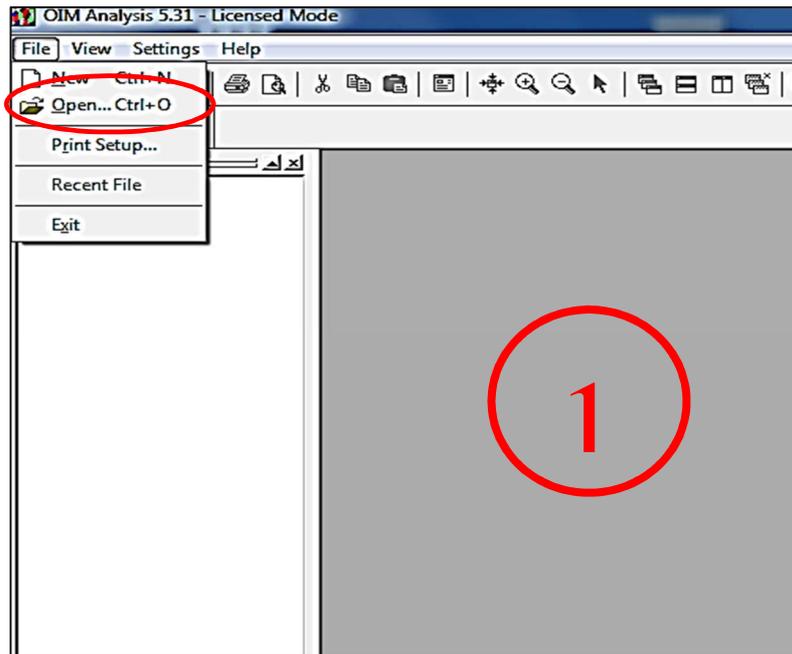
Extentions compatibles

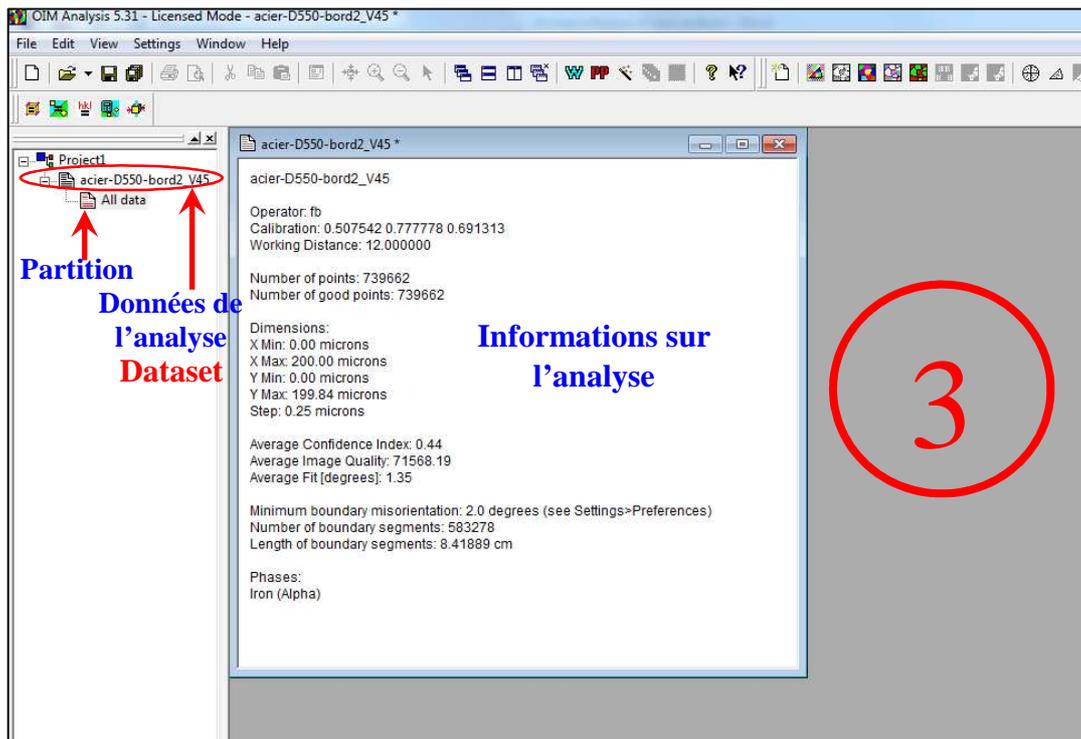
- a- OIM project and scan file (*.oim, *.osc, *.ang).
- b- Comma Delimited (*.csv).
- c- Other scan format (*.ctf).

