HAL
open science

# Etude expérimentale de la torsion directe et inverse de fils fins d'acier

Benoît Forfert

## To cite this version:

Benoît Forfert. Etude expérimentale de la torsion directe et inverse de fils fins d'acier. Autre [cond-mat.other]. Université Paul Verlaine - Metz, 2007. Français. NNT : 2007METZ011S . tel-01748974

**HAL Id: tel-01748974**

**https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01748974v1**

Submitted on 29 Mar 2018

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

UNIVERSITÉ DE LORRAINE

AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4
Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10
http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php
http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm

2007 METZ 0013

Ecole Doctorale Energie Mécanique MAtériaux

# THESE

**Présentée à**

L'UNIVERSITE PAUL VERLAINE DE METZ

**PAR**

**Benoît FORFERT**

Pour l'obtention du grade de :

**Docteur de l'Université de Metz**

***SPECIALITE* : Sciences des matériaux**
***OPTION* : Physique**

# Étude expérimentale de la torsion directe et inverse de fils fins d'acier

Soutenue le 27 juin 2007 à L'ENI de Metz à 14h, devant le jury composé de :

| | | |
|---|---|---|
| M. Claude PRIOUL | Professeur à l'Ecole Centrale Paris, Université de Paris XIII, LMSSMat | Rapporteur |
| M. Tony MONTESIN | Professeur à l'Université de Bourgogne, Institut Carnot de Bourgogne | Rapporteur |
| Mme. Catherine CORDIER-ROBERT | Maître de conférences à l'Université d'Artois, LMPGM | Examinateur |
| M. Laszlo TOTH | Professeur à l'Université Paul-Verlaine de Metz, LPMM | Examinateur |
| M. Manuel FRANCOIS | Professeur à Université de Technologie de Troyes, LASMIS | Examinateur |
| M. Albert TIDU | Professeur à l'ENI de Metz, LETAM | Directeur de thèse |
| M. Bernard BOLLE | Maître de conférences à l'Université Paul-Verlaine de Metz, LETAM | Co-encadrant scientifique |
| M. Jean-Jacques FUNDENBERGER | Maître de conférences à l'Université Paul-Verlaine de Metz, LETAM | Co-encadrant scientifique |

Laboratoire d'Etude des Textures et Applications aux Matériaux (LETAM)- CNRS UMR 7078
Île du Saulcy 57045 METZ Cedex 01

*A mes parent, Sylvianne et Gilbert.*

*A Mathilde.*

UNIVERSITE Paul Verlaine - METZ
S.C.D.
N° Inv.
Cote 07/11
Loc

# Remerciements

Tout d'abord, je tiens à remercier profondément mon directeur de thèse Albert TIDU qui a su me transmettre le virus de la recherche et le goût de l'expérimentation tout au long de ces années de travail. Je remercie naturellement mes deux co-encadrants, Bernard BOLLE et Jean-Jacques FUNDENBERGER, pour leur disponibilité, leur expertise et les discussions enrichissantes qui ont permis de mener à bien ce projet de recherche.

Mes remerciements vont ensuite à la structure qui m'a accueilli, le Laboratoire d'Etude des Textures et Applications aux Matériaux, et son directeur Francis WAGNER pour m'avoir donner un cadre de travail agréable et propice à la réflexion.

Sans un jury de spécialistes, la reconnaissance de mes travaux par la communauté scientifique ne serait pas possible, et c'est pourquoi je tiens à remercier Tony MONTESIN et Claude PRIOUL pour avoir accepté d'être rapporteurs de cette thèse. De la même façon, je remercie les examinateurs de ce travail qui sont Catherine CORDIER-ROBERT, Manuel FRANCOIS et Laszlo TOTH.

Une thèse de doctorat expérimentale ne serait rien sans les différentes collaborations techniques qui ont permis de rassembler et d'exploiter autant de résultats. Je remercie donc chaleureusement Christian LARUELLE pour le développement et les nombreux débugages et modifications des logiciels qui ont permis l'exploitation d'une grande partie de mes résultats. Guillaume GEANDIER, pour les nuits blanches passées à mettre en place et calibrer une installation récalcitrante, mérite mes sincères remerciements. Ayant repris les recherches à la suite du professeur LIU, je tiens à le remercier pour le court moment qu'il a passé en France qui nous aura permis d'aborder nos problèmes d'une façon différente. Une fois de plus, je remercie Catherine CORDIER-ROBERT pour son expertise de la spectrométrie Mössbauer et le temps qu'elle m'a accordé. La compétence du personnel technique du LETAM est la base de nombreuses expériences essentielles à ce travail de recherche, je souhaite donc le remercier amicalement.

Je tiens à remercier particulièrement Mathilde pour son soutien et ses encouragements quotidiens qui m'ont permis d'aller au bout de ce travail. Egalement, sans le soutien des amis et de la famille il m'aurait été difficile de m'épanouir dans mon travail : pour cela je les remercie.

Enfin, mes remerciements vont aux étudiants et permanents du LETAM qui m'ont permis d'évoluer dans une chaleureuse ambiance propice à la réflexion…

# Table des matières


INTRODUCTION GENERALE ..... 1

CHAPITRE I: ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE ..... 5

A. ETUDE DU TRÉFILAGE DE FILS FINS EN ACIER PERLITIQUE : ..... 6
I. Comportement des colonies perlitiques : ..... 6
1. Définition de la perlite : ..... 6
2. Les évolutions microstructurales : ..... 7
3. Renforcement du fil mécanique : ..... 10
4. Echelle de la plasticité : ..... 11
II. Description de la texture cristallographique de la ferrite : ..... 11
III. Etude des contraintes internes : ..... 13

B. ETUDE DES MODIFICATIONS MÉTALLURGIQUES DES FILS D'ACIER PERLITIQUE ET BAS CARBONE : ..... 15
I. Comportement de la cémentite ..... 15
II. Vieillissement de la microstructure : ..... 16
1. Vieillissement des aciers perlitiques : ..... 17
2. Vieillissement des aciers bas carbone : ..... 18

C. ETUDE DE LA TORSION : ..... 19
I. Mécanique de la torsion ..... 20
1. Généralités : ..... 20
2. Effet Swift : ..... 23
3. La rupture en torsion : ..... 24
II. Texture de torsion ..... 25
1. Orientations préférentielles de la ferrite : ..... 25
2. Texture des fils d'aciers perlitiques ..... 28

D. CONCLUSIONS DU CHAPITRE : ..... 35

CHAPITRE II: MÉTHODOLOGIE ET OUTILS EXPÉRIMENTAUX ..... 37

A. LES MATÉRIAUX UTILISÉS : ..... 38
I. Steelcord : ..... 38
II. Acier bas carbone (<0,1% C en masse) : ..... 39
III. Acier bas carbone (0,1% C en masse) : ..... 39
IV. Fer pur : ..... 40

B. ESSAIS DE TORSION : ..... 42
I. Description et réalisation du banc d'essai : ..... 42
II. Protocole des essais de torsion : ..... 43
1. Essais de torsion directe et inverse : ..... 43
2. Estimation des erreurs systématiques : ..... 43
III. Mesure du couple : ..... 44

C. EVALUATION DE LA TEXTURE EN RÉFLEXION : ..... 45
I. Préparation des échantillons : ..... 45
II. Goniomètre de texture et rayonnement : ..... 46
III. Fonction de distribution des orientations, FDP complètes : ..... 47

D. EVALUATION DE LA TEXTURE EN TRANSMISSION : ..... 48
I. Le rayonnement synchrotron : ..... 49
1. Description du faisceau : ..... 49
2. Réalisation des échantillons : ..... 50
3. La géométrie de l'installation : ..... 50
II. Réalisation de figures de pôles : ..... 51
1. Propriétés cristallographiques de la cémentite : ..... 51
2. Lecture des données de l'ESRF : ..... 53
3. Les corrections d'intensité : ..... 54
4. Décomposition des diagrammes d'anneaux : ..... 55
5. Séparation de pics : ..... 56
6. Repositionnement et figures de pôles : ..... 60
III. FDO et FDP recalculées : application à la cémentite. ..... 65

E. MÉTHODES D'OBSERVATION LOCALE : ..... 65
I. Microscopie optique : ..... 65
II. Microscopie électronique : ..... 66
III. L'E.B.S.D. : ..... 67
1. Principe : ..... 67
2. Renseignements expérimentaux : ..... 69

F. SPECTROMÉTRIE MÖSSBAUER : ..... 70

G. CONCLUSIONS : ..... 72

CHAPITRE III: ETUDE DE LA TEXTURE ET DE LA MICROSTRUCTURE DE FILS FINS D'ACIER EN TORSION DIRECTE ET INVERSE ..... 75

A. CAS DE L'ACIER PERLITIQUE : ..... 76
I. Introduction : ..... 76
II. Etude des textures de la ferrite : ..... 76
1. Evolution de la texture cristallographique en torsion directe : ..... 76
2. Evolution de la texture cristallographique en torsion inverse : ..... 81
3. Comparaison des méthodes d'évaluation des rotations Ω' : ..... 83
III. Etude des textures de la cémentite : ..... 84
1. Evolution de la texture de la cémentite d'échantillons patentés : ..... 87
2. Analyse de la texture cristallographique de la cémentite : ..... 89
IV. Etude de la microstructure en torsion directe et inverse : ..... 92
1. Analyse de la morphologie de la microstructure : ..... 92
2. Etude de la dissolution de la cémentite : ..... 96
V. Conclusions de la partie A : ..... 99

B. CAS DES ACIERS BAS CARBONE TRÉFILÉS : ..... 100
I. Introduction : ..... 100
II. Etude de l'évolution de la texture en torsion directe et inverse : ..... 101
1. Orientations préférentielles : ..... 102
2. Analyse de l'évolution de la texture : ..... 107
III. Etude de la microstructure par microscopie : ..... 114
1. Torsion directe : ..... 115
2. Torsion inverse : morphologie générale. ..... 118
3. Torsion inverse : morphologie locale. ..... 121

C. CAS DES ACIERS BAS CARBONE TRÉFILÉS ET RECUITS : ..... 124
1. Torsion directe d'un acier bas carbone recuit : ..... 126
2. Torsion inverse d'un acier bas carbone recuit : ..... 128
II. Conclusions sur les aciers bas carbone : ..... 131

D. CONCLUSIONS ET DISCUSSION : ..... 132

CHAPITRE IV: ETUDE DU PHÉNOMÈNE DE LOCALISATION DE LA DÉFORMATION EN TORSION INVERSE ..... 139

A. ANALYSE DE LA LOCALISATION DE LA DÉFORMATION : ..... 140
I. Observations générales : ..... 140
1. Analyse de la surface du fil en torsion directe : ..... 140
2. Analyse de la surface du fil en torsion inverse : ..... 141
II. Analyses mécaniques : ..... 143
1. Un effet de seuil : ..... 143
2. Une augmentation de la déformation à rupture : ..... 144
3. Caractéristiques mécaniques de la localisation : ..... 145
4. Evolution du couple : ..... 149
5. Analyse de la dureté : ..... 154
III. Analyse thermique : ..... 155
1. Etude de propagation de la chaleur : ..... 155
2. Imagerie infrarouge : ..... 158
IV. Analyse de la texture locale : ..... 160
1. Evolution des orientations locales : ..... 160
2. Orientations locales du front de déformation : ..... 165
V. Conclusions de la partie A : ..... 171

B. DISCUSSION : ..... 172
I. Hypothèse d'un phénomène de formation de bandes : ..... 172
1. Les bandes de Piobert-Lüders : ..... 172
2. Les bandes en genou : ..... 173
3. Bandes de cisaillement : ..... 174
II. Un phénomène thermiquement activé : ..... 178
1. Apport de chaleur pour initier le front de déformation : ..... 178
2. Refroidissement du front de déformation : ..... 179
III. Mécanismes régissant la localisation de la déformation : ..... 180
1. Initiation de la localisation de la déformation : ..... 180
2. Propagation du front de déformation : ..... 180
3. Evolution de la texture cristallographique en torsion inverse : ..... 181

CONCLUSION GÉNÉRALE : ..... 185

PERSPECTIVES : ..... 187

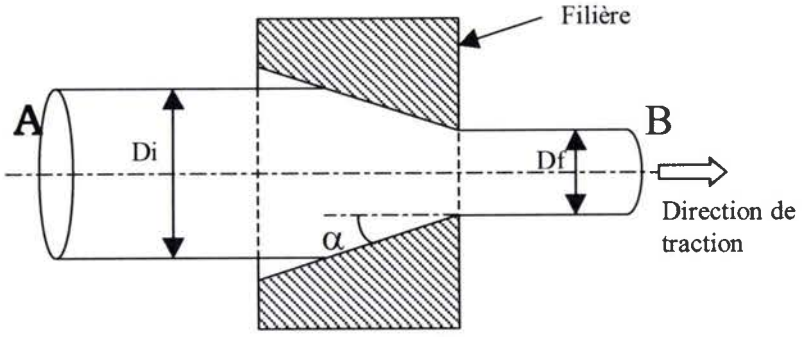
ANNEXES : ..... 189
*Annexe A : Diffraction des rayons X et texture cristallographique* ..... *190*
*Annexe B : Figures de pôles recalculées de la cémentite* ..... *196*
*Annexe C : Figures de pôles recalculées acier à 0,1% C en masse* ..... *199*
*Annexe D : Figures de pôles recalculées acier à <0,1% C en masse* ..... *204*
*Annexe E : Figures de pôles recalculées fer-α* ..... *207*
*Annexe F : Figures de pôles recalculées acier perlitique à 0,77% C en masse* ..... *210*
*Annexe G : Coupes FDO acier bas carbone* ..... *211*
*Annexe H : Cisaillement appliqué en torsion* ..... *213*

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES : ..... 215

# Introduction générale

Le pneumatique, produit de haute technologie, est un composite à matrice polymère dont le renfort est assuré par des nappes superposées de câbles fins. Ces câbles sont constitués de plusieurs fils d'acier à très haute caractéristique mécanique (limite de rupture allant jusqu'à plus de 4000 MPa) d'environ 0,2 mm de diamètre tréfilés à froid et toronnés. Dans la profession, ces fils fins d'acier portent le nom de « steelcord ».

Ces fils fins sont fabriqués par tréfilage. Le tréfilage permet d'obtenir une pièce cylindrique en forçant son passage dans une succession de filières. Le métal s'allonge et sa section se réduit : on dit qu'il file. La filière forme un cône de demi angle au sommet α appelé « angle de filière ». Du fait de la symétrie du procédé la déformation est axisymétrique.




*Principe du tréfilage*

Deux procédés obéissent à ce principe : le tréfilage et l'extrusion. Dans le cas du tréfilage, le déplacement est imposé par une traction sur la face avant B. S'il s'agit d'extrusion, on impose le déplacement en poussant sur la face arrière A.

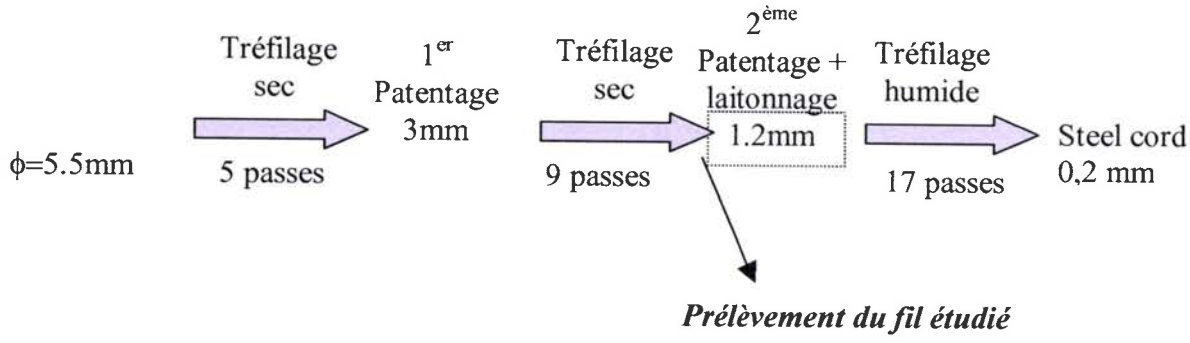
Le procédé de tréfilage est réservé aux faibles angles de filière alors que l'opération d'extrusion est plus adaptée aux fort angles et à des taux de réduction plus importants. Le taux de réduction est défini par la relation suivante :

$$R\% = \left(1 - \frac{S_f}{S_i}\right) \cdot 100$$

où $S_i$ et $S_f$ sont respectivement les valeurs des sections initiale et finale du fil. Que ce soit en extrusion ou en tréfilage, les taux de réduction ne sont jamais inférieurs à 10-15%. Le calcul de la déformation vraie, ou rationnelle, se fait par la formule suivante :

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{S_i}{S_f}\right)$$

La fabrication du fil s'effectue en plusieurs étapes comprenant une phase de tréfilage sec (lubrification par des savons) puis une phase de tréfilage humide. Des traitements thermiques (patentages) s'intercalent entre ces phases de tréfilage. La figure ci-après présente la succession de ces phases. Le « steelcord » est le produit final de cette chaîne de fabrication.

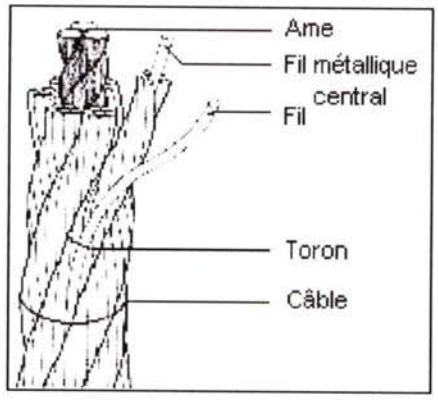



*Les étapes du tréfilage.*

Deux traitements thermiques appelés « patentages » s'intercalent dans le procédé de fabrication dans le but de restaurer l'aptitude à la déformation du fil. Il s'agit d'une trempe étagée dans le domaine austénitique à 950°C en four au défilé (le fil avance à vitesse constante dans le four), suivie d'une trempe en bain de plomb à 560°C pendant quelques secondes également au défilé.

A la fin du procédé de tréfilage, le fil d'acier perlitique a subi une déformation vraie de l'ordre de $\varepsilon = 4$ pour un diamètre final de 0,2 mm environ. Ce procédé a des conséquences importantes sur les caractéristiques mécaniques des fils fins. La valeur de 4 GPa en résistance mécanique est atteinte pour ce taux de déformation. Ces caractéristiques mécaniques élevées sont dues aux évolutions microstructurales liées à la déformation par tréfilage.

Après tréfilage, les fils fins vont être toronnés. Le toronnage consiste à assembler plusieurs fils fins pour créer un toron. Ensuite, plusieurs torons sont assemblés pour former un câble. La figure ci-dessous montre les différents constituant d'un câble.




*Exemple de composition d'un câble*

Durant cette opération, les fils subissent principalement une sollicitation en torsion. L'étude des évolutions microstructurales des fils d'acier en torsion est alors menée dans le but de comprendre les mécanismes mis en jeu durant la torsion. La connaissance de ces

mécanismes passe par différentes méthodes d'analyse que nous présentons dans ce manuscrit. Pour cela, quatre chapitres sont développés pour présenter les méthodes mises en œuvre et les résultats obtenus.

En premier lieu, une étude bibliographique (chapitre I) est réalisée pour présenter l'état de l'art sur le tréfilage, la torsion en général et plus particulièrement la torsion des fils d'acier perlitique utilisés dans la fabrication du steelcord. L'étude bibliographique du tréfilage nous permet de caractériser l'état microstructural du matériau de départ utilisé en torsion car cet état initial conditionne les évolutions que nous étudions par la suite. L'étude de la torsion des fils fins et de matériaux plus massif nous permet d'établir principalement les différences d'évolution de texture de ces deux types de matériaux en torsion. A partir des observations tirées de la littérature nous pouvons établir les axes de travail que nous développons dans la suite de ce manuscrit.

Avant de présenter les résultats de nos expérimentations, nous abordons les méthodes et les outils qui nous ont servis dans les essais mécaniques et la caractérisation des matériaux (chapitre II). Il est question d'expliquer principalement les aspects méthodologiques originaux de ce travail, comme par exemple, l'acquisition de figure de pôles par rayonnement synchrotron.

Le premier chapitre de résultats (chapitre III) est dédié à l'étude de l'évolution de la microstructure et de la texture cristallographique de fils fins d'acier en torsion directe et inverse. Nous considérons d'abord l'acier perlitique avant d'étudier, dans une deuxième partie, des aciers bas carbone. L'objectif est ici de comparer les résultats obtenus pour différentes nuances d'acier différenciées par leur taux de carbone et leur type de microstructure.

Finalement, ayant constaté un phénomène particulier en torsion inverse, nous lui consacrons le chapitre IV. Il s'agit d'analyser un mécanisme de déformation hétérogène qui a lieu lors des essais de torsion inverse.

En conclusion de ce manuscrit, nous dégagerons les points forts de ce travail de recherche et nous soulignerons les perspectives intéressantes à développer par des recherches ultérieures.

# Chapitre I Etude bibliographique

## Introduction :

L'objectif de ce premier chapitre est de présenter une revue bibliographique sur le fil fin en acier perlitique (steelcord). Nous voulons établir l'évolution de l'état microstructural du fil au cours du tréfilage et de la torsion. Cet état microstructural sera caractérisé par la texture cristallographique, par les contraintes internes, ou encore par la morphologie des grains. D'autres aspects sont également abordés comme par exemple la dissolution de la cémentite durant le tréfilage. Toutes ces informations permettent d'établir les bases et les axes de travail de ce manuscrit.

Dans un premier temps, on cherche à présenter les propriétés des fils dans leur état brut d'élaboration (tréfilage). Ensuite, l'étude bibliographique de la torsion est menée aussi bien sur des fils que sur des échantillons plus massifs. Le but est de comprendre les conséquences générales de la torsion. La dernière partie de ce chapitre traite de la torsion inverse des fils d'acier perlitique. C'est un essai peu étudié dans la littérature et qui fait l'objet d'une attention plus particulière dans les derniers chapitres de ce mémoire. On a donc besoin de faire l'état de l'art sur ce type de sollicitation pour mener à bien son étude ultérieure.

# A. Etude du tréfilage de fils fins en acier perlitique :

L'objectif global de ce travail de recherche est de caractériser l'évolution de l'état de la microstructure de fils d'acier au cours de la torsion. La connaissance de l'état des fils après tréfilage est donc importante. Ce paragraphe a pour objectif de décrire l'évolution des caractéristiques de la microstructure au cours du tréfilage.

## I. Comportement des colonies perlitiques :

L'état de la microstructure est lié à la nature du matériau, au procédé de mise en forme et aux traitements thermiques appliqués. On commence donc par définir la composition de l'acier perlitique étudié, pour ensuite s'intéresser au procédé de tréfilage, et plus particulièrement au tréfilage de fils fins. La fin de ce paragraphe est consacrée aux évolutions microstructurales telles que l'alignement des lamelles et la diminution de l'espace interlamellaire, ainsi que leur impact sur le renforcement des fils.

### 1. Définition de la perlite :

L'acier utilisé contient 0,77% en masse de carbone et la microstructure est composée uniquement de perlite. Une colonie perlitique, ou grain de perlite, est composée d'une alternance de lamelles de ferrite et de cémentite comme on peut le voir sur la figure I.1. La perlite contient 88% en masse de ferrite et 12% en masse de cémentite.

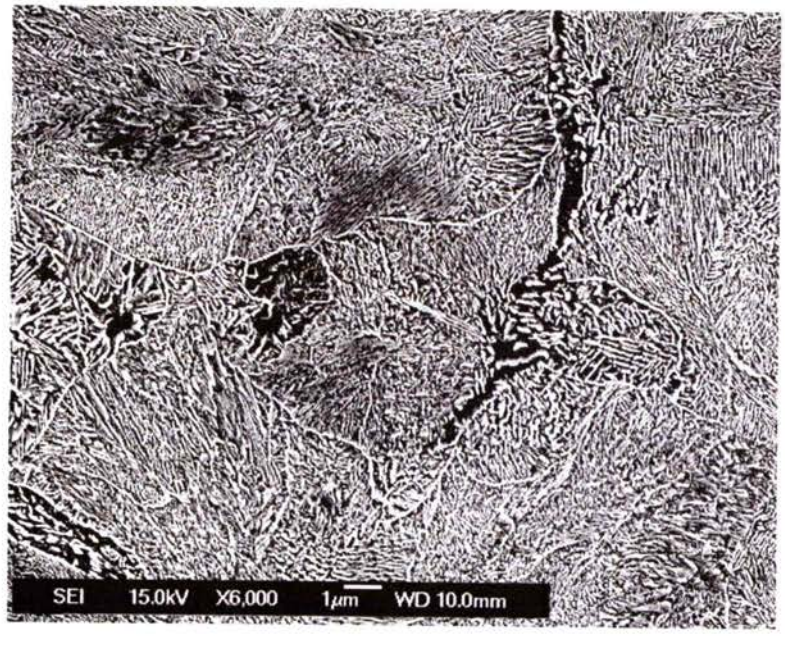



*Figure I.1 : La perlite (M.E.B.)*

La ferrite est une solution solide d'insertion d'atomes de carbone dans un réseau cubique centré d'atomes de fer. A l'équilibre thermodynamique, la solubilité du carbone dans la ferrite est très faible et proche de 0,02% en masse à 723°C. Le paramètre de maille de la ferrite est a = 0,2866 nm à la température ambiante. (fiche JCPDS n°06-0696)

Le carbure de fer $Fe_3C$, ou cémentite, possède un réseau orthorhombique comportant 12 atomes de fer et 4 atomes de carbone. Ses paramètres de maille à température ambiante sont : a = 0,4526 nm ; b = 0,5091 nm ; c = 0,6743 nm. (fiche JCPDS n°35-0772)

Les colonies perlitiques 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 que l'on différencie par l'espace interlamellaire allant d'environ 100nm pour la fine à plus de 500 nm pour la grossière.

## 2. Les évolutions microstructurales :

Tout au long de son passage au travers des filières, la microstructure va subir des changements morphologiques importants. Ces modifications conduisent à un alignement des lamelles en coupe longitudinale, et à la courbure des colonies perlitiques en coupe transversale. De plus, une diminution de l'espace interlamellaire est observée tout au long de la déformation.

### 2.1. Alignement de la microstructure

Durant le tréfilage, les lamelles de ferrite et de cémentite ont tendance à s'aligner parallèlement à l'axe du fil. Cet alignement s'initie dès le début du tréfilage *(EMBURY, 1966)* et se termine pour une déformation vraie de $\varepsilon = 2$ *(GONZALES, 2000)*. La figure I.2 ci-après présente deux états du fil : un fil non tréfilé et un fil tréfilé à $\varepsilon = 0,55$ (axe du fil vertical) :

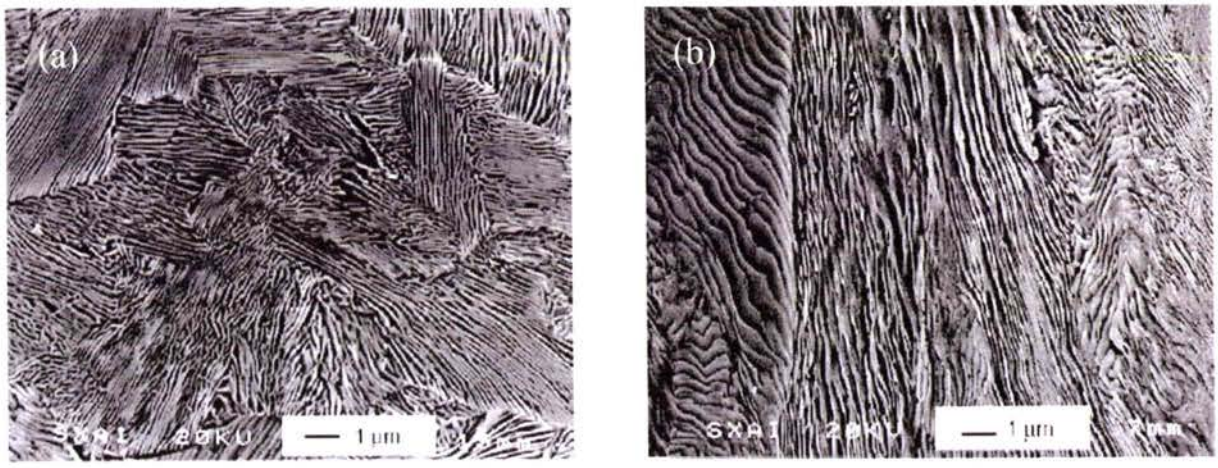



*Figure I.2 : Coupes longitudinales (MEB) : $\varepsilon = 0$ (a) et $\varepsilon = 0.55$ (b) (TORIBIO, 2004)*

On constate sur ces images que l'alignement de la microstructure se fait par une rotation des lamelles dont l'inclinaison par rapport à l'axe du fil n'est pas trop forte, et par pliage des lamelles qui sont perpendiculaires à l'axe du fil. Cet alignement est dû à un cisaillement dans la ferrite parallèlement au plan des lamelles, tel un jeu de cartes *(LANGFORD, 1970)*.

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 des taux de déformation importants. Ainsi, la figure I.3 montre ce type de microstructure :

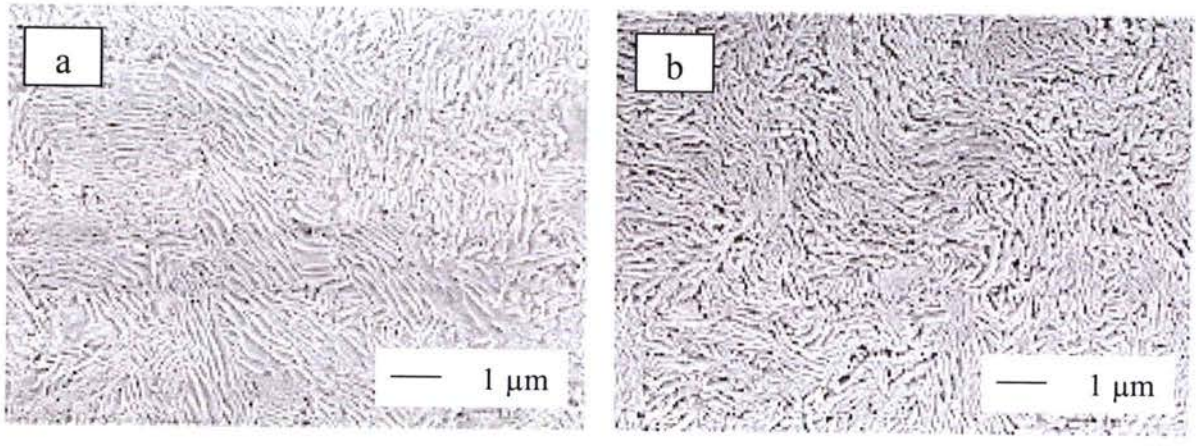



*Figure I.3 : Sections transversales de 2 fils tréfilés à ε = 0,31 (a) et ε=1,83 (b) (ZELIN, 2002)*

## 2.2. Diminution de l'espace interlamellaire et amincissement :

La distance entre lamelles diminue tout au long du tréfilage pour atteindre vers ε = 3,5 quelques dizaines de nanomètres, la figure I.4 montre la finesse de cette microstructure.

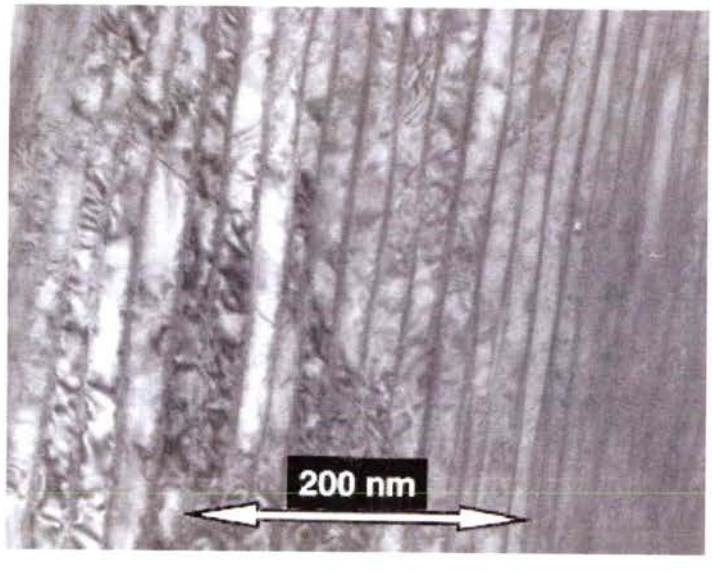



*Figure I.4 : lamelles de ferrite/cémentite, ε = 3,4 (M.E.T.). Danoix (1998)*

La figure I.5 décrit l'évolution de l'espace interlamellaire au cours du tréfilage :

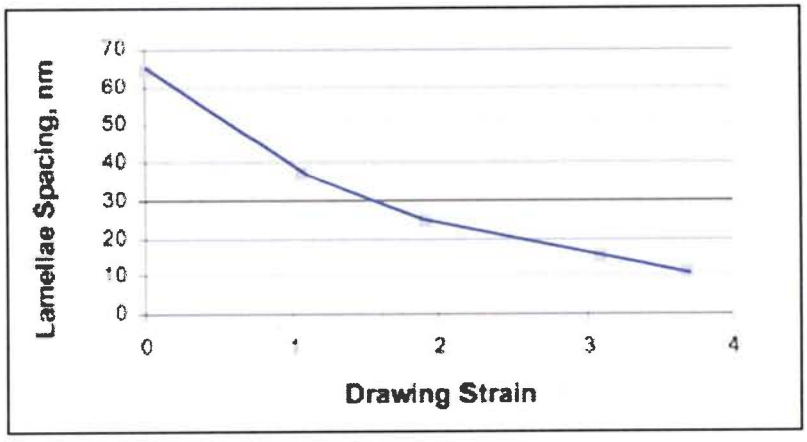



*Figure I.5 :Evolution de l'espace interlamellaire au cours du tréfilage (ZELIN, 2002)*

Cette diminution dépend de l'inclinaison des lamelles par rapport à l'axe du fil. Les lamelles parallèles verront leur espace interlamellaire fortement diminuer en comparaison de celles qui sont presque perpendiculaires à l'axe du fil.

La figure I.6 présente une autre façon de percevoir la diminution de l'espace interlamellaire avec la diminution de la largeur des lamelles :

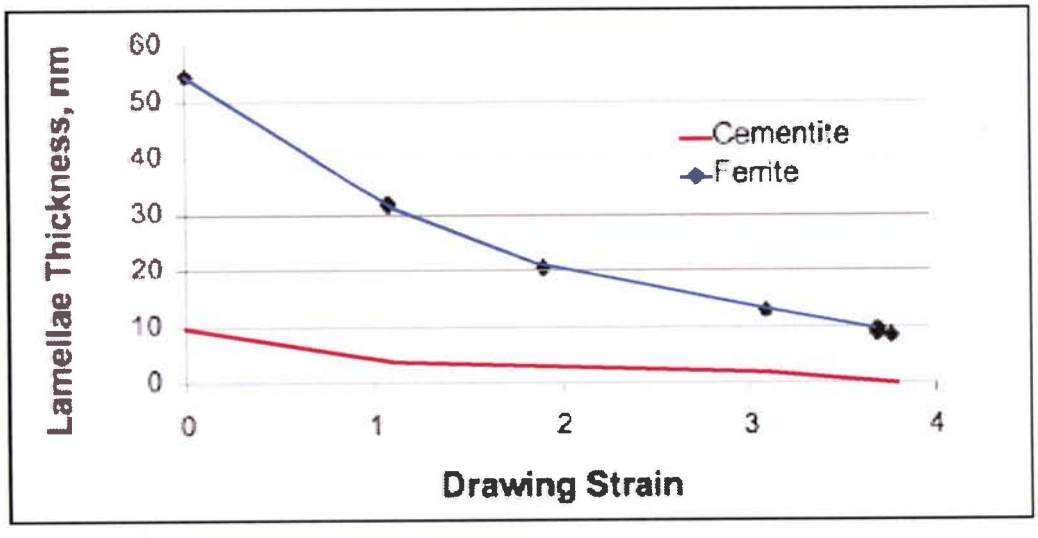



*Figure I.6 : Evolution de la largeur de lamelle au cours du tréfilage (ZELIN, 2002)*

Ce graphe montre que les lamelles de ferrite subissent une forte diminution de leur largeur. En effet, pour une largeur avant tréfilage de 55 nm, après une déformation vraie proche de 4 la largeur est de 10 nm. En ce qui concerne la cémentite, il est plus difficile de quantifier précisément la largeur finale, mais la largeur est de l'ordre de 10 nm au départ pour atteindre quelques nm à $\varepsilon = 4$.

En résumé, au cours du tréfilage les lamelles vont s'aligner parallèlement à l'axe du fil dans le plan longitudinal et vont se courber dans le plan transversal. Tout ceci s'accompagne d'une réduction de la largeur des lamelles et de la distance interlamellaire. Ces caractéristiques sont à l'origine de la grande résistance mécanique de ce type de fil. On s'intéresse alors au renforcement mécanique du fil au cours du tréfilage.

## 3. Renforcement du fil mécanique :

Au cours du tréfilage, la résistance mécanique du fil d'acier perlitique augmente à cause de l'évolution des caractéristiques citées précédemment. Ainsi, l'alignement des lamelles, la diminution de la distance interlamellaire et l'écrouissage conduisent à l'augmentation de la résistance mécanique du fil. La figure I.7 montre l'évolution de la résistance mécanique en traction du fil au cours du tréfilage

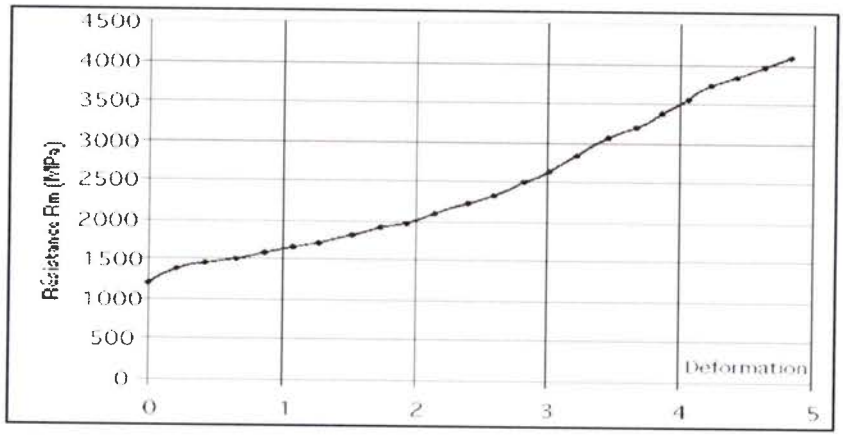



*Figure I.7 : Evolution de la résistance mécanique avec la déformation en tréfilage (DEPRAETERE, 2001)*

On peut constater que la barre des 4 GPa de résistance mécanique est atteinte pour les taux de déformation les plus élevés. Elle correspond à des fils d'un diamètre de 0,2 mm ou légèrement moins. Le fil étudié dans la suite de ce mémoire, à la suite des travaux de MONTESIN *(1991)*, ABDELLAOUI *(1995)* et LIU *(2001)*, a subi une déformation de $\varepsilon = 2$ environ, pour une résistance mécanique de 2000 MPa.

Il reste difficile de connaître exactement l'influence des caractéristiques de la microstructure sur l'augmentation de la résistance mécanique. Deux types de modèles sont privilégiés pour décrire son évolution :

- Le premier considère que le durcissement est dû à l'augmentation du stockage des dislocations dans les sous-structures de la ferrite *(NISHIDA, 1998)*.
- Le second type de modèle traite les lamelles de cémentite comme des obstacles infranchissables par les dislocations *(EMBURY, 1966) (LANGFORD, 1977)*.

Une étude récente *(PHELIPPEAU, 2003)* explique le durcissement des aciers perlitiques tréfilés par l'activation de sources de dislocations aux interfaces entre lamelles de ferrite, par précipitation de carbures, et par l'apparition de contraintes internes.

On peut retenir que l'affinement global de la microstructure par la déformation plastique est la source de l'augmentation de la limite à rupture en traction. Cependant les deux types de modèles cités précédemment ne prennent pas en compte la déformation de la cémentite et ses modifications métallurgiques. Nous abordons ces modifications dans la suite de ce chapitre. La plasticité des colonies perlitiques est abordée dans le paragraphe suivant.

### 4. Echelle de la plasticité :

Les approches référencées dans la littérature concernant la caractérisation des fils d'acier perlitique montrent que les grandes propriétés mécaniques de ces fils proviennent de leur microstructure lamellaire nanométrique. En effet, après un fort tréfilage, l'espace interlamellaire est très faible (10-20 nm). A ce stade, la plupart des analyses considèrent que les lamelles de cémentite forment des barrières infranchissables pour les dislocations, ce qui serait à l'origine de la haute limite d'écoulement.

Pourtant, comme il le sera démontré plus loin dans ce manuscrit (partie B), la cémentite se dissout tout au long du tréfilage. Le rôle des lamelles de cémentite comme obstacle aux dislocations ne semblerait donc plus complètement valide. Une étude détaillée sur le tréfilage, réalisée par PHELIPPEAU *(2003)*, montre que le glissement plastique s'effectue au sein d'entités microstructurales nettement plus grandes que l'espace interlamellaire : ce sont les ex-colonies perlitiques. Il montre dans son travail que l'échelle du glissement plastique est de l'ordre de 200 nm à 2 µm. Ces valeurs sont bien supérieures à celles de l'espace interlamellaire. En fait, les dislocations peuvent traverser les interfaces entre lamelles adjacentes du fait de la dissolution de la cémentite qui n'est plus un obstacle, et de la faible désorientation entre les lamelles d'une même colonie. Ce fait explique la ductilité de l'acier perlitique.

Dans le cadre de l'étude de la plasticité des fils fins, la texture cristallographique se révèle être un indicateur pertinent. La suite de cette partie est consacrée à l'évolution de la texture au cours du tréfilage.

## II. Description de la texture cristallographique de la ferrite :

L'analyse de la texture cristallographique a permis de mettre en évidence des comportements particuliers des fils fins. En effet, en fonction des paramètres de tréfilage, la texture évolue. C'est donc un moyen d'analyse qui semble être un indicateur performant dans l'étude des fils. Dans la suite de ce travail nous adoptons la nomenclature suivante :

- {hkl} désigne la famille de plans d'indice de Miller h, k et l.
- (hkl) désigne le plan d'indice h, k et l.
- <uvw> désigne la famille de direction u, v et w.
- [uvw] désigne la direction u, v et w.

Après tréfilage, le fil possède trois zones de texture variant le long de son diamètre *(MONTESIN, 1991)*. Ces trois domaines d'orientations cristallographiques préférentielles sont les suivants :

- ➔ D1 : dans une fine couche située à la surface du fil, on observe une texture de fibre <110> caractéristique d'un matériau d'orientation homogène et conforme à la géométrie de révolution que confère le procédé au matériau. Elle correspond à la direction <110> parallèle à l'axe du fil.
- ➔ D2 : au cœur, on observe une texture de fibre <110> très marquée.
- ➔ D3 : dans une zone intermédiaire à D1 et D2, on observe une texture circulaire.

Chaque domaine est un tube d'épaisseur variable (sauf le centre) en fonction des paramètres de tréfilage du fil (angle de filière, traitements thermiques...). L'évolution de la texture entre le cœur et la surface du fil est progressive (figure I.8).

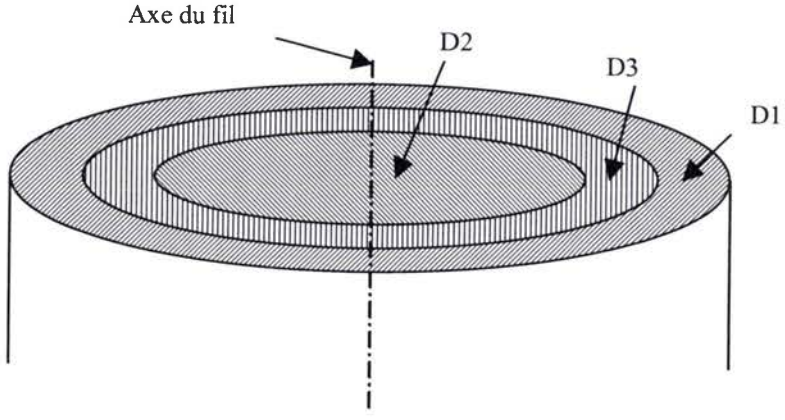



*Figure I.8 :Evolution de la texture avec le diamètre du fil*

La figure I.9 suivante explique la différence entre texture de fibre et texture circulaire, en sachant que les figures de pôles obtenues ont été mesurées sur la surface du fil :

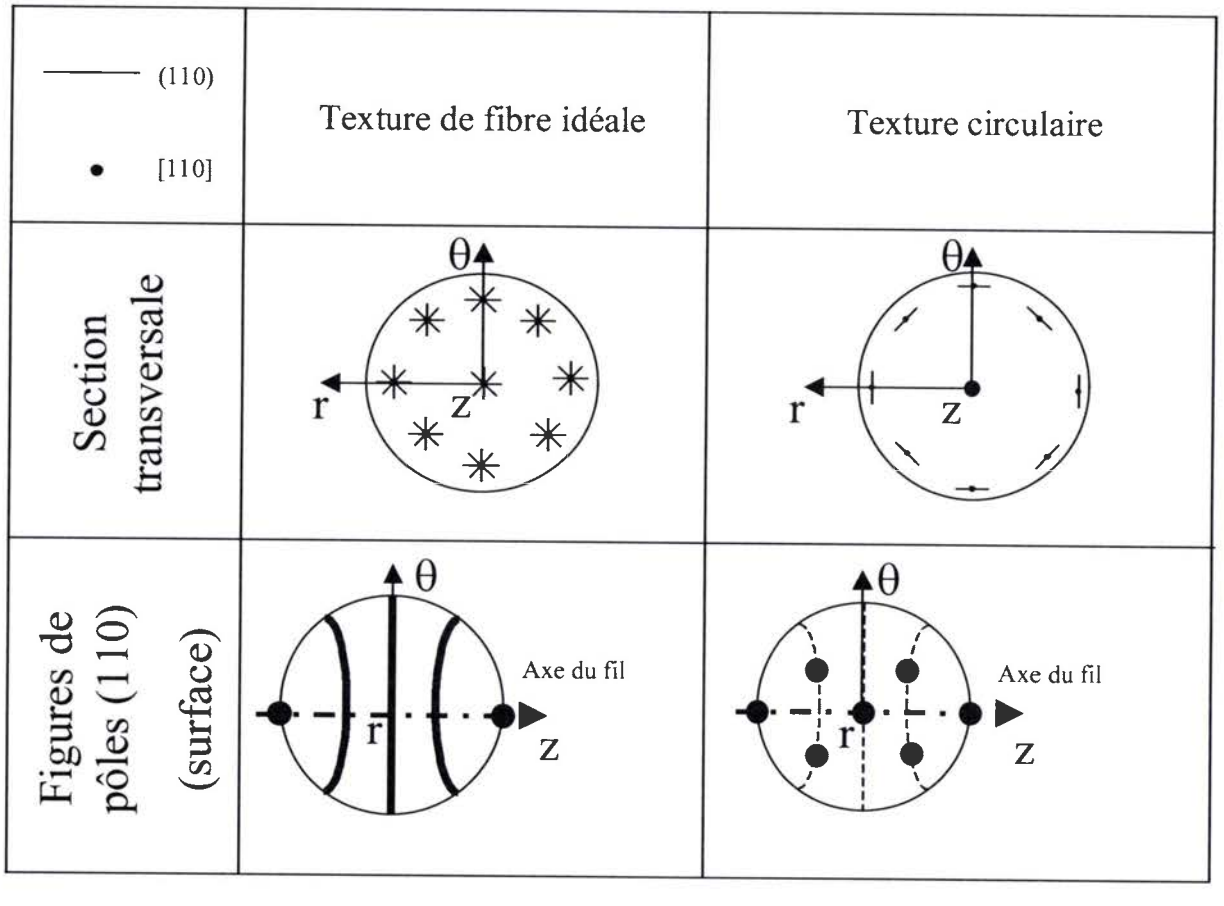



*Figure I.9 :Les textures idéales des fils tréfilés*

On remarque que pour la texture de fibre, la direction [110] est parallèle à l'axe du fil, et que les plans (110) sont orientés aléatoirement autour de la direction [110]. Tandis que pour la texture circulaire, les plans (110) sont orientés d'une façon particulière : ils sont tangents à la surface du fil. Ces deux types de textures respectent l'axisymétrie du tréfilage.

Souvent, on constate l'apparition d'une texture mélangeant une texture de fibre idéale et une texture circulaire idéale à cause de l'augmentation du taux de déformation (figure I.10).

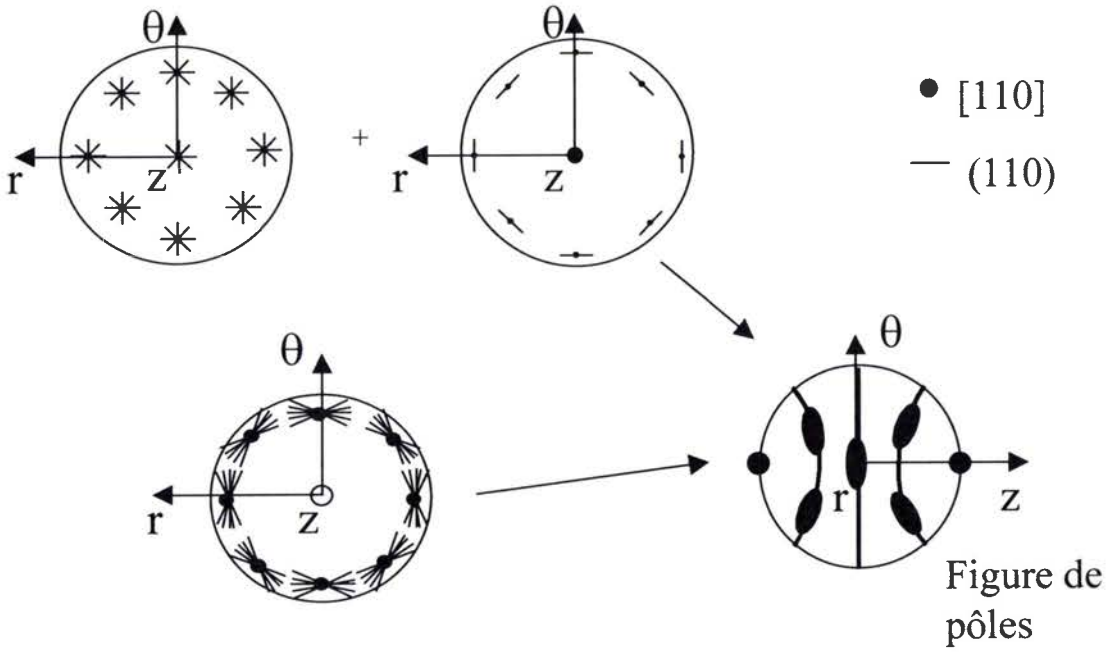



*Figure I.10 :Superposition des textures idéales de fibre et circulaire*

L'existence du domaine D3 dépend grandement de l'angle de filière, car pour un fil tréfilé avec un angle de 10° le domaine D3 n'apparaît pas, alors que pour un angle de 16° il apparaît. D'autres paramètres techniques, comme la lubrification par exemple, influent sur la présence d'une texture circulaire. Il a été montré par MONTESIN *(1991)*, ABDELLAOUI *(1995)*, et LIU *(2001)* que cette texture circulaire est néfaste à la tenue en torsion des fils déformés à rupture. En effet, il ressort de ces études que pour des angles de filières important (>16°) il existe un lien entre la rupture prématurée des fils en torsion et cette texture.

Les fils utilisés dans la suite de ce travail sont tréfilés avec des filières d'angle 10°. Ils ne possèdent donc pas de texture circulaire. Cependant, notre attention sera portée sur l'apparition de ce type de texture qui est liée à la rupture des fils. Une autre caractéristique des fils, qui joue un rôle important dans leur résistance aux sollicitations, est l'état des contraintes internes.

## III. Etude des contraintes internes :

Connaître l'état des contraintes internes dans un fil d'acier perlitique tréfilé fait parti des études utiles à la compréhension du comportement mécanique du fil tréfilé. Une méthodologie de détermination des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X dans ce type de fils a été présentée dans les travaux de FRANCOIS *(1991)*.

Des résultats ont été obtenus par diffraction de neutrons par VAN ACKER *(1996)*. Il quantifie les contraintes internes dans la ferrite et dans la cémentite. Selon lui, la cémentite est

soumise à des contraintes de traction d'une amplitude d'environ 2000 MPa, alors que pour la ferrite les contraintes sont de compression d'une valeur de -140 MPa environ. Ces résultats correspondent aux échantillons qui sont utilisés dans cette étude, autrement dit, des fils d'aciers perlitique ayant subi une déformation vraie en tréfilage $\varepsilon = 1{,}96$ et de diamètre 1,2mm. Ces expériences ayant été réalisées par diffraction de neutrons, on obtient une valeur globale des contraintes résiduelles pour l'ensemble du fil à cause de la forte pénétration des neutrons. Il n'est donc pas possible de connaître un éventuel gradient de celles-ci le long du rayon. On retiendra qu'en moyenne la ferrite est en compression et la cémentite en forte traction.

D'autres auteurs ont étudié les contraintes internes par le biais de la diffraction des rayons X classique, mais la faible pénétration de ces radiations ne permet qu'une étude en surface. C'est pourquoi, une étude par simulation par la méthode des éléments finis réalisée par HE *(2003)* donne des informations sur la répartition des contraintes. En effet, il obtient comme résultats qu'à la surface du fil les contraintes résiduelles sont en traction selon les directions axiale et transversale et nulle selon la direction radiale. Il montre également que ces contraintes sont de type compressives au centre du fil dans toutes les directions. Mais son étude ne tient compte que d'une seule phase, la ferrite, dans le cas d'un acier bas carbone.

Cette répartition des contraintes ne peut que suggérer, par extension aux aciers perlitiques, qu'elles se répartissent suivant un profil particulier le long du rayon du fil. Par analogie avec les observations faites dans le cadre des textures cristallographiques, on peut penser qu'une zone intermédiaire existe dans laquelle s'établie une transition entre la traction en surface et la compression à cœur. A cela, il faut ajouter l'aspect biphasé du matériau qui crée un état de contrainte différent selon la phase considérée.

## Conclusions :

L'étude des conséquences du tréfilage sur un acier perlitique montre des singularités à tous les niveaux : la microstructure change fortement de morphologie, la texture cristallographique devient très prononcée, et des contraintes internes fortes apparaissent.

Les modifications de la morphologie de la microstructure sont de plusieurs sortes : tout d'abord, les lamelles de ferrite et de cémentite qui forment la perlite vont s'aligner avec l'axe du fil tout au long du tréfilage. En même temps, l'espace entre les lamelles va diminuer. L'ensemble de ces modifications tend à former une microstructure particulière dont la résistance mécanique augmente au cours du tréfilage. Cet état fortement déformé possède alors un niveau de contraintes internes élevé.

La texture cristallographique d'un tel matériau a également des caractéristiques singulières. Outre la texture de fibre classique <110> très prononcée qui se forme, il existe un gradient de texture le long du rayon du fil. En effet, cette texture n'est pas homogène selon le rayon et trois zones se démarquent : une zone en surface, une zone intermédiaire possédant une texture circulaire selon les paramètres de tréfilage, et une zone à cœur où la texture de fibre est très marquée.

# B. Etude des modifications métallurgiques des fils d'acier perlitique et bas carbone :

De manière à compléter l'étude sur les fils tréfilés, nous poursuivons ce chapitre par une partie dédiée aux modifications métallurgiques ayant lieu pendant le tréfilage. Il s'agit alors de discuter de la cémentite (ductilité, dissolution).

Des éléments sur les températures et les temps de maintiens sont rassemblés dans cette partie afin de savoir dans quelles conditions expérimentales la microstructure est susceptible de subir les effets du vieillissement des fils.

## I. Comportement de la cémentite

Pendant le tréfilage, la cémentite va avoir un comportement particulier puisqu'en plus d'une plasticité apparente et d'une modification d'épaisseur, elle va subir une dissolution au moins partielle.

D'une part, il est mis en évidence par LANGFORD *(1970)* que la cémentite présente des signes évidents de plasticité qui dépendent de l'épaisseur de ses lamelles. Il montre que des lamelles de 1 µm et plus sont fragiles et se rompent alors que celles d'une épaisseur d'environ 100 nm auront un caractère ductile. Cette ductilité de la cémentite dépend donc de sa taille et du type de déformation qu'elle subie.

D'autre part, de nombreuses études ont mis en évidence la dissolution au moins partielle de la cémentite au cours du tréfilage d'aciers perlitiques. Par exemple, ARAUJO *(1993)* rapporte que 50% de la cémentite d'un fil d'acier perlitique se dissout pour une déformation vraie de $\varepsilon = 1{,}96$. HONO *(2001)* montre qu'en atteignant un taux de déformation de $\varepsilon = 5{,}1$ la cémentite est complètement dissoute. Pour caractériser la dissolution de la cémentite, des auteurs ont étudié la répartition des concentrations en carbone. C'est le cas de DANOIX *(1998)* qui a analysé cette répartition à une échelle très fine (6*6*25 $nm^3$), comme le montre la figure I.11 ci-dessous :

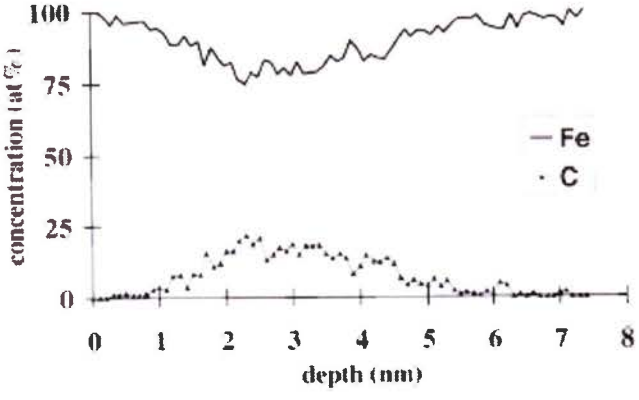



*Figure I.11 : Profil des concentrations perpendiculaire à l'interface ferrite/cémentite. Fil tréfilé jusqu'à ε =3,4 (DANOIX, 1998).*

Ces profils des concentrations en carbone et en fer sont mesurés en traversant successivement une lamelle de ferrite puis une de cémentite, et une autre de ferrite. Il montre

que l'on ne passe pas brutalement d'une concentration de 0% at. en carbone à 25% at. Il y a bel et bien un effet de gradient de concentration de carbone. On remarque que le carbone est passé dans la ferrite, où la solubilité normale du carbone est nettement dépassée.

Deux interprétations s'affrontent pour expliquer le phénomène de dissolution de la cémentite. La première proposée par LANGUILLAUME *(1997)* et la seconde par GAVRILJUK *(2003)*. Pour la première, l'explication vient du fait que la cémentite est amincie et donc subit une augmentation de sa surface de contact avec la ferrite. De ce fait, l'énergie libre de la cémentite augmente suffisamment pour la rendre instable. La conséquence directe de ce phénomène est la dissolution de la cémentite dans la ferrite.

La deuxième interprétation proposée par GAVRILJUK *(2003)* prend en compte les interactions entre la cémentite et les dislocations de la ferrite. Il dit qu'au cours de la déformation l'énergie de liaison entre les atomes de carbone et les dislocations contenues dans la ferrite dépasse l'énergie de liaison des atomes de la cémentite. C'est la force motrice de la dissolution de la cémentite.

Il semblerait cependant que les atomes de carbones soient ségrégés au niveau des dislocations de la ferrite. Le taux de carbone dans la ferrite est alors bien supérieur à la concentration à l'équilibre du carbone dans la ferrite et varierait entre 0,2 et 3% at.

Après tréfilage, la microstructure est hors équilibre puisque le carbone dissout dans la ferrite dépasse largement sa solubilité normale. Cet état semble très propice à revenir vers l'équilibre même à basse température. Nous poursuivons alors par l'étude du vieillissement des fils d'acier.

## II. Vieillissement de la microstructure :

Il existe un phénomène responsable de l'évolution des propriétés des aciers à basse température en relation avec la diffusion des atomes interstitiels mobiles comme le carbone et l'azote sous certaines conditions : c'est le vieillissement des aciers. Le terme de vieillissement est employé pour décrire l'évolution dans le temps, entre la température ambiante et 300°C, des propriétés des aciers ferritiques ou ferrito-perlitiques. Les propriétés physiques (résistivité, frottement interne, pouvoir thermo-électrique...) et mécaniques (limite d'élasticité, résistance, allongement à rupture...) sont concernées par le vieillissement *(GRUMBACH, 1993)*.

On distingue deux types de vieillissement :

- le vieillissement après trempe,
- le vieillissement après écrouissage.

Le vieillissement après trempe correspond à un retour à l'équilibre après un refroidissement rapide avec mise en solution d'interstitiels dans le domaine ferritique au voisinage de 700°C où la solubilité du carbone dans le fer est plus grande (0,02% en masse). Il consiste en un effet de durcissement par formation de particules cohérentes de faibles dimensions. Ce mode de vieillissement peut s'accompagner d'une diminution du durcissement en cas de survieillissement.

Le vieillissement après écrouissage par déformation à froid se traduit principalement par :

- un durcissement,
- une diminution de la ductilité,
- une diminution de la ténacité.

Ces modifications sont dues à la migration des atomes de carbone interstitiels vers les dislocations de la ferrite. Nous poursuivons cette partie par l'étude du vieillissement après écrouissage qui concerne directement nos travaux.

## 1. Vieillissement des aciers perlitiques :

Des travaux récents *(PHELIPPEAU, 2003)* ont été menés sur la thématique de la microstructure hors équilibre de fils d'acier perlitique après tréfilage et leur vieillissement. Ils confirment l'aspect fortement hors équilibre de la microstructure par la mise en solution du carbone dans la ferrite. A partir de cette constatation, l'étude du vieillissement de cette structure a été approfondie.

PHELIPPEAU étudie la gamme de température comprise entre l'ambiante et 250°C. Il constate une augmentation de 5% de la résistance du fil ainsi qu'une baisse de la ductilité lors d'un revenu en-dessous de 250°C. Ce changement s'accompagne d'une restitution d'énergie observée en microcalorimétrie et confirme l'existence d'un phénomène particulier lié au vieillissement.

Il conclue son étude en écartant un certains nombres d'hypothèses à l'origine de ce phénomène qui sont :

- aucune relaxation des contraintes résiduelles n'a lieu,
- il n'y a pas de restauration partielle des dislocations,
- une redistribution du carbone analogue au revenu des martensites est écartée.

Cependant, il précise qu'aucune conclusion formelle ne peut être avancée, et que les mécanismes d'interaction carbone-dislocations ou la précipitation de carbures ne peuvent être totalement exclus.

Des travaux antérieurs (DELRUE, 1997) utilisant la calorimétrie différentielle à balayage relient les pics de restitution de chaleur à trois stades entre la température ambiante et 600°C.

- Le stade 1 se produisant vers 150°C correspond à l'ancrage des dislocations par les atomes interstitiels. C'est le vieillissement comparable au vieillissement à température ambiante.
- Le stade 2 ayant lieu vers 330°C est relié à la dissolution partielle de la cémentite et aussi à l'ancrage des dislocations.
- Le stade 3, vers 530°C, conduit à la ségrégation du carbone, à la restauration et à la précipitation de carbures.

Notre étude se basant sur la déformation à froid de fils, nous retiendrons qu'entre la température ambiante et 150°C environ, l'acier perlitique fortement écroui peut subir un vieillissement. Ce vieillissement peut être favorisé dans notre cas par de légères augmentations de la température dues à la déformation plastique lors des essais de torsion.

## 2. Vieillissement des aciers bas carbone :

Les différences de composition des aciers que nous utilisons nous invitent à connaître l'effet du vieillissement sur les propriétés mécaniques et les domaines de températures et de temps activant le vieillissement.

Grâce à une étude approfondie sur le vieillissement des aciers à très bas carbone LAVAIRE *(2001)* décompose le vieillissement en différents stades en fonction du temps de maintien à 60°C et explique ses origines :

1. Durant les 30 premières minutes, on observe une augmentation de la limite d'élasticité. Ce stade est associé à la formation des atmosphères de Cottrell[1].

2. A partir de 150 min de vieillissement, on constate la consolidation de l'acier (augmentation du coefficient d'écrouissage, de la charge à rupture et diminution de la ductilité). Ce stade est associé au fait qu'après saturation des atmosphères, les atomes interstitiels en excès migrent vers les surfaces internes (joints de grains, interfaces matrices-précipités...) qui constituent des sources de dislocations. Ainsi, la contrainte nécessaire à l'activation de ces sources augmente à mesure que les interstitiels les bloquent.

3. Après 14 jours de traitement, une légère augmentation de la ductilité est observée, ainsi qu'une diminution du coefficient d'écrouissage. Ce stade est relié à du survieillissement.

Nous retenons de ces travaux que l'origine du vieillissement est liée à la ségrégation d'atomes interstitiels sur les dislocations introduites par l'écrouissage dans la matrice et concentrées aux interfaces pour former des atmosphères de Cottrell, et éventuellement des amas.

Concernant les paramètres du vieillissement, il est dit que l'augmentation de la température (jusqu'à 250°C) accélère la cinétique de vieillissement sans altérer les niveaux de caractéristiques mécaniques atteints. Ceci est dû au fait que l'énergie d'activation du processus de vieillissement est sensiblement égale à l'énergie de diffusion des interstitiels dans la ferrite. Une équivalence temps-température est alors proposée : pour simuler des vieillissements de longue durée, on peut augmenter la température pour diminuer le temps de maintien. La formule modélisant cette équivalence pour les températures comprises entre l'ambiante et 150°C est :

$$\log\left(\frac{t_r}{t}\right) = \log\left(\frac{T_r}{T}\right) + \frac{E}{2{,}3R}\left(\frac{1}{T_t} - \frac{1}{T}\right) \quad \textit{(HUNDI, 1954)}$$

où t est le temps équivalent à un vieillissement de durée $t_r$ et T une température équivalente à celle d'un vieillissement à la température $T_r$. E est l'énergie d'activation de la diffusion des atomes interstitiels dans la ferrite et R est la constante des gaz parfaits.

[1] Dans une structure cristalline telle que le fer, l'énergie d'un atome de carbone ou d'azote est plus faible dans une dislocation que dans le cristal de fer. Les dislocations vont alors « attirer » ces atomes qui vont former une atmosphère de Cottrell à leur voisinage. Le mouvement des dislocations est donc rendu plus difficile.

## Conclusions :

L'étude du vieillissement nous a permis de situer dans quelles conditions des modifications métallurgiques peuvent se produire. Les effets du vieillissement affectent les propriétés générales d'un matériau et particulièrement les caractéristiques mécaniques. Il est donc important de savoir si nos conditions d'essais, en terme de température et de temps de maintien à cette température, peuvent provoquer le vieillissement des aciers testés.

Les caractéristiques de base des fils d'aciers perlitiques issus du tréfilage sont donc définies clairement, et vont servir dans les observations réalisées en torsion. On peut penser que le comportement mécanique de ces fils en torsion sera assez différent de celui d'autres types d'aciers issus d'autres procédés de fabrication produisant des microstructures différentes. C'est pourquoi le paragraphe suivant s'intéresse à la torsion de matériaux classiquement étudiés et aussi aux fils d'acier perlitique.

# C. Etude de la torsion :

Les différentes études menées sur la torsion des fils fins ont permis de caractériser précisément la texture cristallographique de la ferrite, ainsi que l'évolution de la morphologie de la microstructure.

On distinguera dans les essais de torsion deux types de test : l'essai de torsion directe et l'essai de torsion inverse. Ces essais, détaillés dans le chapitre 2, répondent aux définitions suivantes :

- *L'essai de torsion directe* : c'est l'essai classique de torsion dans lequel on impose une rotation à une extrémité du fil, l'autre étant bloquée en rotation mais libre de se contracter ou de s'allonger (« free end torsion »).
- *L'essai de torsion inverse* : il s'agit d'effectuer un essai de torsion directe en s'arrêtant à une déformation donnée avant rupture, et d'inverser alors le sens de rotation, toujours avec une extrémité libre.

Ce paragraphe étant dédié à la torsion, il est question dans un premier temps de l'aspect mécanique de ce type de sollicitation. Ensuite, on s'intéresse à l'évolution de la texture cristallographique. Pour cela, trois aspects sont développés : le premier décrit la texture des aciers ou du fer d'après la littérature (années 1980). Le deuxième aspect est issu d'études plus récentes (années 1990 à 2000) qui traitent des fils d'acier perlitique servant à la fabrication du steelcord. Il s'agit d'évaluer l'impact de la microstructure de départ sur le comportement mécanique des aciers en torsion. Finalement, le dernier aspect mis en valeur dans ce paragraphe est la torsion inverse.

# I. Mécanique de la torsion

En premier lieu, il convient de rappeler quelques notions sur la torsion d'un point de vue mécanique. On s'intéresse ensuite aux principaux phénomènes liés à la torsion qui sont : l'effet Swift et la rupture en torsion.

## 1. Généralités :

Le type de sollicitation engendrée par la torsion de fils fins peut être considéré comme du cisaillement simple et la figure I.12 en schématise le principe.

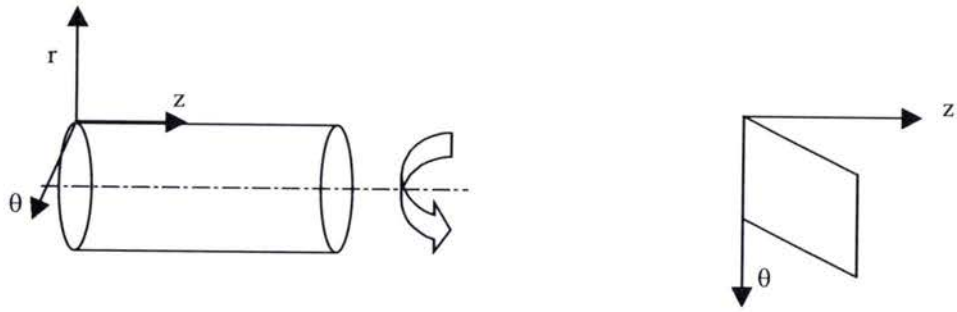



*Figure I.12 : Le cisaillement simple en torsion.*

L'axe z est parallèle à la direction de tréfilage, l'axe r est orienté selon la direction radiale et l'axe θ, normal aux deux autres, est la direction tangentielle. L'état de contrainte lié à la torsion fait donc intervenir du cisaillement, ou de la compression et de la traction comme le montre la figure I.13 ci-après :

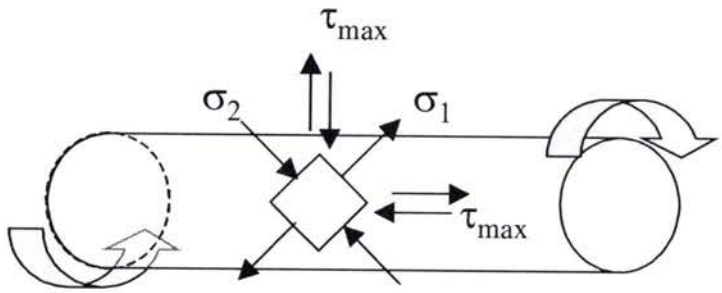
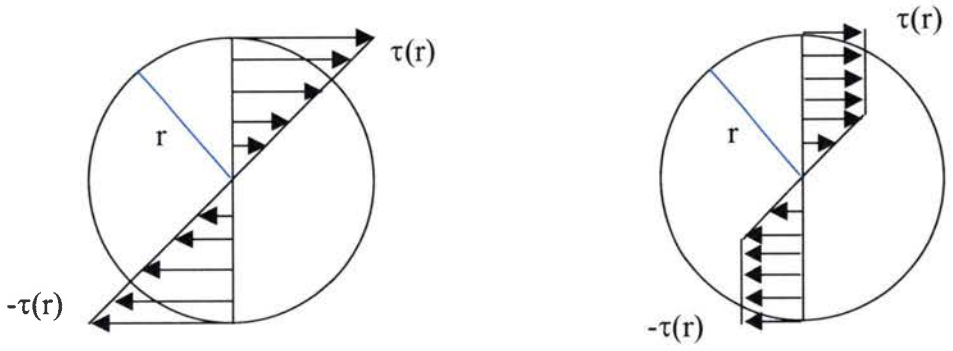



*Figure I.13 : Répartition des contraintes en torsion.*

En considérant une vue transversale du fil en torsion, il apparaît que les contraintes tangentielles varient avec le rayon du fil. La figure I.14 montre cet aspect classique de la mécanique de la torsion.




*Matériau élastique* — *Matériau élastique et parfaitement plastique*

*Figure I.14 : Répartition des contraintes tangentielles en torsion en vue transversale.*

L'analyse de la torsion d'un point de vue cristallographique est d'un plus grand intérêt dans notre étude. Ainsi on introduit deux rotations W et ω définies à partir de leur vitesse comme suit *(TOTH, 1988) (VAN HOUTTE, 1975)* :

- $\dot{W}$ = vitesse de rotation de corps rigide.
- $\dot{\omega}$ = vitesse de rotation par glissement plastique.

W représente la rotation de corps rigide imposée au fil par le banc d'essai, autrement dit par le nombre de tours que l'on impose au fil. Elle est déterminée par :

$$2 \cdot \tan(W) = \frac{2\pi \cdot r \cdot N}{L} = \gamma \qquad \text{(cf. annexes H)}$$

où r est le rayon du fil, N le nombre de tours effectués, L la longueur de fil et γ la déformation en cisaillement imposée au fil. On suppose alors que la déformation est homogène le long du fil.

Pour comprendre à quoi correspond la rotation par glissement plastique ω, nous nous intéressons à la déformation d'un cristal dans lequel un seul système de glissement est activé. La rotation par glissement plastique est la grandeur qui permet d'accommoder la déformation du cristal par rapport à la sollicitation comme le montre la figure I.15.

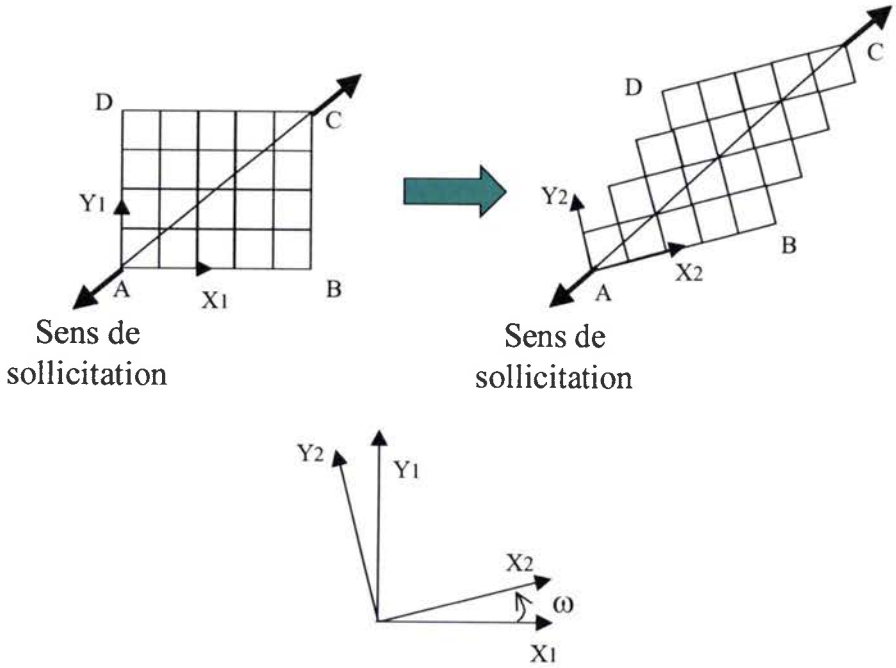



*Figure I.15 : Schématisation de la rotation par glissement plastique.*

Ces mêmes auteurs montrent que ces deux rotations sont liées à une troisième par la relation suivante :

$$\dot{\Omega} = \dot{W} - \dot{\omega}$$

$\dot{\Omega}$ = vitesse de rotation de réseau cristallin.

Ainsi, la rotation de réseau cristallin $\Omega$ est la grandeur qui caractérise l'évolution du réseau cristallin lorsqu'il est soumis à une déformation plastique. Après une torsion, qui est la combinaison d'une rotation de corps rigide et d'une rotation par glissement plastique, le réseau cristallin subit la déformation par une rotation $\Omega$ liée aux deux précédentes.

$\Omega$ peut être mesurée dans certains cas directement par une analyse de texture en connaissant la fonction de distribution des orientations (FDO). La figure I.16 représente cette rotation.

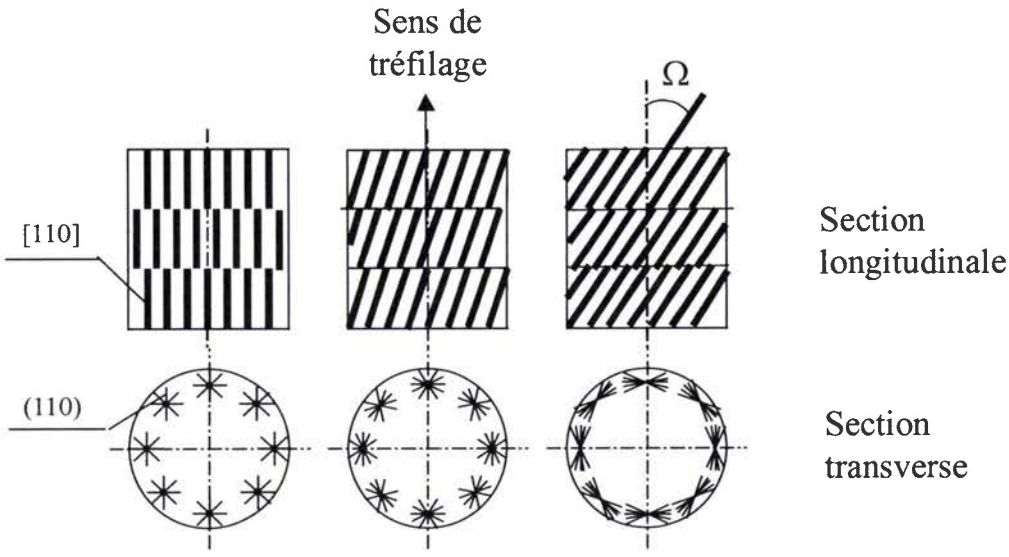



*Figure I.16 : Rotation de réseau cristallin des fils d'acier perlitique en torsion.*

Ces résultats impliquent que par l'expérimentation on peut connaître deux rotations et en déduire la troisième. Ainsi, la rotation du réseau cristallin peut être estimée directement sur les figures de pôles (110) dans le cas des fils d'acier (réseau cubique centré). En effet, cette rotation est une rotation autour du rayon du fil *(LIU, 2001)*.

## 2. Effet Swift :

L'effet Swift, du nom de la première personne ayant décrit ce phénomène, correspond à l'allongement ou au raccourcissement de barreaux cylindriques ou de tubes soumis à de grandes déformations en torsion *(SWIFT, 1947)*. ROSE et STUWE *(ROSE, 1968)* ont montré que l'influence de la texture cristallographique initiale joue un rôle important dans les modifications de longueur. Les effets d'allongement et de raccourcissement sont liés aux variations de texture.

Dans leurs travaux, MONTHEILLET, COHEN et JONAS *(MONTHEILLET, 1984)* ont étudié la relation entre contraintes axiales et textures cristallographiques sur des échantillons d'aluminium, de cuivre et de fer soumis à de la torsion. Ils ont pu déterminer par des essais de torsion et par diffraction des rayons X le comportement de ces matériaux entre 20°C et 800°C. Ils ont donc montré que, pour une température donnée de test, un échantillon va se raccourcir et à une autre température il va s'allonger. Une série de domaines est donc définie et permet de connaître le comportement en fonction du triplet de paramètres température/texture/contrainte.

Par exemple dans le cas du cuivre, à 20°C des contraintes de compression sont présentes avec une orientation de type A (cf. paragraphe I.2.2.1), puis à 200°C les contraintes s'inversent en traction avec une texture de type A et B. Finalement, entre 400°C et 500°C (zone de recristallisation dynamique), les composantes de texture A et B sont présentes mais deviennent de plus en plus faibles tout comme les contraintes de traction.

On retiendra le cas du fer à température ambiante qui est le sujet de cette étude. A cette température, les effort axiaux engendrés par la torsion sont de la compression tout au long de la déformation. La contrainte maximale de compression calculée est de 40 MPa. Ces

efforts augmentent de manière linéaire au cours du test. Les textures correspondantes ont pour principales composantes D et E qui sont définies plus loin dans ce chapitre (II.1).

L'effet Swift inverse a été étudié et nommé ainsi par SHRIVASTAVA *(1990)* et est défini comme suit : un échantillon préalablement déformé en torsion est soumis à un chargement en traction, il apparaît alors une déformation liée à du cisaillement dans une direction parallèle à la torsion préalable.

JONAS, SHRIVASTAVA et TOTH *(JONAS, 1998)* ont étudié des échantillons de matériaux différents (cuivre, acier, plomb...) dans le cadre de l'effet Swift inverse. Plusieurs points peuvent être tirés de leurs travaux : tout d'abord, tous les échantillons ayant subi de la torsion à température ambiante montrent une brève période de détorsion lorsqu'ils sont soumis à de la traction (sur une plage de 0 à 1,5% d'allongement). Cette rapide détorsion est due aux contraintes internes créées par la torsion préalable. Au début de la traction, les contraintes internes positives sont relaxés et les contraintes négatives conservées. De ce fait, le fil se détord pour conserver son équilibre. Après cette phase de détorsion, en fonction de l'intensité de la pré-torsion, une phase de torsion peut être observée.

A plus haute température (350°C) des échantillons de cuivre ont été testés. Lorsque la déformation préalable en torsion est suffisante, l'effet Swift inverse est modifié, à cause de l'activation de la recristallisation dynamique, ce qui apporte des modifications comme une forte rotation de réseau. Ceci a pour conséquence que seule une phase de détorsion est observée durant la traction des échantillons.

Pour résumer, lorsque les échantillons ont été préalablement soumis à de la torsion à une température ne permettant pas la recristallisation dynamique, l'effet Swift inverse se traduit par une phase de détorsion puis une torsion lors de la traction des échantillons. A des températures plus élevées où la recristallisation dynamique est active, seule la phase de détorsion est présente.

## 3. La rupture en torsion :

La littérature relate trois types de rupture en torsion *(GODECKI, 1971)* : la rupture transversale qui est caractérisée par un plan net perpendiculaire à l'axe du fil. Ensuite vient la rupture fragile dont le faciès suit une inclinaison de 45° par rapport à l'axe du fil, et finalement, la rupture par délaminage.

Pour la rupture transversale, la principale caractéristique est qu'elle survient dans le plan de cisaillement maximal. Elle correspond à une rupture ductile.

La rupture fragile quant à elle, apparaît le long de l'hélice due à la torsion, et prend naissance dans le plan de contrainte de traction maximale. Elle est caractéristique des matériaux tels que les aciers trempés ou les fontes.

Le troisième type de rupture est le délaminage et a pour particularité de survenir tôt dans les essais de torsion ($\gamma$ = 0.02 à 0.05). Typiquement, le délaminage se produit au début de l'écoulement plastique lorsque l'axe de la fibre n'est que très peu tourné. De ce fait, ce phénomène est dirigé par la limite maximum d'écoulement en cisaillement *(SHIMIZU, 2002)*. Il en résulte la propagation d'une fissure qui traverse le fil en suivant une ligne transversale, ou en suivant une spirale liée à la torsion.

Des trois types de ruptures, le délaminage est la plus défavorable car il intervient très tôt dans la déformation plastique. On peut retirer des ces observations qu'un essai de torsion ou de torsion inverse sera exploitable s'il présente une rupture nette transversale. En effet, une rupture d'un autre type signifiera une fin prématurée de l'essai, le matériau ne s'étant pas

pleinement déformé. Donc pour observer les changements de texture, il faudra des essais de torsion finissant par une rupture transversale.

# II. Texture de torsion

Les méthodes de diffraction des rayons X ont été utilisées pour étudier les évolutions de la texture en torsion dans ce travail de recherche. Pour comprendre le développement des textures classiques en torsion, on présente dans ce paragraphe les travaux recensés dans la littérature. Ils concernent l'étude de matériaux tubulaires et aussi les fils fins. On cherche à caractériser les textures classiques, et aussi quelles peuvent être les différences entre les matériaux massifs et les fils. Pour cela, on définit dans un premier temps les notations habituellement employées pour la description de la texture d'échantillons torsionnés. Ensuite, les résultats utilisant ces notations sont présentés. Finalement, un paragraphe est dédié à l'évolution de la texture de la ferrite de fils d'acier perlitique.

## 1. Orientations préférentielles de la ferrite :

La texture cristallographique de la ferrite en torsion dans différents types d'aciers a fait l'objet de nombreuses études. C'est également le cas des matériaux C.F.C. pour lesquels on notera en particulier les travaux de CANOVA, KOCKS et JONAS *(CANOVA, 1984)* sur la prédiction de textures de torsion. Le repère utilisé dans ce cas correspond au schéma suivant :

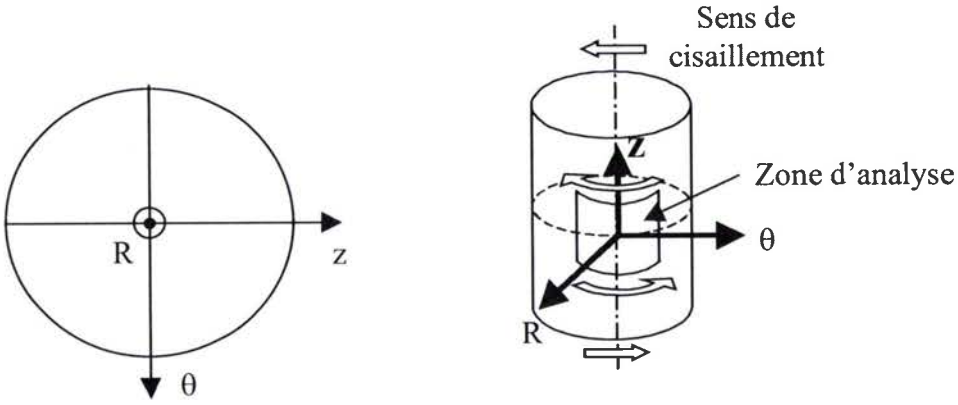



*Figure de pôles* *Éprouvette de torsion*

*Figure I.17 : repère des figures de pôles.*

Ces travaux ont porté sur la simulation des textures de matériaux C.F.C. en utilisant différentes versions du modèle de Taylor (Relaxed Constraint et Full Constraint).

Le repère de la figure I.17 est utilisé pour représenter les orientations idéales suivies au cours de la torsion. En effet, les orientations sont décrites sous la forme (hkl)[uvw] où (hkl) représente un plan cristallographique proche (mais pas nécessairement parallèle) au plan de cisaillement macroscopique et où [uvw] correspond à une direction cristallographique (généralement une direction dense) proche de la direction de cisaillement macroscopique. Ce repère a été utilisé par d'autres études et le tableau I.18 donne les orientations préférentielles qui peuvent être observées dans les réseaux cubique centré et cubique à faces centrées repris

dans les travaux de MONTHEILLET *(MONTHEILLET, 1984)* et de BACZINSKI *(BACZINSKI, 1996)*.

| Nom de la composante | (plan de cisaillement) [direction de cisaillement] | Réseau cristallin |
|---|---|---|
| (A) | (1-1-1)[110] | C.F.C. |
| (B) | (-112)[110] | C.F.C. |
| (C) | (001)[110] | C.F.C. |
| (D1) | (11-2)[111] | C.C. |
| (D2) | (-1-12)[111] | C.C. |
| (E1) | (01-1)[111] | C.C. |
| (E2) | (0-11)[111] | C.C. |
| (F) | (110)[001] | C.C. |
| (J1) | (0-11)[-211] | C.C. |
| (J2) | (1-10)[-1-12] | C.C. |

*Tableau I.18 :Récapitulatif des orientations idéales rencontrées.*

En torsion, le plan de cisaillement est perpendiculaire à l'axe du fil, et la direction de cisaillement est parallèle à la direction tangentielle θ.

La figure I.19 suivante présente schématiquement les composantes idéales de texture décrites dans le tableau précédent dans le cas d'une figure de pôles (110) :

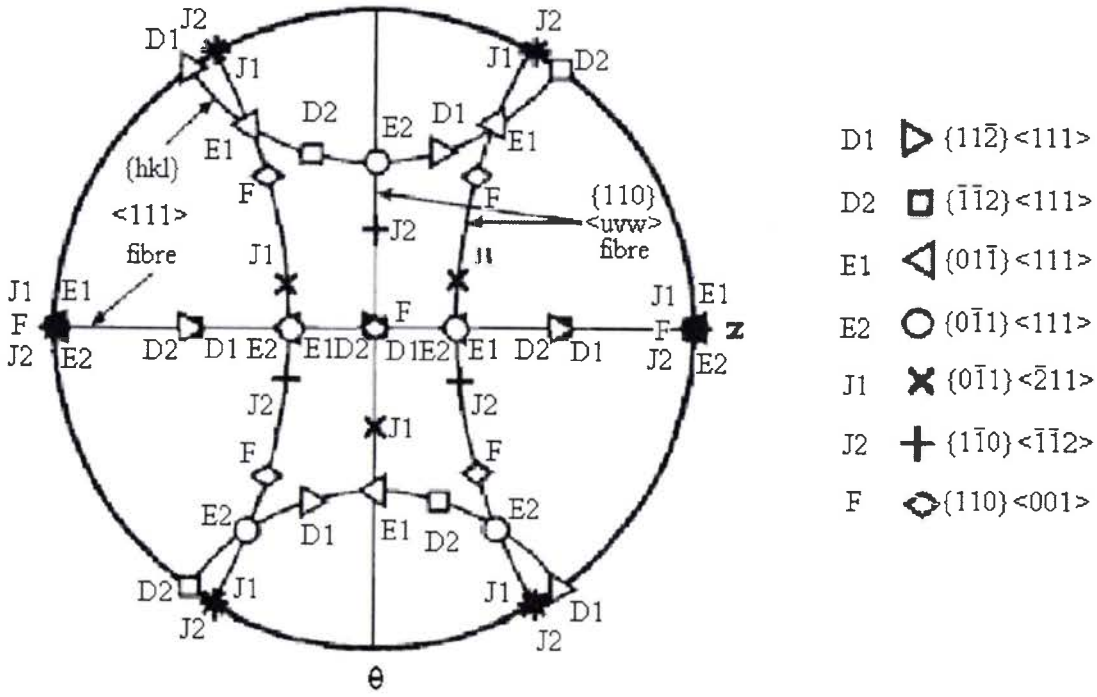



*Figure I.19 : Les types d'orientations idéales en torsion de fer-α (BACZYNSKI, 1996)*

Cette nomenclature sera utilisée dans ce manuscrit pour décrire les composantes de texture. Par exemple, la texture de fibre décrite précédemment en tréfilage par une fibre

<110> devient {110}<uvw>. Les résultats tirés de la littérature qui ne suivent pas cette notation seront transcrits dans celle-ci.

Dans son étude, MONTHEILLET *(1984)* dégage deux généralisations autour de la prédiction des textures de torsion :

(i) Les essais de torsion possèdent une symétrie particulière qui a pour effet d'avoir des états de contraintes et de déformations équivalents si on effectue une rotation de $\pi$ autour d'un axe perpendiculaire à l'axe z (cf. figure ci-avant) *(CANOVA, 1984)*. Ceci vaut également pour la forme de l'échantillon lui-même. Cette observation implique que les textures obtenues en torsion doivent respecter une symétrie axiale *(VAN HOUTTE, 1976)*.

(ii) D'un point de vue physique, la direction de glissement plastique <111> doit être proche de la direction de cisaillement.

Ces deux considérations permettent de définir les caractéristiques importantes liées aux essais de torsion en terme de texture cristallographique.

Les travaux de BACZYNSKI et JONAS *(BACZYNSKI, 1996)* apportent des résultats supplémentaires aux travaux de MONTHEILLET. En effet, ils trouvent les composantes J et F en plus. Ils décrivent l'évolution de ces orientations idéales au cours de la torsion. Il en ressort que les textures d'acier IF et de fer pur sont les mêmes à température ambiante avant rupture : les composantes F, J et D (de la plus faible à la plus forte) sont présentes.

