



HAL
open science

Influence des conditions de tréfilage sur la texture cristallographique et sur les propriétés mécaniques des fils fins : application au steelcord

Tony Montesin

► **To cite this version:**

Tony Montesin. Influence des conditions de tréfilage sur la texture cristallographique et sur les propriétés mécaniques des fils fins : application au steelcord. Sciences de l'ingénieur [physics]. Université Paul Verlaine - Metz, 1991. Français. NNT : 1991METZ022S . tel-01775946

HAL Id: tel-01775946

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01775946>

Submitted on 24 Apr 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.



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>

THESE

présentée

A LA FACULTE DES SCIENCES DE METZ

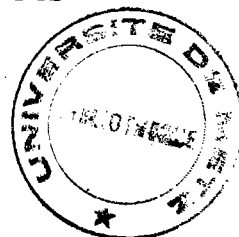
pour obtenir le

DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE METZ ES SCIENCES
(option : Physique-Mécanique)

par

Tony MONTESIN

BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE - METZ	
N° inv.	19910775
Cote	S/M ₃ 91/22
Loc	Magasin



INFLUENCE DES CONDITIONS DE TREFILAGE SUR LA TEXTURE CRISTALLOGRAPHIQUE ET SUR LES PROPRIETES MECANIQUES DES FILS FINS : APPLICATION AU STEELCORD.

soutenue le 7 janvier 1991 devant la commission d'examen

J.J. HEIZMANN	<i>Professeur à l'Université de Metz</i>
R. PENELLE	<i>Directeur de recherche C.N.R.S. à Orsay</i>
M. BERVEILLER	<i>Professeur à l'Université de Metz</i>
M. GERL	<i>Professeur à l'Université de Nancy I</i>
S. PERRINE	<i>Président de l'I.S.G.M.P. de Metz</i>
A. VADON	<i>Maître de Conférences à l'ENI. de Metz</i>
J.B. PELLETIER	<i>Responsable R & D Société SODETAL</i>

Directeur de thèse

Rapporteur

Rapporteur

Examineur

Examineur

Examineur

Examineur

A mes parents

A Vilma et Rémi

Remerciements

Mes remerciements vont avant tout à Monsieur J.J. HEIZMANN, Professeur à l'Université de Metz, pour m'avoir accordé son temps et toute sa compétence avec une grande générosité tout au long des quatre années nécessaires à l'aboutissement de ces travaux.

Je remercie également Monsieur A. REGAD, Responsable de la société SODETAL, de m'avoir accueilli au sein de son entreprise et pour m'avoir accordé toute liberté, sous la direction de M. PELLETIER, dans la conduite des travaux réalisés.

Je remercie Monsieur J.B. PELLETIER, Responsable du service R. & D. de la société SODETAL, pour l'excellent accueil qu'il m'a toujours réservé au cours de mes séjours à SODETAL. Ses conseils et sa patience sont à la source des excellentes relations qui ont pu s'établir entre la société SODETAL et le L.M.P.C.

Je remercie Monsieur R. PENELLE, Directeur de Recherche CNRS à Orsay, et Monsieur M. BERVEILLER, Professeur à l'Université de Metz, d'avoir accepté d'être les rapporteurs de cette thèse.

Ma discussion avec Monsieur PENELLE aura été particulièrement enrichissante et ses remarques pertinentes seront source de progrès dans la conduite des études à venir.

Les travaux entrepris avec la collaboration de Monsieur BERVEILLER vont se poursuivre pour donner à cette étude une dimension nouvelle. Que Monsieur A. NADDARI soit remercié pour le travail qu'il a accompli sur le sujet avec dévouement et ce malgré un emploi du temps particulièrement chargé.

Je remercie Monsieur M. GERL, Professeur à l'Université de Nancy I, pour l'honneur qu'il m'a fait de bien vouloir accepter la présidence de ce Jury.

Je tiens à remercier Monsieur A. VADON, Maître de Conférences à l'E.N.I. de Metz, de son aide généreuse et efficace. Une partie de cette thèse doit à ses compétences et à son travail.

Je remercie Monsieur S. PERRINE, Président de l'I.S.G.M.P. de Metz, qui m'a fait l'honneur de participer à la commission d'examen et de l'intérêt qu'il a bien voulu porter à ce travail.

Je tiens plus particulièrement à remercier Monsieur C. LARUELLE, Ingénieur au L.M.P.C., sans qui l'aboutissement de cette étude aurait nécessité bien plus de temps.

Je remercie également Monsieur A. TIDU, Attaché Temporaire d'Enseignement et de Recherche à l'E.N.I. de Metz, qui a toujours su répondre efficacement avec patience et intérêt aux problèmes rencontrés.

Je remercie aussi Monsieur J. BESSIERES qui, comme Monsieur TIDU, a subi mes écarts linguistiques dans la lecture de ce manuscrit.

Je remercie sincèrement l'ensemble du personnel du service R. & D. de la société SODETAL pour l'efficacité et le dévouement dont ils ont fait preuve dans la conduite de ces travaux. Je remercie tout particulièrement Monsieur BUITGE qui a effectué la quasi totalité des prélèvements d'échantillons en Production.

Mes remerciements vont aux autres membres du L.M.P.C., Messieurs H. AHRA, A. BESSIERES, S. MODARESSI, D. SCHLATTER, A. TIZLIOUINE, et Mme BURGRAFF-BALZINGER, pour les discussions et leur aide lors de ces années d'étude. A tous ces collègues, j'exprime ma sincère et amicale gratitude pour l'atmosphère de sympathie et le soutien dont ils m'ont entouré.

Enfin, ce texte ne serait pas ce qu'il est sans la compétence de Mesdemoiselles RICHARD et STROMITZKY.

N.B. : Je n'oublie pas Mme HEIZMANN qui a dû supporter de longues soirées en solitaire à cause d'un thésard qui mobilisait son époux de façon abusive. Merci de la patience que vous avez su montrer.

RESUME

Le steelcord est un fil d'acier tréfilé de 0,2 mm de diamètre destiné au renfort de pneumatiques.

Dans cette étude, nous observons les variations de texture cristallographique de ces fils le long de leur diamètre à l'aide de la diffraction de rayons X.

La détermination de la texture de fils par diffraction X nécessite des corrections d'intensité diffractée liées aux phénomènes d'absorption et de géométrie du fil.

Les relations de correction sont établies pour un échantillon composé de plusieurs fils jointifs et sont applicables à tout matériau ayant cette géométrie.

L'application de ces corrections à l'observation de la texture du steelcord révèle l'existence de deux types de texture de fibre dans ces fils : l'une dite "classique" et l'autre dite "circulaire".

Pour décrire l'évolution de la texture le long du diamètre d'un fil, un indice de texture T_i est défini. Il traduit l'acuité de la texture d'un échantillon donné par rapport à celle d'un fil identique isotrope.

L'étude de l'évolution de T_i dans un fil en fonction des variations de certains paramètres de tréfilage est ensuite entreprise. Elle permet d'entrevoir de nouvelles améliorations du process et d'envisager un accroissement de la tréfilabilité du métal.

ABSTRACT

The steelcord is a steel wire drawn until 0,2 mm which is used in the tire manufacturing.

In this study the cristallographic texture evolution is dermined across the wire diameter by X ray diffraction. This determination needs intensity corrections due to X ray absorption and irradiated volume variations occuring during the movement of the sample.

The corrections are computed for a set of adjoining wires and are usable for any sample having this geometry.

The texture determination of steelcord with the use of these corrections show two kinds of fiber texture in the wire : one is "classical", the other is "circular" or "cyclic".

A texture index T_i is defined to describe the texture evolution across the diameter. This index gives the texture sharpness of the wire with respect to an isotropic one.

The study of the texture index evolution according to the drawing process conditions is done. This can had to undertake new improvements of the process and to envisage the possibility of an increasing of the wire drawability.

SOMMAIRE

AVANT-PROPOS	1
INTRODUCTION	3

1^{ère} PARTIE

DETERMINATION DE LA TEXTURE CRISTALLOGRAPHIQUE DE FILS FINS

INTRODUCTION	11
1) GENERALITES	15
1.1) Comment représenter la texture	15
1.1.1) Les figures de pôles	18
1.1.2) La fonction de distribution des orientations (F.D.O.)	19
1.2) Comment mesurer la texture	21
1.2.1) Généralités	21
1.2.2) Méthode goniométrique de Schulz	24
1.2.3) Intérêt de la diffraction R.-X.	25
1.2.4) Intérêt de la diffraction de neutrons	27
1.3) Mesure de la texture d'échantillons cylindriques	28
2) CORRECTIONS D'ABSORPTION APPLIQUEES AUX ECHANTILLONS CYLINDRIQUES.	35
2.1) Intensités diffractées par un échantillon de forme quelconque	36
2.1.1) L'échantillon est isotrope	38
2.1.2) L'échantillon est texturé et homogène	40
2.1.3) L'échantillon est texturé et hétérogène	42
2.1.4) Remarques	43
2.2) Corrections d'absorption appliquées aux échantillons cylindriques	44
2.2.1) Choix des repères	44
2.2.2) Détermination du volume irradié V	45

TEXTURE CRISTALLOGRAPHIQUE ET PROPRIETES MECANIQUES DE FILS FINS D'ACIER TREFILES
SOMMAIRE

2.2.3) Détermination de la longueur des trajets des faisceaux : t	49
2.2.4) Simplification des coefficients d'absorption $N(\varphi, \psi)$	50
2.3) Calcul des coefficients de correction de volume diffractant $N(\varphi, \psi)$	52
2.3.1) Cas d'un seul fil	53
2.3.2) Cas de plusieurs fils	55
3) APPLICATION DES CORRECTIONS D'ABSORPTION AU STEELCORD	59
3.1) Caractéristiques du Steelcord et de la texture de fibre	59
3.3.1) Le Steelcord	59
3.3.2) La texture de fibre	61
3.2) Résultats expérimentaux	63
3.2.1) Technique de réduction	64
3.2.2) Technique de mesure	65
3.2.3) Présentation des résultats	65
3.3) Examen des figures	72
3.3.1) Les figures mesurées	72
3.3.2) Les facteurs $N(\varphi, \psi)$	72
3.3.3) Les figures corrigées	76
3.4) Discussion	79
4) DOMAINE DE TEXTURE HETEROGENE DANS UN FIL FIN	83
4.1) Hypothèse n°1 : une orientation préférentielle est répartie de façon homogène dans ce domaine	85
4.2) Hypothèse n°2 : l'orientation préférentielle n'est pas répartie de façon homogène dans ce domaine	86
4.2.1) Axe de fibre circulaire	88
4.2.2) Caractérisation de la texture circulaire	91

4.3) Hypothèse n°3 : la forme des F.D.P. a pour origine un décalage angulaire de la fibre	93
4.3.1) Cas d'une fibre classique	93
4.3.2) Cas d'une fibre circulaire [uvw](hkl)	95
4.3.3) Vérification expérimentale de la texture de fibre circulaire [uvw](hkl)	97
4.4) Hypothèse n°4 : l'orientation résulte de la superposition d'une fibre classique et d'une fibre circulaire	100
4.4.1) Principe de la méthode	100
4.4.2) Exemple	104
4.4.3) Constatations	106
4.5) Conclusions	107
5) NORMALISATION DES F.D.P. ET INDICE DE TEXTURE	111
5.1) Normalisation	112
5.2) Indice de texture	113
CONCLUSION 1^{er} PARTIE	119
BIBLIOGRAPHIE 1^{er} PARTIE	121

2^{ème} PARTIE

TEXTURE ET PROPRIETES MECANIQUES DU STEELCORD

INTRODUCTION	129
6) MISE EN FORME DU FIL	131
6.1) Principe du tréfilage	131

6.2) Mise en forme du Steelcord	132
6.3) Déformation du fil dans une filière	135
6.3.1) Etude des grandeurs globales de mise en forme	136
6.3.2) Prévision des défauts de tréfilage	141
6.3.3) Modèle de comportement macroscopique tenant compte des composantes microscopiques du matériau déformé	148
7) INFLUENCE DES PARAMETRES DE TREFILAGE SUR LA TEXTURE ET LES PROPRIETES MECANIQUES DU STEELCORD.	155
7.1) Les essais mécaniques	156
7.1.1) L'essai de fatigue par flexion rotative	156
7.1.2) Essai de traction	157
7.1.3) Pliage et torsion	159
7.2) Résultats expérimentaux	159
7.2.1) Influence d'un traitement thermique sur les caractéristiques du fil	159
7.2.2) Influence de la vitesse de tréfilage	165
7.2.3) Influence du taux de réduction par passe	166
7.2.4) Influence de l'angle de filière	168
7.2.5) Influence du sens de tréfilage	170
7.3) Analogies entre la texture et le mode de déformation du steelcord.	174
7.3.1) Utilisation du modèle autocohérent	174
7.3.2) Analogie entre l'indice de texture et l'endommagement	175
CONCLUSION ET REMARQUES	179
BIBLIOGRAPHIE 2^{ème} PARTIE	183
CONCLUSION GENERALE	187
ANNEXES	193

AVANT-PROPOS

Le pneumatique, matériau 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'environ 0.2 mm de diamètre tréfilés à froid et toronnés. Dans la profession, ces fils fins d'acier portent le nom de "steelcord".

La société SODETAL, implantée à Tronville en Barrois (département de la Meuse), produit du steelcord pour l'industrie pneumatique depuis de nombreuses années. Dans ce secteur de l'industrie métallurgique, la concurrence particulièrement sévère impose aux industriels de constantes améliorations de leurs produits.

Cette règle du marché, la société SODETAL l'a bien comprise : le tréfilage à froid de fils fins d'acier, procédé de mise en forme qui reposait essentiellement sur des connaissances et expériences acquises au fil des générations, est aujourd'hui considéré en termes de fiabilité, qualité et optimisation.

C'est dans ce souci de performances qu'un contrat de convention C.I.F.R.E. entre le Laboratoire de Métallurgie Physique et Chimique (L.M.P.C.) de l'Université de Metz, la société SODETAL et moi-même a été conclu. Il s'intègre dans un vaste projet d'amélioration du procédé de mise en forme et des propriétés mécaniques du steelcord.

Cette thèse est la conclusion de ce contrat et, je le crois, le début de relations enrichissantes et durables entre un laboratoire d'Université (L.M.P.C.) et un industriel (SODETAL) comme le veut le principe des conventions C.I.F.R.E.

Nota :

Dans le but de mettre ce document à la portée de personnes ayant des compétences très diverses, nous avons volontairement rappelé, dans certaines parties de cet ouvrage, des notions de base qui pourront sembler inutiles à certains lecteurs avertis.

INTRODUCTION

L'amélioration des propriétés physiques d'un matériau passe par une bonne connaissance du produit et de son élaboration. Les outils pour y parvenir sont les essais mécaniques et la modélisation.

Le tréfilage de l'acier n'échappe pas à cette règle et c'est ainsi que pour obtenir un produit répondant à des caractéristiques mécaniques sans cesse améliorées, les tréfileurs s'efforcent de déterminer l'influence de tous les paramètres intervenant lors de la mise en forme du fil.

Depuis quelques années déjà, des modèles simples faisant intervenir les théories de la plasticité ont permis de choisir, pour un matériau donné, le meilleur compromis usure/débit d'une filière (1,2,3). Les notions de seuil de déformabilité sont rapidement apparues au delà desquels la rupture semble inéluctable et figent ainsi les paramètres de tréfilage.

Les industriels se sont alors orientés vers l'amélioration des lubrifiants et du produit brut (diminution des inclusions, homogénéisation de la matière, réduction de la ségrégation et des impuretés parasites). De gros progrès ont été réalisés dans ces domaines, de sorte que les seuils théoriques de déformabilité ont rapidement été atteints voire dépassés sans modifier le procédé d'élaboration.

Dés lors, les études se sont tournées vers le mode de fabrication du fil, et ce avec les seuls moyens existant : les essais mécaniques. Malheureusement, ces techniques se sont avérées insensibles à la modification de certains paramètres sans explication possible.

Il s'agit cette fois de comprendre les mécanismes qui régissent la déformation, et pour cela les caractéristiques mécaniques moyennes du produit deviennent insuffisantes. La recherche de nouveaux paramètres plus sensibles à la déformation du fil passe par l'étude des caractéristiques internes du produits : les notions de "contraintes internes", de "texture" et de "propagation de dislocations" ont alors fait leur apparition dans l'industrie.

C'est dans ce contexte d'une recherche permanente de l'amélioration du produit et du procédé de tréfilage, que le projet d'étude des textures de steelcord est apparu. En fait, ce fil de diamètre très fin et destiné au renfort de pneumatiques a fait l'objet de très peu d'études dans le

domaine microscopique en raison de sa dimension particulière :

- certains travaux, aussi bien dans le domaine des contraintes (4,5,6,7,8,9,10), que de la modélisation du comportement microscopique et macroscopique (11), ont déjà montré l'hétérogénéité des caractéristiques internes du fil tréfilé.