Dans notre étude, nous avons utilisé l'extension *.osc.

Analyse de la texture

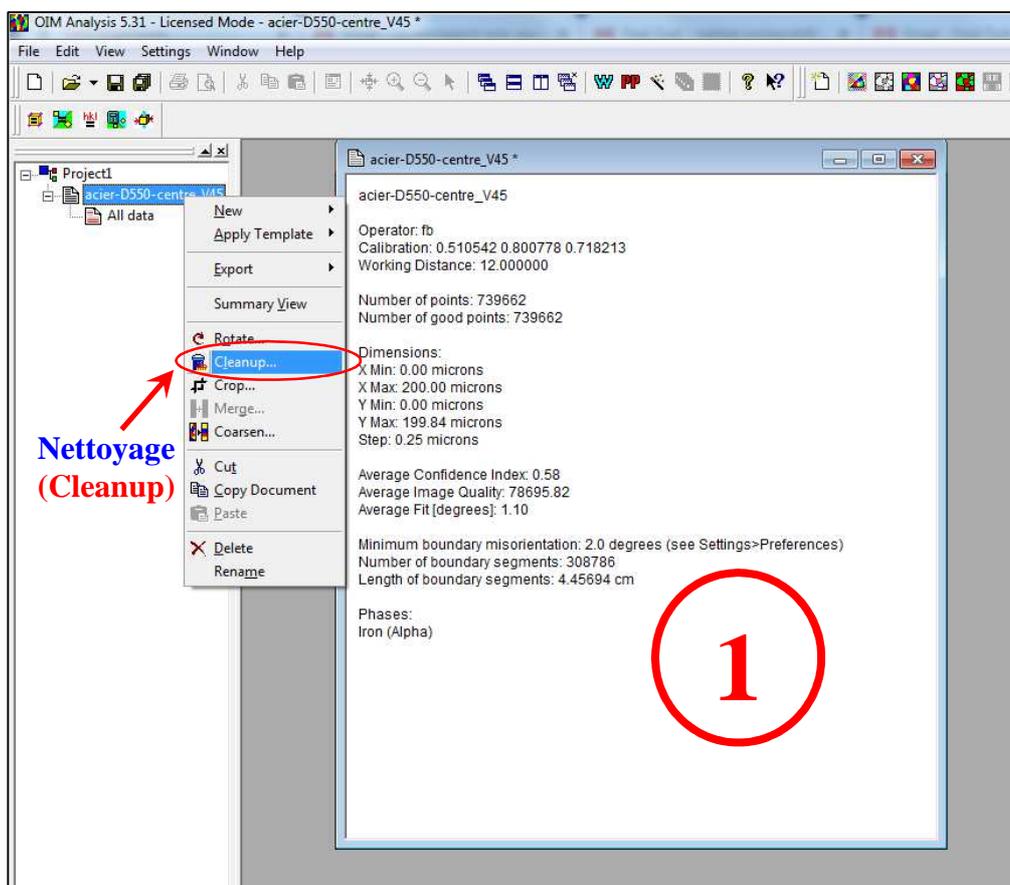
1-Ouverture de fichier d'analyse (Donner par l'EBSD)