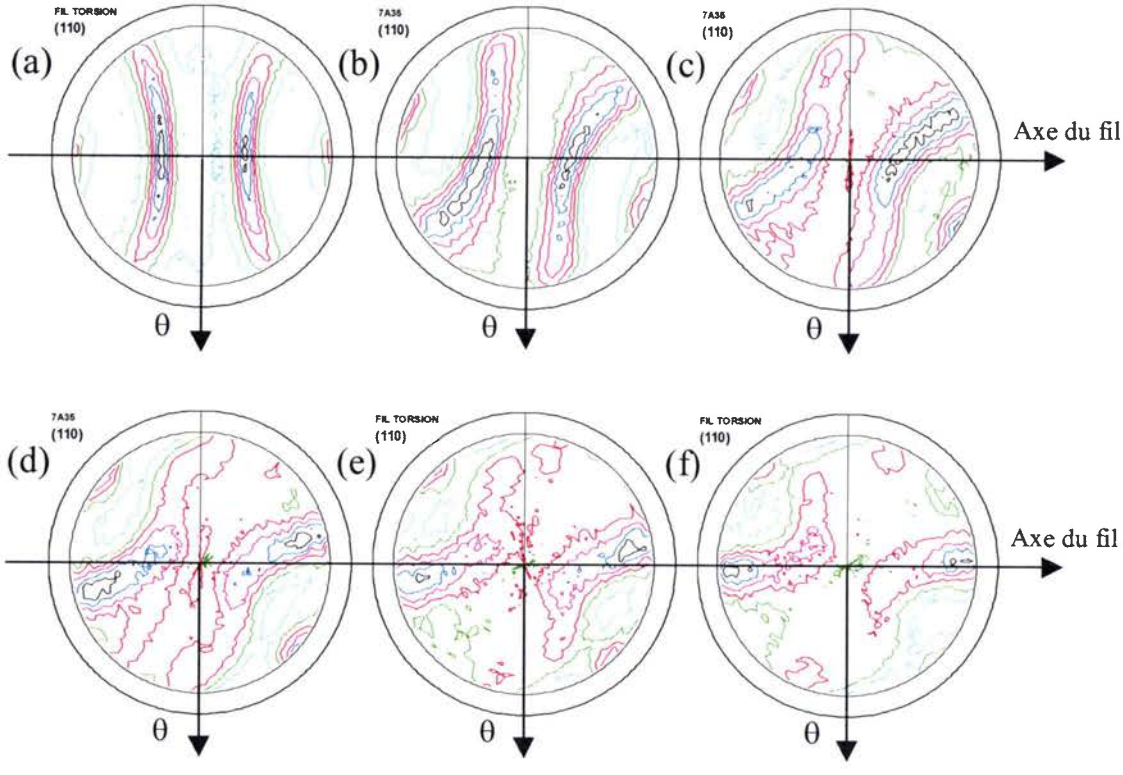
Aux températures plus élevées (400°C et 500°C), les composantes D et E se renforcent avec l'augmentation de température alors que la composante J reste faible tout au long de la déformation.

Il se dégage de ces études que la teneur en éléments d'alliage tel que le titane contenu dans les aciers IF n'influe que très peu sur les textures observées. Les mêmes composantes sont présentes aux mêmes stades de déformation. Il devient alors intéressant de savoir si la teneur en carbone a les mêmes conséquences sur les textures de torsion de fils fins. Le chapitre 3 traitera de ce point.

## 2. Texture des fils d'aciers perlitiques

### 2.1. Orientations préférentielles :

Les récents travaux de LIU *(LIU, 2001)* sont centrés sur l'étude de la torsion de fils d'acier perlitique. Ils ont permis de déterminer des orientations préférentielles en torsion. La figure I.20 ci-dessous montre plusieurs figures de pôles ayant servies à déterminer la texture de ces fils :




(a) Taux de torsion $\gamma = 0$, niveaux = 0.61, 1.08, 1.55, 2.01, 2.47, 2.94

(b) Taux de torsion $\gamma = 0{,}4$, niveaux = 0.67, 0.88, 1.08, 1.29, 1.49, 1.70

(c) Taux de torsion $\gamma = 0{,}6$, niveaux = 0.57, 0.77, 0.97, 1.17, 1.36, 1.56

(d) Taux de torsion $\gamma = 0{,}8$, niveaux = 0.64, 0.83, 1.01, 1.19, 1.38, 1.56

(e) Taux de torsion $\gamma = 1$, niveaux = 0.50 0.77, 1.04, 1.32, 1.59, 1.86

(f) Taux de torsion $\gamma = 1{,}5$, niveaux =0.52, 0.82, 1.12, 1.42, 1.73, 2.03

*Figure I.20 : Figures de pôles (110) de la ferrite pour différents taux de torsion (LIU, 2001)*

Ces figures de pôles correspondent à une mesure effectuée à la surface des fils pour différents taux de déformation. Il est intéressant de constater que la figure (e) représente la rupture en torsion directe, et la figure (f) un fil ayant été « sur-torsionné ». C'est donc par cette opération de « sur-torsion » que l'on atteint la texture limite du fil *(LIU, 2001)*.

L'évolution des orientations préférentielles en surface du fil peut être décrite par une « rotation autour du rayon » du fil de la fibre initiale {110}<uvw>. Cette fibre « tournée » peut être décrite par une orientation du type $(44\bar{5})[223]$ à $\gamma = 0{,}8$, pour atteindre la texture limite $(11\bar{2})[111]$ à $\gamma = 1{,}5$ qui correspond à la composante de type D1 (cf. tableau I.16).

Une différence apparaît entre les résultats de LIU et la littérature, et ce dès le début de la déformation : les figures (110) tournent autour du rayon du fil. Cette rotation qui n'est pas observée dans les travaux classiques a conduit à l'étude de l'évolution de la texture des fils d'acier perlitique développée dans le paragraphe suivant.

## 2.2. Rotations de réseau en torsion directe :

Lors de mesures de figures de pôles de fils après torsion, LIU a mis en évidence la rotation des plans (110) autour du rayon du fil qui est représentative de la rotation de réseau cristallin. La figure I.21 ci-après présente deux figures de pôles qui mettent en évidence cette rotation :

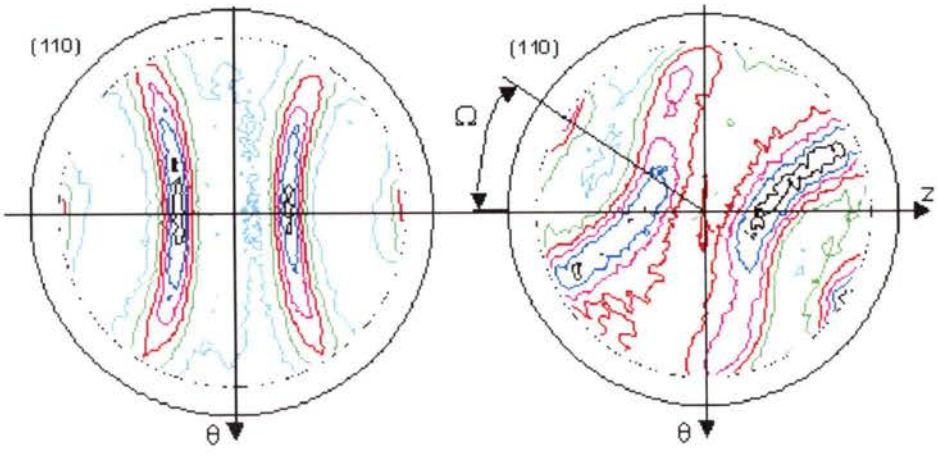



Figure de gauche : fil brut de tréfilage.
Figure de droite : fil ayant subi une déformation en cisaillement de 0,6.

*Figure I.21 : Figures de pôle (110) d'un fil d'acier perlitique. (LIU, 2001)*

Il a entrepris ensuite une étude sur l'évolution de la rotation de réseau en fonction de la déformation en torsion. La figure I.22 ci-dessous montre un graphe récapitulant cette évolution :

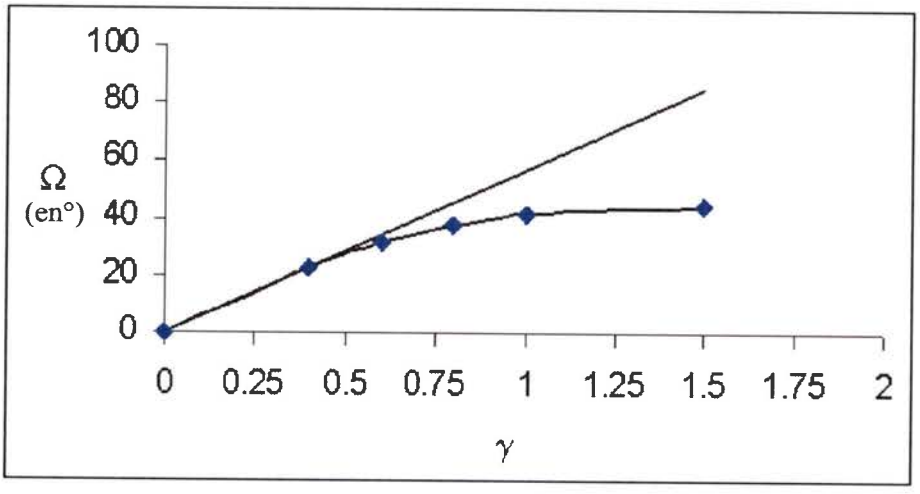



*Figure I.22 : évolution de la rotation de réseau en torsion (LIU, 2001).*

La droite symbolise la rotation de corps rigide W définie au paragraphe I.2.1. Au début de la courbe, la progression est linéaire et Ω = W, autrement dit, $\dot{\Omega} = \dot{W}$ et $\dot{\omega} = 0$. Pour satisfaire ces conditions, selon LIU *(2001)*, au moins 4 systèmes de glissement doivent être actifs.

A la fin de la torsion, Ω devient stable, ce qui signifie que $\dot{\Omega} = 0$. On a donc $\dot{W} = \dot{\omega}$ ce qui veut dire que la rotation par glissement plastique doit équilibrer la rotation de corps rigide, donc la stabilité de la texture requiert un fort taux de rotation par glissement plastique. Cette haute valeur ne peut être atteinte que si un ou deux systèmes de glissement sont actifs *(LIU,2001)*.

## 2.3. Simulations :

Dans ces travaux, LIU *(2001)* a utilisé le modèle de TAYLOR pour simuler les textures obtenues au cours de la torsion des fils fins d'acier perlitique. Il a développé son modèle avec certaines hypothèses car la simulation avec l'introduction du seul cisaillement ne permettait pas de retrouver les figures de pôles expérimentales obtenues. Pensant que le modèle de TAYLOR rend bien compte des textures, LIU attribue les différences entre le calcul et l'expérience à l'hétérogénéité de la déformation.

Ainsi, après une analyse de la torsion des fils, il considère la déformation en plusieurs domaines constitués de bandes de cisaillement, de zones d'accommodation géométrique et de zones rendant compte de la texture. La figure I.23 illustre cette vision de l'échantillon soumis à une torsion.

Sur cette figure, les bandes de cisaillement qui sont formées pendant le tréfilage sont horizontales, et la torsion apporte de nouvelles bandes de cisaillement qui sont verticales. Ces bandes subissent une déformation plastique importante et sont de petite taille. LIU décrit alors la déformation comme un domaine composé d'une zone A qui est beaucoup plus grande que les autres, entourée d'une zone d'accommodation géométrique, le tout encadré par des bandes de cisaillement. La zone A étant la plus grande, c'est elle qui va donner la texture globale du matériau. Les autres zones étant petites, il néglige leur participation à la texture dans sa modélisation.

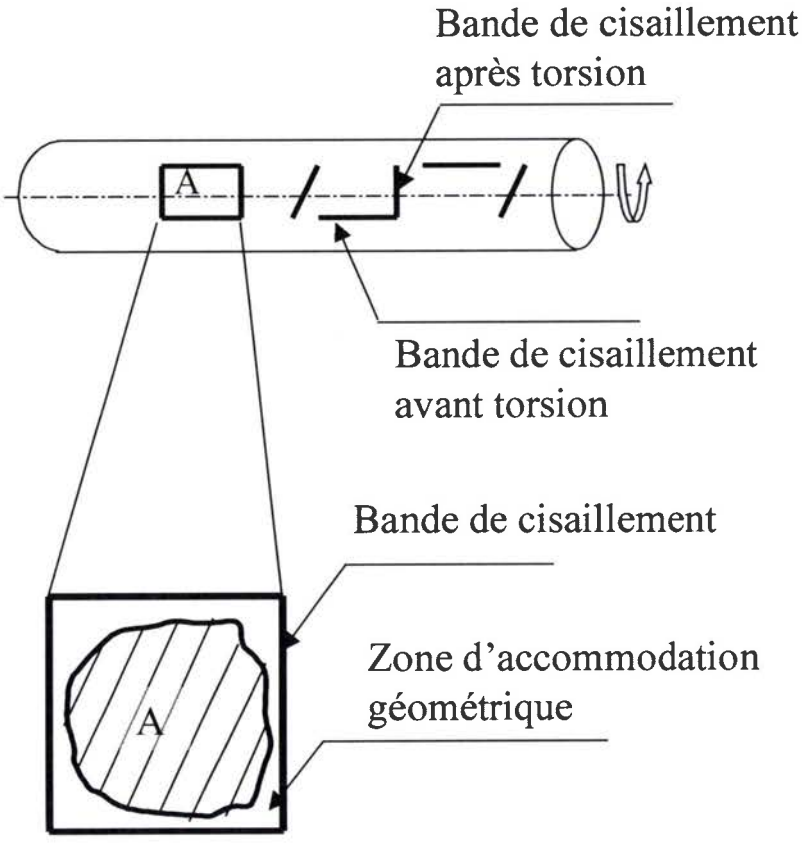


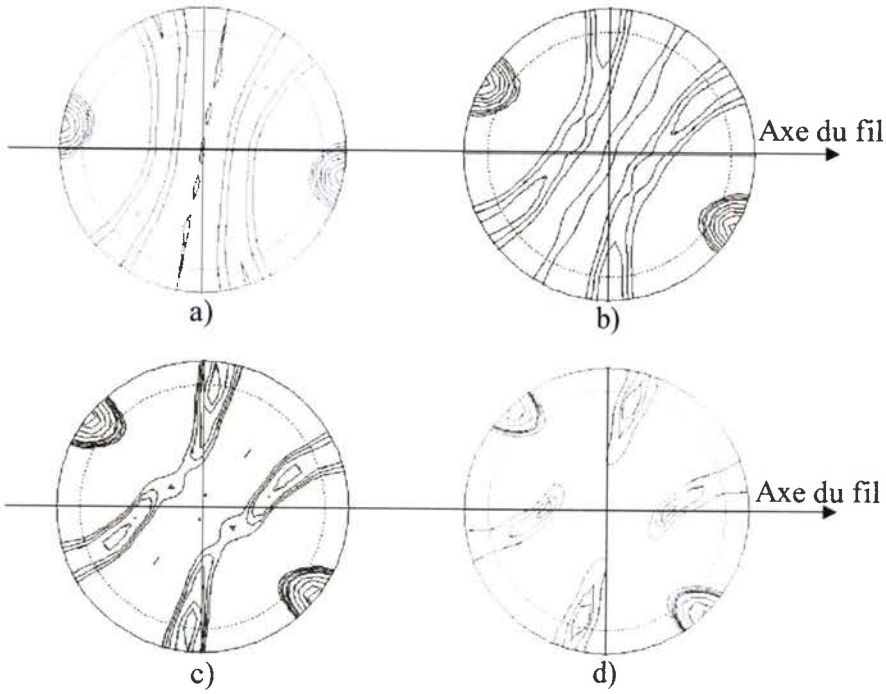

*Figure I.23 : Modélisation de la torsion par LIU (2001).*

Pour tenir compte de la taille de la zone A, LIU considère que la déformation qu'elle subit est inférieure à la déformation totale imposée au fil. Ainsi, il trouve qu'un coefficient de 0,7 donne les meilleurs résultats. La zone A ne subit donc que 70% de la déformation totale pour rendre compte de la texture observée expérimentalement. Les 30% restant étant liés à la déformation dans les bandes de cisaillement et dans la zone d'accommodation géométrique.

Finalement, il utilise le modèle de TAYLOR avec les paramètres suivants :

- Utilisation du modèle Full Constraint de TAYLOR
- Les systèmes {110}<111> et {112}<111> sont considérés actifs.
- La texture initiale introduite est une texture de fibre issue du tréfilage.

Les résultats en terme de figures de pôles sont présentés dans la figure I.24. Avec les considérations exposées précédemment, LIU est parvenu à obtenir des figures de pôles simulées très proches des figures expérimentales. Il retrouve la rotation d'ensemble des figures et l'évolution des textures.




a): $\gamma$= 0,2, niveaux = 1.0, 2.0, 3.0, 5.0, 7.0, 9.0, 11.0, 13.0

b): $\gamma$= 0,8, niveaux = 1.0, 2.0, 3.0, 5.0, 7.0, 9.0, 11.0, 13.0

c): $\gamma$= 1,2, niveaux = 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0
d): $\gamma$= 1,5, niveaux = 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0

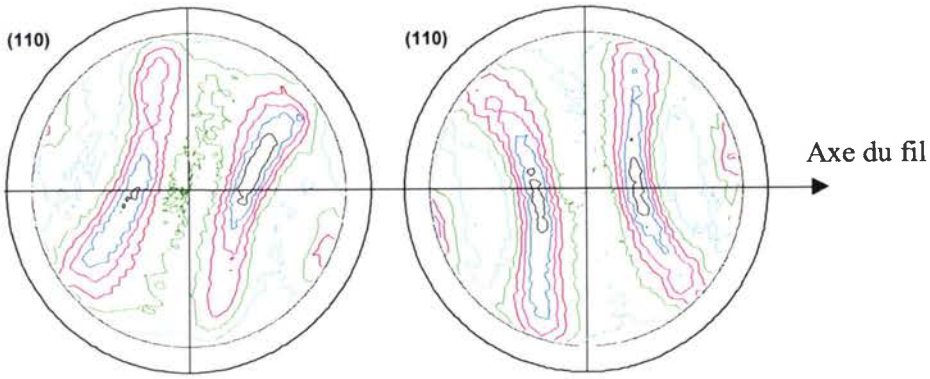
*Figure I.24 : Figures de pôles simulées, torsion directe (LIU, 2001).*

L'utilisation du modèle de TAYLOR a permis de prédire l'évolution de la texture cristallographique de la ferrite de fils fins d'acier perlitique en torsion. Mais comme les simulations ne tiennent compte que de la déformation de la ferrite, et que sans hypothèse particulière la simulation de la déformation en torsion de la ferrite seule ne rend pas compte de l'évolution de la texture constatée expérimentalement, la cémentite devrait avoir une influence.

### 2.4. Evolution de la texture en torsion inverse :

L'évolution de la texture des fils d'acier perlitique en torsion inverse est détaillée dans le chapitre III.

Cependant, nous retiendrons pour l'instant que ce mode de déformation est très hétérogène et nous en ferons une étude détaillée dans le chapitre IV. La déformation se localise en séparant le fil en deux parties présentant des textures différentes (zone A et B). La figure I.25 présente les figures de pôles de chaque partie.




Zone A Zone B

(A) $\gamma = 0{,}8$ puis $\gamma = -0{,}8$, niveaux => 0.38, 0.77, 1.16, 1.54, 1.93, 2.32

(B) $\gamma = 0{,}8$ puis $\gamma = -0{,}8$, niveaux => 0.57, 0.87, 1.17, 1.47, 1.78, 2.08

*Figure I.25 : Basculement de la texture en torsion inverse (LIU, 2001).*

On remarque que la texture bascule au passage de l'interface séparant les deux zones. Les figures de pôles sont presque symétriques. Cet effet se retrouve sur les courbes de rotation de réseau. La rotation de réseau est présentée pour le cas de la torsion inverse *(LIU, 2001)*. Les courbes $\Omega = f(N)$ pour la torsion directe et la torsion inverse sont présentées (figure I.26).

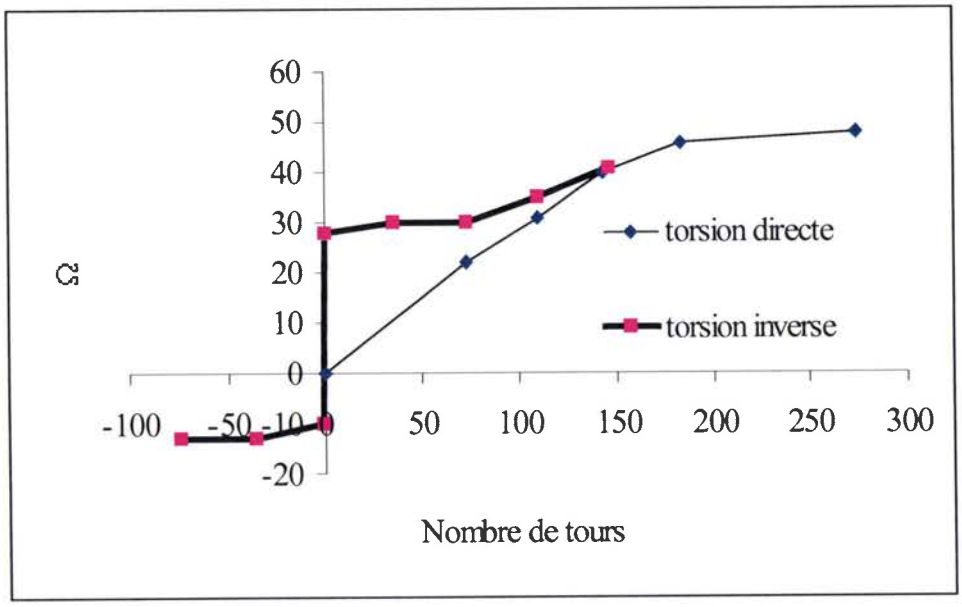



*Figure I.26 : Rotation de réseau et déformation en torsion inverse (LIU, 2001).*

La courbe de torsion inverse est construite d'une façon particulière qu'il nous faut préciser. La prédéformation en torsion directe correspond à une valeur fixe de $\gamma = 0{,}8$ (150 tours sur la figure I.26). Un point de la courbe de torsion inverse est alors placé à partir de cette prédéformation en retranchant la valeur de la déformation en torsion inverse. Par exemple, un essai de torsion inverse $\gamma = 0{,}8$ (150 tr) puis $\gamma = 0{,}4$ (75 tr), correspond à un point d'abscisse $\gamma = 0{,}4$ (75 tr).

Au début de la torsion inverse, la texture limite $(1\bar{1}0)[\bar{1}\bar{1}1]$ est atteinte à 146 tours ($\gamma$=0,8) et seul le système de glissement $(11\bar{2})[111]$ est actif. Ce système est bien orienté par rapport à la sollicitation en torsion directe, et il reste bien orienté par rapport à la torsion inverse : il est donc le seul système opérant. Ce système permet la déformation sans modification de la texture en laissant stable $\Omega$ jusqu'à atteindre 146 tours ($\gamma$=0,8) en torsion inverse.

A une déformation en torsion inverse égale à celle en torsion directe, la texture subit un changement brutal puis reste stable jusqu'à la rupture. LIU explique cette stabilité une fois encore par le fait qu'un seul système de glissement est actif et bien orienté de manière à ne pas modifier la texture. Ce système est $(110)[1\bar{1}1]$.

Il explique le changement de système de glissement comme suit :

Durant la torsion directe, une forte déformation plastique est due au système $(112)[11\bar{1}]$. Pendant la torsion inverse, malgré un mouvement symétrique de la déformation imposée, cette seconde torsion ne permet pas la réversibilité. La torsion inverse est une déformation supplémentaire sur un matériau déjà déformé. L'aptitude au glissement sur le système (112) est épuisée et il faut activer un autre système de la famille (110) pour obtenir une texture stable telle que $(1\bar{1}0)[\bar{1}\bar{1}1]$.

## Conclusions :

Il semble que l'analyse de la rotation de réseau soit un moyen commode d'étudier l'évolution de la texture des fils d'acier perlitique. Mais il est probable que ce type d'étude ne convienne qu'aux fils fins. En effet, les textures exposées dans la littérature ne font pas état d'une telle rotation de réseau, il paraît donc possible que ces différences proviennent de l'état de départ des matériaux.

# D. Conclusions du chapitre :

L'étude bibliographique du tréfilage des aciers perlitiques a permis de mettre en évidence la complexité du comportement et de la microstructure des fils issus de ce procédé. En effet, la microstructure subit d'importants changements qui conduisent à un état de contraintes internes important et qui varie selon le rayon du fil et selon les phases. A ceci s'ajoute un phénomène de dissolution de la cémentite qui vient modifier la proportion de phases présentes dans le matériau. La texture cristallographique se retrouve très marquée et possède différentes formes : la texture de fibre et la texture circulaire. Celles-ci sont réparties d'une façon particulière le long du rayon du fil : elles définissent 3 zones distinctes de texture, une zone en surface jusqu'à 0,8*Rayon, une zone intermédiaire de 0,8*R à 0,6*R, et une zone à cœur. Cet état brut de tréfilage ainsi défini vient poser l'état de départ du matériau qui est l'un des sujets de cette étude.

Un des buts de ce chapitre étant également d'aborder la texture cristallographique des fils fins en torsion, il en ressort plusieurs observations. Tout d'abord, la littérature classique parcourue montre que la texture de la ferrite suit le même comportement sur quelques types d'acier. Que se soit du fer pur ou des aciers IF au titane, les composantes de textures classiques se retrouvent, aux variations d'intensité près.

Outre les points communs qui ont été trouvés concernant la torsion des aciers, il existe des différences importantes entre les textures classiquement observées et les textures décrites dans les fils fins d'aciers perlitiques. Ces différences d'observations peuvent venir essentiellement de la nature de la microstructure. Les échantillons étudiés en torsion par BACZINSKI et MONTHEILLET sont issus de barreaux de 6mm de diamètre recuits, alors que LIU a étudié des fils tréfilés en acier perlitique. A partir de cette constatation, trois possibilités sont à considérer :

- La perlite (constituant à 100% les fils d'acier perlitique) n'a pas le même comportement que le fer-$\alpha$ seul. La cémentite peut jouer un rôle particulier.
- L'aspect lamellaire de la microstructure influe sur le comportement microstructural des fils.
- L'écrouissage important lié au tréfilage préalable des fils joue un rôle précis.

Il est fort probable que ces trois aspects soient couplés et donnent des résultats, en terme de texture, très différents des expérimentations des autres auteurs. Les chapitres suivants traiteront donc de l'étude de la microstructure et de la texture des fils d'aciers perlitique, en prenant en compte les observations faites dans ce chapitre. Autrement dit, l'étude d'acier bas carbone et de fer servira à évaluer l'influence de la cémentite dans un essai de torsion.

Pour ce qui est de la torsion inverse, l'étude classique de la texture et de la microstructure sera renforcée par d'autres expérimentations comme l'analyse thermique, l'EBSD etc... dans le but d'obtenir plus d'informations pour expliquer le comportement particulier du fil durant cette sollicitation.

# Chapitre II Méthodologie et outils expérimentaux

## Introduction :

Ce chapitre est consacré à la description des moyens techniques mis en œuvre durant mon travail de recherche. L'ensemble des protocoles sont abordés, depuis la fabrication d'un échantillon jusqu'au traitement des données relatives à un essai considéré. Nous cherchons à connaître la précision des techniques utilisées, et donc avoir tous les éléments pertinents pour leurs interprétations.

Dans un premier temps, les matériaux utilisés sont présentés ainsi que le protocole des essais de torsion. Ensuite, la méthode de mesure de la texture en réflexion qui a servi à déterminer l'évolution de la texture de la ferrite est présentée.

Une méthode de mesure de la texture visant à caractériser la texture de la cémentite sur des fils d'acier perlitique est décrite. Cette démarche utilisant le rayonnement synchrotron est détaillée. Enfin, les différentes techniques qui ont servi à caractériser la microstructure, comme par exemple la microscopie électronique, sont décrites dans le but de préciser les protocoles de préparation, mais aussi pour appréhender leurs limites.

# A. Les matériaux utilisés :

Plusieurs fils de compositions différentes ont été testés dans cette étude. Ils sont tous issus d'une production industrielle, et possèdent une microstructure ferrito-perlitique dont la teneur en carbone influe sur la quantité de perlite lamellaire présente. Ces matériaux balayent une gamme de microstructures allant de 100% ferritique à 100% perlitique, en passant par 2 états intermédiaires. Ayant tous été tréfilés, la microstructure des ces fils présente des grains allongés.

## I. Steelcord :

Le premier est un acier non allié complètement perlitique à 0,77% de carbone en masse, fournit par la société SODETAL. C'est un fil de 1,2 mm de diamètre qui est destiné à fabriquer du steelcord utilisé dans les renforts de pneumatiques. Sa déformation après tréfilage est d'environ $\varepsilon = 2$.

Les images de la figure II.1 montrent un fil à 0,77% C ayant subi un tréfilage jusqu'à un diamètre de 1,2mm (a), et un fil patenté après tréfilage (b). L'image (a) montre une microstructure presque parrallèle à l'axe du fil. Il est difficile d'y distinguer les limites des colonies perlitiques. L'image (b) présente une microstructure recristallisée dont les joints des colonies sont parfaitement visibles. Les grains sont de forme quasi equi-axe.

Le tableau II.2 montre les teneurs des trois principaux éléments présents en plus du fer de l'acier perlitique.

| Eléments | C | Mn | Si |
|---|---|---|---|
| Concentration (% pds) | 0.77 | 0.91 | 0.24 |

*Tableau II.2 : composition de l'acier perlitique.*

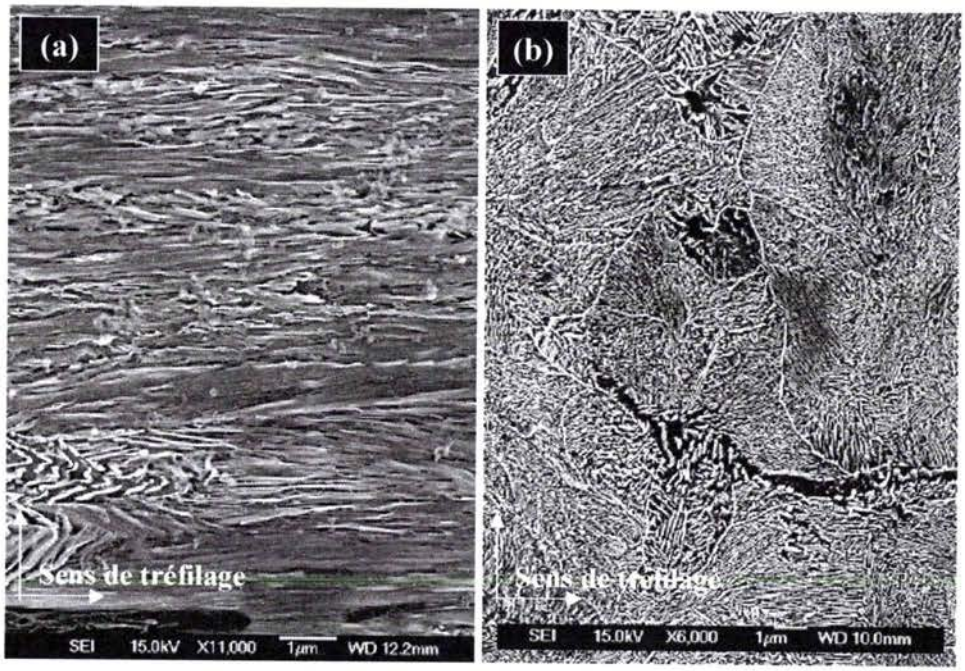



*Figure II.1 : L'acier à 0,77% C. (a) : brut de tréfilage ($\varepsilon \approx 2$). (b) : après patentage.*

## II. Acier bas carbone (<0,1% C en masse) :

Le second fil (figure II.3) est un acier bas carbone non allié (<0,1% C en masse) d'un diamètre de 1 mm. Son intérêt principal est qu'il nous a été donné sous deux formes :

- fil brut de tréfilage (a) d'une dureté de 230 HV,
- fil recuit (b) d'une dureté de 106 HV.

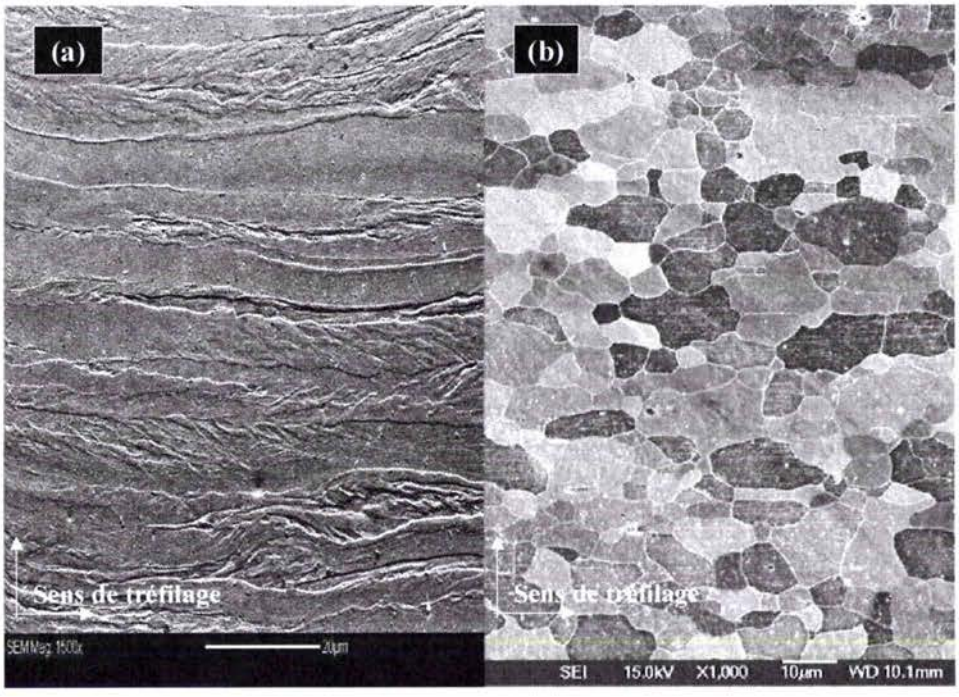



*Figure II.3 : Acier à <0,1% C, (a) : brut de tréfilage, (b) après recuit.*

La microstructure brute de tréfilage présente, comme dans le cas des autres fils tréfilés, des grains de forme allongée. Les lamelles sont presque alignées sur l'axe du fil. Cependant nous ignorons les paramètres de tréfilage utilisés pour ce matériau et donc le taux de déformation qu'il a subi.

Le fil ayant subi un recuit présente des grains de ferrite et de perlite (grains sombres sur l'image) de forme légèrement allongée de dimensions variables : longueur 5 µm à 30 µm et largeur quelques µm à 10 µm.

## III. Acier bas carbone (0,1% C en masse) :

Le troisième fil (figure II.4) est un acier bas carbone non allié (environ 0,1% C en masse), qui est de qualité commerciale. Il est principalement employé dans les techniques de soudage semi-automatique de type MIG/MAG. Ce fil a un diamètre de 1,2 mm.

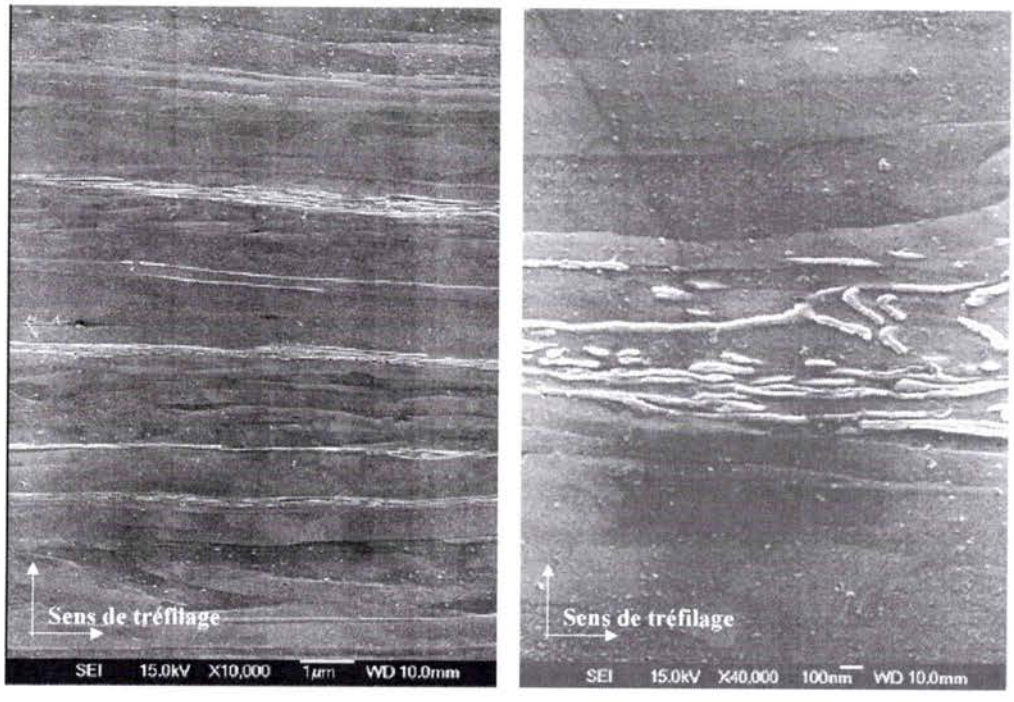



*Figure II.4 : Acier à 0,1% C, brut de tréfilage (électrons secondaires).*

Les grains de l'acier à 0,1% C en masse sont biens alignés sur l'axe du fil et les lamelles de cémentite (en blanc) sont très fines (≈ 50 nm). La dureté de ce fil est de 340 HV. Comme pour le fil précédent, nous ne connaissons pas les paramètres de tréfilage utilisés pour sa fabrication.

## IV. Fer pur :

Le dernier fil étudié dans ce travail correspond à du fer-α de qualité commerciale d'un diamètre de 1,2 mm. Le fil brut de tréfilage présente également des grains allongés dans le sens du tréfilage (figure II.5). Les grains sont quasiment parallèles à l'axe du fil et sont difficile à distinguer. Leur largeur est inférieure à 10 μm. Le fil recuit possède une microstructure quasi equi-axe, dont la taille de grain est de l'ordre de 20-30 μm sur 10 μm. Les deux images présentent des piqûres noires liées à la préparation des échantillons.

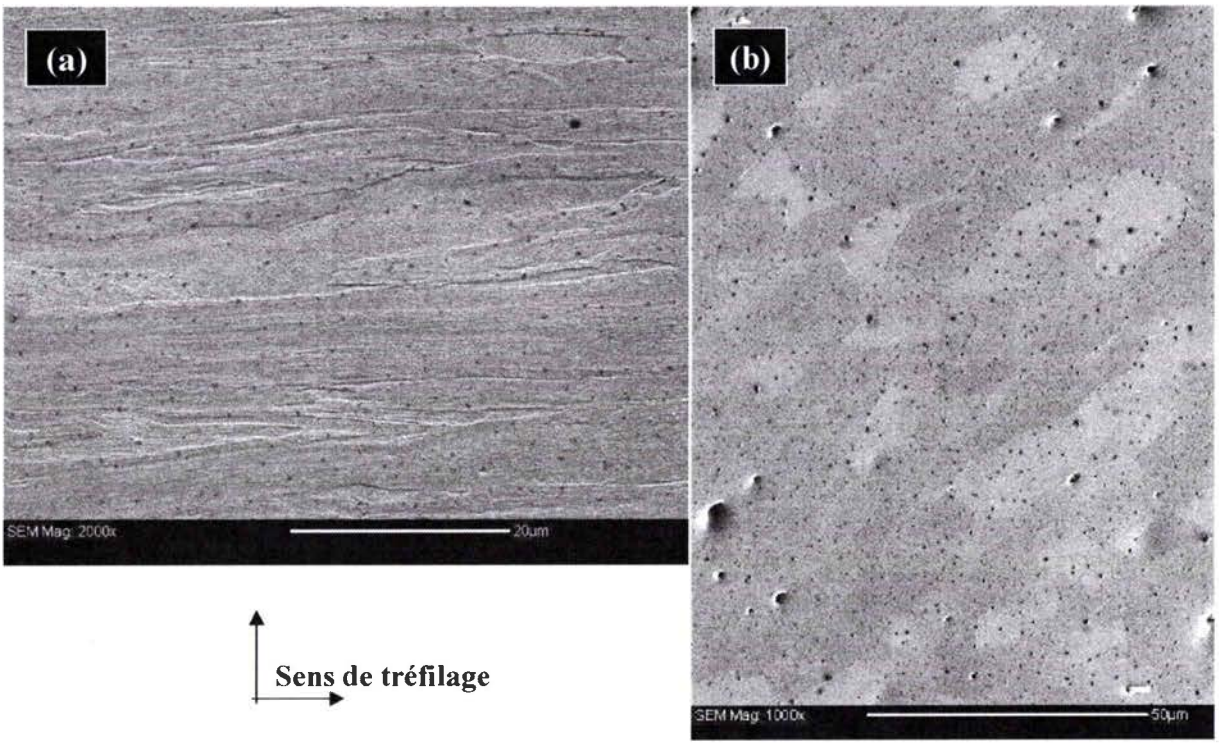



*Figure II.5 : Fer-α pur, (a) : brut de tréfilage, (b) : après recuit. (électrons rétrodiffusés)*

Le tableau suivant présente le récapitulatif des matériaux étudiés :

| Matériaux | % C en masse | Caractéristiques |
|---|---|---|
| Steelcord | 0,77 | Tréfilé, microstructure entièrement perlitique et lamellaire |
| Acier bas carbone n°1 | <0,1 | Tréfilé, microstructure ferrito-perlitique lamellaire |
| Acier bas carbone n°1 recuit | <0,1 | Fil recuit après tréfilage, microstructure quasi equi-axe |
| Acier bas carbone n°2 | 0,1 | Tréfilé, microstructure lamellaire ferrito-perlitique |
| Fer-α | 0 | Tréfilé, microstructure lamellaire |
| Fer-α recuit | 0 | Fil recuit après tréfilage, microstructure quasi equi-axe. Non étudié dans ce manuscrit. |

# B. Essais de torsion :

Après la présentation des matériaux utilisés, nous décrivons le banc d'essai, et présentons les éléments de conception nécessaires à sa réalisation. Ensuite, le protocole des essais de torsion directe et inverse est expliqué pour mettre en évidence la différence entre ces essais. Le dernier point abordé est la mise en place d'un système de mesure du couple en cours de torsion.

## I. Description et réalisation du banc d'essai :

Pour mener à bien cette étude, il a été nécessaire de concevoir et de réaliser un banc d'essai de torsion. Les paramètres pris en compte pour la phase de conception sont :

- La possibilité d'utiliser des fils de longueur variable (0,1 m à 1 m).
- L'inversion de sens de la rotation.
- Le contrôle de la vitesse de rotation.
- Bloquer tous les degrés de liberté du fil sauf celui de l'allongement et de la rotation.
- Fixer la tension du fil.
- Mesurer le couple au cours des essais.

Au final, le banc d'essai est un ensemble monté sur un châssis réalisé en profilés d'aluminium de 45x45 mm. Le mouvement de rotation est assuré par un moto-réducteur asynchrone triphasé piloté par un variateur de vitesse. Le fil est maintenu par serrage à ses deux extrémités dont l'une est reliée directement au moteur, et l'autre à un support fixe en rotation mais libre de se déplacer parallèlement à l'axe du fil. Cet ensemble de pièces supporte un capteur de couple mesurant dans une gamme de 0 à 5 N.m. L'ensemble support est solidaire d'une masse de tension de 1 kg qui maintient le fil tendu pendant les essais. Les résultats des mesures de couple sont transmis sur un ordinateur pour y être stockés. La figure II.6 ci-après montre le banc d'essai :

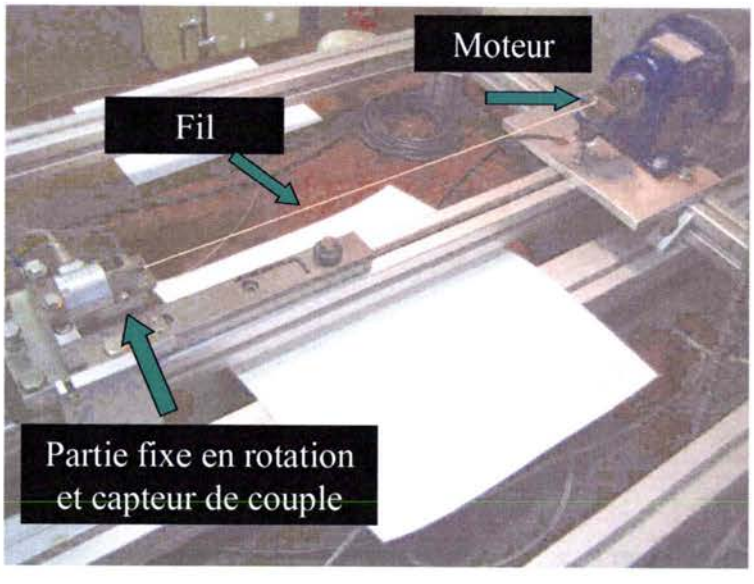



*Figure II.6 : Banc d'essai de torsion.*

Finalement, ce banc d'essai permet de réaliser des essais de torsion en imposant une rotation au fil, tout en gardant une extrémité libre de s'allonger. Un des aménagements futur est la mesure de l'allongement du fil dans le but d'étudier l'effet Swift.

# II. Protocole des essais de torsion :

Nous présentons dans ce paragraphe l'essai de torsion directe et l'essai de torsion inverse. On fixe arbitrairement le sens de prélèvement du fil, et il est conservé tout au long des essais. Avec cette méthode, on s'assure de tester les fils d'une façon identique : le sens de tréfilage est alors toujours positionné dans le même sens sur le banc d'essai.

La longueur effective retenue pour chaque essai est de 500 mm. Elle représente un bon compromis entre la durée des essais et la taille minimale utile pour la réalisation des échantillons et pour la caractérisation microstructurale.

## 1. Essais de torsion directe et inverse :

L'essai de torsion directe est défini par un sens unique de rotation lors de l'essai. Le fil est entraîné dans un sens considéré positif jusqu'au niveau de déformation souhaité qui est déterminé par le nombre de tours effectués.

L'essai de torsion inverse commence par un essai de torsion directe jusqu'à une déformation choisie. Lorsque cette valeur est atteinte, on inverse le sens de rotation et l'essai se poursuit jusqu'à la déformation voulue.

## 2. Estimation des erreurs systématiques :

La déformation imposée au fil est estimée grâce à la formule :

$$\gamma = \frac{2 \cdot \pi \cdot r \cdot N}{L}$$

Le calcul de la déformation fait intervenir le rayon du fil « r », le nombre de tours effectués « N », et la longueur du fil « L ». L'incertitude relative sur le cisaillement pour un nombre de tours N = 160 tr, une longueur L = 500 mm et un rayon r = 0,6 mm est donnée par :

$$\frac{\delta\gamma}{\gamma} = \frac{\delta L}{L} + \frac{\delta N}{N} + \frac{\delta r}{r} = 0{,}01 + 0{,}00625 + 0{,}01 \cong 0{,}03$$

Soit une erreur relative totale de 3%.

## III. Mesure du couple :

Pour compléter les renseignements sur les essais de torsion, il est apparu utile de pouvoir suivre l'évolution du couple en temps réel. Pour cela, le banc d'essais dispose d'un capteur de couple statique capable de mesurer entre 0 et 5 N.m. Ce dispositif permet d'étudier l'écrouissage du matériau.

La connaissance de cette grandeur ajoute la possibilité d'évaluer des phénomènes comme par exemple le retour élastique du fil au moment de l'inversion de sens de rotation ou l'écrouissage. Tous les résultats relatifs à la mesure du couple sont exposés dans les chapitres suivants.

La précision de ce capteur est de 1% de l'étendue de mesure. Soit dans notre cas 0,05 N.m. La figure II.7 montre un exemple de courbe de couple obtenu pendant la torsion.

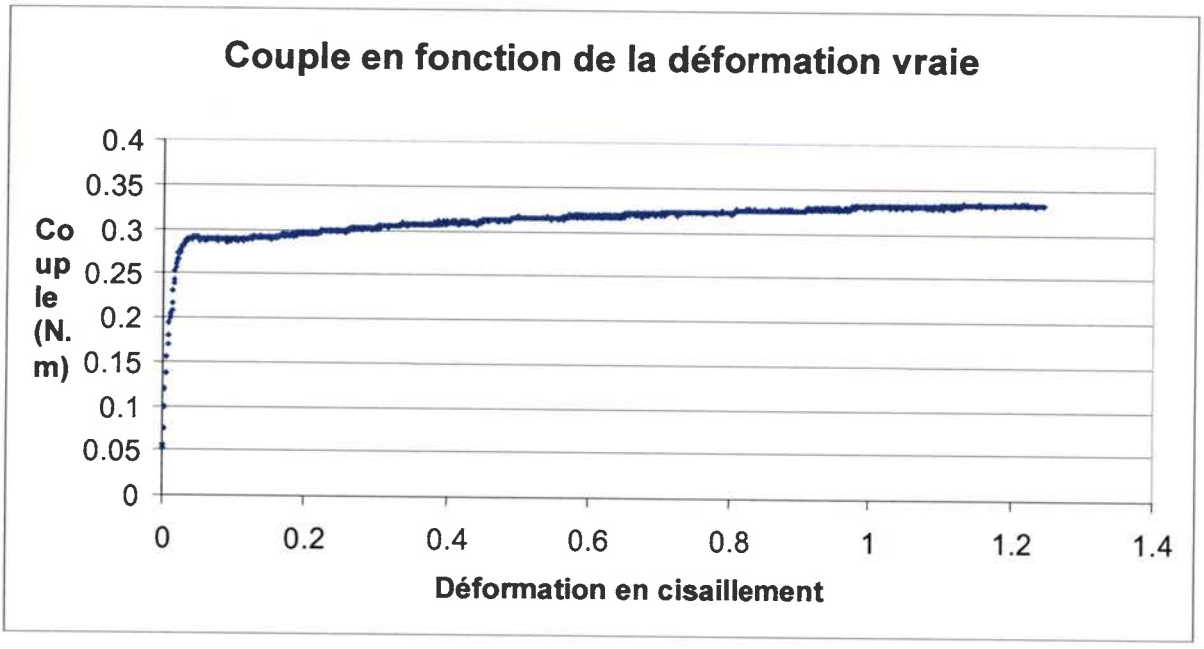



*Figure II.7 : Courbe de couple d'un essai de torsion d'un acier à 0,1% de Carbone.*

La précision du capteur peut sembler peu appropriée aux intensités mesurées, mais nous avons pu faire des acquisitions très satisfaisantes. Finalement, le seul problème de mesure de couple vient de la résolution du capteur. En effet, lors de faibles variations du couple, des marches apparaissent (cf. zone plastique sur la courbe de la figure II.7).

Nous retiendrons de cet appareil qu'il nous a permis d'analyser une grandeur mécanique évoluant avec la déformation. Le choix du capteur pourrait être optimisé pour fonctionner dans une étendue de mesure comprise entre 0 et 0,5 N.m. Cependant, à ce niveau de résolution et de précision, le budget nécessaire aurait été trop important, et la fragilité de tels capteurs aurait pu poser problème. Nous avons fait un bon compromis entre le coût, la qualité de mesure, et la fragilité du capteur.

# C. Evaluation de la texture en réflexion :

Comme il a été précisé dans le chapitre bibliographique, l'un des paramètres décrivant la texture de la ferrite est la rotation de réseau. La rotation de réseau Ω peut s'évaluer par la mesure de la rotation de la figure de pôles (110) de la ferrite. Dans la suite de ce travail, on appelle Ω' l'angle décrivant la rotation des pôles en périphérie de la figure de pôles (110) de la ferrite. Ω' peut contenir la rotation de réseau Ω mais aussi toute rotation apportée par la déformation en cisaillement. L'évaluation de cet angle peut se faire de deux façons :

- en mesurant l'azimut des pôles situés dans la zone de déclinaison entre 70° et 90°.
- en évaluant la rotation d'ensemble des pôles de toute la figure.

La deuxième solution est la seule valable sur des figures de pôles incomplètes. En effet, comme le montre la figure II.8, il est souvent difficile d'apprécier la position des pôles dans la zone de forte déclinaison.

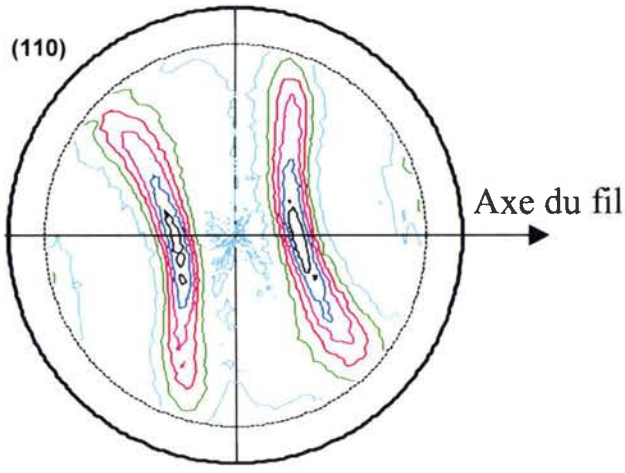



Figure de pôles (110),
acier bas carbone, $\gamma = 0,3$

*Figure II.8 : Figure de pôles incomplète et zone aveugle.*

L'utilisation de la première méthode nécessite le calcul de la fonction de distribution des orientations qui contient toutes les informations sur la texture du matériau. Nous recalculons ensuite des figures de pôles complètes pour pouvoir mesurer la rotation Ω'. Ce paragraphe présente les différentes étapes menant à l'obtention des figures de pôles complètes.

## I. Préparation des échantillons :

La géométrie particulière des fils nécessite une préparation spéciale des échantillons pour la diffraction des rayons X. Pour réaliser une bonne mesure, il est préférable d'avoir une surface utile d'environ 20x20 mm², de manière à ce que le faisceau balaye un maximum de matière. Pour cette raison, les échantillons sont obtenus en mettant plusieurs tronçons de fils

côte à côte formant un carré de 20 mm de côté. Le sens de prélèvement du fil est respecté, c'est-à-dire que la direction de tréfilage est toujours positionnée de la même façon. Autrement dit, toutes les « têtes » de fil sont mises d'un côté de la lame de verre. La figure II.9 ci-dessous montre un échantillon dans le faisceau de rayons X :

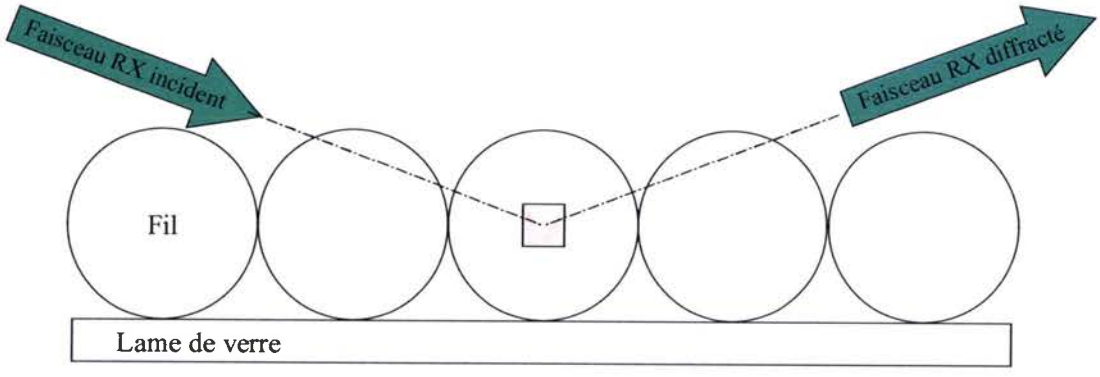
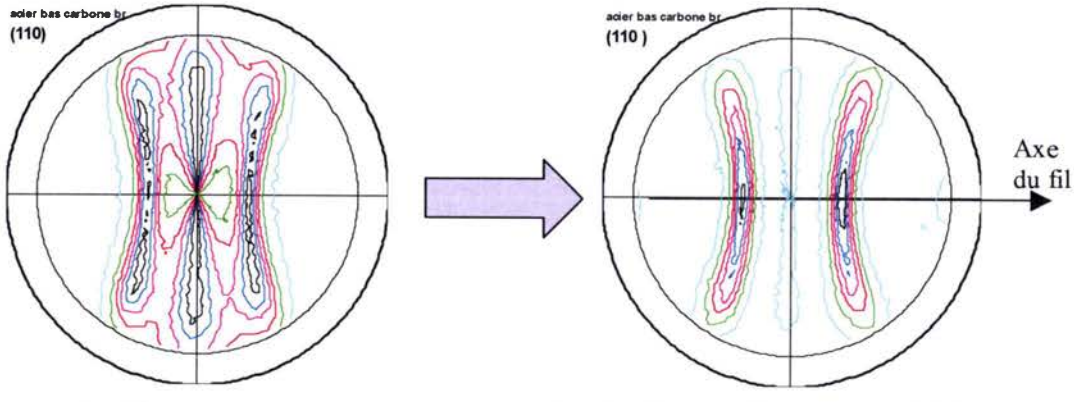



*Figure II.9 : échantillon pour la diffraction des rayons X.*

Ce type de surface n'est évidemment pas plane, et le faisceau de rayons X peut avoir des trajets très différents selon les angles de mesure, ce qui oblige à faire des corrections pour se ramener à une mesure à volume diffractant constant. Le détail de ces corrections est disponible dans les travaux de MONTESIN *(1991)*, et la figure II.10 ci-après présente un exemple de cette correction :




FDP brute de mesure

FDP après correction de volume diffractant

*Figue II.10 : Correction de volume diffractant*

## II. Goniomètre de texture et rayonnement :

Le type d'appareil utilisé est un goniomètre de texture mesurant les figures de pôles par la méthode de Schultz. C'est une technique de mesure en réflexion décrite dans l'annexe A. Pour éviter tout problème de fluorescence due à la présence de fer dans les échantillons, un tube de cobalt est utilisé pour la génération des rayons X. La figure II.11 présente le diffractogramme théorique de la ferrite dans ces conditions de mesure.

Les raies de diffraction des plans (110), (200) et (211) sont mesurées. On peut remarquer que ces plans diffractent à des valeurs 2θ très espacées. Ceci évite les problèmes de

superposition des raies, et permet d'utiliser une largeur de fenêtre maximale, ainsi qu'une distance échantillon/détecteur minimale pour éviter tout problème de défocalisation.

Les paramètres utilisés pour la mesure des figures de pôles sont :

- Azimut φ : de 0 à 360° par pas de 5°.
- Déclinaison ψ : de 0 à 80° par pas de 2,5°.
- Temps de comptage par position pour les plans (110) : 4 s.
- Temps de comptage par position pour les plans (200) et (211) : 16 s.

Les plans (110) diffractant bien, leur temps de comptage est faible. Les deux autres familles de plans diffractent moins bien et nécessitent des temps de comptage plus élevés. Cependant pour ne pas faire des expériences trop longues, on s'est limité à 16 secondes par position pour les plans (200) et (211). En effet, en se référant aux intensités théoriques relatives des raies, il aurait fallu prendre un temps de comptage pour les plans (200) beaucoup plus important (≈ 30 s).

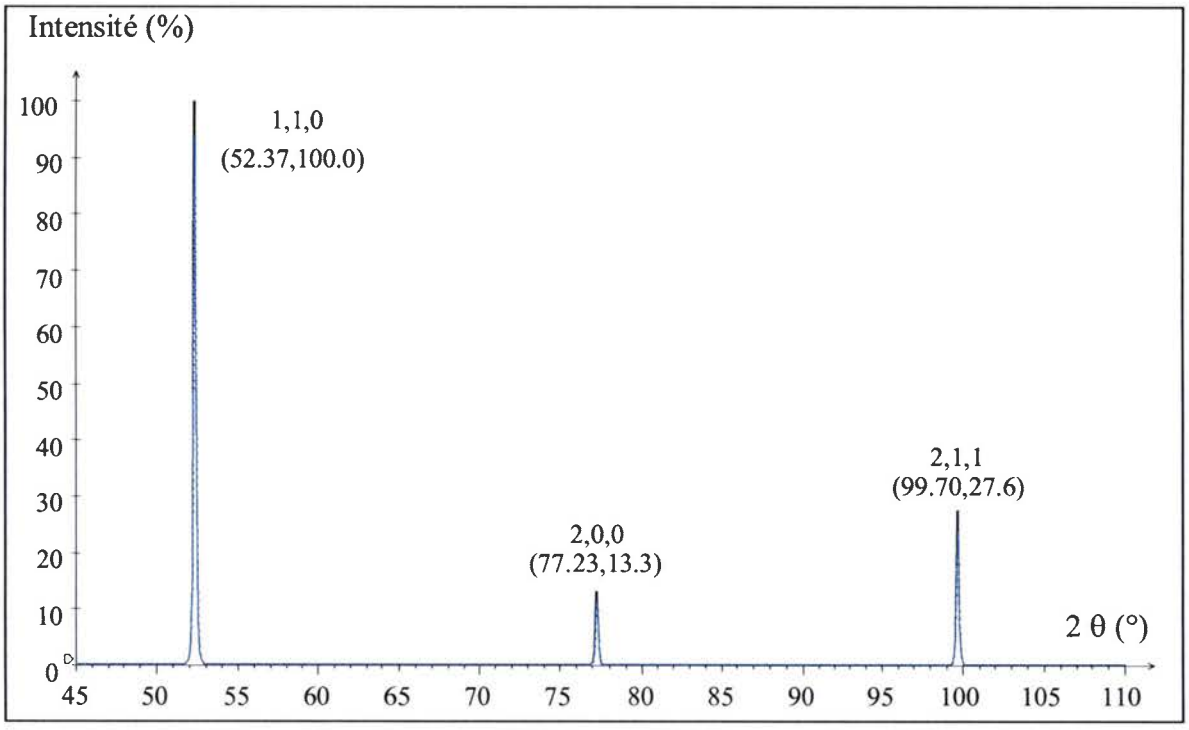



*Figure II.11 : Diffractogramme théorique du fer avec un tube de Cobalt.*

Sur l'installation de diffraction des rayons X, on dispose d'une puissance de rayonnement de 1,2kW. Avec ces paramètres, le temps de mesures pour les trois figures de pôles d'un échantillon est de 24h. Après mesure et corrections, la fonction de distribution des orientations est calculée.

## III. Fonction de distribution des orientations, FDP complètes :

Le calcul de la fonction de distribution des orientations est réalisé de façon systématique. Cette dernière permet d'avoir accès à la description de la texture cristallographique des échantillons en terme de FDO. Une fois la FDO déterminée, on peut

recalculer des figures de pôles complètes qui nous seront utiles pour mesurer les rotations Ω'. En effet, les pôles permettant d'évaluer au mieux cette rotation sont situés aux angles de déclinaison impossible à mesurer en réflexion (entre 80° et 90°) sur la figures de pôles des plans (110) de la ferrite. Le calcul de la fonction de distribution des orientations est effectué par la méthode harmonique *(BUNGE, 1982)*. Le rang de développement utilisé est de 16 pour la partie paire, et 15 pour la partie impaire. La figure II.12 présente les figures de pôles avant et après calcul de la FDO.

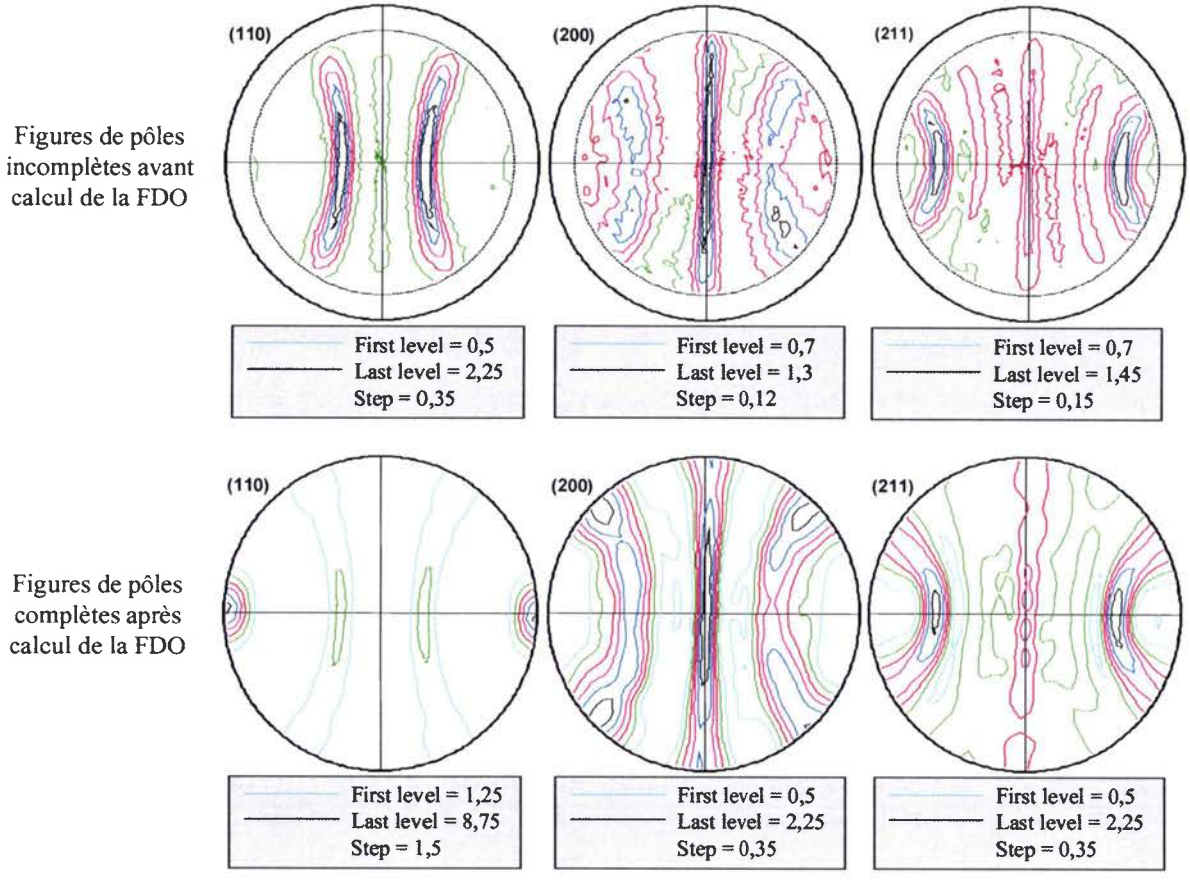



*Figure II.12 : Figure de pôles incomplète mesurée et complète recalculée.*

Les pôles situés aux grandes déclinaisons (80°-90°) de la figure de pôles (110) complète sont maintenant apparents. Il est alors possible d'évaluer sans ambiguïté la rotation Ω' ayant lieu pendant la torsion par la mesure de l'angle d'azimut des pôles intenses apparaissant au bord de la figure.

Les résultats de texture obtenus ne concernent que la ferrite. Le rôle de la cémentite durant la torsion n'est pas clairement connu, de même que l'évolution de sa texture cristallographique. Or, l'évaluation de la texture de la cémentite est « pratiquement » impossible par l'utilisation d'installation goniométrique classique.

## D. Evaluation de la texture en transmission :

La cémentite est un composé qui diffracte très mal et qui nécessite une forte brillance de faisceau pour réaliser des expériences de diffraction des rayons X. Nous avons pu avoir accès à la ligne de lumière ID15-B de l'E.S.R.F. (European Synchrotron Radiation Facility)

de Grenoble pour mener des expériences de diffraction. Ce paragraphe est dédié à l'explication de la méthode utilisée pour caractériser la texture de la cémentite sur cette installation.

# I. Le rayonnement synchrotron :

## 1. Description du faisceau :

Le faisceau de rayons X utilisé possède une énergie d'environ 56,4 keV, ce qui correspond à une longueur d'onde de 0,021969 nm. Associé à cette forte énergie qui permet de travailler en transmission, le faisceau possède une forte brillance d'une valeur d'environ $8.10^{12}$ Photons/s/mrad. La figure II.13 montre les gammes de brillances que l'on peut atteindre à l'E.S.R.F. sur la ligne ID15B. Le trait vertical représente l'énergie utilisée dans cette étude.

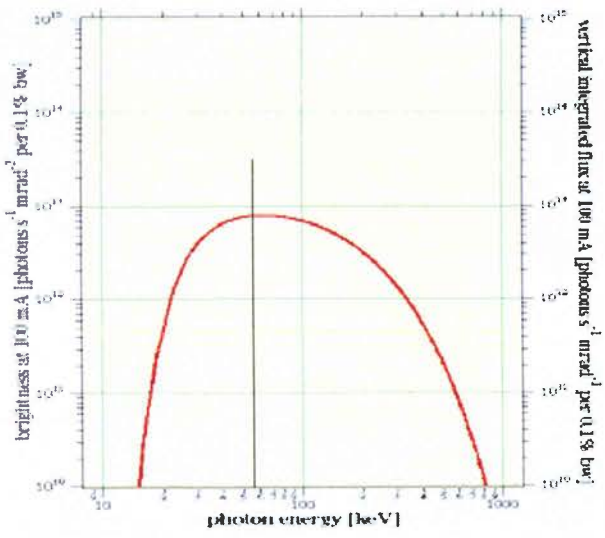



*Figure II.13 : Brillance du faisceau de rayons X (sources : site Internet de l'E.S.R.F.)*

Pour réaliser des mesures avec cet installation, nous avions le choix entre deux types de géométrie pour l'échantillon :

- mesurer sur une coupe transversale perpendiculairement à l'axe du fil,
- mesurer sur une coupe longitudinale parallèlement à l'axe du fil.

Mais les études précédentes *(MONTESIN, 1991)* nous ont appris qu'il existe un gradient de texture le long du rayon du fil. Il fallait donc pouvoir mesurer cet effet de gradient. Or la géométrie disponible pour la conformation d'entrée du faisceau est rectangulaire. Ainsi, pour pouvoir maximiser la zone éclairée, nous avons choisi la géométrie d'échantillon permettant une vue en coupe longitudinale avec une géométrie de faisceau de (1mm x 20µm). Ainsi, en gardant l'axe du fil parallèle à la longueur de ce rectangle, on peut faire diffracter une zone précise du rayon du fil tout en maximisant le volume diffractant.

## 2. Réalisation des échantillons :

Pour travailler en transmission, les échantillons ont été réalisés sous forme de lame mince de 0,2 mm d'épaisseur dont les deux faces sont parallèles. Pour pouvoir analyser n'importe laquelle des trois zones du fil (cœur, intermédiaire et surface) cette tranche doit être située de part et d'autre du plan médian du fil. La figure II.14 ci-après montre l'échantillon type ayant été utilisé :

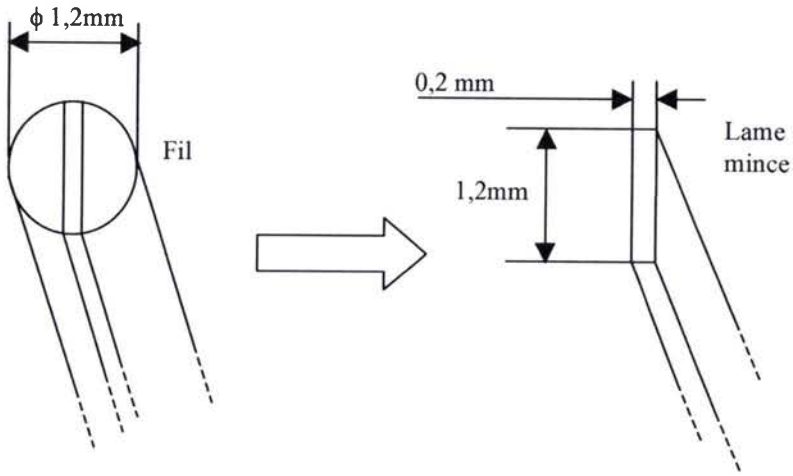



*Figure II.14 : échantillon en transmission.*

Ainsi, avec ce type d'échantillon, si on analyse la zone située au bord de la lame mince, on peut étudier la sous-surface du fil. Alors qu'au centre, on peut analyser le cœur du fil. Ce type de géométrie nécessite des corrections adaptées à la mesure en transmission. Elles sont présentées en détail dans les paragraphes suivants. En effet, suivant l'angle d'incidence réel du faisceau incident, et du faisceau émergent, la longueur d'échantillon traversée par le faisceau varie.

Remarque :

Le coefficient d'absorption linéaire associé à l'acier perlitique est $\mu$=10,11 $cm^{-1}$ pour une énergie de 56,4 keV. Ce coefficient a été calculé en utilisant une loi des mélanges pour tenir compte de la proportion de fer et de carbone qui n'ont pas les mêmes coefficients d'absorption massique.

## 3. La géométrie de l'installation :

La géométrie de l'installation de la ligne de lumière utilisée est différente de celle habituellement employée sur les goniomètres de laboratoire. La figure II.15 ci-dessous présente schématiquement la géométrie de mesure que nous avons utilisée sur la ligne ID15-B :

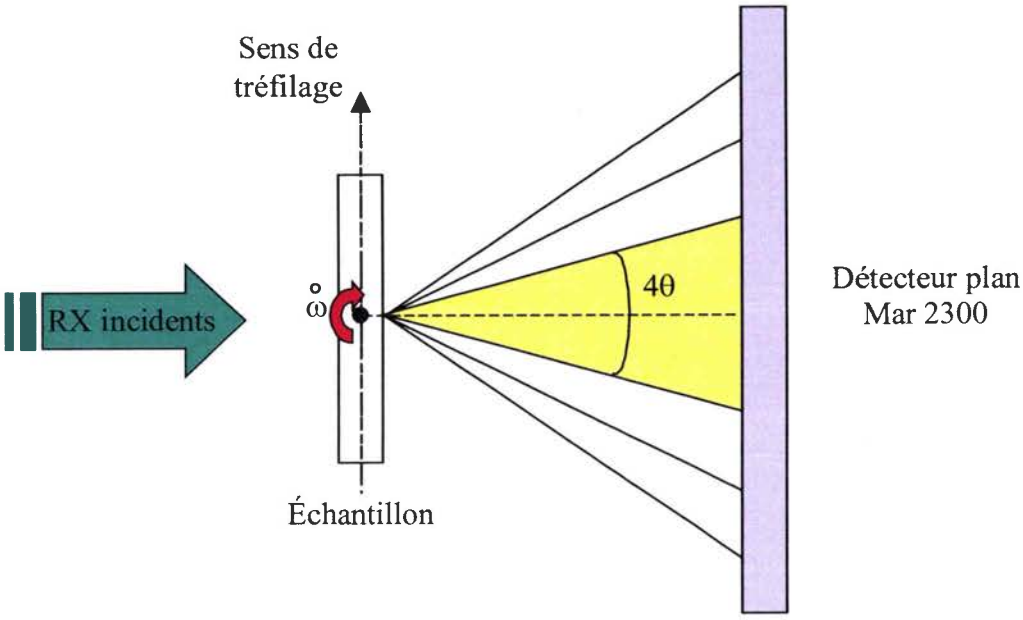



*Figure II.15 : schéma de l'installation de mesure au synchrotron.*

Classiquement, sur un goniomètre de texture, quatre angles sont pilotés pour faire décrire à l'échantillon toutes les positions utiles à la réalisation d'une figure de pôles. Ce sont les angles 2θ satisfaisant la condition de Bragg, θ du faisceau incident, ψ la déclinaison et φ l'azimut. Comme le détecteur plan utilisé recueille les anneaux de diffraction complets, le seul angle qui est piloté au synchrotron est un angle noté ω. En effet, les autres angles classiquement analysés sont inclus dans le cône de diffraction.

Une conséquence liée à l'utilisation d'un détecteur plan est une simplification de la mesure car un seul angle suffit à faire décrire à l'échantillon toutes les positions utiles. Mais ceci amène une difficulté supplémentaire : il faudra repositionner les intensités sur une figure de pôle classique par l'intermédiaire d'un changement de repère que l'on présente plus loin dans ce chapitre.

# II. Réalisation de figures de pôles :

## 1. Propriétés cristallographiques de la cémentite :

La cémentite $Fe_3C$ est un composé difficilement observable par diffraction des rayons X classique même dans sa forme non déformée (figure II.16). Entre 2θ = 50° et 65°, il y a 10 raies de cémentite observables (tube de cobalt).

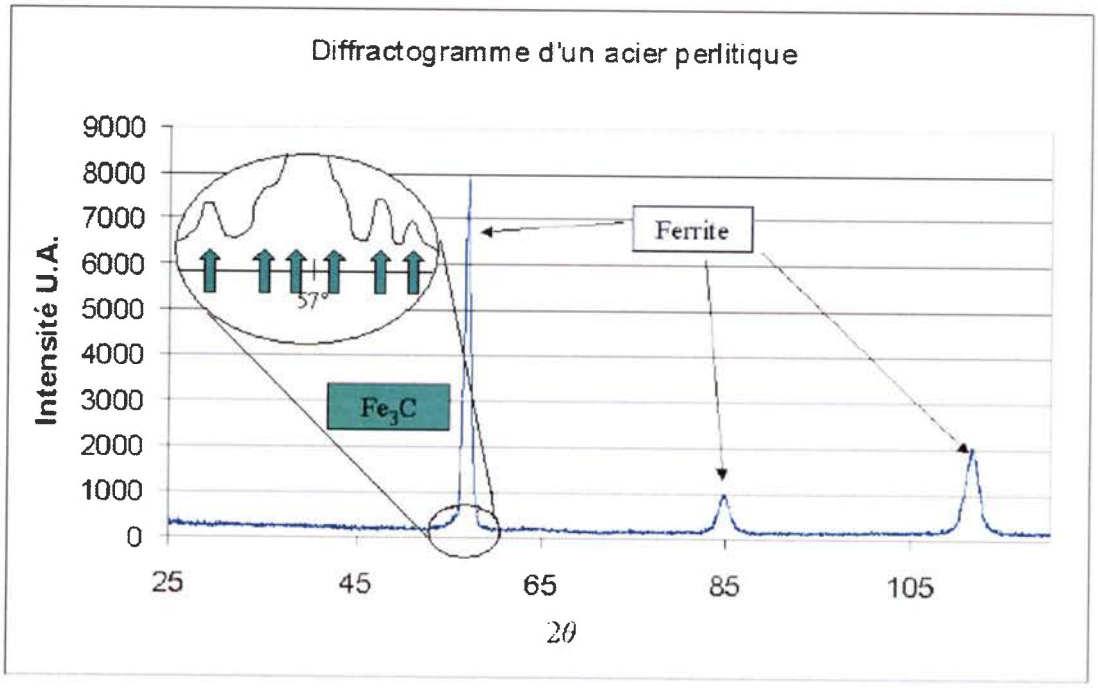



*Figure II.16 : diffractogramme d'un acier perlitique sur une installation classique.*

Les plans cristallographiques de cémentite et de ferrite qu'il est possible de détecter par rayonnement synchrotron sont répertoriés dans le tableau II.17 ci-après :

| h | k | l | 2Theta | I relative | Phase |
|---|---|---|---|---|---|
| 0 | 1 | 1 | 3,33 | 1,8 | $Fe_3C$ |
| 0 | 2 | 0 | 3,71 | 1,2 (somme) | $Fe_3C$ |
| 1 | 0 | 1 | | | |
| 2 | 0 | 0 | 4,92 | 4 | $Fe_3C$ |
| 2 | 1 | 0 | 5,25 | 45,6 (somme) | $Fe_3C$ |
| 1 | 2 | 1 | | | |
| 0 | 0 | 2 | 5,54 | 21,5 | $Fe_3C$ |
| 2 | 0 | 1 | 5,65 | 15,8 | $Fe_3C$ |
| 2 | 1 | 1 | 5,95 | 56,7 | $Fe_3C$ |
| 1 | 0 | 2 | 6,06 | 54,4 | $Fe_3C$ |
| 2 | 2 | 0 | 6,17 | 52,2 | $Fe_3C$ |
| 1 | 1 | 0 | 6,22 | 100 | Fe |
| 0 | 3 | 1 | 6,23 | 100 | $Fe_3C$ |
| 1 | 1 | 2 | 6,34 | 41,3 | $Fe_3C$ |
| 1 | 3 | 1 | 6,7 | 31,3 | $Fe_3C$ |
| 2 | 2 | 1 | 6,76 | 44,6 | $Fe_3C$ |
| 1 | 2 | 2 | 7,11 | 17,5 | $Fe_3C$ |
| 2 | 3 | 0 | 7,44 | 15,2 (somme) | $Fe_3C$ |
| 0 | 4 | 0 | | | |
| 2 | 1 | 2 | 7,64 | 7,6 | $Fe_3C$ |
| 3 | 0 | 1 | 7,89 | 15,3 | $Fe_3C$ |
| 2 | 3 | 1 | 7,94 | 1,5 | $Fe_3C$ |
| 3 | 1 | 1 | 8,11 | 3,8 | $Fe_3C$ |
| 1 | 4 | 1 | 8,3 | 12,7 (somme) | $Fe_3C$ |
| 2 | 2 | 2 | | | |
| 2 | 0 | 0 | 8,80 | 10 | Fe |

*Figure II.17 : liste des plans de $Fe_3C$ et Fe observables.*

Ce tableau donne les indices de Miller des plans cristallographiques, puis leur angle 2θ lié au rayonnement et enfin leur intensité relative. Les plans partageant le même angle 2θ et la même intensité relative correspondent à des pics superposés. On constate que le carbure de fer possède de nombreux plans cristallographiques qui diffractent dans la plage angulaire allant de 2θ = 0 à 2θ = 10°. Sur cette même plage angulaire, la ferrite ne montre que 2 plans : (110) et (200). La plage angulaire qui est utilisée dans la suite de ce travail s'étend de 2θ = 4,5° à 2θ = 8,85°. Elle inclue 21 plans cristallographiques pour la cémentite.

Les positions des raies de cémentite et de ferrite étant identifiées, la lecture des données peut être effectuée. Ces données sont enregistrées sous la forme d'images contenant des diagrammes d'anneaux.

## 2. Lecture des données de l'ESRF :

Les fichiers contenant les données des diagrammes d'anneaux sont dans un format particulier : *.mar2300. Pour pouvoir utiliser ces résultats, un logiciel a été développé au laboratoire par Christian LARUELLE : Mar PC Viewer. Ce logiciel permet de lire, de faire les corrections nécessaires et de découper les diagrammes d'anneaux en diffractogrammes. D'autre options de visualisation et d'étude de ces diagrammes sont aussi implémentées. La figure II.18 ci-après montre l'interface de ce logiciel :

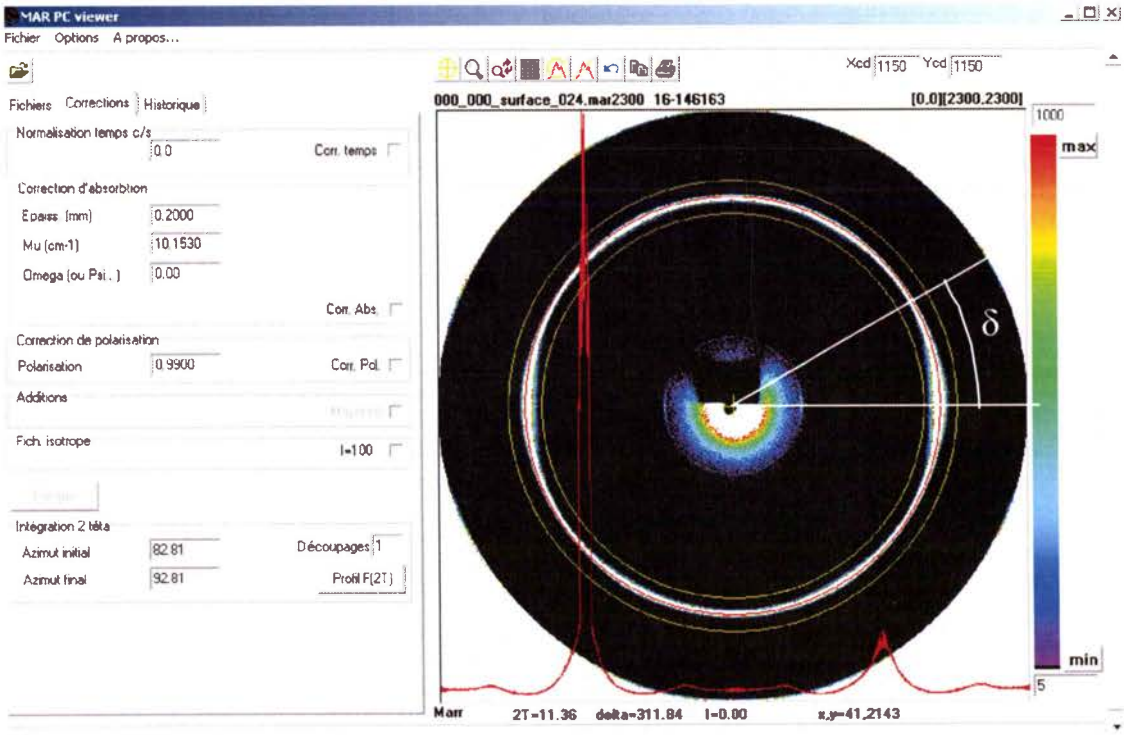



*Figure II.18 : Logiciel de traitement de diagrammes d'anneaux.*

L'angle δ est utilisé pour repérer la position des intensités le long des diagrammes d'anneaux.

## 3. Les corrections d'intensité :

Les corrections apportées sur les données sont une normalisation, une correction d'absorption et une correction de polarisation. La normalisation se fait par rapport au temps d'exposition :

$$\boxed{I_{cor} = \frac{I_{exp}}{\Delta t}}$$

avec $I_{cor}$ = intensité corrigée en nombre de coups, $I_{exp}$ = intensité mesurée en nombre de coups, et $\Delta t$ le temps de pose en secondes.

La correction d'absorption sert à corriger les intensités mesurées en fonction du trajet du faisceau dans l'échantillon.

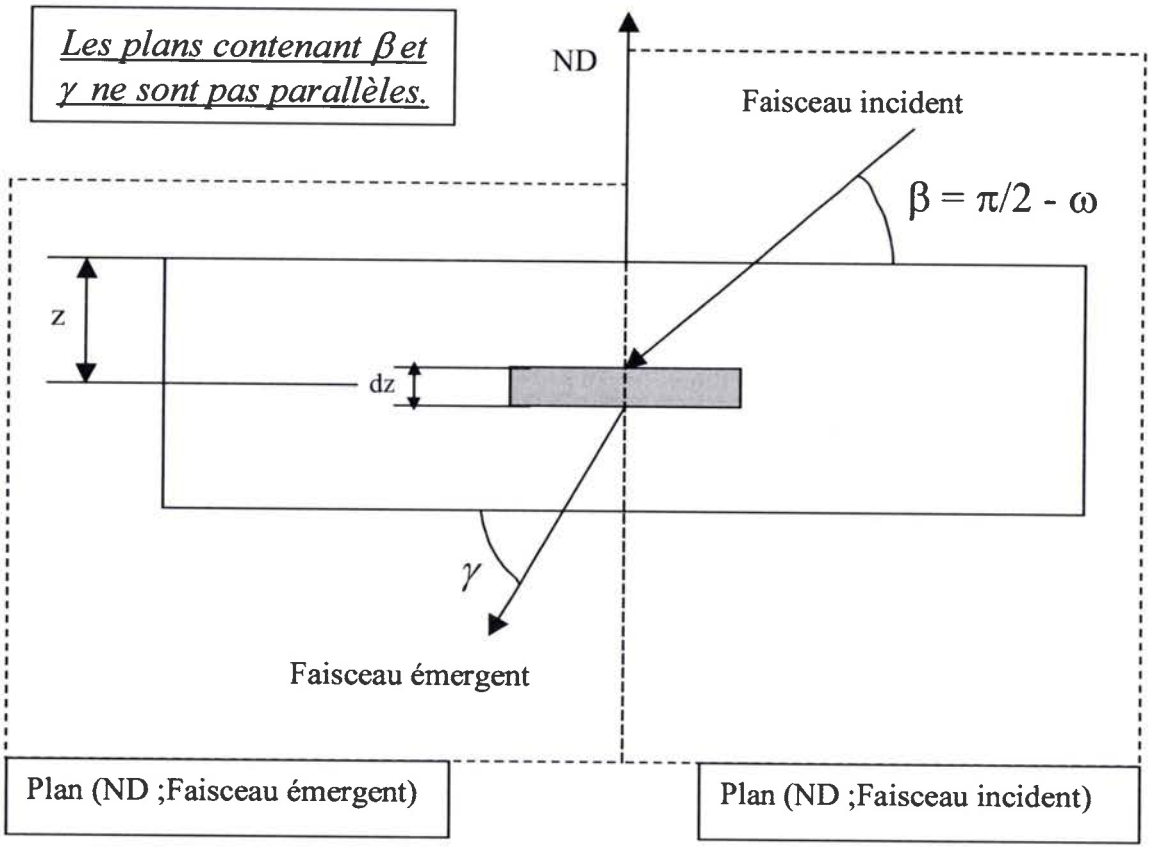



*Figure II.19 : Trajets du faisceau à travers l'échantillon.*

Soit dV un élément de volume diffractant, $dV = \frac{S_0}{\sin\beta} dz$ .($S_0$ = surface du faisceau incident)

On appelle $l$ la longueur du trajet du faisceau de RX pour arriver jusqu'à l'élément de volume dV et ressortir de l'échantillon : $l = \frac{z}{\sin\beta} + \frac{t-z}{\sin\gamma} = \frac{t}{\sin\gamma} + z\left(\frac{1}{\sin\beta} - \frac{1}{\sin\gamma}\right)$

avec $\sin\beta = \cos\omega$

et $\sin\gamma = \cos\omega\cos 2\theta - \sin\omega\sin 2\theta\sin\delta$

L'intensité diffractée par l'élément de volume dV est donnée par:

$$dI = ie^{-\mu l}dV = \frac{iS_0}{\sin\beta}e^{-\mu\left(\frac{t}{\sin\gamma}+z\left(\frac{1}{\sin\beta}-\frac{1}{\sin\gamma}\right)\right)}dz = \frac{iS_0}{\sin\beta}e^{\frac{-\mu t}{\sin\gamma}}e^{-\mu z\left(\frac{1}{\sin\beta}-\frac{1}{\sin\gamma}\right)}dz$$

D'où après intégration :

$$\boxed{I = \int_0^t dI = \frac{iS_0}{\sin\beta}e^{\frac{-\mu t}{\sin\gamma}}\int_0^t e^{-\mu z\left(\frac{1}{\sin\beta}-\frac{1}{\sin\gamma}\right)}dz = iS_0\frac{\sin\gamma}{\mu(\sin\gamma-\sin\beta)}e^{\frac{-\mu t}{\sin\gamma}}\left[1-e^{-\mu t\left(\frac{1}{\sin\beta}-\frac{1}{\sin\gamma}\right)}\right]}$$

La correction de polarisation tient compte de la polarisation du faisceau incident, pour l'effectuer nous avons suivi les informations trouvées dans la littérature *(HEIDELBACH, 1999)* :

$$\boxed{P = 1 - 0{,}5\cdot\sin^2(2\theta)\cdot[1 - P^*\cos(2\delta)]}$$

avec P* = le degré de polarisation du faisceau primaire (ici P* = 0,99), θ = l'angle de Bragg et δ = la position angulaire sur l'anneau de Debye.

## 4. Décomposition des diagrammes d'anneaux :

Après avoir corrigé les diagrammes d'anneaux, on construit les diagrammes de diffraction intégrés sur une plage ou secteur angulaire Δδ=10°. Il y a 36 diffractogrammes créés à partir d'un diagramme. Sachant que pour un échantillon, on mesure 15 diagrammes d'anneaux, il y a 540 diffractogrammes par échantillon. Les raies de diffraction associées aux plans cristallographiques de chaque phase de chaque diffractogramme serviront à déterminer les intensités de chaque case des figures de pôles. La figure II.20 ci-après montre la décomposition en secteurs des diagrammes d'anneaux :

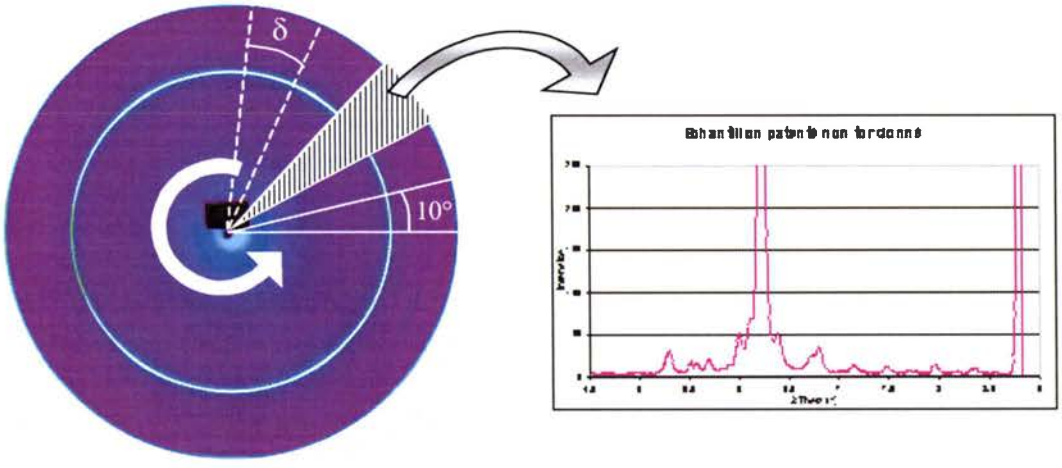



*Figure II.20 : sectorisation des diagrammes d'anneaux en diffractogrammes.*

A la sortie du logiciel Mar PC Viewer, il faut séparer les pics de chaque plan cristallographique diffractant. Ainsi, on peut évaluer leur intensité en fonction de la position angulaire de l'échantillon en vue de construire des figures de pôles.

Avant la séparation des raies de diffraction, une correction de bruit de fond est appliquée aux diffractogrammes. On ajuste sur la zone décroissante liée au diffusé dans l'air du diffractogramme une fonction de type :

$$I = I_0 \cdot e^{-a \cdot \ln \cdot 2\theta},$$

Puis on soustrait cette fonction à l'ensemble du diffractogramme. La figure II.21 montre le résultat de cette correction.