- aucune comparaison avec la texture cristallographique n'a encore pu réellement être effectuée car la forme cylindrique d'un fil ne permet pas de déterminer très facilement sa texture cristallographique par diffraction de rayons X ou de neutrons (techniques adoptées habituellement), à moins d'utiliser une technique parfaitement appropriée à la symétrie cylindrique.

- on remarque, à travers les différentes études publiées, les difficultés rencontrées par les scientifiques pour déterminer la texture d'un fil de très faible diamètre (12,13,14). De ce fait, la plupart des mesures observées correspondent généralement à la texture globale (ou moyenne) d'un fil.

Dans le but de déterminer les corrélations existant entre les caractéristiques mécaniques macroscopiques et microscopiques du steelcord, il est nécessaire d'effectuer des mesures précises de la texture cristallographique du fil le long de son diamètre.

Ce point très important a conditionné le déroulement des travaux :

- la mesure de l'évolution de la texture le long du diamètre du fil par diffraction de rayons X nous a contraint à la mise au point d'une technique de mesure inédite, et qui fait l'objet de la première partie de cette étude.

- lorsque la méthode a été jugée fiable, nous avons entrepris la mesure de la texture cristallographique et des caractéristiques mécaniques macroscopiques de fils tréfilés en faisant varier les paramètres de tréfilage suivants :

- l'angle de filière,
- le nombre de passes,
- la vitesse de tréfilage,
- le traitement thermique.

Cette étude fait l'objet de la deuxième partie de cet ouvrage.

L'ensemble des résultats obtenus est un bilan de l'influence des paramètres de tréfilage sur la texture cristallographique et les propriétés mécaniques du steelcord en vue d'éventuelles modifications de process.

TEXTURE CRISTALLOGRAPHIQUE ET PROPRIETES MECANIQUES DE FILS FINS D'ACIER TREFILES
INTRODUCTION

- ¹ M. BONZEL, *Le tréfilage de l'acier* - Ed Dunod (1958).
- ² Z. ZIMERMAN & B. AVITZUR, Metal flow through conical converging dies : A lower upper bound approach using generalized boundaries of the plastic zone - *Journal of Engineering for Industry* - (1970), 119-129.
- ³ B. AVITZUR, Review of the state of art in the study of flow through conical die - *Conference on Developpement in the drawing of metals* - London (1983).
- ⁴ R. FOUGERE & M. THEOLLIER, Propriétés mécaniques et physiques de fils d'acier à haute teneur en carbone écrouis par tréfilage - *Revue de Métallurgie* (Fev. 1970).
- ⁵ R.P.I. ADLER & H.M. OTE, Dislocation configuration in wire-drawn polycrystalline copper alloys : a study by X-Ray diffraction - *Material Science and Engineering* (1966), 222-238.
- ⁶ P.F. WILLEMSE & B.P. NAUGHTON, Effect of small drawing reduction on residual surface stresses in thin cold-drawn steel wire, as measured by X-ray diffraction - *Material Science and Technology* (1985), 41-44.
- ⁷ G. LANGFORD, Deformation of pearlite - *Metallurgical Transaction A* (1977), 861-875.
- ⁸ N. CRISTESCU & S. CLEJA, New trends in tube and bar processing - *Metal Forming Plasticity* - H. Lippmann, Ed. Springer-Verlag (1978).
- ⁹ I.R. IONESCU & B. VERNESCU, A numerical method for a viscoplastic problem. An application to wire drawing - *International Journal of Engineering Science* (1988), 627-633.
- ¹⁰ L. CHEVALIER, Etude des caractéristiques des matériaux tréfilés après l'opération de tréfilage - Thèse Université Paris 6° (Mai 1988).
- ¹¹ P. PARNIERE, Analyse de la formation des textures de déformation. Applications - *Mémoires Scientifiques Revue de Métallurgie* (Dec. 1978), 713-731.
- ¹² P.F. WILLEMSE, B.P. NAUGHTON & C.A. VERBRAAK, X-Ray residual stress measurements on cold-drawn steel wire - *Material Science and Engineering* (1982), 25-37.
- ¹³ J. BEAUTEMPS & M.O. JACQUIER, Etude par diffraction X de la texture cristalline de fils fins d'acier destinés au renforcement des ceintures de pneumatiques - *Métaux Corrosion Industrie* (1976), 83-92.
- ¹⁴ J. GREWEN, Metallkundliche Vorgänge beim Drahtziehen - *Z. Metallkde.* (1970), 252-260.

1ère PARTIE

DETERMINATION DE LA TEXTURE CRISTALLOGRAPHIQUE DE FILS FINS

INTRODUCTION

Toute opération de mise en forme de métaux ou alliages (laminage, emboutissage, étirage, tréfilage etc...) 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 cette 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 composent.

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.

Dans notre recherche de la texture cristallographique de fils d'acier tréfilés, la première étape a été le choix de la technique de mesure.

Après confrontation des analyses déjà effectuées par de nombreux auteurs, nous montrons tout d'abord l'importance d'effectuer les mesures le long du diamètre du fil. La diffraction de rayons X, qui permet d'observer de faibles épaisseurs de matière, est la technique idéale pour y parvenir.

La diffraction des rayons X est déjà très exploitée dans l'observation d'échantillons plans. Toutefois, elle s'est avérée très complexe dans son application aux matériaux de forme cylindrique tels que les fils :

- la trop faible intensité diffractée par un fil unique de faible diamètre conduit à l'utilisation d'échantillons composés de plusieurs fils jointifs.
- la géométrie de l'échantillon nécessite une correction des intensités diffractées dues au problème de l'absorption des rayons X par la matière et à la variation de volume diffractant au cours de la mesure.

Devant la complexité de l'application de la loi d'absorption aux échantillons cylindriques, les utilisateurs de diffraction de rayons X ont été contraints d'employer des techniques de corrections reposant essentiellement sur des approximations théoriques ou des artifices expérimentaux.

A l'exception du cas particulier de la méthode de Debye-Scherrer et pour des fils de diamètre important dans des positions particulières de mesure, aucune étude approfondie concernant la mesure de tels échantillons n'avait été menée jusqu'à présent.

Souhaitant évaluer les variations de texture le long du diamètre d'un fil, la connaissance des variations d'intensité diffractée durant la mesure devient nécessaire.

A l'aide de la théorie de l'absorption des rayons X par la matière et des variations de volume diffractant, nous présentons dans le second chapitre une méthode à la fois géométrique et numérique permettant de déterminer, à chaque position de la mesure, l'intensité diffractée par un échantillon composé de plusieurs fils.

Cette méthode, basée sur l'analyse systématique du parcours des faisceaux X, traduit rigoureusement l'intensité diffractée par l'échantillon.

Il s'en suit un certain nombre d'applications où nous présenterons les différents types de texture que nous avons observés dans le steelcord.

1) DETERMINATION DE LA TEXTURE DE FILS FINS - GENERALITES

Au cours de sa fabrication, le métal subit plusieurs traitements (thermiques, mécaniques, etc...) qui favorisent ou non son anisotropie : les propriétés physiques ou mécaniques seront variables selon l'endroit et la direction de sollicitation choisis dans le matériau.

Cette anisotropie dépend de :

- la répartition des contraintes internes au sein du matériau,
- la concentration en impuretés,
- la forme des grains (structure),
- l'orientation non aléatoire des grains.

Dans ce dernier cas, on dit que le matériau présente une texture, ou une orientation préférentielle de ses cristallites.

Déterminer la texture d'un échantillon polycristallin consiste donc à évaluer les orientations cristallographiques préférentielles des grains qui le composent.

1.1) Comment représenter la texture (1)

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 réseaux (fig. 1.1).

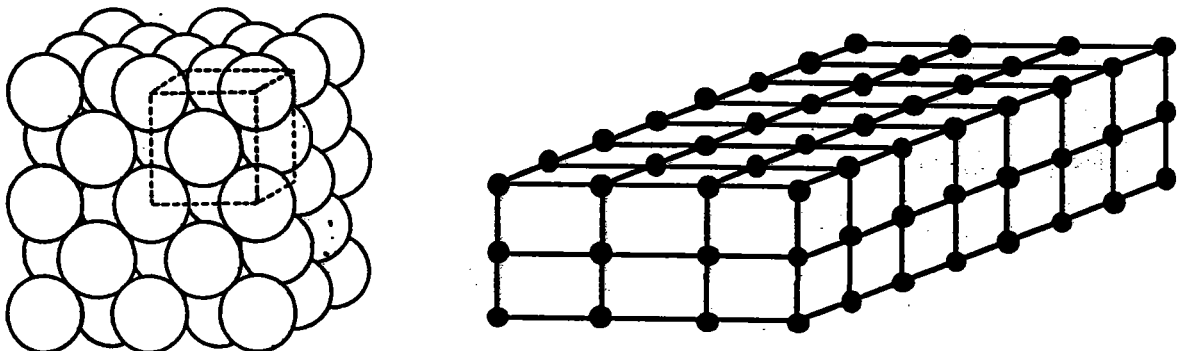


Figure n° 1.1 : Exemple de réseau cristallin et schéma correspondant

Dans un monocristal, on peut isoler une maille élémentaire qui, reproduite indéfiniment, reconstituera le réseau. Elle peut être cubique (fig. 1.2), quadratique, hexagonale, etc... selon le matériau.

Pour désigner ces plans et directions dans le cristal, on utilise le système de notation universel des indices de Miller ($\{hkl\}$ désigne une famille de plans cristallographiques (hkl) et $\langle uvw \rangle$ désigne une famille de directions $[uvw]$) (voir fig. 1.2).

Les rangées $[100]$, $[010]$, $[001]$ de la maille élémentaire définissent un repère lié au cristal: le repère cristallographique R_C .

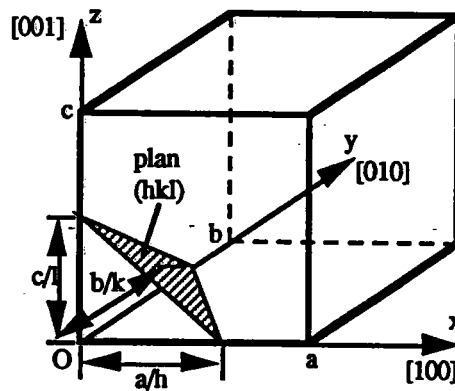


Figure n°1.2 : maille élémentaire cubique dans le repère R_C

L'orientation cristalline d'un grain dans un matériau donné 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.

Exemples de repères macroscopiques (fig. 1.3):

- pour le laminage : DL = direction de laminage,
- DT = direction transverse,
- DN = direction normale,

- pour le tréfilage : DT = direction de tréfilage,

DR1 et DR2 = directions radiales (on admet que le tréfilage induit une symétrie cylindrique des orientations).

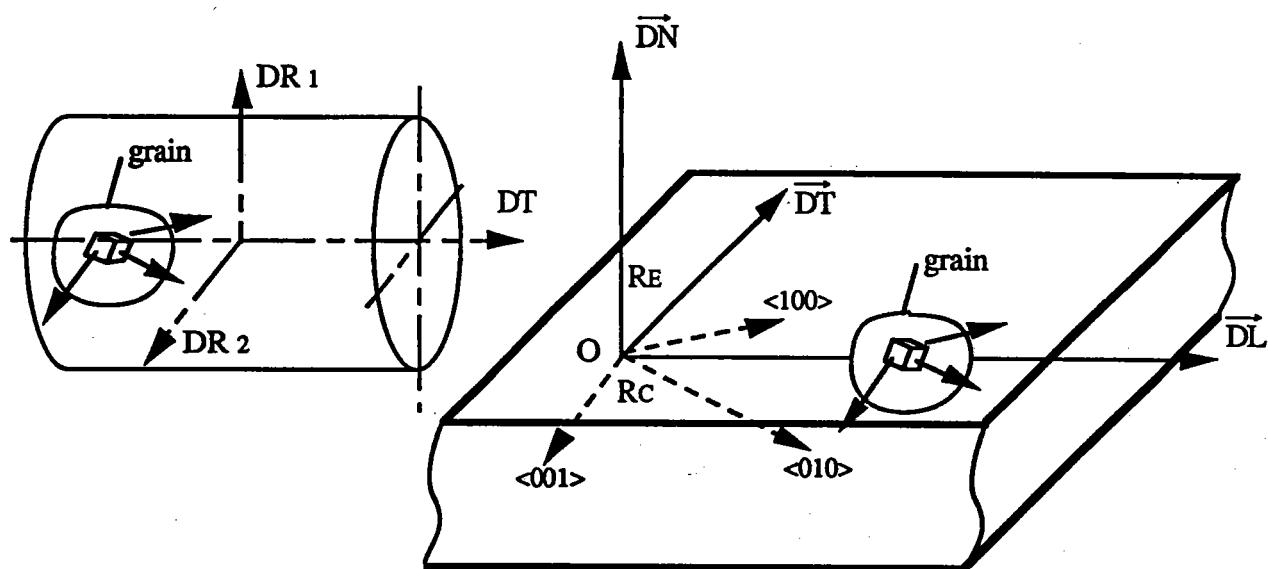


Figure n°1.3 : Repère macroscopique R_E et repère microscopique R_C dans le cas d'une tôle laminée et d'un fil.

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 (ψ, θ, φ) fig. 1.4).

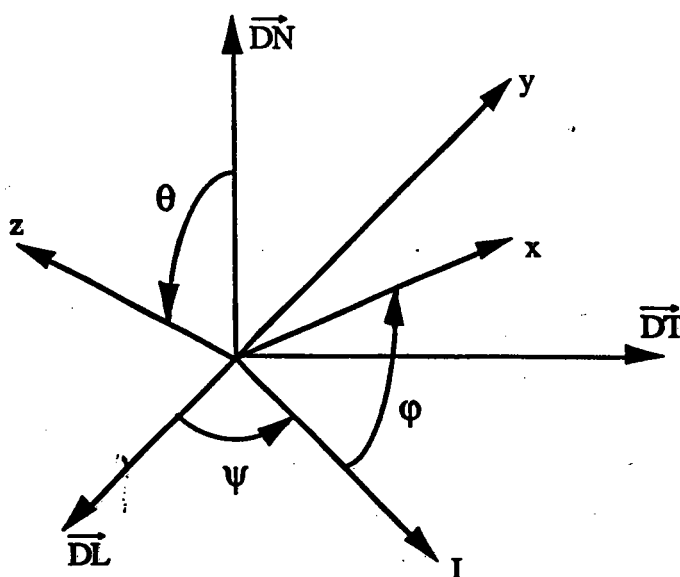


Figure n°1.4 : angles d'Euler appliqués à une tôle laminée

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 composent.

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.

1.1.1) Les figures de pôles.

On appelle couramment "figures de pôles" (F.D.P.) la représentation 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. Comme sur une carte topographique, on porte cette densité en chaque point de la projection stéréographique sous forme de lignes de niveau, chaque ligne reliant les points de même densité.

La projection stéréographique permet de représenter sur un plan des points situés sur un hémisphère. Sa particularité est de conserver les angles après projection, ce qui convient parfaitement à décrire l'orientation d'un plan cristallographique dans un repère fixe. Le principe est le suivant (fig. 1.5a & b) :

- l'échantillon est placé au centre d'une sphère fictive appelée sphère des pôles, elle-même centrée sur le repère macroscopique R_E (exemple ici (O,DL,DT,DN) dans la fig. 1.5a),
- la normale à un plan (hkl) considéré intercepte la sphère en un point appelé "pôle du plan (hkl) " et repéré par les angles η et χ que forme la normale avec les axes du repère fixe R_E : $P_{hkl}(\eta, \chi)$.

- la droite reliant P au point S dit "pôle sud" coupe le plan π médian de la sphère en P' qui est la projection stéréographique de P sur π (ici (O,DL,DT)).

- l'image du pôle P_{hkl} dans le plan π se retrouve aux angles (η, χ) correspondants.