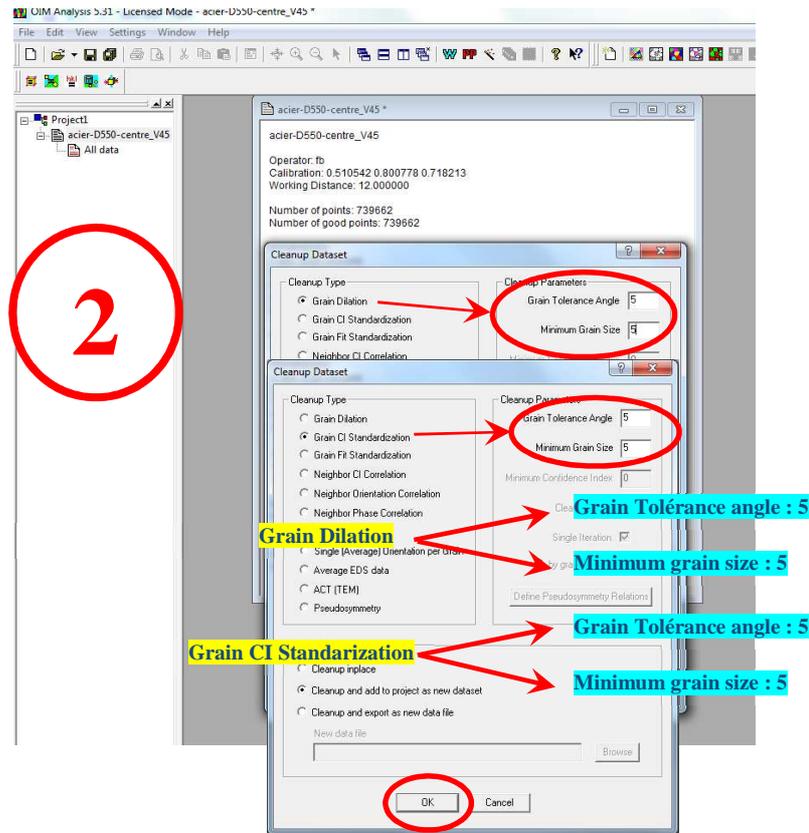


2-L'analyse

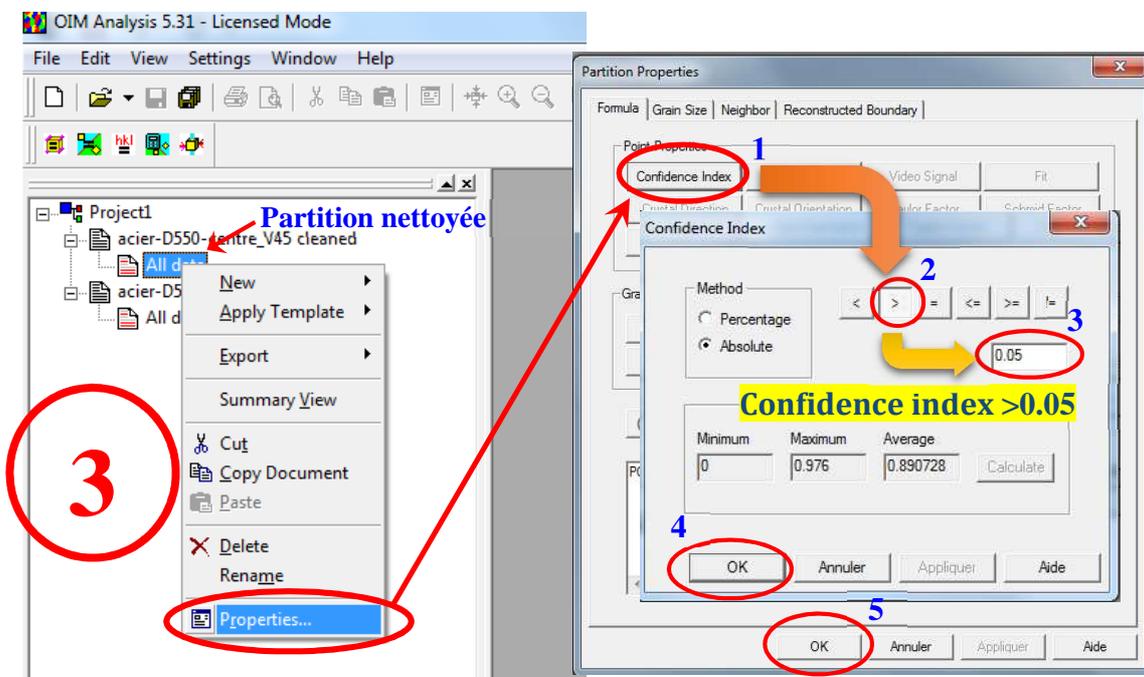
1. Nettoyage de résultat : Avant d'analyser le résultat par OIM, un nettoyage (**cleanup**) est préconisé pour enlever les mauvais points.



2. Modification des paramètres de nettoyage (cleanup dataset) : 1) grain dilation et 2) Grain CI standardization.



3. Modification de l'indice de confiance (Confidence Index) : supérieur à 0.05



Analyse de la microstructure et la texture par OIM Analysis

1. Création des cartographies EBSD

Cartographie de microstructure et taille des grains

The image illustrates the process of creating an EBSD microstructure map in OIM Analysis 5.31. It is divided into two main parts:

Top Part: Creating the Map

- The main software window shows the 'Project1' tree with 'acier-D550-centre_V45' selected. The 'Map' button in the 'New' menu is circled in red.
- The 'New Map' dialog box is open, showing the 'Color Coded' section. The 'Unique Grain Color' option is selected and circled in red, with a yellow label 'Unique Grain Color' pointing to it.
- The 'OK' button is circled in red, with a yellow label '3' pointing to it.
- Red arrows and numbers 1, 2, and 3 indicate the sequence of actions: 1 points to the 'Grayscale' dropdown, 2 points to the 'Unique Grain Color' selection, and 3 points to the 'OK' button.
- A red text box on the left says: 'Click bouton à droite La partition nettoyée'.