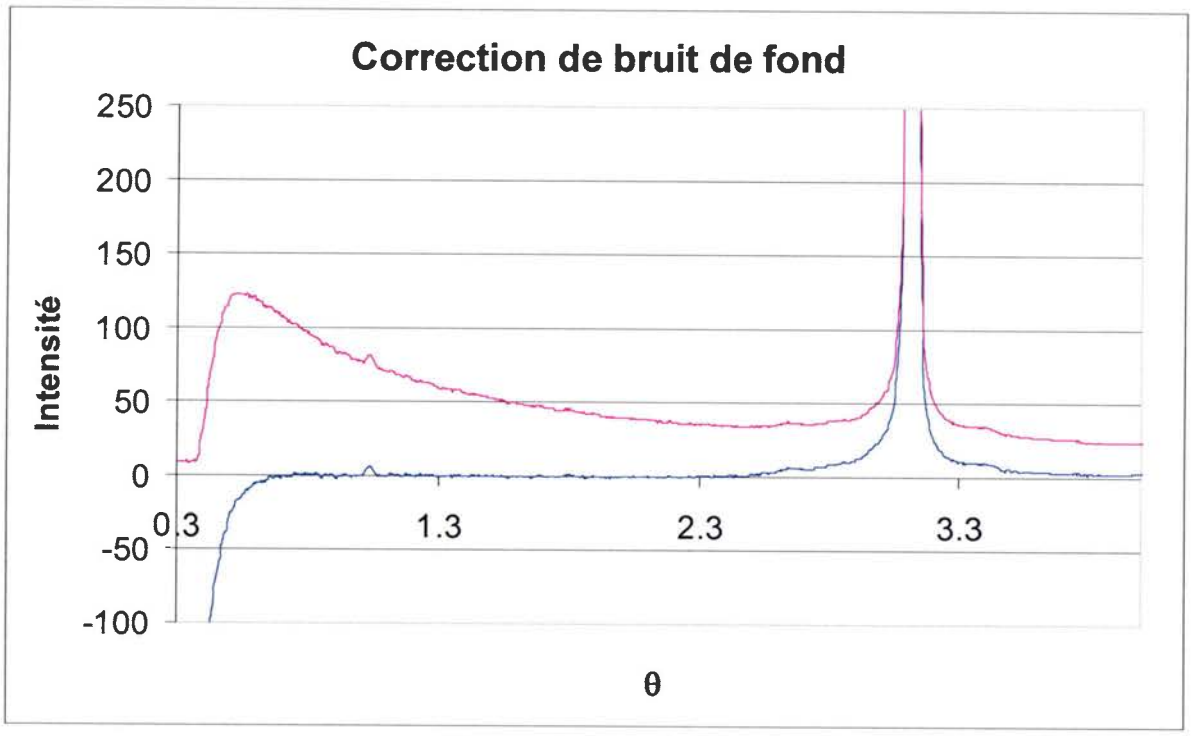



*Figure II.21 : Correction de bruit de fond.*

La zone utilisée pour ajuster la fonction est [0,6 ;1] en θ. La courbe en violet correspond au diffractogramme avant correction, et la courbe bleue au diffractogramme corrigé du bruit de fond. Dans ces conditions d'expérimentation, nous considérons que seul le diffusé dans l'air intervient dans le bruit de fond.

## 5. Séparation de pics :

On cherche à évaluer chaque raie de diffraction pour pouvoir créer les figures de pôles des plans cristallographiques correspondants. Ces raies étant très proches dans le cas de la cémentite, on a besoin de découpler les effets des raies voisines sur la raie à évaluer. Pour cela, on utilise une méthode de séparation de pics. Elle repose sur le lissage des diffractogrammes par des fonctions mathématiques connues dont on ajuste les paramètres. Pour faire cet ajustement, on utilise une méthode de minimisation d'un critère par un

algorithme de type simplex. Les bases mathématiques ont été prises dans le travail de TIDU *(1990)* et les routines de calculs développées par J.-J. FUNDENBERGER.

La fonction utilisée est une fonction de Pearson VII définie comme suit :

$$I(x) = I_0 \cdot \left[ 1 + \frac{(x - x_0)^2}{a^2} \right]^{-f} \quad \textit{Fonction de Pearson VII symétrique}$$

Avec I = intensité à la position x, $I_0$ = intensité maximale du pic considéré, $x_0$ = position du maximum du pic considéré, x = position 2θ considéré, a = paramètre lié à la largeur du pic, f = facteur de forme.

Cette fonction a été choisie car elle possède une grande flexibilité dans la description de raies de diffraction. En effet, elle permet de décrire toute fonction comprise entre une fonction de Gauss et une fonction de Lorentz.

Dans la méthode utilisée, le critère à minimiser est :

$$W_{RP} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} \omega_i \cdot \left| F_{\exp} - F_{cal} \right|^2}{\sum_1^n \omega_i \cdot F_{\exp}{}^2}}$$

avec $F_{exp}$ = intensité expérimentale, $F_{cal}$ = intensité calculée, n = nombre de points de mesure, $\omega_i$ = coefficient de pondération.

Il y a deux types de pondération. L'un favorise le lissage des queues de profil de raies et l'autre favorise le corps du profil de raies. En fait, on cherche à accroître l'importance des points expérimentaux dans les zones que l'on veut privilégier. Cette distinction est due au fait que les raies (110) de la ferrite ont une intensité de l'ordre de 10000 coups lorsque les intensités des raies de cémentite restent inférieures à 100 coups. Finalement les coefficients de pondération utilisés sont :

$$\omega_1^i = \frac{F^i{}_{\exp}}{F_{\exp}^{\max}} \qquad \text{pour le corps du profil}$$

$$\omega_2^i = \frac{1}{F^i{}_{\exp}} \qquad \text{pour les queues de profil}$$

Avec $F^{max}{}_{exp}$ = intensité expérimentale maximale.

L'intérêt de faire la distinction entre les queues et le corps des raies réside dans le fait que les intensités des pics de ferrite sont très supérieures à celles de la cémentite. Pour optimiser le calcul, on utilise une démarche en deux étapes pour déterminer les paramètres initiaux appliqués sur quelques diffractogrammes de chaque échantillon.

La première étape de lissage est effectuée sur les pics de ferrite seuls. Ceci nous permet de tester l'ensemble du calcul avec le critère pondéré pour favoriser les corps de profil. La seconde étape correspond à un lissage favorisant les queues des raies.

Le nombre de paramètres à ajuster étant conséquent (plus de 90), il est intéressant de séparer le calcul en deux étapes gérant deux ensembles de paramètres différents. Ainsi, on exécute une première étape avec peu de paramètres (2 raies de ferrite), et la deuxième étape beaucoup plus lourde n'est effectuée que si la première donne satisfaction. De cette façon, en déterminant un jeu de paramètres initiaux de bonne qualité, on favorise la qualité de la solution finale du calcul.

- Première étape :

Les paramètres servant au lissage sont des paramètres physiques de 2 types : un premier jeu de paramètres sert à fixer la base du calcul, en fait on ne les laisse pas trop évoluer car ce sont des paramètres connus :

- les paramètres de maille a, b, c de la cémentite
- le paramètre de maille a de la ferrite
- la longueur d'onde du rayonnement

Ces paramètres influent sur la position des pics et sont calculés une seule fois au début du protocole de lissage. Cette étape consiste à positionner correctement toutes les raies, de cette façon la deuxième partie du calcul se bornera à lisser leur forme.

- Deuxième étape :

Un deuxième jeu de paramètres est alors utilisé pour ajuster la courbe mathématique au diffractogramme. Ces paramètres correspondent à la forme des pics :

- a : la largeur à mi-hauteur d'un pic
- f : le facteur de forme
- $I_0$ : intensité maximum du pic

A la fin de ces deux calculs successifs, si la valeur du critère à minimiser est inférieure ou égale à la valeur que l'on considère bonne alors le lissage est terminé. La figure II.22 présente l'ordinogramme des calculs réalisés.

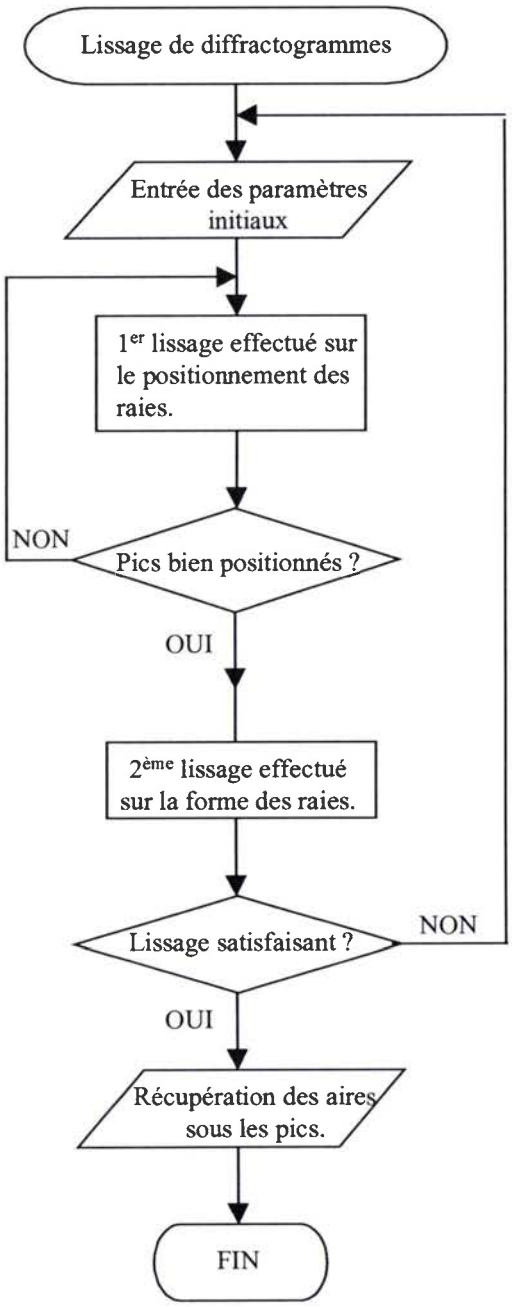



*Figure II.22 : Ordinogramme de la méthode de séparation.*

Par contre, si cette valeur est mauvaise, on modifie les conditions initiales du calcul puis on relance le lissage. Par la suite, pour l'ensemble des diffractogrammes d'un échantillon, la séparation des raies ne s'effectue qu'en utilisant le critère favorisant les queues de profil, donc en une seule étape globale.

Le lissage fini, l'aire sous le pic de chaque raie associée à un plan cristallographique est calculée et sera utilisée pour construire les figures de pôles.

Un exemple de lissage de pics est présenté dans la figure II.23. La courbe noire représente le résultat du lissage et la courbe violette représente la courbe expérimentale.

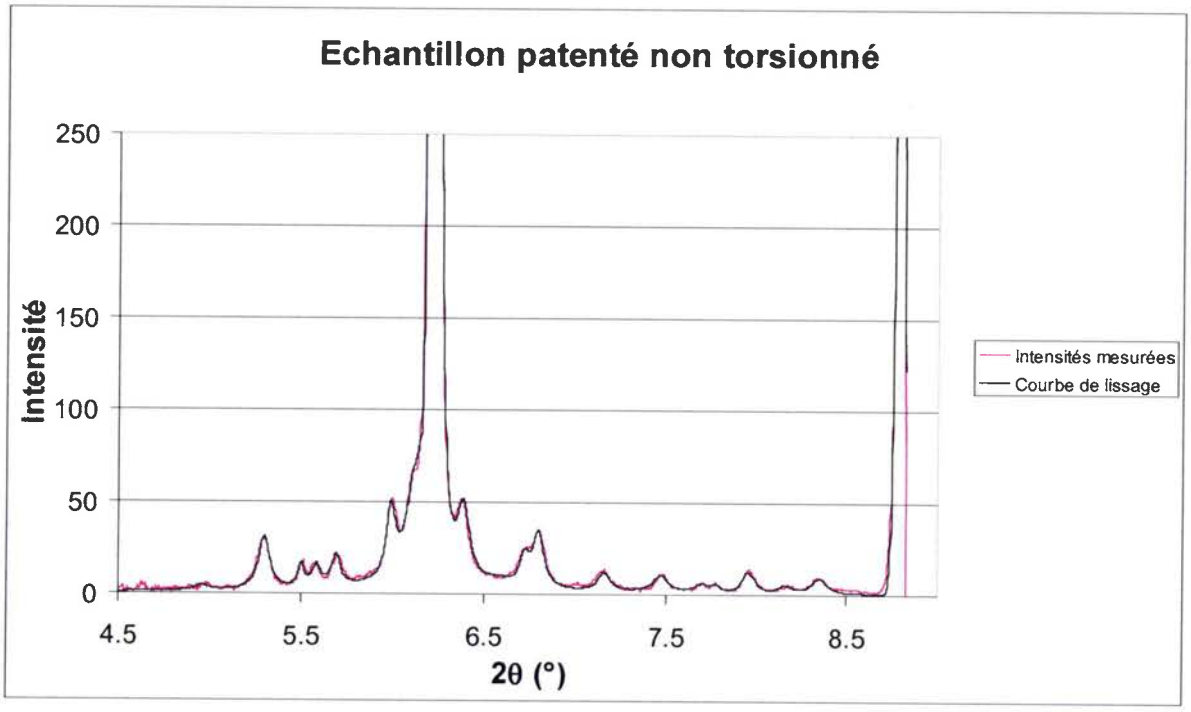



*Figure II.23 : Exemple de lissage de raies.*

Comme le montre cette figure, il est possible de prendre en compte chacun des pics sans les perturbations engendrées par ses voisins. Sans cette méthode, il n'aurait pas été possible d'obtenir les intensités correctes pour les figures de pôles, en raison de la proximité des raies de cémentite.

## 6. Repositionnement et figures de pôles :

### 6.1. Formules de repositionnement :

Pour réaliser des figures de pôles à partir des diffractogrammes lissés, il faut repositionner les aires des pics sur une figure de pôles classique. Pour cela il faut trouver la matrice de passage qui permet de passer d'une géométrie de mesure en réflexion à une géométrie de mesure en transmission. En effet, les figures de pôles obtenues pour la ferrite sur des installations classiques sont mesurées en réflexion, dans un repère précis. Par cohérence avec les résultats déjà acquis en réflexion il faut créer des figures comparables, c'est à dire dans le même repère échantillon.

Pour évaluer les formules de repositionnement, le cas général des tôles laminées est examiné, c'est pour cela que les dénominations ND, TD et RD sont employées. Il sera ensuite appliqué au cas des fils. La figure II.24 ci-dessous représente le repère associé à la géométrie de mesure en transmission :

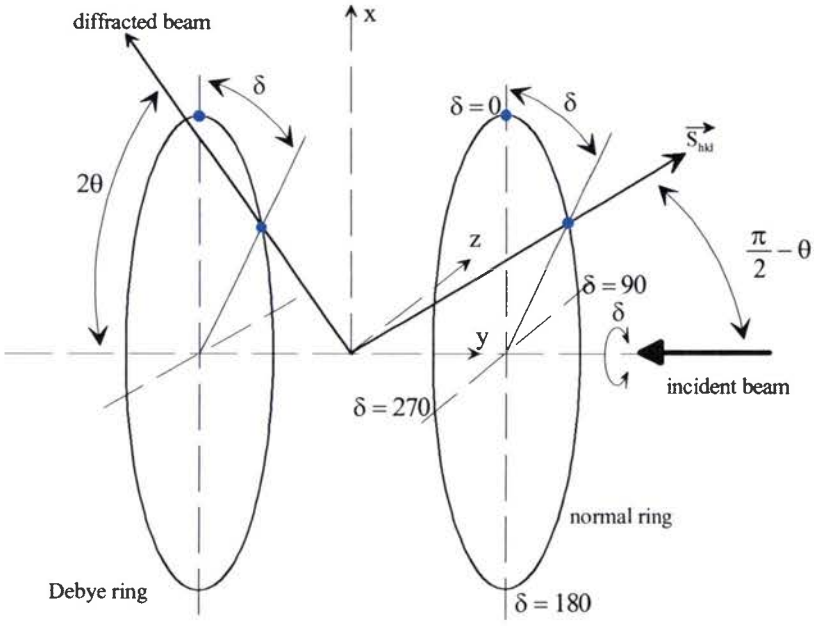



*Figure II.24 : Géométrie de diffraction.*

A partir de cette figure, on peut calculer les coordonnées du vecteur $\vec{S}_{hkl}$ correspondant à la position des normales aux plans diffractants. Le résultat est alors :

$$\overrightarrow{S_{hkl}}_{repl} \begin{pmatrix} \cos\theta\cos\delta \\ \sin\theta \\ \cos\theta\sin\delta \end{pmatrix}$$

A partir des coordonnées de $\vec{S}_{hkl}$ trouvées ci-dessus, on peut le calculer dans le cas d'une géométrie utilisant une rotation autour de l'axe x. La figure II.25 suivante ajoute la rotation autour de cette direction, on arrive alors à la géométrie de mesure utilisée à l'E.S.R.F. :

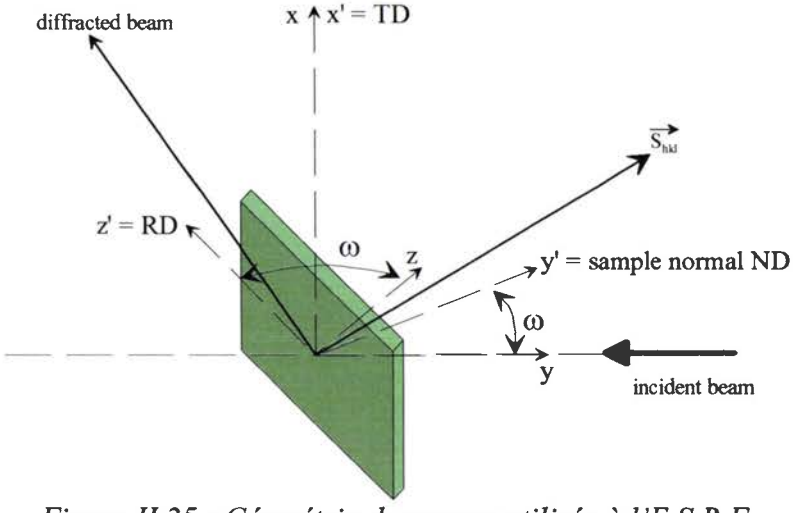



*Figure II.25 : Géométrie de mesure utilisée à l'E.S.R.F.*

Les nouvelles coordonnées du vecteur $\vec{S}_{hkl}$ dans le repère échantillon sont données par les matrices suivantes :

$$\overrightarrow{S_{hkl}}_{rep2}\begin{pmatrix}1 & 0 & 0\\ 0 & \cos\omega & \sin\omega\\ 0 & -\sin\omega & \cos\omega\end{pmatrix}\begin{pmatrix}\cos\theta\cos\delta\\ \sin\theta\\ \cos\theta\sin\delta\end{pmatrix}=\begin{pmatrix}\cos\theta\cos\delta\\ \cos\omega\sin\theta+\sin\omega\cos\theta\sin\delta\\ -\sin\omega\sin\theta+\cos\omega\cos\theta\sin\delta\end{pmatrix}$$

Ces formules permettent de calculer les valeurs de ψ (la déclinaison) et φ (l'azimut) de $\vec{S}_{hkl}$ dans le repère échantillon. Pour obtenir ψ, on réalise le produit scalaire entre $\vec{S}_{hkl}$ et $\vec{y}'$ car c'est l'angle entre ces deux directions :

$$\cos\psi = \cos\omega\sin\theta + \sin\omega\cos\theta\sin\delta$$

Ensuite, pour avoir la valeur de φ il faut calculer l'angle entre z' et la projection de $\vec{S}_{hkl}$ dans le plan (RD ;TD), soit le plan $(\vec{z}';\vec{x})$ :

$$\cos\Delta\varphi = (-\sin\omega\sin\theta + \cos\omega\cos\theta\sin\delta)/|\sin\psi|$$
$$\sin\Delta\varphi = (\cos\theta\cos\delta)/|\sin\psi|$$

On peut désormais repositionner les intensités issues des mesures en transmission dans des figures de pôles classiques. Pour revenir au cas des fils il faut savoir que la direction notée RD correspond à l'axe du fil.

### 6.2. Zone aveugle des figures de pôles :

Les figures de pôles obtenues en transmission ne sont pas complètes. Il reste une zone aveugle qu'il faut déterminer pour pouvoir évaluer correctement la texture. La figure II.26 ci-dessous donne le repère final correspondant aux figures de pôles issues des essais au synchrotron :

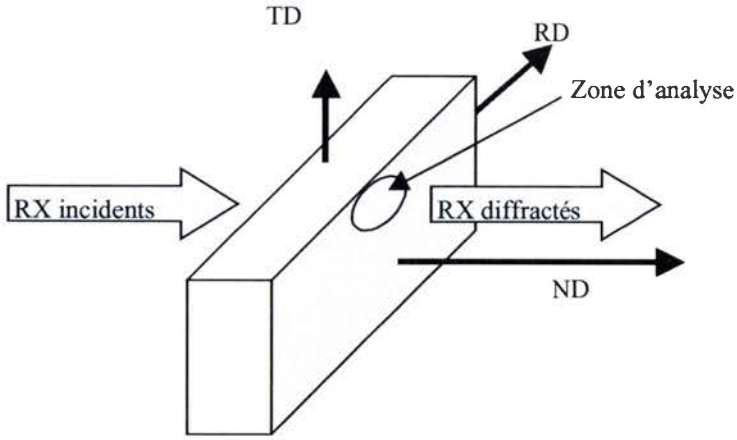



*Figure II.26 : repère associé à l'échantillon.*

En prenant en compte la disposition des axes ainsi présentée, la zone aveugle peut être évaluée. La figure II.27 ci-après montre une figure de pôles sur laquelle est symbolisée la zone contenant les intensités mesurées, et donc par différence la zone aveugle:

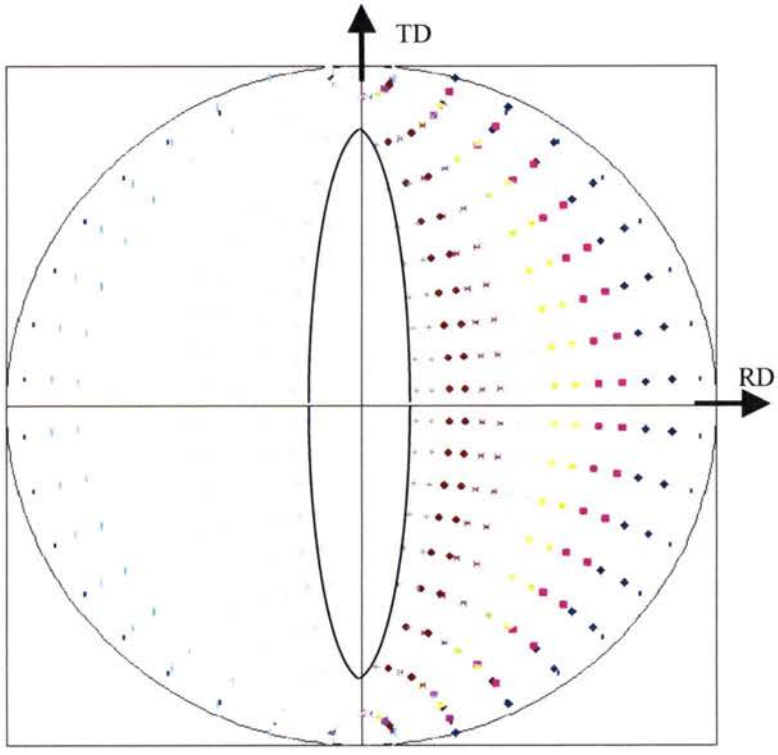



*Figure II.27 : définition des positions des intensités mesurées.*

On remarque que la zone aveugle est de forme lenticulaire centrée dont le grand axe est perpendiculaire à l'axe du fil. Comme le montrent les formules de repositionnement des intensités, la géométrie de cette zone dépend des angles $\omega$ (rotation de l'échantillon), $\theta$ (position de la raie de diffraction), et $\delta$ (position le long de l'anneau de diffraction). Afin de connaître leur influence sur la taille de la zone aveugle, on étudie la géométrie de diffraction.

En considérant la géométrie de mesure présentée à la figure II.25, on se propose de décrire sa correspondance dans la sphère des pôles et en projection stéréographique. Le schéma de la figure II.28 montre cette correspondance. On considère deux positions : dans la première la surface de l'échantillon est perpendiculaire au faisceau incident. Dans la seconde, l'échantillon a subi une rotation autour de TD.

Dans la première position, le cône de diffraction intercepte la sphère des pôles par un cercle. La projection stéréographique reproduit alors un cercle. Dans ce cas, on constate que l'angle $\theta$ joue un rôle dans le positionnement des intensités : il existe un écart égal à $\theta$ entre le bord de la figure et le cercle. Dans la deuxième position, on tourne l'échantillon de $\omega$ autour de TD. Cette rotation modifie la trace de l'intersection entre le cône de diffraction et la sphère des pôles. Les traces issues de cette rotation créent deux arcs de cercles disjoints.

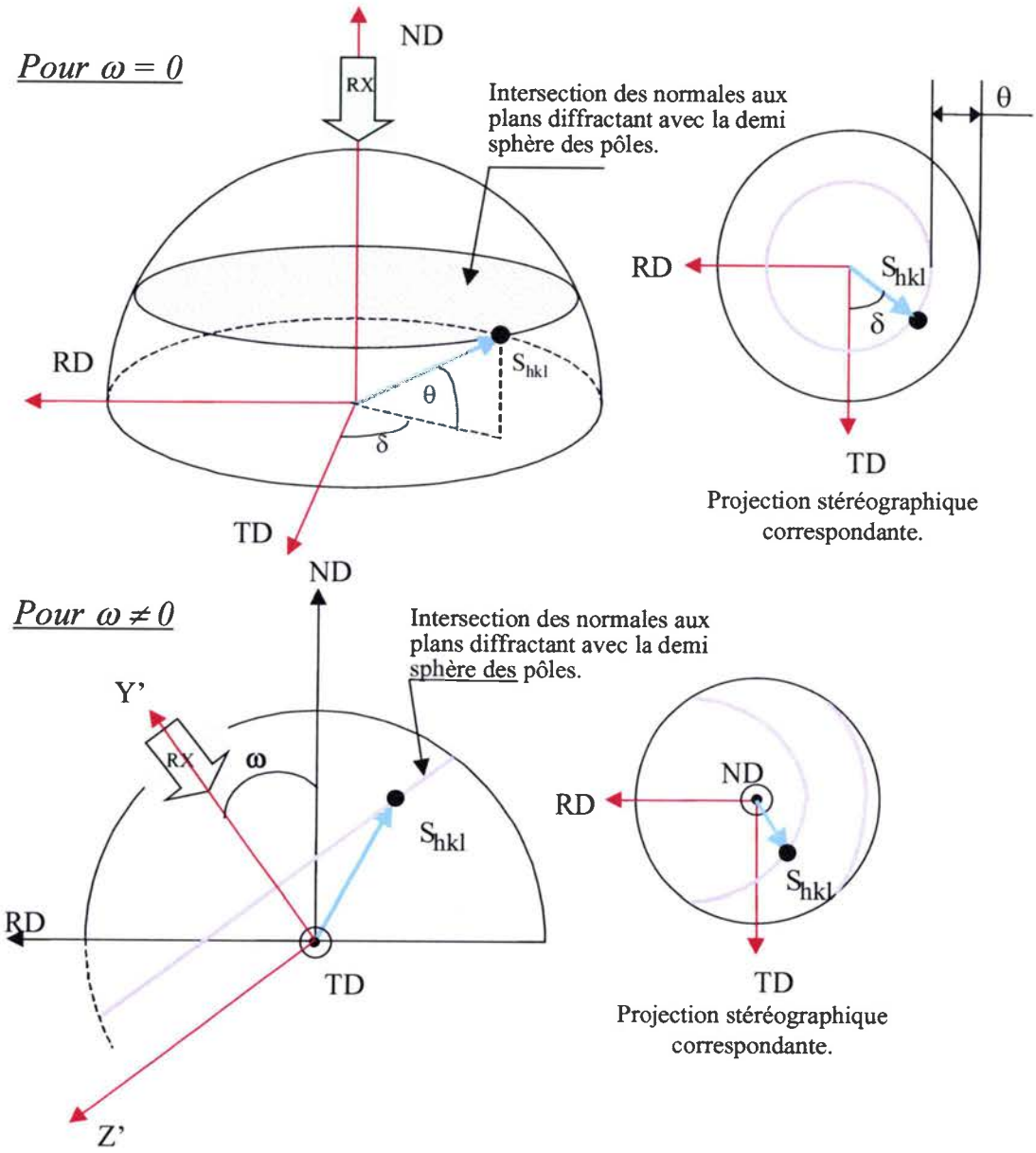



*Figure II.28 : Géométrie de diffraction dans la sphère des pôles.*

Grâce à ces constatations, on comprend que seuls les angles θ, ω et δ ont une influence sur la position des intensités dans la projection stéréographique. Par conséquent, en prenant les cas extrêmes de mesure on peut déterminer la taille maximale de la zone aveugle. En prenant ω = 70° (ou ω = -70°) et θ = 2°, on obtient la zone aveugle la plus défavorable. Sa largeur au centre de la figure mesure 28,5° et sa longueur 162°.

Les figures de pôles obtenues sont tracées dans le plan (TD ;RD) or nous avons l'habitude de les tracer dans le plan (ND ;RD). Pour cela, une rotation de 90° est effectuée autour de la direction RD. La figure II.29 représente la zone aveugle après cette rotation.

Ainsi, l'axe du fil correspond à la direction RD et le rayon du fil à la direction TD qui est alors perpendiculaire au plan de la figure de pôles.

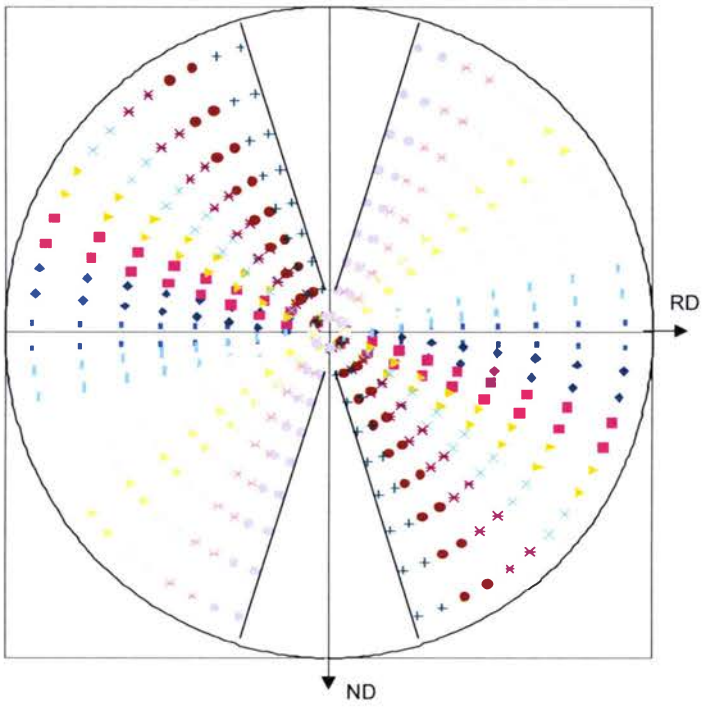



*Figure II.29 : Zone aveugle dans le repère usuel.*

### III. FDO et FDP recalculées : application à la cémentite.

A la fin de la procédure d'obtention des figures de pôles de la cémentite, on calcule la fonction de distribution des orientations et on recalcule les figures de pôles complètes.

On utilise six plans cristallographiques dont les pics de diffraction sont bien définis. L'utilisation de plus de figures aurait été bénéfique, mais les autres plans étaient trop mal positionnés ou trop peu intenses.

Finalement, les figures de pôles recalculées sont loin d'être d'une excellente qualité puisque le coefficient d'erreur varie de 20 à 25% (écart avec les figures de pôles expérimentales). Cependant, les figures recalculées sont cohérentes entre elles grâce au calcul de la FDO, et permettent une interprétation au moins qualitative des orientations suivies par la cémentite au cours de la torsion. De plus, l'existence de la zone aveugle précédemment définie n'est plus un problème avec la FDO. En effet, la connaissance de la FDO permet de reconstituer cette zone.

## E. Méthodes d'observation locale :

### I. Microscopie optique :

La microscopie optique a été utile pour évaluer la forme que prenait le front de déformation observé en torsion inverse. Pour connaître précisément l'aspect de cette zone, il a été nécessaire de réaliser des séquences d'images juxtaposées qui ont été ensuite réunies en une seule vue. Cette technique a permis de faire des images à un grossissement de 500 fois en ayant sur une même vue les deux bords d'un fil en vue longitudinale (figure II.30).

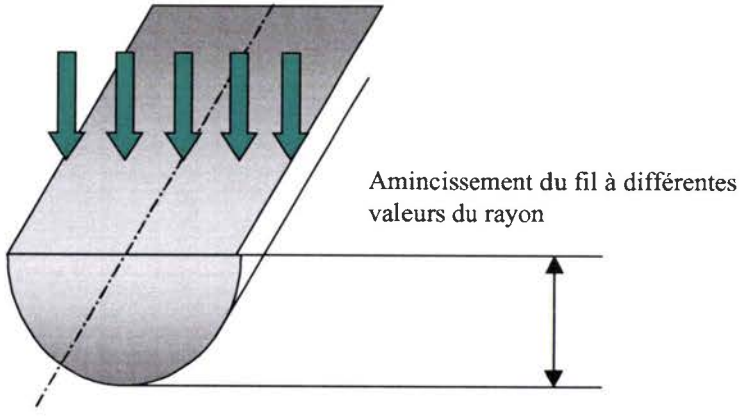



*Figure II.30 : observation en coupe longitudinale du fil.*

Le protocole de préparation des échantillons suit la démarche classique de polissage mécanique allant de papiers grossiers jusqu'aux pâtes diamantées à 1µm. Pour obtenir la bonne épaisseur d'observation, un micromètre est employé pendant la première phase de polissage. L'attaque chimique effectuée est également très classique puisqu'on utilise du nital à 2%.

## II. Microscopie électronique :

La microscopie électronique a permis de faire des observations plus fines de la microstructure. Toutes ces analyses ont été faites sur un microscope électronique JEOL JSM 6500F muni d'un canon à effet de champ, et possédant une caméra EBSD. Les caractéristiques techniques de ce microscope sont les suivantes :

- Résolution : 1.5 nm à 15 kV et 5.0 nm à 1 kV.
- Grossissement : 10 à 500000 Fois.
- Tension d'accélération : 0.5 à 30kV.
- Rotation platine : 360°.
- Tilt : De -5° à +73°.

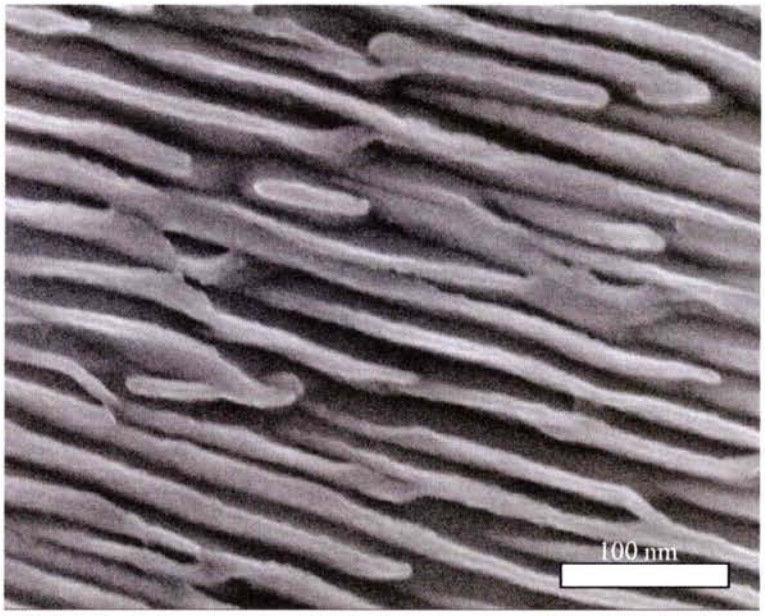
Il est également équipé de trois détecteurs différents :

- Un détecteur d'électrons secondaires.
- Un détecteur d'électrons rétrodiffusés.
- Une caméra EBSD avec détecteur 'forward scatter'.

L'imagerie et les cartographies d'orientations nécessitent un protocole de préparation identique dans les deux cas. La forme des échantillons est la même que celle de la microscopie optique, soit des coupes longitudinales d'épaisseurs diverses. Pour cela, on effectue un polissage mécanique d'une granulométrie allant de 500 jusqu'à 2400. Ensuite, les échantillons sont polis électrolytiquement pendant 10 secondes sous une tension de 60 à 70 V. Le réactif utilisé est constitué de deux produits : 5% d'acide perchlorique et 95% d'éthanol.

Cette solution de préparation à tendance à créer des piqûres sur l'échantillon, c'est pourquoi le polissage électrolytique est fait en-dessous de 10°C.

Avec ce type de préparation, il est possible d'obtenir des images à très fort grossissement et d'observer clairement les lamelles nanométriques de cémentite. La figure II.31 suivante montre une colonie perlitique à un grossissement de 100 000 fois.




*Acier perlitique, torsion : $\gamma = 1,2$.*

*Figure II.31 : grossissement de 100 000 fois, image en électrons secondaires.*

Cette photographie montre la qualité des résultats que l'on peut obtenir en respectant le protocole. La majorité des images prises par la suite sont faites à des grossissements de l'ordre de 10 000 fois, pour appréhender la morphologie globale des colonies perlitiques.

# III. L'E.B.S.D. :

## 1. Principe :

Pour connaître l'orientation locale des grains, nous avons utilisé les possibilités d'acquisition de cartographies d'orientations du MEB. La technique EBSD (Electron Back Scattering Diffraction) permet de déterminer l'orientation des grains dans un échantillon par indexation des diagrammes de Kikuchi *(SCHWARZER, 1993)*. 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. Une indexation rationnelle des différentes droites permet de déterminer l'orientation cristallographique du grain connaissant sa structure cristalline (figure II.32).

Un exemple de cartographie EBSD est présenté dans la figure II.33. Un code de couleurs correspondant aux directions cristallographiques parallèles à l'axe horizontal (parallèle à l'axe du fil) est associé à la cartographie.

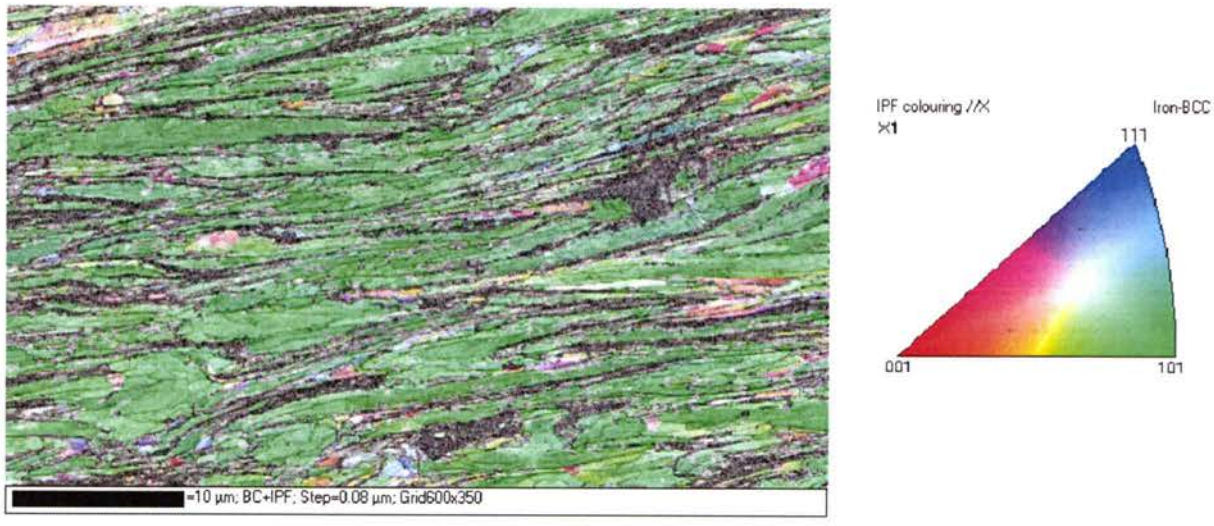



*Figure II.33 : Cartographie d'orientation EBSD.*

Dans cet exemple, nous pouvons remarquer que la couleur majoritaire est le vert qui correspond à la direction [110] parallèle à l'horizontale. Cependant, l'analyse rapide des couleurs ne permet pas d'interpréter toutes les nuances de couleurs présentes sur une cartographie. Dans la suite de ce travail, nous utiliserons donc des figures de pôles tracées à partir des cartographies d'orientations afin de définir la texture cristallographique locale des échantillons.

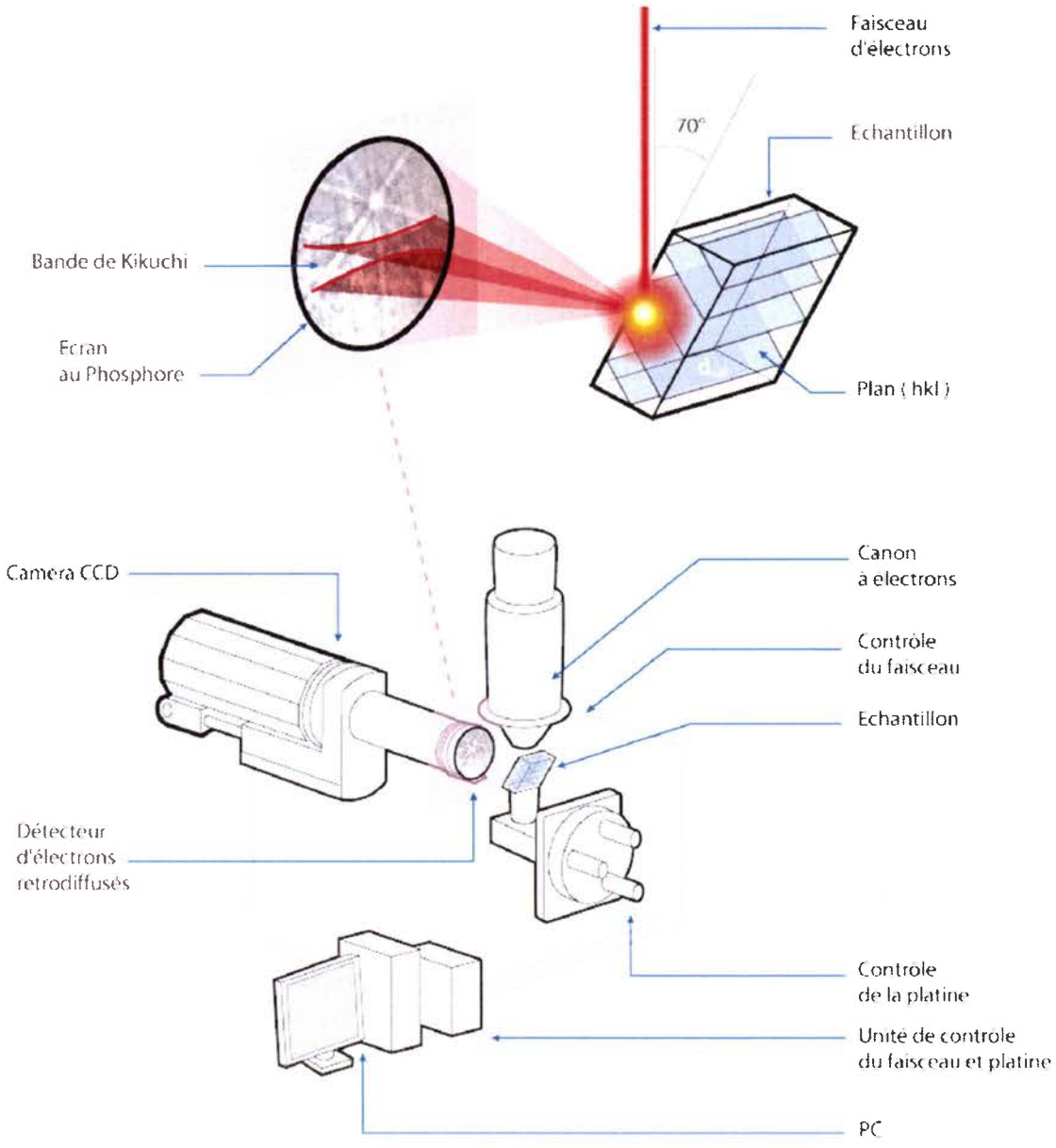



*Figure II.32 : Principe de l'EBSD*

## 2. Renseignements expérimentaux :

### 2.1. Le matériel utilisé :

Le système EBSD Channel5 qui équipe le microscope est le suivant :

- Caméra numérique 20MHZ avec détecteur « forward scatter ».
- Vitesse maximale d'acquisition : 11 images/s en plein résolution ou 60 images en mode binning 8x8.
- Pilotage du MEB en déplacement faisceau et platine.
- Logiciel d'indexation automatique des clichés EBSD.
- Logiciel de post traitement.

### 2.2. Les paramètres de mesures :

Les cartographies d'orientations sont réalisées à partir de l'indexation de la ferrite uniquement. En effet, la cémentite n'a pu être détectée lors de nos premières expériences, et donc pour simplifier le processus d'acquisition automatique la ferrite seule est indexée. Dans ces conditions, le taux d'indexation moyen d'une cartographie est d'environ 60%. Les 40% non indexés sont relatifs à la cémentite et aux clichés de Kikuchi non reconnus par le système.

Les paramètres de mesure habituellement utilisés sont les suivants :

- Taille de la cartographie en pixels : 1042*768.
- Pas de mesure : 60nm.
- Temps par point de mesure : 0,074s (soit environ 13,5 points par seconde)
- Grossissement : x2000.

La surface totale analysée est d'environ 60µm par 45µm pour environ 16h de mesure. Cette surface peut sembler faible, mais vu que la microstructure après tréfilage est composée de lamelles de 50 à 100 nm d'épaisseur, le nombre de grains contenus dans une telle cartographie est important.

## F. Spectrométrie Mössbauer :

Dans le cadre de cette étude, il a été possible d'utiliser la spectrométrie Mössbauer pour quantifier l'évolution de la teneur en cémentite au cours de la torsion. En effet, puisque la dissolution de celle-ci s'observe lors du tréfilage, il paraît possible qu'elle se dissolve également durant la torsion car les taux de déformation obtenus sont aussi très importants.

La résonance gamma nucléaire ou spectrométrie Mössbauer utilise la possibilité d'observer dans les solides l'absorption résonnante sans recul de photons $\gamma$. Cette technique donne des renseignements locaux sur les noyaux qu'elle affecte, en particulier sur leur état de vibration, la densité électronique locale et le moment magnétique effectif. Ce type de données fournit des renseignements précieux sur l'état de valence des atomes correspondants, les liaisons qu'ils forment avec leurs voisins et leur position dans un réseau cristallin *(EYMERY, 1994)*.

Les échantillons étant massifs, les spectres Mössbauer ont été obtenus en mode réflexion par détection des rayons X émis lors du retour vers l'état d'équilibre des atomes de fer excités par les rayons $\gamma$ de la source de cobalt vibrant à la vitesse « v » (mm/s). Le compteur dans lequel est fixé l'échantillon est un compteur proportionnel à flux gazeux (5% $CH_4$ et 95 % Ar).

On enregistre ainsi des spectres « proportion d'émission X en fonction de la vitesse de vibration » dont les caractéristiques sont liées au voisinage des atomes de fer. Il est possible de quantifier les phases à base fer et la teneur en carbone de ces dernières. De plus, cette technique à l'avantage de ne pas être influencée par la texture cristallographique présente dans le matériau étudié.

Dans notre cas, il sera détecté les atomes de fer dans des environnements relatifs à la ferrite, à l'austénite et à des carbures de fer tels que la cémentite. L'obtention des spectres et leur analyse ont été réalisés à Villeneuve d'Ascq par Catherine CORDIER-ROBERT du LMPGM de l'Université de LILLE-1.

Pour réaliser ces essais, il a fallu mettre au point une technique particulière de préparation des échantillons. En effet, pour ce type d'analyse, il faut une surface observable

qui possède un diamètre d'environ 2,5 cm. Pour cela, des fils ont été mis en fagots enrobés de résine conductrice et tronçonnés aux deux extrémités pour avoir deux surfaces planes et parallèles. L'une des faces de l'échantillon est préparée en polie miroir et l'autre face est recouverte de carbone afin d'assurer la conductibilité électrique dans le compteur proportionnel. La figure II.34 ci-après montre l'aspect des échantillons :

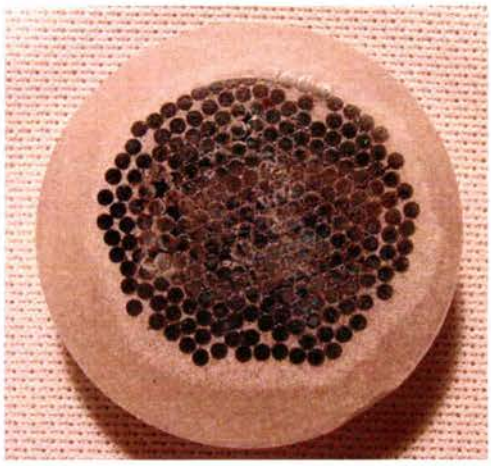


*Figure II.34 : Echantillon pour la spectroscopie Mössbauer.*

Ce type d'échantillon doit être conducteur de l'électricité et les deux faces du cylindre ainsi formé doivent être parallèles. La cohésion des fils est aussi un critère important pour assurer une bonne mesure. Etant les premiers échantillons fabriqués de la sorte, la cohésion présentée par l'image ci-dessus n'est pas exceptionnelle mais toutefois suffisante pour les essais. En effet, les fils sont collés les uns aux autres et la surface métallique observée par rapport à la surface totale est grande. Ainsi, le temps de comptage et le pourcentage d'émission seront optimum.

Les rayons $\gamma$ irradient toute la surface de l'échantillon ce qui conduit à l'excitation des atomes de fer sur toute la surface placée face aux rayons $\gamma$. Ainsi, les spectres recueillis caractérisent les sections des fils de façon globale sur une épaisseur de 2 µm. Les effets de gradients du cœur à la surface des fils ne sont donc pas détectables.

Un exemple de spectres obtenus par spectrométrie Mössbauer en mode transmission est présenté dans la figure II.35. Ils concernent un acier à 0,8% C en masse. Le symbole $\alpha$ représente l'environnement fer sans voisinage carbone dans la ferrite. De même, le symbole $\theta$ est relatif à des atomes de fer ayant pour deux premiers voisins des atomes de carbone.

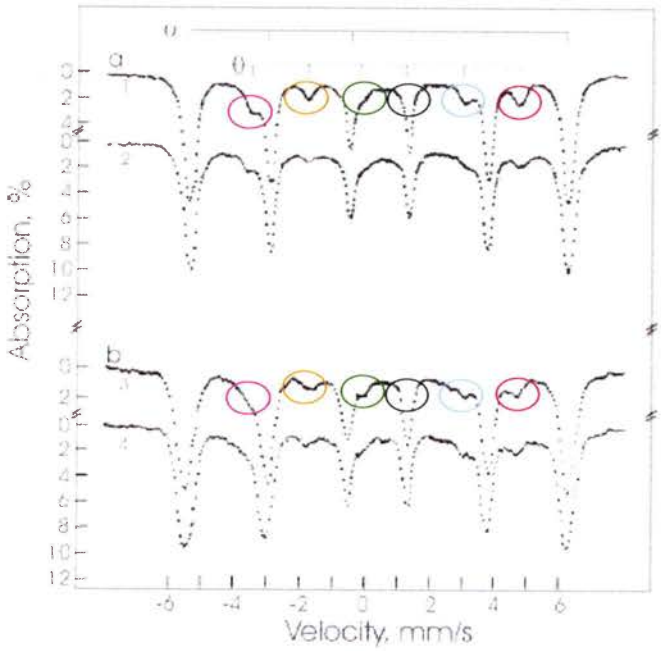



*Figure II.35 : Exemple de spectres Mössbauer (mode transmission) (GAVRILJUK, 2003).*

Dans cet exemple, l'intensité des pics relatifs à la cémentite évolue de l'échantillon « a » à l'échantillons « b » indiquant une quantité de cémentite supérieure dans le matériau « a ».

La déconvolution de ces spectres conduit à la caractérisation du nombre de carbone premiers voisins du fer dans chaque environnement (sextuplet, doublet ou singulet), à l'attribution de ces environnements à une phase donnée ($\alpha$, $Fe_3C$, $\gamma$) et à la quantification du carbone dans chaque phase.

# G. Conclusions :

Au début de ce chapitre, les matériaux et les préparatifs aux essais de torsion sont présentés ainsi que la technique de mesure de la texture cristallographique en réflexion. Cette démarche expérimentale est très importante dans ce travail de recherche car c'est une thématique forte du laboratoire. Dans ce cadre, il a été utilisé une méthode faisant intervenir le calcul de la fonction de distribution des orientations pour évaluer la texture. Ainsi, l'analyse des rotations de réseau a pu se faire avec une précision supérieure. En effet, jusqu'à présent l'utilisation de figures de pôles incomplètes était de mise dans l'observation des rotations de réseau. La méthode présentée ici a donc permis d'améliorer les mesures de ces rotations.

La mesure de la texture en transmission est également présentée pour les possibilités expérimentales qu'elle offre. Il a été possible de mesurer des figures de pôles de la cémentite hautement déformée après tréfilage et torsion. Ajouté à l'originalité de ce type d'expérience, une méthode de création des figures de pôles à partir de diagrammes d'anneaux a été mise au point au laboratoire et s'est révélée efficace.

Finalement, des techniques d'observation locale de la microstructure sont décrites et ont permis d'appréhender des informations très complémentaires de celles obtenues par les mesures de la texture.

La dernière technique présentée dans ce chapitre est la spectroscopie Mössbauer. Elle nous a permis de quantifier les phases présentes entre deux états de déformation en torsion.

Ce chapitre décrit les méthodes expérimentales mises en œuvre dans ce travail de thèse. Les limites de ces techniques ont aussi été abordées dans certains cas pour mieux évaluer la qualité des résultats. Les chapitres suivant vont présenter les résultats obtenus.

# Chapitre III Etude de la texture et de la microstructure de fils fins d'acier en torsion directe et inverse

## Introduction :

Ce chapitre est consacré à la caractérisation expérimentale de l'évolution de la microstructure de fils fins d'acier soumis à une torsion directe suivie d'une torsion inverse. Pour cela, deux matériaux sont principalement étudiés : un acier perlitique servant à la fabrication du steelcord et un acier bas carbone.

L'étude du steelcord présentée dans ce chapitre est un complément bibliographique du chapitre I auquel viennent s'ajouter de nouveaux résultats. La caractérisation de l'évolution de la texture de la ferrite a été réalisée par LIU *(2001)* dans son travail de thèse. Les expériences complémentaires visent à caractériser la cémentite et viennent donc compléter les connaissances existantes sur la torsion de ces fils d'acier.

La faible proportion de cémentite présente dans les aciers bas carbone par rapport aux aciers perlitiques doit permettre d'observer des différences de comportement microstructuraux dues à la cémentite. La même démarche expérimentale que nous avons appliquée à l'acier perlitique sera développée dans le cas des aciers bas carbone.

En étudiant la torsion inverse des fils fins, LIU a mis en évidence un phénomène de localisation de la déformation qu'il n'a pu expliquer. Il a cependant caractérisé les évolutions de texture relatives à cette particularité. A partir des résultats que nous aurons obtenus, nous caractériserons plus précisément le comportement microstructural du fil soumis à une torsion inverse.

# A. Cas de l'acier perlitique :

## I. Introduction :

Dans l'étude des fils d'acier perlitiques, deux aspects principaux sont analysés : d'une part la texture cristallographique et, d'autre part, la morphologie des grains.

La texture cristallographique est une caractéristique définissant l'orientation des grains (annexe A). Ainsi, la détermination de son évolution offre la possibilité de connaître le comportement cristallographique du matériau en torsion directe, suivie ou non d'une torsion inverse. C'est un indicateur de l'activité plastique et donc des systèmes de glissement. Nous pouvons alors préciser quelle est l'influence de la texture sur la torsion des fils fins.

L'acier étant composé entièrement de perlite, il paraît important de caractériser chacun de ses éléments constitutifs séparément. Ainsi, les deux premières parties de ce paragraphe sont consacrées, pour la première, à la caractérisation de l'évolution de la texture de la ferrite, et, pour la seconde, à celle de la cémentite.

Finalement, l'évolution de la morphologie des grains au cours de la déformation est étudiée dans la troisième partie.

## II. Etude des textures de la ferrite :

Dans ce paragraphe consacré à la ferrite, les résultats sur l'évolution des textures en torsion sont tirés du travail de LIU *(2001)* qui a caractérisé l'évolution de la texture de la ferrite en torsion directe pour différentes zones du fil (surface, zone intermédiaire et cœur). L'objectif est de montrer quelles sont les textures qui apparaissent au cours de la torsion (type, zone), et quelle est leur influence sur la tenue des fils.

### 1. Evolution de la texture cristallographique en torsion directe :

En préambule à ce paragraphe, on s'intéresse à la texture des fils à la sortie du tréfilage. Ces résultats viennent compléter l'étude bibliographique du chapitre I. Ainsi, connaissant les textures initiales, nous pourrons ensuite déterminer leur évolution.

Le fil d'acier perlitique à 0,77% C en masse est obtenu en dernière passe du tréfilage à sec. Il passe d'un diamètre de 5,5 mm à 1,21 mm en 14 passes avec un patentage intermédiaire à 3 mm de diamètre. La déformation vraie à ce stade de l'élaboration est d'environ $\varepsilon \approx 2$. Deux types de fils sont considérés : un fil tréfilé avec un angle de filière de $\alpha=10°$ et l'autre de $\alpha=16°$. L'utilisation de deux types de filières différents permet d'introduire des textures initiales différentes. Ils permettent d'étudier l'influence de ces textures sur la torsion des fils.

D'après les travaux de MONTESIN *(1991)*, il existe un gradient de texture le long du rayon du fil. LIU a donc considéré plusieurs zones du fil dans son étude sur les textures :

- La « surface du fil » correspond à une mesure effectuée à un rayon R = 0,6mm.
- La « zone intermédiaire » se situe à un rayon de 0,8 R,
- Le « centre » du fil est à 0,5 R.

Pour observer ces différentes zones, il faut amincir les fils : pour cela, ils sont plongés dans un bain d'acide nitrique. La figure III.1 présente les figures de pôles (110) mesurées dans les trois zones citées précédemment pour les deux types de fils ($\alpha$=10° et $\alpha$=16°).

Les figures de pôles de la surface du fil tréfilé sont identiques quel que soit l'angle de filière : il existe une texture de fibre {110}<uvw> bien marquée. On remarque que cette observation est valable pour toutes les zones du fil tréfilé avec un angle de filière de 10°.

En ce qui concerne le fil tréfilé avec un angle de filière de 16°, la texture change de composante entre le centre et la surface. Au centre du fil, il existe une texture de fibre {110}<uvw> très marquée, ainsi qu'en surface bien qu'elle soit moins marquée. Cette différence d'acuité de texture peut être expliquée par les frottements entre la filière et la surface du fil. Enfin, en zone intermédiaire une texture différente apparaît : la texture circulaire (110)[001] (composante F).

Un résultat important est que la déformation à rupture en torsion des fils tréfilés avec une filière d'angle $\alpha$=16° est plus basse que pour celle obtenue avec une filière d'angle $\alpha$=10°. A partir des observations faites sur le fil tréfilé, l'évolution de la texture cristallographique au cours de la torsion pour les trois zones particulières vues précédemment a été déterminée.

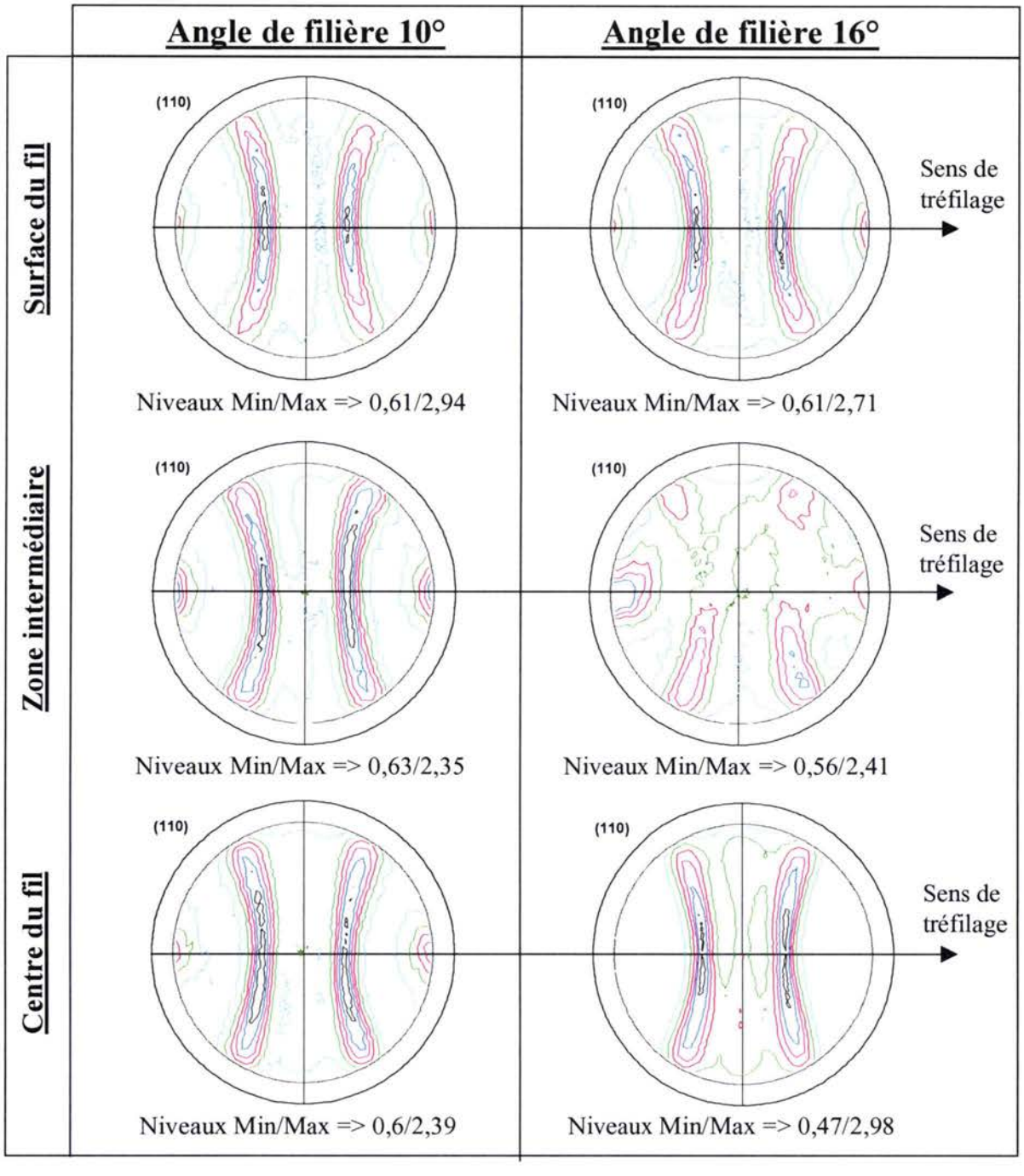



*Figure III.1 : Figures de pôles (110), fil brut de tréfilage (LIU, 2001).*

Pour la zone analysée en surface, les résultats ont été présentés dans le chapitre I. Ils concernaient un fil tréfilé avec un angle de filière de 10°, mais les résultats sont les mêmes pour les fils fabriqués avec une filière d'angle $\alpha$=16°. Par conséquent, nous présentons dans la suite de ce paragraphe des résultats concernant les deux autres zones : intermédiaire et à cœur.

Dans ses travaux, LIU a étudié des fils amincis avant et après torsion. Pour rester dans des conditions identiques à celles que nous considérons par la suite (fil entier), nous nous contenterons de présenter les résultats des fils amincis après torsion.

### 1.1. Evolution de la texture en zone intermédiaire :

L'évolution de la texture en zone intermédiaire pour deux fils tréfilés respectivement avec un angle de filière de 10° et 16° sont présentés dans les figures III.2 et III.3.

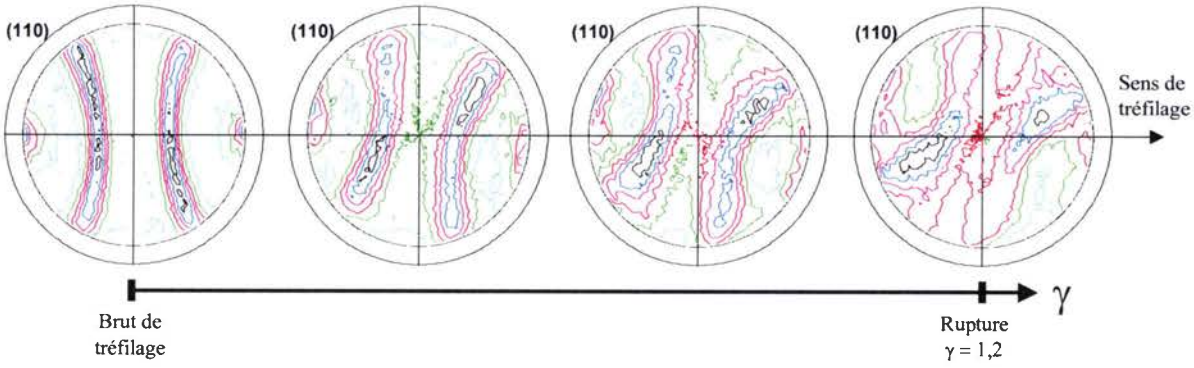



*Figure III.2 : Figures de pôles (110), zone intermédiaire du fil, angle de filière 10°.*

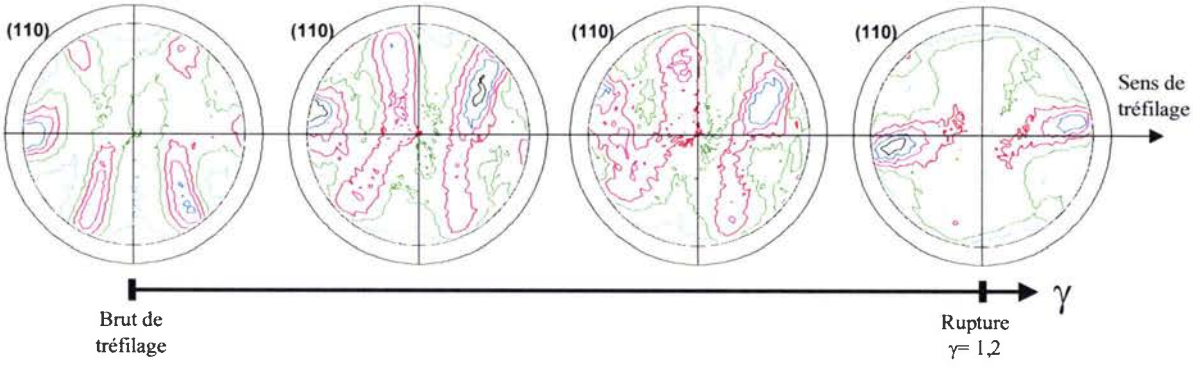



*Figure III.3 : Figures de pôles (110), zone intermédiaire du fil, angle de filière 16°.*

L'évolution de la texture correspondant au fil de 10° en zone intermédiaire est similaire à celle de la surface du fil : la fibre {110}<uvw> tourne autour du rayon du fil.

Dans le cas du fil à 16°, la texture initiale est une texture circulaire (110)[001] qui tourne autour du rayon du fil d'environ 55°. La texture limite atteinte à la rupture est une composante D1 soit $(11\bar{2})[111]$.

### 1.2. Evolution de la texture à cœur :

Quelques figures de pôles (110) décrivant l'évolution de la texture à cœur de fils tréfilés avec des angles de filière de 10° et 16° sont présentées dans les figures III.4 et III.5.

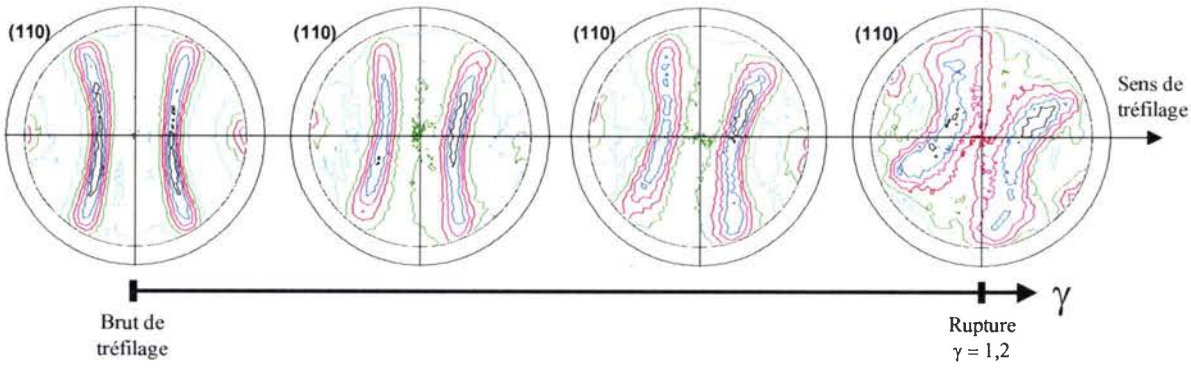



*Figure III.4 : Figures de pôles (110), cœur du fil, angle de filière 10°.*

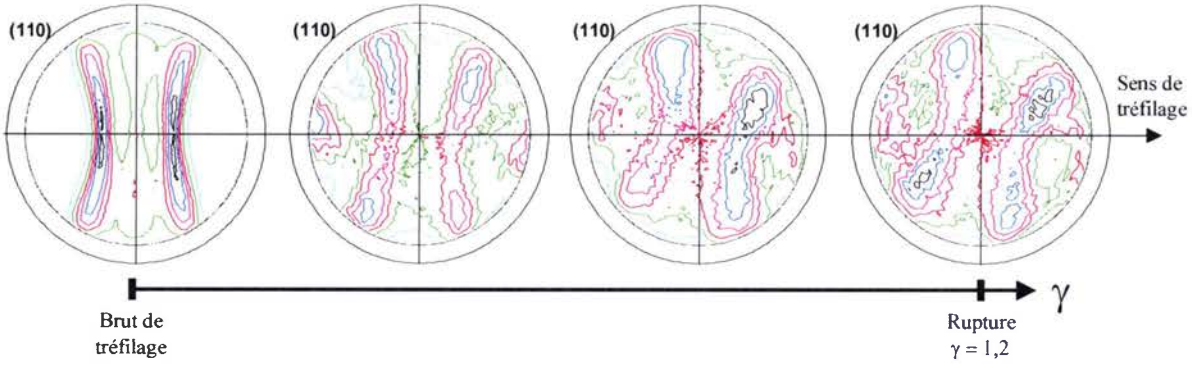



*Figure III.5 : Figures de pôles (110), cœur du fil, angle de filière 16°.*

La texture à cœur du fil tréfilé à $\alpha$=10° peut être décrite par une fibre {110}<uvw> qui tourne autour du rayon du fil d'environ 40° à la rupture. Pour le fil à 16°, la texture initiale est une texture de fibre {110}<uvw> qui évolue vers $(221)[\bar{1}\,\bar{1}4]$ à la rupture.

Dans les zones étudiées, le fil à 10° suit une évolution de texture principalement basée sur une évolution de fibres. La fibre {110}<uvw> tourne autour du rayon du fil. LIU a montré que la texture limite de ce type de fil est une composante D1 $(11\bar{2})[111]$. Dans le cas du fil à 16°, on n'observe pas la même évolution : la texture initiale est une texture circulaire qui évolue vers la même texture limite D1 $(11\bar{2})[111]$.

Le principal résultat de ces travaux est que les fils possédant une texture initiale circulaire en zone intermédiaire subissent une rupture prématurée par rapport aux fils possédant une texture initiale de fibre. Une texture de type circulaire apparaît donc comme une faiblesse pour la tenue en torsion du fil. C'est une composante F (110)[001].

Dans ses autres travaux sur des fils amincis avant torsion, l'étude de l'évolution de la texture de toutes les zones du fil, quel que soit l'angle de filière, se termine par l'apparition d'une texture de torsion limite D1 $(11\bar{2})[111]$. Cette texture semble être à l'origine de la rupture du fil lorsqu'elle atteint la surface.

Pour reprendre le cas des fils à 16°, ils possèdent une texture circulaire en zone intermédiaire après tréfilage. Elle va alors atteindre une texture limite plus rapidement qu'une texture de fibre {110}<uvw>. Une fois atteinte, cette texture limite va se développer vers la surface du fil et ainsi provoquer la rupture.

D'un point de vue mécanique, au cours de la torsion deux types de rotations accommodent la rotation de corps rigide imposée au fil (cf. Chapitre I) :

- la rotation de réseau $\Omega$
- la rotation par glissement plastique $\omega$.

Or lorsqu'une texture limite est atteinte, cela signifie que la rotation de réseau $\Omega$ s'arrête. Seule la rotation par glissement plastique reste active pendant la déformation du fil. On peut comprendre alors que les possibilités de déformation du fil sont plus restreintes avec une seule rotation qu'avec deux. C'est ce qui peut expliquer la rupture prématurée du fil lorsque la texture circulaire est présente dans la texture initiale.

## 2. Evolution de la texture cristallographique en torsion inverse :

Des essais de torsion inverse ont été réalisés par LIU *(2001)* dans son travail de thèse. Ils consistent à faire subir une torsion au fil dans un sens dit « positif » jusqu'à un certain taux de déformation, puis à inverser le sens de rotation. Ainsi, le taux de déformation total résulte de la « sommation » d'une déformation en sens « positif », et d'une autre en sens « négatif ». Dans ses travaux, il a effectué des expériences de diffraction des rayons X sur la surface des échantillons dans le but de déterminer l'évolution de la texture.

Lorsque la déformation en sens inverse atteint un certain seuil, la déformation se localise. Il apparaît alors sur le fil deux zones distinctes séparées par un front perpendiculaire à l'axe du fil. Pendant l'essai, ce front va se déplacer vers une extrémité du fil. On nomme la partie du fil qui n'a pas subi ce phénomène « partie A ». L'autre partie est nommée « partie B »[2]. Dans son déplacement, le front va laisser derrière lui une succession de bandes, comme le montre la figure III.6.

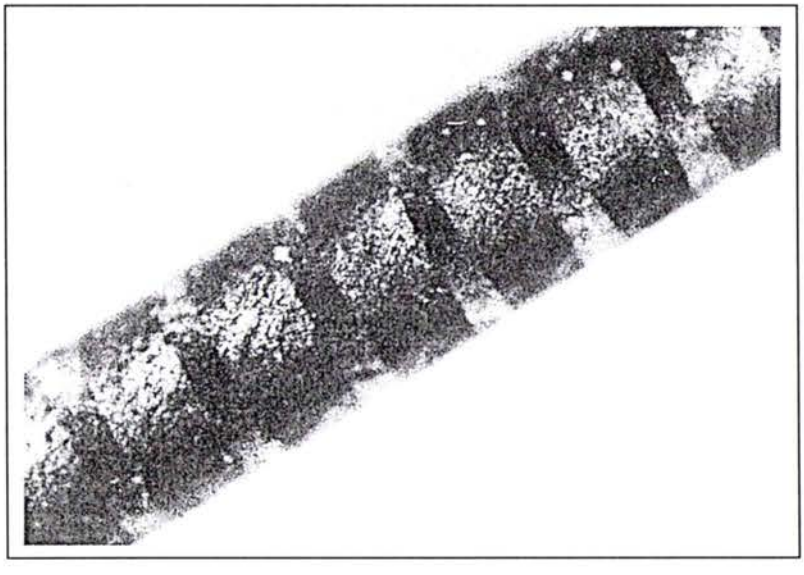


*Figure III.6 : Macrographie du fil après passage d'un front de déformation. (LIU, 2001).*

[2] Pour la partie A du fil, on utilise également le terme de « zone directe », et pour la partie B le terme de « zone inverse ».

La figure III.7 présente une image prise en microscopie électronique qui permet d'apprécier les répercussions de ce phénomène sur la microstructure.

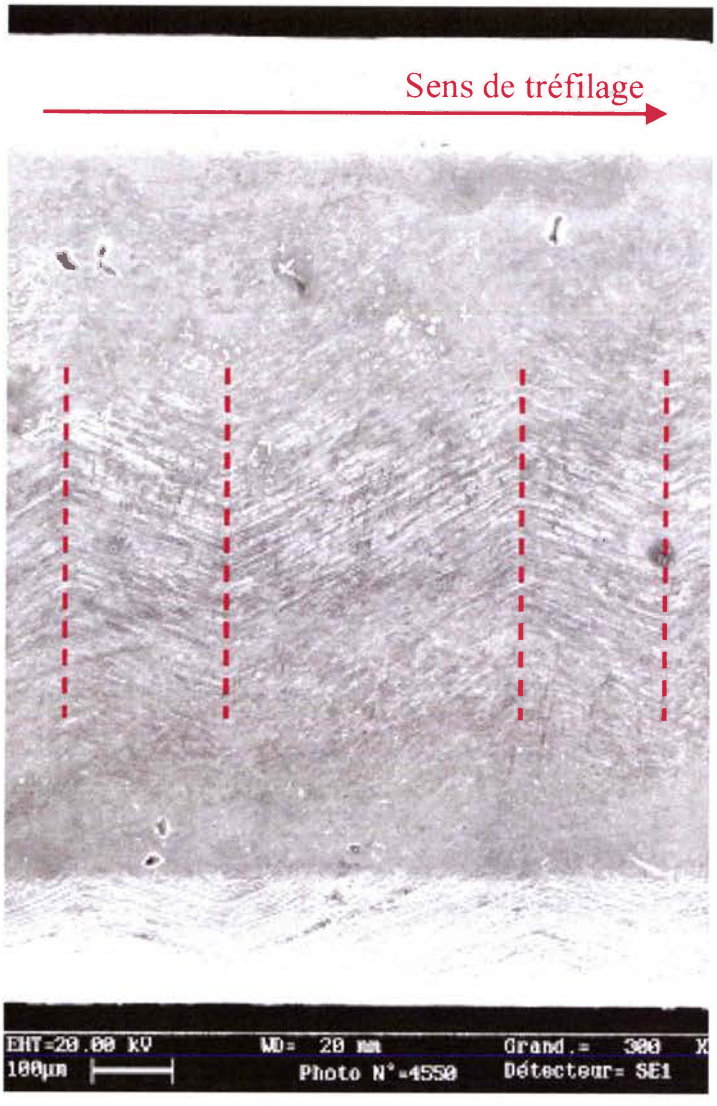
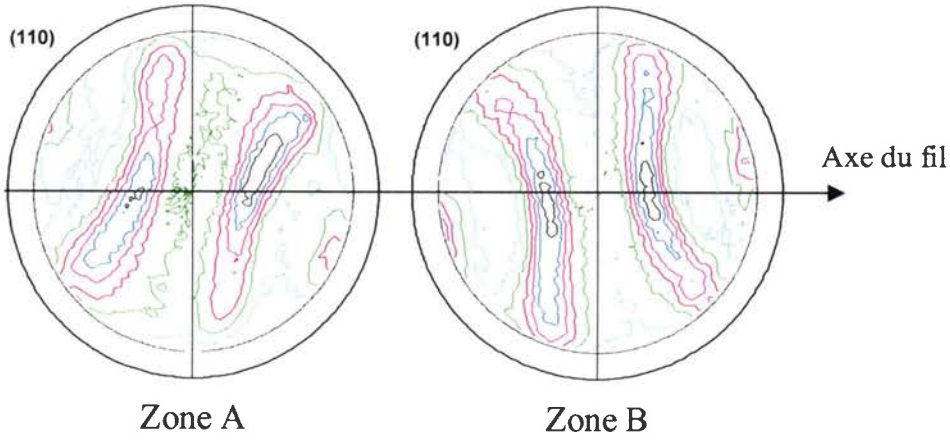



*Figure III.7 : Zone du fil après passage du front de déformation (LIU, 2001).*

Les bandes visibles à la surface du fil sont régulièrement espacées et répètent un motif alternant deux types de bande. La formation de ces bandes s'accompagne d'un échauffement important que nous discutons dans le chapitre IV. Les deux types de bande sont caractérisés par un basculement de la microstructure. Il existe un effet de « miroir » entre les grains situés à l'interface de deux bandes.

Cette observation a amené une étude de la texture des deux zones du fil qui se distinguent lors de la torsion inverse. Les figures de pôles obtenues sont présentées dans la figure III.8.




(A) $\gamma = 0{,}8$ puis $\gamma = -0{,}8$, niveaux => 0.38, 0.77, 1.16, 1.54, 1.93, 2.32

(B) $\gamma = 0{,}8$ puis $\gamma = 0{,}8$, niveaux => 0.57, 0.87, 1.17, 1.47, 1.78, 2.08

*Figure III.8 : Figures de pôles de la zone A et B. (LIU, 2001).*

On constate que la texture subit un effet de basculement similaire à celui de la microstructure. Cependant, on ne peut pas parler d'effet miroir car les deux figures ne sont pas exactement symétriques.

Cette étude sur la torsion inverse pose les bases de l'étude plus approfondie sur le phénomène lié à la torsion inverse que nous menons dans cette thèse.

## 3. Comparaison des méthodes d'évaluation des rotations Ω' :

Nous avons présenté dans le chapitre II la méthode d'estimation des rotations Ω' utilisée dans nos travaux. Nous comparons dans ce paragraphe les résultats obtenus en utilisant cette méthode à ceux obtenus par LIU.

Dans le cas de la torsion directe, nous avons effectué trois mesures de la rotation Ω' à partir des figures de pôles recalculées. La figure III.9 présente le graphe de la rotation Ω' en fonction de la déformation en cisaillement par les deux méthodes.

On peut constater sur les quelques points mesurés que la courbe obtenue dans nos travaux n'a pas la même évolution :

- la croissance de la rotation Ω'est plus lente au début de la déformation.
- l'augmentation de la rotation Ω'devient plus rapide après $\gamma = 0{,}3$.

Ces résultats montrent que l'analyse de la rotation Ω' est très sensible à la méthode d'évaluation de la rotation des pôles. Les différences de résultats constatées sont donc uniquement dues aux méthodes de mesure. La notre, basée sur le calcul de la fonction de distribution des orientations et les figures de pôles complètes, est plus précise et permet d'appréhender des évolutions plus fines que la méthode basée sur des figures de pôles incomplètes.

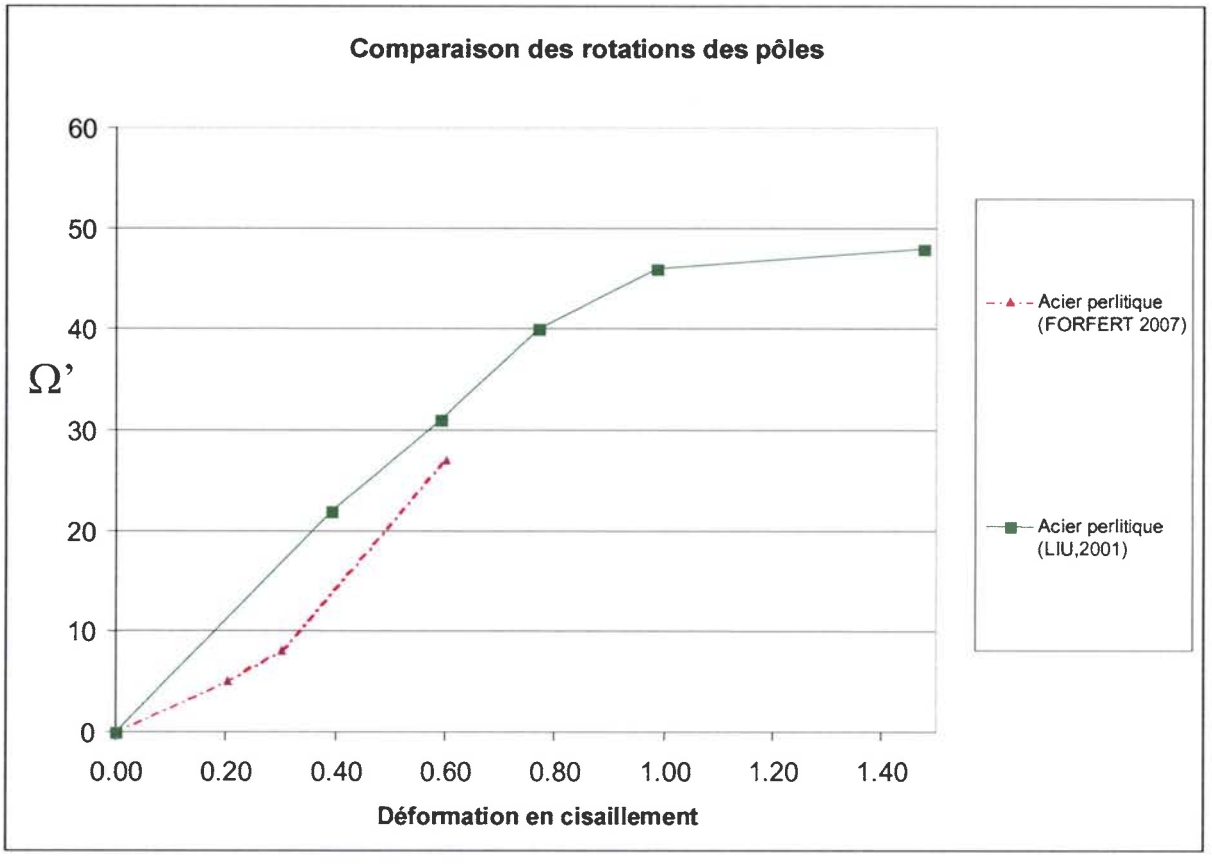



*Figure III.9 : Comparaison des méthodes d'évaluation des rotations Ω'.*

## III. Etude des textures de la cémentite :

Dans les travaux de LIU, le rôle de la cémentite n'est pas mentionné. Par contre dans la modélisation des textures de torsion, le modèle de microstructure impliquait une structure de matériau bi-modal (« doux » et « dur »). La nature biphasée des aciers perlitiques pouvait répondre à cette description. Il nous paraissait alors important d'apporter des éléments d'analyse concernant la cémentite dont le rôle mécanique n'est pas complètement élucidé. Ce paragraphe traite par conséquent de la texture cristallographique de la cémentite.

Afin de caractériser l'évolution de la texture de la cémentite, douze échantillons ont été mesurés au synchrotron pour différents taux de déformation. Seuls sept d'entre eux sont exploitables car après traitement des données, cinq présentaient des problèmes d'acquisition.

Nous ne présentons dans cette partie que les résultats concernant deux échantillons : l'un provient d'un fil tréfilé puis patenté, l'autre d'un fil tréfilé, patenté et rompu en torsion directe. Leurs clichés de diffraction sont de qualité nettement supérieure à ceux d'échantillons non patentés. En effet, plus la déformation est importante, plus les raies de diffraction sont difficiles à indexer (figure III.10) et la procédure de lissage donne des résultats difficilement exploitables.

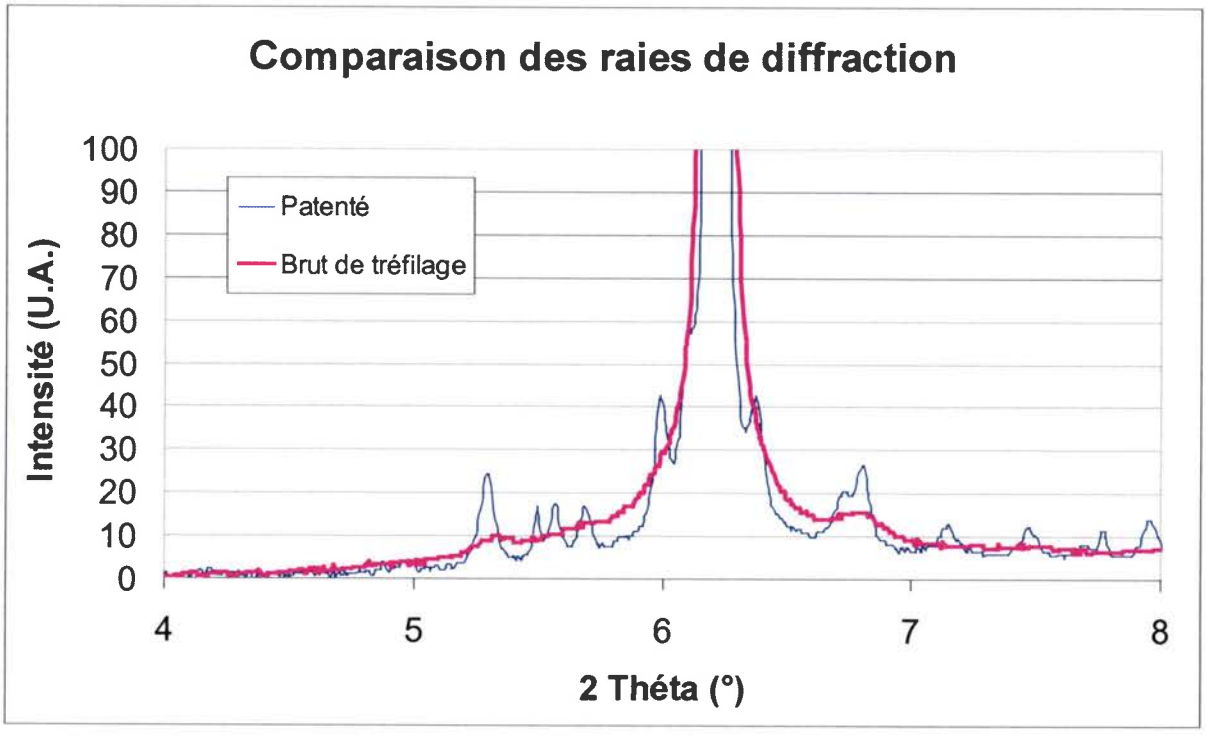



*Figure III.10 : Comparaison des raies de diffraction.*

Mis à part la raie de ferrite (110) très intense au centre du diffractogramme, les raies de cémentite visibles partout ailleurs présentent de faibles intensités dans le cas d'un échantillon brut de tréfilage. Le fractionnement de la cémentite en grains très petits « nanométriques » et la dissolution de la cémentite sont certainement les causes de cette observation. Dans le cas de l'échantillon patenté, les raies sont facilement indexables. On peut donc se rendre compte que l'interprétation des figures de pôles issues de fils non patentés est délicate. C'est pourquoi nous focalisons l'analyse de la texture de la cémentite en torsion sur les seuls fils patentés. Les autres résultats (fils non patentés) sont présentés en annexe B.

De manière à valider la méthode de création des figures de pôles obtenues au synchrotron et pour s'assurer que la texture des fils patentés est la même que celle des fils non patentés, nous présentons en figure III.11 les figures de pôles (110) et (200) de la ferrite également obtenues au synchrotron.

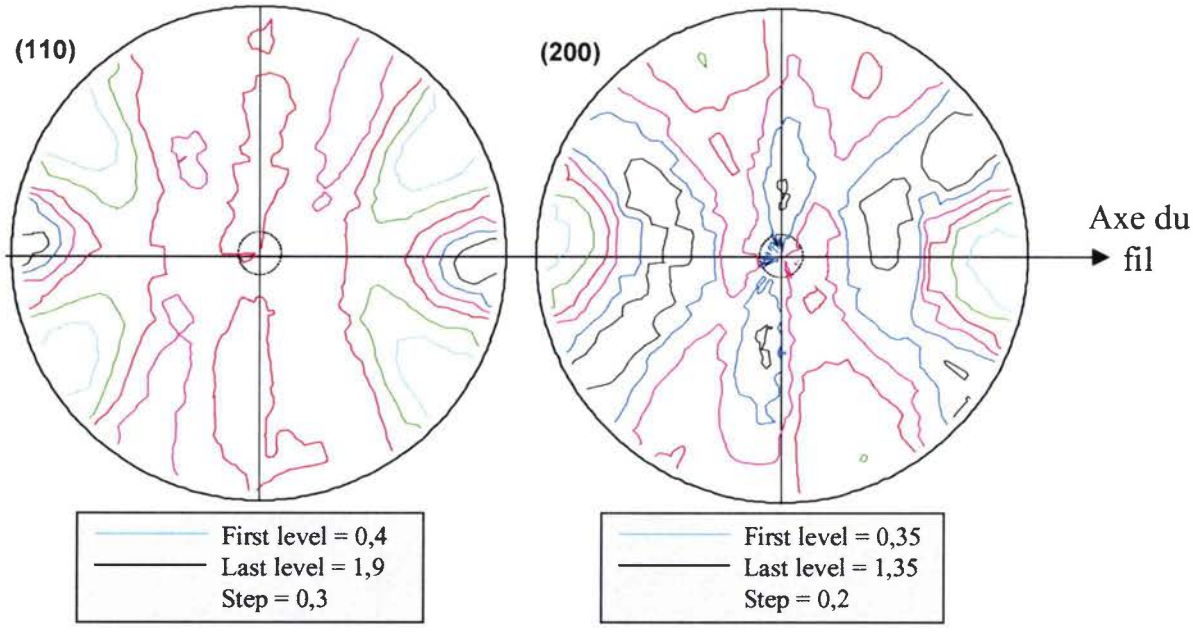



*Figure III.11 : Figure de pôles (110) et (200) non recalculée de la ferrite (synchrotron).*

Sur ces figures de pôles de la ferrite, nous reconnaissons la texture de fibre {110}<uvw> caractéristique du tréfilage, et ce malgré le patentage. Par conséquent, nous pouvons poser l'hypothèse que la texture de la cémentite issue du fil patenté est la même que celle issue d'un fil non patenté.