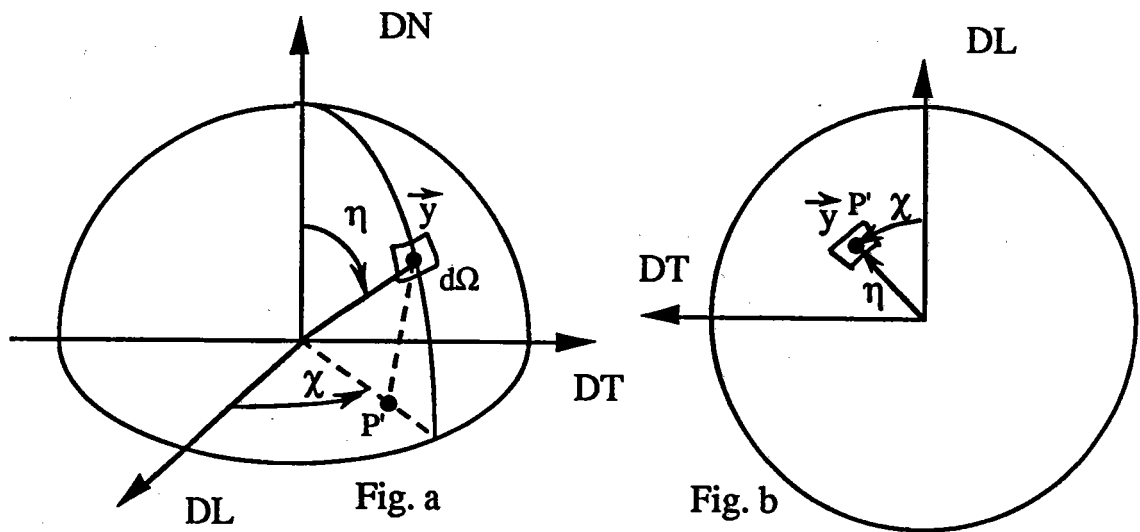


Figure 1.5 a.b : principe de la projection stéréographique.

- a) coordonnées polaires (η, χ) de la normale $y(\eta, \chi)$ à un plan (hkl) dans le repère de l'échantillon et élément d'angle solide $d\Omega$ entourant y .
- b) les mêmes coordonnées en projection stéréographique.

La projection stéréographique de l'ensemble des normales aux plans (hkl) considérés dans le plan π 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 3 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 (2).

Une figure de pôles $\{hkl\}$ est obtenue expérimentalement par diffraction de rayons X ou de neutrons (cf. §1.2)

1.1.2) La fonction de distribution des orientations (F.D.O.) :

La façon la plus complète de décrire une texture quelconque est de donner la fonction de

distribution des orientations $F(g)$:

$$F(g) dg = \frac{dV_g}{V} = \frac{\text{Volume de l'échantillon ayant l'orientation } g \pm dg}{\text{Volume de l'échantillon}}$$

où $F(g)$ indique la fraction volumique de l'échantillon pour laquelle l'orientation des cristallites est à dg près d'une orientation $g(\varphi, \theta, \psi)$ donnée. Cette fonction se représente par une série de graphiques à courbes de niveau, l'une des variables étant fixe pour un graphique donné.

L'étude de la F.D.O. est intéressante pour au moins deux raisons :

- elle constitue la description quantitative de la texture cristallographique,
- elle permet de calculer certaines propriétés mécaniques du polycristal à partir des grandeurs correspondantes du monocristal en y adjoignant un modèle de comportement (ex : étude de la déformation plastique d'un matériau à l'aide des modèles de VOIGT (3), REUSS (4), TAYLOR(5), ou AUTO-COHERENT (6)).

Il existe actuellement plusieurs méthodes d'analyse (7) des textures, les plus connues étant :

- la méthode d'analyse harmonique, proposée conjointement par H.J. BUNGE (8) et ROE (9),
- la méthode de discrétisation, proposée à l'origine par W.D. WILLIAMS (10) et développée par A. VADON, D. RUER et R. BARO (11,12,13) sous le nom de méthode "vectorielle".

Quelle que soit la méthode utilisée, la connaissance d'une ou plusieurs F.D.P. mesurées par diffraction de rayons X ou de neutrons est nécessaire. La F.D.O. est reliée à la F.D.P. par la relation :

$$P_{hkl}(\eta, \chi) = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} F(g) d\gamma$$

où γ 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 parfaitement homogène en orientation,
- il existe une proportionnalité directe entre l'intensité diffractée et le volume diffractant.

Lorsque l'une de ces hypothèses n'est pas vérifiée, la F.D.O. est parfois inaccessible.

1.2) Comment mesurer la texture

1.2.1) Généralités (14)

Nous avons vu que la détermination de la texture nécessite l'utilisation d'une ou plusieurs figures de pôles expérimentales. Ces dernières sont obtenues grâce au phénomène de diffraction de rayons X ou de neutrons sur les plans réticulaires.

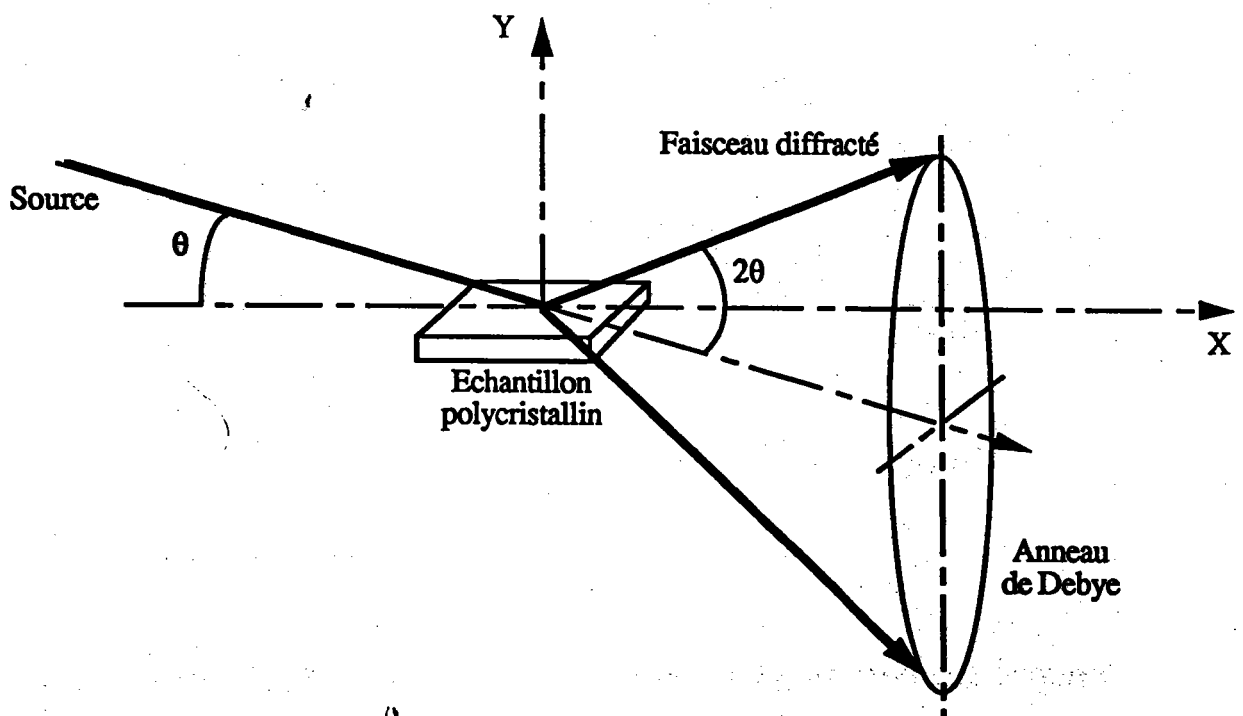


Figure N°1.6 : Géométrie de diffraction. Cas d'un échantillon isotrope.

En effet, quand un faisceau de rayons X de longueur d'onde λ irradie un ensemble de

grains, il est diffracté par les familles de plans cristallographiques $\{hkl\}$ de distance réticulaire d lorsque la loi de BRAGG (15) est satisfaite :

$$2.d.\sin\theta = n\lambda$$

Le faisceau diffracté décrit un cône d'angle au sommet 2θ appelé cône de Debye Scherrer (figure n° 1.6). 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 orientations de l'échantillon est anisotrope, l'intensité varie le long de l'anneau de Debye. En un point $P(hkl)$ (figure n° 1.7), 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 $(\pi-2\theta)$.

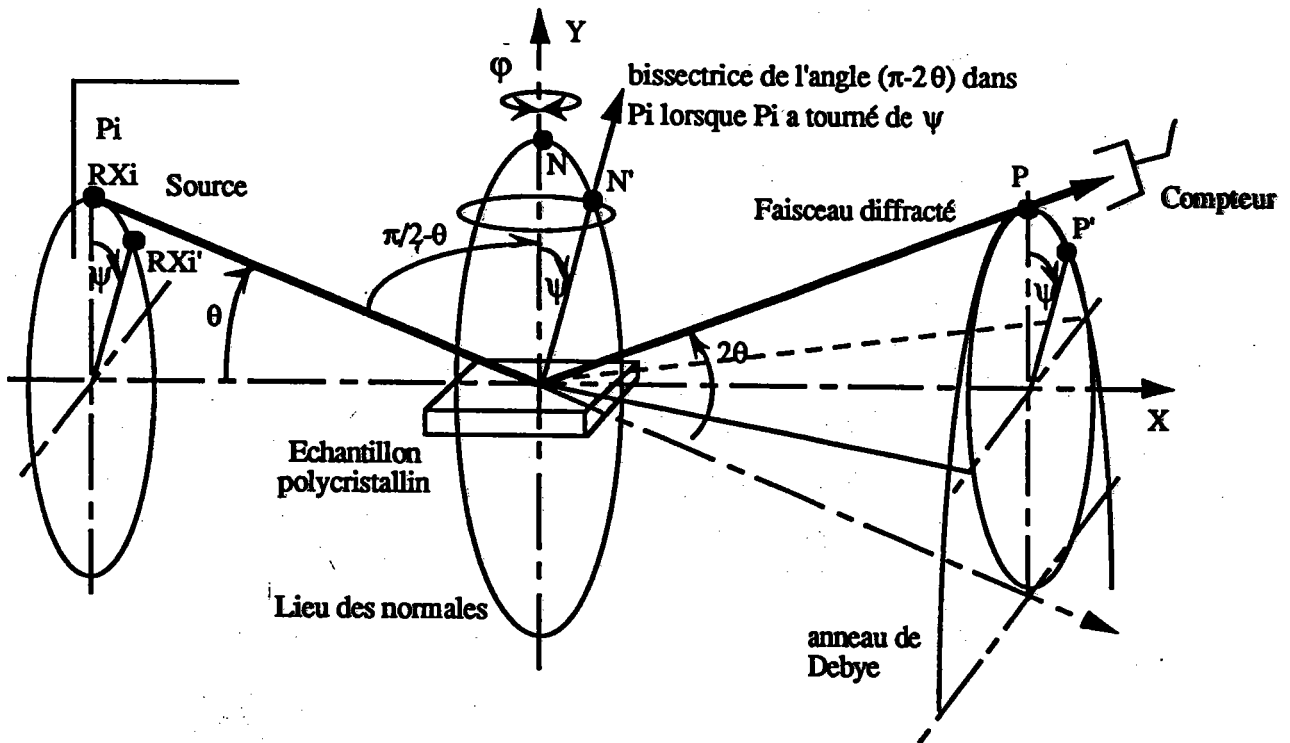


Figure n° 1.7 : principe de détermination de la figure de pôles par diffraction.

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 O_x ,
- la rotation azimutale φ autour de O_y .

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 O_y .

La rotation φ autour de O_y permet d'observer toutes les normales de l'échantillon situées sur un cône d'axe Oy et d'ouverture ψ .

En projection stéréographique dans le plan de l'échantillon (figure n° 1.8), le plan P_i défini précédemment est représenté par la droite passant par les points RXi , N et P . Après rotation ψ , P_i devient un grand cercle passant par RXi' , N' , P' .

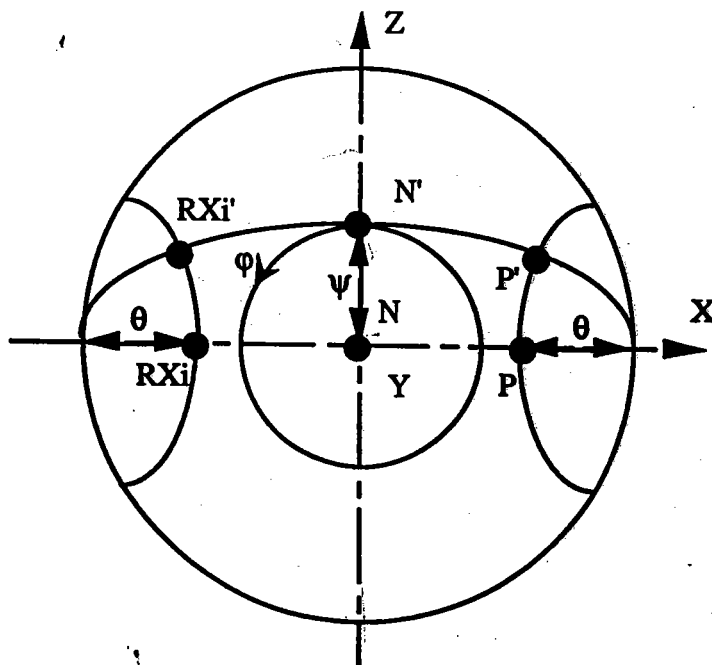


Figure n° 1.8 : figure de pôles issue d'une mesure par diffraction.

Le cône d'ouverture ψ est représenté par le cercle centré sur Oy et passant par N' .

Un balayage complet de la projection stéréographique (ou F.D.P.) est obtenu par les rotations ($0 \leq \psi < 90^\circ$, $0 \leq \varphi < 360^\circ$)

1.2.2) Méthode goniométrique de Schulz (16)

Cette méthode permet d'obtenir le balayage complet de la F.D.P. Dans ce cas, la source de rayons X ou de neutrons et le compteur (plan P_i) sont fixes et les rotations orthogonales φ et ψ sont appliquées à l'échantillon (figure n°1.9). Le choix de la réflexion sur une famille de plans $\{hkl\}$ détermine :

- la valeur de l'angle θ entre le faisceau et le plan de l'échantillon,
- la position du compteur.
- l'angle d'incidence et l'angle de réflexion sont identiques (condition de Bragg-Brentano).

Brentano).

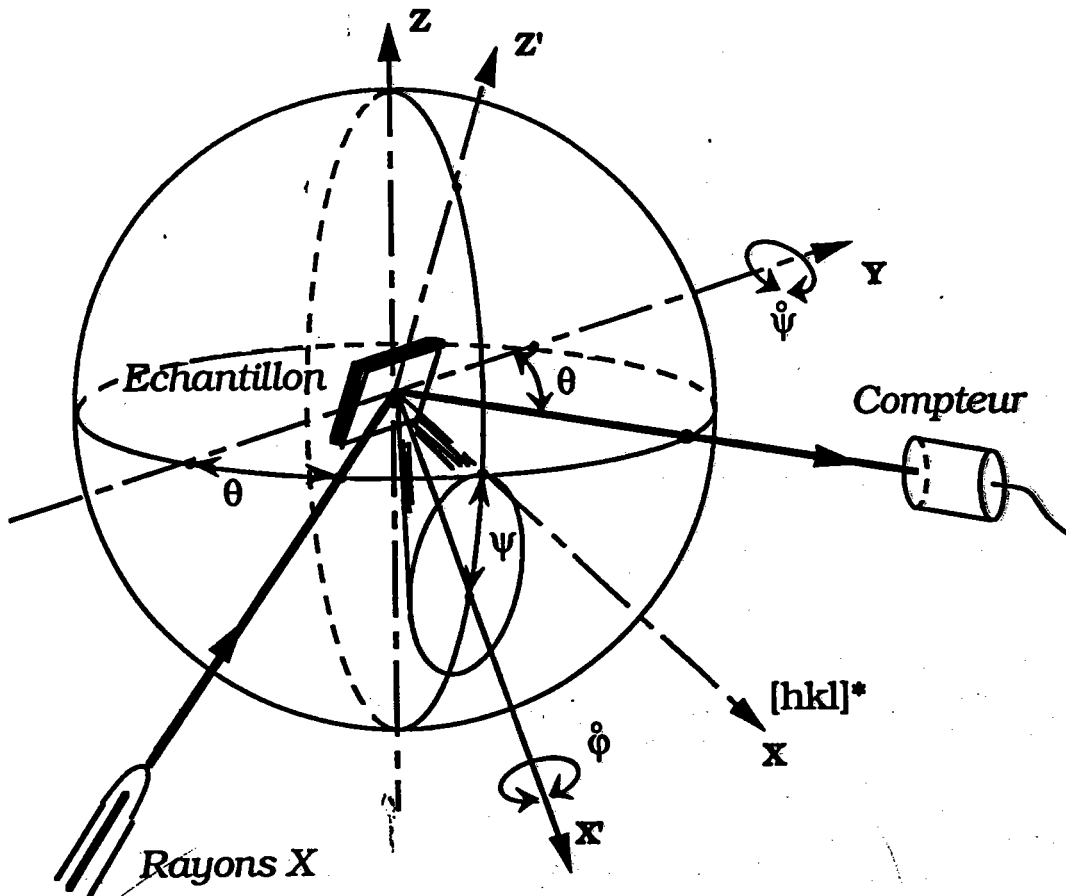


Figure n°1.9 : principe du goniomètre.