Bottom Part: Resulting Microstructure Map

- The software window now displays the 'Grain - acier-D550-' data. The main view shows a colorful EBSD microstructure map with a 60 µm scale bar.
- A red arrow points from the text 'Cartographie microstructure' to the map.
- The right-hand panel shows the map settings: 'Gray Scale Map Type: <none>' and 'Color Coded Map Type: Unique Grain Color'.

Calcul des distributions de tailles des grains

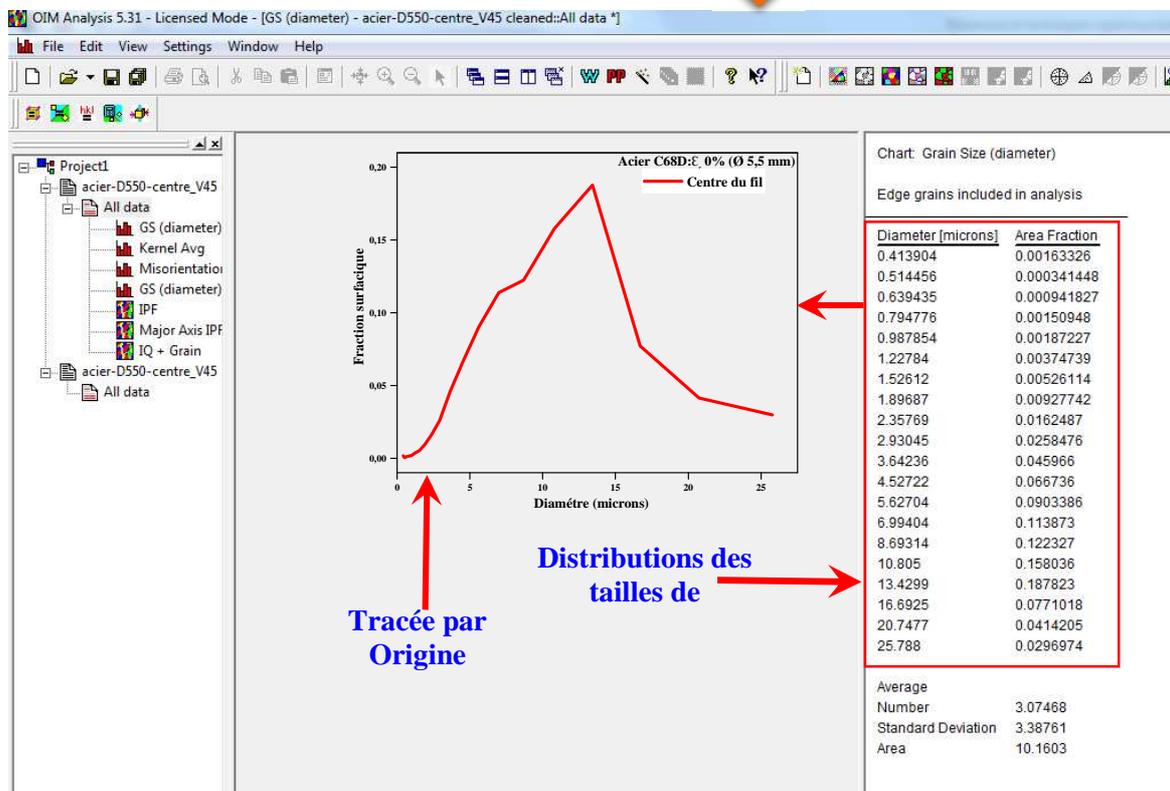
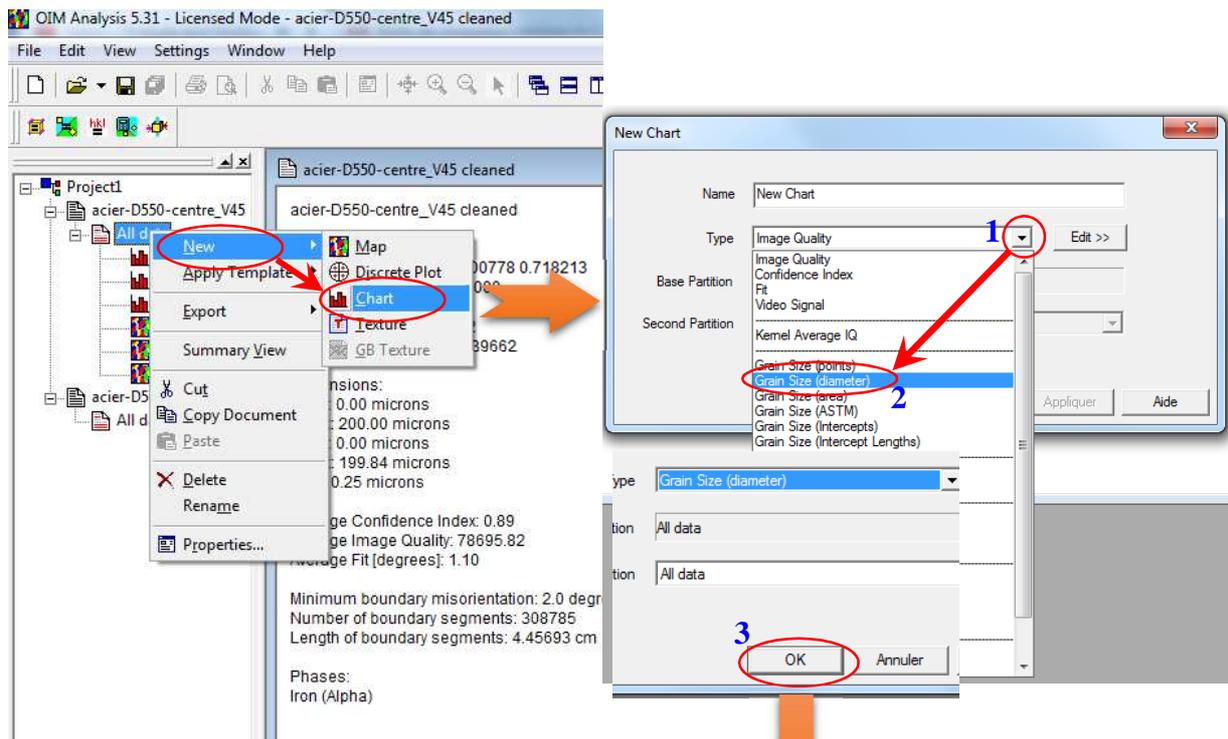