Les figures de pôles recalculées et complètes décrites par la suite sont celles des plans cristallographiques (100), (010) et (001). Le choix de ces figures s'est fait dans le but de simplifier la représentation de la texture. En effet, ces plans simples sont représentatifs des paramètres cristallins de la maille orthorhombique a, b et c. La figure III.12 schématise cette maille.

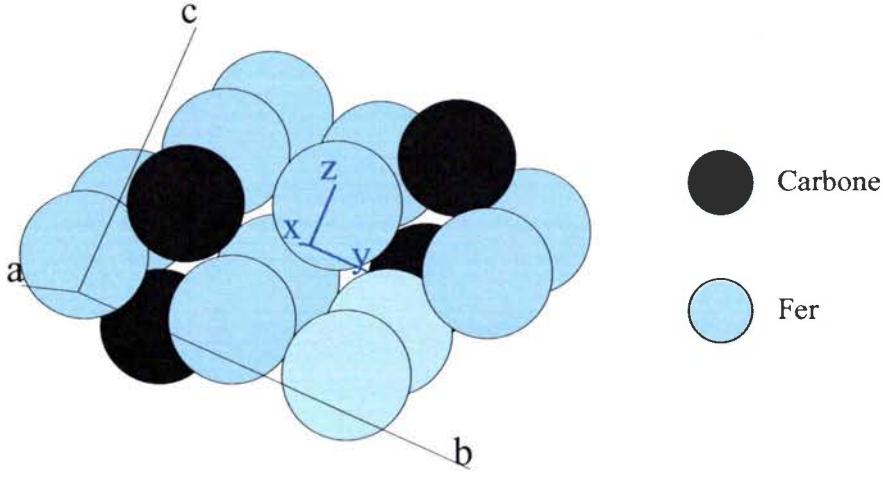



*Figure III.12 : La maille orthorhombique de la cémentite.*

Dans la figure III.12, les axes a, b et c sont respectivement parallèles aux directions [100], [010] et [001].

# 1. Evolution de la texture de la cémentite d'échantillons patentés :

## 1.1. Echantillon patenté après tréfilage :

La figure III.13 présente les figures de pôles (100), (010) et (001) de la cémentite pour le fil tréfilé puis patenté. La texture de la cémentite apparaît comme la superposition de plusieurs composantes. L'analyse de la figure de pôles (100) permet de constater qu'elle présente des « éléments » d'une fibre. Cependant, aucune des deux autres figures de pôles ne montrent de telles caractéristiques. Par conséquent, il doit être possible de décrire la texture de la cémentite plutôt par l'utilisation de composantes préférentielles simples.

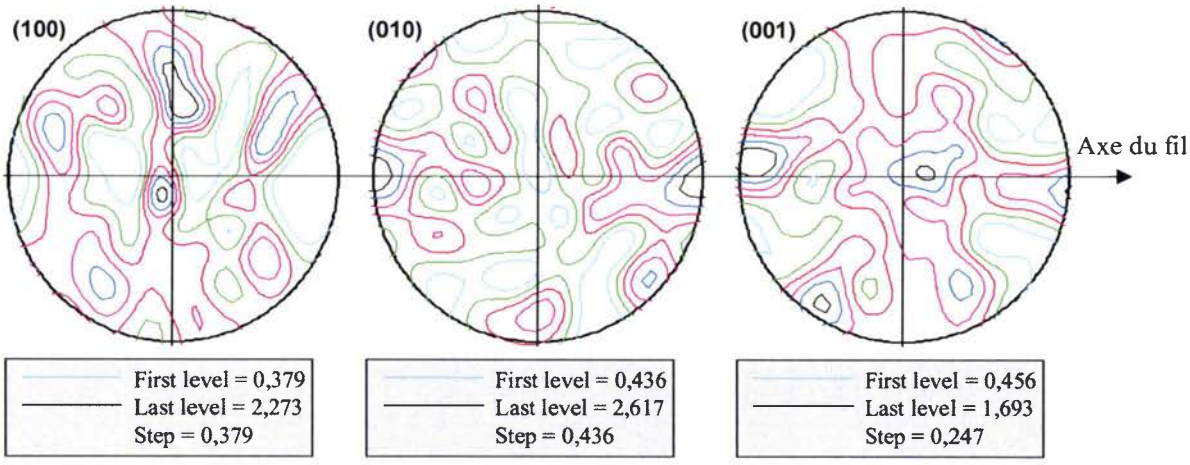



*Figure III.13 : Figures de pôles recalculées de la cémentite, fil patenté, $\gamma = 0$.*

Grâce aux figures de pôles, il est possible d'identifier trois composantes de texture. Elles sont représentées sur la figure III.14 par l'intermédiaire de projections stéréographiques. La détermination des orientations préférentielles est parfois réalisée en extrapolant la position des pôles. Cette latitude dans l'interprétation est justifiée car la qualité globale des figures de pôles (cf. Chapitre II) ne permet qu'une étude des tendances générales de la texture.

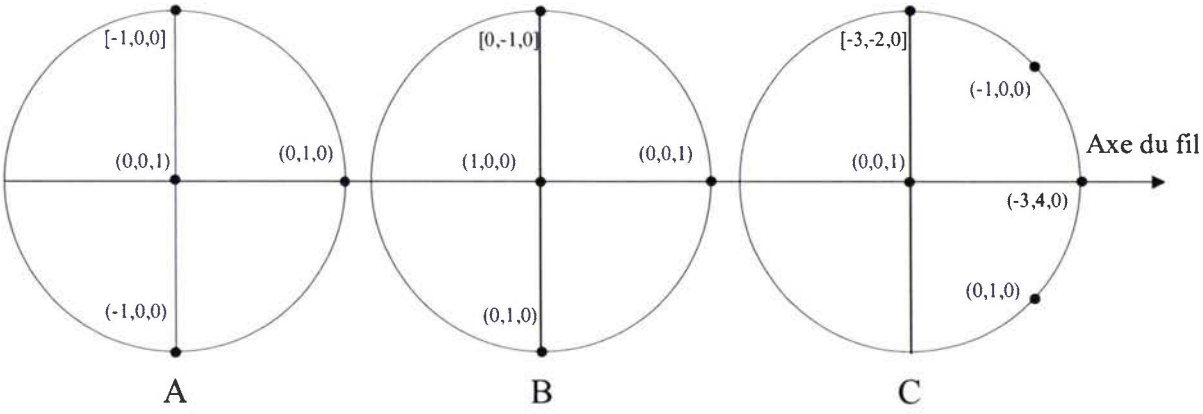



*Figure III.14 : Projections stéréographiques des composantes de texture, fil patenté.*

Les composantes identifiées permettent de positionner la maille de la cémentite de façon simple. Tout d'abord, elles possèdent toutes un pôle de type (100) ou (001) au centre de la projection, ce qui signifie que la maille est sur une face. Dans notre cas elle est soit sur sa face de normale « a » (cas B), soit sur sa face de normale « c » (cas A et C). On présente les composantes de texture par rapport au plan de cisaillement et à la direction de cisaillement, en cohérence avec la description des orientations faite dans le chapitre I.

- A => $(010)[\bar{1}00]$
- B => $(001)[0\bar{1}0]$
- C => $(\bar{3}40)[\bar{3}\bar{2}0]$

### 1.2. Echantillon patenté puis rompu en torsion ($\gamma = 1{,}82$) :

La même méthodologie est employée pour décrire la texture cristallographique de l'échantillon patenté puis rompu en torsion. On présente les figures recalculées et complètes (100), (010) et (001) puis les projections stéréographiques correspondantes. La figure III.15 présente ces figures de pôles.

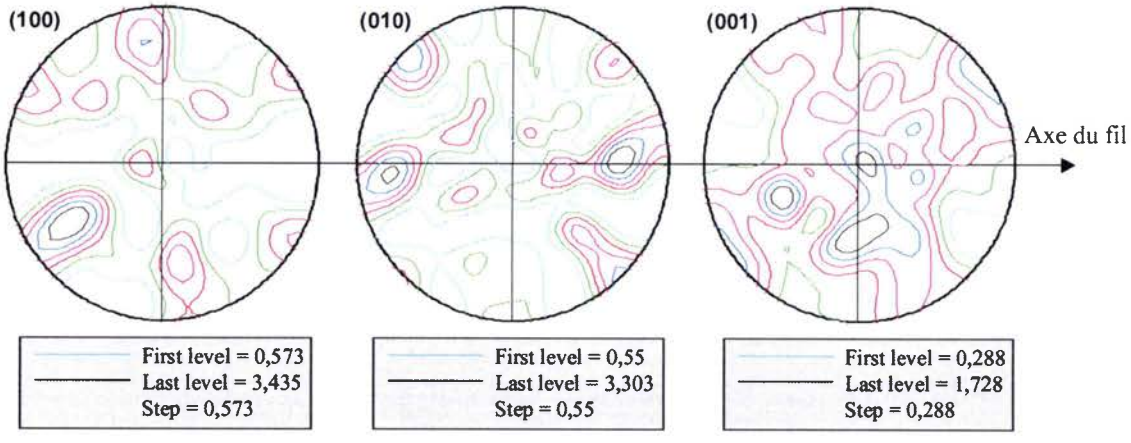



*Figure III.15 : Figures de pôles de la cémentite, fil patenté puis rompu en torsion ($\gamma = 1{,}82$).*

Nous présentons dans la figure III.16 trois orientations possibles réalisées à partir des figures de pôles précédentes.

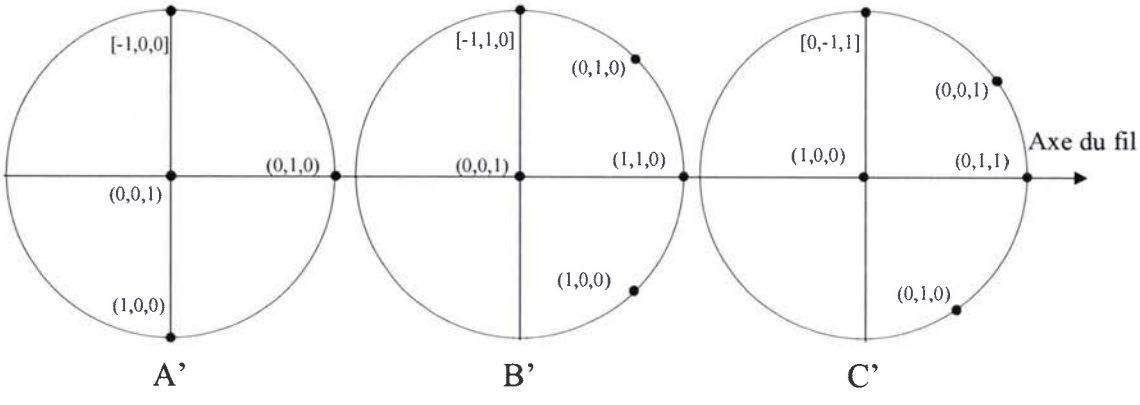



*Figure III.16 : Projections stéréographiques de la cémentite, fil patenté puis $\gamma = 1{,}82$*

Ainsi, les trois composantes définies à partir des projections stéréographiques peuvent se résumer par :

- A' => $(010)[\bar{1}00]$.
- B' => $(110)[\bar{1}10]$.
- C' => $(011)[0\bar{1}1]$.

Les résultats concernant les échantillons patentés ont montré que la texture de la cémentite peut se traduire par une superposition d'orientations préférentielles. Aucune fibre n'a été observée contrairement aux évolutions de textures liées à la ferrite. L'ensemble des figures de pôles recalculées de la cémentite sont présentées en annexe B.

## 2. Analyse de la texture cristallographique de la cémentite :

La qualité des figures de pôles obtenues pour la cémentite ne permet de faire qu'une analyse qualitative de la texture. En effet, le coefficient d'erreur moyen des figures présentées est de 25%. Les conséquences directes de cette faible qualité sont des figures de pôles dont les intensités sont parfois incorrectes. C'est pourquoi la description faite dans ce paragraphe se limite, pour chaque échantillon, à ne décrire que quelques composantes de texture. De plus, une quantification de ces composantes est impossible à cause de cette faible qualité. Les résultats annoncés restent donc qualitatifs.

La qualité générale des figures de pôles de la cémentite s'explique d'une part par la méthode employée pour obtenir les figures, et d'autre part, par des phénomènes physiques liés à l'histoire thermo-mécanique du matériau. Ainsi, la déformation plastique par tréfilage et torsion va induire des élargissements de raies de diffraction qui peuvent être dus à plusieurs phénomènes :

- micro distorsion des grains : déformation à l'intérieur des grains de cémentite,
- fragmentation des grains,
- dissolution de la cémentite,

De plus, des effets de déplacement des raies de diffraction peuvent apparaître et rendre le lissage des diffractogrammes difficile. Ces décalages de raies peuvent être attribués aux contraintes internes qui sont importantes dans ce type de matériaux (cf. chapitre I).

L'évolution du niveau maximal des différentes figures de pôles peut être utilisé comme un indicateur de l'évolution de l'acuité de la texture. Pour le cas du fil patenté, les niveaux augmentent avec la déformation : l'acuité de la texture de la cémentite se renforce.

Pour caractériser d'une façon générale l'évolution de la texture de la cémentite, il est possible de raccorder chaque état de déformation avec celui qui le suit par une rotation autour d'un axe « a », « b » ou « c » de la maille lorsqu'il est parallèle au rayon du fil. La figure III.17 représente un exemple de cette évolution dans le cas du fil patenté.

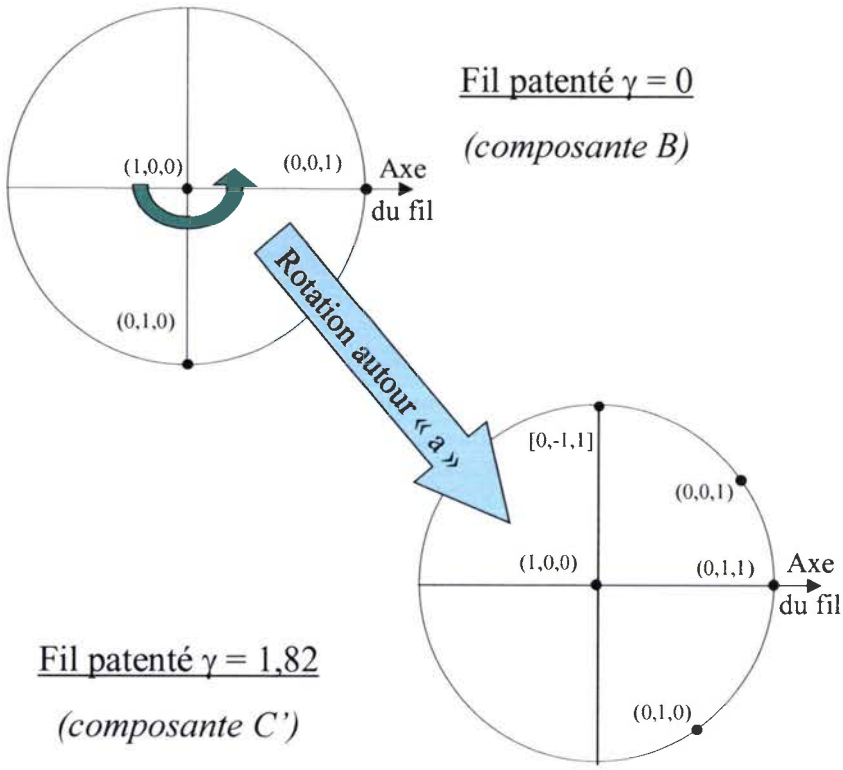



*Figure III.17 : Exemple d'évolution de texture du fil patenté pour l'une des composantes.*

Cette figure montre une transition possible de texture entre l'état patenté de la cémentite et son état après torsion. Ce type de transition peut se retrouver également entre certains états de déformation du fil non patenté montrés en annexe B.

Il apparaît comme pour la ferrite un effet de rotation des figures de pôles lié à la rotation imposée par l'essai de torsion. Les textures cristallographiques peuvent se décrire par des superpositions d'orientations préférentielles fortes.

Dans la littérature, il existe peu de travaux relatifs à la torsion de matériaux dont la symétrie n'est pas cubique. On peut citer les travaux de HEIDELBACH *(2001)* qui, dans le cadre des minéraux, étudie l'évolution des orientations préférentielles au cours de la torsion à chaud de $CaSO_4$ qui a une symétrie orthorhombique. Il analyse l'évolution de la texture cristallographique de ce matériau par diffraction des rayons X en transmission par rayonnement synchrotron. Cette similitude avec notre travail ne s'arrête pas là. En effet, il montre clairement la formation d'une texture où les plans {001} sont proches du plan de cisaillement macroscopique. Dans nos expérimentations, nous observons également le positionnement de plans simples comme le plan (010) parallèle au plan de cisaillement macroscopique. Les figures III.18 et III.19 montrent les figures de pôles de $CaSO_4$ (020) et (002) pour différents niveaux de déformation.

Nous remarquons que dans les taux de déformation élevés ces figures de pôles présentent des morphologies similaires à celles de la cémentite étudiées précédemment. Comme dans le cas de la cémentite, les résultats obtenus par HEILDELBACH *(2001)* montrent la formation de composantes préférentielles simples.

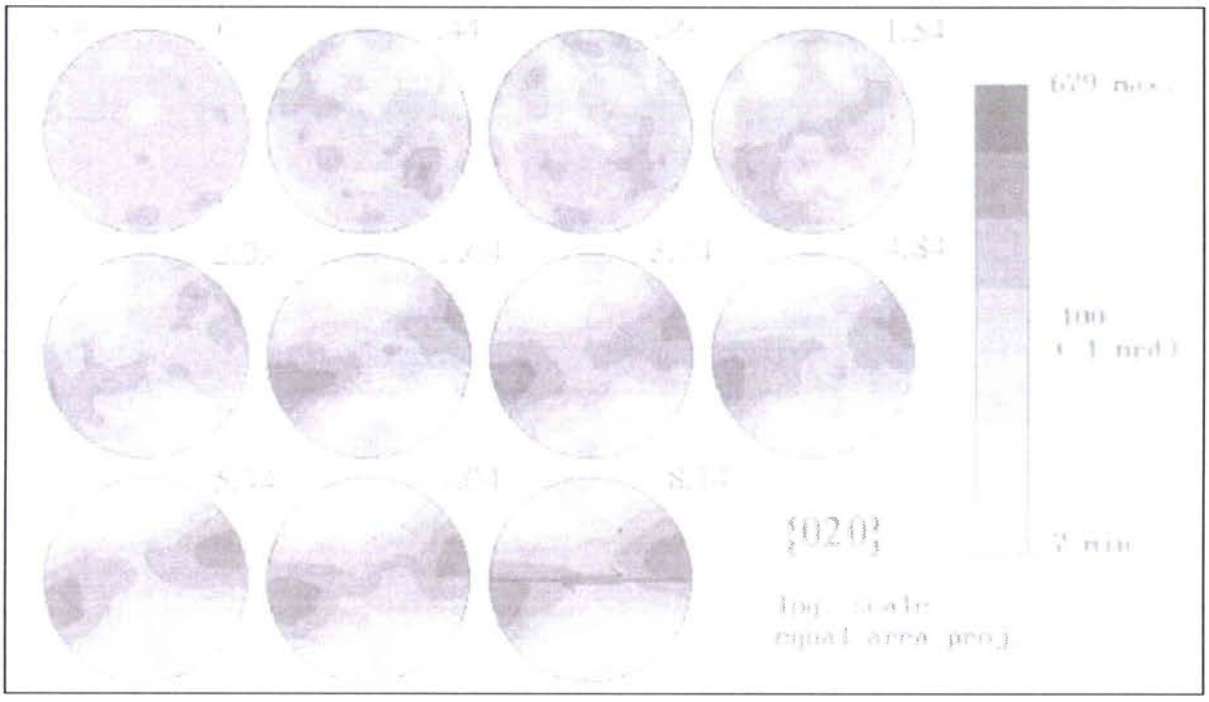



*Figure III.18 : Figures de pôles (020) de CaSO4 déformé à chaud par torsion.*

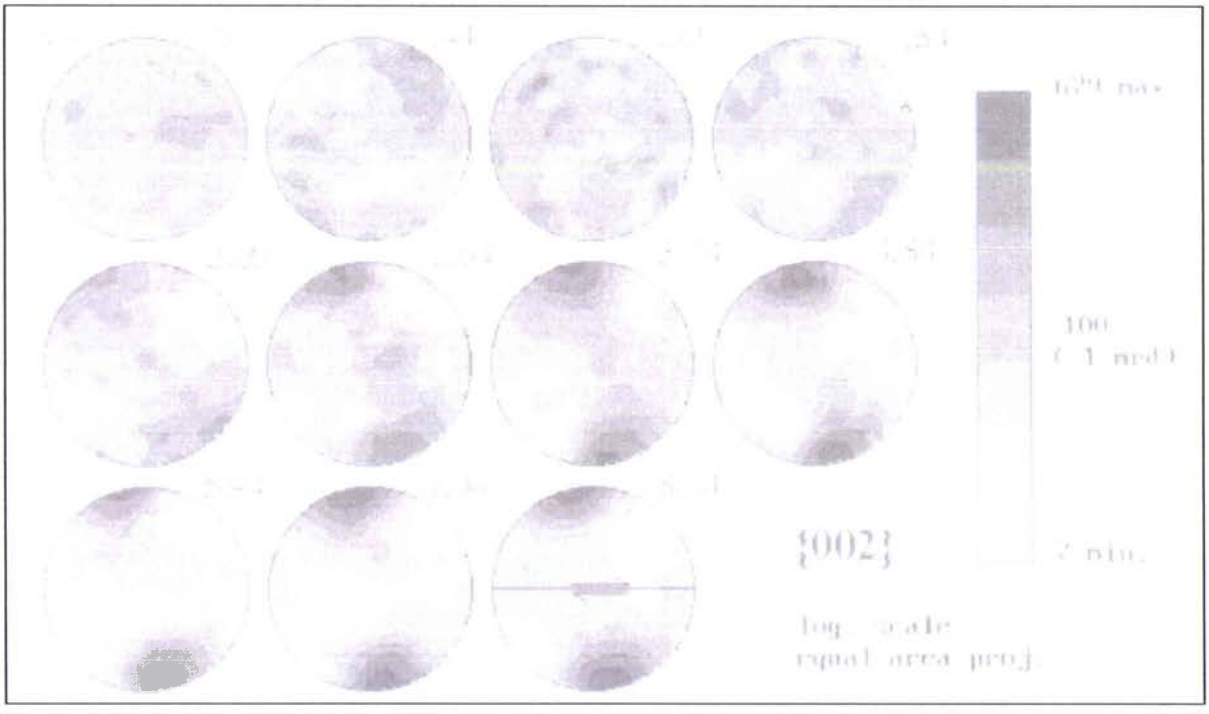



*Figure III.19 : Figures de pôles (002) de CaSO4 déformé à chaud par torsion HEIDELBACH (2001).*

# IV. Etude de la microstructure en torsion directe et inverse :

Après avoir étudié l'évolution de la texture cristallographique des fils d'acier perlitique de diamètre 1,21 mm, nous proposons d'étudier la microstructure en deux temps :

- Analyse de la morphologie de la microstructure.
- Etude de la dissolution de la cémentite.

La première étape doit permettre d'étudier la structure perlitique d'un point de vue global et local. Global, car il est intéressant de connaître le comportement de la microstructure d'un point de vue général : les lamelles subissent-elles une rotation d'ensemble par analogie avec les rotations observées sur les figures de pôles ? Et local, car nous voulons caractériser l'évolution de la morphologie des lamelles au cours de la torsion. Grâce à ces deux aspects de l'étude, il sera alors possible de caractériser complètement la microstructure au cours de la torsion.

La deuxième étape concerne une analyse de phase faite par spectrométrie Mössbauer dans le but de déceler une éventuelle dissolution de la cémentite en torsion. Comme ce phénomène existe au cours du tréfilage *(LANGUILLAUME, 1997), (GAVRILJUK, 2003)*, et d'autres procédés agissant en grande déformation *(IVANISENKO, 2003),* il paraissait légitime de se poser la question en ce qui concerne la torsion qui est un autre mode de déformation.

## 1. Analyse de la morphologie de la microstructure :

Pour appréhender pleinement les effets de la torsion sur la microstructure, nous étudions, les fils en surface et à cœur. Ainsi pour chacune de ces zones, nous présentons des séries d'images prises au microscope électronique à balayage pour différents taux de déformation en torsion directe et inverse. La figure III.20 représente les plans d'observation correspondant aux notations « à cœur » et « en surface » que nous utilisons dans ce paragraphe.

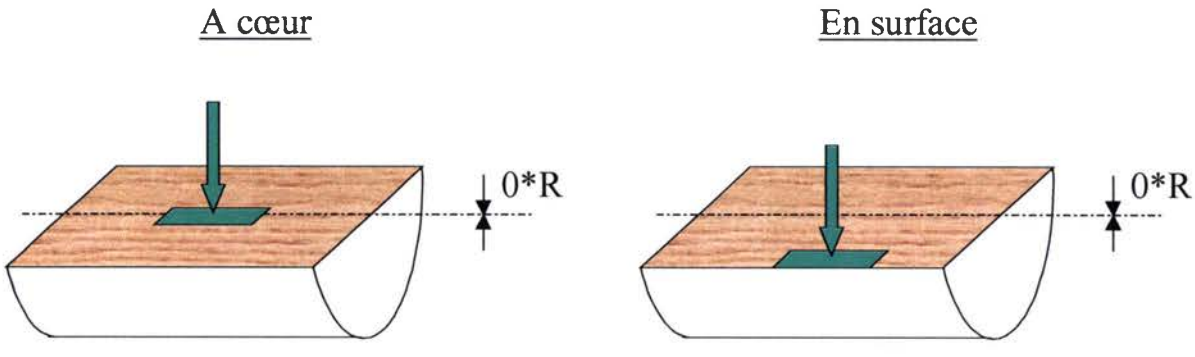



*Figure III.20 : Plans d'observation de la microstructure au MEB.*

### 1.1. Cas de la torsion directe :

La figure III.21 présente deux images d'un fil brut de tréfilage. On remarque que les lamelles de cet échantillon sont dans l'ensemble parallèle à l'axe du fil. Le tréfilage induit cet alignement dans le cas des lamelles peu inclinées par rapport à l'axe du fil. Pour celles qui présentent de fortes inclinaisons, voire même qui sont perpendiculaires à l'axe du fil, un phénomène de pliage et de fragmentation intervient. Le résultat de ces différents modes de déformation est observable sur ces images.

**A cœur** **En surface**

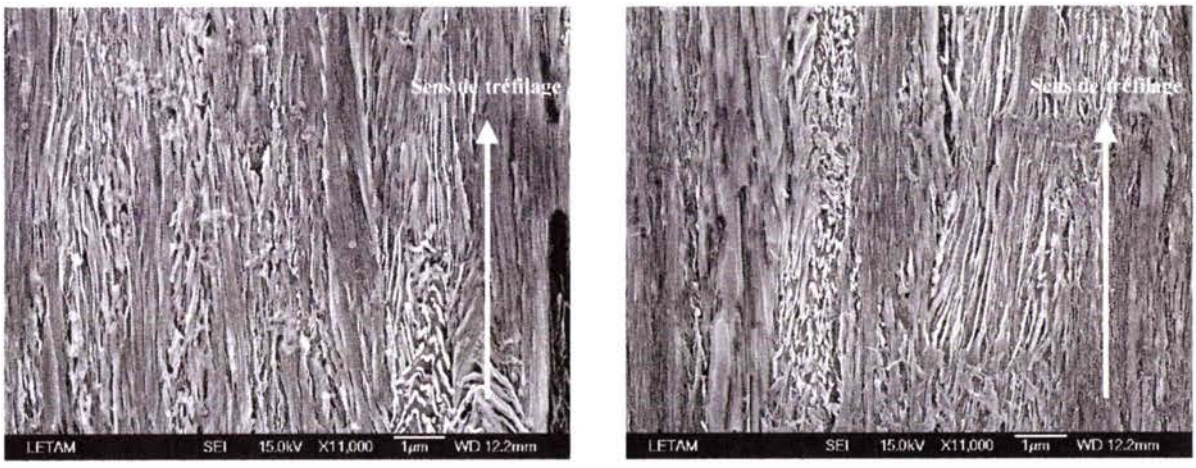



*Figure III.21 : Fil d'acier perlitique, brut de tréfilage ($\varepsilon = 2$) (MEB, électrons secondaires).*

Dans ces images, le cœur du fil représente une zone proche de la fibre neutre (≈0,2 R), et la surface une zone située à environ 0,9 R.

La figure III.22 présente deux images d'un fil soumis à une torsion directe à un taux de déformation de $\gamma = 0,3$.

**A cœur** **En surface**

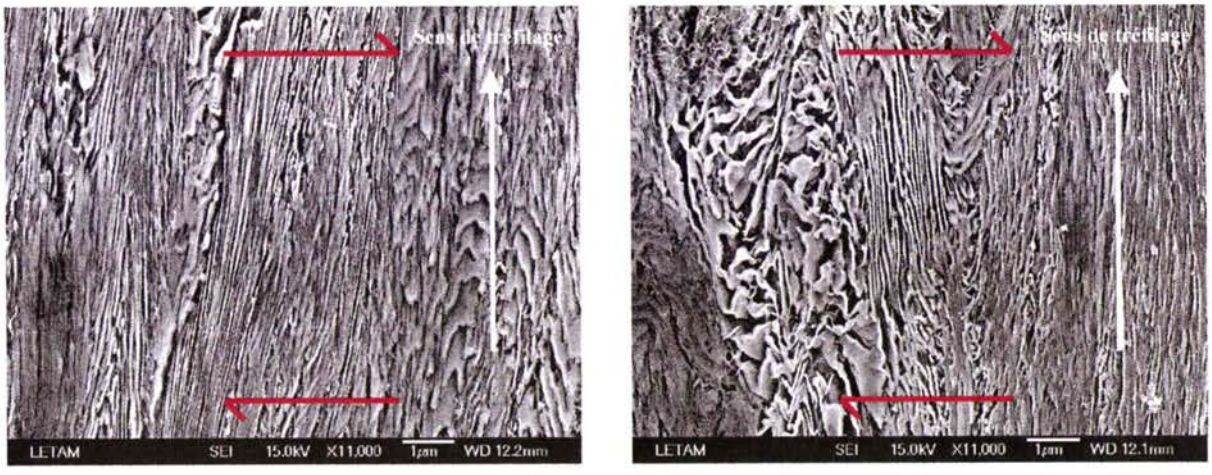



*Figure III.22 : Fil d'acier perlitique, torsion directe $\gamma = 0,3$ (MEB, électrons secondaires)*

On observe dans la zone « à cœur » une légère inclinaison des lamelles avec l'axe du fil. Elle n'est pas homogène pour l'ensemble de la microstructure observée sur ces deux images. Plus localement, on constate que de nombreuses lamelles sont pliées et fragmentées, surtout au voisinage de la surface.

Globalement, les lamelles sont partagées en trois groupes :

- des lamelles parallèles à l'axe du fil.
- des lamelles inclinées.
- des lamelles pliées et/ou fragmentées.

Les lamelles parallèles à l'axe du fil sont dues au tréfilage et n'ont pas subi les effets de la torsion. On voit qu'elles vont être progressivement remplacées par des lamelles inclinées. Les lamelles pliées et/ou fragmentées ont pour origine de leur morphologie : le tréfilage et/ou la torsion.

Après ce premier état de déformation, on peut constater que la torsion directe va avoir deux effets importants sur la microstructure :

- une inclinaison des lamelles par rapport à l'axe du fil => effet global,
- un pliage, et une fragmentation des lamelles => effet local.

En poursuivant la déformation jusqu'à la rupture du fil, nous obtenons la figure III.23.

**A cœur** **En surface**

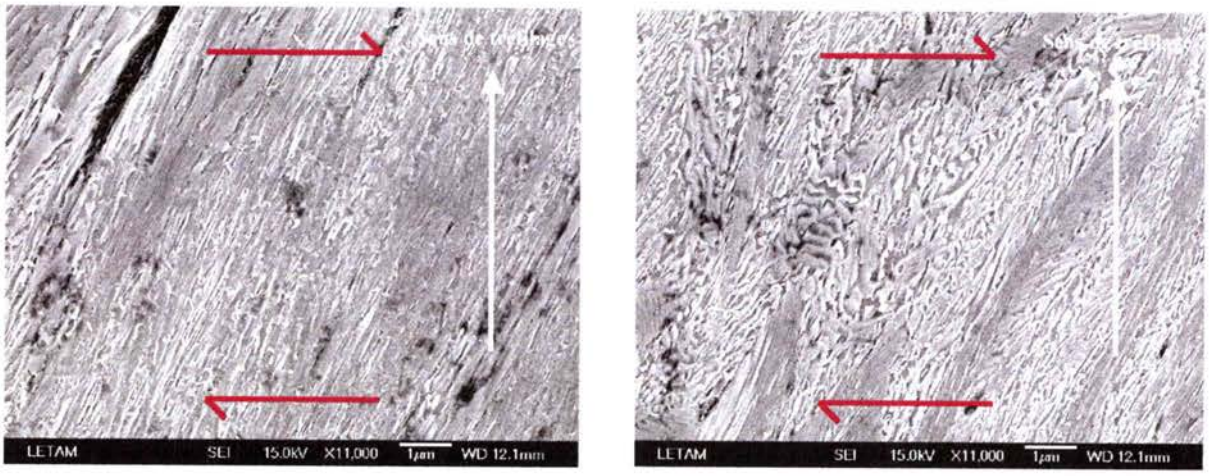



*Figure III.23 : Fil d'acier perlitique, torsion directe $\gamma = 1,4$ (MEB, électrons secondaires)*

Dans cet échantillon, l'inclinaison des lamelles augmente. Il semblerait que l'inclinaison soit plus forte en surface qu'à cœur, mais la différence est très faible. Pour le pliage et la fragmentation des lamelles, ce phénomène est plutôt limité à cœur alors qu'il est très important en surface.

L'étude de l'évolution de la morphologie des grains a permis de mettre en évidence un comportement microstructural particulier des fils d'acier perlitique : les lamelles subissent une inclinaison globale et une fragmentation.

### 1.2. Cas de la torsion inverse :

Lors d'un essai de torsion inverse, après avoir déformé le fil dans un sens positif, peu de temps après l'inversion de sens un front de déformation apparaît. Comme pour l'étude de la texture, il a été nécessaire d'analyser les deux parties du fil séparées par ce front. La figure III.24 présente la partie A (avant le passage du front) du fil vu au MEB.

**A cœur** **En surface**

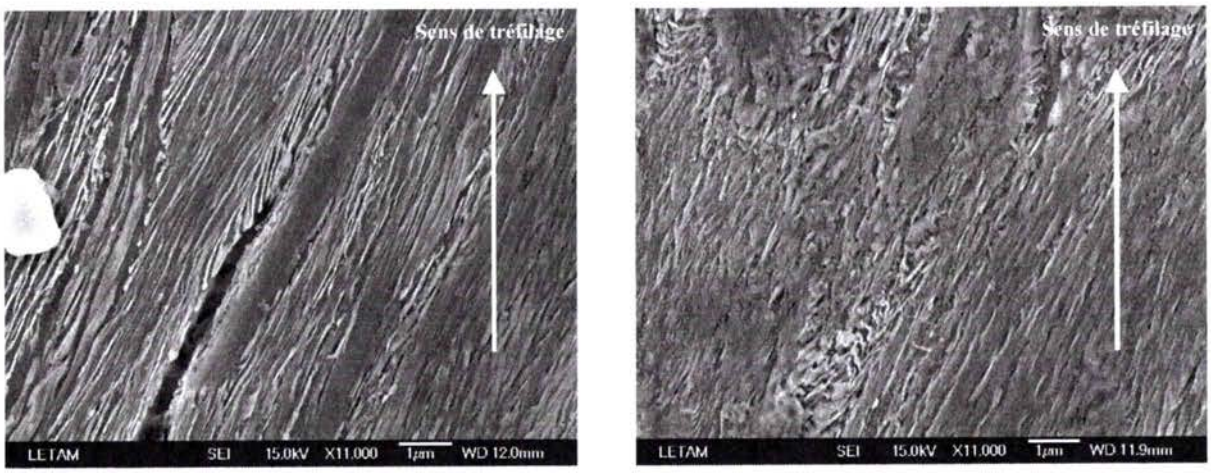



*Figure III.24 : Torsion inverse $\gamma = 1,13$ puis $\gamma = -1,13$, partie A (MEB).*

L'inclinaison des lamelles à cœur et en surface est proche de celle observée lors de la torsion directe. Le nombre de lamelles pliées et fragmentées est faible. En considérant la partie B du même fil (figure III.25) on observe une microstructure différente.

**A cœur** **En surface**

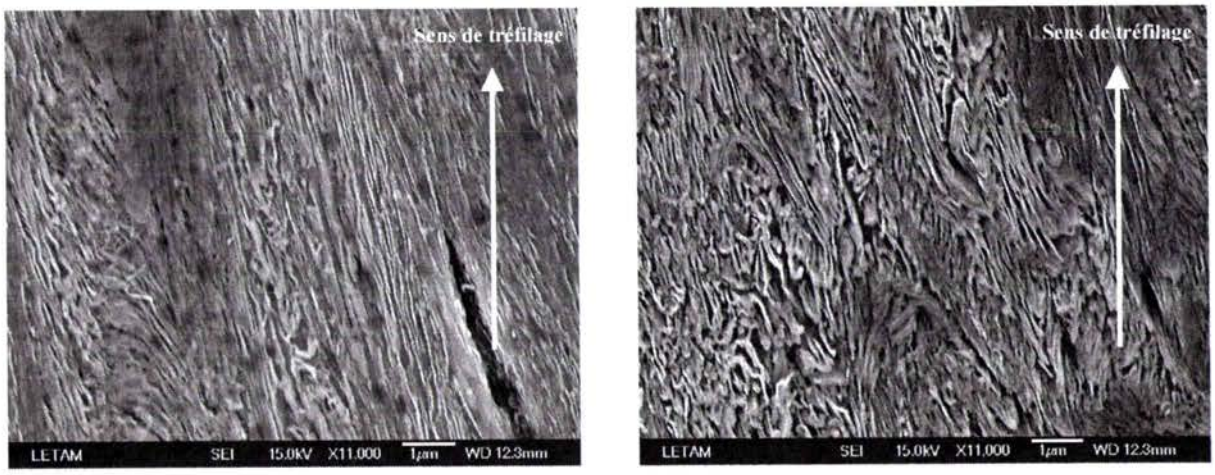



*Figure III.25 : Torsion inverse $\gamma = 1,13$ puis $\gamma = -1,13$, partie B (MEB).*

On constate que la microstructure change brutalement : on observe une inversion de l'inclinaison des lamelles au passage du front de déformation. De plus, la surface du fil présente une proportion de lamelles pliées et fragmentées importante.

En poursuivant la déformation, il est intéressant de voir que l'inclinaison ne change plus. La figure III.26 montre une image du cœur du fil déformé à $\gamma$ = 1,13 puis $\gamma$ = -1,73 (seule la partie B du fil est présentée). Dans cette image, l'inclinaison des lamelles semble être constante dans la partie B du fil pendant la torsion inverse.

**A cœur**

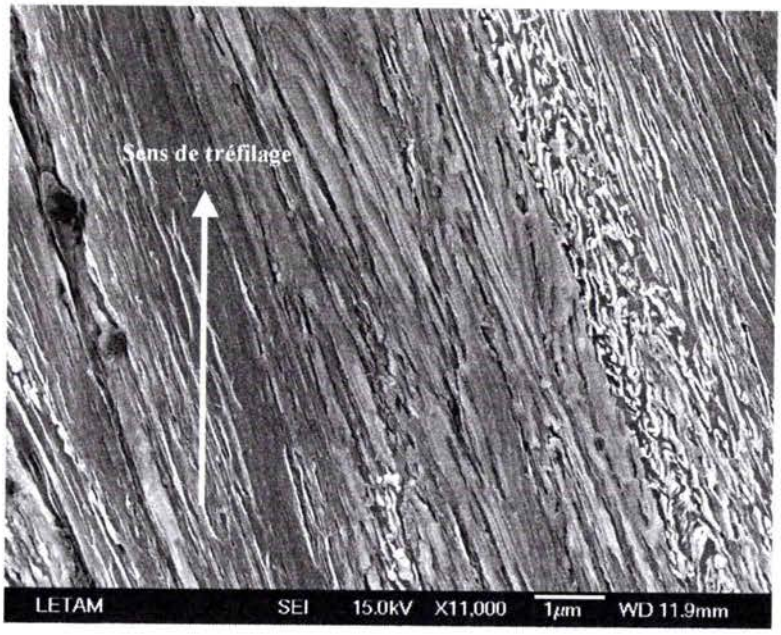


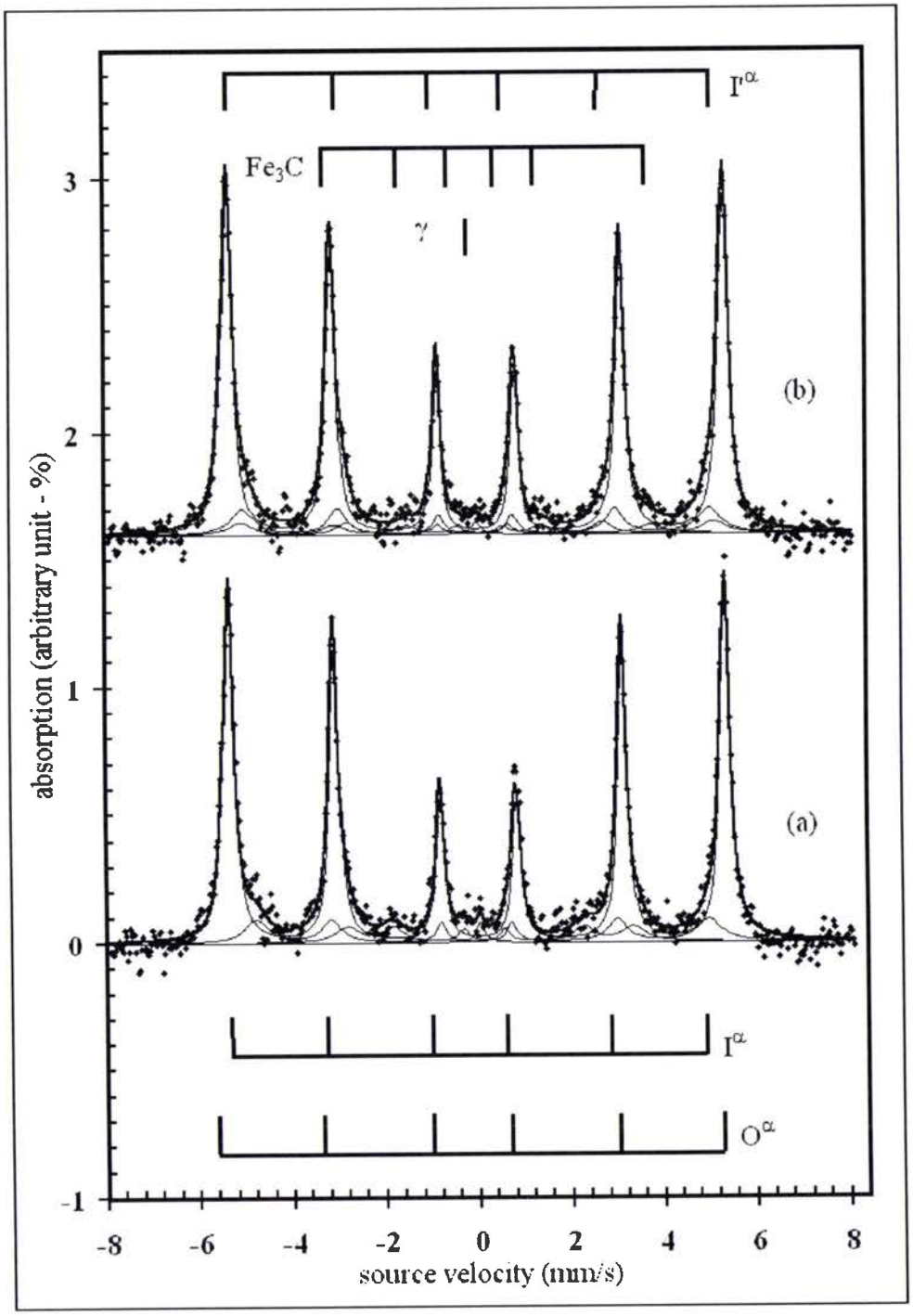

*Figure III.26 : Torsion inverse $\gamma$ = 1,13 puis $\gamma$ = -1,73, partie B (MEB).*

Sur toutes ces images, il apparaît que la morphologie de la microstructure n'évolue pas dans la partie B. Le phénomène observé durant la torsion inverse apporte une déformation très hétérogène (apparition de deux parties distinctes sur le fil) difficilement explicable pour l'instant. C'est pourquoi l'analyse de la microstructure sera développée plus tard dans le chapitre IV à la lumière d'éléments complémentaires.

## 2. Etude de la dissolution de la cémentite :

Pour caractériser une éventuelle dissolution de la cémentite au cours de la torsion, nous avons pu effectuer des expériences par spectrométrie Mössbauer. Seulement deux échantillons ont été analysés de la sorte. Le premier échantillon est issu d'un fil brut de tréfilage, il va donc servir de référence. Le deuxième correspond à un fil ayant subi le maximum de déformation en torsion, soit une déformation cumulée en torsion directe et inverse d'environ $\gamma = 2$ ($\gamma = 0,8$ puis $\gamma = -1,2$).

Le but de ce paragraphe n'est donc pas de décrire une évolution complète mais simplement de savoir si oui ou non la cémentite se dissout. Les spectres d'émission des rayons X des deux échantillons sont présentés dans la figure III.27. Ces spectres ont été analysés à l'aide de lorentziennes et il a été mis en évidence des environnements fer dans le cas de la ferrite ayant 0 premier voisin carbone ($0^{\alpha}$) ou 1 premier voisin carbone ($I^{\alpha}$ et $I'^{\alpha}$), ainsi que des atomes de fer appartenant à l'austénite $\gamma$ et des fers possédant deux premiers voisins carbone dans la phase $Fe_3C$.




a) Fil tréfilé.
b) Fil tréfilé torsionné en sens direct ($\gamma$ = 0,8) et inverse ($\gamma$ = -1,2).

*Figure III.27 : Spectres d'émission mesurés par spectrométrie Mössbauer à 20°C.*

Le tableau III.28 récapitule les résultats obtenus par l'analyse des spectres Mössbauer.

| | ***Fil brut de tréfilage*** | | ***Fil déformé en torsion*** | |
|---|---|---|---|---|
| Phases | Proportion de phase (%) | Concentration en carbone (at %) | Proportion de phase (%) | Concentration en carbone (at %) |
| Ferrite | 90.6 ± 3 | 2.28 ± 0.2 | 94.6 ± 4 | 3.29 ± 0.2 |
| $Fe_3C$ | 8.5 ± 1.5 | 25 | 4.8 ± 1.5 | 25 |
| Austénite | 0.9 ± 0.3 | - | 0.6 ± 0.3 | - |
| Proportion totale de C | 0.9 ± 0.3 in wt % | | 0.95 ± 0.3 in wt % | |

*Tableau III.28 : Récapitulatif de l'analyse par spectrométrie Mössbauer.*

La concentration en carbone contenue dans la cémentite a été fixée à 25% at., ce qui correspond à la stœchiométrie du carbure de fer $Fe_3C$. Cette hypothèse forte est validée par la littérature *(DELRUE, 1997)* qui précise que le carbure de fer reste dans sa forme stœchiométrique dans les conditions où nous l'utilisons (température inférieure à 200°C). Expérimentalement parlant, la détection des autres formes de carbure de fer hors équilibre, comme le carbure de Hägg qui se forme en dessous de 230°C, est à la limite de la résolution du procédé de caractérisation.

Pour l'échantillon de référence, on constate que le taux de cémentite est de 8,5 % at. ± 1,5 %. Or un acier 100% perlitique possède 12% de cémentite. Il y a donc 4% d'écart environ avec notre acier. Mais l'échantillon de référence est brut de tréfilage, soit $\varepsilon = 2$. A ce stade, il est normal d'avoir une dissolution déjà présente (cf. Chapitre I). C'est pourquoi en regardant le taux de carbone contenu dans la ferrite, on s'aperçoit qu'il est de 2,3 % at. ± 0.2, ce qui est bien supérieur à la solubilité du carbone dans la ferrite à température ambiante (0,1% at.). En tenant compte de cette dissolution, on retrouve un résultat proche des 12% de cémentite initialement présente dans un acier perlitique. Le carbone est donc passé de la cémentite à la ferrite lors du tréfilage. Ceci est en accord avec la littérature déjà étudiée au Chapitre I.

D'après la littérature, la dissolution de la cémentite semble liée aux mouvements des dislocations. Nous proposons alors une interprétation de la présence du carbone en sursaturation dans la ferrite. En tréfilage, les dislocations se déplacent dans le matériau jusqu'à être fixées par les atomes interstitiels (relâchés par la dissolution de la cémentite), ou bloquées à l'interface de lamelles ou de grains. Les atomes de carbone peuvent ainsi passer dans la ferrite par l'intermédiaire des dislocations. La mobilité des dislocations dans cette première étape de déformation par tréfilage favorise la diffusion des atomes de carbone jusqu'à les bloquer dans la ferrite. Les dislocations apparaissent comme un moyen de transférer des atomes de carbone de la cémentite vers la ferrite. Ceci explique la concentration de carbone dans la ferrite (2,3 % at. ± 0,2) qui est bien supérieure à la concentration du carbone à l'équilibre (0,1% at.).

Ce qui est intéressant dans cette étude, c'est que la dissolution de la cémentite se produit également durant la torsion. Le taux de cémentite de l'échantillon déformé en torsion ($\gamma = 2$) est de 4,8 % ± 1,5 %, alors qu'il est de 8,5 % ± 1,5 % pour l'échantillon de référence. De plus, le taux de carbone contenu dans la ferrite augmente encore à ce stade de déformation. On peut donc en conclure que la cémentite a subi une dissolution, et que son

carbone passe dans la ferrite. 40 à 50% de cémentite se dissout entre le fil brut de tréfilage et celui déformé presque à rupture en torsion inverse.

Le mécanisme décrit dans le cas du tréfilage peut s'appliquer dans le cas de la torsion pour expliquer le taux de carbone important contenu dans la ferrite. Les dislocations servent de moyen de passage des atomes de carbone vers la ferrite. De plus, ce mécanisme est renforcé par l'élévation de la température constatée pendant la torsion (cf. chapitre IV). Nous savons que la température atteinte en torsion inverse est de l'ordre de 90°C. Cette température favorise la diffusion des atomes interstitiels et la mobilité des dislocations qui sont, d'après nous, les vecteurs de la sursaturation de la ferrite en carbone.

## V. Conclusions de la partie A :

L'étude de la texture réalisée par LIU *(2001)* a permis de décrire complètement quelles sont les évolutions des orientations de la ferrite selon la zone du fil (cœur, surface...) au cours de la torsion directe et inverse. Il a également mis en évidence l'importance du type de texture sur la tenue des fils d'acier perlitique en torsion. L'étude de l'évolution de la texture de la cémentite en torsion permet de compléter les données relatives à la texture des fils d'acier perlitique.

Pour avoir une description plus complète de l'état de la microstructure en torsion directe et inverse, une analyse par imagerie au MEB est faite. Ainsi, une forte corrélation entre les observations réalisées avec la texture et celles réalisées en imagerie est possible. Autrement dit, la microstructure subie une rotation autour du rayon du fil tout au long de la torsion directe. Lorsque la torsion inverse commence, deux parties se distinguent sur le fil séparées par un front. Une partie A qui n'a pas subi le passage du front de déformation et une partie B qui l'a subi. La partie A est soumise à une faible détorsion, alors que la partie B semble rester quasiment immobile. Par conséquent, la déformation se passe majoritairement à l'interface des deux zones. On parle de localisation de la déformation.

Finalement, la dissolution de la cémentite est abordée pour compléter la caractérisation de la microstructure en torsion. Il apparaît que la cémentite se dissout dans la ferrite à hauteur de 40 à 50%.

A ce stade, la caractérisation de la microstructure des fils d'aciers perlitiques est réalisée d'un point de vue des textures et de la morphologie des grains. La cémentite étant l'un des composés dans ce type d'acier, nous allons poursuivre cette étude dans le cas des aciers bas carbone pour limiter l'influence de cette dernière. Ainsi, nous allons étendre la connaissance du comportement microstructural des aciers perlitiques en torsion au cas général des aciers ferritiques.

# B. Cas des aciers bas carbone tréfilés :

## I. Introduction :

Après avoir caractérisé les évolutions microstructurales de fils d'acier perlitique, nous nous intéressons à des fils fins d'acier bas carbone. L'acier utilisé contient 0,1% C en masse et est de qualité commerciale (cf. chapitre II).

L'intérêt de ce matériau réside dans sa faible teneur en carbone, et donc en cémentite. Le but de ce chapitre est de caractériser ce fil en torsion directe et inverse de la même manière que l'acier perlitique.

L'analyse de l'évolution de la texture cristallographique en torsion directe et inverse de ces fils va nous permettre de déterminer l'influence du taux de carbone sur cette évolution. De la même façon, l'analyse de la microstructure par des techniques de microscopie nous donnera également l'influence du taux de carbone sur les évolutions de la microstructure. Un autre intérêt de l'étude par microscopie est la caractérisation du front de déformation observé lors de la torsion inverse. Il est intéressant de savoir si le taux de carbone influence sa formation.

Finalement, nous étudions aussi un acier bas carbone à <0,1% C en masse à l'état recuit (cf. chapitre II). L'influence de l'écrouissage et de la forme des grains sur l'évolution de la texture cristallographique en torsion sera aussi examinée. Nous nous intéressons également à l'éventuelle formation du phénomène de localisation de la déformation en torsion inverse sur ce type d'acier.

Nous terminons cette introduction par une présentation générale du déroulement d'un essai de torsion inverse. Durant la première phase de rotation en sens « positif », on se trouve dans le cas simple de l'essai de torsion classique. Après l'inversion de la rotation, le fil commence une phase de « détorsion » comparable à la torsion précédemment subie mais cette fois en sens opposé. Au bout de quelques dizaines de tours, la déformation se localise en prenant la forme d'un front qui divise le fil en deux parties. La figure III.29 schématise ce phénomène.

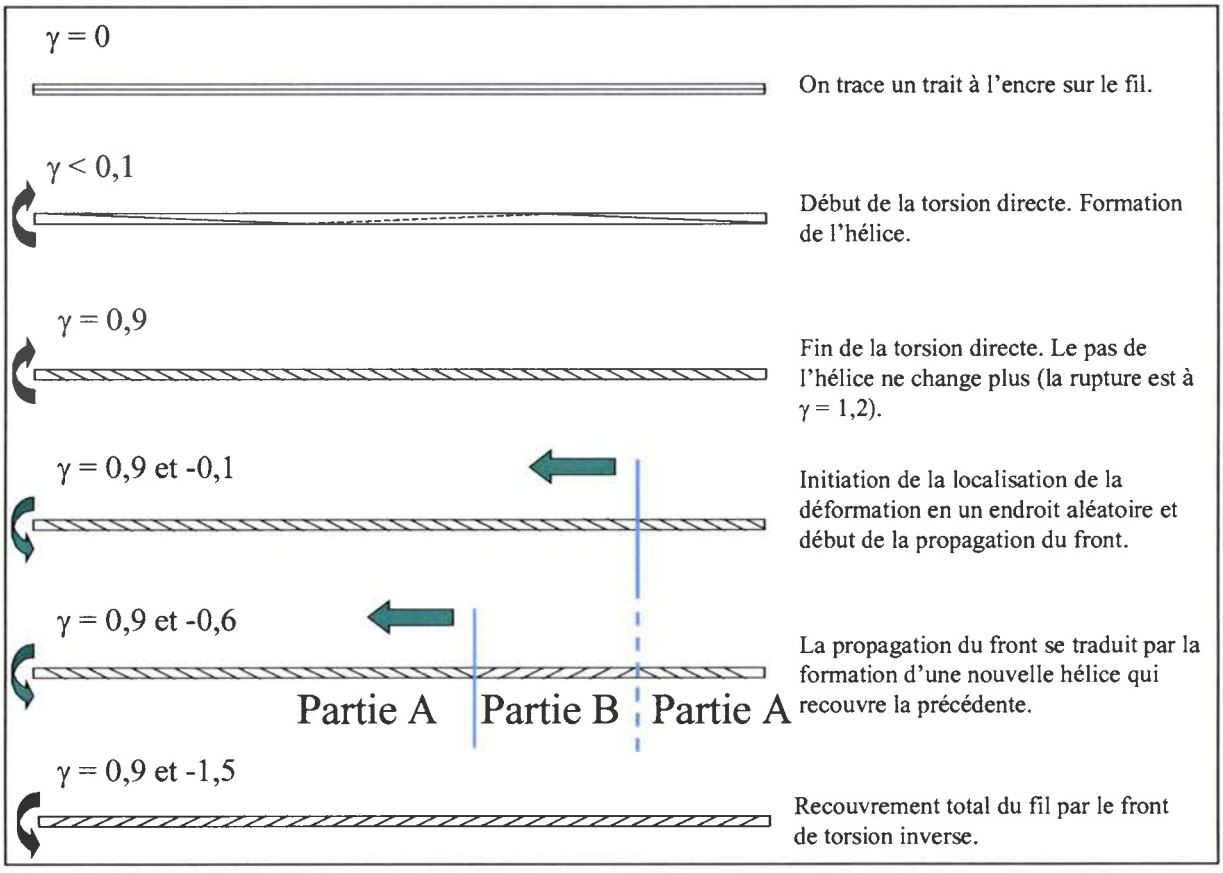



*Figure III.29 : Schématisation d'un essai de torsion inverse.*

La déformation se localise en un endroit aléatoire et se dirige vers le moteur du banc d'essai. Cependant, le front de déformation recouvre systématiquement toute la longueur du fil. En effet, dès qu'il atteint un mors du banc d'essai, le phénomène redémarre dans la partie du fil non recouverte et dans un sens aléatoire.

## II. Etude de l'évolution de la texture en torsion directe et inverse :

Pour connaître l'influence du taux de carbone sur l'évolution de la texture de la ferrite, nous avons réalisé des figures de pôles par diffraction des rayons X. Le protocole suivi est expliqué dans le chapitre II. Nous décrivons dans un premier temps les orientations préférentielles par l'intermédiaire des figures de pôles (110) de la ferrite. Dans un deuxième temps, l'évolution de la texture est comparée à celle des fils d'acier perlitique.

*Remarque :*
*Le sens de rotation utilisé dans les essais de torsion de ce paragraphe sont inversés par rapport à l'étude de LIU sur l'acier perlitique. C'est à dire que son sens positif correspond à notre sens négatif. Ceci n'altère en rien les résultats qui suivent.*

## 1. Orientations préférentielles :

### 1.1. La torsion directe :

L'évolution de la texture cristallographique d'un acier bas carbone en torsion directe est obtenue en analysant six échantillons : le premier est brut de tréfilage et le dernier est rompu en torsion directe ($\gamma = 1,2$). Les quatre autres sont déformés à des taux intermédiaires et régulièrement répartis (toutes les figures de pôles sont en annexe C).

Nous rappelons que nous utilisons la même nomenclature que celle employée par BACZYNSKI *(1996)* (cf. chapitre I) : où (hkl)[uvw] désigne le plan cristallographique parallèle au plan de cisaillement, et la direction cristallographique parallèle à la direction de cisaillement.

La figure III.30 regroupe les figures de pôles (110) de la ferrite de trois échantillons aux taux de déformation suivants : $\gamma = 0$, $\gamma = 0,45$, $\gamma = 0,9$.

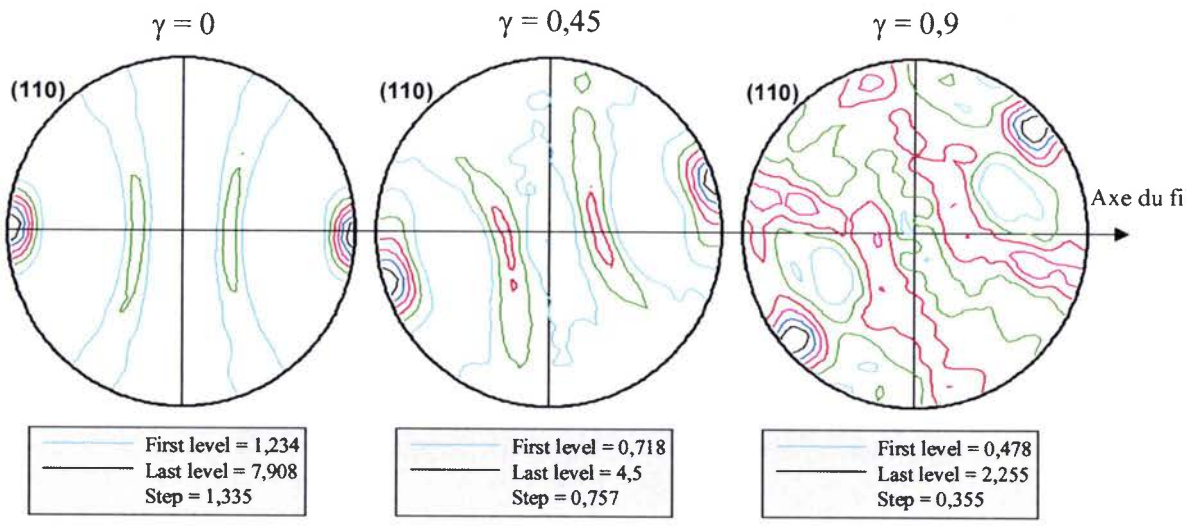



*Figure III.30 : Figures de pôles (110) de la ferrite, acier bas carbone, torsion directe.*

En premier lieu, on constate que les pôles subissent une rotation autour de la normale des figures de pôles. Les composantes observées sont des fibres. Pour déterminer ces orientations précisément, nous avons recours à des projections stéréographiques, comme dans le cas de la texture de la cémentite. La figure III.31 présente les trois projections correspondant aux trois figures de pôles précédentes.

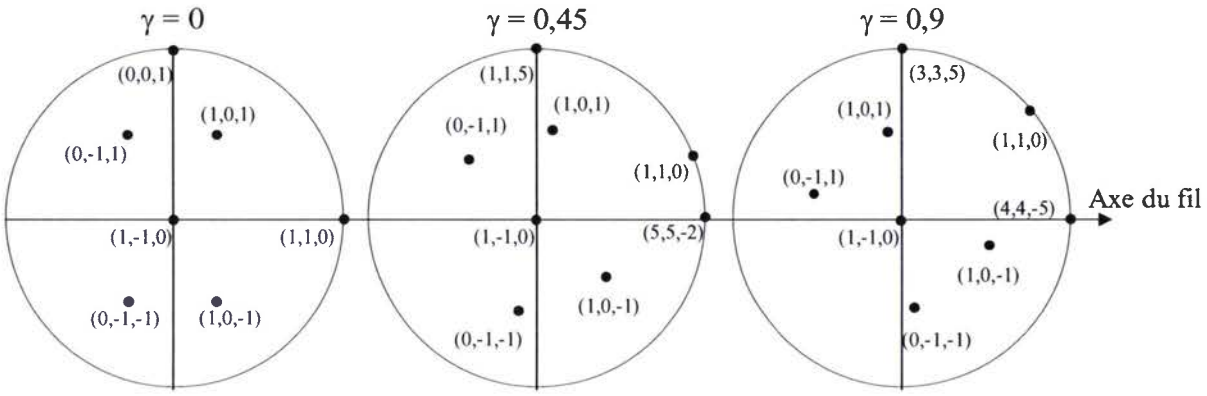



*Figure III.31 : Projections stéréographiques des plans (110) de la ferrite, torsion directe.*

On obtient pour le fil brut de tréfilage une fibre de type {110}<uvw>. Au cours de la torsion , elle tourne autour du rayon du fil.

Nous indexons par la suite les composantes de texture suivantes :

- $\gamma = 0,3$ => la fibre initiale a tourné d'un angle de 10°
- $\gamma = 0,6$ =>La fibre a tourné de 26°.
- $\gamma = 0,9$ => superposition de la fibre tournée de 41° et d'une texture de torsion $(44\bar{5})[335]$.
- $\gamma = 1,2$ => texture de torsion $(22\bar{3})[445]$ (rupture normale).
- $\gamma = 1,35$ => texture de torsion $(22\bar{3})[445]$ (sur-torsion).

A $\gamma = 0,6$, nous observons une fibre « tournée », cependant à $\gamma = 0,9$ on remarque qu'une nouvelle composante de texture se superpose à la fibre : c'est une texture de torsion. Ceci se confirme à la rupture du fil ($\gamma = 1,2$) où il ne reste plus que quelques points d'intensité à l'endroit de l'ancienne fibre.

Parallèlement à ce changement de type d'orientation, la rotation des figures se poursuit. Pourtant, il semble y avoir un ralentissement dans cette rotation. La texture du fil à $\gamma = 1,2$ pourrait être considérée comme une texture limite. Pour le vérifier, nous avons effectué un essai de sur-torsion. Il consiste à rompre le fil une première fois en torsion directe, puis à refaire un essai de torsion sur une partie de ce fil rompu. On identifie alors la même composante de texture que dans le cas de la rupture normale du fil : la texture de torsion $(22\bar{3})[445]$ est bien une texture limite. Elle est proche de la texture $(11\bar{2})[111]$ (composante D1).

### 1.2. La torsion inverse :

De la même façon que pour la torsion directe, les textures cristallographiques du fil ont été évaluées. Dans un premier temps, la partie A du fil a été analysée, c'est à dire la partie du fil qui n'a pas encore subi le passage du front de déformation. Les figures III.32 et III.33 présentent les figures de pôles (110) des parties A. Les taux de déformation sont notés en positif pour la torsion directe et en négatif pour la torsion inverse.

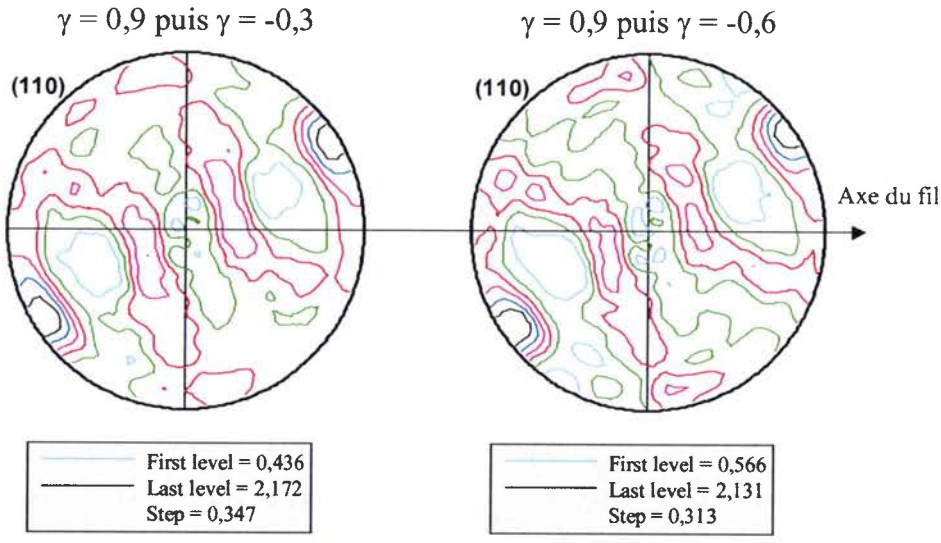



*Figure III.32 : Figure de pôles (110) de la ferrite, acier bas carbone, torsion inverse zone A.*

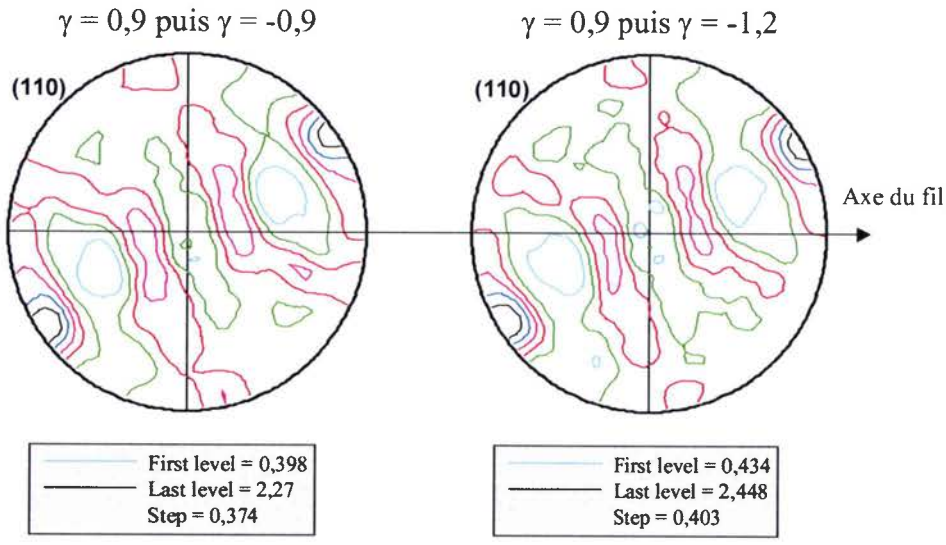
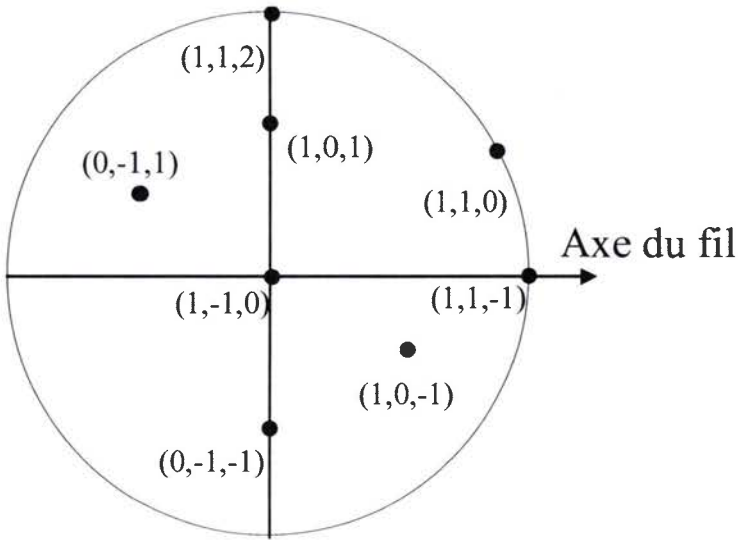



*Figure III.33 : Figure de pôles (110) de la ferrite, acier bas carbone, torsion inverse zone A.*

Dans ces quatre états de déformation, la rotation est de Ω' = 35° alors que l'échantillon déformé à γ = 0,9 en torsion directe a une rotation de Ω' = 41°. On constate une légère détorsion homogène sur toute la longueur du fil qui correspond à la phase de torsion inverse sans localisation de la déformation.

Une fois le front de déformation formé, la texture reste stable : on est en présence d'une orientation limite. A partir du moment où la déformation se localise, il semble que de

part et d'autre du front de déformation rien ne bouge. Pour déterminer l'orientation limite correspondante à ces figures de pôles, nous utilisons encore la projection stéréographique comme le montre la figure III.34.




Torsion inverse partie A

*Figure III.34 : Projection stéréographique, acier bas carbone, torsion inverse, zone A.*

Pour cette partie du fil, on peut indexer deux composantes superposées : une fibre partielle {110}<uvw> tournée de 33° par rapport à l'axe du fil, et une texture de torsion $(11\bar{1})[112]$.

Les mêmes mesures ont été réalisées pour la partie B du fil. Les figures III.35 et III.36 regroupent les figures de pôles (110) de la ferrite.

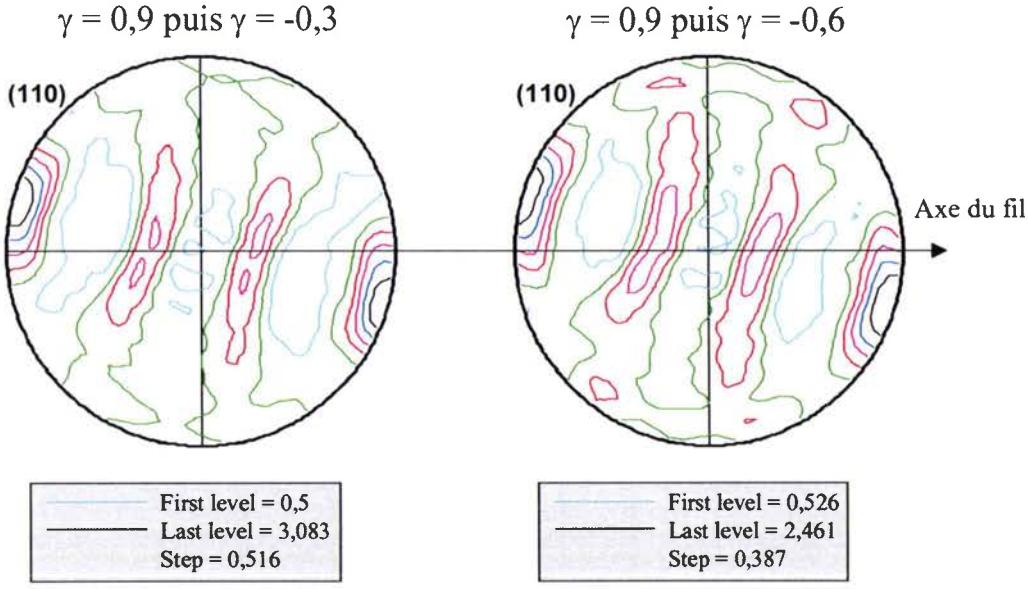



*Figure III.35 : Figure de pôles (110) de la ferrite, acier bas carbone, torsion inverse zone B.*

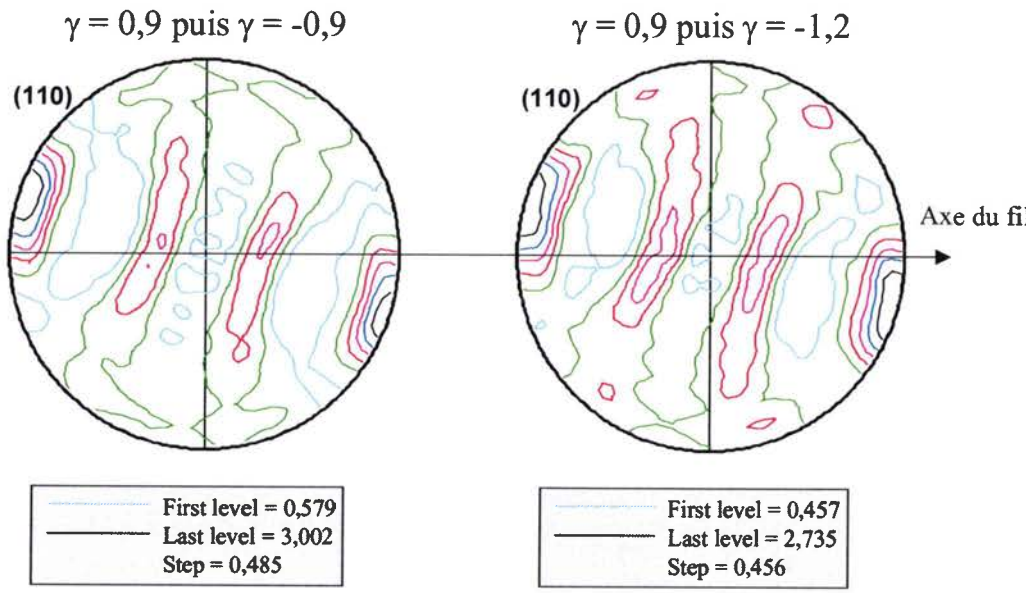



*Figure III.36 : Figure de pôles (110) de la ferrite, acier bas carbone, torsion inverse zone B.*

Pour la partie B, on constate également que la texture reste stable. Le « basculement » de texture observé dans l'acier perlitique est aussi visible. L'identification de l'orientation préférentielle est indexée dans la figure III.37.

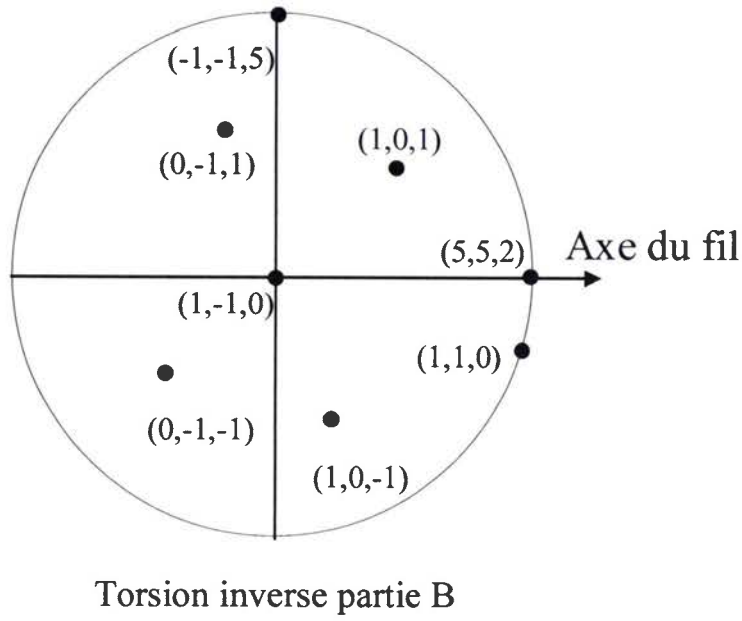



*Figure III.37 : Projection stéréographique, acier bas carbone, torsion inverse, zone B.*

L'indexation donne comme pour la partie A du fil une superposition de composantes : une fibre partielle {110}<uvw> tournée de -17° par rapport à l'axe du fil, ainsi qu'une texture de torsion de type $(552)[\bar{1}\,\bar{1}\,5]$.

L'évolution des orientations préférentielles d'un acier bas carbone est semblable à celle observée lors de l'étude d'un acier perlitique. Une texture de fibre {110}<uvw> (après tréfilage) va tourner autour du rayon du fil puis une texture de torsion va se superposer à elle progressivement. A la rupture du fil en torsion directe, seule une texture de torsion limite est présente.

La torsion inverse présente la même caractéristique importante qui est le basculement de la texture au passage d'un front de déformation. Cependant, une différence apparaît entre les deux matériaux : il existe une faible rotation Ω' en torsion inverse dans le cas de l'acier perlitique. En effet, avec l'acier bas carbone, aucune modification de la texture (sur une partie donnée) n'a été détectée lors de la torsion inverse. Cette différence peut venir de la précision de la méthode employée par LIU que nous avons déjà soulevée dans le paragraphe A.II.3 de ce chapitre.

## 2. Analyse de l'évolution de la texture :

Pour caractériser l'évolution de la texture cristallographique de l'acier bas carbone en torsion, nous nous intéressons aux rotations des figures de pôles. Il devient alors facile de comparer les résultats pour différents matériaux. Quelques coupes de la fonction de distribution des orientations sont présentées en annexe G à titre de comparaison.

Dans un premier temps, les rotations Ω' sont mesurées dans le cas de l'acier bas carbone seul. Dans un deuxième temps, différentes nuances d'acier sont comparées. Finalement, les indices de textures sont analysés pour compléter l'étude sur l'évolution de la texture.

### 2.1. Evolution des rotation Ω' : acier bas carbone.

- En torsion directe :

Comme nous l'avons expliqué dans le chapitre II, pour évaluer la rotation Ω' nous mesurons l'azimut du centre des pôles intenses situés entre 80° et 90° de déclinaison. Ainsi, chaque mesure de texture nous donne une valeur de rotation Ω'. En traçant la courbe de cette rotation en fonction de la déformation en cisaillement subie par le fil, nous pouvons suivre son évolution. L'intérêt majeur est de compiler l'évolution de la texture dans un unique graphique. La figure III.38 présente ce graphique établi pour l'acier bas carbone en torsion directe.

Pour créer ce graphique, nous avons effectué onze analyses de texture par diffraction des rayons X. Un point correspond à une mesure. On constate que l'évolution des rotations Ω' ne suit pas une loi linéaire comme cela avait été montré par LIU mais semble suivre la même rotation que celle que nous avons observé dans le cas du steelcord. La courbe tracée décrit une « sigmoïde » : le point de changement de courbure se situe à environ $\gamma = 0,6$.

A partir de $\gamma = 1$, la courbe atteint un plateau. Nous avions précédemment remarqué ce phénomène dans la description des textures : le matériau atteint une texture limite qui est $(22\bar{3})[445]$ proche de $(11\bar{2})[111]$ qui est la composante D1.

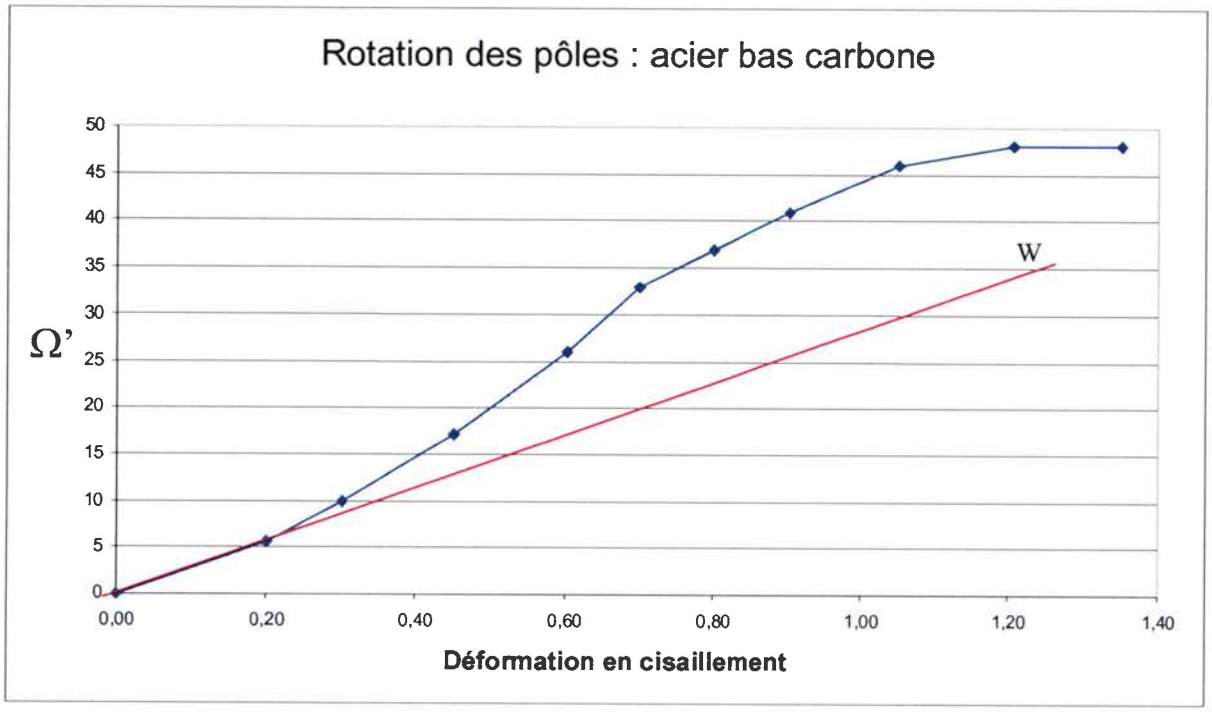



*Figure III.38 : Rotation Ω', acier bas carbone, torsion directe.*

L'analyse de la courbe Ω'=f(γ) peut se décomposer en trois parties distinctes qui ont une évolution différentes :

- la première correspond à l'intervalle compris entre $\gamma = 0$ et $\gamma = 0{,}4$, où $W = \Omega'$.
- la seconde se situe au-delà de $\gamma = 0{,}4$, où $W \neq \Omega'$.
- La troisième est le plateau se trouvant après $\gamma = 1$.

Analysons la texture cristallographique de l'acier bas carbone de ces deux intervalles par l'utilisation de sections de la fonction de distribution des orientations. La figure III.39 représente quatre sections de la FDO faites à $\varphi_2$ constant d'un fil brut de tréfilage.

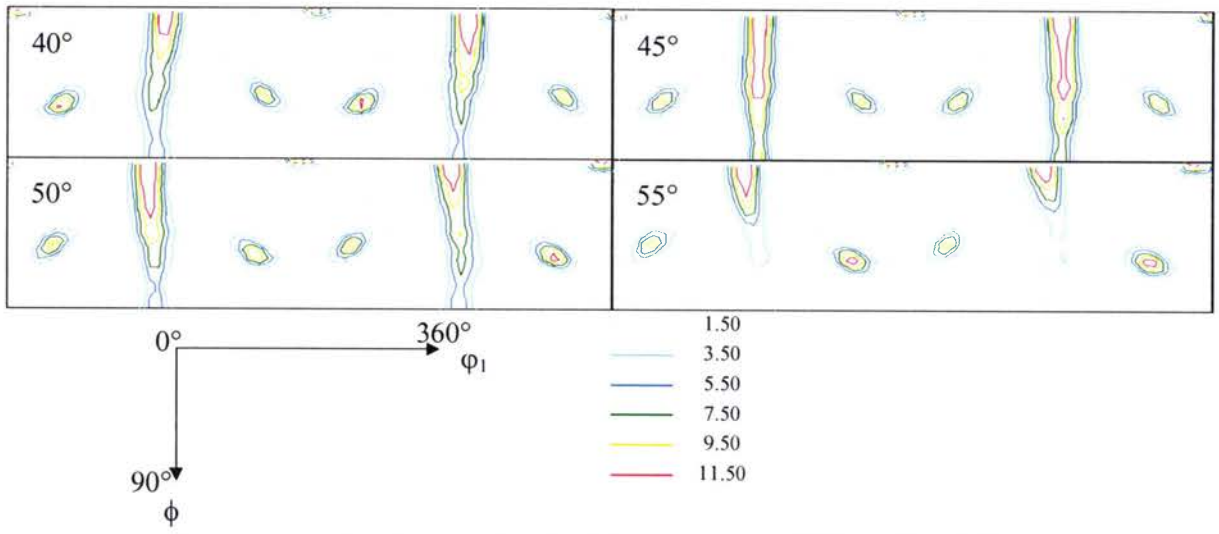



*Figure III.39 : Coupes de la FDO, $\varphi_2$ constant, fil brut de tréfilage.*

Ces coupes de la FDO nous permettent de visualiser clairement la texture de fibre issue du tréfilage. La figure III.40 représente les mêmes sections de la FDO pour un échantillon soumis à une torsion directe de $\gamma = 0,3$.

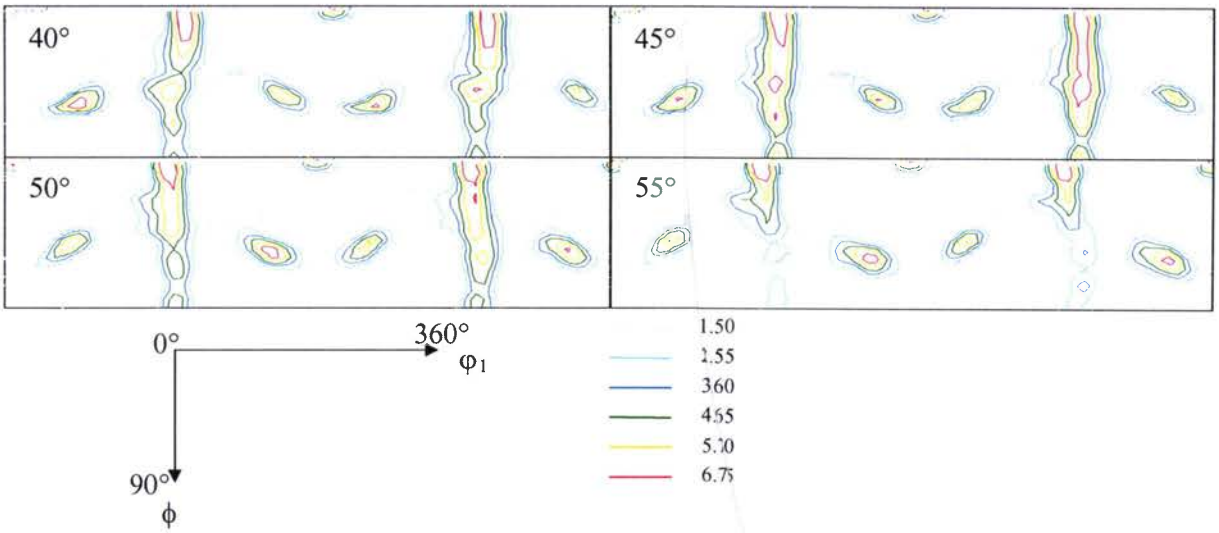



*Figure III.40 : Coupes de la FDO, $\varphi_2$ constant, $\gamma = 0,3$.*

Dans ces coupes de la FDO, on constate la présence d'une texture de fibre, mais elle a subit une rotation autour de $\varphi_1$. Ce résultat correspond aux précédents résultats lors de l'analyse des figures de pôles dans lesquelles la rotation de la fibre est clairement établie. On peut également voir dans cette figure que la fibre est légèrement moins marquée que dans le cas du fil tréfilé.

En regardant la figure III.41 correspondant à un échantillon ayant été déformé à $\gamma = 0,6$ on peut constater l'évolution de la texture cristallographique dans le deuxième intervalle.

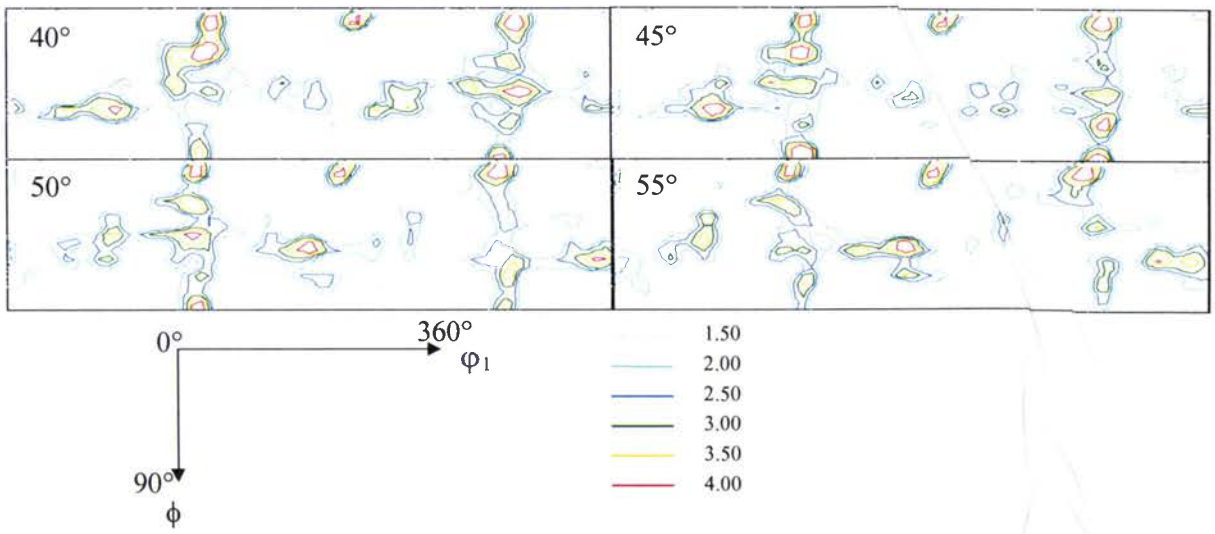



*Figure III.41 : Coupes de la FDO, $\varphi_2$ constant, $\gamma = 0,6$.*

Cette figure nous permet de mettre en évidence le délitement de la fibre au profit d'une nouvelle composante de texture correspondant à du cisaillement. Le passage de la première partie de la courbe à la seconde se fait par la disparition progressive de la fibre tournée.

La première partie de la courbe $\Omega'=f(\gamma)$ (jusqu'à $\gamma = 0,4$ environ) a une évolution qui suit la rotation de corps rigide, $W = \Omega'$, (cf. figure III.38 et annexe H) imposée par l'essai. Cette rotation est représentée par une fibre qui tourne autour du rayon du fil. Lorsque $W \neq \Omega'$ à partir de $\gamma = 0,4$, on associe cette évolution différente à la disparition de la fibre au profit d'une texture de cisaillement qui apparaît progressivement jusqu'à la fin de l'essai de torsion.

La première partie de la courbe est donc le reflet d'un comportement d'ensemble de la microstructure. On peut penser que les lamelles qui composent le matériau tréfilé s'inclinent sous l'effet de la torsion en gardant une cohésion d'ensemble. Lorsque la déformation dépasse un certains seuil ($\gamma = 0,4$), le cisaillement reprend le dessus et la texture de fibre disparaît : on peut alors penser que les lamelles ne conservent plus leur cohésion d'ensemble.

La fin de la courbe montre qu'il n'y a plus d'évolution notable de la texture cristallographique à partir de $\gamma = 1$.

- En torsion inverse :

La même démarche a été conduite dans le cas de la torsion inverse. Les deux parties du fil se distinguant pendant l'essai ont été mesurées séparément. La figure III.42 montre le graphique de la rotation $\Omega'$ en fonction de la déformation en cisaillement en torsion inverse.