Des problèmes de défocalisation du faisceau diffracté limitent la déclinaison ψ à 80°
(17)(18).

Pour chaque couple de valeurs (φ, ψ) , le compteur enregistre pendant une même durée Δt
un nombre de coups proportionnel à la densité de normales aux plans $\{hkl\}$ en position de
diffraction.

Ce nombre est ensuite reporté à la position (φ, ψ) correspondante de la F.D.P. $\{hkl\}$.

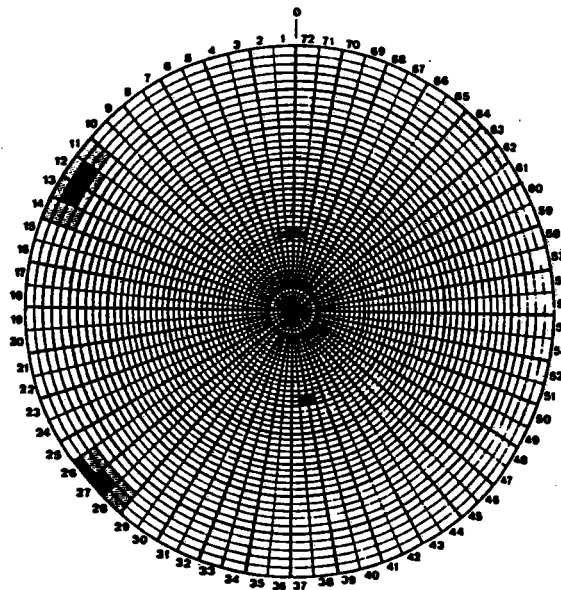


Figure n° 1.10 : exemple d'une figure de pôles (111) illustrant le découpage d'une F.D.P. en 2592 points de mesure (les taches sombres représentent les pôles (111) ayant diffracté).

Les rotations φ et ψ étant incrémentales (par pas de $\Delta\varphi$ et $\Delta\psi$), environ 2500 points de
mesure sont nécessaires pour parcourir l'ensemble de la F.D.P. (généralement, $\Delta\varphi=5^\circ, \Delta\psi=2.5^\circ$)
(figure n° 1.10).

1.2.3 Intérêt de la diffraction R.-X. (19)

Les rayons X utilisés en diffraction ont des longueurs d'onde de l'ordre de l'angström et
sont fortement absorbés par les métaux. La pénétration étant faible (quelques dizaines de microns),
l'intensité diffractée proviendra essentiellement de la partie superficielle de l'échantillon, ce qui est
l'atout principal de la technique : l'information est locale.

L'intensité I recueillie, après traversée de l'épaisseur x , est donnée par la loi de LAMBERT (figure n° 1.11):

$$I = I_0 e^{-\mu x} \quad (\text{absorption linéaire})$$

où

- I_0 est l'intensité incidente,
- μ est le coefficient d'absorption linéaire, fonction de la longueur d'onde λ du faisceau incident et du matériau étudié. Il est exprimé en cm^{-1} .

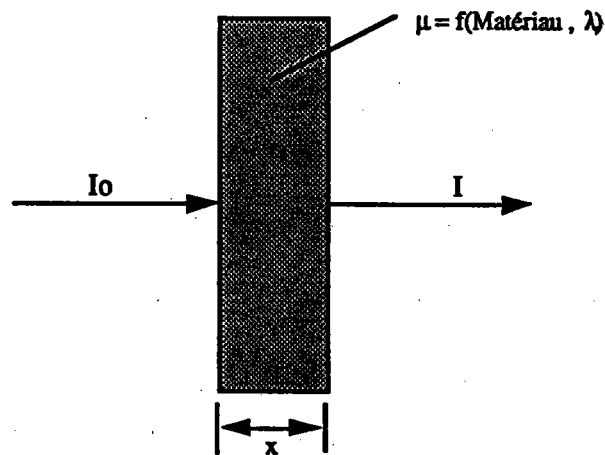


Figure n°1.11 : loi de Lambert.

On peut remarquer cependant que les rayons X atteignent le coeur de l'échantillon lorsque l'épaisseur ou le coefficient d'absorption μ sont très faibles (couches minces, fils très fins, etc...) (50,55).

Au cours d'une mesure de texture, la surface irradiée par le faisceau X varie en fonction des angles ψ et ϕ . Deux conditions doivent être respectées afin d'éviter que ces variations soient nuisibles :

- la surface observée doit être parfaitement plane afin de conserver un volume diffractant constant au cours des rotations de l'échantillon. En effet, dans ce cas les variations de surface irradiée dues au mouvement de l'échantillon sont directement compensées par les variations d'épaisseur irradiée dues à l'absorption. Le produit "surface" * "profondeur irradiée" définit le volume diffractant.

- la texture doit être homogène dans tout le volume diffractant et tout au long de la

mesure. Cette condition est liée à l'impossibilité de localiser l'origine de l'information dans le volume diffractant. Nous aborderons ce problème dans le chapitre 2.

A. Guinier (44) a calculé l'intensité diffractée par un échantillon plan placé dans les conditions de Bragg-Brentano et possédant une répartition isotrope de ses orientations. La relation entre l'intensité diffractée (I) et le volume diffractant à chaque position (φ, ψ) de la mesure est la suivante :

$$I(\varphi, \psi) = i \frac{S_0}{2\mu}$$

où :

- S_0 est la surface de la section droite du faisceau incident,
- μ est le coefficient d'absorption linéaire.
- i est l'intensité émise par un volume unitaire supposé isotrope situé à la surface de l'échantillon.

Le volume diffractant $V = S_0/2\mu$ est constant quelle que soit la position (φ, ψ) de l'échantillon. J.J. Heizmann et al (55) ont calculé ces intensités pour des couches minces planes en incidence faible. Ils corrigent ces intensités en fonction des positions de l'échantillon. De même, lorsque l'échantillon à mesurer n'a pas une forme plane, il est absolument nécessaire :

- de faire en sorte que la surface observée soit plane,

ou

- de connaître, à toute position de l'échantillon, le volume diffractant et de corriger les intensités diffractées en fonction des variations de ce volume.

1.2.4) Intérêt de la diffraction de neutrons.

Alors que la diffraction des R. X résulte de l'interaction de photons avec des électrons, la diffraction de neutrons relève principalement de la diffusion nucléaire due à l'interaction de neutrons avec des noyaux atomiques.

Sauf cas exceptionnels (Li, B, Cd, Gd,...), les métaux ont de très faibles coefficients

d'absorption vis à vis des neutrons. Cette caractéristique leur confère les avantages suivants par rapport aux rayons X :

- le volume diffractant est beaucoup plus important (meilleure statistique de comptage),
- les matériaux à gros grains peuvent être étudiés,
- la réalisation de l'échantillon est plus simple : les effets de surface sont négligeables.

Ces avantages facilitent la mesure de texture globale. Par contre,

- cette technique nécessite, sur le plan expérimental, l'utilisation d'un appareillage plus important et l'accès à un réacteur nucléaire,
- la mesure de faibles épaisseurs de matière est incompatible (le volume de matière analysé doit être supérieur à 1cm^3),
- les analyses superficielles ou locales sont extrêmement délicates voire impossibles.

1.3) Mesure de la texture d'échantillons cylindriques.

La texture d'échantillon cylindriques fait l'objet d'études depuis déjà de nombreuses années : en 1927, Schmid & Wassermann (20,21) mesuraient la texture de fils de différents métaux par la méthode de Debye-Scherrer (fils placés perpendiculairement au faisceau incident) et mettaient en évidence deux caractéristiques fondamentales de ces fils :

- la texture dite "de fibre" caractéristique du procédé de fabrication et de la symétrie de révolution d'un fil,
- la présence de textures différentes selon que l'information provient du centre ou de la périphérie du fil.

La méthode de Debye-Scherrer s'avérant insuffisante dans l'étude des textures, les scientifiques se sont tournés vers la méthode goniométrique de Schulz dès son apparition. Malheureusement, la géométrie du fil a confronté les chercheurs aux problèmes de variation du volume diffractant au cours de la mesure car l'échantillon n'est pas plan.

Pour éviter ce problème, une des solutions est de mesurer la texture globale du fil :

- soit par diffraction de neutrons (22) pour lesquels l'absorption par la matière est négligeable,

- soit par diffraction de rayons X (23,24) en mesurant la section droite (perpendiculairement à l'axe) d'un ou plusieurs fils.

Les résultats donnant la texture globale confirment la présence d'une texture de fibre, mais permettent difficilement d'observer les variations de celle-ci dans le fil.

La solution idéale reste la mesure de texture locale en plaçant le fil perpendiculairement au faisceau incident avec toutes les conséquences qu'elle implique.

Pour éviter les problèmes liés à la forme du fil, différentes techniques de préparation d'échantillon sont apparues :

- pour Stüwe & al (25,26) et Grewen & al (27) la texture de surface est obtenue en isolant et déroulant une "coquille" de fil (figure n° 1.12). La texture du coeur est obtenue en découpant des petits rectangles dans la section longitudinale du fil.

- Inoue & al (28) prélèvent des cubes de faible épaisseur en différents points d'un fil.

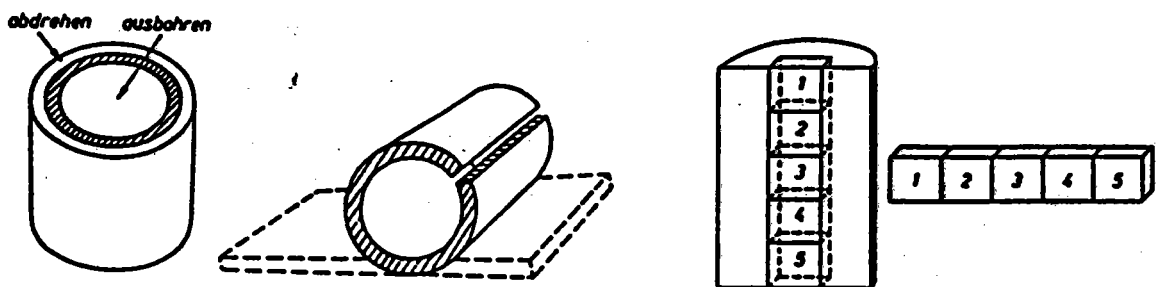


Fig.a

Fig. b

Fig. c

Fig. d

Figure n°1.12 : préparation d'échantillon d'après (25).
En surface (fig. a et b) : le fil est percé la "coquille" restante est déroulée.
A coeur (Fig. c et d) : on prélève des éléments de matière.

Tous constatent des variations de texture le long du diamètre d'un fil, mais les moyens utilisés sont inopérants ou difficiles à mettre en oeuvre dans le cas de diamètres inférieurs à 2 mm.

Dans l'étude de fils de faible diamètre (< 300µm), ce qui est le cas dans cette étude, l'utilisation des calculs de volume diffractant devient alors inévitable.

Les premières études de correction d'absorption pour la mesure de texture de fil par diffraction de rayons X apparaissent en 1930. A. Claassen (29) et A.J. Bradley (30) déterminent les coefficients permettant de corriger les intensités mesurées sur un fil. Ces calculs concernent la méthode de Debye-Scherrer : le fil, placé perpendiculairement au faisceau incident, reste immobile.

Ces coefficients de correction sont ensuite repris et affinés successivement par K. Weber (31), M. Carpenter (32), C.W. Dwiggin (33,34), et V.F. Sears (35), toujours dans le cadre de la méthode de Debye-Scherrer.

Ces coefficients étant limités à un fil dans une position particulière de la mesure, B. Cullity & al (36) entreprennent de déterminer les coefficients de correction à appliquer à un fil unique animé d'une déclinaison ψ (valeurs angulaires situées sur un diamètre de la figure de pôles). Ils effectuent ensuite des mesures avec plusieurs échantillons (alliage de cuivre, aluminium (37) & fer (38)), et constatent des variations sensibles de texture le long de leur diamètre. Plus tard, G.D. Riek & al (39) font les mêmes constatations.

Dans toutes ces études, le fil reste supérieur à 1 mm de diamètre.

Les premières études de steelcord sont entreprises par J. Beautemps (40) et M.O. Jacquier (41). Ils constatent que les intensités diffractées par un fil unique de diamètre inférieur à 1mm sont insuffisantes à la bonne interprétation d'une figure de pôles. Ils entreprennent d'utiliser un échantillon composé d'un ensemble de fils parallèles et non jointifs et de n'effectuer, comme Cullity, qu'un rayon de la figure de pôles.

Ils mesurent la texture de fils d'acier à différentes profondeurs. De fortes variations apparaissent entre le coeur et la surface. Ils observent également de fortes dissymétries dans les figures qu'ils attribuent aux conditions de mise en forme (voir un exemple figure 1.13). En fait, ces dissymétries sont exclusivement dues aux corrections inadéquates qui ont été utilisées. Par hypothèse, ces corrections étaient proportionnelles aux intensités du fond continu.

Plus tard, Willemsse & al (42,43) reprennent la même technique, mais ils insèrent de la poudre absorbante entre les fils afin de rendre l'échantillon plan. Ils constatent une variation de texture en fonction de la rotation ψ , mais la technique présente deux inconvénients majeurs :

- sa mise en oeuvre est difficile pour des fils de diamètre inférieur à 300 μm ,
- la présence de poudre absorbante ne garantit pas l'invariance du volume diffractant au

cours de la mesure.

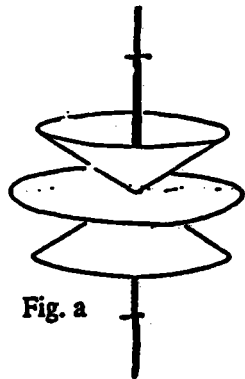


Fig. a

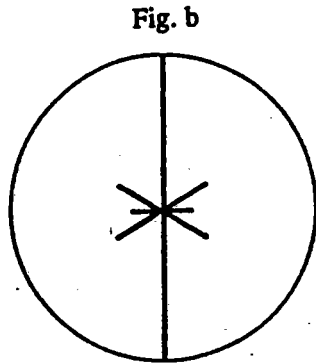
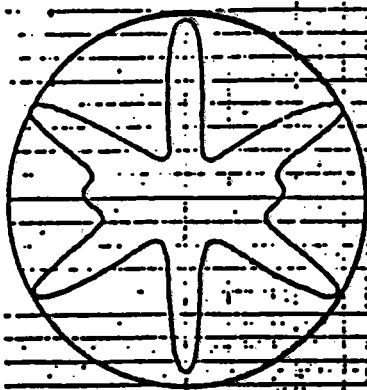


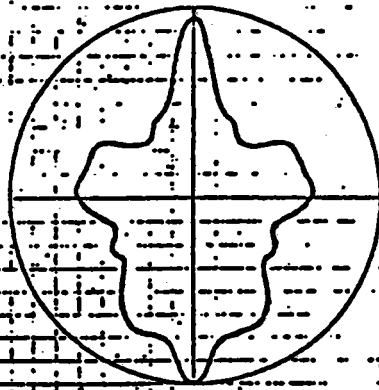
Fig. b

Fig. a : Surface de révolution engendrée par les axes $\langle 110 \rangle$ d'une maille cubique en rotation autour de l'un d'eux.

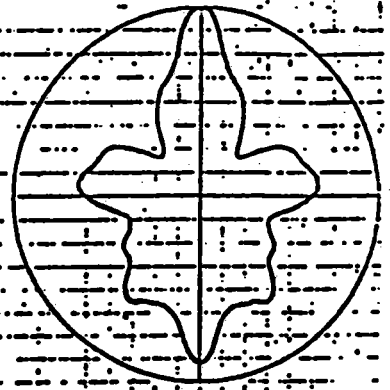
Fig. b : Intersection de la surface de révolution par un plan passant par l'axe de révolution. Les longueurs des segments sont proportionnelles aux densités des axes $\langle 110 \rangle$ sur chacune des nappes coniques.