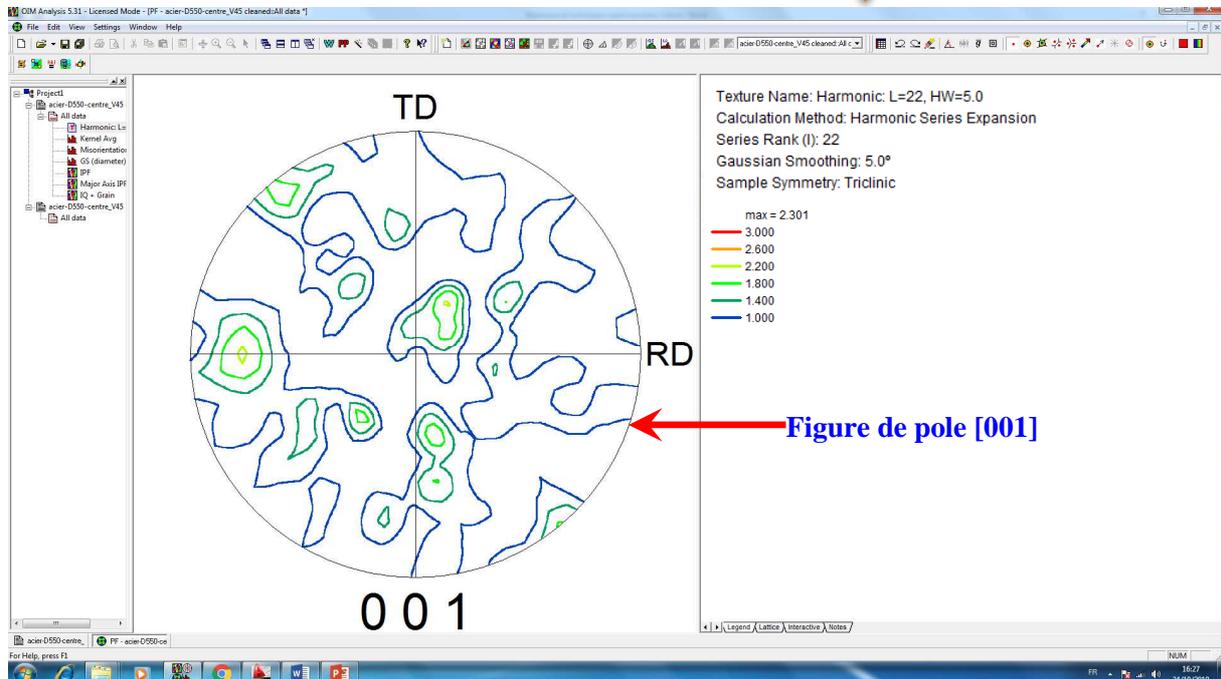
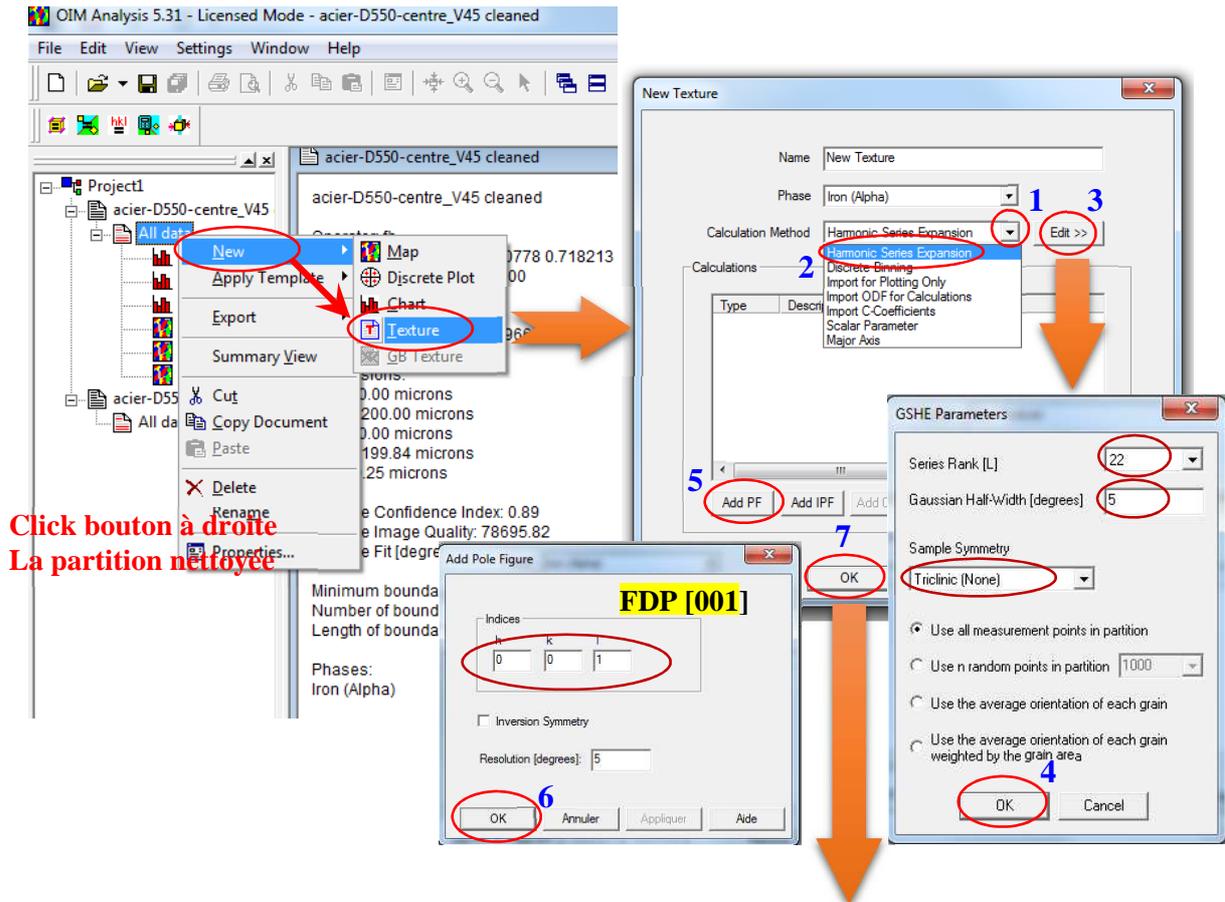


Figure de pole (FDP)



Calcul de Kernel average misorientation (KAM)

Click bouton à droite
La partition nettoyée

Kernel Average Misorientation

1

2

OK Annuler