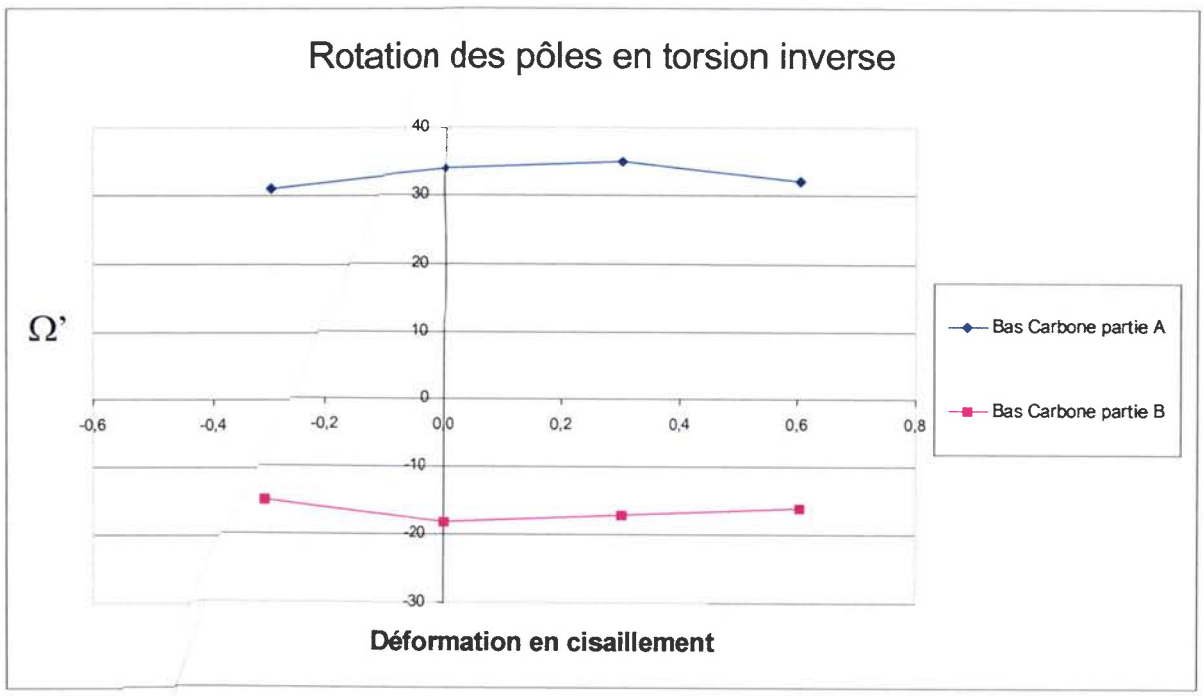



*Figure III.42 : Rotation Ω', acier bas carbone, torsion inverse.*

Tout d'abord, une précision sur la façon de tracer ce graphique s'impose. Les valeurs de déformation $\gamma$ sont utilisées, par souci de cohérence, de la même manière que LIU l'a fait dans son travail : on ajoute à la valeur de déformation en sens direct celle de torsion inverse. Par exemple, le point de mesure correspondant à $\gamma = 0,9$ puis $\gamma = -0,3$ (partie A ou B) sera le point d'abscisse $\gamma = 0,6$. La prédéformation en sens directe utilisée est toujours de $\gamma = 0,9$ dans les essais de torsion inverse.

De plus, le calcul de la déformation se fait toujours avec la formule suivante :

$$\gamma = \frac{2 \cdot \pi \cdot r \cdot N}{L}$$

On considère que la déformation est homogène à toute la longueur du fil comme en torsion directe. On ne tient donc pas compte de l'aspect très localisé de la déformation. Cette simplification se justifie par le fait qu'il est difficile d'évaluer la déformation locale que subit le fil.

Le fait que la texture d'une même zone ne change pas en torsion inverse apparaît clairement sur ce graphe. Malgré le basculement de la texture entre les deux parties du fil, chaque zone conserve une texture stable.

### 2.2. Comparaison des nuances d'acier :

Pour effectuer la comparaison entre les différentes nuances d'acier, nous superposons sur un même graphique les courbes de rotation Ω' de chaque matériau pour la torsion directe. Ainsi, la figure III.43 rassemble ces courbes.

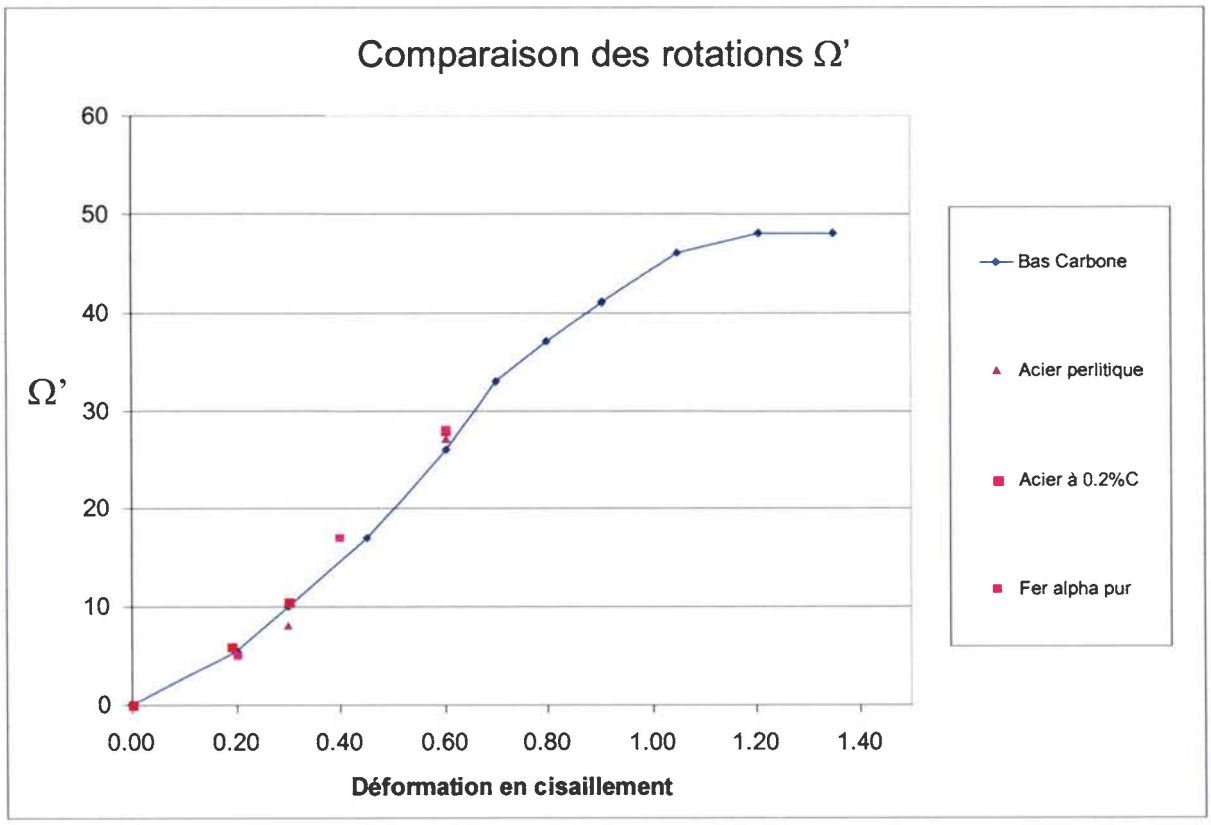



*Figure III.43 : Comparaison des rotations Ω', torsion directe.*

Sur cette figure sont représentés les points de mesure concernant quatre nuances d'acier :

- ➔ Du fer-α pur de qualité commerciale tréfilé (annexe E).
- ➔ Un acier bas carbone à 0,1% de C en masse tréfilé(annexe C).
- ➔ Un acier bas carbone à <0,1% de C en masse tréfilé(annexe D).
- ➔ L'acier perlitique à 0,77% de C en masse tréfilé(annexe F).

Le graphe correspond aux courbes de rotations Ω' des différentes nuances d'acier étudiées et dont la courbe la plus détaillée est celle de l'acier à 0,1 % C en masse. Les courbes de rotation Ω' de ces différentes nuances se superposent en prenant en compte les imprécisions de mesures. Il n'est donc pas possible de classer les rotations Ω' de ces fils d'aciers en fonction de leur teneur en carbone. Par conséquent, nous concluons que la teneur en carbone n'influe pas sur l'évolution de la texture cristallographique de la ferrite. Le phénomène est donc lié à la torsion imposée par l'essai.

Comme précédemment, pour comparer les évolutions des rotations Ω' en torsion inverse, nous rassemblons dans un même graphique les données concernant l'acier perlitique et l'acier bas carbone (figureIII.44).

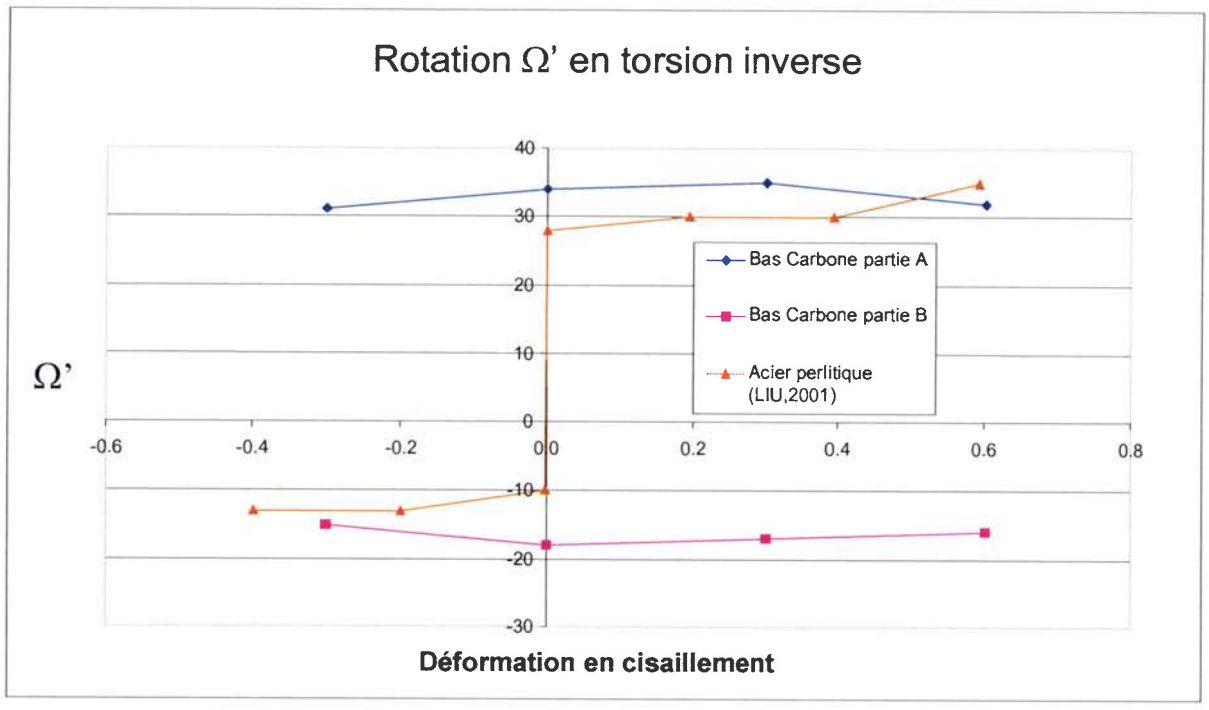



*Figure III.44 : Comparaison des rotations Ω', torsion inverse.*

Les résultats tirés du travail de LIU montrent un basculement de la texture lorsque la déformation en sens directe égale celle en sens inverse. Or ce n'est pas le cas avec l'acier bas carbone. On sait que le basculement de texture apparaît après le passage du front de déformation. Ce front se forme très tôt en torsion inverse. Nous avons donc considéré les parties A et B du fil dès que le front est apparu. Il semblerait que LIU n'ait considéré les deux zones du fil que lorsque la déformation directe égale celle inverse.

A la vue de cet élément, nous pensons que l'évolution de la texture décrite par l'analyse de l'acier bas carbone est plus réaliste que celle fournie par LIU pour l'acier perlitique. Cependant, les mêmes tendances sont observées dans les deux études : un basculement important de la texture sépare deux zones de texture stable avec l'avancement de la déformation.

### 2.3. Evolution des indices de texture :

De manière à compléter l'étude sur l'évolution de la texture, nous proposons d'analyser les indices de texture. La connaissance du renforcement ou de l'affaiblissement de la texture peut donner des informations sur les mécanismes mis en jeu en torsion.

La figure III.45 présente les indices de texture en fonction de la déformation en cisaillement dans le cas de la torsion directe.

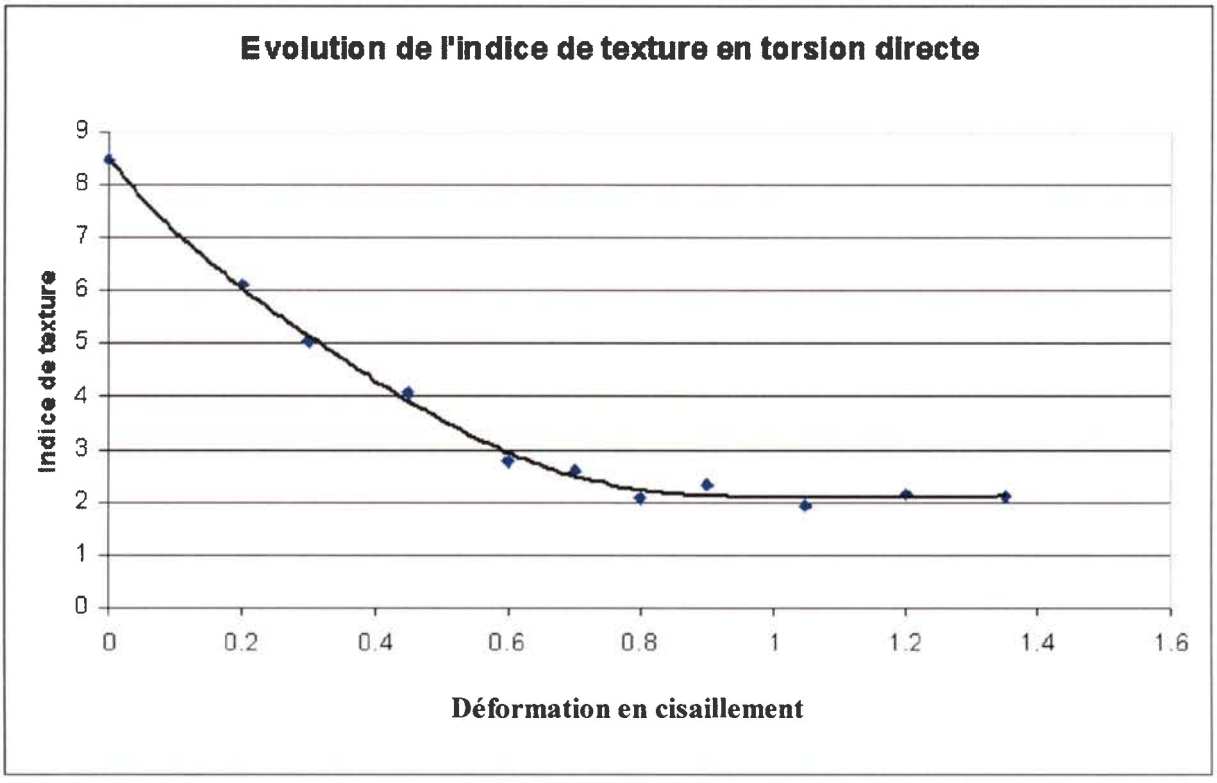



*Figure III.45 : Evolution des indices de texture en torsion directe.*

L'évolution globale de l'acuité de la texture représentée par l'indice de texture est décroissante. On constate que la déformation imposée au fil diminue l'acuité de la texture. A partir de $\gamma = 0,6$, l'indice se stabilise à une valeur située entre 2 et 3.

De la même façon, on peut tracer cette évolution en torsion inverse. La figure III.46 montre le graphe correspondant. Pour les deux parties du fil, les indices de texture restent plutôt stables. Ceux de la partie B sont légèrement plus élevés. Le passage du front de déformation semble donc légèrement renforcer l'acuité de la texture. Les valeurs des indices de texture en torsion inverse sont de l'ordre de celles obtenues en torsion directe pour la partie A du fil.

Cette stabilité des indices de texture vient renforcer l'idée que les parties A et B du fil en torsion inverse ne subissent pas de déformation, mis à part celle du front de déformation.

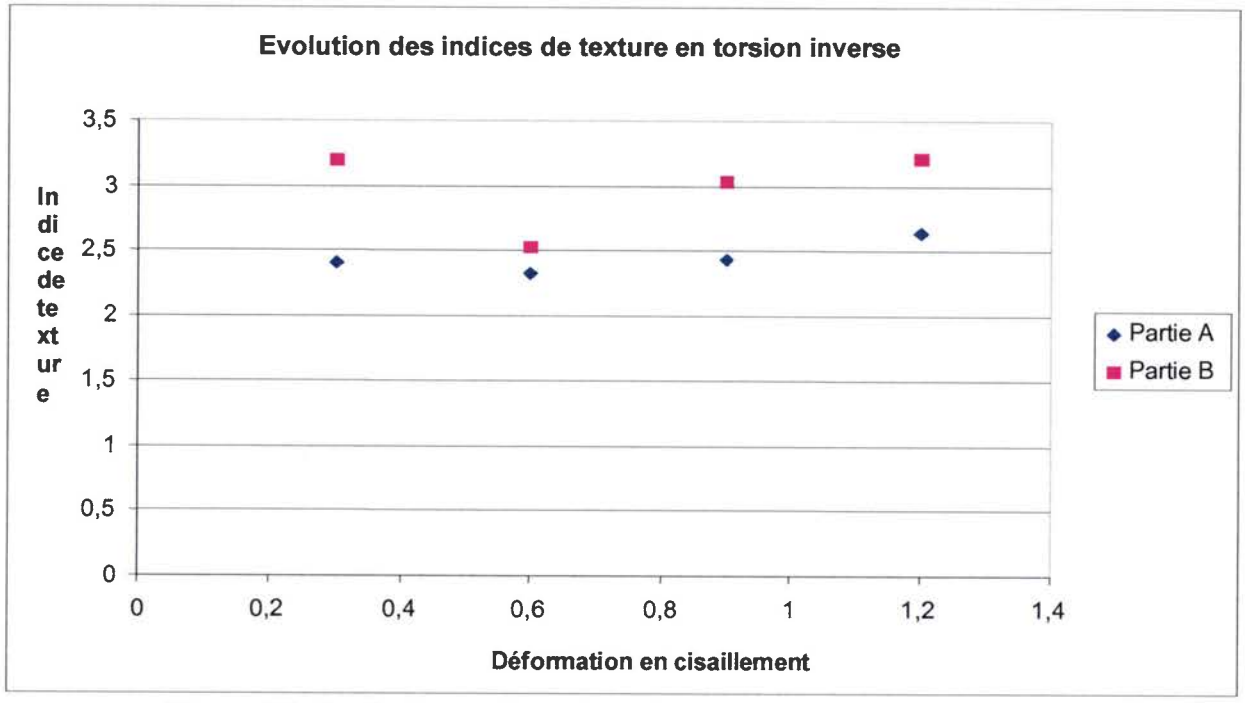



*Figure III.46 : Evolution des indices de texture en torsion inverse.*

**Conclusions :**

Cette étude montre que le taux de carbone n'influe pas sur l'évolution de la texture cristallographique de la ferrite. Ce résultat n'est vérifié que dans le cas des aciers ferrito-perlitique tréfilés dont le taux de carbone est compris entre 0 et 0,8% en masse (cas des matériaux étudiés dans ce manuscrit). Nous pensons que la structure lamellaire et hautement déformée après tréfilage joue un rôle important dans le comportement particulier des fils fins.

## III. Etude de la microstructure par microscopie :

Dans le but de définir l'évolution de la morphologie des grains de l'acier bas carbone à 0,1% C en masse, nous avons procédé à une étude de la microstructure en deux parties : l'une concernant la torsion directe, et l'autre concernant la torsion inverse. Dans le cas de la torsion directe, nous avons effectué une analyse par microscopie électronique à balayage comme dans le cas de l'acier perlitique.

Cependant, dans le cas de la torsion inverse deux approches sont développées. Une première consiste à définir la forme du front de déformation dans sa globalité. Pour cela, la microscopie optique va nous aider à suivre le parcours du front à travers la section du fil. La deuxième approche utilise la microscopie électronique à balayage dans le but d'évaluer la taille et la forme locale du front de déformation. Ainsi, nous voulons comprendre comment s'effectue la transition entre la partie A et la partie la partie B du fil.

## 1. Torsion directe :

Dans l'étude qui suit, trois états de déformation sont considérés : le fil brut de tréfilage, un déformé à $\gamma = 0,6$, et un dernier à $\gamma = 1,2$ (rupture). La figure III.47 montre deux images de la microstructure brute de tréfilage.

La première correspond à un grossissement donnant une vue générale. Ainsi, on constate que les lamelles de ferrite (couleur sombre) et de perlite (en blanc) sont alignées avec l'axe du fil.

La deuxième image est un grossissement important (x40 000) de la microstructure. A ce niveau, nous constatons que la largeur des lamelles de cémentite est de l'ordre de 50 nm. Les grains de ferrite sont moins bien révélés par la préparation, mais possèdent une largeur de l'ordre de 100 à 150 nm.

Comme dans le cas de l'acier perlitique, à fort grossissement, on aperçoit des lamelles pliées et fragmentées. Les conditions de tréfilage étant proches, la microstructure possède les même caractéristiques que dans le cas de l'acier perlitique :

- Des lamelles majoritairement parallèles à l'axe du fil
- Des lamelles pliées et fragmentées.

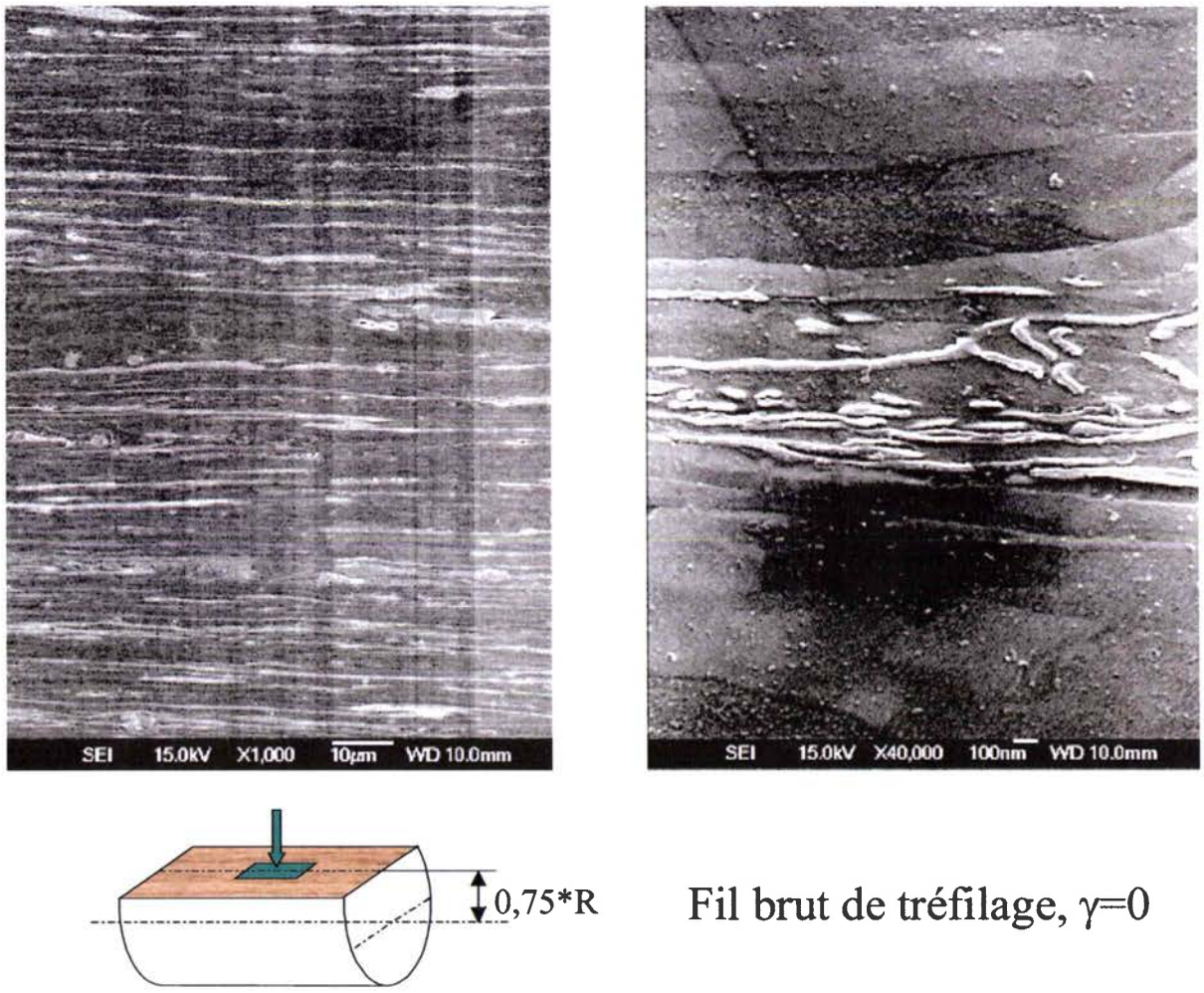



*Figure III.47 : Fil brut de tréfilage, acier bas carbone, MEB.*

En appliquant une déformation de $\gamma = 0,6$ nous arrivons à l'état présenté dans la figure III.48. Dans cette figure, on peut voir deux zones du fil différentes :

- Une première, à gauche, qui correspond à une zone intermédiaire.
- Une deuxième, à droite qui correspond à la surface du fil.

L'utilisation de ces deux zones distinctes nous permet de comprendre l'évolution de la déformation le long du rayon du fil. Ainsi, dans la zone intermédiaire, la microstructure est globalement inclinée par rapport à l'axe du fil. Le glissement parallèle aux lamelles semble être le mécanisme de déformation prépondérant.

Par contre en surface, la microstructure est plus « torturée ». On remarque une inclinaison générale, mais celle-ci est en partie masquée par des pliages et fragmentations des lamelles. On observe une microstructure en forme de « ciel de Van Gogh ».

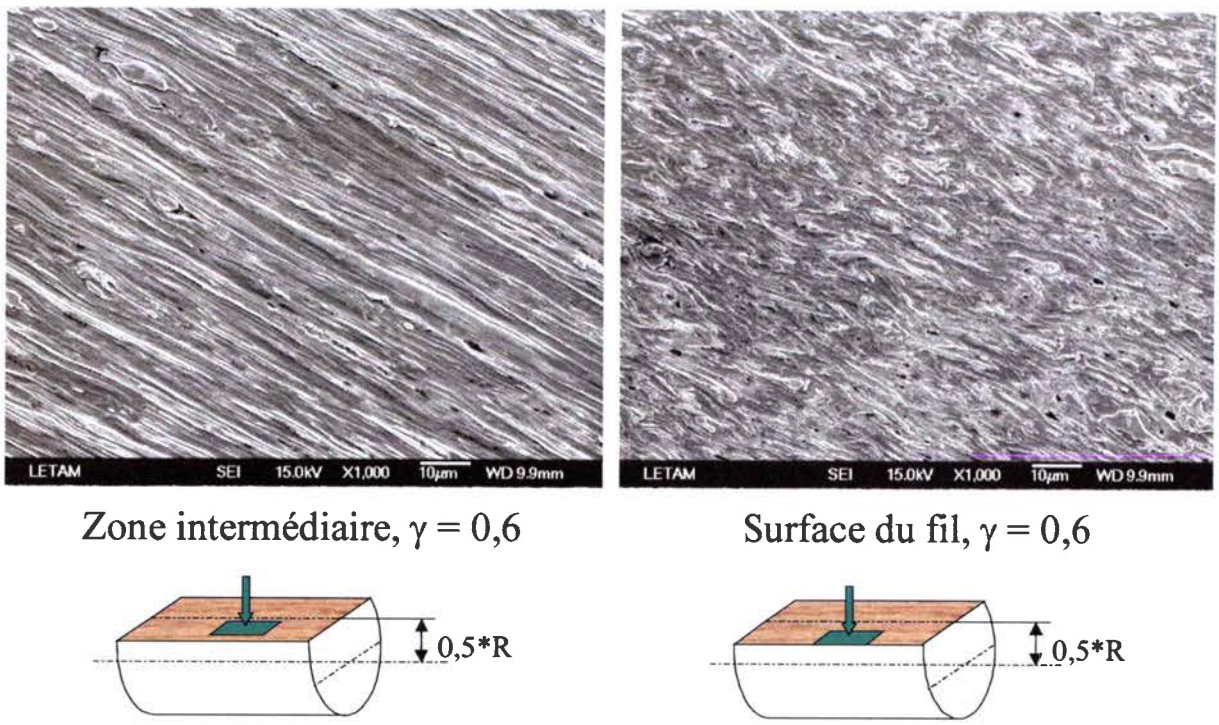



*Figure III.48 : Torsion directe, acier bas carbone, MEB.*

En poursuivant la déformation jusqu'à la rupture, nous observons le résultat de la figure III.49.

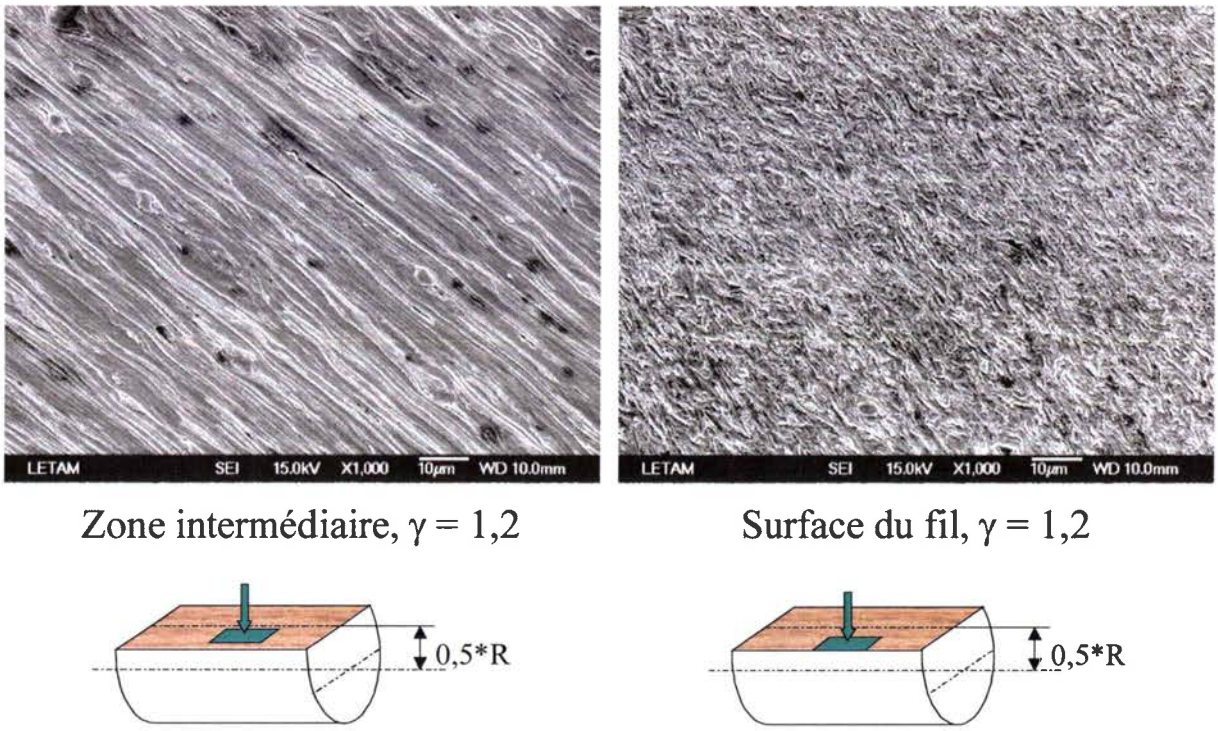



*Figure III.49 : Torsion directe, acier bas carbone, MEB.*

Dans la zone intermédiaire, la microstructure garde une forme globalement inclinée par rapport à l'axe du fil. Nous sommes donc dans une partie où la déformation se fait essentiellement par du glissement parallèlement aux lamelles (analogie du jeu de cartes). En surface, on retrouve une microstructure beaucoup plus perturbée que dans le cas à $\gamma = 0,6$. La part de glissement parallèle aux lamelles est moins importante : les lamelles se plient.

Finalement, la morphologie de la microstructure d'un acier bas carbone suit une évolution similaire à celle d'un acier perlitique. Il semble alors possible de considérer l'évolution de la morphologie de la microstructure par une vision géométrique de la déformation.

Toutes ces observations microscopiques peuvent s'interpréter par l'analogie du « fagot ». Après tréfilage, les lamelles de ferrite et de cémentite forment un « fagot » cylindrique. Lorsque la torsion commence chaque lamelle va s'incliner : ainsi le cylindre droit initial se transforme en une structure en « fagot torsadé ».

Ce type de structure implique que les vues en coupe longitudinale interceptent les lamelles dans une coupe se rapprochant de la vue transversale lorsque la déformation et le rayon augmentent. Ainsi nous parlerons d'un effet de coupe qui conduit à visualiser une microstructure dite en « ciel de Van Gogh » dans les coupes parallèles à l'axe du fil.

## 2. Torsion inverse : morphologie générale.

Pour identifier la forme de la localisation, nous avons procédé à une préparation particulière : on effectue des polissages du fil à différentes valeurs du rayon. Ainsi, nous avons réalisé une série de vues en coupe longitudinale à l'emplacement du front de déformation pour une déformation de $\gamma = 0,9$ puis $\gamma = -0,9$.

Nous présentons dans ce paragraphe trois images de la localisation prises pour trois valeurs du rayon :

- une à 0,15 mm sous la surface du fil.
- une à 0,3 mm sous la surface du fil.
- une à 0,6 mm sous la surface du fil.

Le fil ayant un rayon de 0,6 mm, nous pouvons décrire l'évolution morphologique du front de déformation d'une façon très complète.

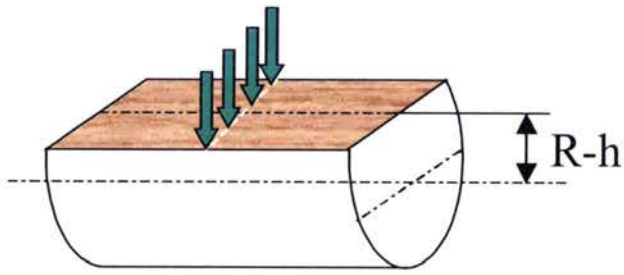



*Figure III.50 : Schématisation des vues en microscopie optique.*

Pour réaliser ce type d'image, nous procédons à la prise de plusieurs images jointives en se déplaçant à la surface de l'échantillon comme l'indique la figure III.50. Ensuite, à l'aide d'un logiciel graphique, nous reconstituons une image unique. C'est pourquoi nous visualisons sur les images suivantes le fil d'un bord à l'autre

La figure III.51 présente une vue en coupe longitudinale du fil à 0,15 mm sous la surface.

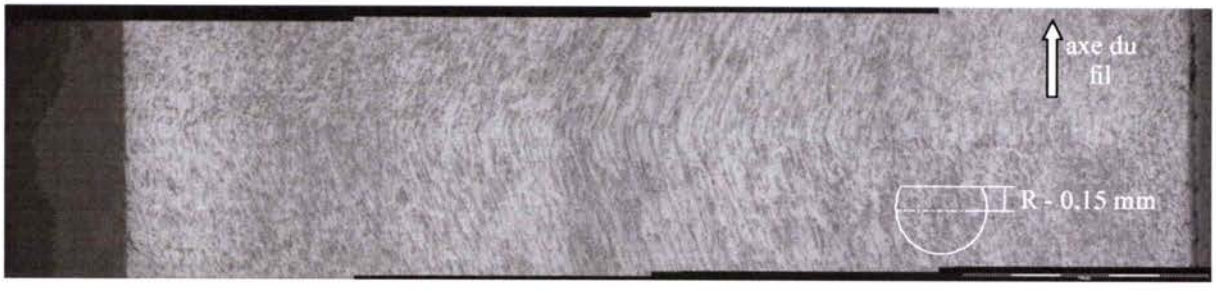



*Figure III.51 : Front de déformation, R-0,15 mm. Axe du fil vertical (échelle = 100 µm)*

Sur cette image, on peut observer la microstructure au niveau de la localisation. Les bords gauche et droit de l'image représentent le bord du fil. On remarque que le front apparaît clairement, et les lamelles forment une jonction en chevrons entre les deux parties du fil. Ici le

terme de « chevrons » n'est pas le même que celui employé en tréfilage pour décrire certains modes d'endommagement. On constate également que cette jonction reste dans le même sens entre les deux bords du fil.

En continuant l'amincissement du fil à mi rayon, on observe l'image de la figure III.52.

*Figure III.52 : Front de déformation, R-0,3 mm. Axe du fil vertical (échelle = 100 µm)*

Comme précédemment, il existe des chevrons. Mais cette fois ils sont moins visibles près des bords du fil, et ils sont un peu plus ouverts. On n'observe toujours pas d'inversion dans le sens des chevrons entre les deux bords du fil.

La dernière image (figure III.53) montre le front de déformation dans une section contenant l'axe du fil.

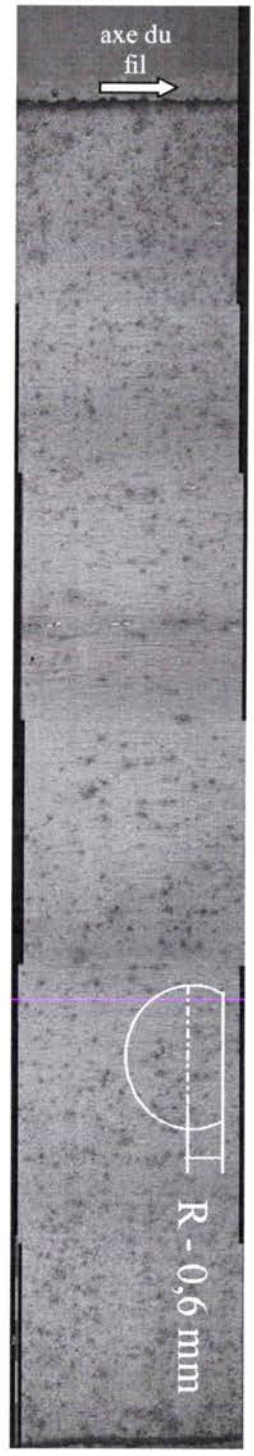



*Figure III.53 : Front de déformation, R-0,6 mm. Axe du fil horizontal (échelle = 100 µm)*

Nous pouvons distinguer que les chevrons sont désormais très « aplatis ». Comme pour les deux autres vues, on ne constate pas d'inversion de sens dans les chevrons au passage du centre du fil.

L'étude morphologique globale du front de déformation révèle trois éléments importants :

- Les parties A et B du fil se rejoignent en formant des chevrons.
- Ils s'aplatissent lorsqu'on s'approche de la fibre neutre.

Ces informations d'ordre général vont être complétées dans le paragraphe suivant par une étude plus locale utilisant la microscopie électronique à balayage.

## 3. Torsion inverse : morphologie locale.

Selon le même principe d'étude à diverses valeurs du rayon, nous présentons des résultats issus d'analyse d'imagerie par électrons secondaires. La première zone étudiée est présentée dans la figure III.54.

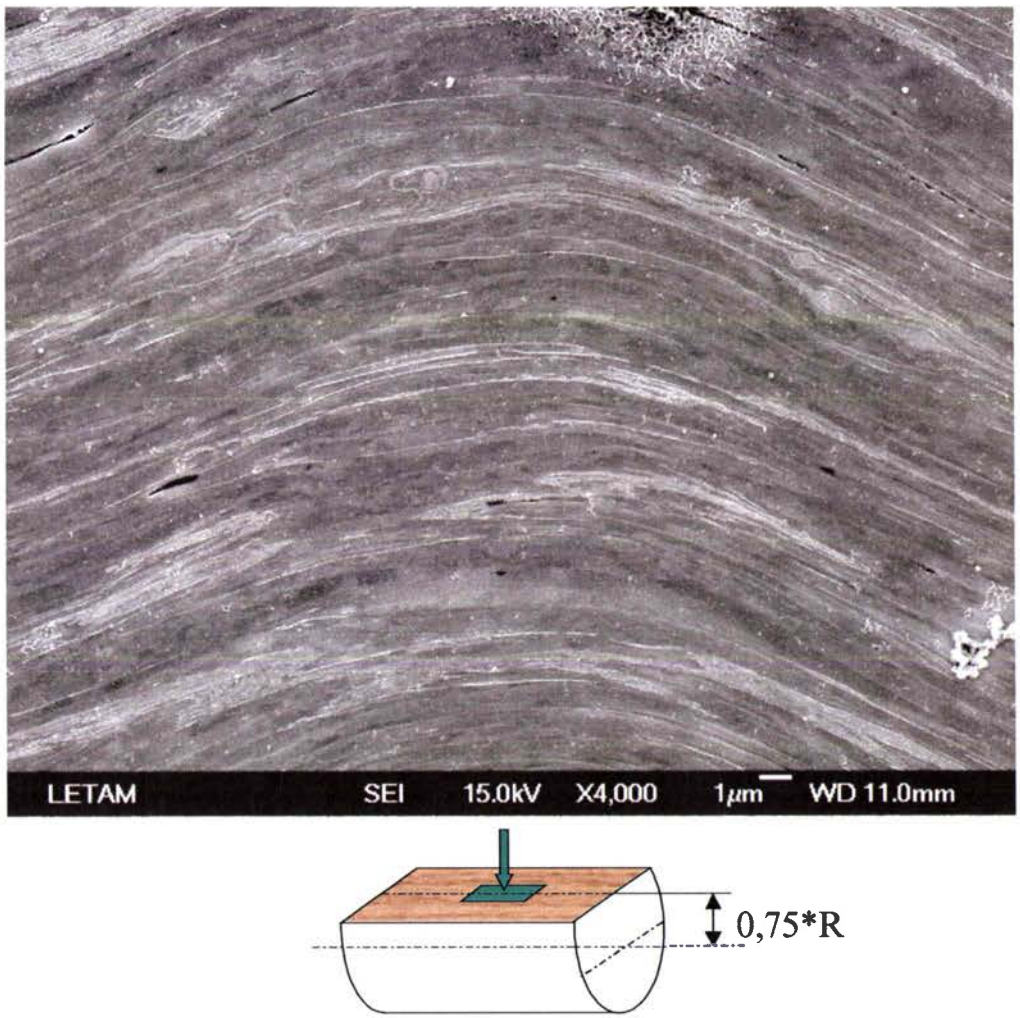
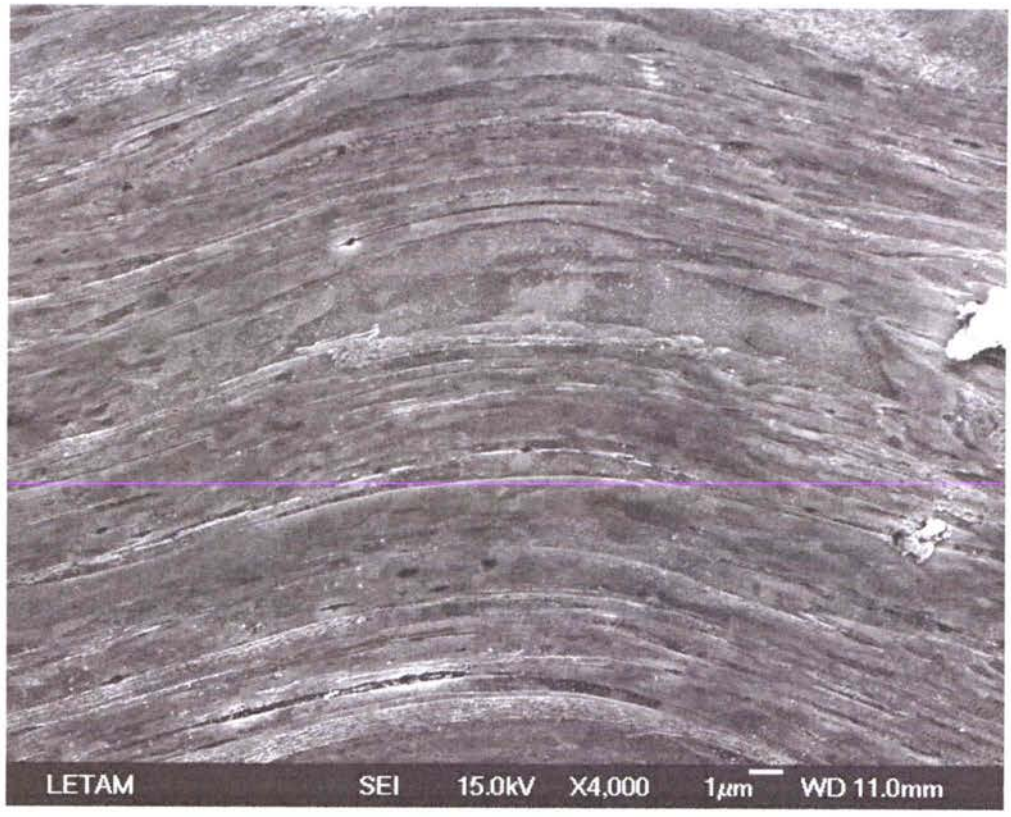



*Figure III.54 : Image MEB du front de déformation, acier bas carbone ($\gamma$ = 0,9 puis $\gamma$ = -0,9).*

Cette zone d'analyse est située 0,15 mm sous la surface du fil dans un plan parallèle à l'axe du fil (voir flèche sur la figure). Localement, le front de déformation est matérialisé par la courbure des lamelles de ferrite et de cémentite : aucune discontinuité n'est visible. On estime qu'il a une largeur d'environ 15 µm. Les lamelles sont inclinées d'un certain angle par rapport à l'axe du fil, elles subissent un pliage dans le front, puis elles reprennent une inclinaison symétrique. On remarque que la perlite se courbe sans fragmentation particulière : elle possède un caractère ductile important.

Il semble que les lamelles passent d'une partie du fil à l'autre en revenant à leur position d'origine acquise pendant le tréfilage ; localement le centre du front est constitué de parties de lamelles parallèles à l'axe du fil.

En poursuivant le polissage du fil, on arrive à 0,3 mm sous la surface. La figure III.55 montre l'image correspondante.



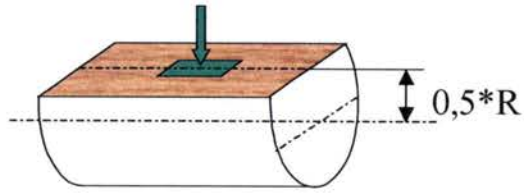




*Figure III.55 : Image MEB du front de déformation, acier bas carbone ($\gamma$ = 0,9 puis $\gamma$ = -0,9).*

La zone où est prise cette vue est située 0,15 mm plus bas que la vue précédente. La différence majeure avec la vue précédente est l'aplatissement des chevrons déjà observé grossièrement en microscopie optique. La transition entre les deux zones du fil se fait de façon également continue par un pliage. Les mêmes types de mécanismes sont responsables de la déformation dans cette partie du fil.

Ensuite, nous arrivons dans la coupe du fil contenant son axe. A ce stade, la moitié du fil a été retirée. La figure III.56 présente l'image de cette coupe. L'aplatissement des chevrons se fait de plus en plus important lorsqu'on se rapproche de la fibre neutre du fil. Dans la section présentée, le front de déformation ne se voit presque plus.

L'analyse par microscopie électronique a permis de mettre en évidence la finesse de la microstructure, mais aussi le passage des lamelles dans le front de déformation. Il se fait par une courbure des lamelles de ferrite et de cémentite. La ductilité de la cémentite en particulier est à souligner.

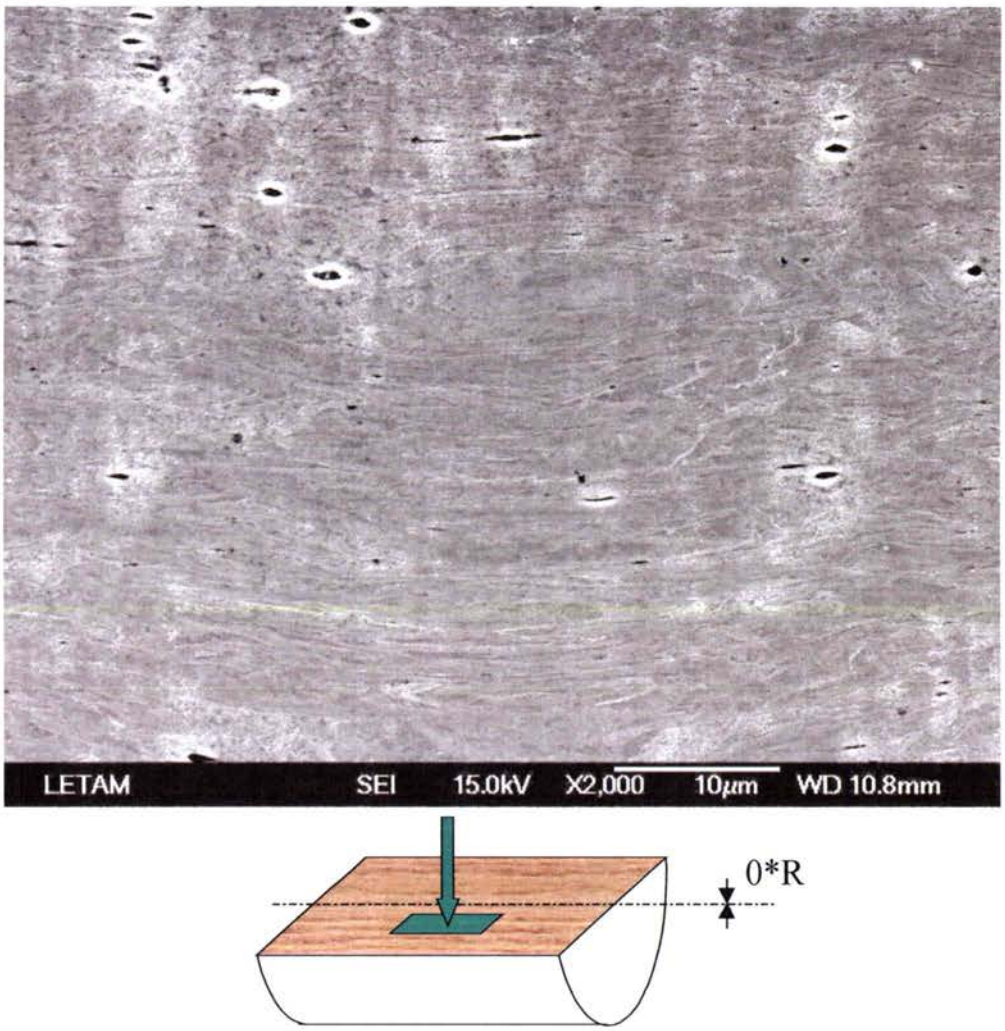



*Figure III.56 : Image MEB du front de déformation, acier bas carbone ($\gamma$ = 0,9 puis $\gamma$ = -0,9).*

Nous venons d'étudier des fils issus du tréfilage puis soumis à de la torsion. Autrement dit, avant de subir les essais de torsion, l'écrouissage d'un fil est déjà très important. D'autre part, la morphologie des grains est lamellaire. L'analyse qui suit est basée sur des fils recuits après tréfilage dans le but de connaître l'influence de l'écrouissage et de la morphologie de la microstructure.

# C. Cas des aciers bas carbone tréfilés et recuits :

Pour déterminer l'évolution de la texture cristallographique d'un acier bas carbone recuit, nous utilisons une nuance d'acier à <0,1% C en masse. Les figures de pôles relatives à ce matériau sont en annexe D. Il est issu d'une production industrielle classique, mais nous ne connaissons pas les paramètres du traitement thermique. Pour combler cette lacune, nous avons effectué des essais sur l'acier en question.

Tout d'abord des essais de dureté ont été réalisés sur des échantillons bruts de tréfilage recuit et non recuit. En effectuant plusieurs points de mesure dans une section transversale, nous constatons que la dureté y est uniforme pour les deux types de fils. Les valeurs mesurées sont les suivantes :

- Fil brut de tréfilage non recuit : 230 HV.
- Fil tréfilé et recuit : 106 HV.

Le niveau de résistance mécanique étant défini, il faut connaître la morphologie des grains pour déterminer la nature du traitement thermique. La figure III.57 présente deux images de l'acier à <0,1% C en masse.

La microstructure a été recristallisée puisque les lamelles dues au tréfilage (cf. chapitre II : « A : Les matériaux utilisés ») sont devenues des grains quasi equiaxes. La population cristalline est composée de grains allongés et de grains equi-axes. Le grossissement fait sur l'image de droite montre la perlite dont la morphologie lamellaire n'apparaît pas. Nous y voyons des particules alignées. Il semblerait que ce soit des lamelles en début de globularisation.

Le matériau recuit possède alors une microstructure plutôt equiaxe associée à un écrouissage faible. Nous avons donc la possibilité de tester un acier en torsion dans des conditions très différentes de l'étude précédente. L'influence couplée de la forme des grains et de l'écrouissage peut donc être analysée.

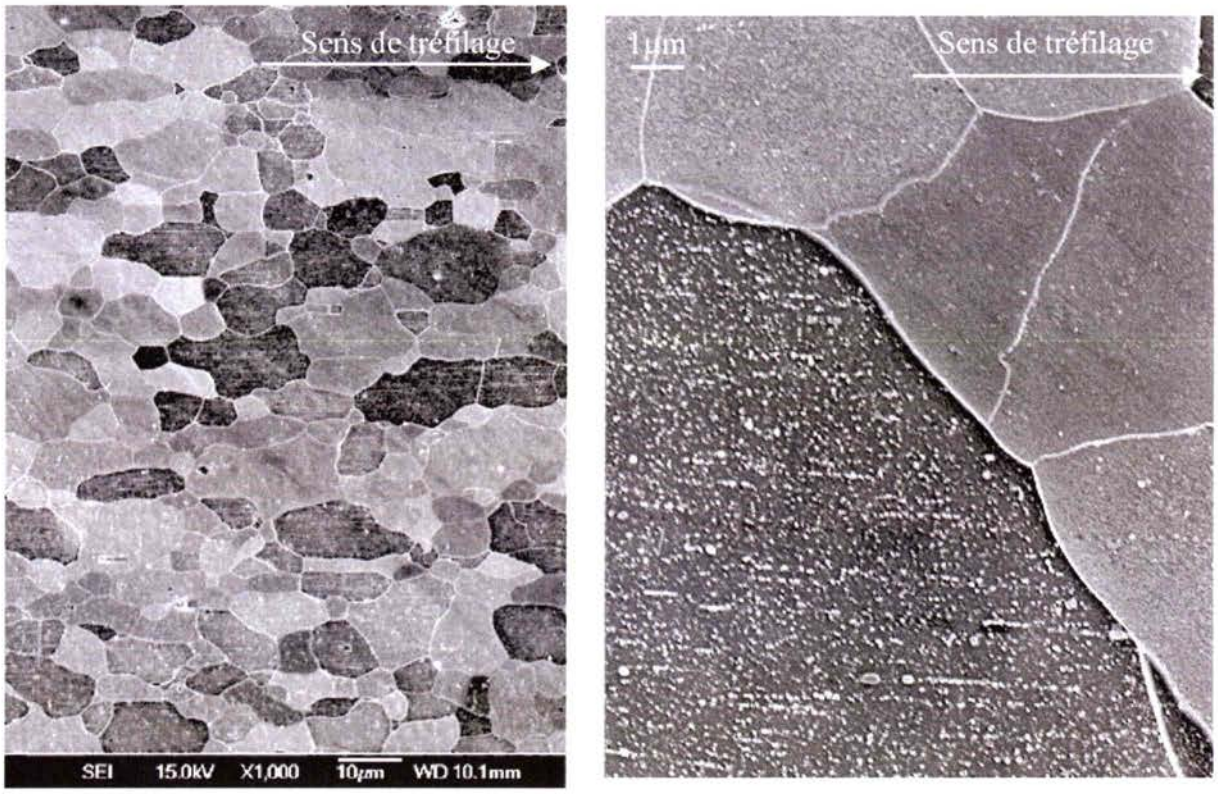



*Figure III.57 : Acier à <0,1% C, état recuit. MEB.*

Le dernier essai visant à caractériser l'état de cet acier avant la torsion est une expérience de diffraction des rayons X. La figure III.58 montre la figure de pôles (110) d'un fil recuit et un non recuit après tréfilage.

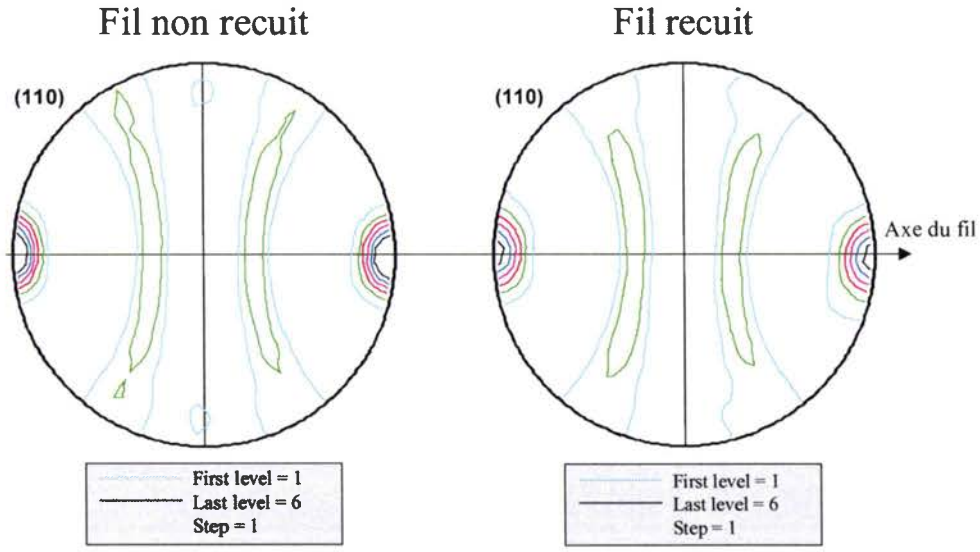



*Figure III.58 : Figure de pôles (110), acier à <0,1% C, tréfilé puis recuit.*

Le fil recuit possède une texture équivalente au fil non recuit, à savoir, une texture de fibre {110}<uvw>. La seule différence vient de l'acuité des textures. En effet, le traitement thermique fait décroître l'acuité de la texture : la fibre est moins marquée. Cependant, les niveaux d'intensité de la figure de pôles restent importants.

En conclusion, le recuit qu'a subi le fil d'acier à <0,1% C en masse aura eu pour effets de recristalliser la microstructure et de diminuer l'écrouissage, sans modifier la texture cristallographique.

Après cette étude préliminaire, nous abordons l'analyse du fil recuit en deux parties : l'une concernant la torsion directe et l'autre la torsion inverse. La première traite classiquement de l'évolution de la texture cristallographique. La seconde, sur la torsion inverse, est centrée sur l'effet de localisation s'y produisant.

## 1. Torsion directe d'un acier bas carbone recuit :

L'étude de l'évolution de la texture en torsion directe a pour objectif de déterminer si la texture suit la même évolution que dans le cas des aciers non recuits. Pour cela, nous disposons de six échantillons dont la texture a été mesurée. Ils sont répartis comme suit du point de vue de la déformation : $\gamma = 0$, $\gamma = 0,5$, $\gamma = 0,75$, $\gamma = 1$, $\gamma = 2,35$ et $\gamma = 5,2$.

Une remarque concernant la ductilité de ces fils s'impose. En effet, les fils d'acier non recuits subissent une rupture en torsion directe à $\gamma = 1,2$ environ. Dans le cas des fils recuits, la rupture est obtenue au-delà de $\gamma = 5,2$. A ce taux de déformation, les fils cassent systématiquement dans les mors de la machine rendant difficile la poursuite des essais. Le niveau d'écrouissage de ces échantillons après recuit étant très faible, les possibilités de déformation en torsion sont très importantes.

Ce haut niveau de ductilité offre l'avantage d'explorer des taux de déformation en torsion non atteignables sans recuit. Il reste à déterminer quel est son influence sur les orientations préférentielles en torsion. La texture du fil à $\gamma = 0$ étant déjà présentée (fibre {110}<uvw>) nous présentons dans la figure III.59 les trois taux de déformation suivants.

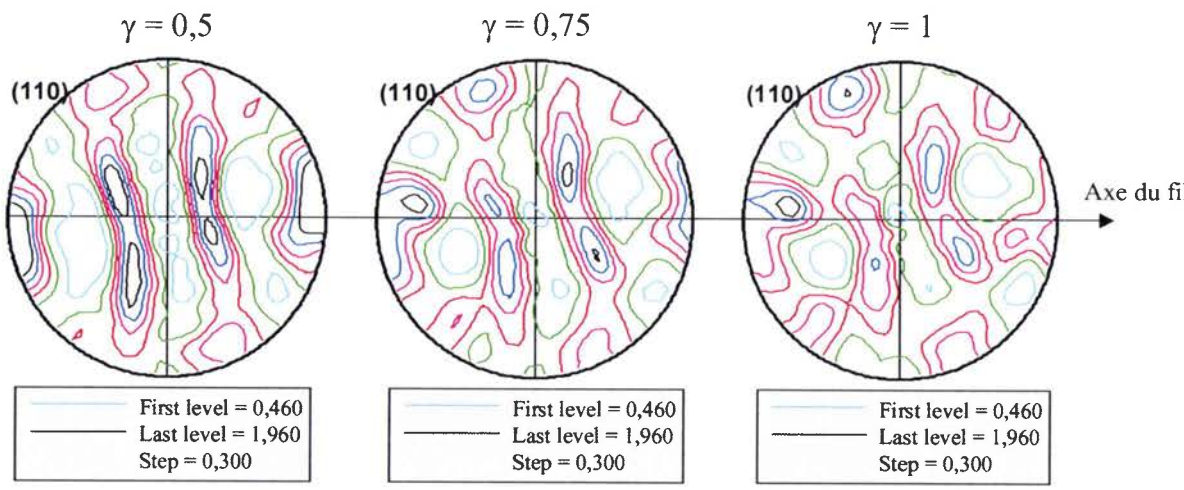



*Figure III.59 : Figures de pôles (110), acier bas carbone recuit, torsion directe.*

A première vue, il est possible d'identifier une rotation Ω' comme dans le cas des aciers non recuits étudiés précédemment. Cependant, la rotation est plus lente et plus faible si on considère deux états de déformation successifs. Entre $\gamma = 0,5$ et $\gamma = 0,75$ l'angle Ω de l'acier recuit passe de 8° à 18°, alors que dans le cas de l'acier non recuit on passe de 20° à 35°. L'évolution est différente en terme de valeurs atteintes, et de variations. Cette

composante de texture correspond à une fibre {110}<uvw> tournant autour du rayon du fil d'un angle Ω'.

Ce qui explique cette différence de rotation est l'apparition d'autres composantes de texture qui forment la texture de cisaillement (composantes D1, D2, F, E1, E2, J1 et J2). Une compétition existe entre les deux types de textures identifiées, en sachant que la texture de cisaillement remplace progressivement l'autre. La figure III.60 montre les deux derniers états de déformation dans lesquels la texture de cisaillement apparaît clairement.

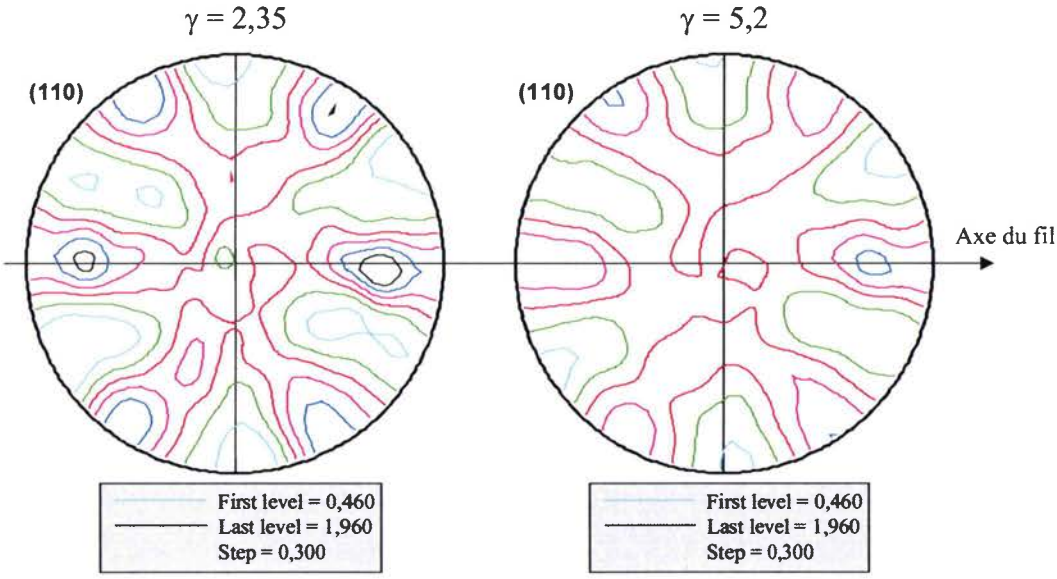
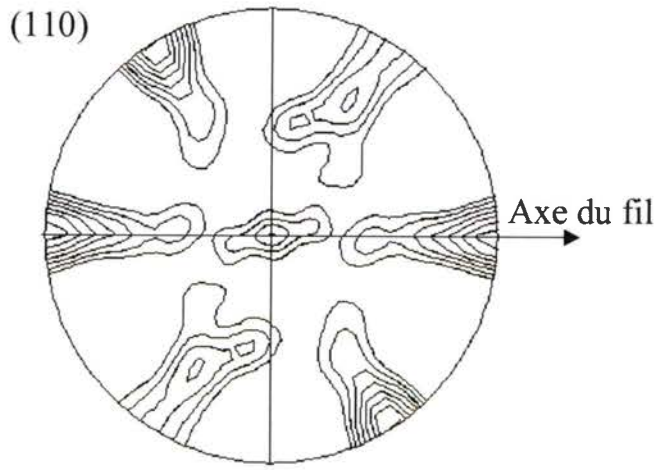



*Figure III.60 : Figures de pôles (110), acier bas carbone recuit, torsion directe.*

La ductilité du matériau a permis d'atteindre une texture limite de cisaillement. Toute trace de fibre a disparu ainsi que toute rotation Ω' habituellement observable dans les figures de pôles (110).

L'étude des niveaux et des indices de texture montre que l'acuité de la texture diminue progressivement avec l'augmentation de la déformation. En effet, l'état tréfilé et recuit ($\gamma = 0$) a un indice de texture de 6,14, et l'état à $\gamma = 5,2$ a un indice de 1,85.

L'évolution des orientations préférentielles suit un schéma différent de celui d'un acier bas carbone non recuit. On retrouve une texture de fibre initiale qui tourne autour du rayon du fil mais de manière moins importante. De plus, une autre texture apparaît très vite : une texture associée à un cisaillement simple. Cette dernière remplace progressivement la texture précédente. Un exemple de figure de pôles (110) de la ferrite soumise à du cisaillement simple obtenue par simulation par le modèle de TAYLOR est montrée dans a figure III.61. On constate clairement que les textures observées expérimentalement correspondent à des textures de cisaillement simple.




$\gamma = 2{,}5$

niveaux = 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0, 6.0, 7.0, 8.0

*Figure III.61 : Simulation de la texture de la ferrite soumis à du cisaillement simple (LIU,2001).*

Du fait de la compétition entre les deux types d'évolution de textures, il n'est plus possible d'évaluer une rotation Ω'dans les seules figures de pôles (110). Ceci explique les différences de rotation des pôles entre l'acier recuit et non recuit.

## 2. Torsion inverse d'un acier bas carbone recuit :

Nous avons donc testé des échantillons de fils d'acier bas carbone recuit dans le but d'identifier un éventuel phénomène de localisation. Nous pourrons ainsi évaluer l'influence d'un tel traitement thermique sur le déclenchement de la localisation.

Durant les essais, nous avons pu constater l'existence d'un front de déformation qui se propage sur le fil. Il apparaît lorsque la déformation en sens direct est d'au moins $\gamma = 4$ environ. Autrement dit, un seuil de prédéformation est nécessaire comme dans le cas de la torsion inverse des aciers non recuits.

Cette localisation ne semble pourtant pas présenter les mêmes caractères que dans les aciers non recuits. On remarque une modification de l'hélice qui se forme en surface, mais pas d'inversion de sens de celle-ci. Seule la forme générale de l'hélice change. La figure III.62 schématise cette observation.

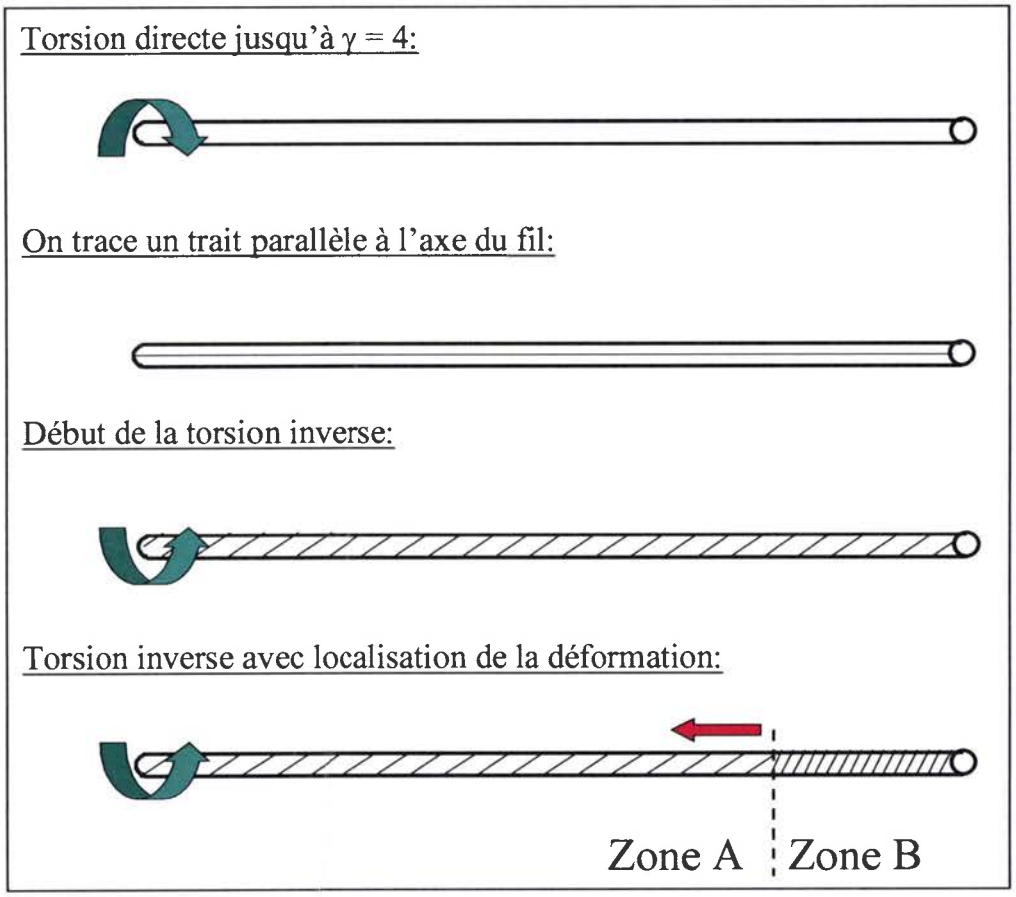



*Figure III.62 : Schéma de la torsion inverse d'un acier bas carbone recuit.*

Lorsque la localisation se forme, on distingue deux parties sur le fil que nous nommons A pour la zone qui n'a pas subie le front de déformation et B pour l'autre. L'hélice de la zone B possède un pas plus petit, et un angle par rapport à l'axe du fil plus grand.

Cette observation est confirmée par les images de la microstructure de la figure III.63. Elles sont prises dans une coupe longitudinale du fil à une valeur du rayon de 0,4 mm (le rayon de ce fil est de 0,5 mm).

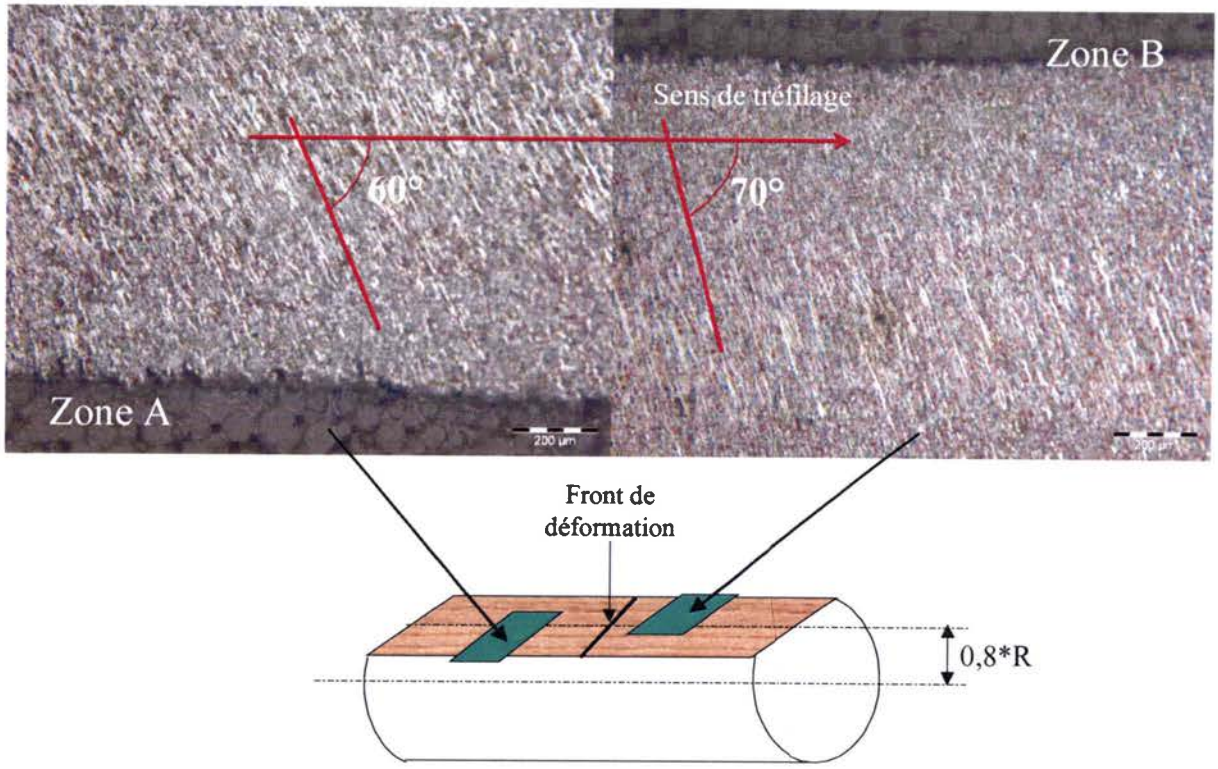



*Figure III.63 : Inclinaison de la microstructure dans les zones A et B.*

A cette distance de la surface, on constate qu'entre les deux zones il existe une variation d'inclinaison de 10° supplémentaire de la microstructure. On est donc loin du basculement observé dans les aciers bas carbone non recuits.

Finalement, lorsque la microstructure est recristallisée et restaurée, on observe que l'évolution de la texture en torsion directe est différente de celle des fils non recuits. La fibre tournée est rapidement remplacée par une texture de cisaillement.

Du point de vue de la torsion inverse, nous avons observé un phénomène de localisation de la déformation. Cependant, il n'est pas identique à celui rencontré sur les aciers non recuits. Le basculement qu'il engendre est plus faible.

## II. Conclusions sur les aciers bas carbone :

Cette partie concernant l'acier bas carbone a permis de caractériser l'évolution microstructurale en torsion directe et inverse de plusieurs types de fil. Tout d'abord, l'analyse de l'évolution de la texture cristallographique a montré que, comme pour l'acier perlitique, la texture initiale de fibre (après tréfilage) évolue en tournant autour du rayon du fil pour se transformer en texture de torsion associée à un cisaillement simple.

En compilant les résultats des rotations des figures de pôles dans un graphe $\Omega' = f(\gamma)$ pour l'ensemble des fils tréfilés et soumis à une torsion, il apparaît que la teneur en carbone n'a pas d'influence directe sur l'évolution de la texture cristallographique de la ferrite. L'évolution de la morphologie est également similaire à celle observée dans l'acier perlitique.

Les expériences menées sur les fils en torsion inverse ont permis de caractériser la localisation de la déformation. Le front qui matérialise ce phénomène traverse la section droite du fil en s'atténuant lorsqu'on se rapproche du centre. L'intensité de la déformation en torsion variant avec le rayon du fil explique cette atténuation. La fibre neutre du fil ne semble pas affectée par ce phénomène. Plus localement, la largeur du front est évaluée à environ 15 à 20 µm.

Les résultats obtenus sur des fils recuits ont montré que l'évolution de la texture cristallographique en torsion directe est différente mais possède quelques similitudes avec celle des aciers non recuits. On peut observer une rotation $\Omega'$ du même type, mais plus lente et moins intense. Ceci s'explique par l'apparition d'une texture de cisaillement qui se superpose et remplace la texture de fibre inclinée d'un angle $\Omega'$ avec l'axe du fil.

# D. Conclusions et discussion :

Les études précédentes menées sur les aciers perlitiques ont été complétées par une analyse de la texture de la cémentite au cours de la torsion. Ainsi, les deux phases de la structure perlitique ont été caractérisées en terme d'évolution de texture. Les principaux résultats peuvent être résumés dans le cas de l'acier perlitique pour les deux phases. La texture de fibre (110)<uvw> de la ferrite due au tréfilage suit une rotation autour du rayon du fil, puis évolue par une succession de textures circulaires jusqu'à la texture de torsion limite $(11\bar{2})[111]$ à la rupture. Cette texture finale est la composante D1 correspondant à une texture de cisaillement.

Dans le cas de la cémentite, nous avons étudié principalement dans ce manuscrit le fil d'acier perlitique patenté pour des raisons de qualité des résultats supérieurs à ceux obtenus pour les fils non patentés. Il en ressort que l'évolution de la texture de la cémentite peut s'expliquer principalement par des rotations autour d'un des axes cristallographiques de la maille quand celui-ci est parallèle au rayon du fil.

La dissolution de la cémentite étant observée dans de nombreux procédés provoquant de grandes déformations, nous avons étudié deux échantillons de fil d'acier perlitique, un brut de tréfilage et un autre soumis à de la torsion avec extrémité libre, par spectrométrie Mössbauer. Ainsi nous avons constaté que 40% à 50% de la cémentite se dissout entre un fil brut de tréfilage et un fil soumis à une forte torsion directe puis inverse en sachant que le tréfilage a déjà induit une forte dissolution.

En complément des précédents travaux, une étude par microscopie électronique a permis de décrire la morphologie des grains au cours de la déformation (pliage, fragmentation, inclinaison...) dans l'acier perlitique et l'acier bas carbone.

Pour déterminer l'influence du taux de carbone sur le comportement de la microstructure en torsion, des travaux sur la torsion directe et inverse de fils fins d'aciers bas carbone ont été entrepris. Ainsi, on montre que le taux de carbone n'influe pas sur l'évolution de la texture cristallographique de la ferrite. De même, la microstructure se comporte de façon similaire en terme de déformation au vue des résultats obtenus en microscopie.

Comme pour l'acier perlitique, une étude par microscopie électronique a été menée sur l'acier bas carbone en torsion directe. L'évolution de la morphologie des grains au cours de la torsion est similaire à celle de l'acier perlitique : elle correspond à un mouvement de rotation des lamelles les unes sur les autres conduisant à une structure torsadée. La microstructure de cet acier a également été étudiée en torsion inverse. La zone de localisation de la déformation a été observée et se présente comme un front de déformation qui traverse la section droite du fil. Il délimite une zone A et une zone B dont la morphologie de la microstructure est symétrique par rapport au front.

L'influence de la morphologie initiale des grains couplée à l'écrouissage a été étudiée par l'intermédiaire de fils d'acier bas carbone recuits. Il en ressort que l'évolution de la texture cristallographique d'une telle microstructure est différente de celle des aciers tréfilés non recuits. Les rotations de réseau sont plus faibles à niveau de déformation équivalent, et une texture de cisaillement apparaît rapidement. En torsion inverse, le phénomène de localisation de la déformation a été également observé dans ce type de matériau mais son amplitude est plus faible.

Un des résultats majeurs de ce chapitre est le fait que la rotation Ω' de la ferrite, en torsion directe, n'est pas sensible au taux de carbone dans le cas de fils présentant une morphologie de grains de type lamellaire associée au tréfilage. Les pôles (110) tournent autour d'un axe perpendiculaire aux figures de pôles (rayon du fil). L'évolution de la texture que nous observons lors de la torsion de fils fins tréfilés est différente de celle décrite dans la littérature. Pourtant, elle mène également à une texture de cisaillement lorsque la déformation augmente. Les facteurs principaux qui peuvent expliquer cette différence viennent des matériaux testés. La microstructure des fils bruts de tréfilage est lamellaire et très écrouie, ce qui n'est pas le cas des matériaux décrits dans les travaux issus de la littérature *(BACZYNSKI, 1996), (JONAS, 1998), (TOTH, 1988), (MONTHEILLET, 1984)*.

Nous pensons que l'évolution de la texture cristallographique particulière des fils fins en torsion est principalement gouvernée par la forme des grains. En effet, une microstructure lamellaire obtenue par tréfilage présente des grains imbriqués les uns dans les autres, ce qui procure à ce type de structure une grande cohésion (figure III.64). Celle-ci va induire une réponse d'ensemble de la microstructure durant la déformation. C'est ce que nous avons observé dans ces travaux par microscopie (inclinaison d'ensemble des lamelles) et par diffraction des rayons X (rotation d'ensemble des pôles). Les mécanismes de déformation doivent également avoir une importance particulière.

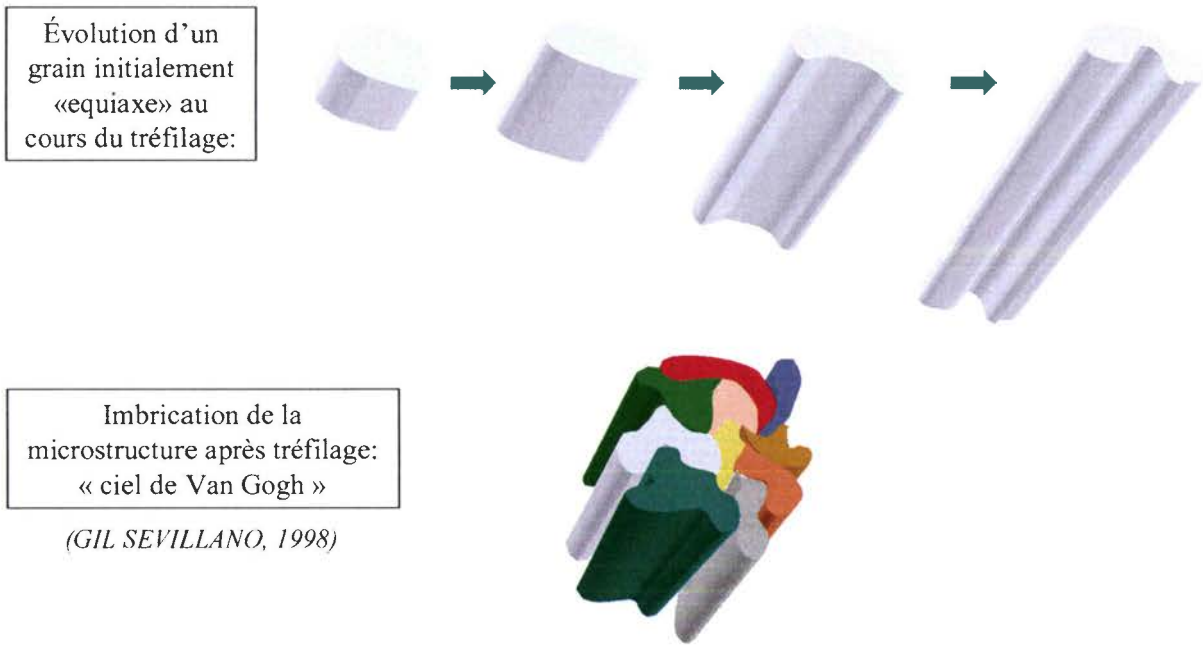



*Figure III.64 : Schématisation de la microstructure après tréfilage.*

Afin de discuter de cette hypothèse, considérons les résultats sur les fils bruts de tréfilage et sur les fils recuits qui ont une évolution de texture différente. Les nuances d'acier étudiées possèdent, après tréfilage, une microstructure lamellaire très écrouie ainsi qu'une texture de fibre {110}<uvw> très marquée. L'acier à <0,1% C en masse recuit et le fer-α recuit ont des grains quasi equi-axes, un écrouissage faible, et une texture de fibre {110}<uvw> très marquée.

La texture initiale des matériaux étudiés est la même dans le cas des fils recuits et non recuits. Ce paramètre ne semble donc pas être responsable des différences d'évolution. Il reste à considérer la morphologie des grains et l'écrouissage comme possibles facteurs explicatifs.

La morphologie des grains des fils recuits est quasi equiaxe (légèrement allongée). Or nous observons une légère rotation Ω' dans les figures de pôles. Lorsque les fils possèdent une microstructure très allongée (fils non recuits) la rotation est importante. Le critère de la forme des grains semble être déterminant dans l'explication de l'évolution de la texture cristallographique en torsion des fils fins.

Cependant, il est difficile de découpler l'écrouissage de la morphologie puisque les traitements thermiques modifiant la forme des grains restaurent également la microstructure. En s'intéressant à la dureté des fils, nous pouvons éventuellement découpler ces effets. Les fils d'acier à 0,1% C en masse ont une dureté après tréfilage de 340 HV. Les fils de fer-α ont une dureté de 445 HV. Ces valeurs correspondent à un écart important dans les taux d'écrouissage de ces matériaux. Or leur évolution de texture est identique. De ce fait, nous pouvons penser que le taux d'écrouissage n'influence pas, ou peu, l'évolution de la texture cristallographique des fils fins d'acier en torsion.

Pour généraliser l'interprétation, nous pensons que des fils d'acier possédant une microstructure lamellaire vont avoir une évolution de texture particulière :

- après tréfilage, la texture formée est une fibre {110}<uvw>,
- au début de la torsion, cette fibre va tourner autour du rayon du fil,
- à la fin de la torsion, la rotation de la fibre s'arrête et une texture de cisaillement classique la remplace progressivement.

En prenant le cas des fils d'acier possédant une microstructure parfaitement equi-axe, l'évolution de la texture est différente :

- la texture initiale est une fibre,
- au début de la torsion, aucune rotation de cette fibre n'est observable. Une texture de cisaillement apparaît progressivement en la remplaçant.
- à la fin de la torsion, une texture de cisaillement seule est présente.

C'est l'évolution classique décrite dans la littérature.

Les textures initiales et finales de ces deux types de fils sont identiques mais leurs évolutions sont différentes du fait de leur différence de morphologie microstructurale. Les mécanismes microstructuraux régissant l'évolution de la texture doivent donc être différents. Une interprétation basée sur une étude récente de CORREA *(2006)* sur la torsion cyclique de fil d'acier bas carbone est possible. Les matériaux qu'ils utilisent sont des fils d'acier à 0,12% de carbone en masse de 6,4 mm de diamètre. Après un recuit à 850°C pendant 40 min, une seule passe de tréfilage est réalisée ($\varepsilon$ = 0,22). Ces fils possèdent alors une microstructure lamellaire. Utilisant la microscopie électronique à transmission, ils parviennent à caractériser la formation de micro bandes parallèles à la direction de cisaillement. Ces micro bandes vont créer une sous structure qui va se superposer à l'arrangement des cellules de dislocation déjà présentes. Lorsque la déformation augmente, cette nouvelle structure va former un « damier » régulier (figure III.65). Autrement dit, les lamelles vont progressivement être « cassées » en sous grains equi-axes par les micro bandes.

L'étude de l'échelle de la plasticité des fils d'acier perlitique dans les travaux de PHELIPPEAU *(2003)* corrobore cette interprétation. Il montre que les dislocations ne sont pas confinées dans les lamelles. En effet, les dislocations peuvent franchir les interfaces entre les lamelles peu désorientées et également franchir la cémentite qui n'est plus une phase continue du fait de sa dissolution. Il observe que les dislocations vont se développer dans la direction de cisaillement. Ainsi, la formation d'une sous structure qui se développe dans la direction de cisaillement est en accord avec les travaux de CORREA *(2006)*.

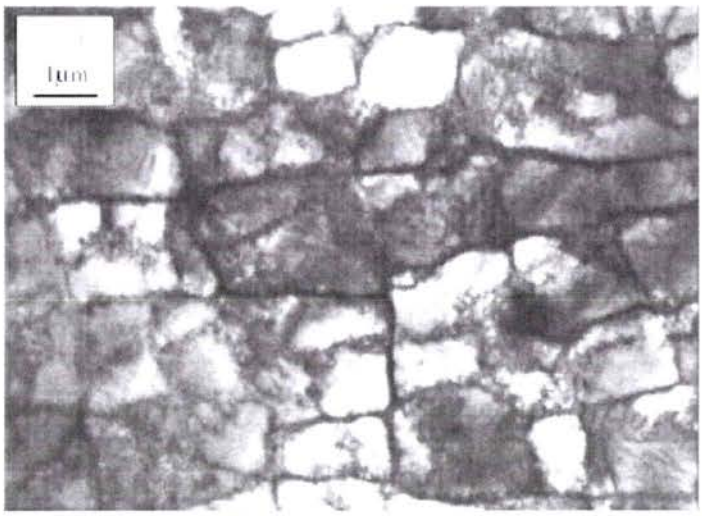



*Figure III.65 : Formation d'une sous structure en damier, $\gamma \approx 1,5$ (CORREA, 2006).*

C'est à partir de cette nouvelle structure equi-axe que la texture de cisaillement va pouvoir se former. Dans ces conditions, il est possible de dire que, tant que la sous structure formée par les micro bandes n'est pas equi-axe, la texture évolue principalement par la rotation d'une fibre autour du rayon du fil. Lorsque la sous-structure devient equi-axe, l'évolution de la texture conduit à une texture de cisaillement.

Lors d'essais de rupture du fil par délaminage, par des rotations alternées, des micro-fissures parallèles à la direction de cisaillement (figure III.66) se forment dans la zone de rupture du fil. Ceci confirme l'existence de mécanismes de déformation qui suivent la direction de cisaillement maximum imposée par l'essai. Cette observation confirme l'hypothèse de la formation de micro bandes parallèle à la direction de cisaillement pendant la torsion.

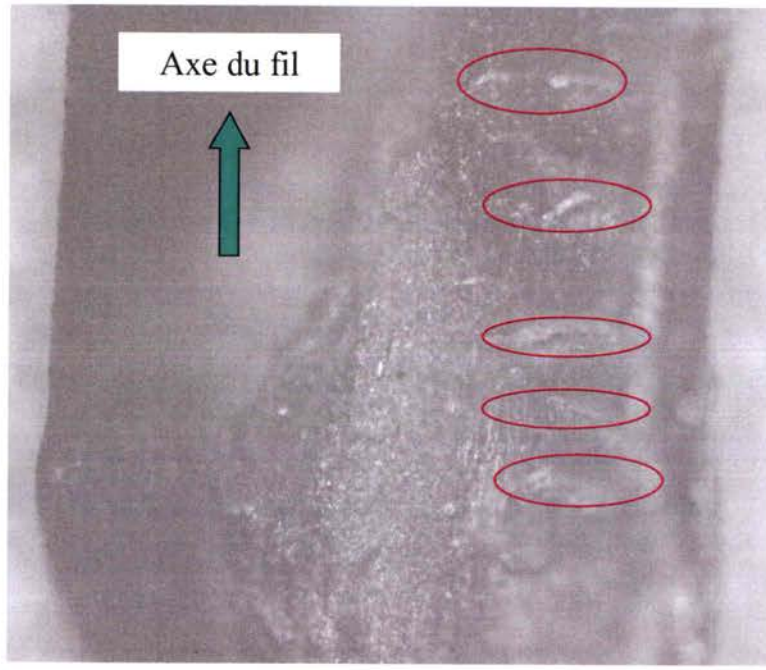



*Figure III.66 : Faciès de rupture après un chargement cyclique en torsion*

En ce qui concerne l'analyse de la cémentite, des études ont montré que la ferrite et la cémentite de la perlite présentent des relations d'orientations *(ZHANG, 1997)*. Ces relations d'orientations sont classiquement de trois types :

- Isaichev :

  $(\bar{1}03)_{Fe_3C}$ //$(110)_{Fe}$

  $[010]_{Fe_3C}$ //$[1\bar{1}\bar{1}]_{Fe}$

  $[311]_{Fe_3C}$ à 0,91° de $[1\bar{1}1]_{Fe}$

- Bagaryatskii :

  $(001)_{Fe_3C}$ //$(11\bar{2})_{Fe}$

  $[100]_{Fe_3C}$ //$[0\bar{1}1]_{Fe}$

  $[010]_{Fe_3C}$ //$[1\bar{1}\bar{1}]_{Fe}$

- Pitsch-Petch :

  $(001)_{Fe_3C}$ //$(5\bar{2}\bar{1})_{Fe}$

  $[100]_{Fe_3C}$ à 2,6° de $[13\bar{1}]_{Fe}$

  $[010]_{Fe_3C}$ à 2,6° de $[113]_{Fe}$

Aucune de ces relations d'orientation n'a pu être identifiée entre la ferrite et la cémentite de fils d'acier perlitique patentés, tréfilés ou torsionnés. Si des relations d'orientations existaient, la texture de fibre de la ferrite après tréfilage devrait imposer

également une texture de fibre à la cémentite, or ce n'est pas le cas. Ce résultat peut sembler surprenant car la cémentite obtenue se forme après passage à l'état austénitique.