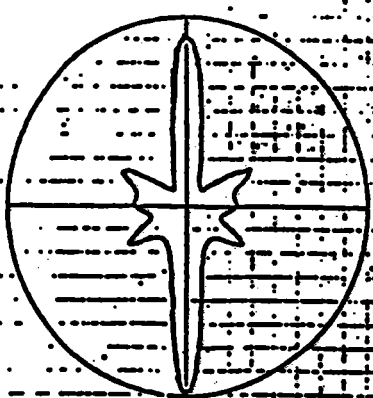
$d = 0,25 \text{ mm}$



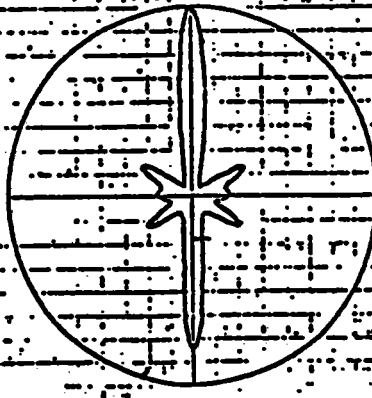
0,225 mm



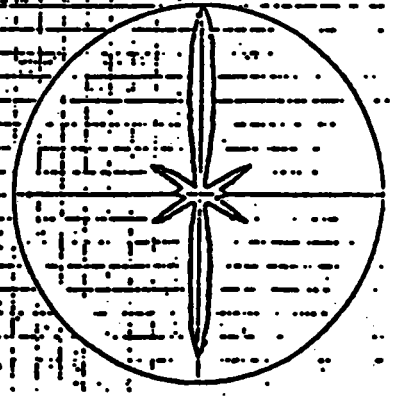
0,20 mm



0,18 mm



0,16 mm



0,14 mm

Figure n°1.13: exemple d'évolution de texture le long du diamètre d'un fil d'après J.Beautemps (40).

Les deux premières figures illustrent le principe de la mesure. Les autres figures représentent l'évolution de la texture le long du rayon d'un fil steelcord de 0,25 mm de diamètre.

Toutes ces études montrent que:

- la texture n'est pas homogène dans l'ensemble du fil,
- elle est liée au comportement du matériau et il est indispensable de déterminer ses variations le long du diamètre d'un fil pour comprendre le mécanisme de sa formation,
- la seule technique qui permet d'y parvenir, dans le cas de faibles diamètres, est la diffraction de rayons X,
- la trop faible intensité diffractée par un fil unique de faible diamètre nécessite l'emploi d'un échantillon composé de plusieurs fils,
- l'obtention de la figure de pôles d'un tel échantillon nécessite la détermination de l'influence des variations de volume diffractant, et ce dans toutes les positions prises par l'échantillon au cours de la mesure (méthode goniométrique de Schulz).

2) CORRECTIONS D'ABSORPTION APPLIQUEES AUX ECHANTILLONS CYLINDRIQUES.

Nous venons de voir que la texture cristallographique d'un fil ne peut-être entièrement définie que si l'on connaît les variations de texture le long de son diamètre.

Nous avons vu également que la technique permettant d'y parvenir est la diffraction de rayons X. Toutefois l'utilisation de cette méthode nous impose plusieurs restrictions dans son application à la mesure de la texture de fils :

- 1) l'analyse de la texture le long du diamètre s'obtient par des mesures sur des couches concentriques à l'axe de tréfilage.
- 2) la trop faible intensité diffractée par un fil unique de faible diamètre implique l'utilisation de plusieurs fils.

Comment satisfaire la condition n°1 ?

Pour mesurer la texture de fils d'acier, nous montrerons plus loin que l'observation de la Ferrite (constituant essentiel de l'acier) est nécessaire. Si l'on effectue la mesure de plans (110) avec un faisceau de rayons X de longueur d'onde $\lambda K\alpha$ du Fer, on peut aisément calculer que 90% de l'intensité diffractée provient d'une épaisseur $e = 10\mu\text{m}$ environ. Ainsi, pour connaître l'évolution de la texture du fil en fonction de son diamètre, nous serons amenés à réduire ce diamètre par attaques chimiques successives. Une F.D.P. est mesurée après chaque attaque.

Comment satisfaire la condition n°2 ?

Nous choisissons d'utiliser un échantillon composé d'un ensemble de fils parfaitement jointifs disposés sur une plaque de verre pour former un plan (figure n°2.1). Cette forme permet :

- d'augmenter l'intensité diffractée (le faisceau baigne plusieurs fils),
- de faciliter la préparation de l'échantillon,
- de conserver un volume diffractant constant au cours de la rotation ϕ . (Nous montrerons l'intérêt de cette remarque dans le § 2.1).

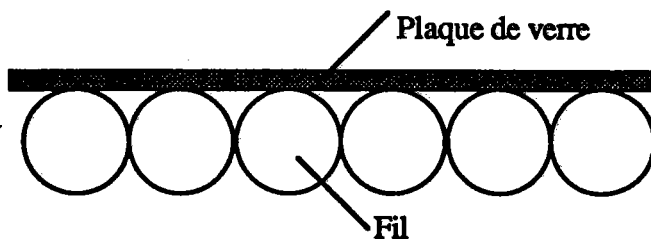


Figure n°2.1 : intersection des fils par le plan d'incidence quand $\varphi=0$ et $\psi=0$

L'échantillon qui en résulte n'a pas une forme plane. Les intensités recueillies par le compteur à chaque position (φ, ψ) de la mesure doivent donc être corrigées des effets de volume et d'absorption des rayons X par la matière. Ces corrections sont effectuées en utilisant les lois d'absorption et de variation de volume.

2.1) Intensités diffractées par un échantillon de forme quelconque (50).

Nous désirons connaître la densité des plans (hkl) en position de diffraction dans un échantillon de forme quelconque.

Considérons un tel échantillon (figure n° 2.2). Nous supposons qu'il est irradié par un faisceau X de longueur d'onde λ et placé à l'angle θ de Bragg dans les conditions de diffraction de Bragg-Brentano (cf. Chapitre 1 §1.2.2).

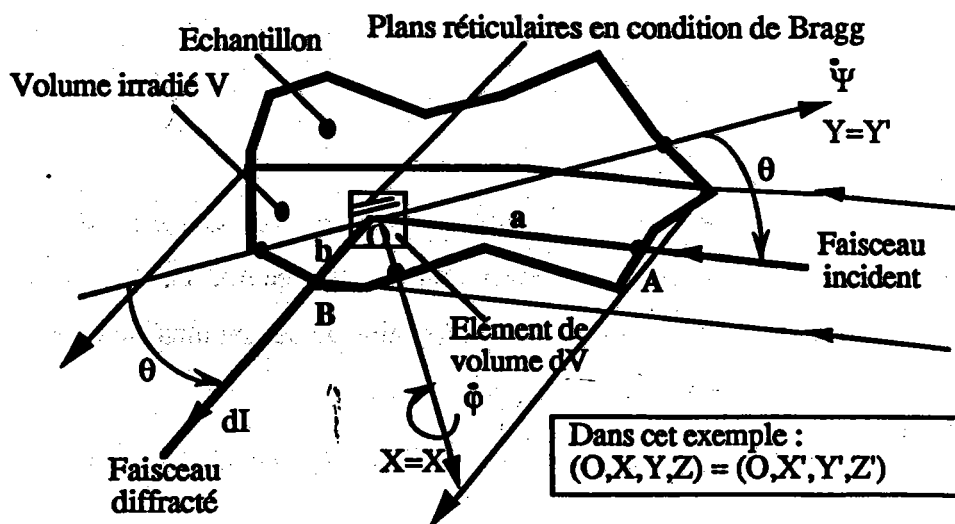


Figure n°2.2 : intensité diffractée par un échantillon de forme quelconque.

OXYZ est le repère fixe et OX'Y'Z' est le repère mobile lié à l'échantillon (repère R_E).

Si dV est un élément de volume baigné par le faisceau incident, l'intensité diffractée par celui-ci est :

$$dI = i \cdot K(\varphi, \psi) \cdot e^{-\mu t} dV$$

où

- i = intensité émise par un volume unitaire supposé isotrope et situé à la surface de l'échantillon,
- μ = coefficient d'absorption linéaire, fonction de λ et du matériau,
- t = distance parcourue par le faisceau incident dans l'échantillon pour atteindre l'élément de volume dV et par le faisceau diffracté issu de dV pour sortir de l'échantillon ($t=AO+OB=a+b$),
- $K(\varphi, \psi)$ = facteur lié à l'orientation dans le volume dV ou densité par rapport à un échantillon isotrope des cristallites en position de Bragg dans le volume dV ou densité des normales $[hkl]^*$ aux plans réticulaires (hkl) en position de Bragg dans le volume dV , c'est à dire :

* $K = 1$ quand l'échantillon est isotrope,

* $K \neq 1$ quand l'échantillon est texturé.

A chaque position φ et ψ de l'échantillon correspond un volume irradié différent. Pour une famille de plans (hkl) et une longueur d'onde donnée, à chaque volume $V(\varphi, \psi)$ est associé une intensité diffractée appelée $I_{\text{mesurée}}(\varphi, \psi)$ telle que :

$$I_{\text{mesurée}}(\varphi, \psi) = i \int_{V(\varphi, \psi)} K(\varphi, \psi) e^{-\mu t} dV \quad [1]$$

Nous cherchons à déterminer le facteur d'orientation $K(\varphi, \psi)$ à partir de l'intensité mesurée par le détecteur. Pour cela, il faut extraire ce facteur de la mesure.

Plusieurs cas peuvent se présenter.

2.1.1) L'échantillon est isotrope

Dans ce cas, tous les cristallites du polycristal sont orientés au hasard. Chaque élément dV possède le même facteur d'orientation quelle que soit la position de l'échantillon. Il en résulte que le terme $K(\varphi, \psi)$ est invariant et égal à l'unité : $K(\varphi, \psi) = 1$.

a) *Intensité mesurée :*

L'expression [1] devient alors:

$$I_{\text{mesurée}}(\varphi, \psi) = i \int_{V(\varphi, \psi)} e^{-\mu t} dV \quad [2]$$

Si $A(\varphi, \psi)$ désigne l'intégrale de volume de l'expression [2], $I_{\text{mesurée}}(\varphi, \psi)$ peut s'écrire:

$$I_{\text{mesurée}}(\varphi, \psi) = i \cdot A(\varphi, \psi) \quad [3]$$

Remarque : $A(\varphi, \psi)$ représente le volume diffractant pour une position (φ, ψ) de la mesure.

L'échantillon étant isotrope, l'intensité mesurée est directement proportionnelle au volume diffractant. Elle dépend néanmoins de deux types de paramètres :

- des paramètres constants quelles que soient les valeurs de φ et ψ liés aux conditions expérimentales (intensité du faisceau incident, plans diffractants choisis, etc...),
- des paramètres variables avec φ et ψ liés aux effets d'absorption et de volume.

Normalisons $A(\varphi, \psi)$ en définissant un point de référence de la figure de pôles : par exemple le point central ($\varphi=0, \psi=0$). L'équation [3] s'écrit alors :

$$I_{\text{mesurée}}(\varphi, \psi) = i \cdot A(0,0) \cdot \frac{A(\varphi, \psi)}{A(0,0)}$$

De cette expression se dégagent les deux composantes de l'intensité mesurée :

- le terme $[i \cdot A(0,0)]$ qui est constant au cours des mouvements de l'échantillon ne dépend que des conditions expérimentales au centre de la figure de pôles ($\varphi=0, \psi=0$). Ce terme représente l'intensité diffractée par un échantillon isotrope de volume diffractant constant.

- le rapport $[A(\varphi, \psi)/A(0,0)]$ est un nombre qui représente les variations d'intensité dues aux variations de volume diffractant par rapport à un volume diffractant de référence $A(0,0)$.

Nous noterons ce terme $N(\varphi, \psi)$ et l'appellerons par la suite coefficient de correction.

b) Coefficient de correction :

Nous avons par définition :

$$N(\varphi, \psi) = \frac{A(\varphi, \psi)}{A(0,0)} = \frac{\int_{V(\varphi, \psi)} e^{-\mu t} dV}{\int_{V(0,0)} e^{-\mu t} dV} \quad [4]$$

et l'expression [3] devient :

$$I_{\text{mesurée}}(\varphi, \psi) = i \cdot A(0,0) \cdot N(\varphi, \psi) \quad [5]$$

Notons que pour un échantillon plan, le volume diffractant est constant quelle que soit la position de l'échantillon, c'est à dire que $N(\varphi, \psi)=1$. Dans ce cas (cf. chapitre 1 § 1.2.3 et (15)) :

$$I_{\text{mesurée}}(\varphi, \psi) = i \cdot A(0,0)$$

et

$$A(0,0) = \frac{S_0}{2\mu}$$

c) Intensité corrigée

L'intensité rapportée à un volume diffractant constant est appelée $I_{\text{corrigée}}$. Nous pouvons alors écrire :

$$I_{\text{corrigée}}(\varphi, \psi) = i \cdot A(0,0) = \frac{I_{\text{mesurée}}(\varphi, \psi)}{N(\varphi, \psi)}$$

$I_{\text{corrigée}}(\varphi, \psi)$ est constante dans le cas d'un échantillon isotrope.

2.1.2) L'échantillon est texturé et homogène.

Dans ce cas, les cristallites ont une ou plusieurs orientations préférentielles dans le repère de l'échantillon. A une position (φ, ψ) donnée, ces orientations sont invariantes quel que soit le volume dV de la zone observée. Il en résulte que, pour une position (φ, ψ) donnée, dans le volume diffractant $V(\varphi, \psi)$, tous les éléments de volume dV ont la même densité $K(\varphi, \psi)$ de cristallites en position de diffraction.

Soient par exemple (φ_1, ψ_1) et (φ_2, ψ_2) deux positions de l'échantillon au cours de la mesure (figure N°2.3).

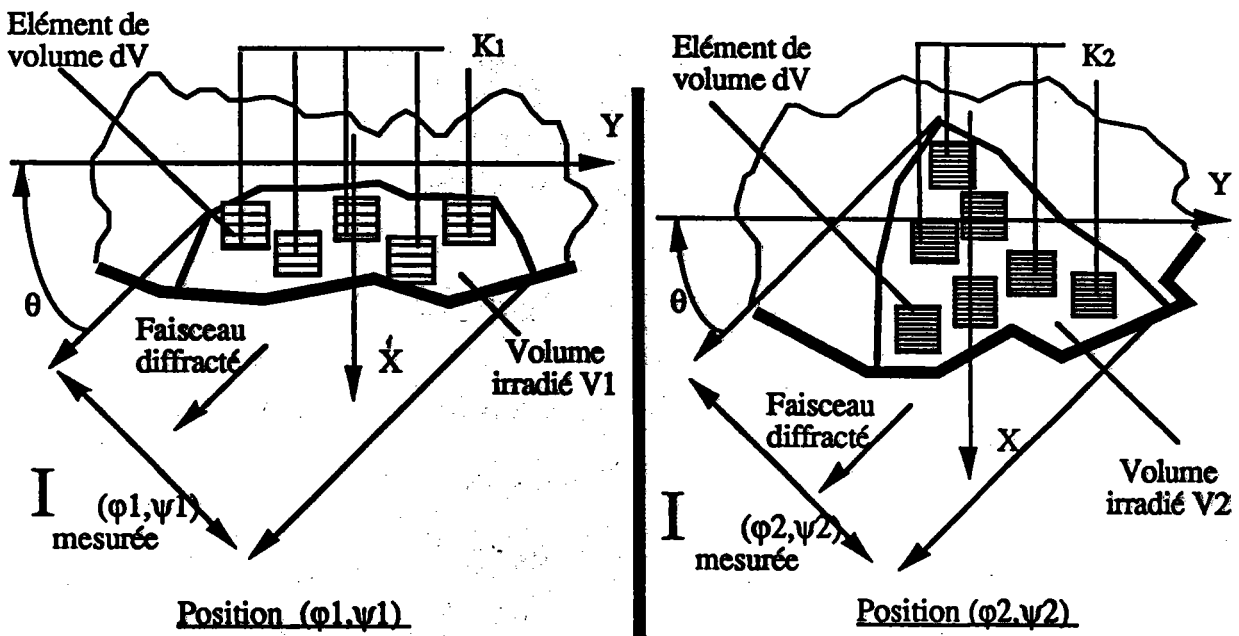


Figure n°2.3 : intensité diffractée par un échantillon texturé et homogène. La finesse des hachures dans chaque dV matérialise le facteur d'orientation.

Si K_1 et K_2 sont les densités de cristallites en position de diffraction (hachures sur la figure) dans les éléments dV des volumes $V_1=V(\varphi_1, \psi_1)$ et $V_2=V(\varphi_2, \psi_2)$, nous avons:

$$I_{\text{mesurée}}(\varphi_1, \psi_1) = I \cdot K_1 \int_{V_1} e^{-\mu t} dV$$

$$I_{\text{mesurée}}(\varphi_2, \psi_2) = i \cdot K_2 \int_{V_2} e^{-\mu t} dV$$

c'est à dire d'une manière générale :

$$I_{\text{mesurée}}(\varphi, \psi) = i \cdot K(\varphi, \psi) \int_{V(\varphi, \psi)} e^{-\mu t} dV \quad [6]$$

On retrouve en [6] la forme de l'expression [2] et on peut écrire de même:

$$I_{\text{mesurée}}(\varphi, \psi) = i \cdot K(\varphi, \psi) \cdot A(\varphi, \psi)$$

En reprenant la démarche adoptée au §2.1.1 on aboutit à l'expression suivante :

$$I_{\text{mesurée}}(\varphi, \psi) = i \cdot A(0,0) \cdot N(\varphi, \psi) \cdot K(\varphi, \psi) \quad [7]$$

Dans cette expression :

- $i \cdot A(0,0)$ est constant et proportionnel à l'intensité diffractée par un échantillon identique supposé isotrope et placé en position de référence ($\varphi=0, \psi=0$),
- $N(\varphi, \psi)$ est le terme lié aux variations de volume diffractant.

A partir de l'équation [7], nous pouvons déterminer la part de l'intensité mesurée indépendante des variations de volume diffractant par la relation suivante :

$$\frac{I_{\text{mesurée}}(\varphi, \psi)}{N(\varphi, \psi)} = i \cdot A(0,0) \cdot K(\varphi, \psi) = I_{\text{corrigée}}(\varphi, \psi)$$

où $I_{\text{corrigée}}(\varphi, \psi) = i \cdot A(0,0) K(\varphi, \psi)$ est une fonction qui ne dépend que du facteur d'orientation $K(\varphi, \psi)$ et qui a pour volume diffractant le volume de référence constant $A(0,0)$.

Pour obtenir les intensités diffractées corrigées de l'absorption, il faut donc calculer les coefficients adimensionnels $N(\varphi, \psi)$ donnés par l'expression [4].

2.1.3) L'échantillon est texturé et hétérogène

A une position donnée (φ, ψ) de l'échantillon le facteur $K(\varphi, \psi)$ lié à l'orientation diffère pour chaque élément dV du volume $V(\varphi, \psi)$ considéré. $K(\varphi, \psi)$ dépend de la localisation de l'élément de volume dV dans le volume diffractant et ne peut plus être extrait de l'intégrale dans l'expression [1].

Dans ce cas, nous obtenons des densités de cristallites en position de diffraction K_1 et K_2 variables, fonction de chaque élément dV qui compose les volumes V_1 et V_2 (figure n° 2.4).

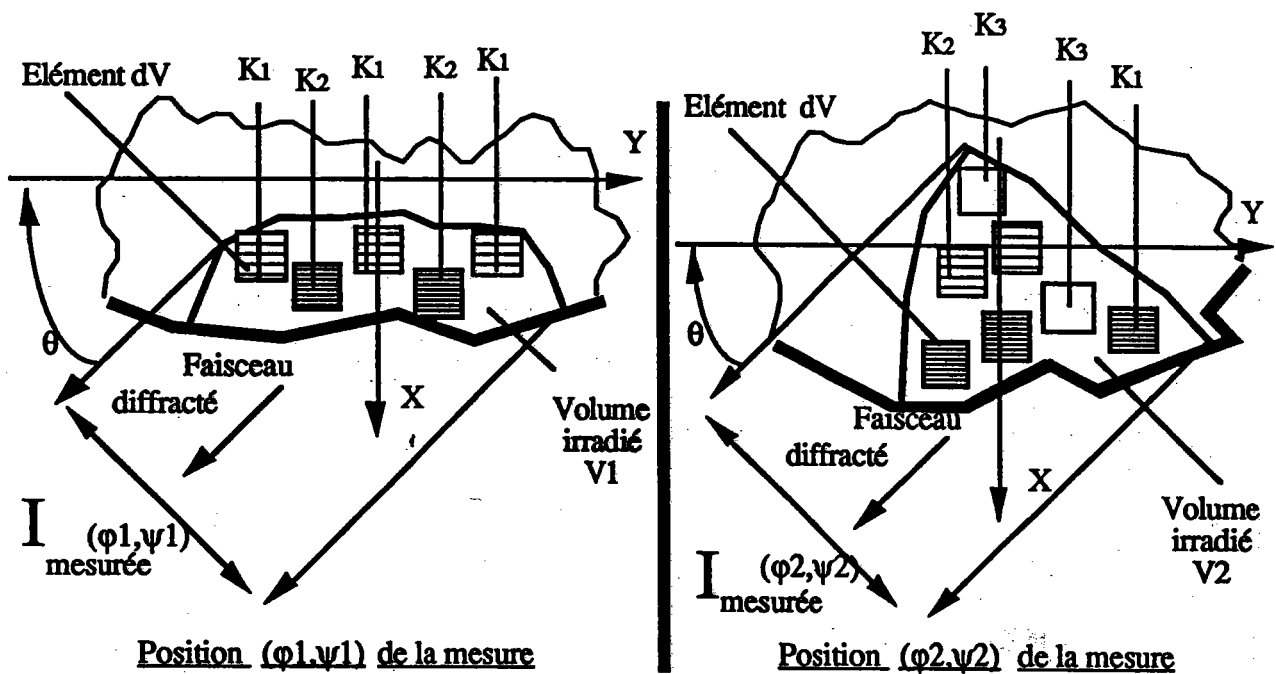


Figure n° 2.4 : intensité diffractée par un matériau texturé et hétérogène

Ce cas est particulièrement complexe car :

- il nécessite de connaître le facteur $K(\varphi, \psi)$ de chaque volume dV , qui est l'inconnu de problème.
- les rayons X ne permettent pas de localiser les éléments de volume dV qui ont diffracté.

Cependant, l'utilisation des corrections concernant le cas d'un échantillon texturé et homogène permet malgré tout de déterminer la valeur moyenne de $K(\varphi, \psi)$ définie par la relation

suivante :

$$\frac{\int_{V(\varphi,\psi)} K(\varphi,\psi) e^{-\mu t} dv}{\int_{V(\varphi,\psi)} e^{-\mu t} dv} = \overline{K(\varphi,\psi)}$$

soit :

$$I_{\text{mesurée}}(\varphi,\psi) = i \cdot \overline{K(\varphi,\psi)} \int_{V(\varphi,\psi)} e^{-\mu t} dv$$

et

$$I_{\text{corrigée}}(\varphi,\psi) = i \cdot A(0,0) \cdot \overline{K(\varphi,\psi)} = \frac{I_{\text{mesurée}}(\varphi,\psi)}{N(\varphi,\psi)}$$

2.1.4) Remarques

Nous savons, à présent, qu'il est possible de déterminer, à chaque position (φ,ψ) de l'échantillon, la part de l'intensité diffractée indépendante des effets d'absorption et de volume pour des échantillons de forme quelconque. Cette intensité appelée $I_{\text{corrigée}}(\varphi,\psi)$ est proportionnelle à un facteur $N(\varphi,\psi)$ qui s'exprime comme suit :

$$N(\varphi,\psi) = \frac{\int_{V(\varphi,\psi)} e^{-\mu t} dV}{\int_{V(0,0)} e^{-\mu t} dV}$$

Cependant, la relation entre l'intensité corrigée et le facteur $K(\varphi,\psi)$ lié à l'orientation cristallographique reste approximative dans le cas d'un volume diffractant présentant une texture hétérogène. Ce cas, que nous avons rencontré dans l'étude des fils d'acier, fera l'objet d'une attention particulière (chapitre 4).

2.2) Corrections d'absorption appliquées aux échantillons cylindriques.

Appliquons à présent cette méthode à l'échantillon que nous utilisons pour la recherche de la texture de fil.

Nous présentons cette étude en deux parties :

- tout d'abord les simplifications possible de l'expression de $N(\varphi, \psi)$ dans le cas particulier de l'échantillon utilisé.
- puis la résolution mathématique de $N(\varphi, \psi)$ simplifié.

2.2.1) Choix des repères :

Observons un échantillon de fils fins, tel qu'il est préparé pour la manipulation (figure n° 2.1) . Les fils sont alignés sur une plaque de verre de sorte qu'ils aient un contact linéaire entre eux. Le plan (Pe) parallèle à la lame de verre matérialise le plan de l'échantillon.

Trois repères décrivent les mouvements de l'échantillon (figure N° 2.5)

- R_0 : Repère orthonormé fixe $Ox_0y_0z_0$ principal,
- R_1 : Repère orthonormé intermédiaire $Ox_1y_1z_1$ obtenu par rotation ψ autour de Ox_0 ,
- R_2 : Repère orthonormé $Ox_2y_2z_2$ lié à l'échantillon, obtenu par rotation φ autour de Oy_1 et tel que Oz_2 soit parallèle à l'axe du fil.

Au cours de la mesure, le faisceau incident défini par le collimateur et le faisceau diffracté défini par le compteur font un angle θ avec Ox_0 . Le plan d'incidence (Pi) formé par ces deux faisceaux est le plan Ox_0y_0 . Au cours du mouvement, Pi reste fixe et les rotations sont appliquées à l'échantillon.

Simplifions $N(\varphi, \psi)$ en effectuant les calculs dans le repère fixe principal R_0 .

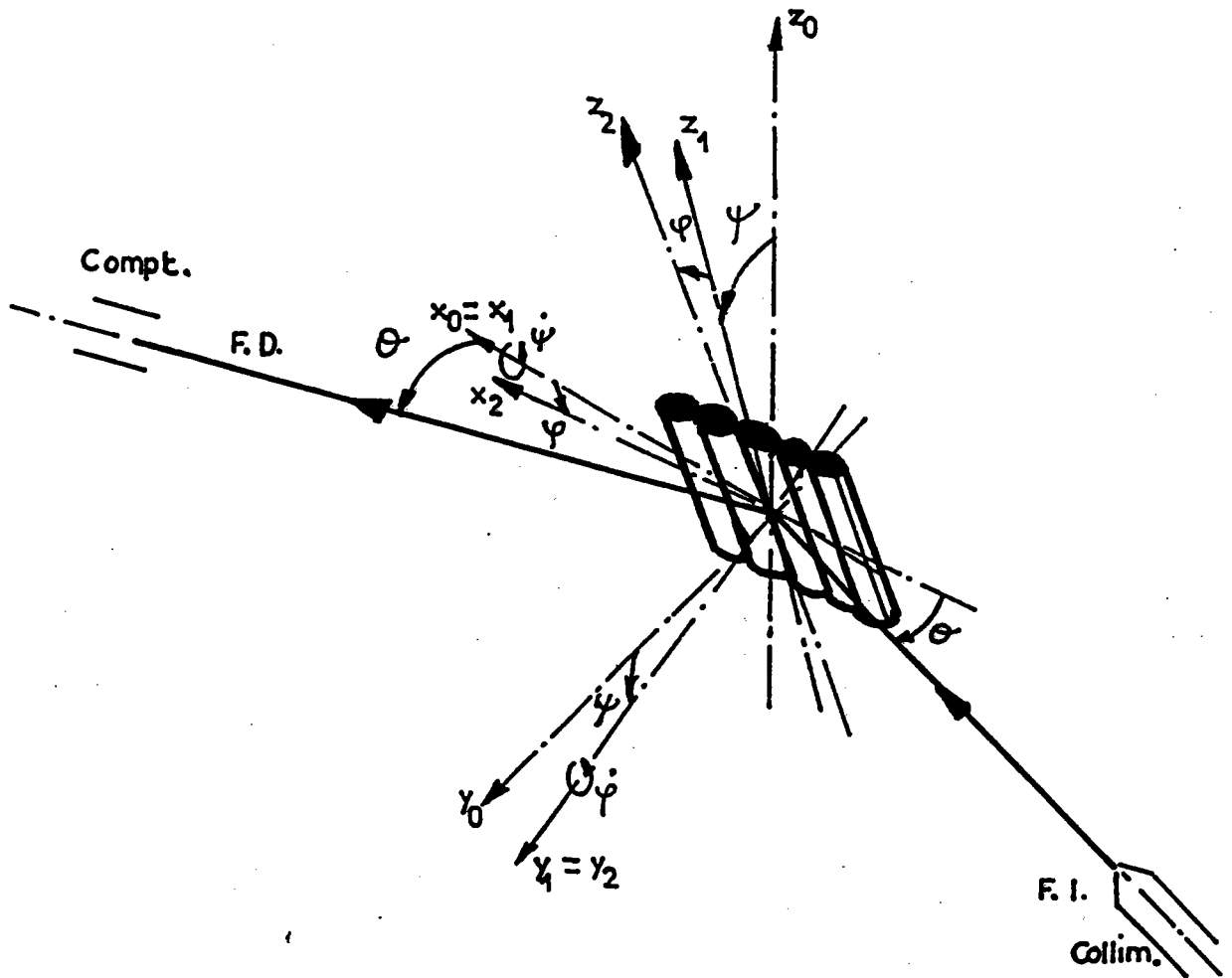


Figure N°2.5 : Choix des repères

Remarque : pour faciliter la compréhension du raisonnement, toute projection dans le plan Ox_0y_0 sera affecté de l'indice P_i , et toute projection dans le plan Ox_0z_0 sera affecté de l'indice P_p (plan perpendiculaire)

2.2.2) Détermination du volume irradié V

Le volume irradié $V(\varphi, \psi)$ est le volume résultant de l'intersection du faisceau incident avec l'échantillon à chaque position (φ, ψ) de la mesure.

2.2.2.1) Cas où $\varphi = 0, \psi = 0$

Prenons par exemple le point de départ ($\varphi=0, \psi=0$) de la mesure. Dans cette position, les repères R_0, R_1 et R_2 sont confondus. Nous avons alors le plan de l'échantillon (Pe) confondu avec Ox_0z_0 (Pp).

Un faisceau incident circulaire de rayon R baigne par exemple 15 fils de rayon r (figure n° 2.6). La surface irradiée S_{pp} correspondant à l'intersection du faisceau incident avec (Pe) projetée dans le plan (Pp) est une ellipse d'axes $2R$ et $2R/\sin\theta$ ($Rq.$: (Pp) et (Pe) sont ici confondus).

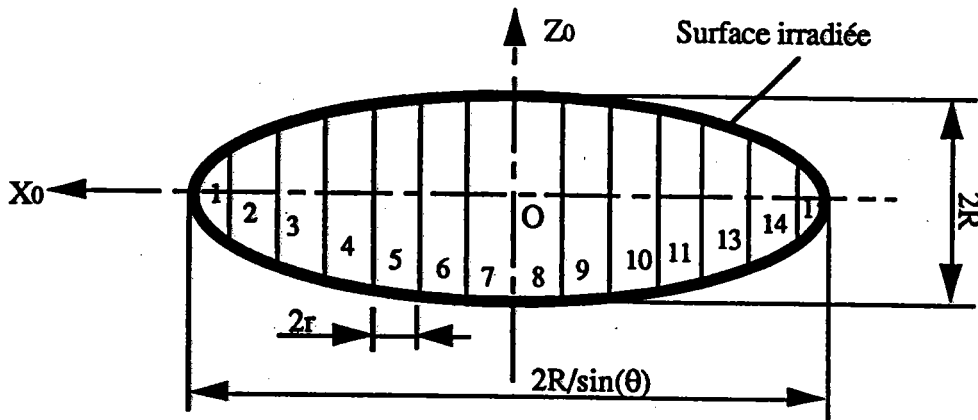


Figure N°2.6 : Surface irradiée S_{pp} à la position ($\varphi=0, \psi=0$) de la mesure.

Déterminons V dans le repère R_0 .

La section des fils par la trace du plan Pi (Ox_0 sur la figure n° 2.6) correspond à 15 cercles ayant chacun une surface $S_{pi} = \pi r^2$. (figure 2.7).

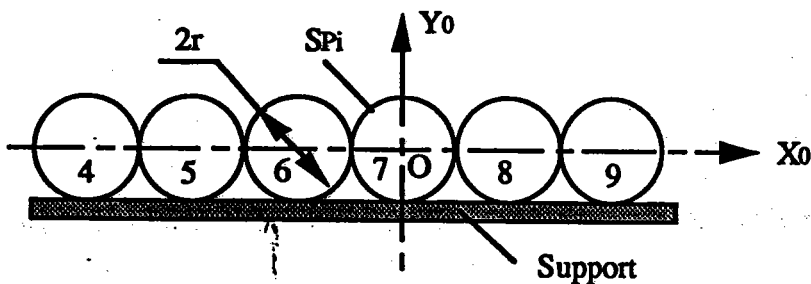


Figure n°2.7 : section de l'échantillon par le plan Pi pour ($\varphi=0, \psi=0$)

En mettant bout à bout les 15 parties de fils baignées par le faisceau, nous obtenons un fil équivalent dont le volume est égal au produit de S_{Pi} par une hauteur h_{Pp} . Cette hauteur est la somme des longueurs des fils baignés par le faisceau incident et se calcule à l'aide de S_{Pp} :

$$h_{Pp} = \frac{\pi R^2}{2 r \sin(\theta)} = \frac{S_{Pp}}{2 r}$$

il en résulte

$$V(0,0) = S_{Pi}(0,0) \cdot h_{Pp}(0,0) = \pi \cdot r^2 \cdot \frac{S_{Pp}}{2 \cdot r}$$

2.2.2.2) Cas où $\varphi=0, \psi \neq 0$

Appliquons une rotation d'angle ψ autour de Ox_0 et poursuivons notre analyse dans le repère R_0 . Bien entendu, $0^\circ \leq \psi \leq 80^\circ$ comme le veut le principe de la mesure (chapitre 1 § 1.2.2.)