Un autre résultat majeur de ce chapitre concerne l'évolution des textures en torsion inverse. Au début de l'essai de torsion inverse la déformation est homogène et aucun front n'est visible quel que soit le type de fil étudié (cette partie de l'essai est abordée dans le chapitre suivant). Dans le cas des aciers bas carbone, lorsque la déformation se localise, nous avons étudié la torsion inverse en décrivant deux zones du fil qui se distinguent : la zone A (où le front de déformation n'est pas encore passé) et la zone B (où le front de déformation est déjà passé). Le passage d'une zone à l'autre se fait avec un basculement brutal de la texture et des grains.

La localisation de la déformation prend l'apparence d'un front très mince (15µm à 20 µm de large) qui se propage le long du fil. Dans le cas des aciers perlitiques, ce front s'accompagne en plus par la formation de bandes après son passage. Chaque bande correspond à un basculement de la microstructure. La différence de propagation du front entre les aciers bas carbone et les aciers perlitiques n'est pas expliquée à ce jour.

L'étude de ce phénomène, dans le cas des aciers bas carbone tréfilés, est conduite dans le chapitre suivant afin de déterminer ses caractéristiques et son origine.

# Chapitre IV Etude du phénomène de localisation de la déformation en torsion inverse

Le phénomène de localisation observé lors d'essais de torsion inverse soulève des interrogations sur son origine et ses caractéristiques (macroscopiques, microstructurales…). Ce chapitre est entièrement orienté vers la caractérisation de ce phénomène dans le cas de l'acier bas carbone à 0,1% C en masse (cf. Chapitre III partie B).

Les expérimentations présentées s'articulent en quatre parties :

- une approche macroscopique,
- une analyse basée sur des grandeurs mécaniques,
- une autre basée sur des grandeurs thermiques,
- une étude des orientations préférentielles.

La première partie permet d'appréhender les effets macroscopiques qui se produisent durant la déformation. Il convient d'illustrer clairement ce qui se passe lors de la torsion inverse pour pouvoir faire le lien avec les autres échelles et modes d'investigation.

Les deuxième et troisième parties concernent une approche mécanique et thermique de la torsion inverse. Nous décrivons les effets liés à l'écrouissage et les caractéristiques de la déformation liées à la localisation. Les relevés thermiques effectués en parallèle permettent d'évaluer les températures atteintes tout en les reliant aux observations mécaniques et macroscopiques. Ainsi, grâce à ces approches combinées thermique et mécanique, nous pouvons discuter des origines de la localisation de la déformation et de ses conséquences.

En quatrième partie se trouve une étude de la texture locale réalisée à partir de cartographies d'orientations EBSD. Une comparaison avec les mesures globales est proposée. De plus, cette approche locale nous donne la possibilité de connaître l'orientation des grains à l'interface séparant les deux zones du fil. Ainsi, nous pourrons relier les images obtenues en imagerie par électrons secondaires (Chapitre III) aux cartographies EBSD.

Ce chapitre se termine par la discussion que nous menons sur les origines de la localisation de la déformation en torsion inverse.

# A. Analyse de la localisation de la déformation :

## I. Observations générales :

Ce paragraphe décrit les essais de torsion inverse d'un point de vue macroscopique. On cherche à définir les différentes phases qui se déroulent pendant la déformation. Cette description passe par l'étude des mouvements de la surface du fil. L'intérêt de cette analyse est double : tout d'abord on s'assure que la déformation est homogène en torsion directe, puis on cherche à comprendre le comportement mécanique du fil autour du front de déformation.

### 1. Analyse de la surface du fil en torsion directe :

Pour comprendre quel est le comportement de la surface du fil pendant un essai de torsion, un film est réalisés et des séquences de ce film sont analysées image par image. Pour avoir des conditions optimales, le fil subit une préparation particulière avant l'essai. La surface du fil est préalablement recouverte d'une peinture blanche pour éviter les problèmes de reflets. Ensuite, on trace un trait d'encre noire parallèle à l'axe du fil pour visualiser la formation de l'hélice due à la déformation.

On s'intéresse tout d'abord à la surface du fil durant un essai de torsion directe de manière à se familiariser avec la technique. La figure IV.1 montre deux images de la surface du fil durant un essai de torsion directe.

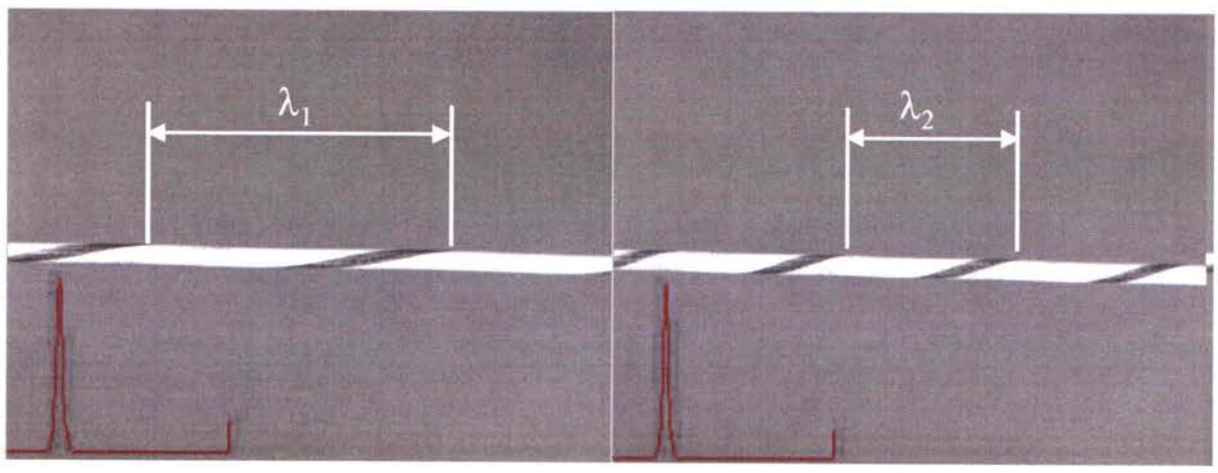



*Figure IV.1 : Images de la surface du fil pendant un essai de torsion directe.*

L'image de gauche correspond au début de la torsion, le trait noir initialement rectiligne forme une hélice. L'image de droite représente le même fil un peu plus tard dans l'essai. Les pas d'enroulement de l'hélice sont notés $\lambda_1$ et $\lambda_2$ sur les images. On constate que le pas diminue avec la déformation, et ceci de façon homogène sur toute la longueur du fil. On considère alors que la torsion directe est une sollicitation homogène sur toute la longueur de l'échantillon.

## 2. Analyse de la surface du fil en torsion inverse :

Dans le cas de la torsion inverse, les choses sont plus compliquées. Nous allons décomposer l'analyse en deux temps :

- la torsion inverse avant la formation de la localisation,
- la torsion inverse pendant la propagation du front de déformation.

La figure IV.2 présente une image de la surface du fil au début de la torsion inverse, avant que la déformation ne se localise.

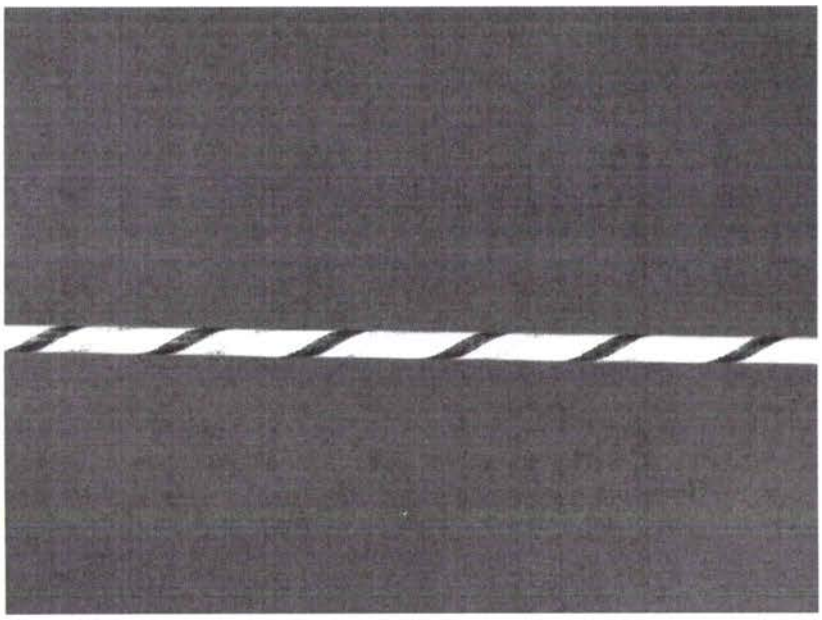


*Figure IV.2 : Début de la torsion inverse.*

A ce stade de l'essai, l'hélice préalablement formée par la torsion directe tend à se « défaire ». Le sens de rotation ayant été inversé, le pas de l'hélice s'agrandit. Ici encore, on constate que la déformation est homogène sur toute la longueur du fil.

A l'instant où la déformation se localise, la déformation est très hétérogène : on aperçoit une fine tranche de fil qui semble tourner très vite. Cet élément de matière peut s'initier à n'importe quel endroit le long du fil. C'est à cet instant que l'on peut délimiter deux parties distinctes sur le fil : la zone A et la zone B.

La figure IV.3 présente une image de la zone du fil contenant le front une fois que celui-ci a commencé à se déplacer.

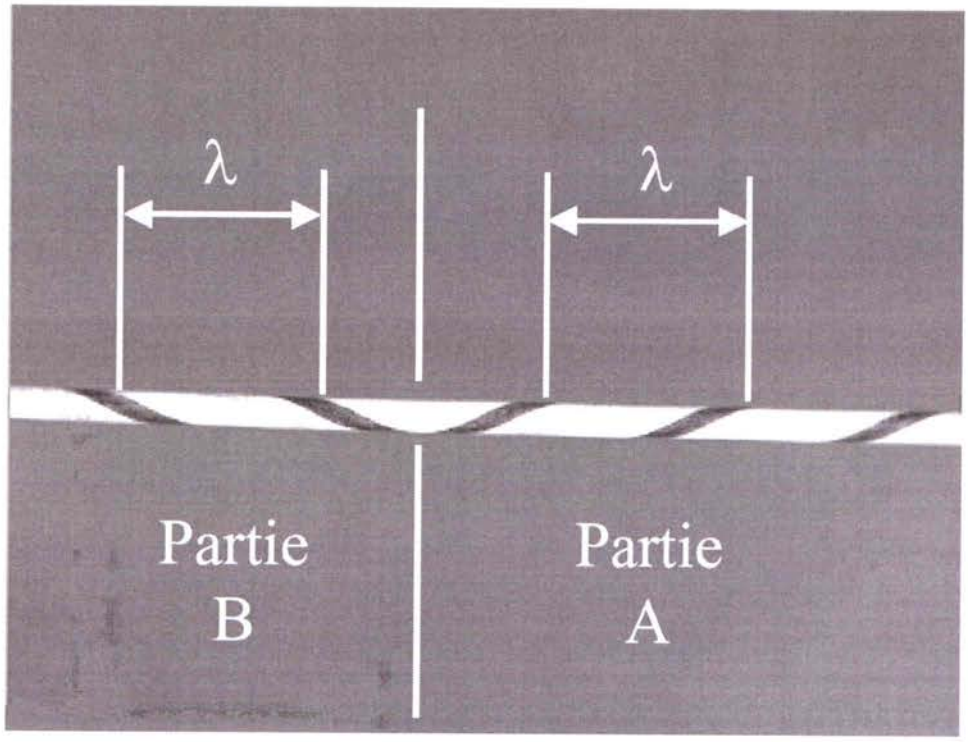



*Figure IV.3 : Front de déformation en torsion inverse.*

Tout d'abord, on remarque que le pas de l'hélice est presque identique de chaque coté du front de déformation. Ceci est vrai pour toute la longueur du fil. Au tout début de la torsion inverse, la déformation se fait sans localisation et de façon homogène ce qui tend à défaire l'hélice de la zone A. Cette période de déformation homogène est très courte au regard de celle ayant lieu avec une localisation de la déformation. Par conséquent, nous pouvons négliger l'effet de cette première partie de la déformation sans localisation.

Pour compléter l'observation, nous présentons dans la figure IV.4 une séquence d'images prises à 0,5s d'intervalle de la zone du fil contenant le front de déformation.

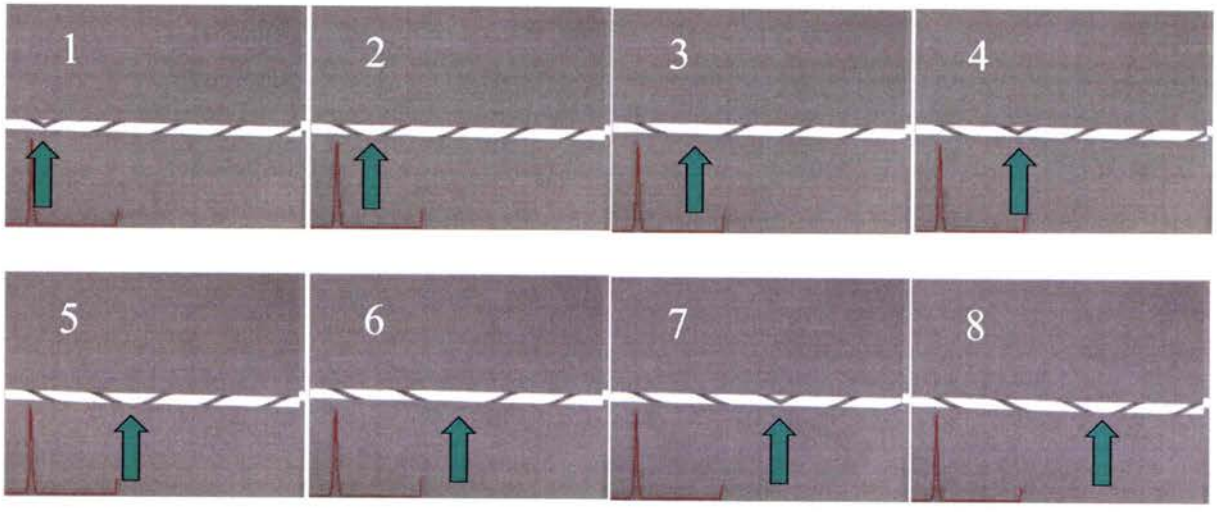



*Figure IV.4 : Séquence d'images du front de déformation en mouvement.*

En analysant le film complet d'où est tirée la séquence présentée, on s'aperçoit que la partie B du fil ne bouge plus. Ceci est confirmé par la constance du pas de l'hélice de cette zone et par les observations réalisées pendant l'essai.

Concernant la partie A, on sait que le pas de l'hélice ne varie pas. En recoupant cette information avec les données déjà établies dans le chapitre précédent, nous pouvons affirmer que cette partie ne subit plus de déformation lorsque le front est passé. En fait, toute la déformation se produit à l'interface séparant les deux zones du fil. La partie A ne fait que tourner sur elle même comme si elle était rigide.

Cette première partie de chapitre a révélé que la torsion inverse est très hétérogène. En effet, la déformation se produit à l'interface de deux zones distinctes du fil, ces deux zones ne subissant pas de déformation. La déformation imposée se localise dans une zone étroite (15 à 20 µm de large) située à l'interface des parties A et B.

## II. Analyses mécaniques :

Dans cette partie nous discutons de grandeurs mécaniques liées à l'apparition de ce front. Pour connaître les évolutions mécaniques du fil en torsion inverse, nous nous intéressons aux grandeurs accessibles et mesurables du banc d'essais : le nombre de tours effectués (par extension la déformation en cisaillement) et le couple. En plus de ces paramètres nous avons évalué d'autres caractéristiques mécaniques liées au front de déformation : sa vitesse de déplacement, la déformation locale ou encore la vitesse de déformation locale.

### 1. Un effet de seuil :

En dépouillant les résultats des essais de torsion inverse, il ressort une première particularité : il existe un seuil de déformation à atteindre en torsion directe pour observer une localisation. C'est à dire qu'il faut effectuer une déformation minimale en sens direct pour observer un front de déformation en sens inverse. Le tableau IV.5 synthétise une campagne d'essais permettant de constater cet effet de seuil.

| Nb de tours directs | Nb de tours inverses | déformation vraie directe | déformation vraie inverse à rupture | Front de déformation ? |
|---|---|---|---|---|
| 50 | 208 | 0,38 | 1,57 | non |
| 55 | 213 | 0,41 | 1,61 | non |
| 60 | 221 | 0,45 | 1,67 | oui |
| 70 | 238 | 0,53 | 1,79 | oui |
| 80 | 257 | 0,60 | 1,94 | oui |
| 90 | 256 | 0,68 | 1,93 | oui |
| 100 | 263 | 0,75 | 1,98 | oui |
| 110 | 251 | 0,83 | 1,89 | oui |

*Tableau IV.5 : Récapitulatif d'essais de torsion inverse : effet de seuil.*

On remarque qu'en dessous d'une déformation en cisaillement de $\gamma = 0,45$ en torsion directe, aucune localisation n'est visible lors de la torsion inverse. Ce résultat sous-entend que

les conditions d'apparition du front de déformation sont liées à une grandeur évoluant avec la plasticité. Plusieurs hypothèses peuvent se poser comme conditions nécessaires à l'apparition du front :

- *une texture particulière* : on sait que la texture évolue d'une façon identique quelle que soit la nuance d'acier tréfilé utilisée. Tous les fils testés ont la même texture à $\gamma = 0{,}45$.
- *un changement métallurgique* : il a été montré dans le chapitre III que la cémentite se dissout pendant la torsion. Cette modification atteint peut-être un seuil critique à $\gamma = 0{,}45$, dans le cas de l'acier bas carbone, qui amorcerait la localisation de la déformation.
- *un écrouissage minimal* : une valeur critique de l'écrouissage, et donc de la densité de dislocation peut également être une condition d'apparition du phénomène.

## 2. Une augmentation de la déformation à rupture :

En comparant la déformation réalisée en torsion directe à la déformation à rupture réalisée dans la phase de torsion inverse, on note que le fil n'a pas une déformation à rupture constante. Il existe un optimum pour lequel on augmente sensiblement la limite à rupture. La figure IV.6 montre le graphe de la déformation à rupture en sens inverse en fonction de la déformation en sens direct.

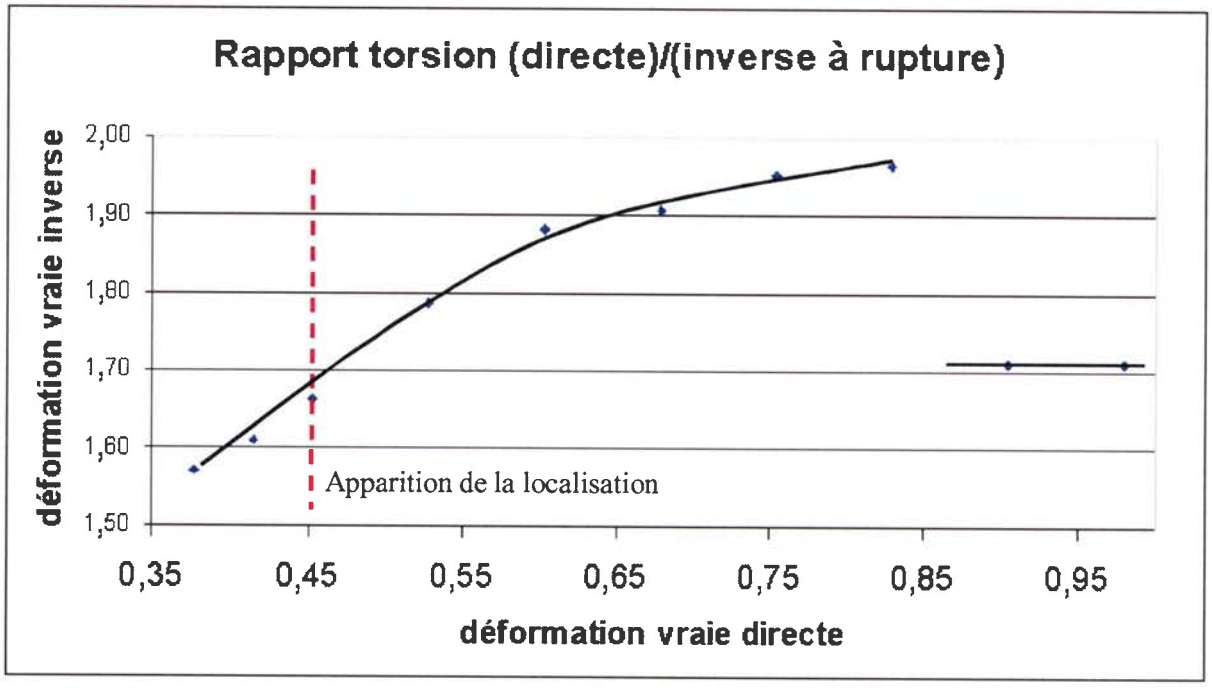



*Figure IV.6 : Comparaison de la déformation sens inverse / sens direct.*

Un effet de renforcement mécanique important existe donc en torsion inverse lorsque la déformation se localise, et dont les limites sont calculées ci-dessous :

- En sachant que la rupture en torsion directe est située à $\gamma = 1,2$ pour l'acier bas carbone, on constate que la déformation à rupture la plus grande en torsion inverse est d'environ $\gamma = 2$. Donc le fait de solliciter un fil en torsion directe peut améliorer sa déformation à rupture dans l'autre sens de l'ordre de 60% maximum.
- Ensuite, si la localisation apparaît, donc si on dépasse le seuil de $\gamma = 0,45$ en torsion directe, on peut augmenter la déformation à rupture de 40% minimum.

Lorsque la déformation en sens directe atteint $\gamma = 0,9$ le renforcement du fil retombe à son niveau sans localisation de la déformation. Or sur les courbes de rotations de réseau présentées dans le chapitre III $\gamma = 0,9$ correspond au début du palier lié à l'obtention de la texture limite. Il se pourrait donc que tant que la texture limite en torsion directe n'est pas atteinte, la localisation de la déformation augmente la limite à rupture du fil en torsion inverse.

On retrouve ainsi la notion de texture de torsion défavorable à la tenue des fils en torsion comme LIU *(2001)* l'avait montré dans le cas de l'acier perlitique dont la texture après tréfilage est de type circulaire.

## 3. Caractéristiques mécaniques de la localisation :

Pour caractériser le front de déformation d'un point de vue local, nous avons mené d'autres essais en vue de définir trois paramètres :

- La vitesse de déplacement du front.
- La vitesse de déformation locale.
- La déformation locale.

Ces informations supplémentaires vont permettre une meilleure évaluation du phénomène observé en les confrontant aux analyses microstructurales déjà effectuées.

➔ Vitesse de déplacement de la localisation :

L'évaluation de la vitesse de déplacement macroscopique du front de déformation s'est faite de façon très simple par chronométrage. Plusieurs essais de torsion ont été menés en considérant différents taux de déformation en sens direct. Le tableau IV.7 rassemble les données relatives à ces essais.

| Déformation en sens direct | Temps (s) | Distance parcourue (mm) | Vitesse (mm/s) |
|---|---|---|---|
| 0,45 | 10 | 82 | 8,2 |
| 0,60 | 10 | 54 | 5,4 |
| 0,75 | 10 | 43 | 4,3 |
| 0,90 | 10 | 33 | 3,3 |
| 1,06 | 10 | 33 | 3,3 |

*Tableau IV.7 : Evaluation de la vitesse du front de déformation.*

La déformation en sens direct est échelonnée par pas de $\Delta\gamma = 0{,}15$. A l'apparition de la localisation, nous marquons sur le fil un point de départ. Après 10 secondes de parcours, l'essai est arrêté et la distance parcourue par le front mesurée. La vitesse de progression en mm/s est obtenue en calculant la variation de la longueur recouverte par le front par rapport au temps.

La constatation principale est que la vitesse du front diminue avec l'augmentation de la déformation en torsion directe préalablement effectuée. Cette vitesse atteint un seuil de 3,3 mm/s après une déformation en cisaillement de 0,9 en torsion directe. La vitesse de propagation dépend également de la vitesse de rotation imposée au fil par l'intermédiaire du moteur du banc d'essais. Cependant, nous nous sommes restreint à l'étude d'une seule vitesse de rotation, car seuls les effets dus aux mécanismes de déformation du matériau nous intéressent.

Mais si la vitesse de propagation semble faible, il reste à déterminer la vitesse de déformation locale engendrée. Comme la plasticité n'a lieu qu'à l'interface des deux zones du fil, la vitesse de déformation est très grande.

➔ Vitesse de déformation locale :

Pour calculer la déformation en torsion, nous utilisons la formule suivante (cf. Chapitre II) :

$$\gamma = \frac{2 \cdot \pi \cdot r \cdot N}{L}$$ où $r$ = rayon du fil, $N$ = nombre de tours et $L$ = longueur du fil.

Ainsi, la déformation en cisaillement calculée suppose que la torsion est homogène sur toute la longueur du fil. Dans ces conditions, avec une vitesse de rotation habituellement utilisée de 1,2 tr/s, nous avons une vitesse de déformation de $9.10^{-3}.s^{-1}$ soit de l'ordre de $10^{-2}.s^{-1}$.

Pour évaluer la vitesse de déformation dans le cas de la propagation du front de déformation, nous considérons que :

- toute la déformation se passe dans le front,
- le front a une largeur de 20 µm.

Ainsi, en utilisant la même formule de calcul de la déformation en cisaillement en torsion appliquée au front et non plus à l'ensemble du fil, nous évaluons la vitesse de déformation.

$$\dot{\gamma} = \frac{2 \cdot \pi \cdot r \cdot \dot{N}}{L} = \frac{2 \cdot \pi \cdot 0{,}6 \cdot 1{,}2}{0{,}02} \approx 226\, s^{-1}$$

Soit une vitesse de déformation de l'ordre de $2.10^2.s^{-1}$.

Dans cette gamme de vitesse, nous sommes dans le domaine des sollicitations dynamiques. Il reste cependant à évaluer la déformation locale que subit le fil.

➔ Déformation locale :

La localisation apparaît donc au début de la torsion inverse et se propage sur toute la longueur du fil. Nous savons que la déformation engendrée par le front est la même quelle que soit la position considérée sur le fil. Chaque tranche de fil subit la même déformation. Ceci rend impossible l'utilisation d'un nombre de tours d'un instant (t) plutôt que celui d'un instant (t+1) dans le calcul de la déformation. La formule précédemment utilisée n'est donc plus valable dans ce cas. Nous devons alors choisir une autre méthode de calcul de la déformation.

Pour cela, nous considérons une longueur de fil unitaire sur laquelle un trait d'encre est tracé avant l'essai de torsion. Ce trait va former une hélice pendant la déformation. Nous mettons « à plat » ce tronçon cylindrique de fil : nous obtenons un rectangle traversé par une droite qui correspond à l'hélice. Il est donc possible de déterminer géométriquement la déformation subie par le fil. La figure IV.8 schématise cette méthode.

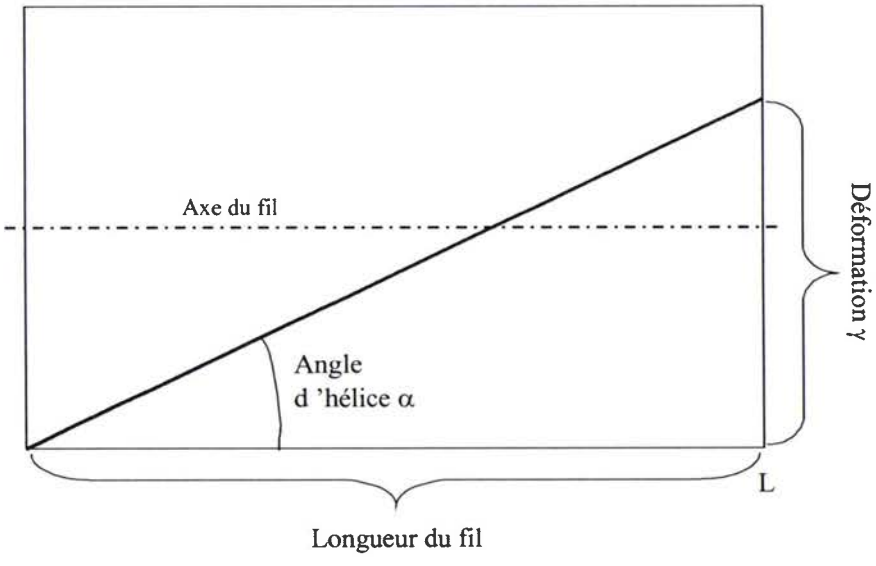



*Figure IV.8 : Calcul de la déformation du fil.*

Grâce à ce schéma, nous voyons que la déformation peut être obtenue par une relation géométrique faisant intervenir l'angle de l'hélice. Cette formule est :

$$\gamma = \tan(\alpha)$$

Cet angle α est facilement mesurable sur la surface des fils autour de la localisation. Nous allons appliquer ce calcul à l'image de la figure IV.9 dont nous connaissons le taux de déformation grâce à la formule :

$$\gamma = \frac{2 \cdot \pi \cdot r \cdot N}{L}$$

Nous pourrons alors évaluer la précision de l'autre méthode de calcul de la déformation.

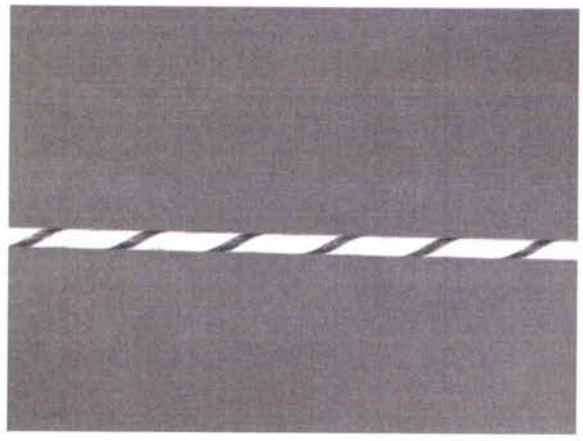


*Figure IV.9 : Visualisation de l'hélice du fil en torsion directe.*

Le nombre de tours effectués est de 80 pour une longueur de fil de 500mm, le calcul de la déformation donne un résultat de 0,6. En calculant la déformation par l'utilisation de la tangente à l'angle d'hélice (ici 30° environ) nous obtenons une déformation de 0,58.

Nous pouvons en conclure que la précision est très convenable puisque l'écart à la valeur de 0,6 est de l'ordre de 3%. De plus, la première méthode de calcul n'est pas parfaite et présente des erreurs liées aux différents paramètres utilisés (cf. Chapitre II). Cette nouvelle méthode de calcul a l'avantage de ne faire intervenir qu'un seul paramètre, l'angle α.

Nous avons donc un outil d'estimation de la déformation utilisable pour des zones particulière du fil. Nous proposons alors de l'appliquer à la partie contenant le front de déformation. La figure IV.10 montre la surface du fil en torsion inverse prise pour cet exemple.

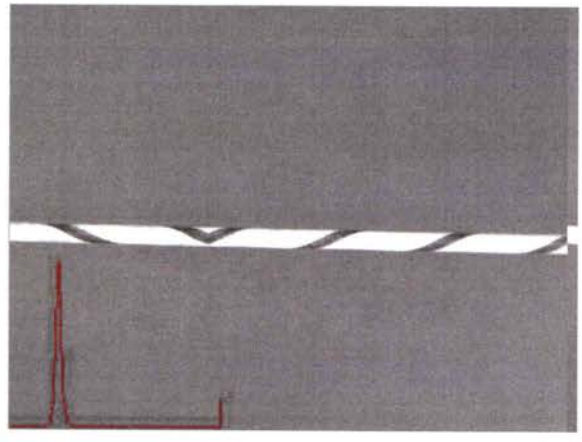


*Figure IV.10 : Surface du fil en torsion inverse.*

La déformation en torsion directe de cet exemple est de 0,6. Le fil est ensuite amené en torsion inverse. Au passage du front, l'angle d'hélice à gauche est de 25° par rapport à l'axe du fil, et à droite aussi. On obtient un angle de 50° pour passer d'une hélice à l'autre. La déformation au passage du front est alors de :

$$\gamma = \tan(50°) \cong 1{,}2$$

La localisation de la déformation engendre à elle seule une déformation de 1,2. Cette valeur est à comparer à la déformation à rupture du fil en torsion directe qui est également de 1,2. On constate que la localisation due à la torsion inverse induit une déformation locale très élevée. A cette déformation locale, il faut ajouter celle due à la torsion directe préalable à la torsion inverse.

Pour poursuivre l'étude mécanique du fil en torsion, nous nous intéressons à l'évolution du couple pendant l'essai. Le principal objectif est de déterminer l'influence de la localisation de la déformation sur cette grandeur.

## 4. Evolution du couple :

Notre banc d'essais étant muni d'un capteur de couple, nous avons pu suivre son évolution au cours de la déformation. L'intérêt de ce type de mesures est double :

- caractériser l'écrouissage et la plasticité du fil,
- observer l'effet de la localisation de la déformation.

➔ En torsion directe :

Pour commencer, nous nous intéressons aux résultats concernant la torsion directe. La figure IV.11 présente deux courbes réalisées à partir de ces mesures. La première est une courbe du couple en fonction de la déformation en cisaillement, et la seconde une courbe de la contrainte de cisaillement en fonction de la déformation en cisaillement. Cette dernière a été calculée par la méthode présentée dans les travaux de QODS *(2006)*.

Elle consiste à appliquer la formule de NADAI *(1950)* qui permet de calculer la contrainte de cisaillement en fonction du couple :

$$\tau(\psi a) = \frac{\Gamma(\psi)}{2\pi a^3} \cdot \left[ 3 + \frac{d\ln(\Gamma(\psi))}{d\ln(\psi)} \right]$$

où $\psi$ = l'angle de rotation, $a$ = la position sur le rayon et $\Gamma(\psi)$ = le couple.

Afin de calculer les différents éléments servant à calculer la contrainte de cisaillement, nous effectuons un lissage de la courbe de couple par un polynôme permettant de calculer aisément la dérivée logarithmique du couple en fonction de l'angle de rotation.

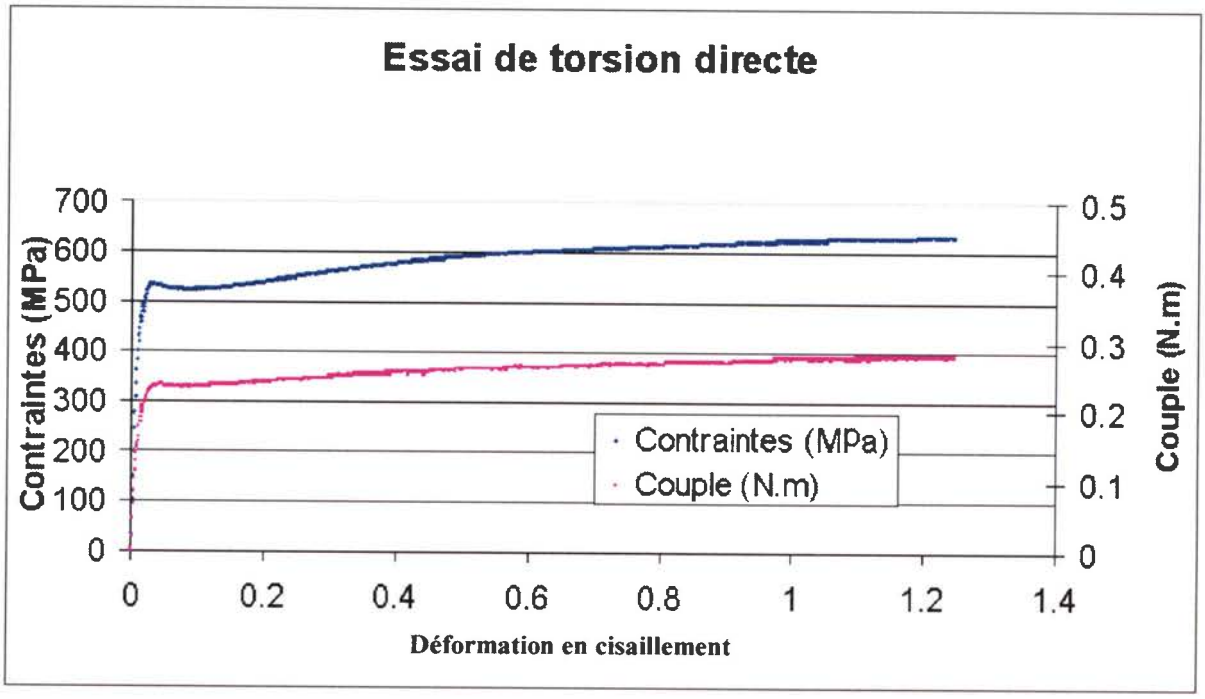



*Figure IV.11 : Courbes de couple et de cisaillement. Torsion directe.*

La courbe de la contrainte de cisaillement de la figure IV.12 présente un « coude » au début de la zone plastique : c'est un artéfact dû à la méthode employée. La technique présentée par QODS *(2006)* fait intervenir un lissage polynomial de la courbe de couple. Pour lisser une telle courbe, nous avons utilisé deux polynômes distincts, un pour la partie élastique et l'autre pour la partie plastique. La réunion des deux crée cet effet de « coude ». La zone perturbée par cet artéfact doit donc être considérée avec prudence. Une interprétation sans ambiguïté des résultats commencera alors à partir de $\gamma = 0,1$. Malgré tout, on peut estimer la contrainte d'écoulement en cisaillement à 530 MPa.

En considérant la zone plastique située après $\gamma = 0,1$, nous obtenons les courbes de la figure IV.12. On y trouve une courbe de la contrainte de cisaillement $\tau$ et une autre du coefficient d'écrouissage n. Ce dernier est définit à partir de la loi de Hollomon ($\tau=k\gamma^n$) et sa valeur est calculée par la méthode présentée par FRANCOIS *(2005)*. Ainsi ce coefficient nous permet de connaître la pente de la courbe $\tau=f(\gamma)$ et ainsi nous renseigner sur l'écrouissage du matériau.

Sur ces courbes, on constate que l'écrouissage sature rapidement et qu'à partir de $\gamma = 0,35$, le coefficient d'écrouissage diminue. De plus la valeur maximale de ce coefficient est de $n = 0,12$ environ. Cette valeur est très en-dessous de la valeur moyenne donnée pour les aciers ferritiques qui est de $n = 0,2$ à $n = 0,25$.

Ce faible écrouissage peut s'expliquer de deux façons. La première, d'ordre général, concerne les matériaux cubiques centrés qui ont un faible écrouissage. Ensuite, la faible valeur de l'écrouissage en torsion s'explique par le fait que le fil a subi une déformation préalable par tréfilage : l'écrouissabilité du fil après tréfilage est faible.

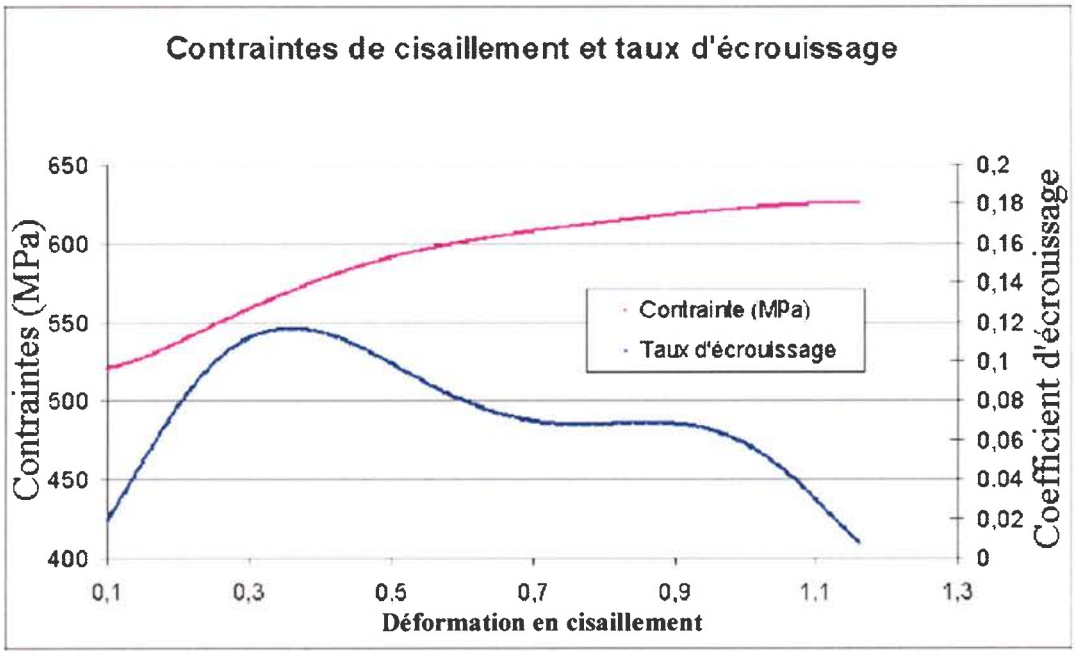



*Figure IV.12 : Contraintes de cisaillement et taux d'écrouissage en torsion directe.*

➔ En torsion inverse :

Après la caractérisation de la torsion directe, nous nous intéressons à la torsion inverse. La méthode de calcul de la contrainte n'a pu y être appliquée car la forme de la courbe de couple lorsque la localisation de la déformation apparaît ne peut être lissée simplement. Nous travaillons donc directement à partir des courbes de couple.

Ces mesures nous ont permis de caractériser l'apparition du front de déformation et sa propagation en suivant l'évolution du couple (figure IV.13).

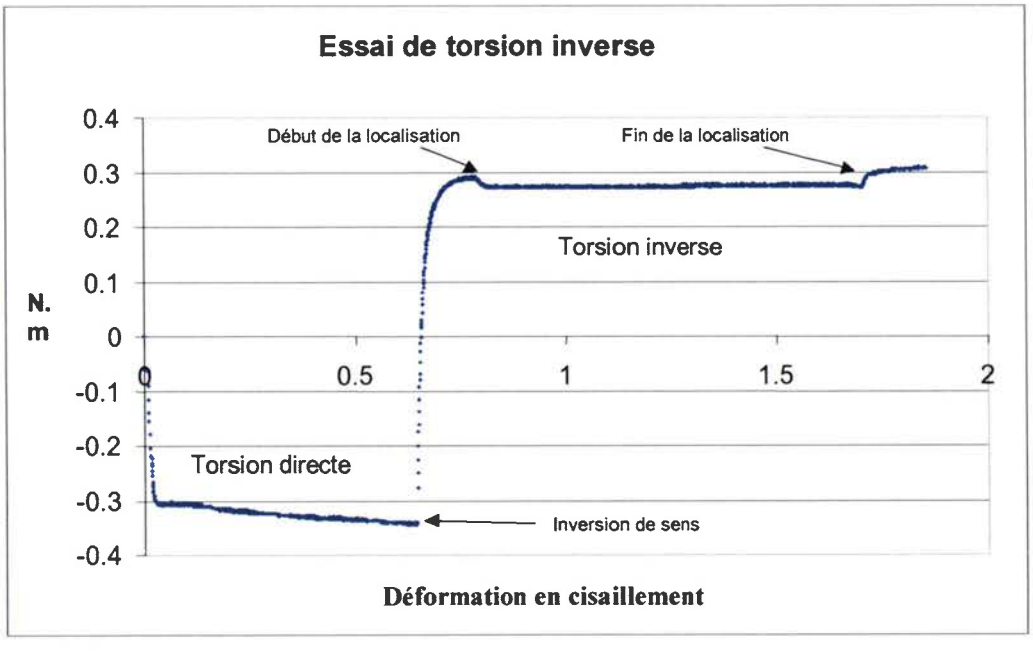



*Figure IV.13 : Courbe de couple d'un essai de torsion inverse.*

Entre $\gamma = 0$ et $\gamma = 0,6$, la mesure de couple correspond à la torsion directe. Dans cette zone, on distingue la partie de déformation élastique et la partie plastique. La pente de la partie plastique est faible, ce qui représente un écrouissage faible comme nous l'avons vu précédemment.

Lorsqu'on inverse le sens de rotation, le retour élastique du fil se produit jusqu'au retour du couple à zéro. Cette phase de retour élastique est très courte, de l'ordre de deux tours, soit $\gamma = 0,015$. Ensuite, l'intensité du couple remonte fortement dans ce qui est la zone de déformation élastique de la torsion inverse. Cette zone est comparable à celle observée en torsion directe ; un coude se forme et la contrainte se stabilise (écrouissage faible).

Peu après l'apparition du palier plastique, le couple subit une légère chute et reste constant. Ce phénomène d'adoucissement correspond à la formation et au début de la propagation de la localisation de la déformation. On n'observe pas d'écrouissage tant que l'on se trouve sur le plateau. Lorsque la courbe remonte après ce plateau, nous constatons que le front de déformation a recouvert toute la longueur du fil.

Le renforcement qui a lieu à la fin de l'essai correspond donc au retour à une déformation homogène en torsion (sans propagation d'un front).

La localisation de la déformation s'accompagne donc d'une baisse de 7-8% du couple, et la formation d'un palier dans les courbes de couples. Aucun écrouissage n'est perceptible lors de la propagation du front.

L'amorce du front de déformation pourrait s'expliquer par un phénomène d'endommagement. En effet, il s'initie à un endroit aléatoire du fil et provoque un adoucissement, ce qui peut faire penser à une amorce de fissure. Cependant, après une série d'observations au MEB de la surface du fil, aucun signe de fissure n'a été détecté. De plus, à la fin de la torsion inverse, le niveau de couple remonte lorsque le front s'est propagé sur toute la longueur du fil. Or si une fissure s'était amorcée, la rupture serait intervenue avant cette remontée. Le mécanisme responsable de la localisation de la déformation doit donc être d'origine différente d'un endommagement par formation de fissure ou de chevron (au sens des tréfileurs).

➔ Cycles de déformation :

Pour compléter l'analyse de la déformation du matériau, nous avons effectué des cycles de chargement. Ils consistent à faire des inversions de sens de rotation plusieurs fois durant l'essai, enchaînant ainsi des phases de torsion directe et inverse. Une courbe de couple de ce type d'essai est présentée dans la figure IV.14.

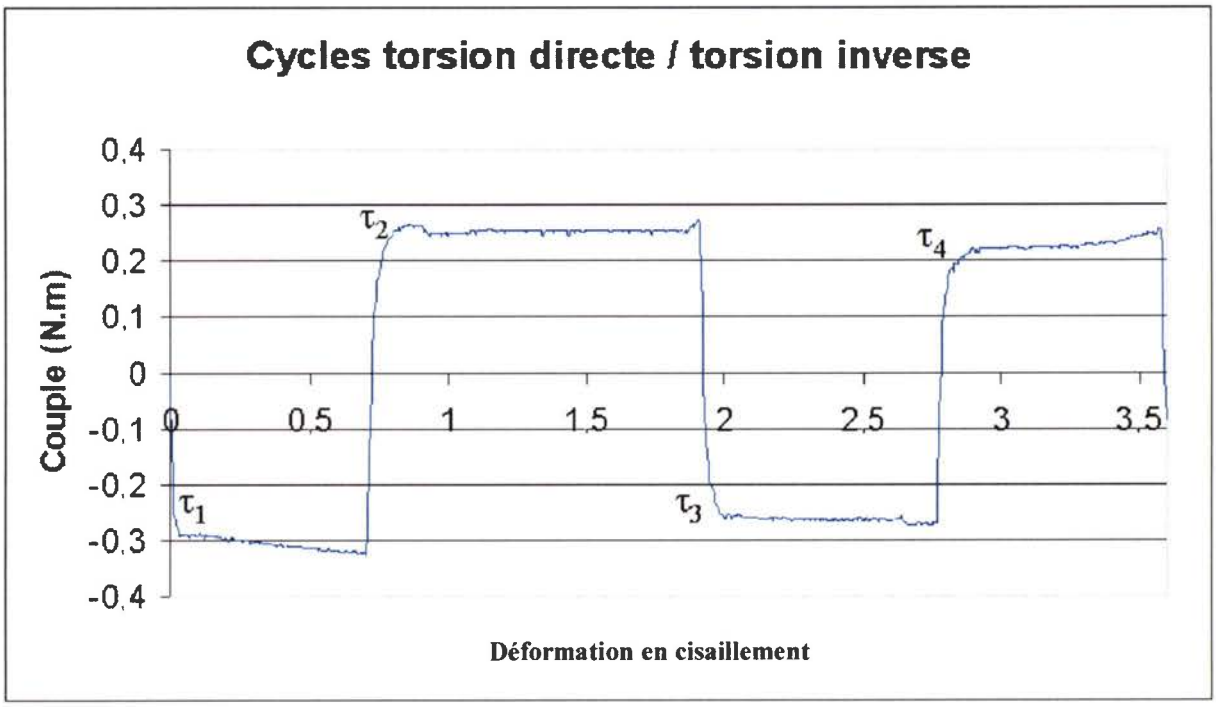



*Figure IV.14 : Cycles de torsion.*

Après un premier essai de torsion directe, nous effectuons un essai de torsion inverse en laissant le front de déformation recouvrir toute la longueur du fil. Ensuite nous inversons deux fois le sens de rotation. Deux constatations ressortent des ces expériences :

- le phénomène de localisation de la déformation n'apparaît qu'une seule fois sur l'ensemble du cycle, et ce lors de la première phase de torsion inverse,
- la limite d'écoulement diminue à chaque inversion de sens du chargement.

La torsion reprend une évolution classique du type : déformation élastique suivie d'une déformation plastique comportant un faible écrouissage.

Nous estimons que les valeurs absolues respectives des limites d'écoulement en cisaillement $\tau_1$ = 530 MPa, $\tau_2 = \tau_3$ = 420 MPa et $\tau_4$ = 325 MPa environ. En comparant $\tau_1$ et $\tau_2$ on remarque que le matériau s'est adouci lorsque le sens de sollicitation est inversé. Cette remarque peut être faite pour les limites d'écoulement $\tau_3$ et $\tau_4$. Un effet Bauschinger est donc présent lors des cycles de torsion directe et inverse. Si cette constatation ne marche pas pour $\tau_2$ et $\tau_3$ c'est sans doute parce que la localisation de la déformation a dû perturber l'écrouissage. En effet, lorsque la localisation se propage l'écrouissage est nul, donc l'effet Bauschinger ne peut se produire.

Une hypothèse peut être posée en considérant des phénomènes d'endommagement qui expliqueraient la baisse de la limite d'écoulement à chaque cycle. Des microfissures peuvent s'initier et se propager en surface, ce qui va diminuer la limite d'écoulement. Cette hypothèse est en accord avec le type de rupture que nous observons à la fin d'essai de torsion cyclique : le délaminage. Ce mode de rupture nécessite la formation et la propagation de fissures qui se développent dans le plan transversal du fil. Ainsi, avant d'atteindre une taille de fissure critique, la section efficace du fil diminue.

## 5. Analyse de la dureté :

L'analyse des courbes de couple a révélé que l'écrouissage du fil en torsion directe et torsion inverse est très faible. Pour compléter et confirmer ces faits, nous avons effectués une série d'essais de dureté à différents taux de déformation. La figures IV.15 montre le graphe de la dureté en fonction de la déformation pour différentes zones du fil.

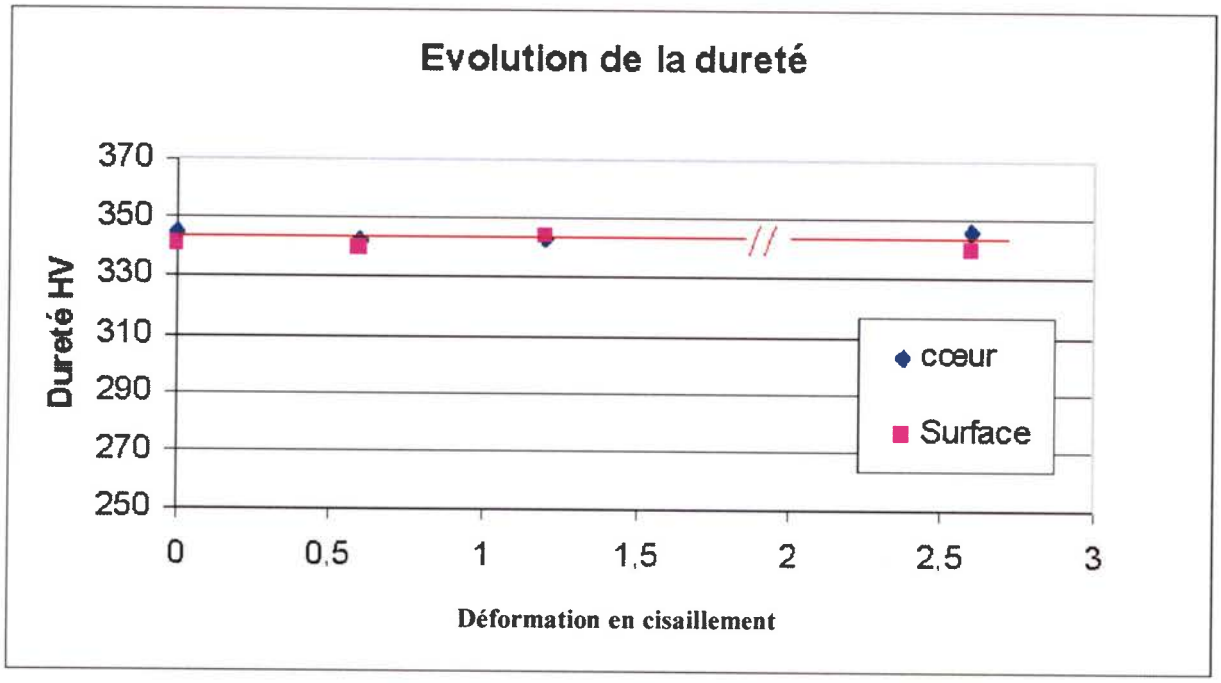



*Figure IV.15 : Essais de dureté.*

Les deux zones testées sont le cœur et la surface du fil. Les trois premiers points correspondent à la torsion directe et le dernier à de la torsion inverse. Ils sont caractérisés par les états suivants :

- L'état brut de tréfilage.
- $\gamma = 0,6$.
- $\gamma = 1,2$ (rupture).
- $\gamma = 0,9$ puis $\gamma = -1,66$ ( torsion inverse avec un recouvrement total du fil par le front de déformation).

On constate que la dureté n'évolue pas de façon sensible avec la déformation, et ce quelle que soit la zone du fil considérée. Ces résultats sont en accord avec les analyses du couple faites précédemment. L'écrouissage du fil pendant la torsion est très faible du fait de son état déjà écroui par le tréfilage. Le niveau moyen de la dureté est de 340 HV et correspond par conversion à une résistance mécanique de 1150 MPa. Cette valeur moyenne reflète un écrouissage important du matériau lié au tréfilage.

Les essais de torsion inverse ont montré que le comportement mécanique en plasticité du fil a deux particularités. La première, et la plus originale, concerne la localisation de la déformation qui se caractérise par un adoucissement, et un écrouissage nul. La seconde est l'existence d'un effet de type Bauschinger.

Nous savons que le maintien en température d'un acier peut conduire à une modification de ses caractéristiques mécaniques, comme par exemple une augmentation de sa limite à rupture : c'est le vieillissement. Or, nous constatons que le fil subit une variation de ses propriétés mécaniques alors même qu'il semble dégager de la chaleur. L'hypothèse de l'existence de phénomènes thermiquement activés en torsion inverse se pose. Pour déterminer quel est l'échauffement constaté qualitativement, une analyse thermique est menée pour quantifier ce phénomène.

# III. Analyse thermique :

De manière à caractériser le type de phénomène thermique que nous observons en torsion inverse, nous menons une analyse en deux étapes.

La première présente une étude théorique de la propagation de la chaleur dans les conditions observées expérimentalement de manière à connaître les profils de température dans le fil.

Ensuite, nous avons mesuré expérimentalement la température au cours des essais grâce à une caméra infrarouge « SNAPSHOT » de la marque Infrared Solutions.

## 1. Etude de propagation de la chaleur :

### 1.1. Présentation du problème et modélisation :

L'essai de torsion inverse provoque une localisation de la déformation sous forme d'un front de faible épaisseur qui se déplace le long du fil. Etant une zone de forte déformation, la chaleur produite est importante. Il est alors question de déterminer les profils de température engendrés par le front. La modélisation de l'évolution de la température dans le fil au cours de la torsion fait appel à la théorie de la diffusion de la chaleur.

Puisque la source de chaleur est mobile, il nous faut tenir compte de la vitesse de déplacement du front. Nous faisons donc l'hypothèse d'une source de chaleur uniforme se déplaçant à la vitesse du front de déformation (figure IV.16). L'équation de la chaleur est donnée par l'équation :

$$\frac{1}{\alpha}\cdot\frac{\partial T}{\partial t}=\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \text{ avec } \alpha=\frac{\lambda}{\rho C} \text{ diffusivité thermique}$$

où $\lambda$ est la conductivité thermique du matériau ($\lambda$ = 50 $W.m^{-1}.K^{-1}$), $\rho$ est la masse volumique ($\rho$ = 7700 $kg.m^{-3}$) et Cp la chaleur spécifique (C = 618 $J.kg^{-1}.K^{-1}$).

Cette équation différentielle a été résolue pas à pas dans le logiciel Mathématica. La solution de l'équation pour une source de chaleur Q' (en Joule) fournie au fil au point x' à t = t' est :

$$T(x,t)=\frac{Q'}{2S\rho C\left(\pi\alpha(t-t')\right)^{1/2}}e^{-\frac{(x-x')^2}{4\alpha(t-t')}} \text{ pour } t\geq t'$$

avec $Q' = qdt'$ ou q est la puissance de la source supposée constante. La source se déplace à la vitesse V donc x' = Vt'. La distribution de température le long du fil est obtenue par intégration :

$$T(x,t) = \int_0^t \frac{q}{2S\rho C\left(\pi\alpha(t-t')\right)^{1/2}} e^{-\frac{(x-Vt')^2}{4\alpha(t-t')}} dt' = \frac{q}{2S\sqrt{\pi\lambda\rho C}} \int_0^t \frac{e^{-\frac{(x-Vt')^2}{4\alpha(t-t')}}}{(t-t')^{1/2}} dt'$$

Remarque :

Les effets de convection et de rayonnement sont négligés dans ce calcul. La partie arrière du front de chaleur ne décrit donc pas correctement la réalité.

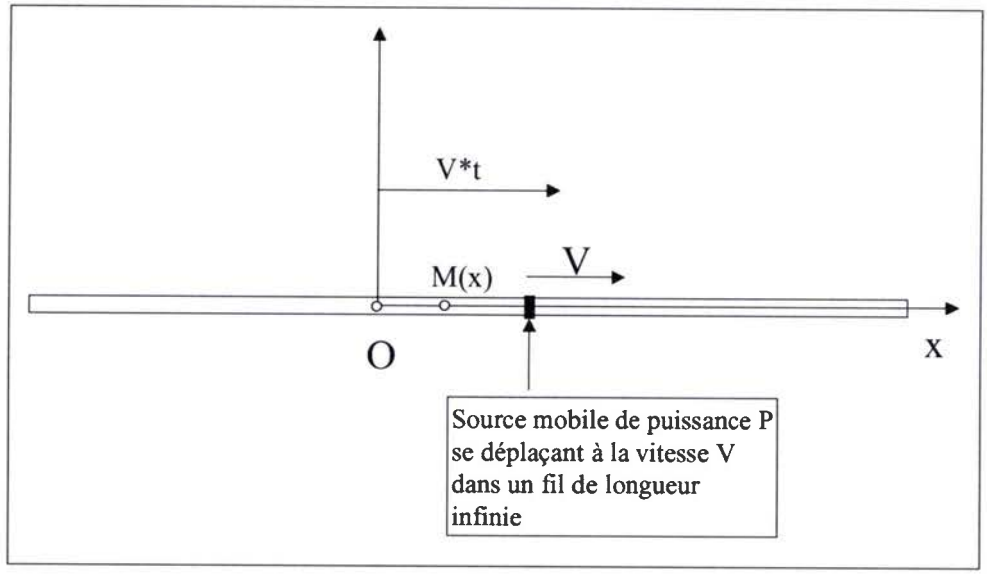



*Figure IV.16 : Schématisation de la localisation de la déformation.*

### 1.2. Résultats de la modélisation :

Les résultats obtenus sont présentés sous forme de profils de température calculés pour deux vitesses de front de déformation : 3 mm/s et 5 mm/s. Les figures IV.17 et IV.18 présentent les graphes de ces profils de température.

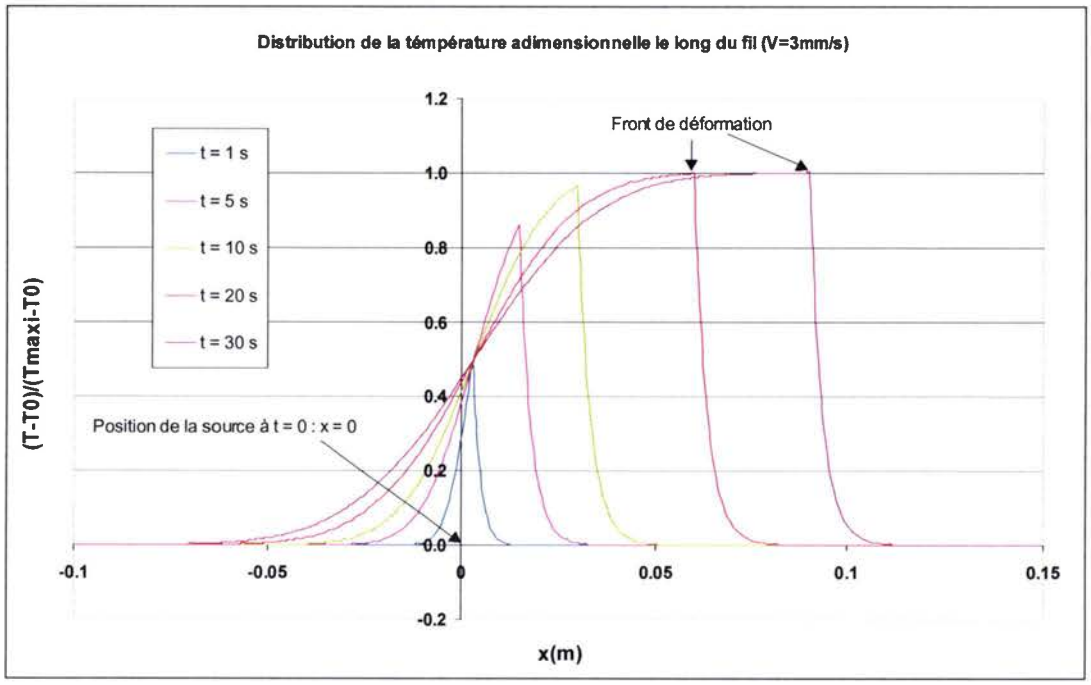



*Figure IV.17 : Profils de température d'un front se déplaçant à 3 mm/s.*

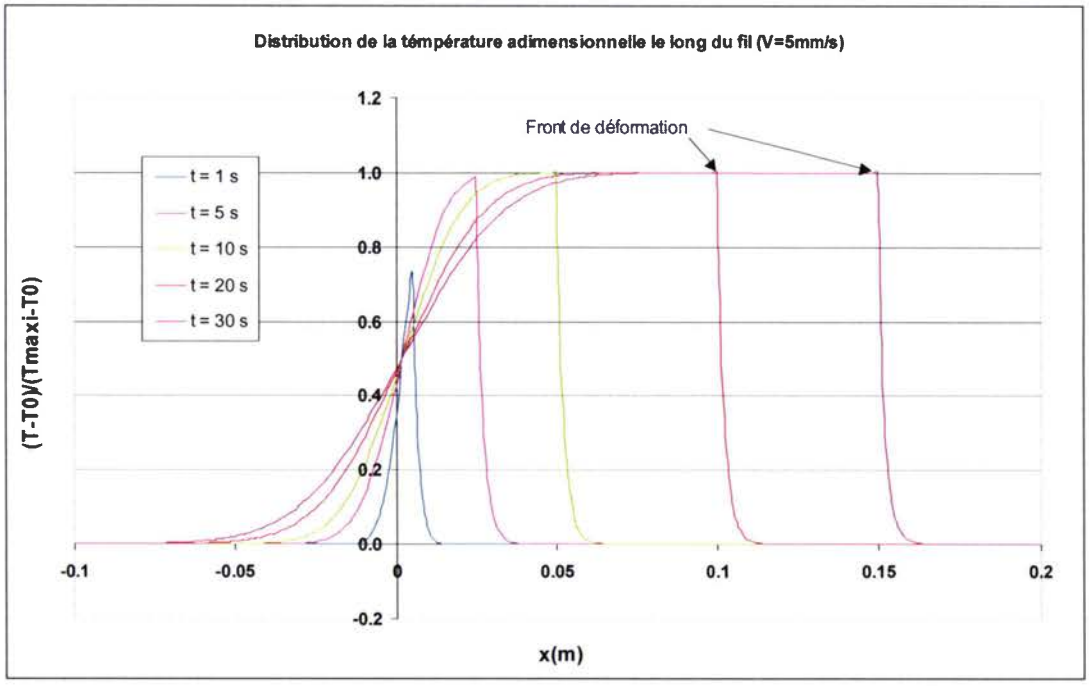



*Figure IV.18 : Profils de température d'un front se déplaçant à 5 mm/s.*

Ces deux graphes représentent la température adimensionnelle en fonction de la position en mètres le long du fil. Le front de déformation correspond à la température la plus élevée d'un profil donné.

Dans les essais de torsion inverse habituels, la vitesse de propagation du front est d'environ 3,3 mm/s. Ils peuvent donc être comparés aux profils de température correspondant à une vitesse de propagation de 3 mm/s.

En considérant le profil de température après 30s de propagation d'un front à une vitesse de 3 mm/s, nous constatons que la température 1mm devant le front est égale à 75% de celle du front. De même pour une durée de 30s et une vitesse de propagation de 5 mm/s, 1mm devant le front de déformation la température est de 62% de celle du front. La taille du front de déformation s'estimant en µm, nous observons que son influence s'estime en mm. Par conséquent, nous pensons que la température plusieurs microns devant le front est la même que celle du front.

Ce résultat important démontre que le phénomène thermique est en avance sur le phénomène mécanique. La chaleur précède toujours la déformation. Ainsi, il est possible que l'augmentation de la température devant le front soit en partie responsable de la propagation de la déformation. Ce phénomène thermique est discuté plus amplement à la fin de ce chapitre.

## 2. Imagerie infrarouge :

### 2.1. Réglages de la caméra :

Avant de pouvoir mesurer la température du fil pendant la torsion, nous avons procédé à l'étalonnage de la caméra infrarouge. Pour cela, nous mesurons la température d'un fagot de fils dont la température est connue grâce à un thermocouple (figure IV.19). Nous ajustons les paramètres de la caméra jusqu'à obtention de la même température que celle indiquée par le thermocouple.

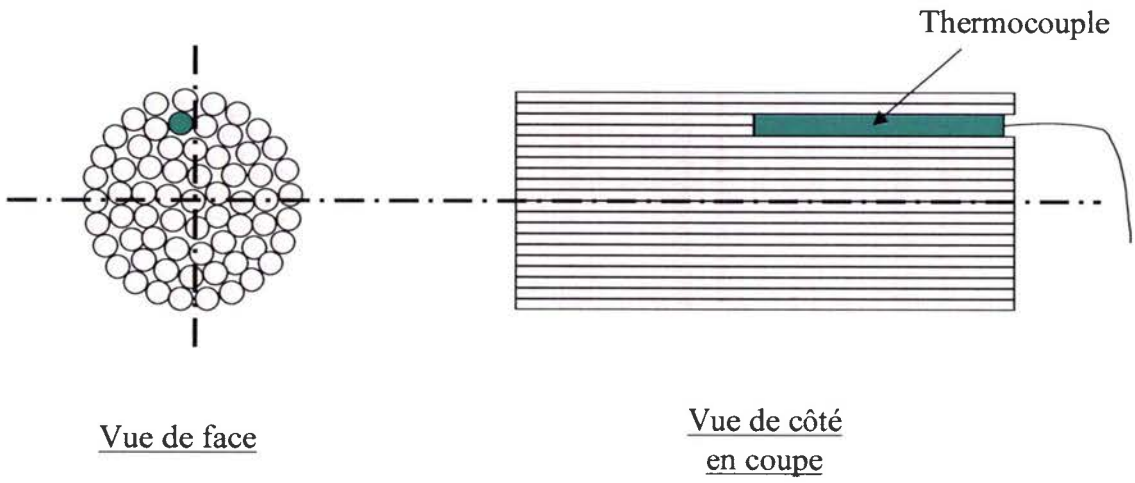



*Figure IV.19 : Schéma de l'échantillon d'étalonnage.*

Le fagot de fils est placé dans une étuve et l'étalonnage s'effectue à une température d'environ 100°C, qui correspond à la température que nous pensons atteindre lors de la torsion inverse. Le paramètre principalement ajusté est l'émissivité des fils d'aciers qui sont recouverts d'une fine couche de cuivre. Après étalonnage nous obtenons une émissivité $\varepsilon$ = 0,4.

### 2.2. Mesures de températures :

Lors d'un essai de torsion directe, nous constatons que la déformation est homogène. La mesure du rayonnement infrarouge révèle logiquement une répartition homogène de la température. La figure IV.20 montre une image infrarouge prise pendant la torsion directe.

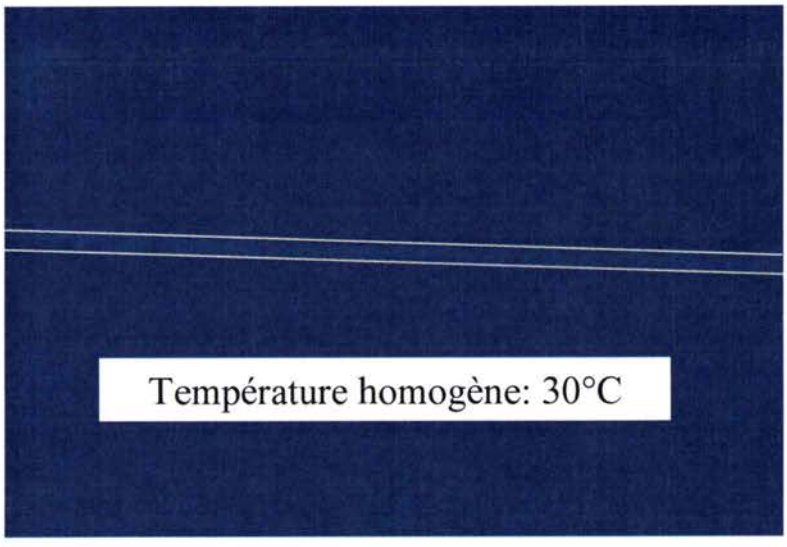



*Figure IV.20 : Image infrarouge d'un essai de torsion directe.*

Deux traits de couleurs ont été rajoutés sur cette image pour faire ressortir le fil du fond de l'image. En effet, l'élévation de température due à la torsion est faible, et la température du fil à la fin de l'essai est d'environ 30°C.

En suivant la même méthode, nous avons mesuré la température pendant un essai de torsion inverse. La figure IV.21 présente l'image infrarouge correspondante.

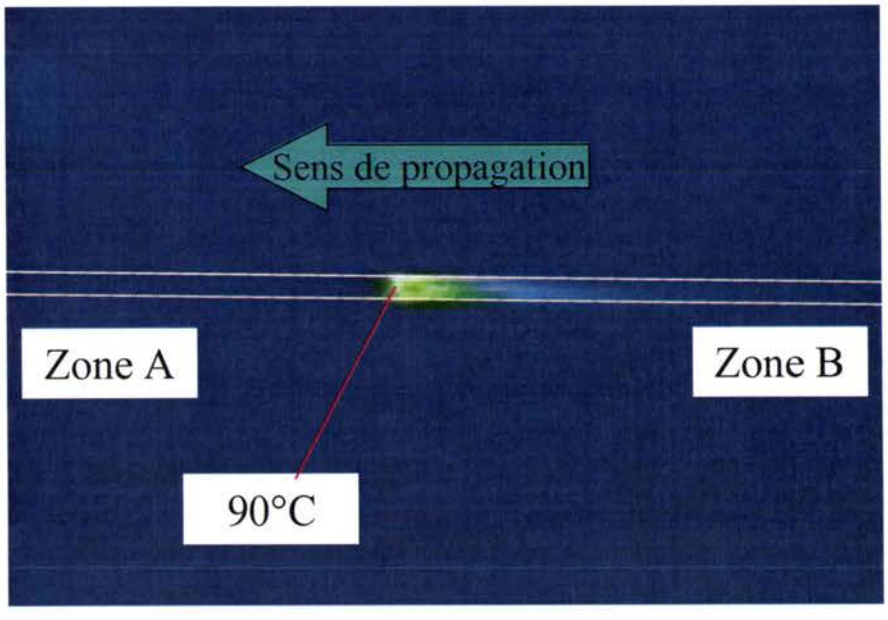



*Figure IV.21 : Image infrarouge d'un essai de torsion inverse.*

Les premières observations du fil montrent que le front de déformation précédemment observé se superpose à un front thermique. Le taux de déformation locale et la vitesse de déformation associée sont à l'origine de ce dégagement de chaleur localisé. En effet, nous avons évalué la déformation locale engendrée par la localisation de la déformation à environ $\gamma = 1,2$ ce qui correspond à la limite à rupture du fil en torsion directe. Cette forte déformation ayant lieu sur un volume de matière très petit et associée à une vitesse de déformation de l'ordre de $2.10^2\ s^{-1}$ créent une forte quantité de chaleur.

La température maximale est atteinte à l'interface entre la zone A et la zone B du fil et varie d'un essai à l'autre de 85°C à 95°C. Ces valeurs de température peuvent être inférieures aux températures réelles atteintes pendant les essais car l'appareil employé a une résolution spatiale faible et son utilisation principale se fait sur des pièces plus massives. Il n'est donc pas spécialement dimensionné pour ce type de mesure très localisée.

L'origine de cette élévation de la température peut s'expliquer par une analyse de la déformation plastique. La déformation d'un polycristal sous une sollicitation est possible si les dislocations sont capables de se déplacer à travers le réseau cristallin. Pendant le glissement et la montée des dislocations, la cémentite se fragmente et, suite à cet effet, des atomes de carbone libres sont relâchés. Ces atomes interstitiels vont jouer un rôle d'impuretés qui vont fixer les dislocations. Cela induit une diminution de la mobilité des dislocations ce qui renforce le matériau. Le matériau va alors réagir en relâchant des contraintes internes pour autoriser la poursuite de la déformation sans rupture. Par conséquent, localement le frottement de réseau cristallin va être responsable d'une augmentation de la température qui aide le mouvement des dislocations. Cette élévation de température est d'autant plus élevée que la déformation est importante.

# IV. Analyse de la texture locale :

Après les études macroscopique et thermo-mécanique du fil d'acier bas carbone en torsion inverse, nous avons conduit une analyse sur les orientations locales. Tout d'abord, nous comparons les résultats obtenus par mesure de la texture globale à ceux obtenus par mesures locales. Dans un deuxième temps, on s'intéresse au front de déformation.

## 1. Evolution des orientations locales :

On sait que la texture des fils après tréfilage peut se différencier selon trois zones : une zone de surface, une zone à cœur, et une zone intermédiaire. De plus, la torsion induit un gradient de déformation le long du rayon. Pour ces raisons, nous avons considéré une section du fil pour laquelle nous avons retiré une épaisseur égale à 0,6 mm par polissage. La surface observable contient alors ces trois zones particulières puisque le diamètre du fil est de 1,2 mm. La technique de cartographie EBSD est alors employée.

Pour chacune de ces zones, on représente l'image de la cartographie, le schéma situant la zone observée, et la correspondance entre les couleurs et les orientations. Une couleur représente une direction cristallographique qui est parallèle à la direction X (la direction X étant parallèle à l'axe du fil). Pour pouvoir repérer les orientations sur ces cartographies, nous présentons dans la figure IV.22 le triangle standard utilisé pour établir la correspondance entre couleurs et orientations.

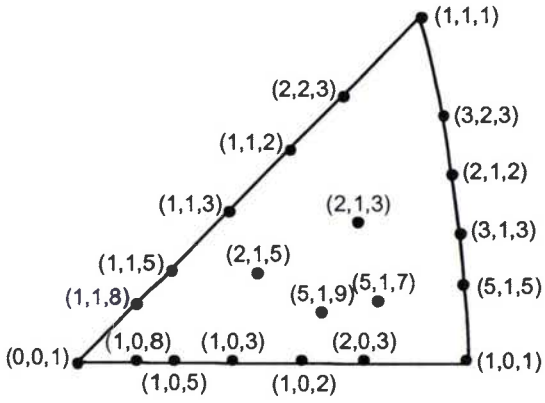



*Figure IV.22 : Triangle standard des orientations.*

## 1.1. La zone en sous surface :

Grâce à la figure IV.23, on peut remarquer que les grains de ferrite situés de part et d'autre du front sont très déformés. On retrouve la notion de « ciel de Van Gogh » : la morphologie des grains est très perturbée.

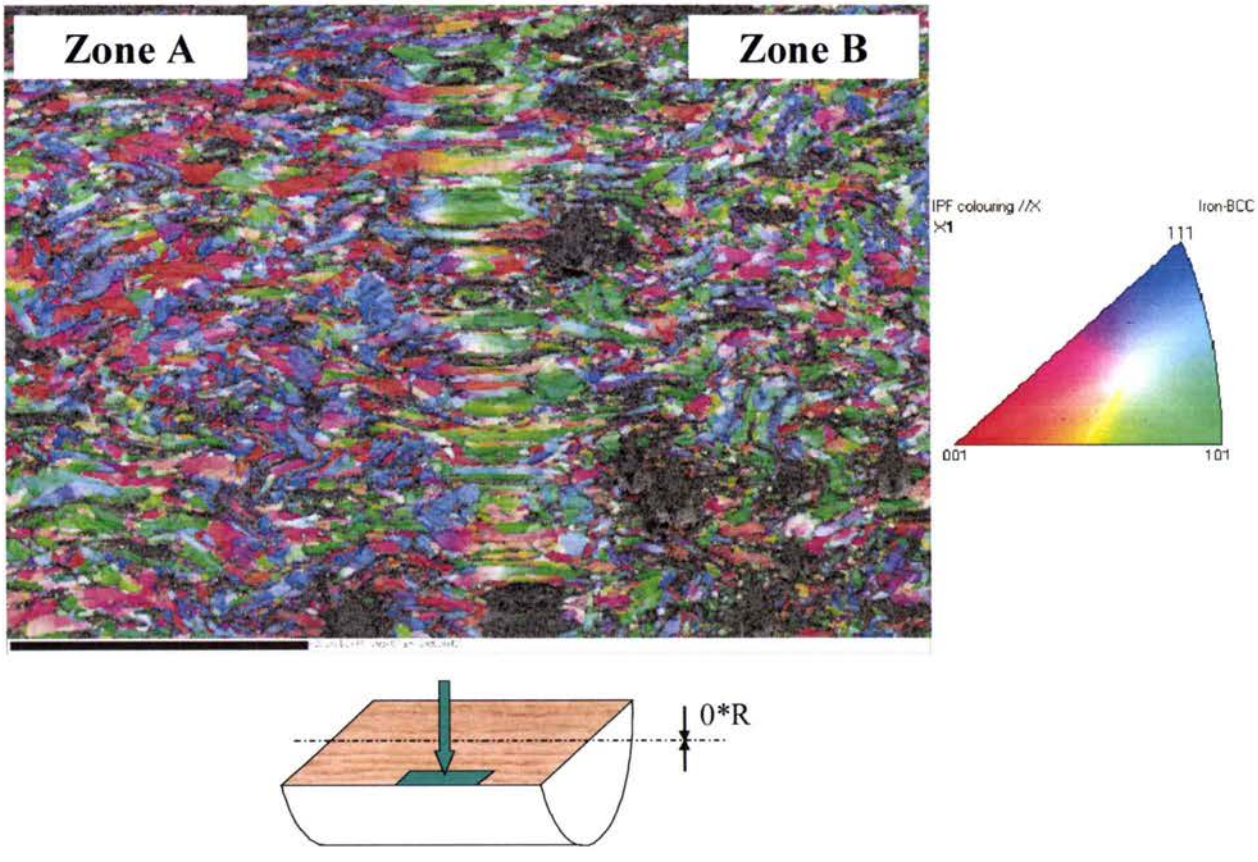



*Figure IV.23 : Cartographie d'orientations, torsion inverse, $\gamma = 0,9$ puis $\gamma = -0,9$.*

Dans la partie A on retrouve une majorité de couleurs variant du violet au bleu. Autrement dit, les familles de directions <112> et <111> sont parallèles à l'axe du fil. Ce résultat est compatible avec l'étude globale de la texture qui a montré que les plans (112) sont

parallèles à l'axe du fil. Pour vérifier cette observation, nous traçons des figures de pôles recalculées à partir des résultats de la zone A de la cartographie d'orientations (figure IV.24).

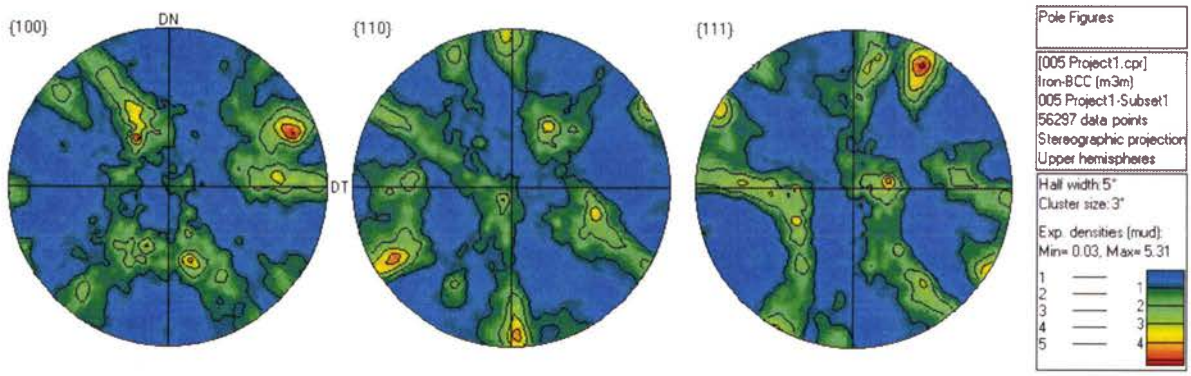



*Figure IV.24 : Figures de pôles obtenues à partir de la zone A (DT = Direction de Tréfilage).*

La figure de pôles (110) possède la même morphologie que celle déjà étudiée dans le chapitre III. On observe une fibre {110}<uvw> tournée d'environ 35° par rapport à l'axe du fil.

Pour la partie B, nous présentons dans la figure IV.25 les figures de pôles correspondantes à cette zone du fil.

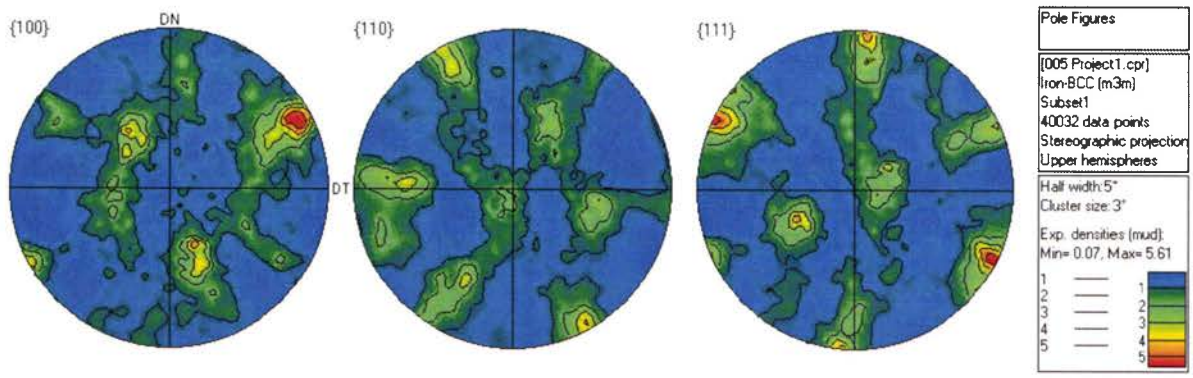



*Figure IV.25 : Figures de pôles obtenues à partir de la zone B (DT = Direction de Tréfilage).*

Les figures de pôles de la zone B sont caractéristiques d'une texture de cisaillement. Ces résultats sont donc partiellement en désaccord avec les observations faites lors des mesures globales de la texture (chapitre III. B) II). En effet, nous avons vu au chapitre III que la texture de la zone B correspond à la superposition d'une texture de fibre tournée superposée à une texture de cisaillement. Cependant la statistique de comptage associée à la mesure de cartographie est beaucoup plus faible que celle associée à la diffraction des rayons X, ceci peut expliquer le désaccord entre les deux techniques.

Dans la zone de localisation de la déformation, les lamelles ont une forme différente de celles des parties A et B : elles sont parallèles à l'axe du fil. Cette observation est analysée dans le paragraphe suivant.

### 1.2. La zone à mi-rayon :

La zone suivante que nous avons étudiée se situe dans le même plan de coupe de l'échantillon mais cette fois à mi-rayon. La cartographie associée est présentée dans la figure IV.26.

Dans cette zone intermédiaire, le front de déformation est encore visible malgré un aplatissement important des chevrons. Le vert est la couleur majoritaire avec des traces des autres couleurs. Elle correspond à une orientation de type [110] parallèle à l'axe du fil. Autrement dit, cette zone du fil a une orientation majoritaire compatible avec la texture de tréfilage. Les grains des parties A et B sont un mélange de grains courbés et parallèles. La déformation par torsion est donc moins intense dans cette zone, comme on pouvait s'y attendre.

On remarque que la bande reliant les deux zones possède toujours une morphologie majoritairement composée de lamelles parallèles à l'axe du fil, et d'orientation [110] parallèle à l'axe du fil.

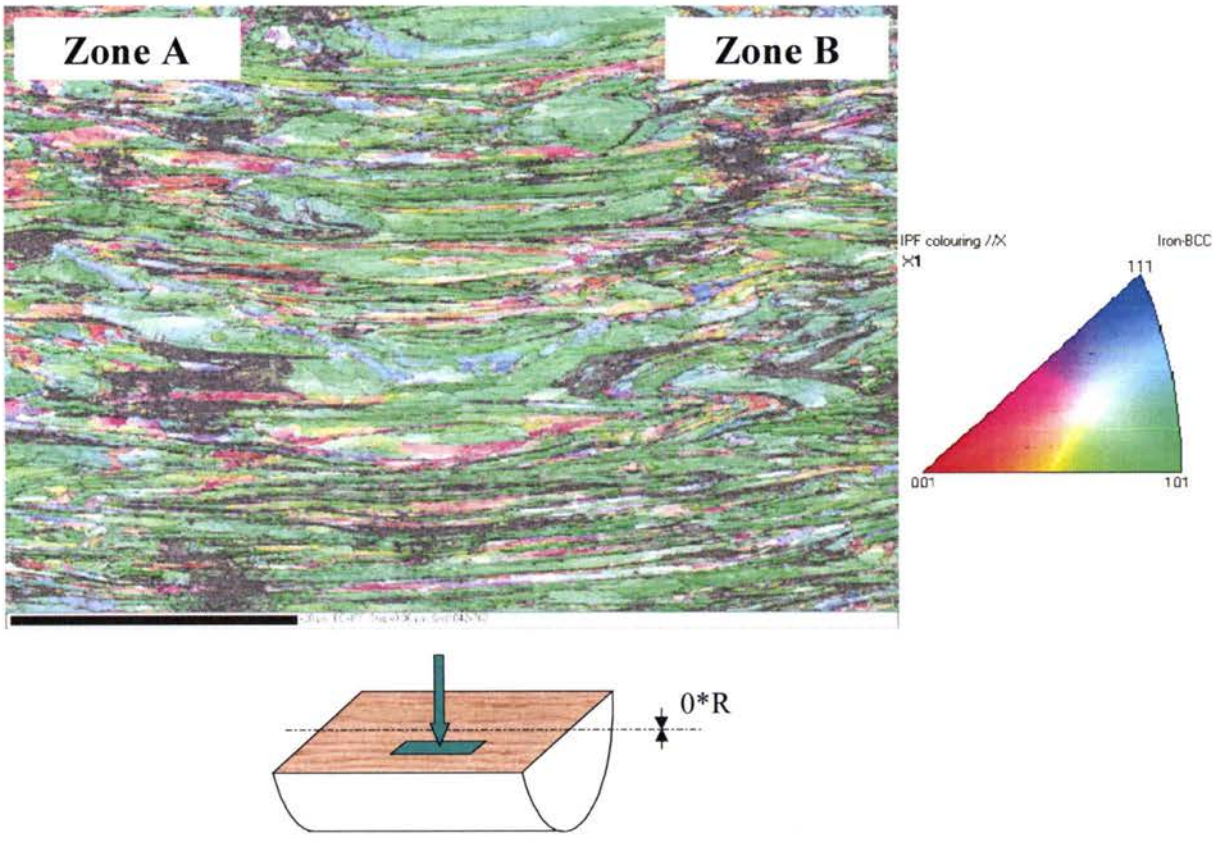



*Figure IV.26 : Cartographie d'orientations, torsion inverse, $\gamma = 0,9$ puis $\gamma = -0,9$.*

Les figures de pôles construites à partir de l'ensemble de cette cartographie d'orientations, sont présentées figure IV.27.

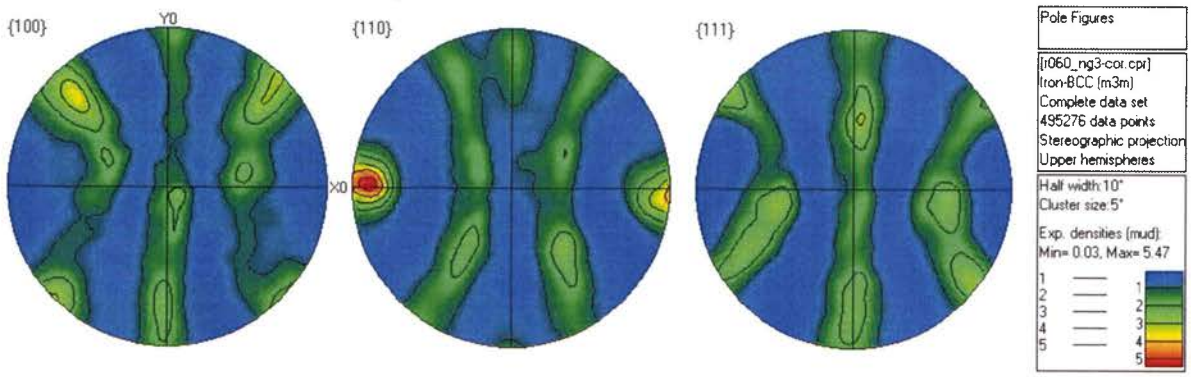



*Figure IV.27 : Figures de pôles de la cartographie d'orientation de la figure IV.26 (X0 = Direction de tréfilage).*

On remarque que la texture est sans ambiguïté une fibre {110}<uvw> sur l'ensemble de la cartographie considérée (zone A + front + zone B).

### 1.3. La zone à cœur :

Finalement, une dernière analyse a été faite dans cette même coupe de l'échantillon, mais cette fois autre centre du fil (figureIV.28). Dans cette zone du fil, aucune trace du front de déformation n'est visible. On peut supposer que la microstructure n'a pas, ou peu, subit la déformation puisque nous nous trouvons sur la fibre neutre. On peut voir une légère inclinaison sur la partie B du fil. La texture semble être restée celle brute de tréfilage : une fibre {110}<uvw>.