La section des fils par le plan (P_i) matérialise cette fois 15 ellipses (figure n° 2.8) ayant chacune pour surface :

$$S_{Pi}(0,\psi) = \pi \cdot \frac{r^2}{\cos(\psi)}$$

La hauteur h_{Pp} perpendiculaire à la surface est obtenue à nouveau à l'aide de S_{Pp} (intersection du faisceau incident avec (Pe) projetée dans (Pp)). Cette surface est inchangée d'où

$$h_{Pp}(0,\psi) = h_{Pp}(0,0) = \frac{S_{Pp}}{2 \cdot r} = h_{Pp}$$

nous obtenons alors :

$$V(0,\psi) = S_{Pi}(0,\psi) \cdot h_{Pp} = \frac{\pi \cdot r^2}{\cos(\psi)} \cdot \frac{S_{Pp}}{2 \cdot r}$$

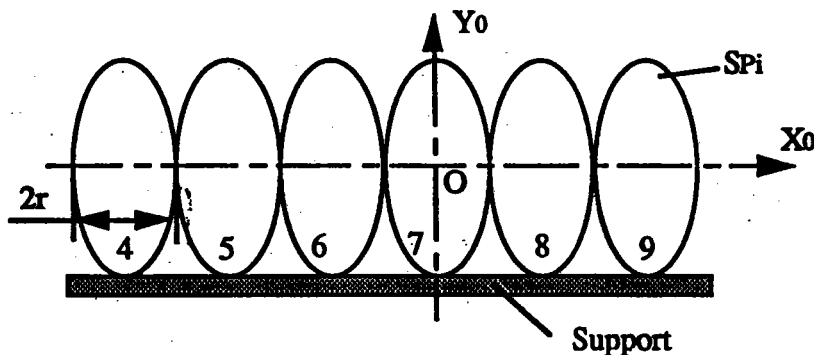


Figure n°2.8 : section de l'échantillon par le plan (P_i) pour ($\varphi=0, \psi \neq 0$).

☞ La hauteur h_{pp} de fil baigné par le faisceau dans le plan P_p est constante avec la déclinaison ψ .

2.2.2.3) Cas où $\varphi \neq 0$ et $\psi \neq 0$.

Une rotation φ autour de Oy_1 est appliquée à l'échantillon.

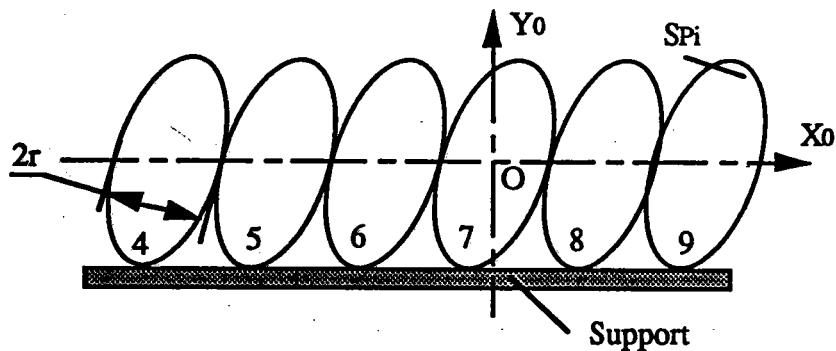


Figure n°2.9 : section de l'échantillon par (P_i) pour ($\varphi \neq 0, \psi \neq 0$).

Dans le repère R_0 , l'intersection du plan incident P_i avec l'échantillon engendre 15 ellipses (figure n°2.9) ayant chacune pour surface :

$$S_{P_i}(\varphi, \psi) = \frac{\pi \cdot r^2}{\cos(\varphi) \cdot \cos(\psi)}$$

Remarque : on supposera, pour la suite des calculs, $\varphi \neq \pi/2$ et $\varphi \neq 3\pi/2$.

Dans le plan P_p , la surface S_{P_p} est invariante, mais la hauteur h_{pp} doit être calculée à l'aide de la valeur du diamètre des fils le long de la trace de P_i dans P_p (Oy_0) :

$$h_{pp}(\varphi, \psi) = \frac{S_{P_p}}{2 \cdot r} = \frac{S_{P_p} \cdot \cos(\varphi)}{2 \cdot r \cdot \cos(\varphi)}$$

Le volume devient alors :

$$\begin{aligned} V(\varphi, \psi) &= S_{P_i}(\varphi, \psi) \cdot h_{P_p}(\varphi, \psi) \\ &= \frac{\pi \cdot r^2}{\cos(\varphi) \cdot \cos(\psi)} \times \frac{S_{P_p} \cdot \cos(\varphi)}{2 \cdot r} \\ &= \frac{\pi \cdot r^2}{\cos(\psi)} \times \frac{S_{P_p}}{2 \cdot r} \end{aligned}$$

☞ Le volume irradié est invariant avec la rotation φ , ce qui est normal puisque cette rotation s'effectue autour d'un axe qui reste en permanence dans un plan normal à l'échantillon (Plan Oy_0z_0).

2.2.2.4) Cas général.

D'une façon générale, nous remarquons que le volume irradié $V(\varphi, \psi)$ résulte du produit de la surface S variant avec φ et ψ et d'une hauteur H constante au cours du mouvement :

$$V(\varphi, \psi) = S(\varphi, \psi) \cdot H$$

où

- $S(\varphi, \psi) = S_{P_i}(\varphi, \psi) \cdot \cos(\varphi)$ est définie dans le plan P_i (Ox_0Y_0),
- $S_{P_i}(\varphi, \psi) = \pi r^2 / (\cos(\varphi) \cdot \cos(\psi))$ est la section d'un fil de l'échantillon coupé par le plan d'incidence,
- $H = SP_p/2r$ est la longueur de fil irradiée par le faisceau,
- S_{P_p} est la surface irradiée de l'échantillon ($S_{P_p} = \pi R^2/\sin(\theta)$) dans le plan (P_p),
- $\varphi \neq \pi/2$ et $3\pi/2$.

2.2.3) Détermination de la longueur des trajets des faisceaux : t.

Reprenons l'exemple du point de départ de la mesure ($\varphi=0, \psi=0$). La figure n° 2.10 représente la section de l'échantillon par le plan d'incidence P_i .

Considérons le faisceau comme un ensemble de faisceaux linéaires parfaitement parallèles interceptant chacun une partie du volume irradié et suivons l'un de ces faisceau dans le plan P_i .

A un point P du fil, on associe un élément de volume $dV = dS_{P_i} dz$. $t = a + b + c$ représente alors la distance "a" de parcours du faisceau incident pour atteindre P et la distance "b+c" parcourue dans les fils par le faisceau diffracté. Nous remarquons que t tient compte de l'ensemble des fils environnant.

En déterminant l'ensemble des distances parcourues par tous les faisceaux linéaires contenus dans (P_i) pour atteindre l'ensemble des points P contenus dans S_{P_i} , nous obtenons les effets dus à l'absorption des rayons X par la matière sur une section d'épaisseur dz d'un fil de l'échantillon.

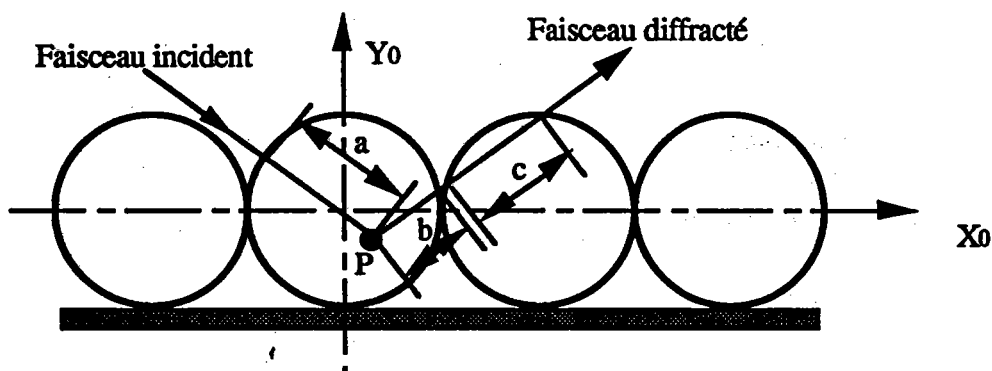


Figure n°2.10 : Section de l'échantillon par le plan d'incidence (P_i) et parcours des faisceaux dans ce plan.

L'intégration sur la hauteur (h_{P_i}) totale de fils baignés par le faisceau permet de décrire l'ensemble de volume irradié $V(\varphi, \psi)$.

☞ t est une fonction qui ne dépend que des coordonnées (x_0, y_0) d'un élément de surface dS_{P_i} choisi dans $S_{P_i}(\varphi, \psi)$.

2.2.4) Simplification de $N(\varphi, \psi)$

En effectuant les calculs dans le repère R_0 et en supposant la section du faisceau incident

grande devant celle d'un fil, nous avons montré que :

$$V(\varphi, \psi) = [S_{P_i}(\varphi, \psi) \cdot \cos(\varphi)] \cdot \left[\frac{S_{PP}}{2 \cdot R_{fil}} \right]$$

$$= S(\varphi, \psi) \cdot H$$

Deux conditions sont réunies pour simplifier $N(\varphi, \psi)$:

- $V(\varphi, \psi)$ est le produit d'une surface $S(\varphi, \psi)$ (section d'un fil par le plan d'incidence (P_i)) et d'une hauteur constante H .
- t est uniquement fonction des coordonnées (x_0, y_0) d'un élément de surface dans S_{P_i} .

Si dV est un élément de volume baigné par le faisceau, à une position (φ, ψ) donnée, dV a pour expression

$$dV = H \cdot dS$$

$$= H \cdot \cos(\varphi) dS_{P_i} = H \cdot \cos(\varphi) \cdot dx_0 \cdot dy_0$$

Sachant que t est une fonction qui ne dépend que de x_0 et y_0 , l'expression de $A(\varphi, \psi)$ devient :

$$A(\varphi, \psi) = \int_{V(\varphi, \psi)} e^{-\mu t(x_0, y_0)} dV$$


$$= H \cdot \cos(\varphi) \cdot \int_{S_{P_i}(\varphi, \psi)} e^{-\mu t(x_0, y_0)} dx_0 dy_0$$

d'où

$$N(\varphi, \psi) = \frac{H \cdot \cos(\varphi) \cdot \int_{S_{P_i}(\varphi, \psi)} e^{-\mu t(x_0, y_0)} dx_0 dy_0}{H \cdot \int_{S_{P_i}(0,0)} e^{-\mu t(x_0, y_0)} dx_0 dy_0}$$

soit :

$$N(\varphi, \psi) = \frac{\cos(\varphi) \cdot \int_{S_{P_i}(\varphi, \psi)} e^{-\mu t(x_0, y_0)} dx_0 dy_0}{\int_{S_{P_i}(0,0)} e^{-\mu t(x_0, y_0)} dx_0 dy_0} \quad [8]$$

 $N(\varphi, \psi)$ est réduit, dans le cas d'un échantillon tel qu'il apparait en figure n° 2.7, au rapport de deux intégrales de surface lorsque le calcul s'effectue dans le repère R_0 .

Remarques:

- les distances parcourues par les faisceaux incidents et diffractés étant les mêmes pour les angles $\varphi, -\varphi, \varphi + \pi$ et $\pi - \varphi$, seule une rotation, $\varphi \in [0, \pi/2[$ suffit à décrire l'ensemble des positions φ de l'échantillon ; les autres étant obtenues par symétrie orthorombique.

- $N(\pi/2, \psi)$ sera obtenu par approximation de la valeur correspondant à l'angle φ très voisin de $\pi/2$.

2.3) Calcul des coefficients de correction de volume diffractant $N(\varphi, \psi)$

La forme de l'échantillon et du faisceau de rayons X réunissent trois conditions qui permettent de simplifier l'expression de $N(\varphi, \psi)$:

- les fils sont jointifs sur l'échantillon,
- le faisceau est circulaire,
- le diamètre du faisceau est plus grand que le diamètre du fil.
- la symétrie orthorombique de l'échantillon permet de limiter la rotation φ à

l'intervalle $[0, \pi/2[$.

L'ensemble de ces conditions nous ont permis d'aboutir à l'expression integrale [8] de $N(\varphi, \psi)$

Pour simplifier la compréhension du problème, la résolution de l'intégrale de surface est présentée en deux étapes :

- calcul de $A(\varphi, \psi)$ dans le cas d'un fil unique,
- calcul dans le cas réel de notre échantillon.

Remarque : pour tous les calculs

- les angles φ et ψ sont compris dans l'intervalle $[0, \pi/2[$,
- les paramètres r (rayon du fil) et θ (angle de Bragg) sont fixes.

2.3.1) cas d'un seul fil.

Observons la section d'un fil par le plan d'incidence à une position (φ, ψ) quelconque (figure n°2.11). Cette coupe matérialise une ellipse de forme variable avec φ, ψ, r et θ .

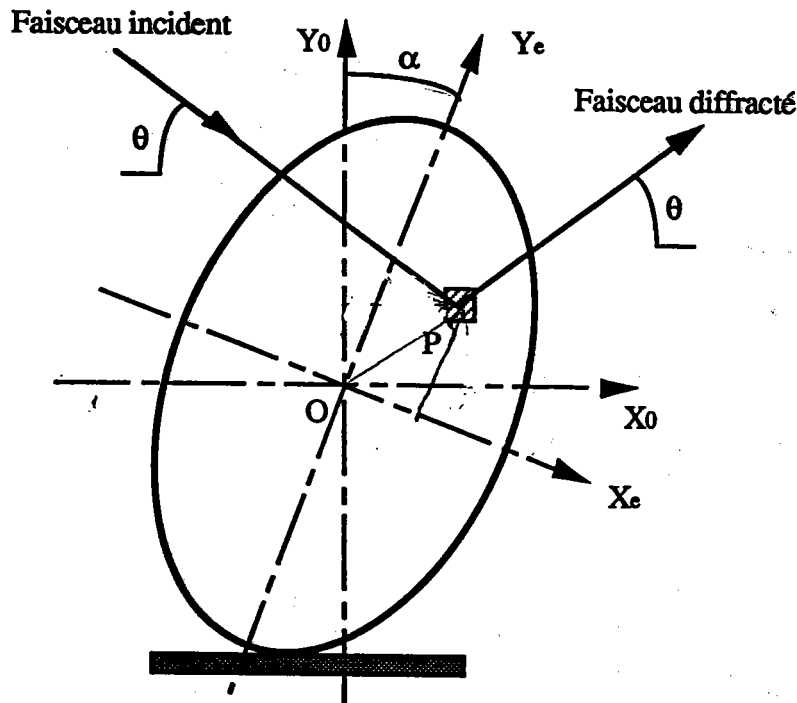


Figure n°2.11 : choix des repères dans le cas d'un seul fil irradié.

Les repères choisis sont les suivants :

- Ox_0y_0 est le plan de référence R_0 (plan d'incidence),
- $Ox_e y_e$ est le repère R_e lié à l'ellipse.
- θ = angle de Bragg, φ = angle azimutal, ψ = déclinaison.
- α est l'angle entre X_0 et X_e à la position (φ, ψ) . Nous avons $\text{tg}(\alpha) = \text{tg}(\varphi) / \sin(\psi)$.

Les calculs sont effectués en coordonnées cartésiennes.

La figure n° 2.12 présente la section du fil dans le repère R_e :

- β_i est l'angle entre la trace du faisceau incident et Ox_e ($\beta_i = \alpha - \theta$),
- β_d est l'angle entre la trace du faisceau diffracté et Ox_e ($\beta_d = \alpha + \theta$).