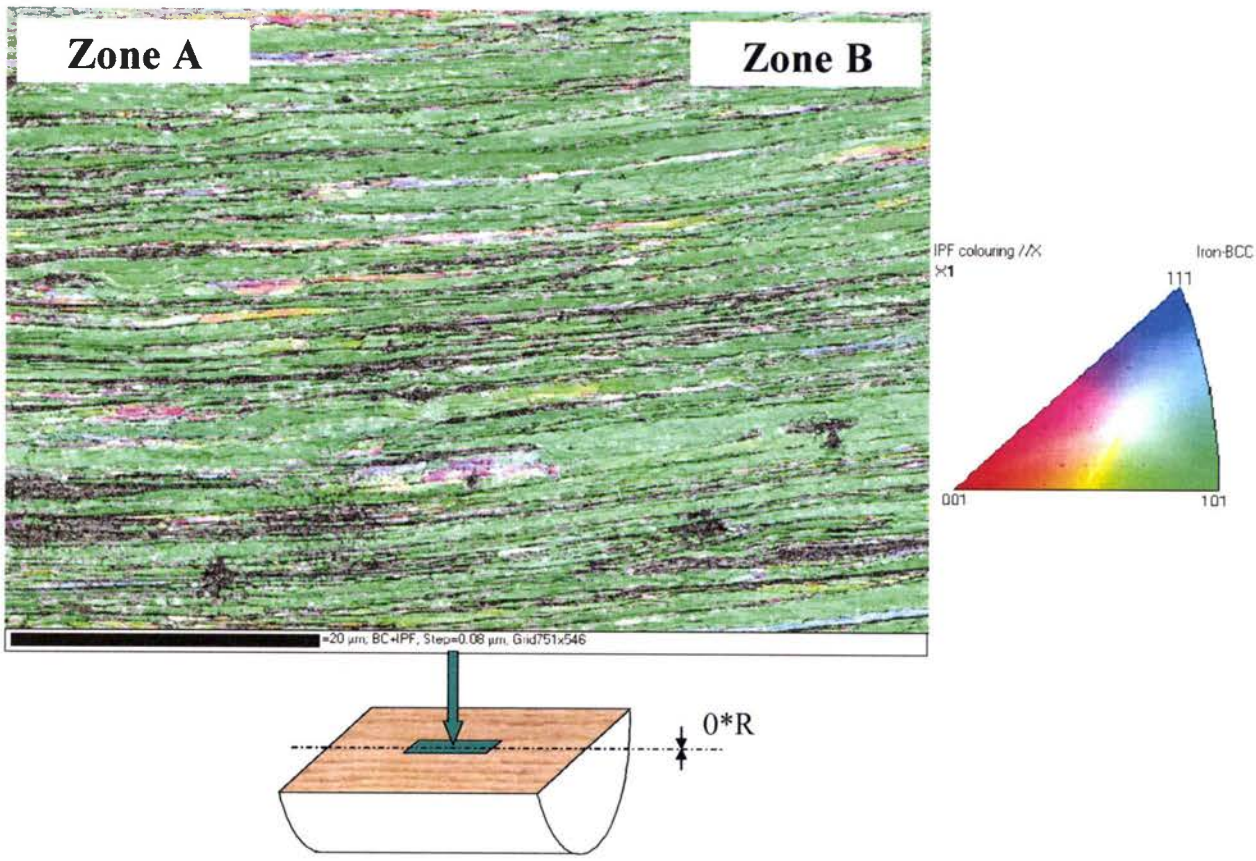



*Figure IV.28 : Cartographie d'orientations, torsion inverse, $\gamma = 0,9$ puis $\gamma = -0,9$.*

Les figures de pôles de la figure IV.29 obtenues à partir de cette cartographie confirment que la texture est bien une fibre {110}<uvw>.

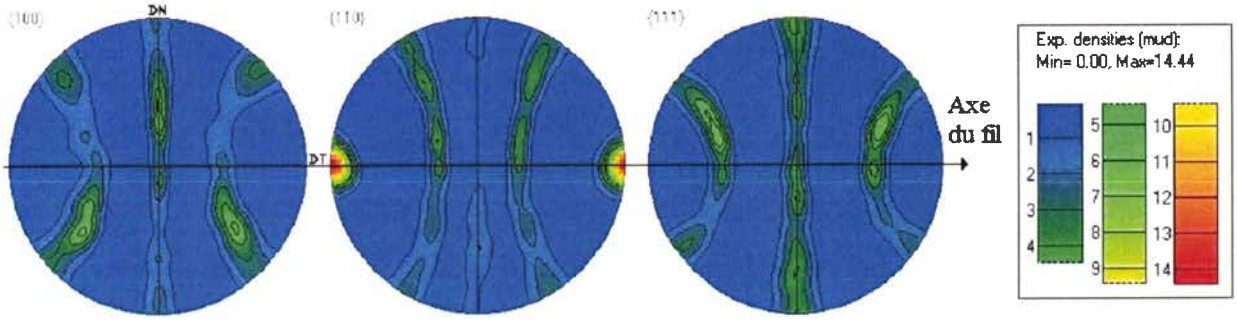



*Figure IV.29 : Figures de pôles de la cartographie d'orientation de la figure IV.28.*

La morphologie du front de déformation est donc corrélée à l'intensité de la sollicitation en torsion. C'est à dire que plus l'observation est proche de la surface et plus l'influence de la localisation est marquée. Sur la fibre neutre aucune trace du front n'est visible.

La zone cartographiée par EBSD n'est pas suffisamment grande pour avoir une statistique de comptage permettant une interprétation quantitative comme en diffraction des rayons X. C'est pourquoi cette démarche est qualitative, et montre les tendances des orientations locales. Cependant, aucune technique expérimentale dont nous disposons ne peut nous permettre d'étudier la localisation de la déformation plus efficacement. Les résultats présentés valident la méthode d'analyse par EBSD et nous permet de poursuivre l'étude locale du fil au niveau du front de déformation.

Les premières observations de la localisation de la déformation vues dans les cartographies de ce paragraphe ont montré qu'elle a une histoire de déformation différente du reste du fil. En effet, la morphologie et la texture sont totalement différentes dans la bande, en comparaison des zones A et B. Ces différences se renforcent lorsqu'on s'approche de la surface du fil, donc lorsque la déformation augmente.

## 2. Orientations locales du front de déformation :

Les orientations locales ont été déterminées pour de petites zones du fil centrées sur le front de déformation. La figure IV.30 regroupe trois cartographies d'orientations prises après une torsion directe de $\gamma = 0,9$ et une torsion inverse de $\gamma = -0,9$.

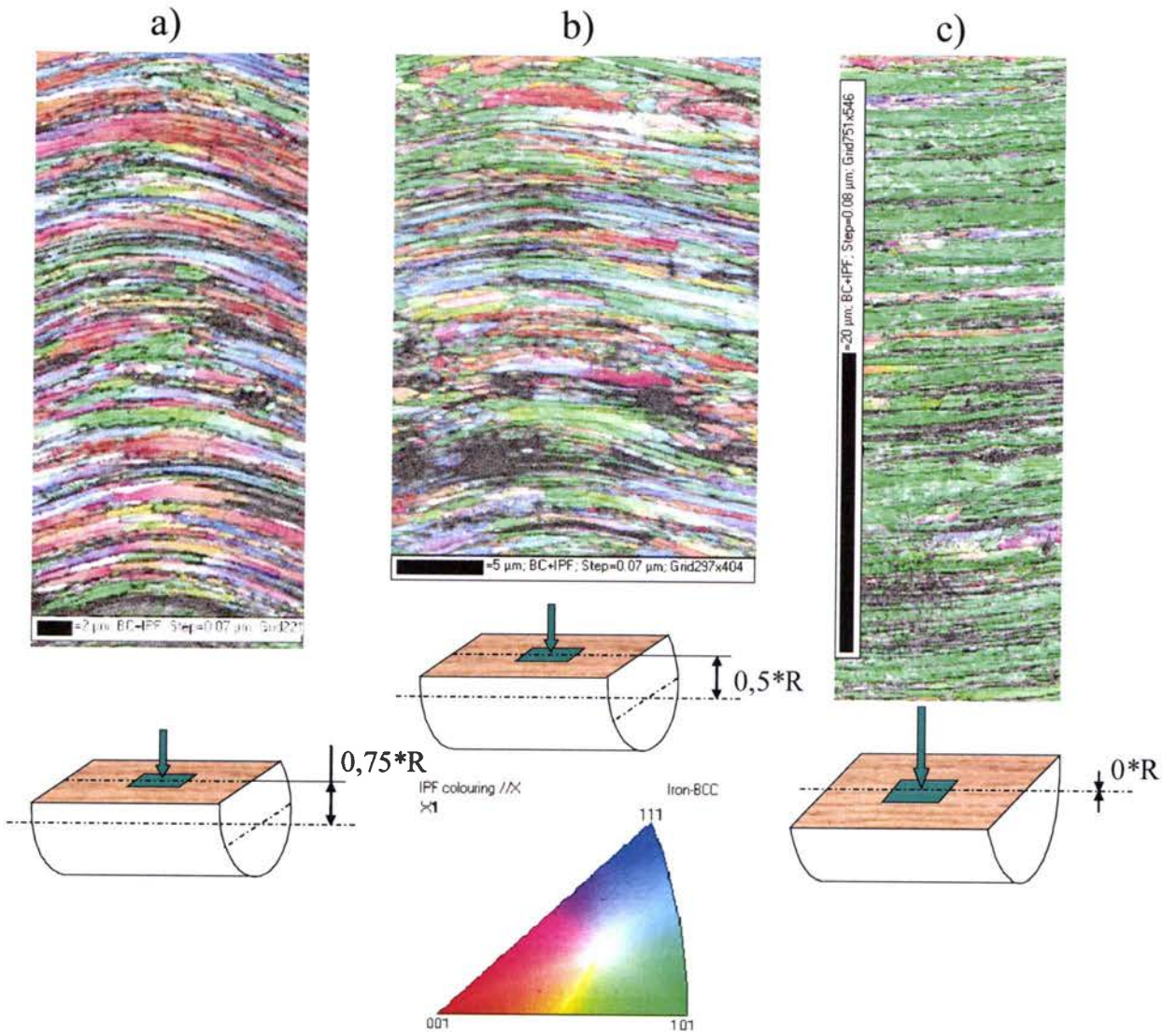



*Figure IV.30 : Cartographies d'orientations EBSD, front de déformation.*

Les couleurs des cartographies suivent le code que nous avons déjà présenté. La couleur verte correspond aux directions [110] parallèles à l'axe du fil. On remarque que cette couleur est très présente si l'on considère une bande centrale verticale sur le front de déformation. Cette observation suggère que les lamelles contenues dans le front tendent à revenir vers leur état brut de tréfilage, du moins d'un point de vue morphologique.

On remarque que lorsqu'on s'approche du cœur du fil, le chevron caractéristique de la localisation de la déformation s'aplatit. Ce résultat confirme les résultats énoncés au chapitre III.

En traçant les figures de pôles à partir des grains appartenant aux cartographies précédentes, nous obtenons la figure IV.31.

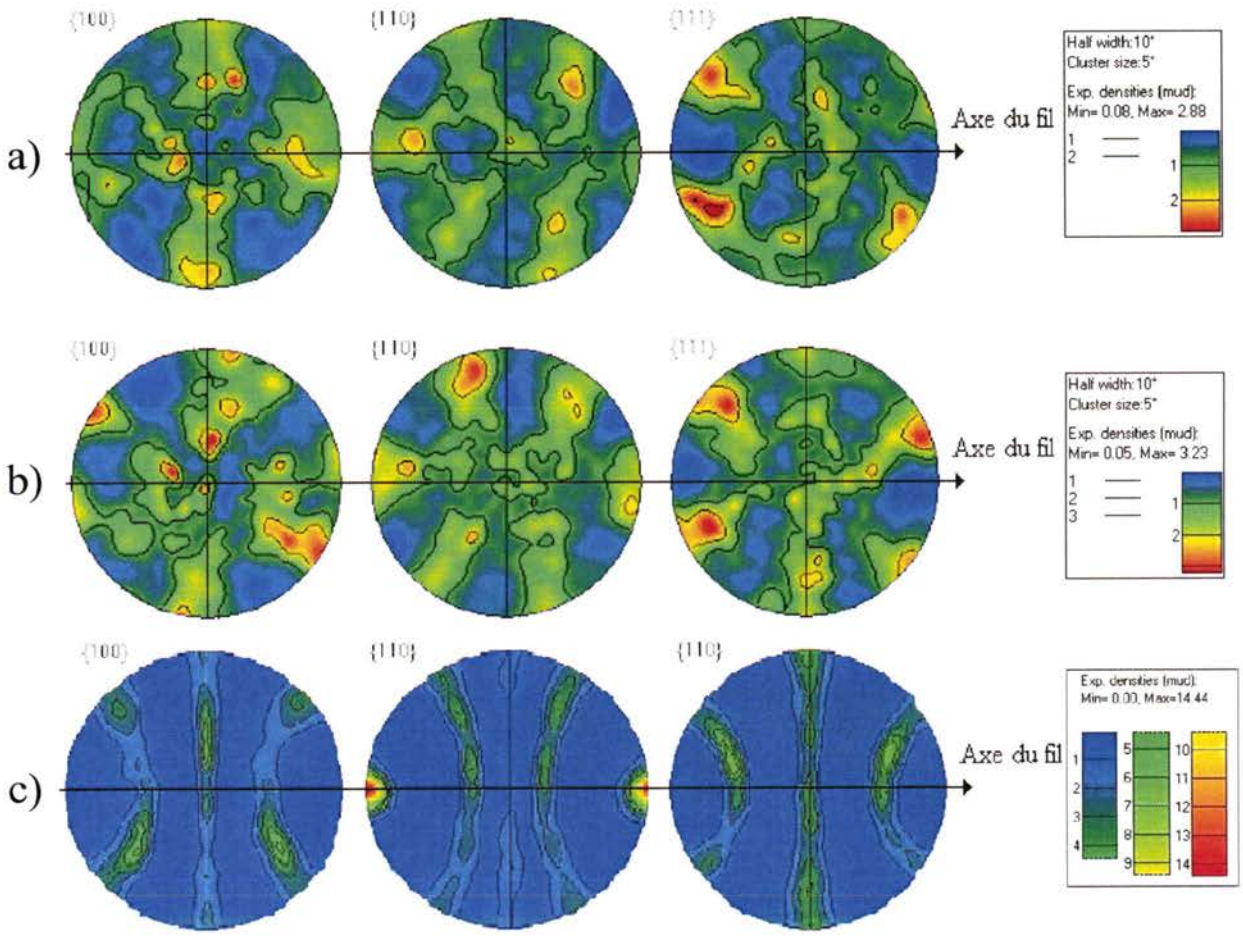



*Figure IV.31 : Figures de pôles issues du front de déformation.*

Les figures de pôles repérées a) et b) sont légèrement inclinées par rapport à l'axe du fil et légèrement basculées autour du rayon car la sélection des grains n'est pas tout à fait centrée sur le front de déformation. Autrement dit, l'influence d'une zone adjacente à la localisation est partiellement prise en compte dans le calcul de ces figures de pôles. Ce fait a été vérifié en effectuant diverses sélections plus ou moins bien centrées sur le front de déformation.

L'interprétation de ces figures de pôles nous montre une texture de cisaillement pour les cas a) et b), ainsi qu'une texture de fibre {110}<uvw> pour le cas c) qui correspond à la fibre neutre. Pour les deux premiers cas, la texture de cisaillement est superposée à une fibre partielle. On pourrait penser que la texture de cisaillement en surface du fil se change progressivement en texture de fibre au cœur du fil. Ce type de gradient de texture est cohérent avec les études faites par MONTESIN *(1991)* et LIU *(2001)* qui avaient montré l'existence de gradient de texture le long du rayon du fil en tréfilage et en torsion. Cependant, la statistique de comptage est très faible et l'interprétation de la texture de la zone de localisation de la déformation doit rester prudente.

En s'intéressant à la localisation de la déformation liée à la surface du fil nous obtenons la cartographie d'orientation de la figure IV.32. Cette zone correspond aux expérimentations de diffraction des rayons X déjà étudiées dans le chapitre précédent.

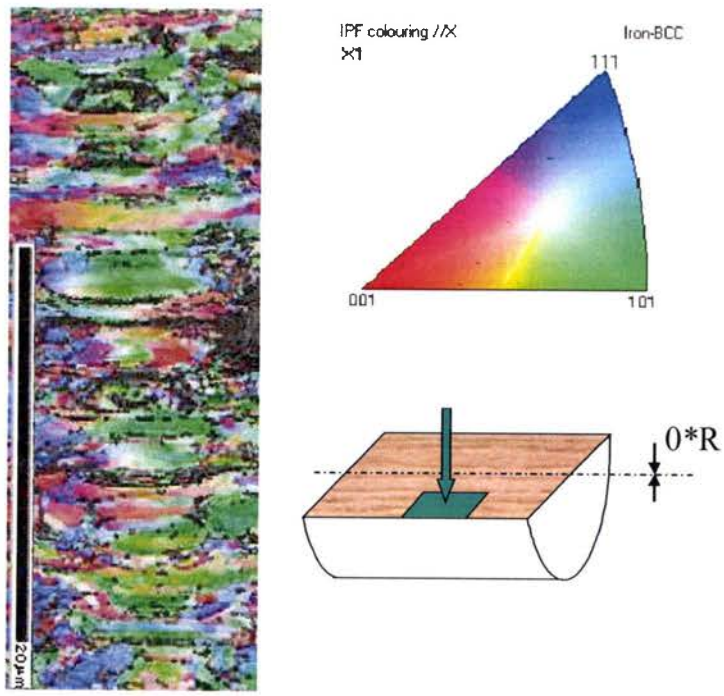



*Figure IV.32 : Cartographie d'orientations du front de déformation en surface du fil. (sélection du front de déformation de l'image de la figure IV.24)*

La zone de localisation de la déformation a des grains lamellaires et parallèles à l'axe du fil et le vert est la couleur majoritaire. Nous traçons les figures de pôles correspondant à cette zone dans la figure IV.33.

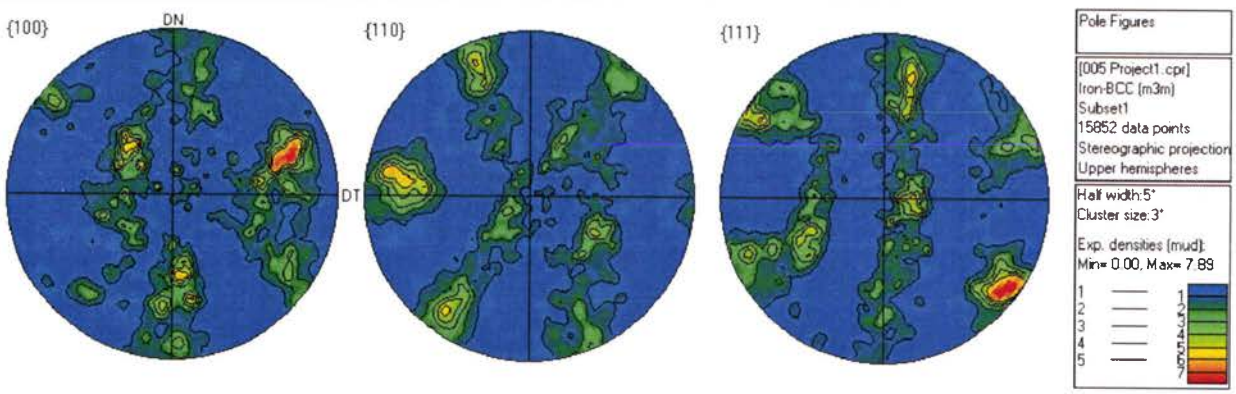



*Figure IV.33 : Figures de pôles du front de déformation, surface du fil.*

Ces figures de pôles ont été repositionnées dans un repère identique à celui utilisé pour les figures de pôles précédentes car le sens de mesure n'est pas le même (mesure non parallèle au rayon du fil). On constate qu'en surface du fil et dans la zone de localisation de la déformation, nous avons une texture de cisaillement pur. De très légères traces d'une fibre ainsi qu'un léger basculement des figures apparaissent. Ces faits sont attribués à la sélection de la zone servant à tracer les figures de pôles qui peut légèrement déborder sur les zones adjacentes du fil comme nous l'avons déjà remarqué précédemment.

Il semblerait que l'évolution de la texture entre les trois zones analysées puisse se résumer ainsi dans le cas de la surface du fil :

- Dans la zone A, la texture est celle liée à la torsion directe, soit une fibre tournée sur laquelle vient se superposer une texture de cisaillement. Ce fait est confirmé par comparaison avec la mesure globale de la texture.

- Dans le front de déformation, les lamelles sont de nouveau parallèles à l'axe du fil et la texture de cisaillement pur est présente.

- La zone B présente également une texture de cisaillement puisque qu'elle ne subit pas de déformation une fois le front passé. On retrouve la même texture que dans le front de déformation.

Ces conclusions sur l'évolution de la texture cristallographique locale est à compléter par l'effet de gradient de texture apparaissant le long du rayon du fil. En effet, nous observons que plus nous nous rapprochons de la fibre neutre et plus la texture de cisaillement bien présente en surface se transforme en texture de fibre.

L'analyse de la texture dans la zone de localisation de la déformation a révélé qu'elle correspond à une sollicitation en cisaillement pur. L'étude des cartographies EBSD montre que la texture présente dans le front est la même que celle de la zone B. Ce fait est confirmé par les observations faites au début de ce chapitre qui prouvent que la déformation en torsion inverse n'a lieu que dans le front.

Cependant, l'analyse conduite par mesure globale de la texture montre que la zone B possède une texture de fibre partielle, ce qui n'est pas visible dans l'analyse des cartographies d'orientations. Nous avons déjà mentionné que ce désaccord entre techniques peut s'expliquer par la statistique de comptage faible des cartographies EBSD. Cependant, comme toute la déformation a lieu dans le front, il est logique d'avoir une zone A qui conserve une texture de fibre tournée superposée à une texture de cisaillement comme vu par diffraction de rayons X. Par un raisonnement similaire, la zone B présente une texture identique à celle observée dans la zone localisation de la déformation, soit une texture de cisaillement.

Une remarque concernant les images présentées doit être faite pour expliquer la différence de géométrie des lamelles. Ces différences viennent du point d'observation de la microstructure. On ne regarde pas les chevrons formés par le front de déformation du même point de vue dans toutes les images. Ainsi, la microstructure d'une zone observée à la surface du fil parallèlement au rayon ou non, n'aura pas la même morphologie. La figure IV.34 montre deux images qui illustrent ce point.

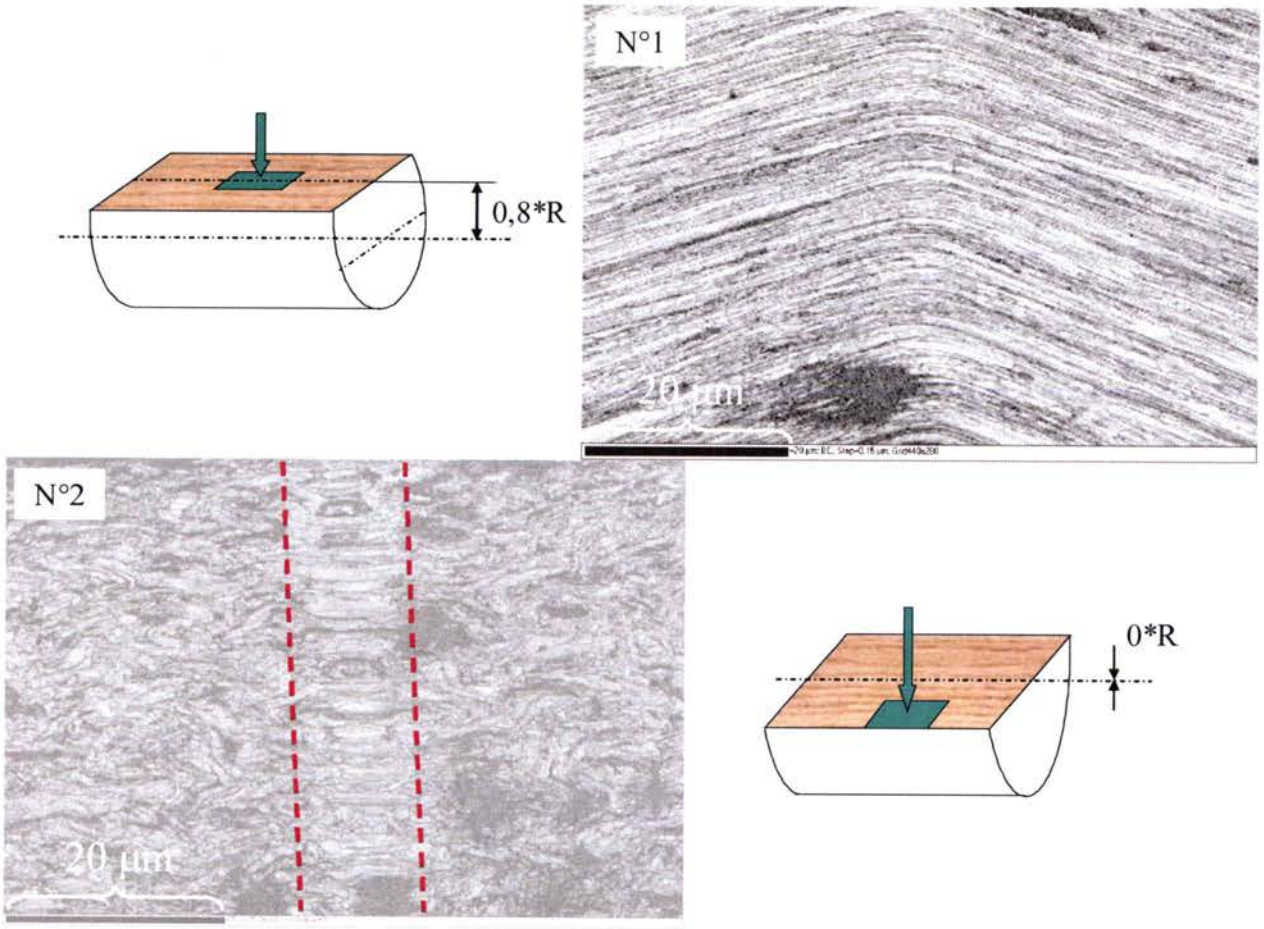



*Figure IV.34 : Influence du point d'observation.*

Le mécanisme régissant la déformation en torsion inverse réduit l'inclinaison des lamelles (partie A) pour les ramener, comme à l'état initial, parallèle à l'axe du fil (front). Puis, une fois le front de déformation passé, l'inclinaison s'accentue pour atteindre la morphologie de la partie B. La déformation pourrait être interprétée par analogie au « jeu de cartes ». Les lamelles restent parallèles entre elles malgré la déformation. Ceci implique des systèmes de glissement quasi parallèles aux lamelles pour conserver la forme globale des grains. Ce phénomène est visible dans les coupes d'observation perpendiculaires au rayon du fil, dans lesquelles les chevrons sont présents en entier (cf. image n°1 de la figure IV.34).

Dans les coupes d'observation non perpendiculaires au rayon du fil (cf. image n°2 de la figure IV.34), les lamelles passent d'une morphologie « en ciel de Van Gogh » à une autre parallèle à l'axe du fil dans le front. On observe alors les lamelles dans leur coupe transversale et non plus longitudinale comme précédemment.

Il convient cependant de relativiser ces résultats en gardant à l'esprit que les surfaces analysées sont petites. Une analyse quantitative permettant de définir le comportement des grains au passage du front de déformation nécessite un plus grand nombre de cartographies. Mais nous pouvons quand même considérer notre étude comme satisfaisante d'un point de vue qualitatif.

Nous savons que le taux de déformation en torsion directe influence la déformation en torsion inverse, il est alors intéressant d'analyser l'évolution des indices de textures comme nous l'avons fait dans le chapitre III.

# V. Conclusions de la partie A :

La sollicitation en torsion inverse permet une augmentation de la déformation à rupture des fils en torsion. Cette amélioration est variable et est fonction de la déformation en torsion directe préalable que subit le fil. On note une augmentation de la déformation à rupture par rapport à la torsion directe de l'ordre de 60% maximum. Un fil qui rompt à $\gamma = 1,2$ en torsion directe, pourra se rompre à $\gamma = 2$ en torsion inverse. Cette propriété de l'essai de torsion inverse sur les aciers ferritiques tréfilés a suscité un intérêt important, et nos travaux ont abouti à définir quels sont les phénomènes ayant trait à ce mode de déformation.

Il est évident que le couple torsion directe/torsion inverse apporte un gain dans les possibilités de déformation du fil en torsion. Il serait alors intéressant de réaliser des essais de traction sur quatre types de fils pour évaluer l'impact de la torsion sur les caractéristiques en traction. Ces quatre fils seraient les suivants :

- un fil brut de tréfilage,
- un fil déformé en torsion directe,
- un fil déformé en torsion inverse sans localisation,
- un fil déformé en torsion inverse avec localisation.

Ainsi, nous pourrions analyser les conséquences de la torsion inverse sur la tenue des fils en traction. Puisqu'ils sont destinés à un usage sollicitant leurs capacités en traction, il ne faut pas qu'un gain éventuel en torsion, utile pour la fabrication, affaiblisse leur usage normal en service.

Les études de la surface du fil ont permis de déterminer comment se déroule un essai de torsion. Il en ressort que la torsion directe est un mode de déformation homogène sur toute la longueur du fil. A contrario, la torsion inverse apparaît comme un mode très hétérogène. En effet, la déformation se localise au début de ce type d'essai. Une interface entre deux parties du fil se créée, délimitant ainsi une zone A et une zone B. Cette interface se situe dans un plan perpendiculaire à l'axe du fil, et s'initie à un endroit aléatoire.

La zone A correspond à la partie du fil qui n'a pas encore subi le passage de la localisation. Et par opposition, la zone B a déjà subi son passage. Nous avons vu que ni la zone A, ni la zone B ne se déforment pendant un essai de torsion inverse. Toute la déformation se produit à l'interface de ces zones, dans ce qu'on appelle le front de déformation.

Ce front a une épaisseur de 15-20 µm et se propage sur toute la longueur du fil. S'il rencontre un mors de la machine alors qu'il reste une zone A, le front disparaît et réapparaît dans cette zone. A l'intérieur du fil pour une faible valeur du rayon, la localisation de la déformation a peu d'influence, alors qu'en surface la microstructure est la plus affectée. Comme toute la déformation se déroule dans le front, la vitesse de déformation est très élevée ($\approx 2.10^2\ s^{-1}$) et la déformation locale atteint $\varepsilon \approx 1,2$. Cette forte vitesse a pour conséquence un dégagement de chaleur et la température au voisinage du front est estimée entre 80°C et 90°C.

D'autre part, l'analyse du couple au cours de la torsion inverse a montré que la formation de la localisation s'accompagne d'un adoucissement. En effet, la contrainte chute brutalement de 7 à 8%. Tant que le front de déformation se propage, la contrainte de cisaillement reste constante, autrement dit, aucun écrouissage n'apparaît. Une fois la propagation terminée l'écrouissage reprend jusqu'à la rupture du fil.

En partant des analyses faites dans ce chapitre, nous proposons de discuter des origines de la localisation de la déformation dans la partie suivante.

# B. Discussion :

La propagation d'une localisation de la déformation en torsion inverse peut appartenir à une catégorie précise de phénomènes déjà observés dans la littérature. Nous cherchons donc dans un premier paragraphe à confirmer ou infirmer l'hypothèse d'un phénomène de formation de bandes classiquement observé.

## I. Hypothèse d'un phénomène de formation de bandes :

L'étude bibliographique de la plasticité des matériaux cristallins montre que la déformation se traduit souvent par l'apparition de bandes. Ce phénomène est dû au fait qu'en l'absence de phénomènes de diffusion, un solide peut localement se déformer par cisaillement dans une direction précise, et dû également au fait que l'intersection de zones de déformation ayant des systèmes de glissement différents nécessite une contrainte supplémentaire *(KUHLMANN-WILSDORF, 1999)*.

En considérant les caractéristiques de la localisation de la déformation en torsion inverse établies dans ce chapitre, nous cherchons quels sont les types de bandes qui en sont proches. Etant donné que le nombre et le type de bandes qui ont été référencées est important, nous focaliserons notre réflexion sur les types de bandes qui nous semblent les plus pertinents. Nous considérons alors, dans la suite de ce travail, les bandes de Piobert-Lüders, les bandes en genou et les bandes de cisaillement.

### 1. Les bandes de Piobert-Lüders :

Dans un métal comme le fer, les atomes en insertion (carbone principalement) peuvent diffuser et se rassembler autour des dislocations pour y former des atmosphères de Cottrell. Les dislocations sont alors très fortement ancrées et la contrainte pour les déplacer est importante. De nouvelles dislocations vont donc se former dans des zones plus propices (zone moins dure, zone de concentration de contraintes...), et ainsi glisser et former des empilements qui vont activer des sources de dislocations ancrées selon le mécanisme de Hall-Petch. Ce processus déclenche une avalanche qui traverse de grain en grain tout le polycristal en créant une bande déformée appelée bande de Piobert-Lüders.

Si ce type de bande nous intéresse, c'est parce qu'il se traduit par un adoucissement du matériau et une propagation de la bande. Autrement dit, on retrouve des caractéristiques similaires au cas de la localisation de la déformation en torsion inverse.

Cependant, en regardant la littérature récente sur la question *(GAAL, 2006), (CASAROTTO, 2003), (JONES, 2001)*, on s'aperçoit que la déformation à laquelle se déclenche ce phénomène est très faible puisqu'elle correspond au début de la zone plastique quel que soit le matériau considéré. De plus, les vitesses de propagation de ce phénomène sont de 10 mm/s (cuivre) pour les cas de sollicitation quasi statique à 1,2 m/s (acier) dans le cadre de sollicitations dynamiques.

En comparant avec les caractéristiques de la localisation de la déformation en torsion inverse, pour laquelle la déformation d'apparition minimale est d'environ $\gamma = 0,45$ on constate que les domaines de déformation ne sont pas du tout les mêmes. Les vitesses de propagation sont également différentes puisque dans le cas quasi statique ($10^{-4}$ $s^{-1}$) une bande de Piobert-Lüders possède une vitesse de propagation comparable à notre phénomène, mais pour une

gamme de vitesse de déformation imposée au fil de l'ordre de $10^{-2}$ $s^{-1}$. On constate que la gamme de déformation et de vitesse de déformation de notre phénomène n'est pas compatible avec l'apparition de bande de Piobert-Lüders.

Nous avons vu précédemment dans ce chapitre que le front de déformation est associé à une élévation de la température. Nous avons mesuré une température d'environ 90°C dans la zone de localisation de la déformation. Or LOUCHE *(2001)* montre dans ses travaux que la propagation de bandes de Piobert-Lüders s'accompagne d'une élévation de la température de seulement 2 à 3°. Cet aspect thermique différencie une fois de plus notre phénomène de celui des bandes de Piobert-Lüders.

De plus, l'aspect macroscopique des bandes de Piobert-Lüders ne correspond pas au phénomène décrit dans ce manuscrit (figure IV.35). Nous rejetons donc l'hypothèse que notre phénomène soit de type Piobert-Lüders.

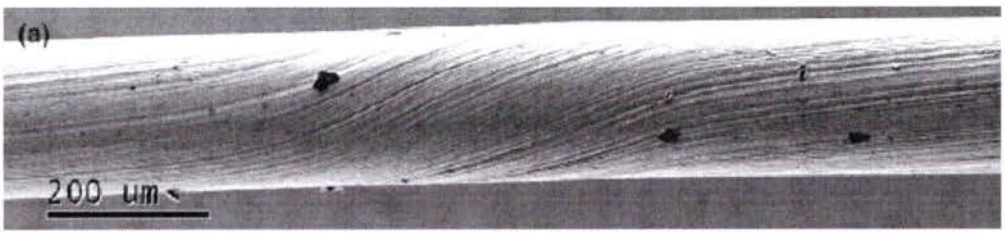



*Figure IV.35 : Formation d'une bande de Lüders à température ambiante en torsion dans un alliage de tungstène (GAAL, 2006).*

## 2. Les bandes en genou :

Les bandes en genou, ou « kink band » en anglais, sont le résultat, en l'absence de système de glissement « adapté », d'une compression de la microstructure qui va subir un flambage. Ces bandes sont inclinées à 45° par rapport à l'axe de compression et le cisaillement y est concentré *(KULHMANN-WILSDORF, 1999)*.

Dans le cas de la torsion, une inclinaison de 45° par rapport à la direction de compression positionnerait une bande en genou perpendiculairement à l'axe du fil, autrement dit comme la zone de localisation de la déformation. Cette caractéristique est un point commun entre la formation de bande en genou et le phénomène que nous observons.

Ce type de bande peut être schématisé par la figure IV.36 qui est une simulation de la formation d'une bande en genou dans un tube monocristallin soumis à de la traction *(FOREST, 1998)*.

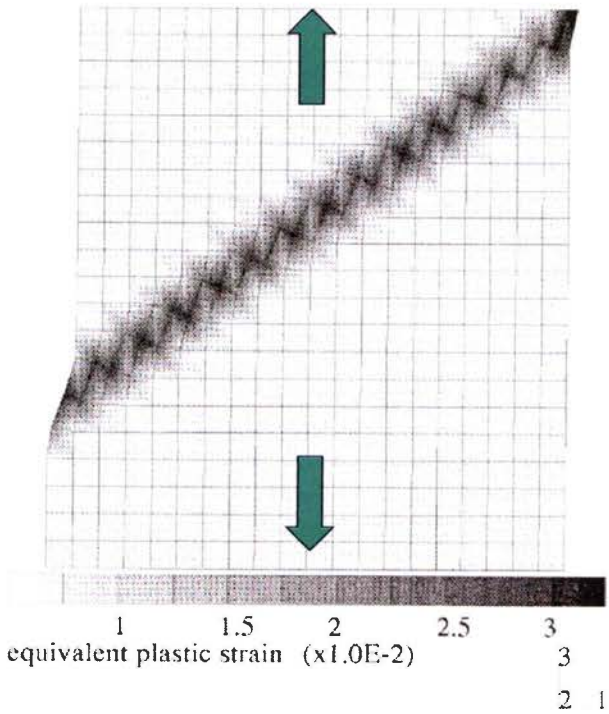



*Figure IV.36 : Formation d'une bande en genou (FOREST, 1998).*

L'intérieur de la bande en genou subit une forte inclinaison par rapport au motif adjacent et la morphologie de ce motif avant et après la bande est identique. Le phénomène de localisation de la déformation en torsion inverse est similaire s'il n'y a pas de propagation du front. En effet, la zone de localisation fait subir une forte inclinaison à la microstructure comme dans le cas des bandes en genou et nous observons le même motif de chaque côté du front de déformation : deux zones A.

Deux critères montrent que notre phénomène n'appartient pas à la catégorie des bande en genou : l'absence de propagation de la bande et l'absence d'élévation sensible de la température. En effet, aucun de ces deux critères n'est mentionné dans la littérature. L'hypothèse de la formation de bande en genou est donc rejetée.

## 3. Bandes de cisaillement :

Lors de grandes déformations, si le taux d'adoucissement dû à un échauffement dépasse le taux d'écrouissage du matériau, alors la déformation peut se localiser dans une étroite région appelée « bande cisaillement adiabatique » *(XU, 1995)*. La déformation engendre une élévation de la température dans le matériau qui va alors dissiper cette chaleur. Mais lorsque la vitesse de déformation est importante, le flux de chaleur généré par la déformation devient supérieur à la capacité de dissipation du matériau. C'est dans ce cas que l'on peut parler du caractère adiabatique des bandes. Nous retiendrons simplement que lorsque la déformation et/ou la vitesse de déformation sont importantes, des bandes de cisaillement peuvent se former par un adoucissement thermique plus ou moins important.

Ce paramètre thermique concorde avec nos analyses effectuées sur la torsion inverse de fils d'acier bas carbone pendant laquelle un front thermique est observé.

Dans ses travaux sur les bandes de cisaillement adiabatique, TIMOTHY *(1987)* redéfinit les bandes de cisaillement en deux catégories :

- *les bandes transformées* sont constituées de deux régions distinctes : une centrale dans laquelle un cisaillement intense a lieu et qui est accompagné par des modification microstructurales du matériau d'origine. Une seconde région située autour, est caractérisée par une déformation de cisaillement décroissante faisant le lien avec le matériau de base entourant la bande. La largeur de ce type de bande peut être de l'ordre de la centaine de microns. Des transformations de phases relatives à la formation de ces bandes ont été observées dans les alliages d'acier *(WOODWARD, 1978)* et de titane *(ANSART, 1986)*.
- *les bandes déformées* ne présentent pas de transformation microstructurale et seule des modifications de la morphologie des grains dues à la plasticité sont observables. Ces bandes ont une zone centrale très étroite en comparaison de leur largeur totale. Par exemple, une bande de cisaillement « déformée » apparaissant dans un alliage d'aluminium a des grains de 0,1 µm à 0,2 µm de largeur.

Les bandes de cisaillement peuvent donc être le lieu d'une transformation de phase. Cependant, ce type de modification n'ayant pas été observée dans notre étude, nous ne considérons par la suite que les bandes dites « déformées » que nous appellerons simplement bandes de cisaillement.

Dans des travaux récents (WANG, 2004), l'étude d'un matériau possédant une microstructure lamellaire déformé par ECAP (Equal Channel Angular Pressing) présente des mécanisme de formation de bandes de cisaillement. L'ECAP sollicite le matériau en cisaillement pur comme la torsion : la comparaison des microstructures résultant de ces deux procédés peut s'avérer intéressante. Ainsi, différents types de bandes de cisaillement sont présentés figure IV.37.

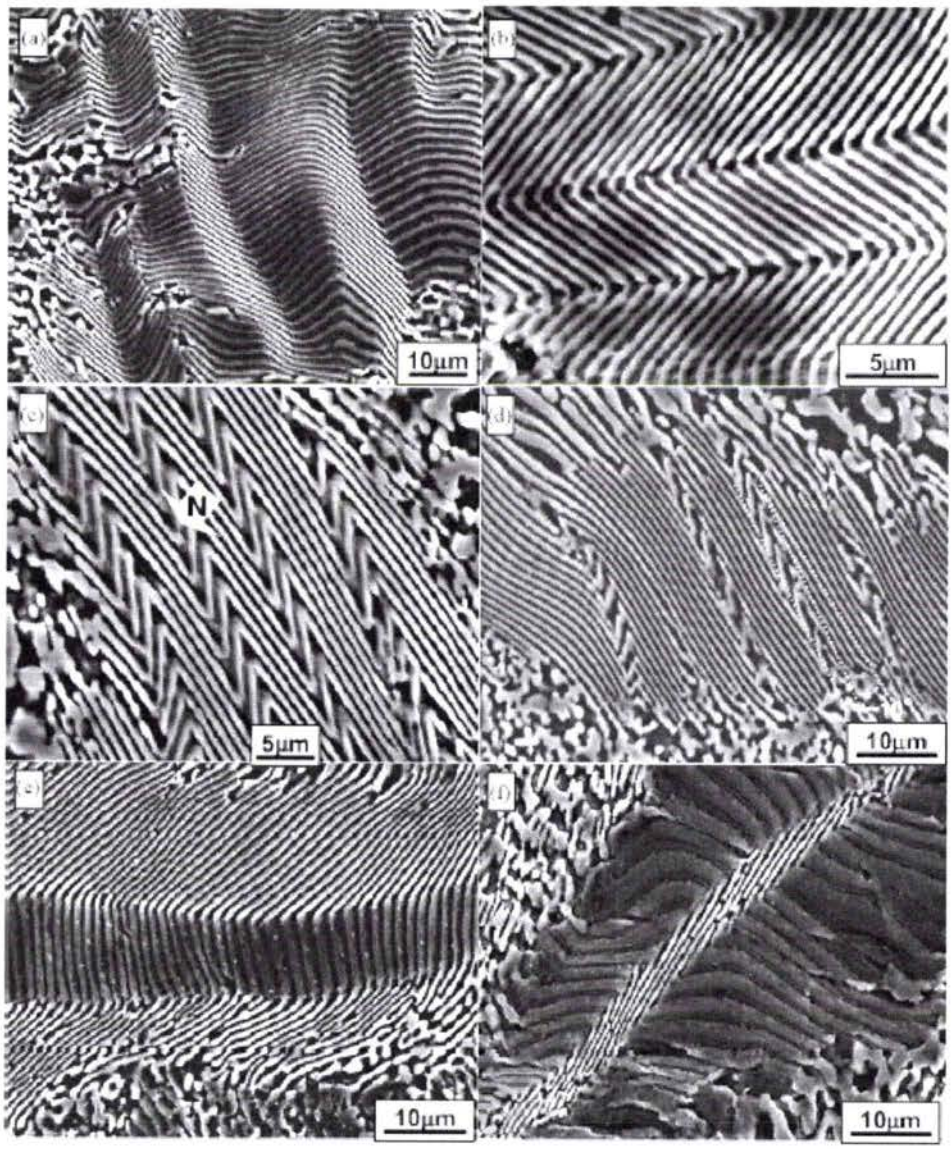



*Figure IV.37 : Différents types de bandes de cisaillement observées par ECAP (WANG, 2004).*

Les bandes observées peuvent avoir un caractère périodique ou non, et ont une largeur variant entre 5 et 20 µm environ. L'originalité des ces travaux vient de la grande diversité des bandes de cisaillement analysées. En terme de morphologie, nous constatons que des bandes en forme de « V » sont formées. Cette morphologie est compatible avec celle que nous décrivons dans ce manuscrit.

L'aspect périodique peut être mis en relation avec les zones de localisation de la déformation vues dans le cas de la torsion inverse des fils d'acier perlitique. En effet, dans ces fils un mécanisme de déformation périodique crée des « bandes » (cf. chapitre III partie A.II.2). De même, l'aspect non périodique peut être rapproché des observations faites dans le cas de la torsion inverse de l'acier bas carbone pour lequel une seule zone de localisation de la déformation est visible.

En ce qui concerne la largeur des bandes de cisaillement, nous pouvons remarquer qu'elle est en accord avec nos travaux pour lesquels nous avons caractérisé des largeur de front de déformation de l'ordre de 15 µm à 20 µm.

Cependant, WANG *(2004)* n'observe pas de bande de cisaillement macroscopique ce qui n'est pas notre cas. Il explique la formation localisée de bandes de cisaillement comme étant un mécanisme important d'accommodation de la déformation pour les structures lamellaires.

Les travaux de XU (1995) décrivent la formation des bandes de cisaillement en torsion d'un acier bas carbone et dégagent plusieurs conclusions en rapport avec notre localisation de la déformation :

- la formation de bande de cisaillement est présente dans tous les états de l'acier, qu'il soit trempé ou recuit.
- la formation d'une bande nécessite une déformation critique pour se former. Avant cette déformation critique, la déformation est homogène. Il montre que plus l'acier est résistant et plus la déformation critique est importante.
- lorsque la bande se forme, un adoucissement du matériau est observé sur les courbes contraintes-déformation.

Certaines de ces conclusions sont similaires à nos analyses de la formation de la localisation de la déformation en torsion inverse. Le phénomène est observé quel que soit l'état du fil (recuit ou non recuit). Il nécessite une déformation critique pour apparaître qui dépend de la résistance mécanique du fil. Nous observons également un adoucissement du matériau sur les courbes de couple lorsque le front de déformation apparaît. Cependant, nos résultats sont inversés par rapport à ceux de XU en termes de déformation critique : pour le fil recuit la déformation critique est supérieure à $\gamma = 4$ alors que pour le fil brut de tréfilage elle est de $\gamma = 0{,}45$.

Nous avons vu jusqu'à présent que les bandes de cisaillement présentent un aspect très localisé puisqu'elles n'ont généralement pas une taille macroscopique. Or la localisation de la déformation en torsion inverse a un aspect macroscopique. Pour savoir si les bandes de cisaillement peuvent atteindre des tailles comparables à nos observations, nous nous intéressons aux travaux de simulations de la déformation de tube d'acier en torsion qui ont été menés par BATRA *(1994)* dans le but d'analyser la propagation de bandes de cisaillement. Il montre qu'une bande de cisaillement annulaire se forme dans un plan perpendiculaire à l'axe du fil. Ce résultat montre alors qu'il est possible de former une bande de cisaillement macroscopique qui délimite deux parties distinctes sur le tube. Le rapprochement avec la torsion inverse des fils fins d'acier est donc possible.

L'analyse des bandes de cisaillement montre que notre front de déformation présente de nombreuses similitudes avec celles-ci. Malgré tout, une différence majeure reste : notre front de déformation se propage le long du fil. Or aucune allusion à un tel déplacement des bandes de cisaillement n'a été trouvée dans la littérature.

Cependant, s'il était possible de former une bande de cisaillement macroscopique et de la faire se déplacer le long de l'axe du fil, nous observerions sans doute les mêmes effets que ceux que nous abordons dans ce chapitre. Notre phénomène pourrait s'apparenter à la formation d'une bande de cisaillement qui se propage axialement.

# II. Un phénomène thermiquement activé :

Après avoir étudié les différents types de phénomènes de formation de bandes, nous analysons la formation du front de déformation. Nous présentons dans ce paragraphe deux expériences simples permettant d'observer le comportement de la localisation de la déformation vis-à-vis d'une activation thermique ou d'un refroidissement.

## 1. Apport de chaleur pour initier le front de déformation :

Tout d'abord, l'apport de chaleur sous forme d'une flamme est testé au début de la torsion inverse avant qu'un front de déformation apparaisse. La figure IV.38 schématise cette expérience.

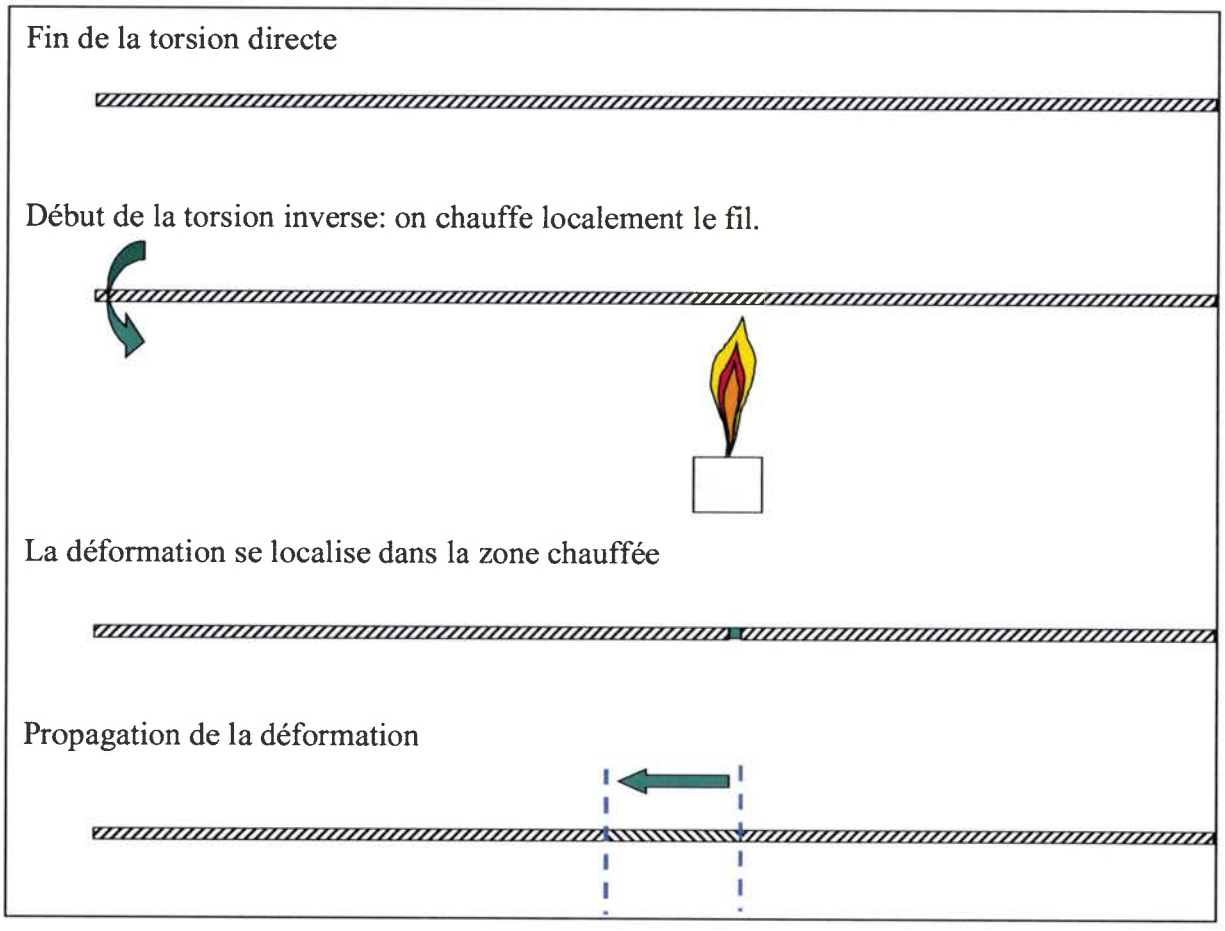



*Figure IV.38 : Apport de chaleur en torsion inverse.*

Un fil d'acier à 0,1% C en masse est déformé en torsion directe jusqu'à $\gamma = 0,9$. Le sens de rotation est alors inversé et avant que la déformation se localise nous chauffons quelques secondes le fil dans une zone quelconque. Nous constatons alors qu'un front de déformation se forme à l'endroit préalablement chauffé et se propage. Un apport de chaleur peut donc déclencher la localisation de la déformation en torsion inverse.

Vu que ce phénomène semble pouvoir être activé par une source de chaleur nous testons ensuite la propriété suivante : peut-on stopper le front de déformation par un refroidissement brutal ?

## 2. Refroidissement du front de déformation :

Tout comme précédemment, un fil d'acier à 0,1% C en masse est testé en torsion inverse. Cette fois nous laissons la déformation se localiser et se propager un certains temps. Puis nous refroidissons brutalement le front de déformation grâce à une pissette d'eau froide. Immédiatement, le front s'arrête pour reprendre dans une autre zone du fil. Cette expérience est décrite dans la figure IV.39.

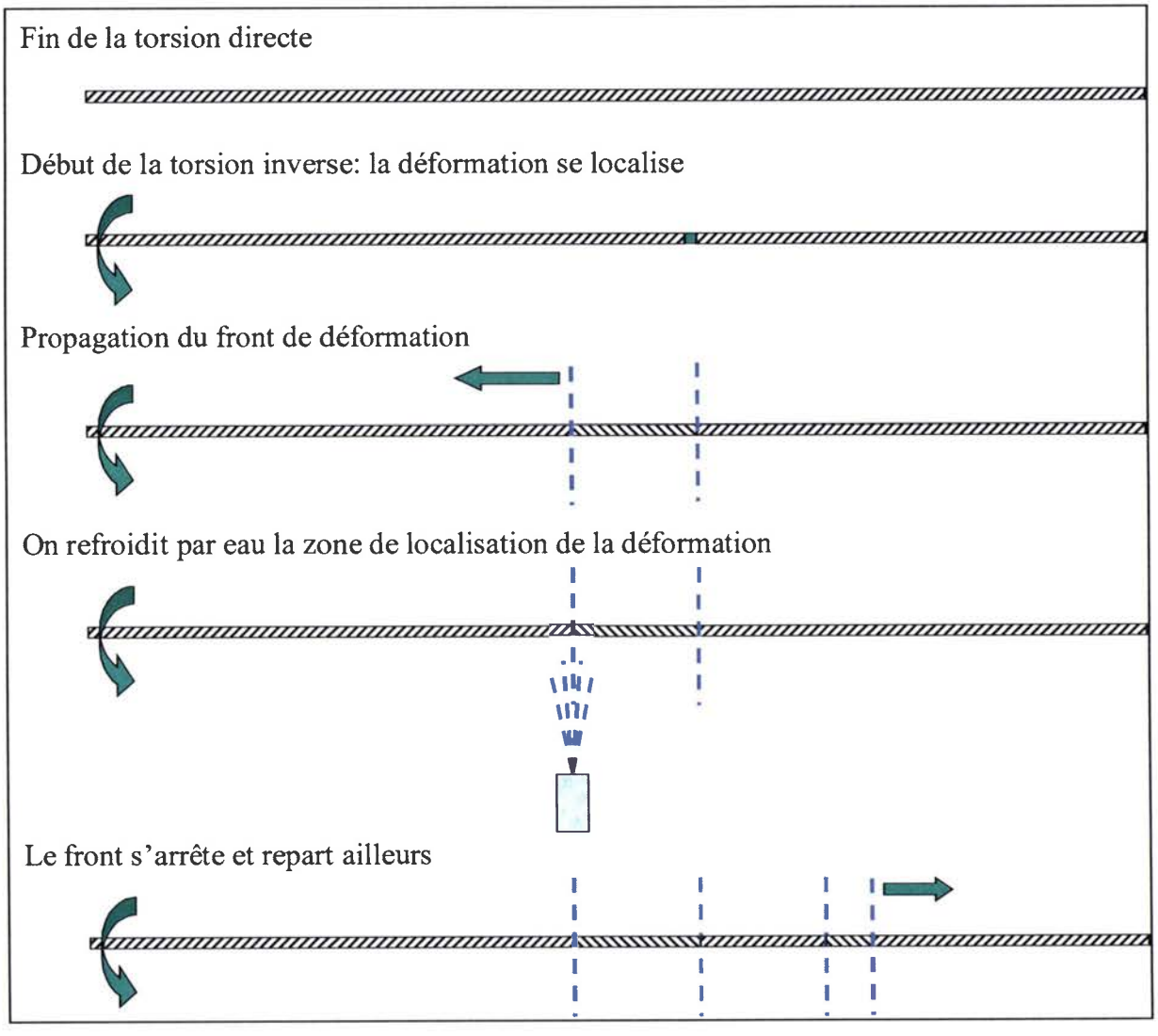



*Figure IV.39 : Refroidissement du front de déformation.*

Cette expérience montre que la localisation de la déformation peut être arrêtée par un refroidissement brutal. Associée à son activation par un apport de chaleur, nous pouvons conclure que l'apparition de ce phénomène est liée à un mécanisme activé thermiquement. Il

convient de discuter des causes de la formation de ce phénomène à la lumière de ces expériences.

## III. Mécanismes régissant la localisation de la déformation :

On distingue deux phases pour expliquer le phénomène de localisation de la déformation. Tout d'abord, nous discutons de la phase d'initiation pendant laquelle la déformation se localise sans se propager. Ensuite, nous considérons la phase de propagation.

### 1. Initiation de la localisation de la déformation :

Nous venons de voir que la déformation peut se localiser de façon provoquée par un apport de chaleur. Mais elle peut également se produire sans perturbation extérieure, ce qui est le cas habituellement observé pendant les essais.

Lorsque nous provoquons la localisation de la déformation, nous apportons une quantité de chaleur qui va diminuer localement la résistance du matériau équivalent à un adoucissement. Ainsi, ce phénomène se produit dans une zone du fil plus « favorable » mécaniquement.

En reprenant le principe de zone « favorable », nous pensons que la localisation de la déformation non provoquée est due à une instabilité de déformation liée à des défauts. De nombreux types de défauts ont été répertoriés dans une étude récente *(YILMAZ, 2006)* qui concerne les défauts ayant menés à la rupture du fil en tréfilage. Nous retiendrons par exemple les inclusions, les défauts de surface ou encore la présence de particules comme les oxydes. Nous pensons donc que des hétérogénéités peuvent être présentes dans les fils que nous avons étudiés. Autrement dit, certains défauts présents dans le matériau peuvent rendre une partie du fil moins résistante et donc favoriser la formation d'un front de déformation.

### 2. Propagation du front de déformation :

Une fois formée, la localisation de la déformation se déplace le long du fil jusqu'à l'avoir recouvert entièrement. Le sens de déplacement du front semble toujours être le même : du mors fixe en rotation vers le mors mobile (moteur). Ce sens semble être imposé par le sens de rotation du moteur. En effet, en utilisant des sens de rotation opposés à ceux des essais habituels pour la torsion directe et la torsion inverse, nous observons une propagation du front dans le sens opposé.

Une interprétation mécanique nous permet d'expliquer le mécanisme de propagation du front. Si la chaleur est à l'origine de sa formation par la création d'un adoucissement local, nous pensons que le même raisonnement peut être mené pour la propagation. Considérons une fine tranche de fil dans laquelle la déformation se localise. L'intensité et la vitesse de la déformation engendrent une augmentation de la température et de l'écrouissage dans cette tranche de fil. De plus, nous avons montré que la chaleur se propage vers la zone A et B par calculs et par mesure du rayonnement infrarouge. Ainsi, nous savons que la température plusieurs microns devant le front de déformation est quasiment égale à celle dans le front. Par conséquent, l'échauffement devant la tranche de fil considérée va adoucir localement le fil rendant la tranche suivante favorable à la localisation de la déformation car elle est plus chaude et moins écrouie. Et ainsi de suite, la chaleur précédant toujours la déformation, le front avance par une déformation de proche en proche.

## 3. Evolution de la texture cristallographique en torsion inverse :

Les différentes techniques d'analyse de la texture nous ont permis de déterminer l'évolution des orientations préférentielles au cours de la torsion inverse dans trois parties du fil : la zone A, le front de déformation et la zone B. Les deux techniques utilisées sont la diffraction des rayons X et la diffraction des électrons rétrodiffusés. La figure IV.40 récapitule les principaux résultats concernant la texture en torsion inverse.

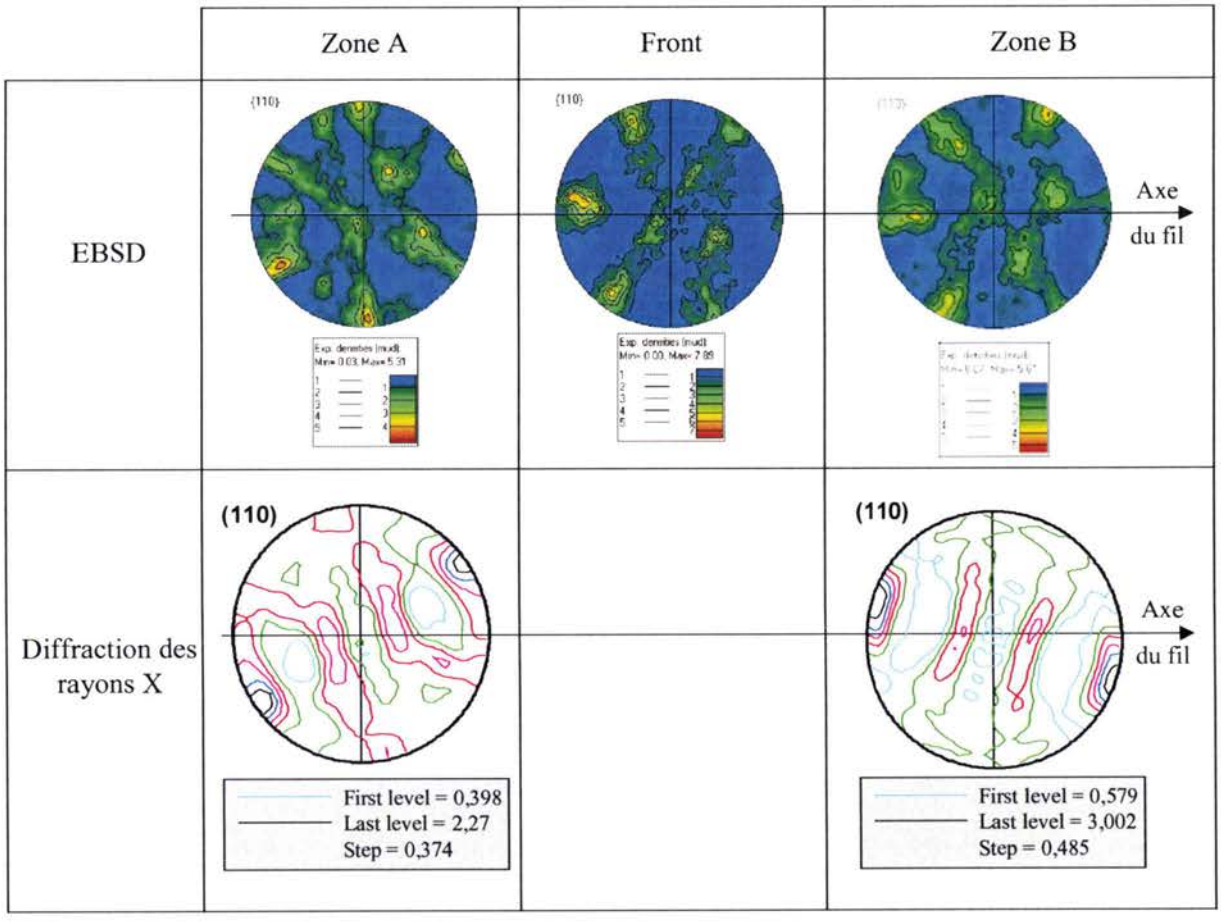



*Figure IV.40 : Récapitulatif de l'évolution de la texture en torsion inverse.*

Seul l'EBSD nous a permis de déterminer la texture dans la zone de localisation de la déformation. Le résultat est une texture de cisaillement pur sur laquelle les composantes D et J peuvent être identifiées.

L'analyse de la texture en zone A donne les mêmes résultats quelle que soit la technique employée. On observe une fibre partielle tournée et superposée à une texture de torsion, l'ensemble est noté $(11\bar{1})[112]$ conformément à la nomenclature adoptée dans ce mémoire.

Concernant la zone B, la diffraction des rayons X indique la superposition d'une texture de fibre partielle tournée à une texture de type circulaire que l'on note $(552)[\bar{1}\,\bar{1}\,5]$. Par contre, l'EBSD nous donne une texture similaire à celle mesurée dans le front de déformation mais superposée à une texture peu marquée correspondant à celle de la zone B. On peut alors penser à une superposition des résultats de mesure de la zone B et de la zone de localisation de la déformation.

L'analyse par EBSD permet de caractériser la texture locale alors que la diffraction des rayons X caractérise la texture globale. Un effet d'échelle de mesure peut être responsable des différences observées. La figure IV.41 schématise les zones mesurées avec ces deux techniques.

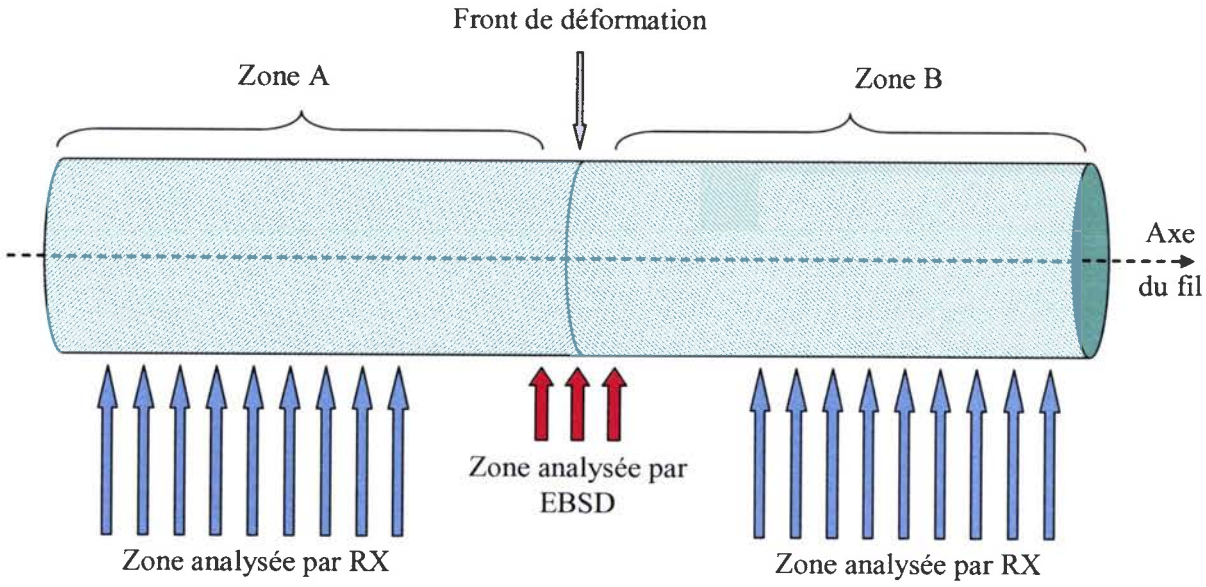



*Figure IV.41 : Les zones analysées en diffraction des rayons X et EBSD.*

L'analyse par diffraction des rayons X est faite sur une longueur de fil d'environ 400 mm. Cette quantité de matière est très importante en regard de l'EBSD et aucune influence du front de déformation ne peut intervenir dans la mesure. Lors de mesures de cartographies d'orientations par EBSD nous analysons une petite zone centrée sur le front de déformation. Une telle cartographie a une dimension d'environ 60 x 45 $\mu m^2$. Or, nous pensions que la localisation de la déformation faisait 15 à 20 µm de largeur. Nous pouvions alors mesurer à gauche et à droite de la localisation pour avoir la texture des zones A et B.

Cependant, selon le point de vue utilisé, la largeur de la localisation de la déformation n'est pas simple à estimer. En reprenant dans la figure IV.42 les images déjà présentées précédemment, nous pouvons constater l'influence du point d'observation. Ces deux images sont prises à une même valeur du rayon et seul le sens d'observation change. L'image n°1 est perpendiculaire rayon du fil. L'image n°2 est dans un plan perpendiculaire à l'image n°1. Si on estime la largeur du front de déformation dans la deuxième, nous pouvons dire qu'il fait environ 10 à 15 µm de large. Or en prenant l'image n°1, il devient délicat de faire cette estimation.

Nous pensons que la largeur du front de déformation est supérieure aux 15 à 20 µm annoncés précédemment. De ce fait, la mesure de la texture en zone B par EBSD que nous avons montrée contient celle du front avec une partie de celle de la zone B. C'est pourquoi la diffraction des rayons X donne des résultats différents.

Finalement, l'évolution de la texture cristallographique en torsion inverse est bien représentée avec les techniques de mesure globale et locale. Mais il faut retenir que le caractère local de l'EBSD nécessite des précautions particulières.

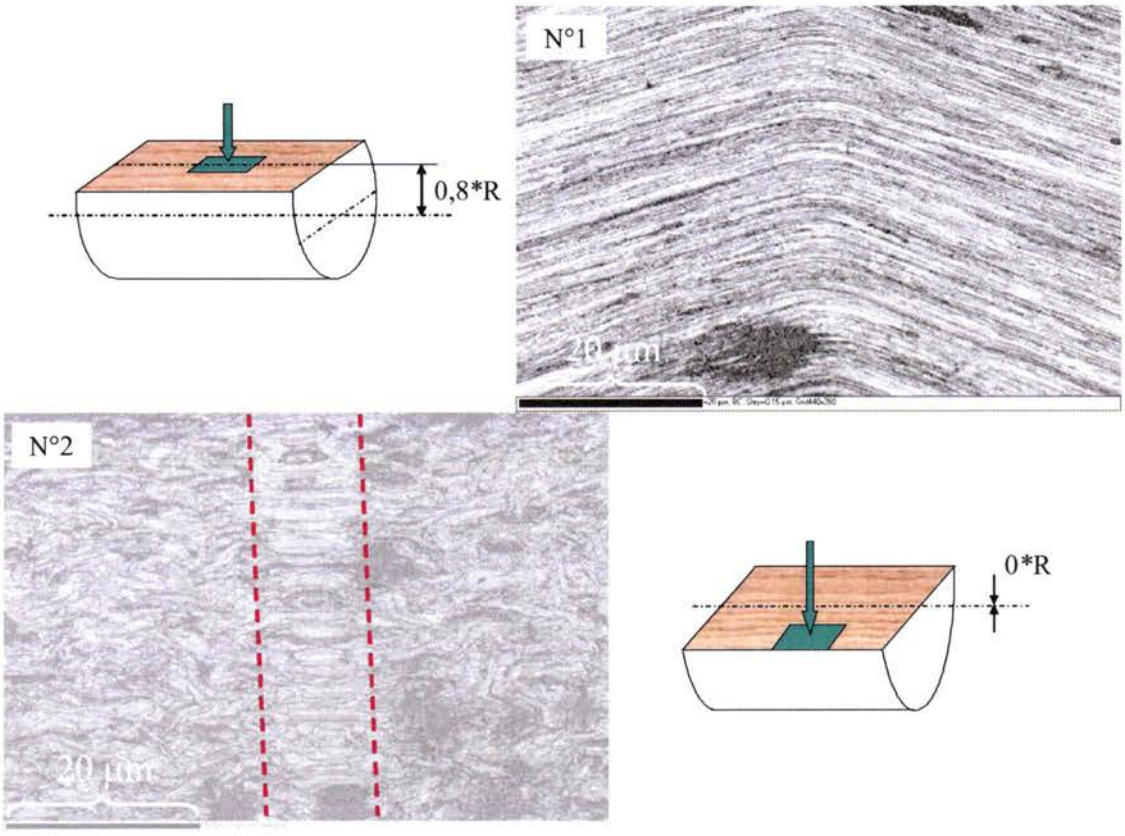



*Figure IV.42 : Influence du point d'observation.*

# Conclusion Générale :

Ce travail expérimental sur la torsion directe et inverse a été mené sur différentes nuances d'acier tréfilé. Un acier eutectoïde complètement perlitique est le matériau qui a initié cette étude, qui par la suite, s'est intéressée à des aciers bas carbone et du fer-$\alpha$ afin d'analyser l'influence du taux de carbone.

Les essais de torsion que nous employons sont de deux types : l'essai de torsion directe et l'essai de torsion inverse. Le premier est un essai classique de torsion avec extrémité libre : on impose une rotation d'ensemble au fil qui est libre de s'allonger ou de se raccourcir.

L'essai de torsion inverse utilise le même principe de fonctionnement que l'essai précédent sauf que le sens de rotation est inversé à une déformation donnée. Lors de cet essai de torsion inverse, la déformation se localise dans une fine tranche de la section droite du fil. Un front de déformation se propage alors le long du fil en délimitant deux zones distinctes : la zone A qui n'a pas subi le passage du front et la zone B qui l'a subi. La naissance de ce phénomène s'explique par la formation d'une instabilité plastique qui va favoriser la localisation de la déformation à un endroit aléatoire du fil. La propagation de ce phénomène est due à des effets d'adoucissement du matériau provoqués par l'augmentation de la température ayant lieu dans le front. Un résultat remarquable lié à la localisation de la déformation en torsion inverse est la forte augmentation de la déformation à rupture en torsion des fils allant jusqu'à 60% par rapport à la limite en torsion directe.

La diffraction des rayons X classique en réflexion a été utilisée pour caractériser l'évolution de la texture cristallographique de la ferrite au cours de la torsion. Quelle que soit la nuance d'acier tréfilé testée (acier perlitique, acier à 0,1% C en masse ou fer-$\alpha$) l'évolution est la même : la texture de fibre initiale $\{110\}\langle uvw\rangle$ tourne autour du rayon du fil et une texture de torsion vient la remplacer progressivement. A la rupture en torsion directe, elle correspond à une texture de cisaillement proche de $(11\bar{2})[111]$ (D1). Dans le cas de la torsion inverse, la nuance d'acier n'a également pas d'influence sur l'évolution de la texture. Cependant, cette évolution est très particulière du fait de la localisation de la déformation. En effet, la texture de la zone A est $(11\bar{1})[112]$ qui se transforme brutalement en $(552)[\bar{1}\,\bar{1}5]$ au passage du front. En dehors de la déformation engendrée par la localisation de la déformation, aucune autre déformation ne se produit dans les zones A et B. De ce fait, la texture de ces zones reste stable après le passage du front.

L'analyse d'un acier bas carbone recuit possédant une microstructure quasi equi-axe a été menée dans le but de comparer son évolution de texture à celle des aciers non recuits. Nous montrons que cette évolution de texture est différente de celle des aciers non recuits. La fibre initiale se transforme, sans rotation, en une texture de cisaillement classique dans laquelle les orientations D, E, F et J sont observables. Cette différence d'évolution de la texture cristallographique est attribuée à la morphologie de la microstructure. Les aciers tréfilés présentent une microstructure lamellaire alors que les aciers recuits ont une microstructure equi-axe. La structure lamellaire va induire la rotation de la fibre $\{110\}\langle uvw\rangle$ au cours de la torsion, phénomène qui ne s'observe pas avec les aciers à grains equi-axes.

L'utilisation de la diffraction des rayons X en transmission, grâce au rayonnement synchrotron, nous a permis de caractériser la texture cristallographique de la deuxième phase constituante des aciers perlitiques : la cémentite. Une méthode complète, allant de l'acquisition des diagrammes d'anneaux jusqu'à leur transformation en figures de pôles, a été

conçue et appliquée. Les orientations préférentielles de la cémentite ont été déterminées dans le cas de l'acier perlitique patenté. Des composantes simples comme $(010)[\bar{1}00]$, $(110)[\bar{1}10]$ et $(011)[0\bar{1}1]$ décrivent la texture de la cémentite après une torsion à rupture. D'une manière générale, l'évolution de la texture de la cémentite peut s'expliquer par des rotations autour des axes de la maille orthorhombique lorsque ceux-ci sont parallèles au rayon du fil.

La spectrométrie Mössbauer a été employée dans le but de quantifier la cémentite dans les fils d'acier perlitique entre un état brut de tréfilage et un état de déformation important ($\gamma = 2$) en torsion inverse. Le fil brut de tréfilage présente une proportion de cémentite dissoute d'environ 33% par rapport à l'état d'équilibre de cet acier. La dissolution se poursuit durant la torsion puisque l'échantillon déformé en torsion inverse contient 40 à 50% de cémentite en moins par rapport à l'échantillon brut de tréfilage. La torsion avec extrémité libre rejoint donc les procédés en grande déformation qui conduisent à la dissolution de la cémentite.

Différentes techniques de microscopie ont été utilisées pour étudier l'évolution de la morphologie de la microstructure. Grâce à la microscopie optique, nous avons pu caractériser la forme de la localisation de la déformation due à la torsion inverse. La microstructure prend la forme de chevrons à l'interface des zones A et B qui s'aplatissent lorsqu'on s'approche de la fibre neutre du fil.

La microscopie électronique, utilisant les électrons secondaires, nous a permis d'affiner l'analyse de la morphologie des grains en torsion directe et inverse. En torsion directe, l'acier perlitique et l'acier bas carbone présentent une évolution similaire : les lamelles subissent une inclinaison d'ensemble ainsi que des pliages et des fragmentations. En torsion inverse, l'absence de déformation dans les zones A et B a été confirmée et le front de déformation a pu être observé. Les lamelles se rejoignent en formant des chevrons qui prennent localement l'apparence de coudes. On constate que ces coudes s'aplatissent en se rapprochant de la fibre neutre du fil.

Nous avons également utilisé la diffraction d'électrons rétrodiffusés pour réaliser des cartographies d'orientations locales. Cette technique a permis de déterminer la texture locale de la ferrite autour de la zone de localisation de la déformation. Ainsi, nous avons découvert que la texture dans le front de déformation correspond à une texture de cisaillement.

Cette étude expérimentale a mis en œuvre de nombreuses techniques de caractérisation qui nous ont permis de comprendre, en partie, les mécanismes régissant la torsion des fils fins d'acier. Cependant, les réponses trouvées ont souvent soulevé des questions supplémentaires auxquelles nous n'avons pas pu répondre dans le cadre de cette seule étude.

# Perspectives :

L'étude de la cémentite nous a permis d'observer qualitativement son évolution en termes de texture et microstructure. Cependant, seul le fil patenté a pu être étudié car les échantillons très écrouis sont difficiles à analyser. Nous avons su mettre en place une méthode d'analyse de la texture qu'il faudrait améliorer en vue de la caractérisation complète de l'évolution de la texture de la cémentite. Ainsi, la description de l'évolution de la texture cristallographique des deux phases des aciers perlitiques en torsion directe serait terminée. Et de la même façon, il serait intéressant de caractériser l'évolution de la texture de la cémentite en torsion inverse afin de constater la stabilité des textures des zones A et B du fil.

La dissolution de la cémentite ayant été faite pour deux états très différents (fil brut de tréfilage et fil rompu en torsion inverse) il serait utile d'analyser la quantité de cémentite dissoute pour des taux de déformation intermédiaire et en torsion directe. En effet, le seul échantillon déformé en torsion que nous avons analysé est issu d'un essai de torsion inverse. Le front de déformation a donc recouvert toute la longueur du fil. Caractériser l'influence du phénomène de localisation de la déformation sur la dissolution de la cémentite semble important.

Nous avons estimé la largeur du front de déformation qui se forme en torsion inverse. Cependant, il semblerait que la valeur réelle de la largeur du front soit plus compliquée à déterminer. Une étude par microscopie électronique pourrait être menée pour connaître la largeur précise de la zone de localisation de la déformation. La connaissance de cette valeur est utile pour la caractérisation mécanique de l'essai de torsion inverse qui passe, par exemple, par l'estimation de la déformation et de la vitesse de déformation.

Une étude de la torsion inverse des aciers perlitiques tréfilés devrait être conduite pour analyser le phénomène de localisation de la déformation. En effet, nous avons vu qu'il présente une différence importante par rapport aux aciers bas carbone : des bandes se forment à sa surface derrière le front de déformation. Chaque bande correspond à un basculement de la microstructure. De ce fait, là ou un acier bas carbone tréfilé ne présente qu'un basculement à un instant donné, l'acier perlitique tréfilé présente une multitude de basculements.

L'influence de la morphologie des grains sur l'évolution de la texture cristallographique a été soulevée dans ce travail. Nous pensons, que selon le degré d'allongement de la microstructure, la texture aura une évolution différente. Afin de vérifier ces hypothèses, il faudrait conduire une série d'études en deux parties.

La première consisterait à analyser l'évolution de la texture cristallographique en torsion de fils d'acier ayant subis divers recuits pour faire varier le rapport longueur/largeur des grains. L'étude porterait donc sur une gamme d'aciers recuits allant d'une microstructure parfaitement equi-axe à une structure brute de tréfilage. Ainsi, il serait possible d'évaluer précisément l'influence de la morphologie des grains sur l'évolution de la texture. La création d'un critère reliant l'allongement de la microstructure avec les rotations de réseau observables sur les figures de pôles (110) (ou sur la FDO) pourrait être intéressante.

La deuxième partie serait menée en parallèle de la première puisqu'elle ferait intervenir les mêmes aciers à divers états recuits. Cette fois, la microscopie électronique en transmission pourrait servir à caractériser les micro bandes et les cellules de dislocations qui se forment pendant la torsion. Puisque les aciers seraient dans des états recuits, l'analyse par microscopie électronique devrait être faisable. Ainsi, en s'intéressant à une échelle fine du matériau, il serait possible d'étudier et de caractériser les mécanismes microstructuraux propres aux structures lamellaires soumises à de la torsion.

L'étude d'aciers bas carbone recuits devrait également se faire dans le cas de la torsion inverse puisque le phénomène de localisation de la déformation y est proche, mais pas identique, à celui des aciers tréfilés non recuits. Ainsi, l'étude de la texture cristallographique des zones A et B permettrait de savoir si le basculement observé dépend de l'état de la microstructure. Il semblerait logique, à la vue des différences entre les aciers perlitiques et bas carbone, que la nature du front de déformation soit influencée par l'état de la microstructure initiale.

# Annexes

# Annexe A : Diffraction des rayons X et texture cristallographique

## Généralités :

Dans le cas d'un objet diffusant périodique, on observe une diffusion intense dans des directions discrètes. Cette forme particulière de diffusion est appelée diffraction.

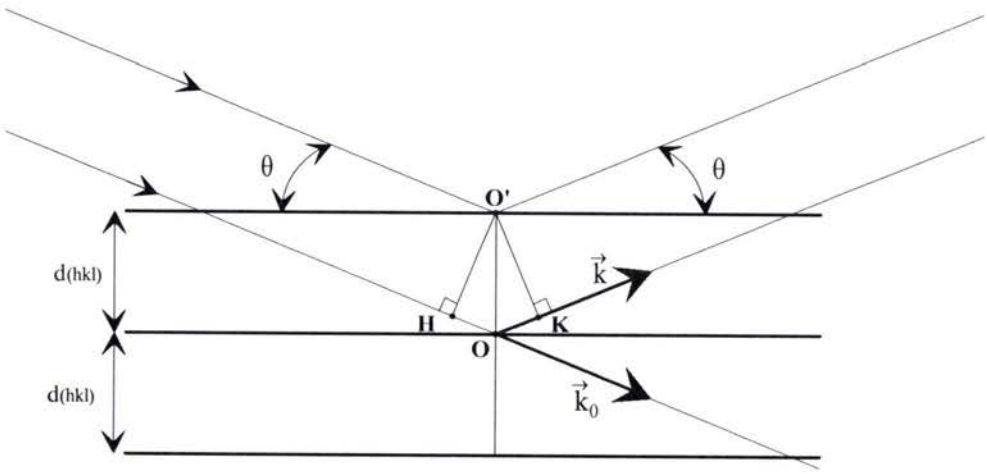
Un cristal parfait est constitué par une répétition périodique de matière diffusante suivant un réseau tridimensionnel. On observe des phénomènes de diffraction lorsque la longueur d'onde du rayonnement est comparable aux paramètres du réseau. Dans les cristaux, ces paramètres sont de l'ordre de quelques Å, ce qui est compatible avec la diffraction des rayons X.

Pour qu'il y ait diffraction d'une onde dans une direction donnée, il faut que toutes les mailles du cristal, c'est à dire tous les nœuds du réseau, diffusent un rayonnement en phase dans cette direction.

La condition de BRAGG se trouve en considérant une famille de plans réticulaires (hkl), d'équidistance $d_{(hkl)}$.

Soit une onde plane incidente de vecteur d'onde $\vec{k}_0$. La différence de marche entre deux points diffusants quelconques d'un même plan est nulle. La différence de marche entre deux points diffusants situés dans deux plans successifs vaut :

$$\delta = \overline{HO} + \overline{OK} = 2\,d_{(hkl)} \sin(\theta) = n\lambda$$




*Condition de diffraction de BRAGG*

# Texture cristallographique :

Toute opération de mise en forme provoque dans le matériau déformé l'orientation de ses éléments cristallins selon certaines directions préférentielles. On dit alors que le matériau est texturé.

L'étude de la texture est intéressante pour au moins deux raisons :

- sa connaissance est souvent nécessaire à la compréhension des mécanismes qui régissent la déformation,
- elle conditionne les propriétés physiques du matériau dans son utilisation ultérieure.

Déterminer la texture d'un matériau, c'est rechercher les orientations prédominantes des éléments cristallins qui le compose.

Cette texture, décrite par la fonction de distribution des orientations (F.D.O.), exige des données expérimentales couramment représentées graphiquement sous la forme de figures de pôles (F.D.P.).

## Comment représenter la texture :

A l'état solide, le métal (polycristal) est constitué d'un ensemble de grains. Dans l'hypothèse d'une structure homogène, chaque grain est un monocristal composé d'un empilement d'atomes disposés en réseau. Dans un monocristal, on peut isoler une maille élémentaire qui reproduite indéfiniment reconstituera le réseau.

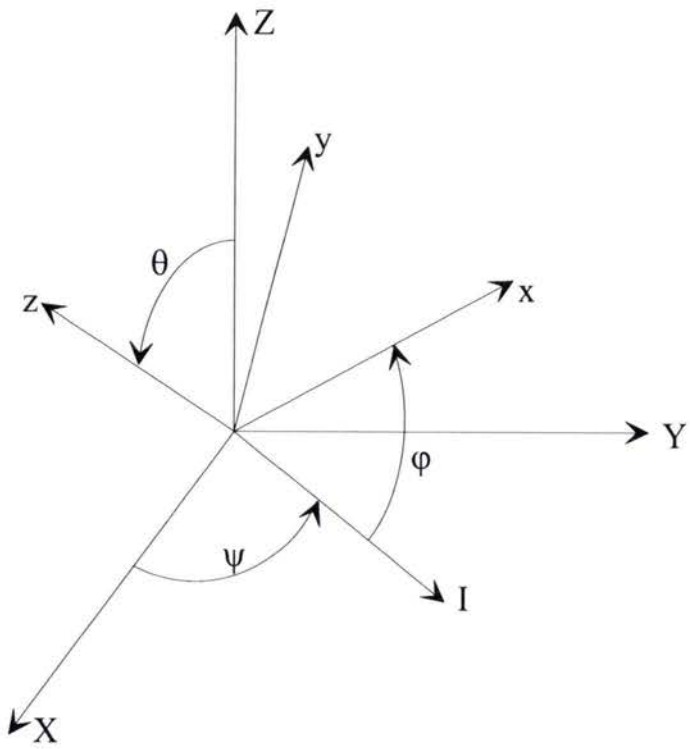
Pour désigner les plans et directions dans le cristal, on utilise le système de notation des indices de Miller.

Les rangées [100], [010] et [001] de la maille élémentaire définissent un repère lié au cristal, le repère cristallographique $R_C$.

L'orientation cristalline d'un grain dans un matériau sera alors définie par la position des plans cristallographiques (hkl) de son réseau cristallin dans un repère lié au matériau lui même : le repère macroscopique $R_E$.

Le repère $R_E$ est choisi de préférence orthonormé direct en tenant compte de la symétrie du procédé d'élaboration.

Un grain étant considéré comme un solide rigide immobile, trois paramètres suffisent à définir son orientation par rapport au repère $R_E$ (par exemple les angles d'Euler ($\psi$,$\theta$,$\varphi$) figure 5).




*Angles d'Euler*

Dans un polycristal, plusieurs grains peuvent avoir la même orientation ou des orientations voisines. L'orientation préférentielle du polycristal est alors l'orientation $g(\psi,\theta,\varphi)$ que l'on retrouve le plus souvent parmi l'ensemble des grains qui le compose.

La détermination de ces orientations préférentielles passe par :

- la mesure de figures de pôles expérimentales,
- le calcul de la fonction de distribution des orientations à partir des figures de pôles.

## Les figures de pôles :

On appelle couramment figures de pôles (F.D.P.) la représentation en projection stéréographique de la densité des normales à une famille donnée de plans réticulaires {hkl} de tous les grains d'un échantillon. Elle est rapportée, lors de la détermination expérimentale, au repère macroscopique $R_E$ de l'échantillon.

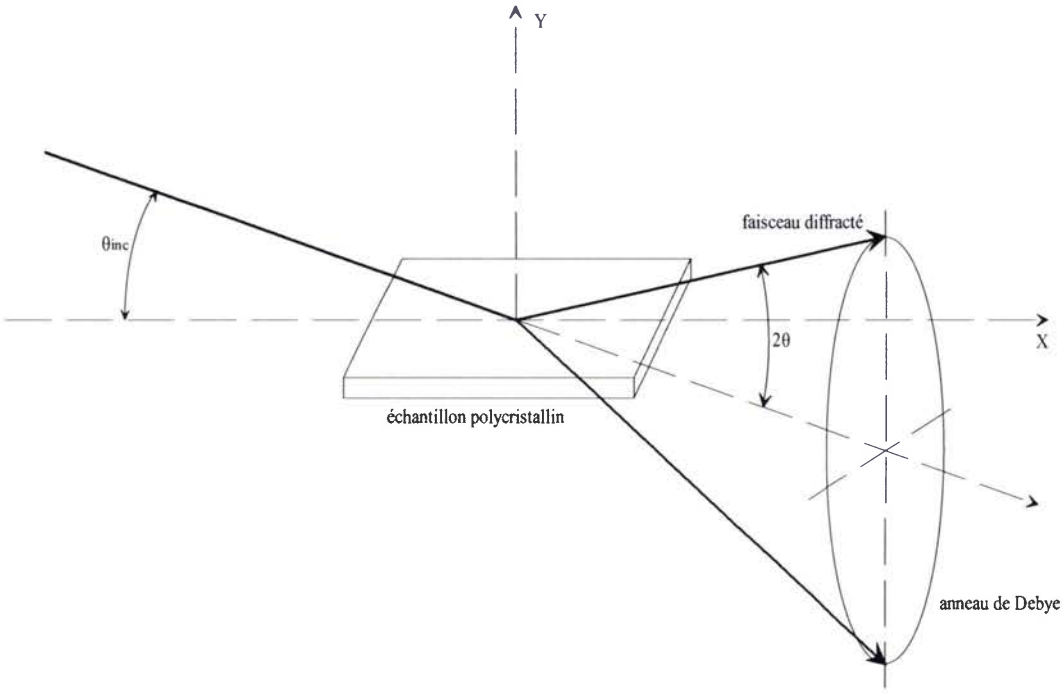
La projection stéréographique permet de représenter sur un plan des points situés sur un hémisphère. Sa particularité est de conserver les angles après projection.

La projection stéréographique de l'ensemble des normales aux plans (hkl) considérés représente la figure de pôles {hkl}.

Nous remarquons que la figure de pôles donne la répartition dans l'espace des plans cristallographiques {hkl} mais n'indique pas directement comment sont orientés les cristaux individuels, d'où l'intérêt de la fonction de distribution des orientations.

Une orientation cristalline étant parfaitement définie par trois directions non coplanaires, il est nécessaire d'utiliser plusieurs F.D.P. d'un même échantillon pour définir son orientation cristallographique. Cependant, compte tenu de la multiplicité des plans {hkl}, une seule F.D.P. même incomplète peut être suffisante pour déterminer l'orientation d'un matériau.

Les figures de pôles {hkl} sont obtenues expérimentalement par diffraction des rayons X ou des neutrons sur les plans réticulaires.

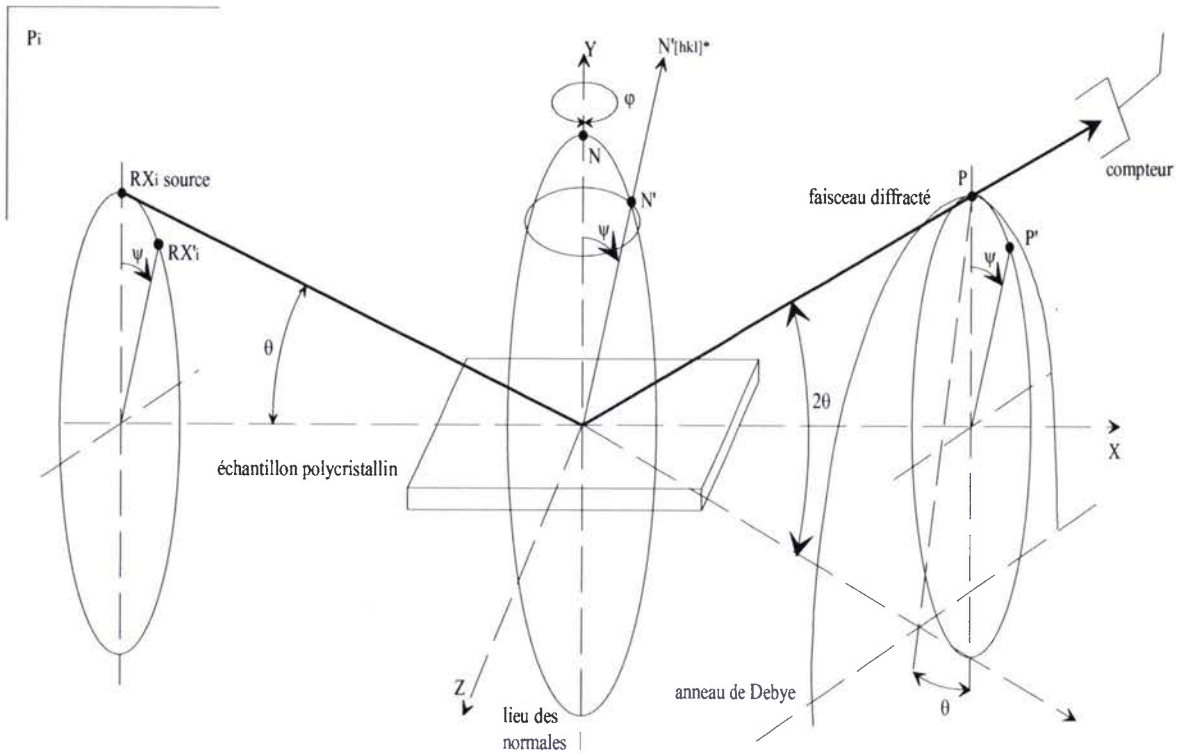



*Géométrie de diffraction*

En effet, quand un faisceau de rayons X de longueur d'onde $\lambda$ irradie un ensemble de grains, il est diffracté par les familles de plans cristallographiques {hkl} de distance réticulaire $d_{hkl}$ quand la loi de Bragg est satisfaite.

Le faisceau diffracté décrit un cône d'angle au sommet $4\theta$ appelé cône de Debye. L'intersection de ce cône avec un plan donne l'anneau de Debye. Quand la répartition des cristallites est isotrope, l'intensité de l'anneau est uniforme.

Si la répartition des cristallites est anisotrope, l'intensité varie le long de l'anneau de Debye. En un point $P_{(hkl)}$, elle est proportionnelle à la densité des normales aux plans (hkl) diffractant dans la direction de ce point. La normale au plan (hkl) est représentée par le vecteur $N_{[hkl]*}$ bissectrice de l'angle($\pi$-$2\theta$).




*Principe de la détermination de la figure de pôles par diffraction*

Soit $P_i$ le plan d'incidence formé par le faisceau incident ($Rx_i$) et le faisceau diffracté ($Rx_d$) défini par le compteur (sur la figure $Rx_d$ =P). Oxyz est le repère $R_E$ lié à l'échantillon et Oy est placé perpendiculairement à la surface de l'échantillon.

$R_E$ est fixe alors que $P_i$ est animé de deux rotations :

- la déclinaison ψ autour de Ox,
- la rotation azimutale φ autour de Oy.

Pour observer le point $P'_{(hkl)}$ de l'anneau de Debye, le plan $P_i$ est amené en P' par une rotation ψ. Dans cette position, on observe les plans (hkl) dont les normales sont inclinées d'un angle ψ par rapport à Oy.

La rotation φ autour de Oy permet d'observer toutes les normales de l'échantillon situées sur un cône d'axe Oy et d'ouverture ψ.

Un balayage complet de la F.D.P. est obtenu par les rotations ψ et φ (dans notre cas, ψ varie de 0 à 90° et φ de 0 à 360°).

Dans la pratique, la source de rayons X ou de neutrons et le compteur sont fixes et les rotations orthogonales φ et ψ sont appliquées à l'échantillon.

## Fonction de distribution des orientations (F.D.O.) :

La façon la plus complète de décrire une texture est de donner la fonction de distribution des orientations F(g) :

$$F(g)dg = \frac{dV_g}{V} = \frac{\text{volume de l'echantillon ayant l'orientation } g \pm dg}{\text{volume de l'echantillon}}$$

où F(g) indique la fraction volumique de l'échantillon pour laquelle l'orientation des cristallites est $g(\psi,\theta,\varphi)$ à dg près.

Il existe plusieurs méthodes d'analyse des textures, les plus connues étant :

- la méthode d'analyse harmonique proposée conjointement par H. J. Bunge et R. J. Roe,
- la méthode de discrétisation proposée à l'origine par W. D. Williams et développée par D. Ruer, A. Vadon et R. Baro sous le nom de méthode "vectorielle".

Quelle que soit la méthode utilisée, la connaissance d'une ou de plusieurs F.D.P. mesurées est nécessaire. La F.D.O. est reliée à la F.D.P. par la relation :

$$P_{(hkl)}(\varphi,\psi) = \frac{1}{2\pi}\int_0^{2\pi} F(g)d\gamma$$

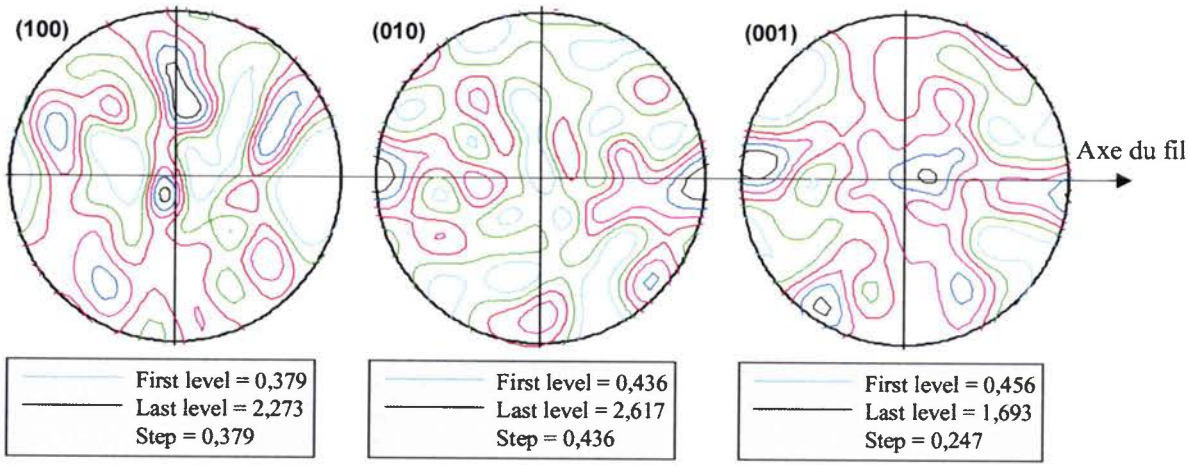
où $\gamma$ représente la rotation autour de la normale au plan diffractant.

Du fait que les techniques de diffraction ne permettent pas de localiser les éléments diffractants (grains) dans le volume observé, deux hypothèses de base sont nécessaires pour obtenir la F.D.O. à partir de la F.D.P. :

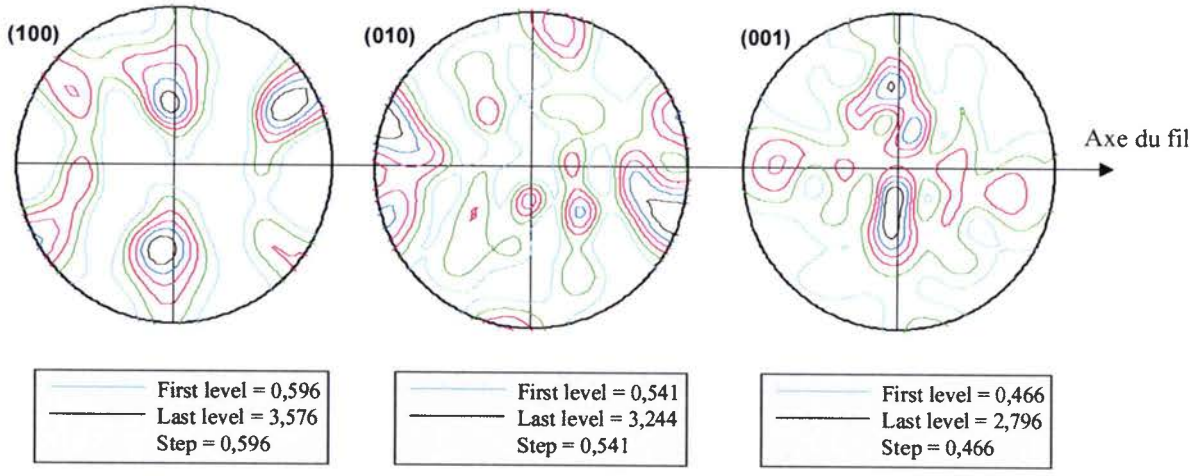
- le volume V observé pendant la mesure d'une F.D.P. est supposé homogène en orientation,
- il existe une proportionnalité directe entre l'intensité diffracté et le volume diffractant.

# Annexe B : Figures de pôles recalculées de la cémentite

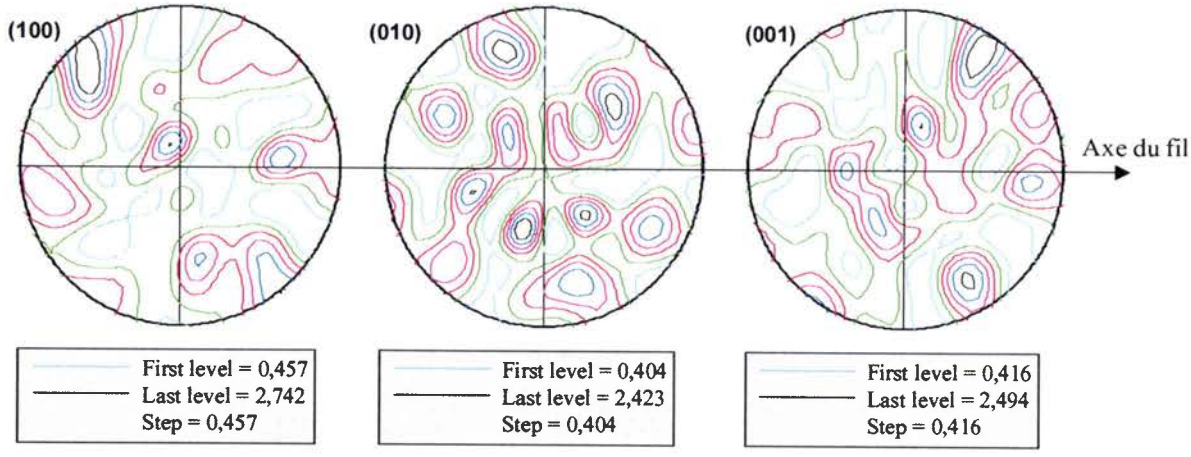
Echantillon patenté après tréfilage $\gamma = 0$ :



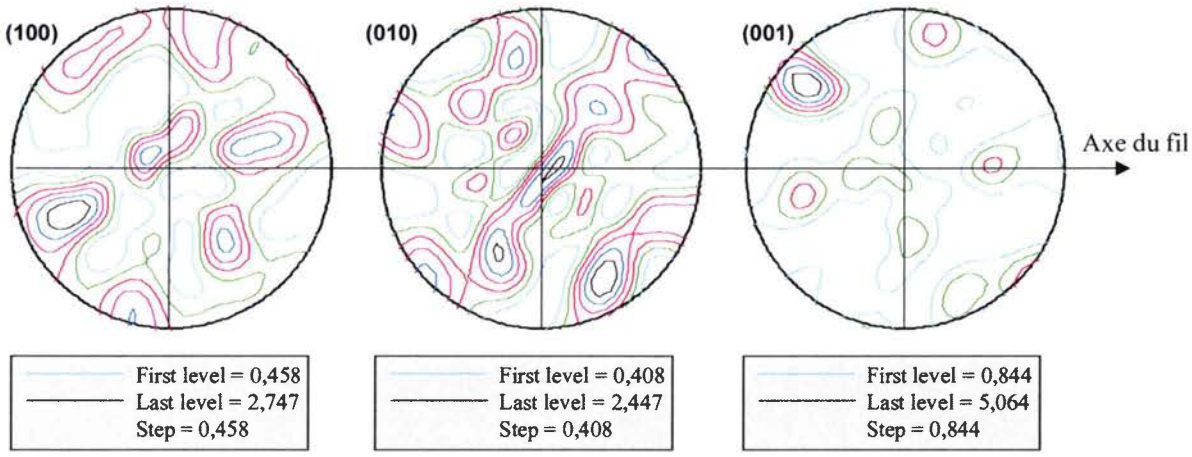

Echantillon brut de tréfilage $\gamma = 0$ :



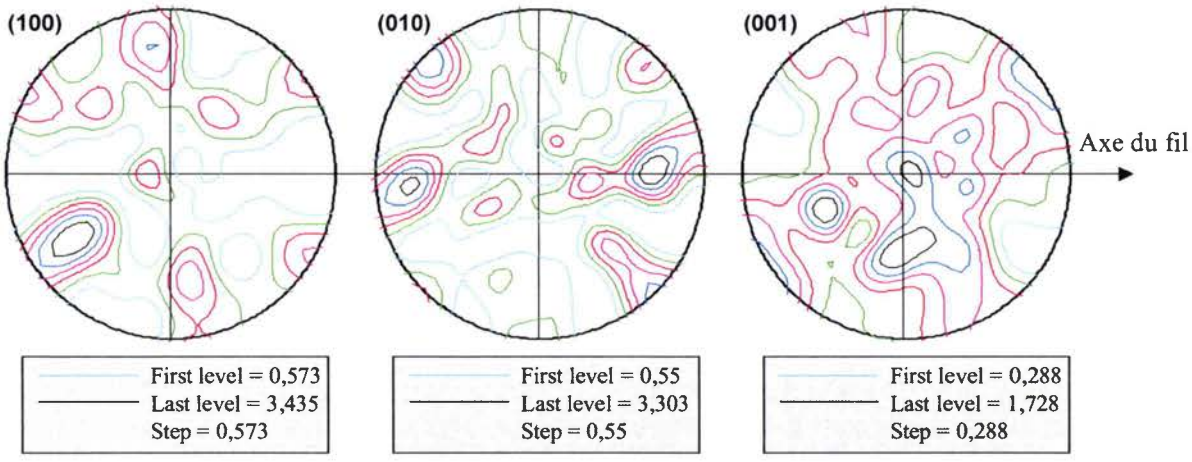

Echantillon à $\gamma = 0,38$ :



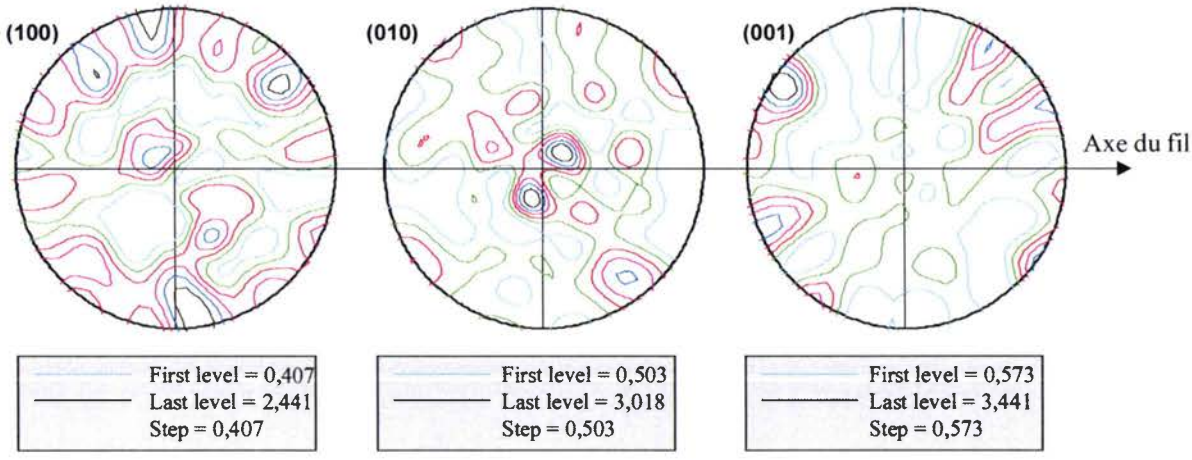
Echantillon à $\gamma = 1,13$ :



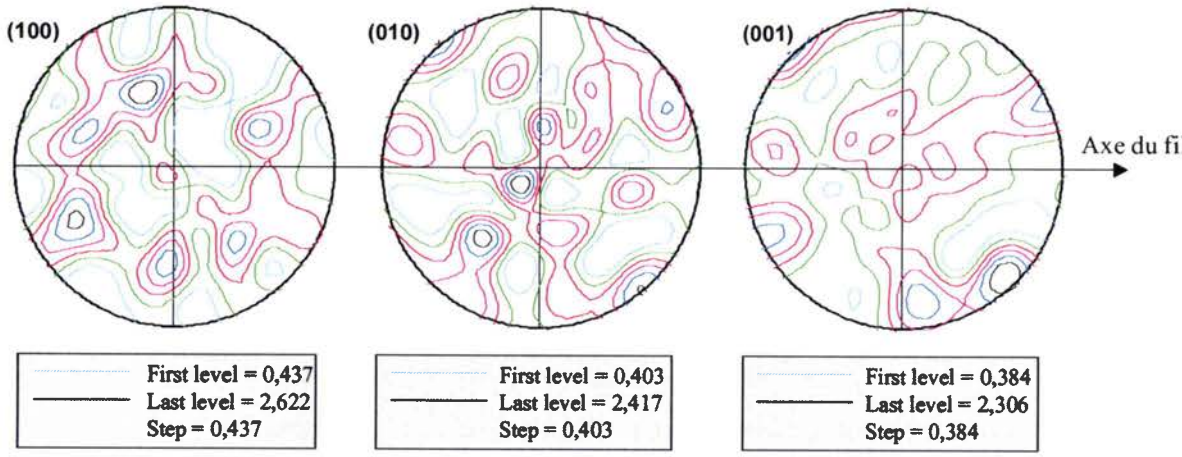

Echantillon patenté puis rompu en torsion ($\gamma = 1,82$) :




Echantillon à $\gamma = 0,9$ puis $\gamma = -0,9$ :

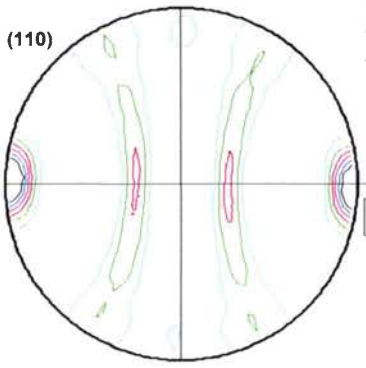


Echantillon à $\gamma = 0{,}9$ puis $\gamma = -1{,}17$ :



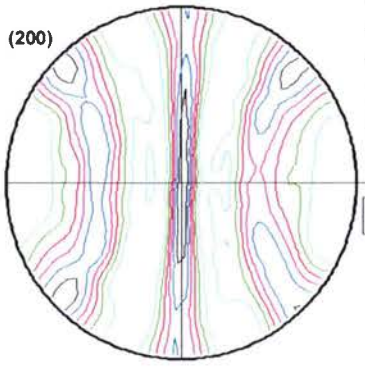
# Annexe C : Figures de pôles recalculées acier à 0,1% C en masse

## *Tréfilé - Torsion directe*



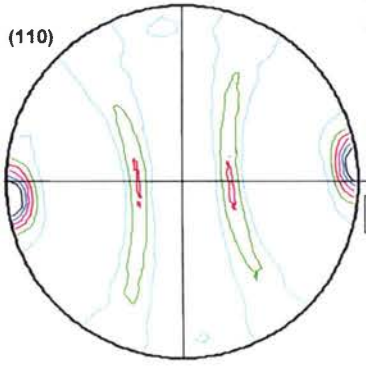

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
$\gamma = 0$
1er niveau:1
6ème niveau:6
intervalle:1

Axe du fil



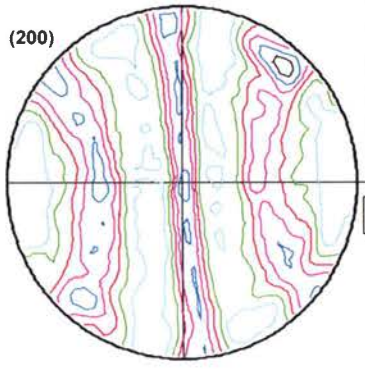

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
$\gamma = 0$
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35

Axe du fil



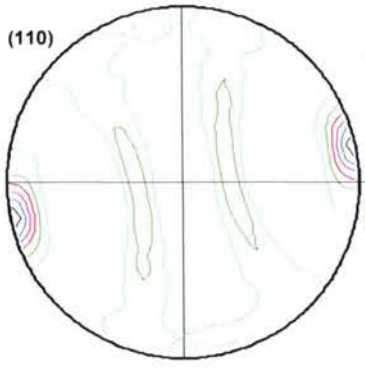

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
$\gamma = 0,2$
1er niveau:1
6ème niveau:6
intervalle:1

Axe du fil



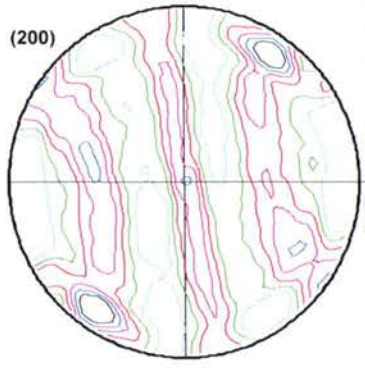

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
$\gamma = 0,2$
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35

Axe du fil



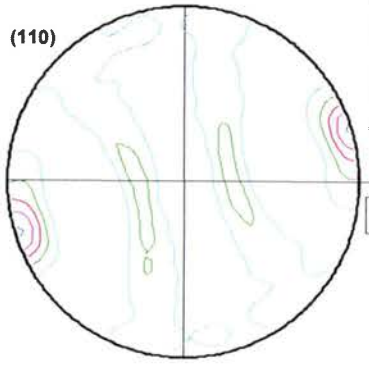

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
$\gamma = 0,3$
1er niveau:1
6ème niveau:6
intervalle:1

Axe du fil



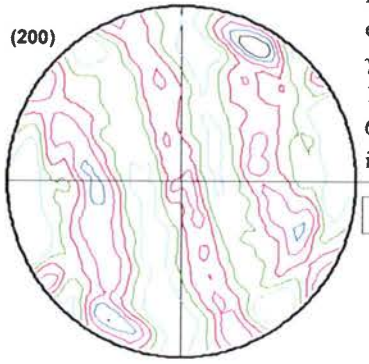

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
$\gamma = 0,3$
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35

Axe du fil



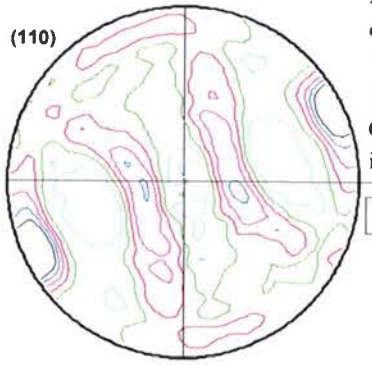

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
$\gamma = 0,45$
1er niveau:1
6ème niveau:6
intervalle:1

Axe du fil



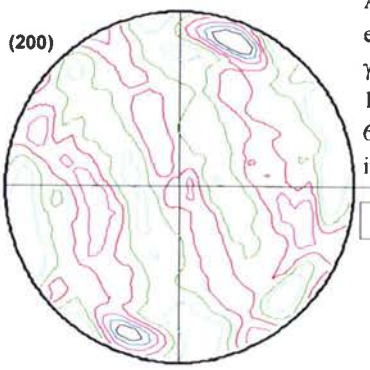

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
$\gamma = 0,45$
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35

Axe du fil



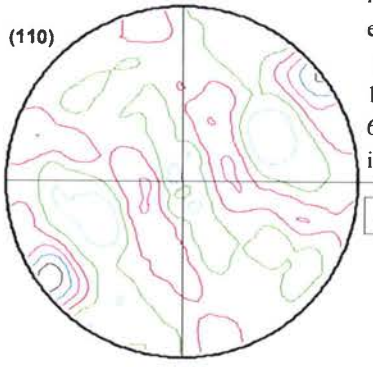

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
$\gamma = 0,6$
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35

Axe du fil



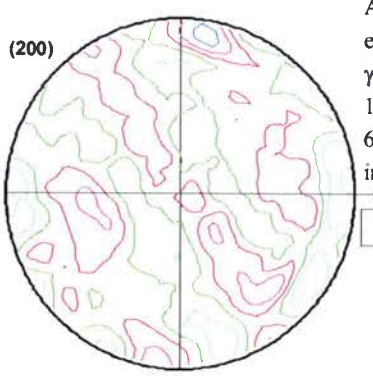

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
$\gamma = 0,6$
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35

Axe du fil



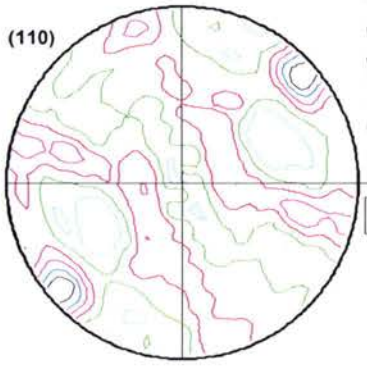

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
$\gamma = 0,8$
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35

Axe du fil

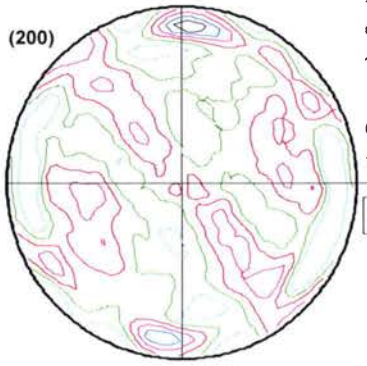



Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
$\gamma = 0,8$
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35

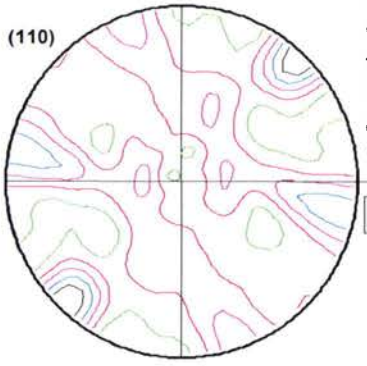
Axe du fil



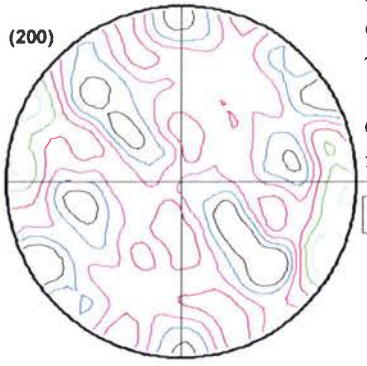

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
$\gamma = 0,9$
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil



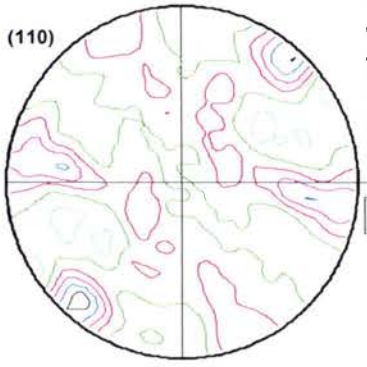

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
$\gamma = 0,9$
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil



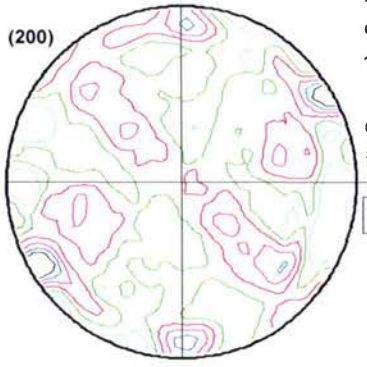

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
$\gamma = 1,05$
1er niveau:0,5
6ème niveau:1,75
intervalle:0,25
Axe du fil



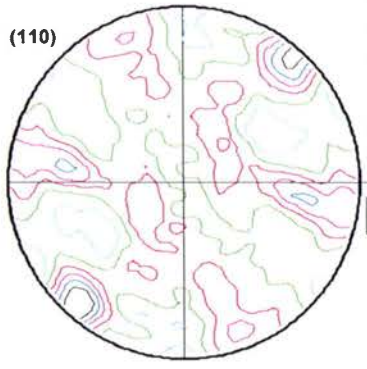

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
$\gamma = 1,05$
1er niveau:0,25
6ème niveau:1,5
intervalle:0,25
Axe du fil



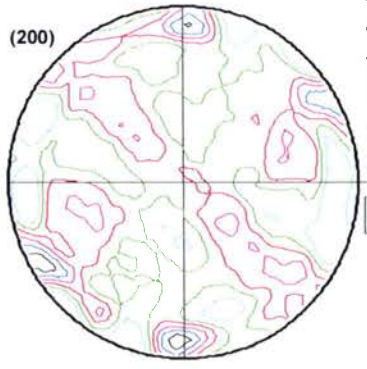

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
$\gamma = 1,2$
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil




Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
$\gamma = 1,2$
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil



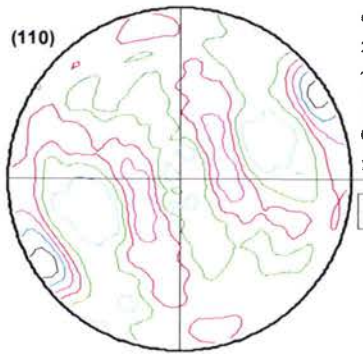

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
$\gamma = 1,35$
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil



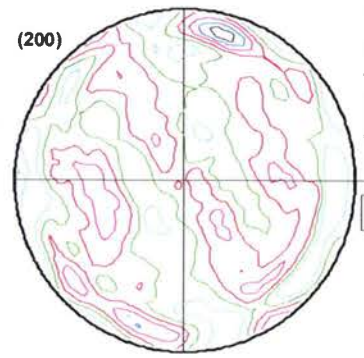

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
$\gamma = 1,35$
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil

# Annexe C : Figures de pôles recalculées acier à 0,1% C en masse

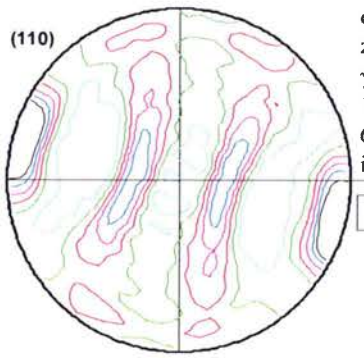
## *Tréfilé - Torsion inverse*



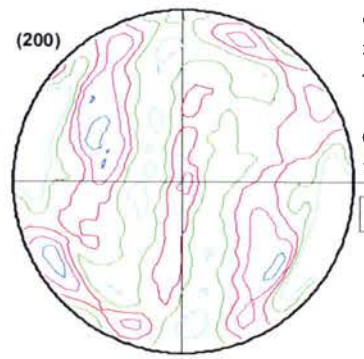

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
zone A
γ = 0,9 puis -0,3
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil



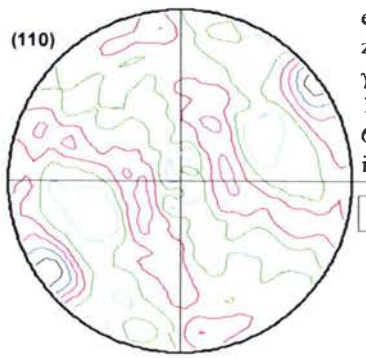

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
zone A
γ = 0,9 puis -0,3
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil



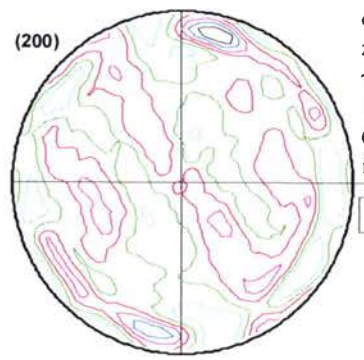

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
zone B
γ = 0,9 puis -0,3
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil



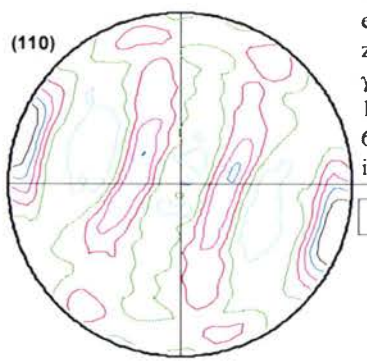

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
zone B
γ = 0,9 puis -0,3
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil



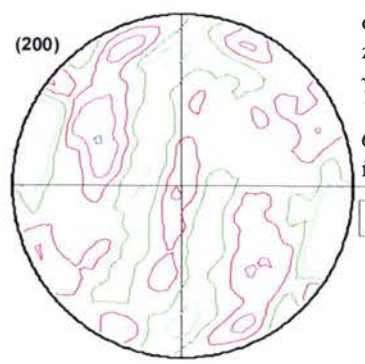

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
zone A
γ = 0,9 puis -0,6
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil



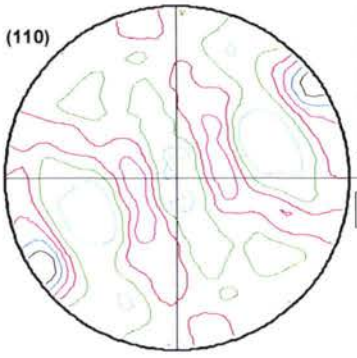

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
zone A
γ = 0,9 puis -0,6
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil



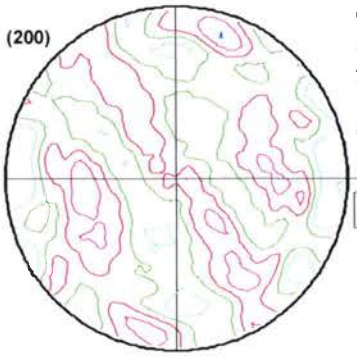

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
zone B
γ = 0,9 puis -0,6
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil



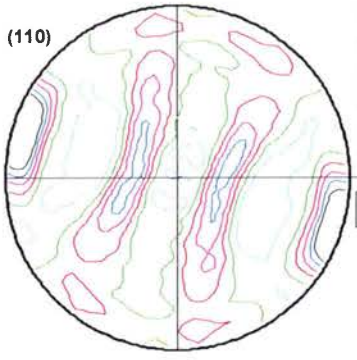

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
zone B
γ = 0,9 puis -0,6
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil



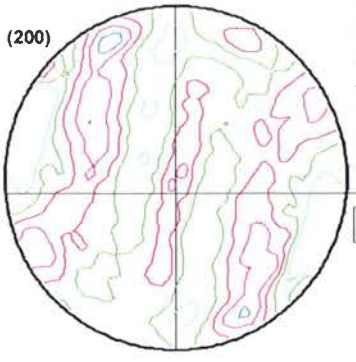

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
zone A
$\gamma$ = 0,9 puis -0,9
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil



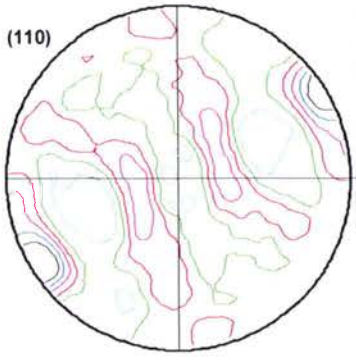

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
zone A
$\gamma$ = 0,9 puis -0,9
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil



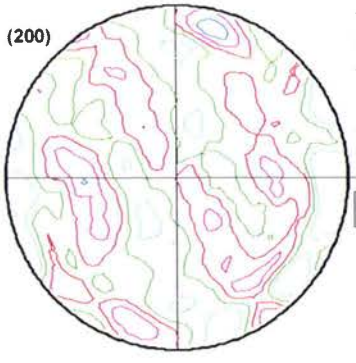

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
zone B
$\gamma$ = 0,9 puis -0,9
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil



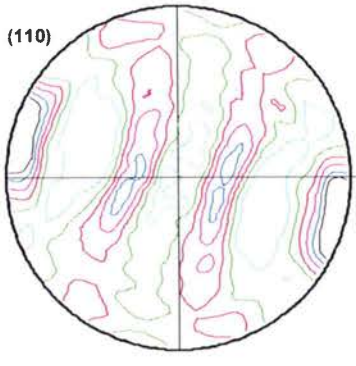

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
zone B
$\gamma$ = 0,9 puis -0,9
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil



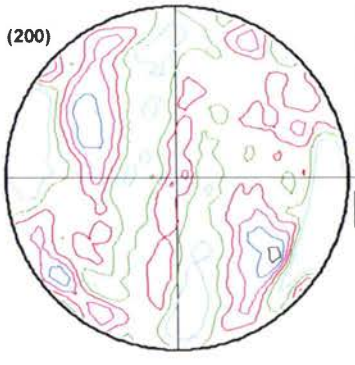

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
zone A
$\gamma$ = 0,9 puis -1,2
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil




Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
zone A
$\gamma$ = 0,9 puis -1,2
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil



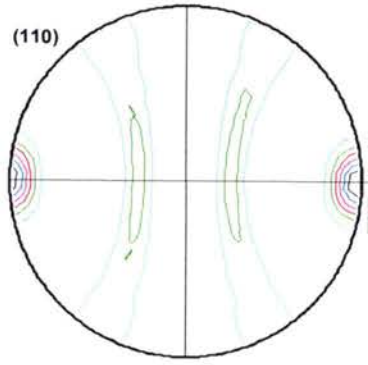

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
zone B
$\gamma$ = 0,9 puis -1,2
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil



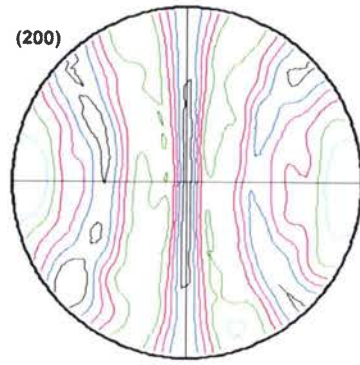

Acier à 0,1% C
en masse tréfilé
zone B
$\gamma$ = 0,9 puis -1,2
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil

# Annexe D : Figures de pôles recalculées acier à <0,1% C en masse

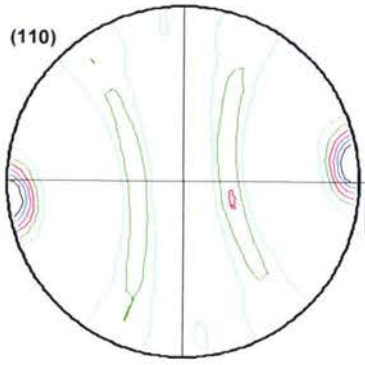
## *Tréfilé - Torsion directe*



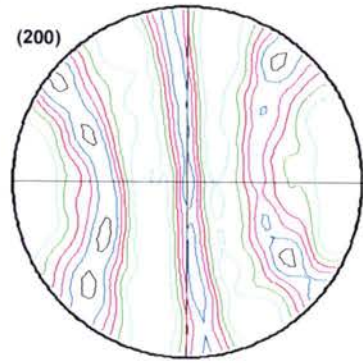

Acier à <0,1% C en masse tréfilé
$\gamma = 0$
1er niveau:1
6ème niveau:6
intervalle:1



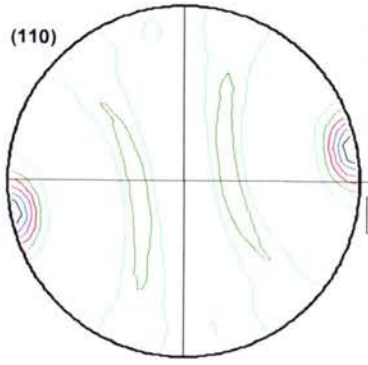

Acier à <0,1% C en masse tréfilé
$\gamma = 0$
1er niveau:0.5
6ème niveau:2.25
intervalle:0.35



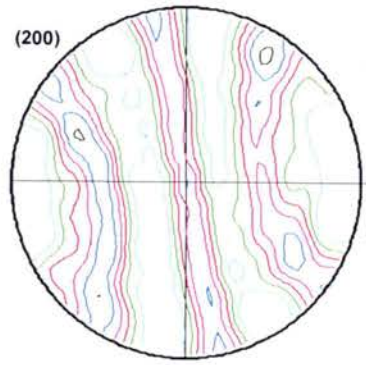

Acier à <0,1% C en masse tréfilé
$\gamma = 0,2$
1er niveau:1
6ème niveau:6
intervalle:1



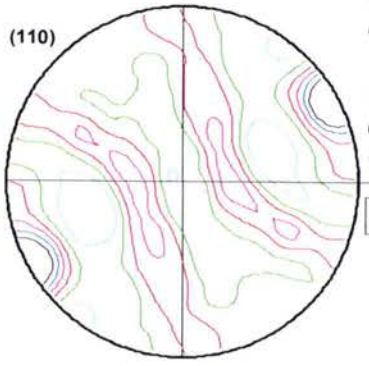

Acier à <0,1% C en masse tréfilé
$\gamma = 0,2$
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35



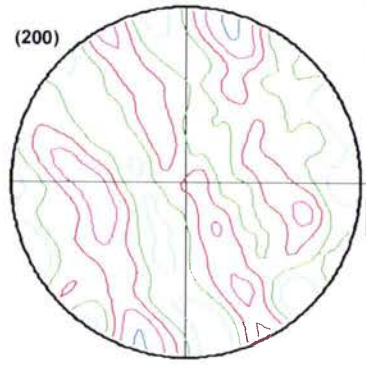

Acier à <0,1% C en masse tréfilé
$\gamma = 0,3$
1er niveau:1
6ème niveau:6
intervalle:1




Acier à <0,1% C en masse tréfilé
$\gamma = 0,3$
1er niveau:0.5
6ème niveau:2.25
intervalle:0.35



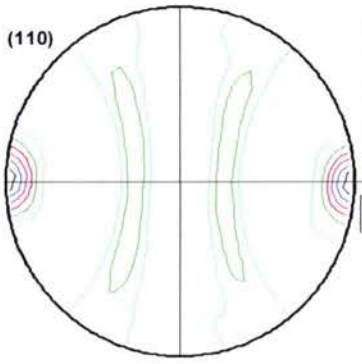

Acier à <0,1% C en masse tréfilé
$\gamma = 0,6$
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35



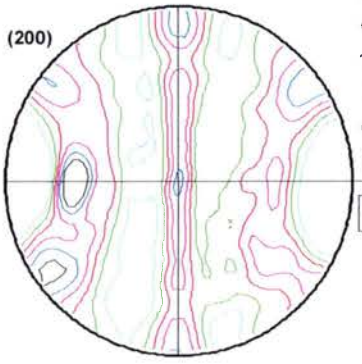

Acier à <0,1% C en masse tréfilé
$\gamma = 0,6$
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35

# Annexe D : Figures de pôles recalculées acier à <0,1% C en masse

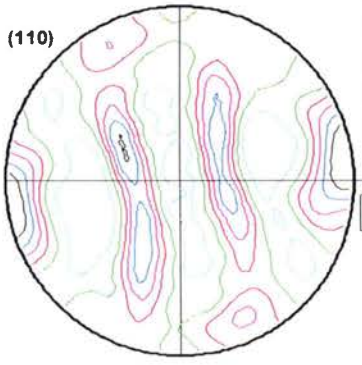
## *Recuit - Torsion directe*



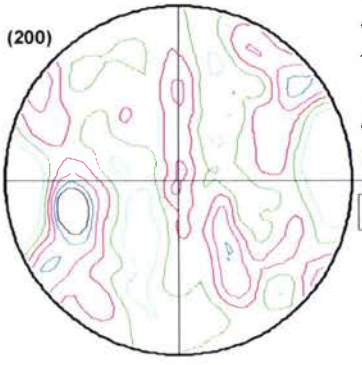

Acier à <0,1% C
en masse recuit
$\gamma = 0$
1er niveau:1
6ème niveau:6
intervalle:1
Axe du fil



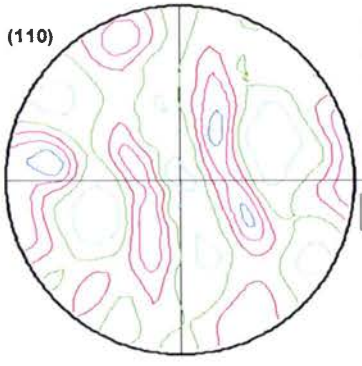

Acier à <0,1% C
en masse recuit
$\gamma = 0$
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil



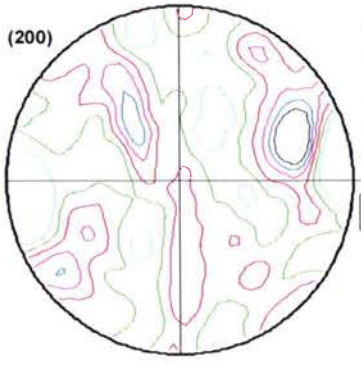

Acier à <0,1% C
en masse recuit
$\gamma = 0,5$
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil



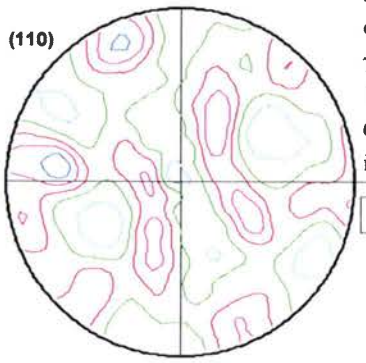

Acier à <0,1% C
en masse recuit
$\gamma = 0,5$
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil



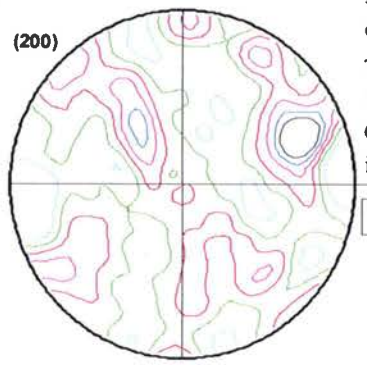

Acier à <0,1% C
en masse recuit
$\gamma = 0,75$
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil



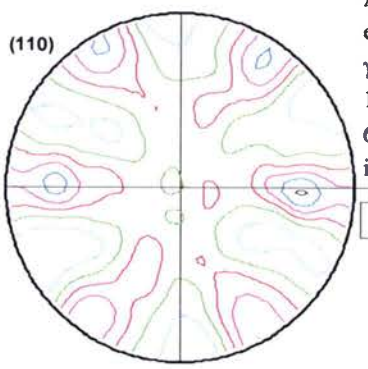

Acier à <0,1% C
en masse recuit
$\gamma = 0,75$
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil



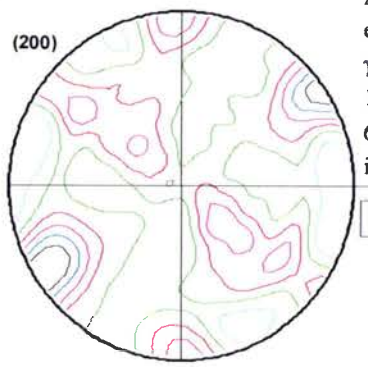

Acier à <0,1% C
en masse recuit
γ = 1
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil



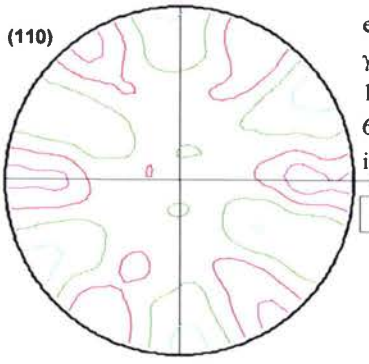

Acier à <0,1% C
en masse recuit
γ = 1
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil



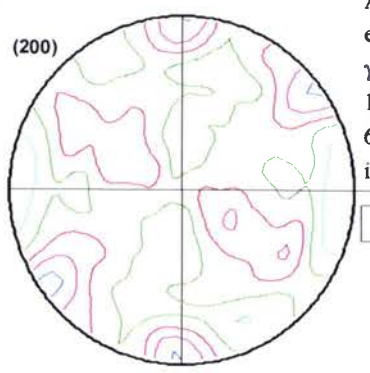

Acier à <0,1% C
en masse recuit
γ = 2,35
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil




Acier à <0,1% C
en masse recuit
γ = 2,35
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil

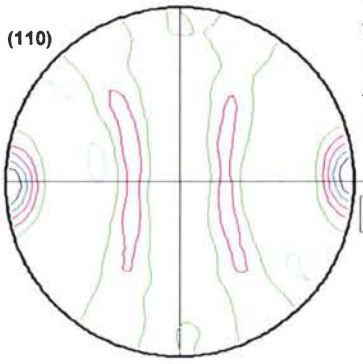



Acier à <0,1% C
en masse recuit
γ = 5,2
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil

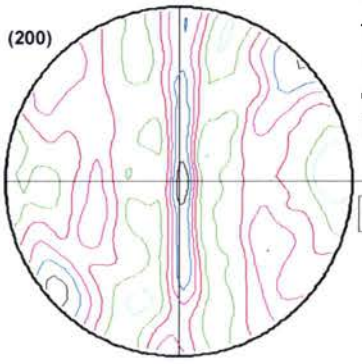



Acier à <0,1% C
en masse recuit
γ = 5,2
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35
Axe du fil

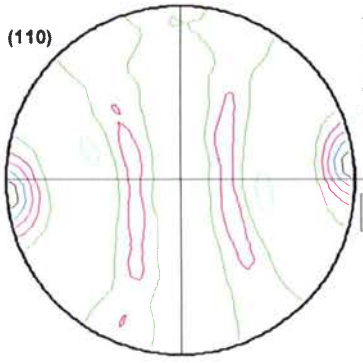
# Annexe E : Figures de pôles recalculées fer-α
## *Tréfilé - Torsion directe*



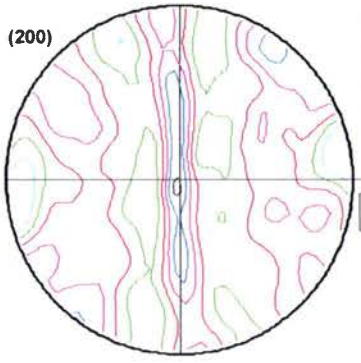

Fer-α tréfilé
$\gamma = 0$
1er niveau:0,5
6ème niveau:3
intervalle:0,5



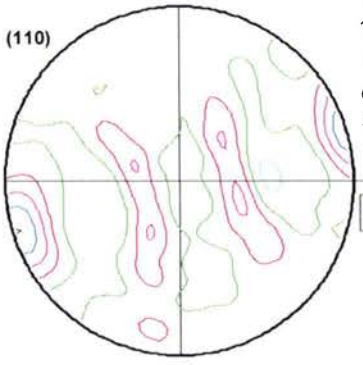

Fer-α tréfilé
$\gamma = 0$
1er niveau:0,5
6ème niveau:1,75
intervalle:0,25



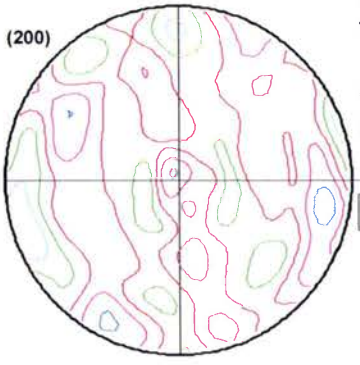

Fer-α tréfilé
$\gamma = 0,2$
1er niveau:0,5
6ème niveau:3
intervalle:0,5



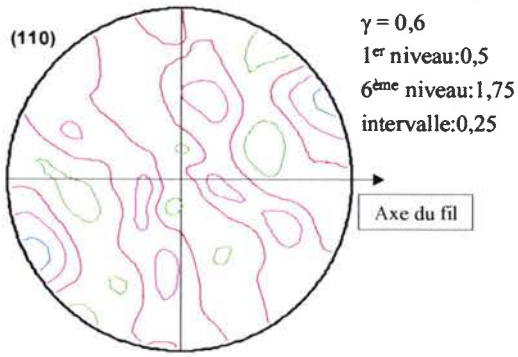

Fer-α tréfilé
$\gamma = 0,2$
1er niveau:0,5
6ème niveau:1,75
intervalle:0,25

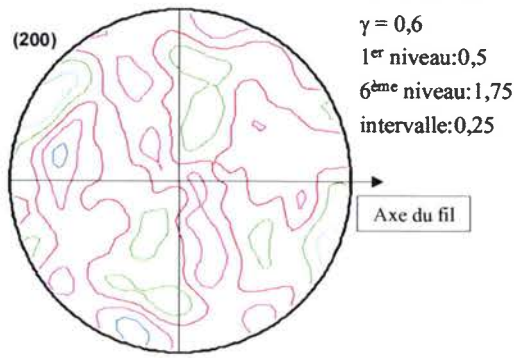


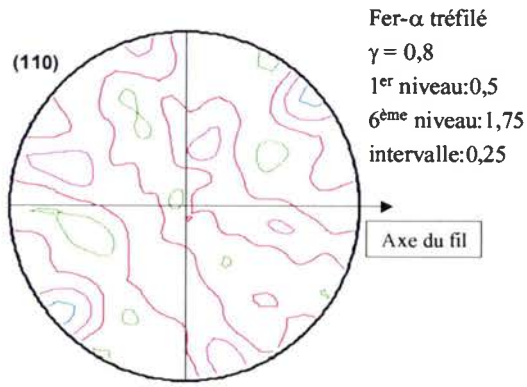

Fer-α tréfilé
$\gamma = 0,4$
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35

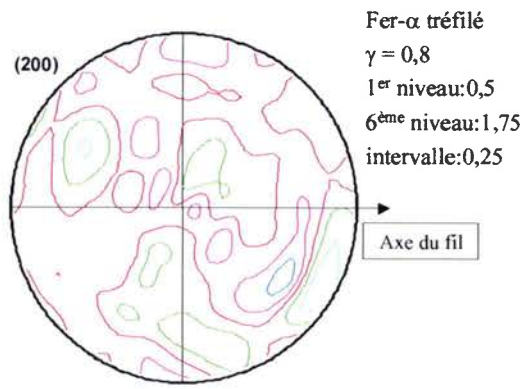



Fer-α tréfilé
$\gamma = 0,4$
1er niveau:0,5
6ème niveau:1,75
intervalle:0,25

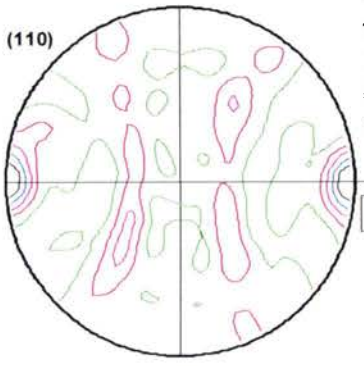

(110)
Fer-α tréfilé
γ = 0,6
1er niveau:0,5
6ème niveau:1,75
intervalle:0,25
Axe du fil


(200)
Fer-α tréfilé
γ = 0,6
1er niveau:0,5
6ème niveau:1,75
intervalle:0,25
Axe du fil

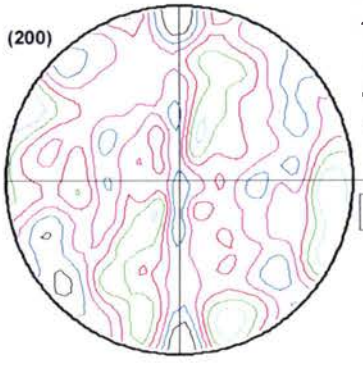

(110)
Fer-α tréfilé
γ = 0,8
1er niveau:0,5
6ème niveau:1,75
intervalle:0,25
Axe du fil


(200)
Fer-α tréfilé
γ = 0,8
1er niveau:0,5
6ème niveau:1,75
intervalle:0,25
Axe du fil

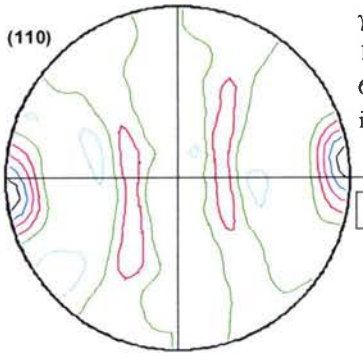
# *Recuit à 750°C pendant 30 min - Torsion directe*



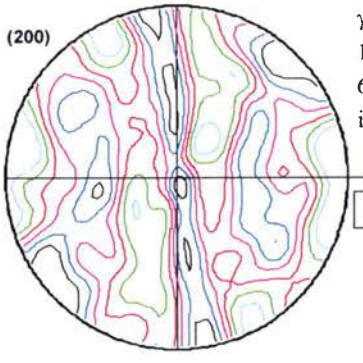

Fer-α recuit
γ = 0
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35



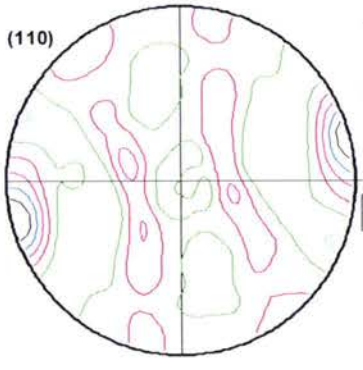

Fer-α recuit
γ = 0
1er niveau:0,5
6ème niveau:1,5
intervalle:0,2



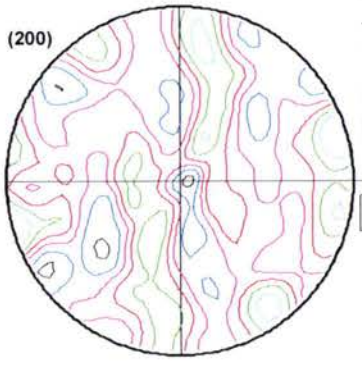

Fer-α recuit
γ = 0,2
1er niveau:0,5
6ème niveau:3
intervalle:0,5



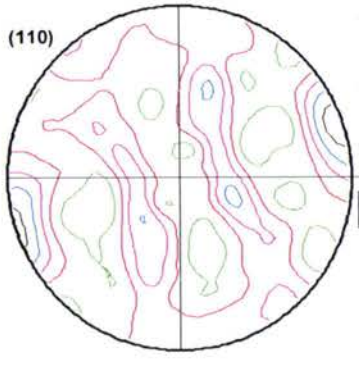

Fer-α recuit
γ = 0,2
1er niveau:0,5
6ème niveau:1, 5
intervalle:0,2



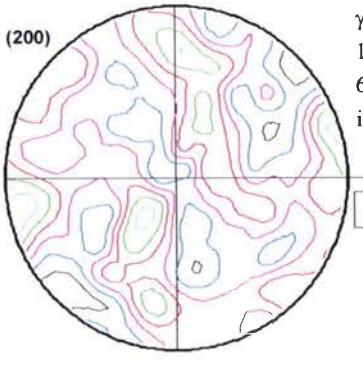

Fer-α recuit
γ = 0,4
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,25
intervalle:0,35




Fer-α recuit
γ = 0,4
1er niveau:0,5
6ème niveau:1,5
intervalle:0,2



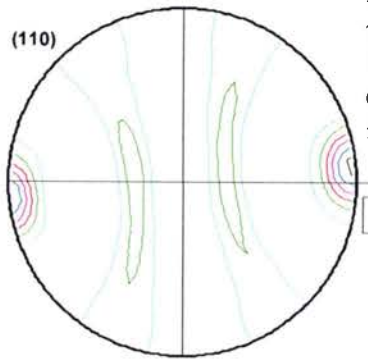

Fer-α recuit
γ = 0,6
1er niveau:0,5
6ème niveau:1,75
intervalle:0,25



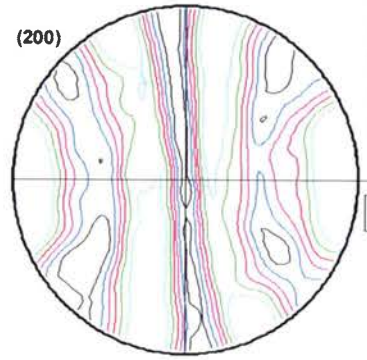

Fer-α recuit
γ = 0,6
1er niveau:0,5
6ème niveau:1,37
intervalle:0,175

# Annexe F : Figures de pôles recalculées acier perlitique 0,77% C

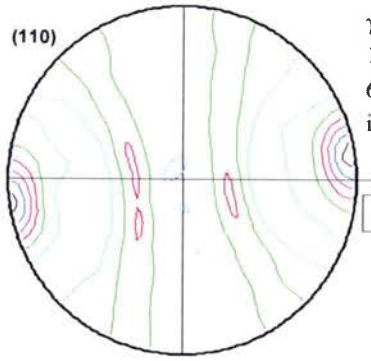
## *Tréfilé - Torsion directe*



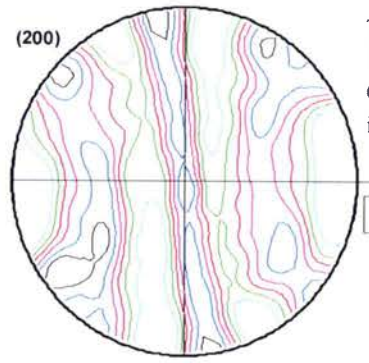

Acier perlitique
$\gamma = 0,2$
1er niveau:1
6ème niveau:6
intervalle:1



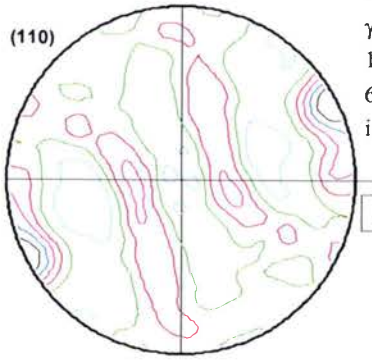

Acier perlitique
$\gamma = 0,2$
1er niveau:0,5
6ème niveau:1,75
intervalle:0,25



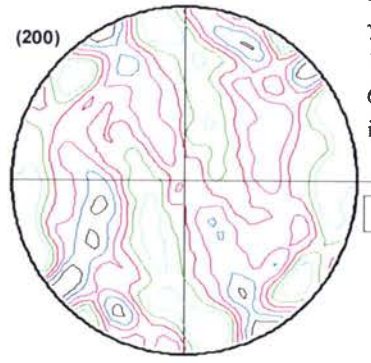

Acier perlitique
$\gamma = 0,3$
1er niveau:0,5
6ème niveau:4,5
intervalle:0,8




Acier perlitique
$\gamma = 0,3$
1er niveau:0,5
6ème niveau:1,75
intervalle:0,25



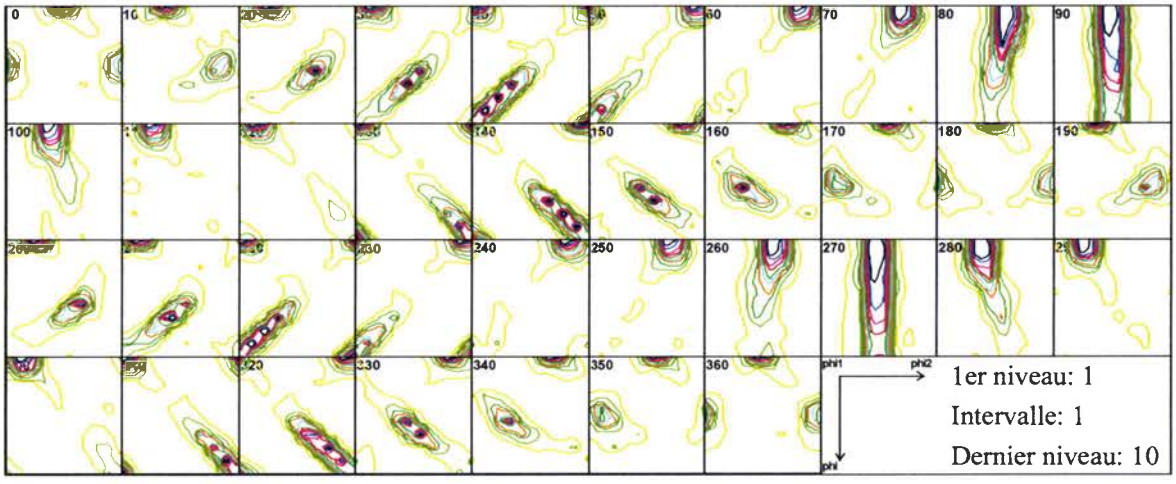

Acier perlitique
$\gamma = 0,6$
1er niveau:0,5
6ème niveau:2,5
intervalle:0,4



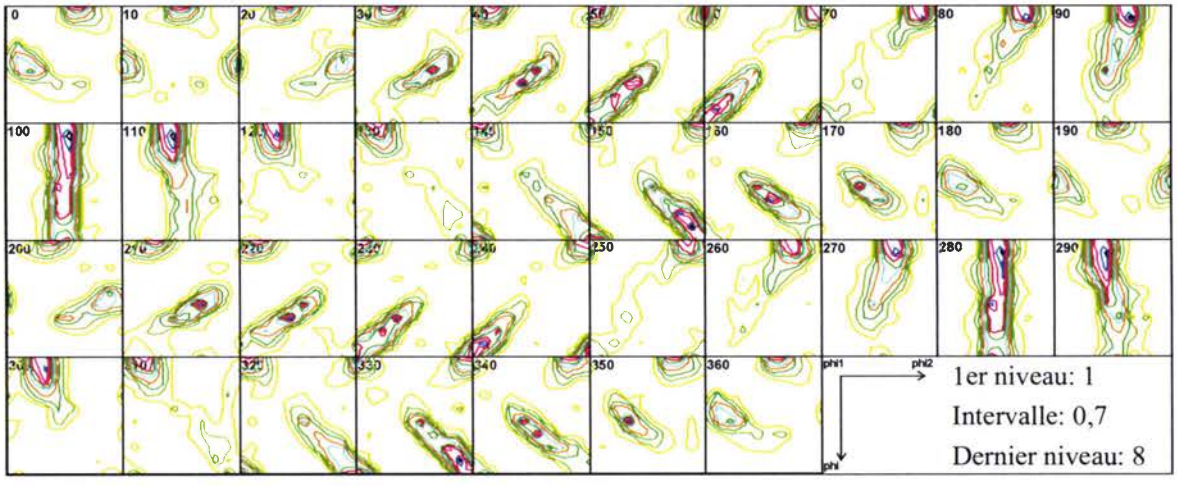

Acier perlitique
$\gamma = 0,6$
1er niveau:0,5
6ème niveau:1,75
intervalle:0,25

# Annexe G : Coupes FDO acier bas carbone

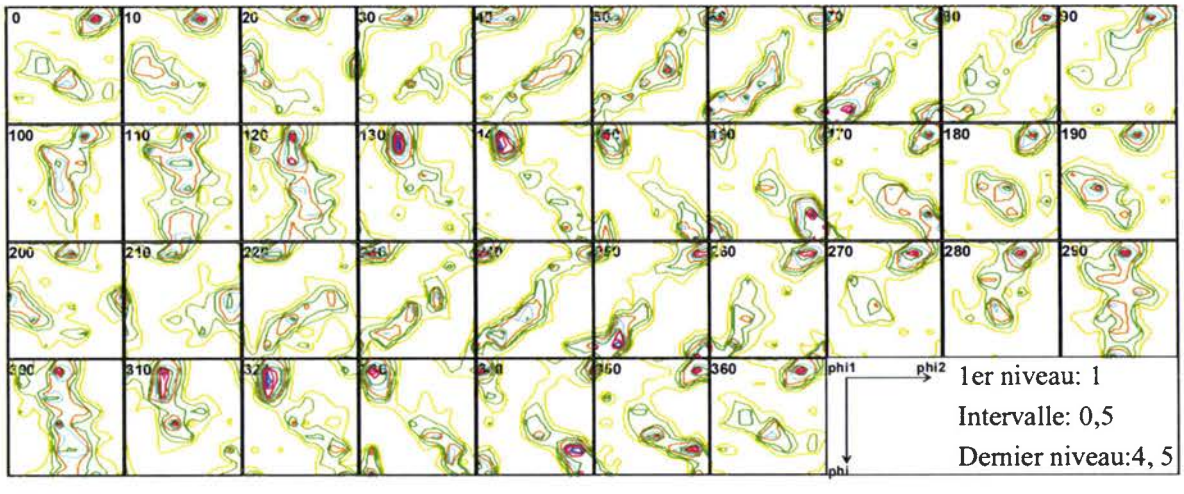
Coupe ODF phi1=cste acier à 0,13% C en masse: brut de tréfilage



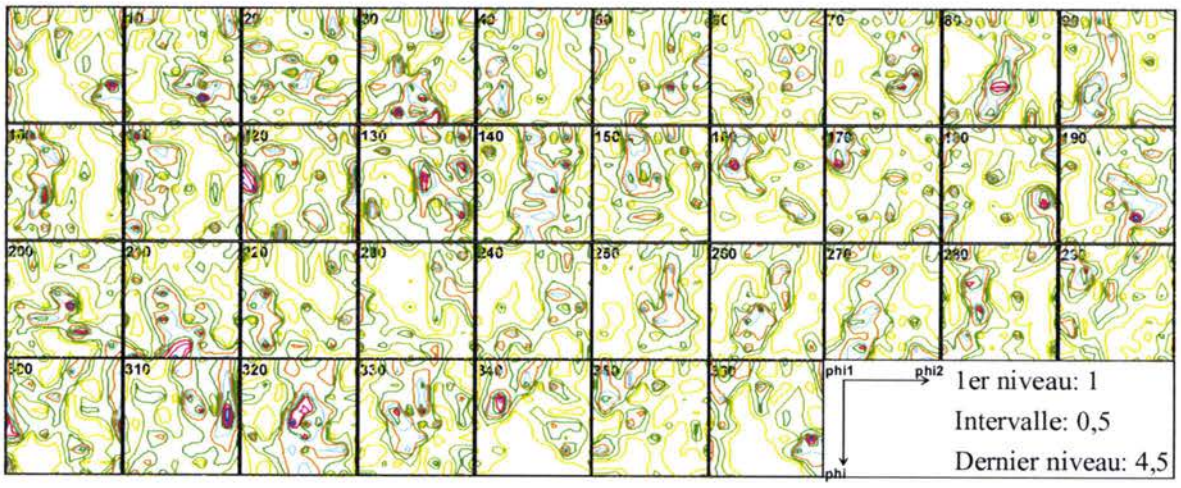

Coupe ODF phi1=cste acier à 0,13% C en masse: $\gamma = 0,3$



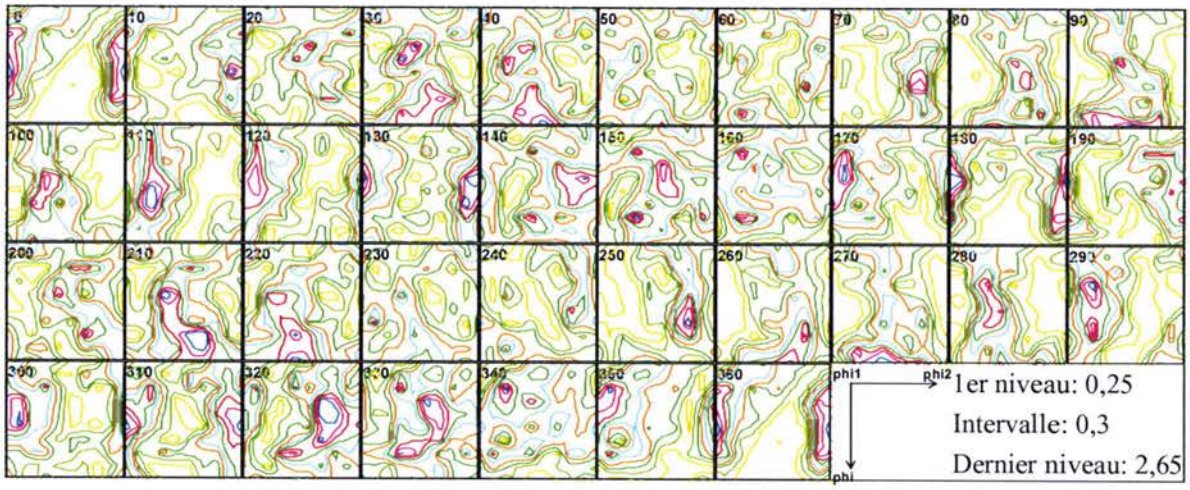

Coupe ODF phi1=cste acier à 0,13% C en masse: $\gamma = 0,6$



Coupe ODF phi1=cste acier à 0,13% C en masse: $\gamma = 1,2$ (rupture)




Coupe ODF phi1=cste acier à 0,2% C en masse recuit: $\gamma = 5,2$



# Annexe H : Cisaillement appliqué en torsion

Cisaillement appliqué : $\Delta\gamma$

Rotation rigide : $\dfrac{\Delta\gamma}{2} = W$

Pourquoi divise-t-on par « 2 » ?

Chargement de la forme $\underline{\underline{L}}$ (tenseur gradient de vitesse de déformation).

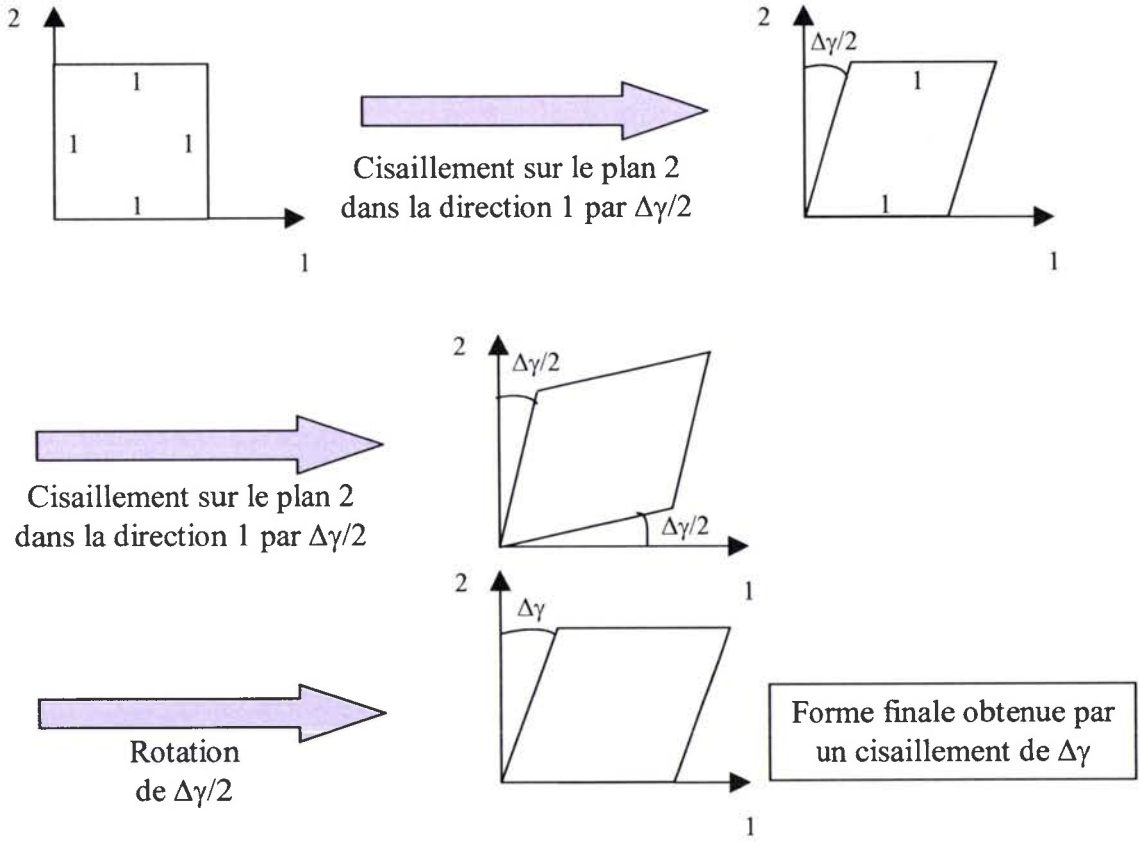
Déformation : $\underline{\underline{D}}$ (tenseur de vitesse de déformation).

Rotation rigide : $\underline{\underline{W}}$ (tenseur de rotation).

$$\underline{\underline{L}} = \underline{\underline{D}} + \underline{\underline{W}}$$

<u>exemple :</u>

$$\begin{pmatrix} 0 & \Delta\gamma & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & \frac{\Delta\gamma}{2} & 0 \\ \frac{\Delta\gamma}{2} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} 0 & \frac{\Delta\gamma}{2} & 0 \\ -\frac{\Delta\gamma}{2} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$



# Références bibliographiques

*(ABDELLAOUI, 1995)*, A. Abdellaoui, « Etude de la texture cristallographique de fils d'acier perlitique en fonction des conditions de tréfilage. Influence sur les propriétés mécaniques. », Thèse Université de METZ, 1995.

*(ANSART, 1986)*, J.P. Ansart, Proc. Int. Conf. on Fragmentation, Form and Flow in Fractured Media, Neve Ilan, Israël, 1986.

*(ARAUJO, 1993)*, F.G.S. Araujo, B.M. Gonzales, P.R. Cetlin, A.R.Z. Coelho et R.A. Mansur, « Cementite decomposition and the second stage static strain ageing of pearlitic steel wires. », Wire Journal International, pp. 191-194, 1993.

*(BACZINSKI, 1996)*, J. Baczynski et J.J. Jonas, « Texture development during the torsion testing of α-Iron and two IF steels », Acta Mater., Vol. 44, No. 11, pp. 4273-4288.

*(BATRA, 1994)*, R.C. Batra, X. Zhang, « On the propagation of a shear band in a steel tube », Journal of Engineering Materials and Technology, vol. 116, pp.155-161, avril 1994.

*(BEYERLEIN, 2007)*, I.J. Beyerlein, L.S. Toth, C.N. TomeE, S. Suwas, « Role of twinning on texture evolution of silver during equal channel angular extrusion », Philosophical Magazine, 2007.

*(BUNGE, 1982)*, H. J. Bunge, « Texture analysis in materials sciences », ed. DGM, Oberursel 1982.

*(BUNGE, 1982)*, H. J. Bunge, C. Esling, « Quantitative texture analysis », D.G.M., Dherûrsel, 1982.

*(CABALLERO, 2000)*, F.G. Caballero, C. Garcia De Andres et C. Capdevilla, « Characterization and morphological analysis of pearlite in a eutectoid steel », Materials Characterization, vol. 45, p. 111-116, 2000.

*(CANOVA, 1984)*, G.R. Canova, U.F. Kocks et J.J. Jonas, « Theory of torsion texture development», Acta Metall., 32, 211, 1984.

*(CASAROTTO, 2003)*, L. Casarotto, R. Tutsch, R. Ritter, J. Weidenmüller, A. Ziegenbein, F. Klose, H. Neuhäuser, « Propagation of deformation bands investigated by laser scanning extensometry », Computational Materials Science, 26, pp.210-218, 2003.

*(DANOIX, 1998)*, F. Danoix, D. Julien, X. Sauvage et J. Copreaux, « Direct evidence of cementite dissolution in drawn pearlitic steels observed by tomographic atom probe », Materials Science & Engineering A, vol. 250, p. 8-13, 1998.

*(DELRUE, 1997)*, H. Delrue, J. Van Humbeeck, E. Aernoudt, I. Lefever, W. Van Raemdonck, « A study of aging of hard-drawn pearlitic steel wire by differential scanninsg calorimetry (DSC) and thermoelectric power (TP) », Wire Journal Inter., pp. 74-80, Avril 1997.

*(DEPRAETERE, 2001)*, E. Depraetere, P. Lesoeurs, « Problématique de la relation microstructure-propriétés mécaniques des fils d'acier perlitique fortement écrouis ».
*(EBERHART, 1976)*, J. P. Eberhart, « Méthodes physiques d'étude des minéraux et des matériaux solides », Doin éditeurs Paris, 1976.

*(EMBURY, 1966)*, J.D. Ambury et R.M. Fisher, « The structure and properties of drawn wires. », Acta Metallurgica, 14, pp. 147-159, 1966.

*(EYMERY, 1994)*, J.-P. Eymery et J. Teillet, « La spectrométrie Mössbauer », Les techniques de l'Ingénieur, PE 2600, 1994.

*(FOREST, 1998)*, S. Forest, « Modeling slip, kink and shear banding in classical and generalized single crystal plasticity », Acta. Mater., 46, No.9, pp. 3265-3281, 1998.

*(FORFERT, 2003)*, B. Forfert, « Etude de la microstructure et de la texture cristallographique de fils fins en acier perlitique, en aluminium et en cuivre soumis à une torsion suivie d'une torsion inverse.», Université de Metz, 2003.

*(FRANCOIS, 1991)*, M. François, « Détermination de contraintes résiduelles sur des fils d'acier eutectoïde de faible diamètre par diffraction des rayons X », thèse de doctorat, ENSAM, 1991.

*(FRANCOIS, 2005)*, D. François, « Loi de comportement des métaux, », Les Techniques de l'Ingénieur, M 4152, mars 2005.

*(GAAL, 2006)*, I. Gaal, A.L. Tóth, L. Uray, P. Harmat, « Distinctive test for tungsten wires with different splitting properties », Int. Jour. of Refractory Metals & Hard Materials, 24, pp. 325-331, 2006.

*(GAVRILJUK, 2003)*, V.G. Gavriljuk, « Decomposition of cementite in pearlitic steel due to plastic deformation », Materials Science & Engineering A, vol. 345 p. 81-89, 2003.

*(GIL SEVILLANO, 1998)*, J. Gil Sevillano, L. Matey Munos et J. Flaquer Fuster, « Ciel de Van Gogh et propriétés mécaniques », J. Phys. IV, 8, pp. 155-164, 1998.

*(GODECKI, 1971)*, L. Godecki, « Phenomena associated with the torsional deformation of steel wires », Wire Industry, Octobre 1971, p. 719-724, 1971.

*(GONZALES, 2000)*, B.M. Gonzales, V.C.T.L. Buono, E.M. Paula, E Silva, T.M. Lima et M.S. Andrade, « Atomic force microscopy study of the behavior of pearlite during drawing of eutectoid steel. », Proceedings of the 70th annual convention of the wire association international, pp. 152-156, 2000.

*(GRUMBACH, 1993)*, M. Grumbach, « Vieillissement des aciers », Les Techniques de l'Ingénieur, M235, 1993.

*(HE, 2003)*, S. He, A. Van Bael, S.Y. Li, P. Van Houtte, F. Mei et A. Sarban, « Residual stress determination in cold drawn steel wire by FEM simulation and X ray diffraction », Materials Science & Engineering A, vol. 346, 101-107, 2003.

*(HEIDELBACH, 1999)*, F. Heidelbach, C. Riekel, H.-R. Wenk « Quantitative texture analysis of small domains with synchrotron radiation X-rays », J. Appl. Cryst., 1999, p. 841-849, 1999.

*(HEIDELBACH, 2001)*, F. Heidelbach, I.C. Stretton, K. Kunze « Texture development of polycristalline anhydrite experimentally deformed in torsion », Int. J. Earth Sciences, 90, pp. 118-126, 2001.

*(HENRY, 1961)*, N. F. M. Henry, H. Lipson, W. A. Wooster, « The interpretation of X-Ray diffraction photographs », Mac Millan & Co LTD London, 1961.

*(HONO, 2001)*, K. Hono, M. Ohnuma, M. Muryama, S. Nishida, A. Yoshie et T. Takahashi, « Cementite decomposition in heavily drawn pearlitic steel wire. », Scripta Mater., 44, pp. 997-983, 2001.

*(HUNDI, 1954)*, B.B. Hundi, « Accelerates strain ageing of mild steel », J. Iron & steel Inst., pp. 34-38, septembre 1954.

*(IVANISENKO, 2003)*, Yu. Ivanisenko, W. Lojkowski, R.Z. Valiev, H.-J. Fecht, « The mechanism of formation of nanostructure and dissolution of cementite in a pearlitic steel during high pressure torsion », Acta Materialia, 51, pp. 5555-5570, 2003.

*(JONAS, 1998)*, J.J. Jonas, S. Shrivastava et L.S. Toth, « The inverse Swift effect : experiments and theory », Acta Materialia, vol. 46, No. 1, p. 51-60, 1998.

*(JONES, 2001)*, H.N. Jones, C.R. Feng, « Thermal activation of flow stress transients in mild steel », Materials Sciences & Engineering A, 309-310, pp.92-96, 2001.

*(KUHLMANN-WILSDORF, 1999)*, D. Kuhlmann-Wilsdorf, « 'Regular' deformation bands (DBs) and the LEDS hypothesis », Acta. Mater., 47, No.6, pp. 1697-1712, 1999.

*(LANGFORD, 1970)*, G. Langford, « A study of the deformation of patented steel wire », Metallurgical Transactions, 1, pp. 465-477, 1970.

*(LANGUILLAUME, 1997)*, J. Languillaume, « Cementite dissolution in heavily cold drawn pearlitic steel wires », Acta Materialia, vol. 45, p. 1201-1212, 1997.

*(LAVAIRE, 2001)*, N. Lavaire, « Etude des phénomènes à l'origine du vieillissement des aciers pour emballage à « Ultra Bas Carbone » (ULC) : apport du pouvoir thermo-électrique à la caractérisation des états microstructuraux », thèse de doctorat, INSA de LYON, 2001.

*(LIU, 2001)*, Y. LIU, « Experimental and theorical studies on the crystallographic texture evolution during drawing and torsion of pearlitic wires », Thèse Université de Metz, 2001.

*(MONTESIN, 1991)*, T. Montésin, « Influence des conditions de tréfilage sur la texture cristallographique et sur les propriétés mécaniques des fils fins : application au steelcord. », Thèse Université de Metz, 1991.

*(MONTHEILLET, 1984)*, F. Montheillet, M. Cohen et J.J. Jonas, « Axial stresses and texture development during the torsion testing of Al, Cu and α-Fe », Acta Metall., Vol. 32, No. 11, pp. 2077-2089, 1984.

*(NADAI, 1950)*, A. Nadai, « Theory of flow and fracture of solids », 2nd ed., Mc Graw-Hill, New York, 1950.

*(NAM, 1995)*, W.J. Nam et C.M. Bae, « Void initiation and microstructural changes during wire drawing of pealitic steels », Materials Science & Engineering A, 203, pp. 278-285, 1995.

*(NISHIDA, 1998)*, S. Nishida, A. Yoshie, M. Imagumbai, « Work hardening of hypereutectoïd an eutectoïd steels during drawing », ISIJ International, 38(2), pp. 177-186, 1998.

*(PHELIPPEAU, 2003)*, A. Phelippeau « Etude expérimentale du rôle de la microstructure et du vieillissement sur les propriétés mécaniques des aciers perlitiques fortement tréfilés. », Thèse Ecole Centrale PARIS, 2003.

*(QODS, 2006)*, F. Qods, « Comportement mécanique des métaux polycristallins aux grandes déformations en torsion : expériences et simulations », Thèse de doctorat de l'université Paul Verlaine de Metz, 2006.

*(ROSE, 1968)*, W. Rose et H.P. Stüwe, Z. Metall. 59, p 396, 1968.

*(ROE, 1966)*, J. Roe, *Journal of Applied Physics*, 39, 2069, 1966.

*(RUER, 1976)*, D. Ruer, Thèse de doctorat es-sciences physiques, Université de Metz, 1976.

*(RUER, 1977)*, D. Ruer, A. Baro, *Journal of Applied Crystallography*, 458-464, 1977.

*(RUER, 1979)*, D. Ruer, A. Vadon, MPDS, 28$^{th}$ Conference of X-Ray Analysis, Denver (U.S.A.), 1979.

*(SCHWARTZER, 1993)*, R. A. Schwartzer, Review of Texture and Microstructure, 20, p. 7, 1993.

*(SHIMIZU, 2002)*, K. Shimizu et N. Kawabe, « Fracture mechanics aspects of delamination occurrence in high carbon steel wire », Wire Journal International, Mars 2002, p. 88-97, 2002.

*(SHRIVASTAVA, 1990)*, S. Shrivastava, J.J. Jonas, L.S. Toth, Abstracts of Int. Conf. on Mech. Phys. Struc. of Mater. (edited by A.C. Aifantis), pp. 43, Thessaloniki, 19-24 Août 1990.

*(TAYLOR, 1961)*, A. Taylor, « X-Ray metallography », John Wiley & sons INC. New York-London, 1961.

*(TIDU, 1990)*, A. Tidu, « Analyse et étude de profils de raies de diffraction des rayons X enregistrées avec un détecteur courbe. Application a l'analyse de propriétés microstructurales de matériaux et notion d'indicatrice », Thèse Université de Metz, 1990.

*(TIMOTHY, 1987)*, S.P. Thimothy, « The structure of adiabatic shear bands in metals : a critical review », Acta. Metall., vol. 35, No. 2, pp. 301-306, 1987.

*(TORIBIO, 2004)*, J. Toribio, « Relationship between microstructure and strength in eutectoid steels » Materials Science & Engineering A, vol. 387-389, p. 227-230, 2004.

*(TOTH, 1988)*, L.S. Toth, P. Gilormini et J.J. Jonas, « Effect of rate sensitivity on the stability of torsion texture », Acta Metall. Vol. 36, No. 12, 3077-3091, 1988.

(VADON, 1981), A. Vadon, Thèse de doctorat es-sciences physiques, Université de Metz, 1981.

*(VAN ACKER, 1996)*, K. Van Acker, J. Root, P. Van Houtte et E. Aernoudt, « Neutron diffraction measurement of the residual stress in the cementite and ferrite phases of cold drawn steel wires », Acta Metallurgica, vol. 44, p. 4039-4049, 1996.

*(VAN HOUTTE, 1975)*, P. Van Houtte, E. Aernoudt, Z. METALLKDE, Bd. 66 H4, 202-306, 1975.

*(VAN HOUTTE, 1976)*, P. Van Houtte, E. Aernoudt, Materials Sciences and Engineering 23, 11, 1976.

*(WANG, 2004)*, J. Wang, S.-B. Kang, H.-W. Kim, « Shear features during equal channel angular pressing of a lamellae eutectic alloy », Materials Science & Engineering A, 383, pp. 356-361, 2004.

*(WOODWARD, 1978)*, R.L. Woodward, R.L. Aghan, Metals Forum 1, 180, 1978.

*(XU, 1995)*, X.B. Xu, Y.L. Bai, Q. Xue, L.T. Shen, « Formation, microstructure and development of the localized shear deformation in low-carbon steels », Acta. Mater., 44, No.5, p. 1917-1926, 1995.

*(YILMAZ, 2006)*, Muharrem Yilmaz, « Failures during the production and usage of steel wires », Materials Processing Technology, 171, pp. 232-239, 2006.

*(ZELIN, 2002)*, M. Zelin, « Microstructure evolution in pearlitic steels during wire drawing », Acta Materialia, vol. 50, p. 4431-4447, 2002.

*(ZHANG, 1997)*, M.-X. Zhang, P.M. Kelly, « Accurate orientation relationships between ferrite and cementite in pearlite », Scripta Materialia, 37, No. 12, pp. 2009-2015, 1997.

## Résumé

Les fils fins d'acier perlitique ont été, et sont, le sujet de nombreuses études du fait de leur propriétés mécaniques intéressantes. Lors de la fabrication de câbles, les fils fins sont soumis à des chargements mécaniques de torsion. La méconnaissance du comportement microstructural des fils en torsion a donné lieu à une étude de caractérisation de l'évolution de la texture cristallographique.

Les rotations de réseau observées dans l'analyse de la texture ont pu être comparées avec les rotations des grains. En complément de cette analyse, nous avons effectué des travaux sur la texture de la cémentite par diffraction des rayons X au synchrotron. Pour compléter cet ensemble de résultats, des analyses quantitatives de phases ont été réalisées par spectroscopie Mössbauer en vue de déterminer une éventuelle dissolution de la cémentite. Dissolution qui a été constatée.

Aux travaux menés sur l'acier perlitique ont succédé une série d'expérimentations sur des fils d'acier de nuances différentes dans le but d'analyser l'influence du taux de carbone. Le résultat majeur ressortant de cette étude est que le taux de carbone n'influe pas sur l'évolution de la texture de la ferrite en torsion.

Un phénomène de localisation de la déformation en torsion inverse a été étudié en parallèle. Au niveau macroscopique, l'étude de la surface du fil a permis d'identifier clairement les hétérogénéités, les taux et vitesse de déformation. D'un point de vue microscopique, nous avons pu caractériser ce phénomène en terme de morphologie et d'orientations locales.



## Abstract

Pearlitic steel wires are the aim of many studies because of their interesting mechanical properties. During cable manufacturing, wires are subjected to torsion loading. So, knowing their microstructural behaviour has driven to a study of their cristallographic texture evolution.

Lattice rotations observed during the texture analysis have been compared with grain rotations. Moreover, we made some experiments on cementite texture by synchrotron X ray diffraction. To complete these results, some quantitative phase analysis were realised by Mössbauer spectroscopy to determine if cementite dissolve during torsion. That has been demonstrated.

Some works on low carbon steels have succeded to pearlitic steel studies to evaluate influence of cementite on ferrite texture evolutions. It has been showed that cementite did not influence ferrite texture evolution during wire torsion.

A strain localization phenomenon has been studied in reverse torsion. In a macroscopic analysis, wire surface observations permitted to identify strain heterogeneities. In a microscopic view, we characterized the morphology and the local texture of this phenomenon.