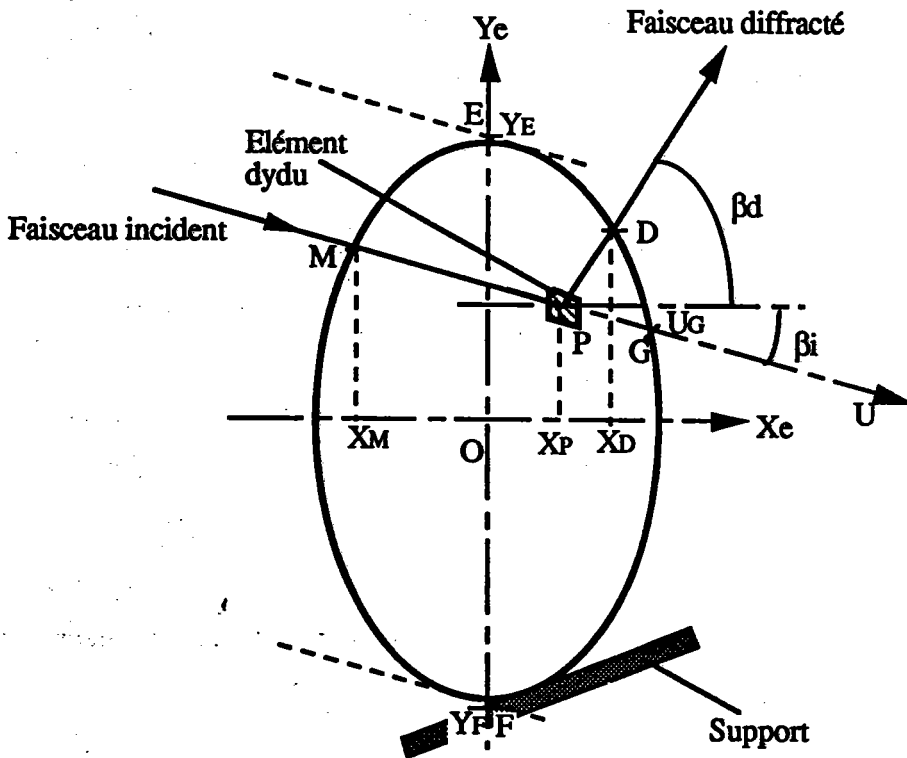


Figure n° 2.12 : section du fil dans le repère R_e

En supposant le faisceau incident composé d'un ensemble de faisceaux linéaires parfaitement parallèles, quelle que soit la position d'un élément de surface $dS_{p_i} = dx dy$ considéré, il sera irradié par un faisceau dont la trace est repérée par l'axe U. U fait un angle β_i avec Ox_e .

Dans la détermination de la distance t de parcours du faisceau pour atteindre dS_{p_i} , le choix de l'axe U facilite le calcul. Pour simplifier l'expression de t, les paramètres d'intégration seront donc: u qui évolue sur l'axe U et y. L'élément de surface dS_{p_i} devient alors $dS_{p_i} = dx dy = \cos(\beta_i) dudy$.

Pour un rayon r , un couple (φ, ψ) et un angle de Bragg donnés, l'intégrale de surface devient :

$$A(\varphi, \psi) = \cos(\varphi) \cdot \cos(\beta_1) \cdot \int_{S_{P_i}(\varphi, \psi)} e^{-\mu t(u, y)} \, dudy$$

La forme analytique de $t(u, y)$ nous conduit à :

$$A(\varphi, \psi) = \cos(\varphi) \cdot \cos(\beta_1) \cdot \int_{y_E}^{y_F} \int_0^{u_G(y)} e^{-\mu \left(u + \frac{x_D(u, y) - u \cdot \cos(\beta_d) - x_M(y)}{\cos(\beta_d)} \right)} \, dudy$$

où, pour un élément de surface dS_{P_i} considéré

- $M(x_M, y_M)$ est le point "d'entrée" du faisceau U dans la surface S_{P_i} ,
- $D(x_D, y_D)$ est le point de "sortie" de la trace du faisceau diffracté de la surface S_{P_i} ,
- $F(x_F, y_F)$ et $E(x_E, y_E)$ sont les intersections entre Oy_e et les faisceaux U tangents à S_{P_i} ,
- $G(x_G, u_G)$ est le point de sortie du faisceau U de la surface S_{P_i} .

L'intégration analytique étant particulièrement complexe, la double somme intégrale est transformée en double somme discrète permettant un calcul numérique. Nous obtenons :

$$A(\varphi, \psi) = \cos(\varphi) \cos(\beta_1) \left(\sum_{y_E}^{y_F} \left\{ e^{\mu \frac{x_M(y)}{\cos(\beta_d)}} \cdot \left[\sum_0^{u_G(y)} \left\{ e^{-\mu \left(u + \frac{x_D(u, y) - u \cdot \cos(\beta_d)}{\cos(\beta_d)} \right)} \Delta u \right\} \right] \Delta y \right\} \right)$$

2.3.2) Cas de plusieurs fils.

Dans la réalité, la surface considérée reste la même, mais la distance de parcours du faisceau tient compte des fils voisins (figure n°2.13).

Il faut ajouter à l'expression précédente une série de termes correspondant :

- à la distance t_i parcourue par le faisceau incident à travers les fils voisins (exemple: fils voisins "incident" 1 et 2 sur la figure n°2.13),

- à la distance td parcourue par le faisceau diffracté pour traverser les fils voisins (fil voisin "diffracté" dans la figure n° 2.13).

Le nombre n de fils voisins est fonction de θ et de la position de l'élément de surface dS_{p_i} du fil de référence (fil "considéré" sur la figure n° 2.13). $A(\varphi, \psi)$ devient alors :

$$A(\varphi, \psi) = \cos\varphi \cos\beta_1 \left(\sum_{y_E}^{y_F} \left\{ e^{\left(\mu \frac{x_M(y)}{\cos\beta_d} + \sum_{k=1}^{n_1(y)} t_{i_k}(y) \right)} \left[\sum_0^{u(y)} e^{-\mu \left(u + \frac{x_D(u,y) - u \cos\beta_1}{\cos\beta_d} + \sum_{m=1}^{n_2(u,y)} t_{d_m}(u,y) \right) \Delta u} \right] \Delta y \right\} \right)$$

où

- n_1 est le nombre de fils voisins traversés par le faisceau U incident irradiant dS_{p_i} ,
- t_{i_k} est la longueur parcourue par le faisceau U incident pour traverser le $k^{\text{ième}}$ fil voisin,
- n_1 et t_i ne dépendent que du paramètre y ,
- n_2 est le nombre de fils voisins traversés par le faisceau diffracté issu de dS_{p_i} ,
- t_{d_m} est la longueur parcourue par le faisceau diffracté pour traverser le $m^{\text{ième}}$ fil voisin,
- n_2 et t_d dépendent des paramètres u et y .

Le programme informatique permettant d'obtenir $A(\varphi, \psi)$ est présenté en ANNEXE 1. On effectue les opérations suivantes :

- saisie des données expérimentales (μ , r , θ) et du découpage $\Delta x \Delta y$ considéré,
- calcul de $A(0,0)$
- calcul de toutes les valeurs de $N(\varphi, \psi)$ dans 1/4 de figure de pôles (l'incrément de φ et ψ correspond à celle utilisée pendant la mesure),
- symétrisation de la figure de pôles des coefficients de correction d'absorption,
- application des corrections aux figures mesurées par la relation :

$$I_{\text{corrigée}}(\varphi, \psi) = I \cdot A(0,0) \cdot K(\varphi, \psi) = \frac{I_{\text{mesurée}}(\varphi, \psi)}{N(\varphi, \psi)}$$

Les applications aux mesures de texture de steelcord sont présentées dans le chapitre 3.

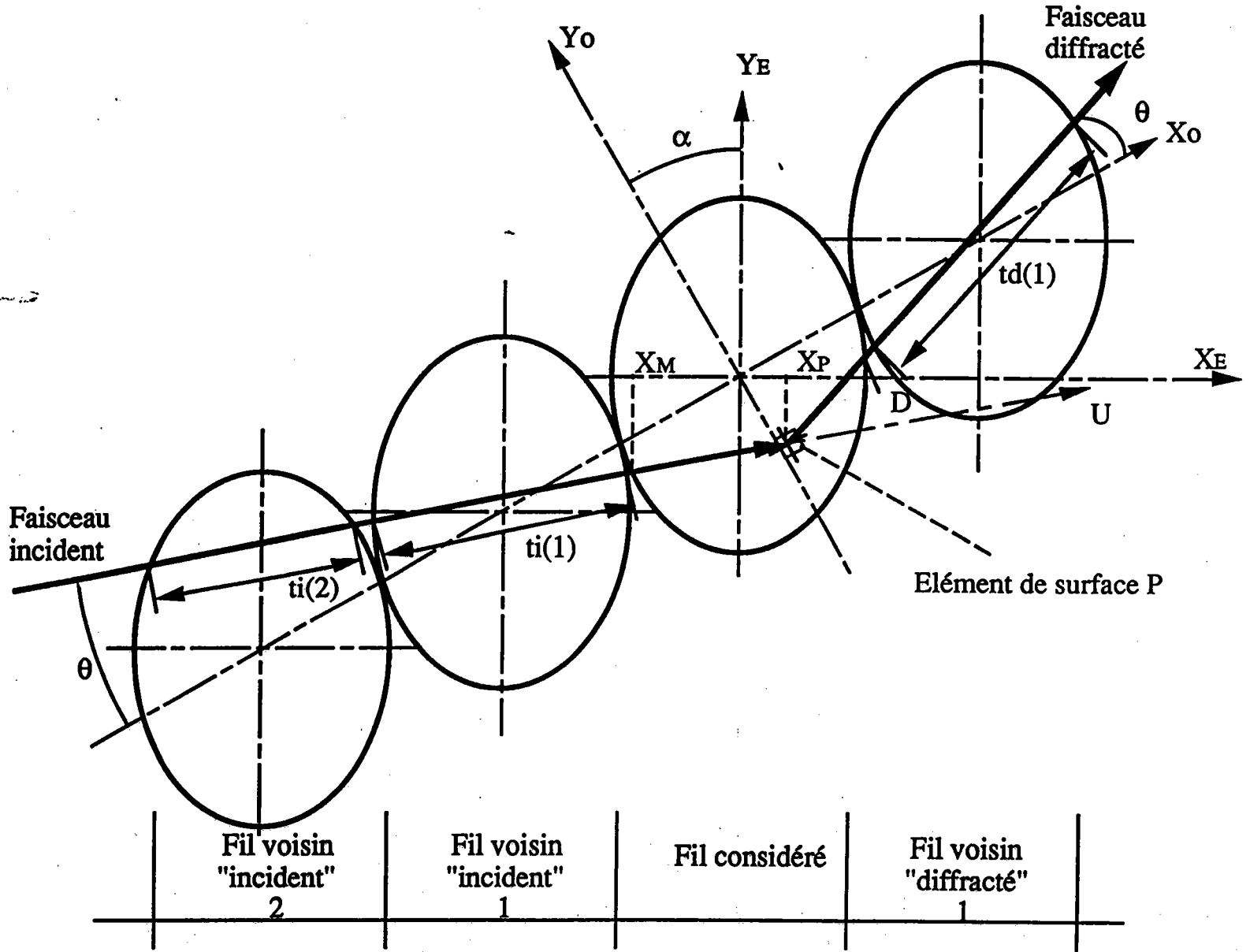


Figure n°2.13 : cas d'un échantillon standard.
 Les paramètres correspondant au fil considéré ont été représentés dans la figure n°2.12.

3) APPLICATION DES CORRECTIONS D'ABSORPTION AU STEELCORD.

Pour montrer l'importance des corrections d'absorption et de volume diffractant dans la mesure de la texture de fils fins et mettre en évidence l'hétérogénéité de texture provoquée par le procédé d'élaboration, nous appliquons les calculs du chapitre 2 à la mesure de texture cristallographique du steelcord (50). Ce fil d'acier de très faible diamètre (0,2 mm) tréfilé à froid est utilisé dans la fabrication de renforts de pneumatiques.

Les mesures de texture sont effectuées sur une série de fils issus de la fabrication du steelcord.

3.1) Caractéristiques du steelcord et de la texture de fibre.

Pour faciliter l'interprétation de la texture cristallographique obtenue sur des échantillons de steelcord à l'aide des corrections de volume diffractant, nous présentons rapidement le principe de mise en forme de ce fil. Notons toutefois que les détails de la technique de fabrication du steelcord sont présentés dans la deuxième partie de la thèse.

3.1.1) Le steelcord

Le tréfilage est un procédé de mise en forme qui consiste à amincir un fil en forçant son passage dans un cône (filière) par traction (figure n° 3.1). La section du fil est ainsi réduite et le métal s'allonge.

Plusieurs filières sont nécessaires pour obtenir le diamètre final.

Le taux d'écroutissage du fil devenant trop important après plusieurs filières, un traitement thermique permet de poursuivre la réduction de section.

La fabrication du steelcord nécessite par exemple 2 traitements thermiques et 30 filières environ pour passer du diamètre 5,5 mm initial au diamètre 0,2 mm final. Un laitonnage est également nécessaire pour garantir une bonne adhérence du fil à la gomme du pneumatique.

Le steelcord est un fil d'acier XC 70 à structure perlitique contenant 85% de ferrite (Fe) et 15% de cémentite (Fe_3C). La limite de rupture atteinte par ce fil est de 3000 MPa environ lorsque le diamètre est de 0,2 mm.

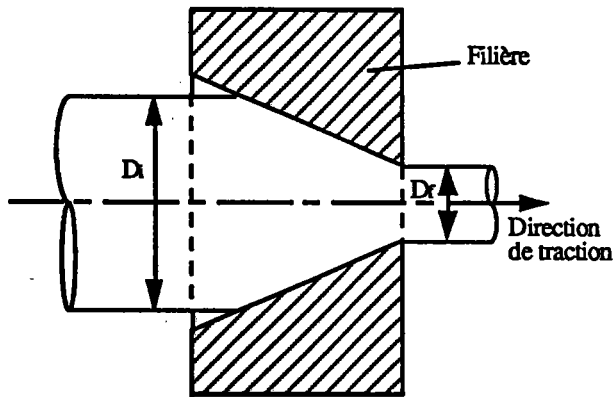


Figure n°3.1 : Principe du tréfilage. D_i = diamètre initial, D_f = diamètre final.

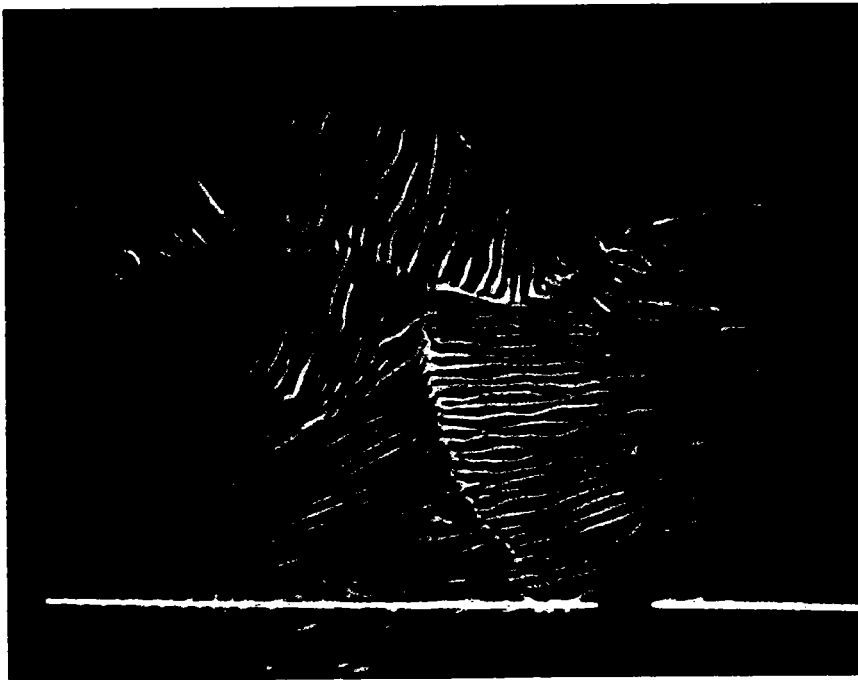


Figure n°3.2. Micrographie de la coupe longitudinale d'un fil d'acier XC 70 de 5,5 mm de diamètre. On remarque parfaitement la structure perlitique lamellaire de chaque grain. Grossissement : x 7500

Au cours de sa mise en forme, la structure de perlite lamellaire de ce fil (chaque grain est composé d'une superposition de lamelles de ferrite et de cémentite : figures n° 3.2 et 3.3) nous permet d'associer son comportement à celui d'un matériau composite à matrice métallique. Supposons que les inclusions correspondent aux lamelles de cémentite, et que la matrice métallique soit la ferrite. Au cours de la déformation, les inclusions plus dures que la matrice se déforment peu. La ferrite, élément ductile subit de fortes déformations dans des directions préférentielles (45). Nous mettrons en évidence l'orientation de la ferrite par diffraction de rayons X.

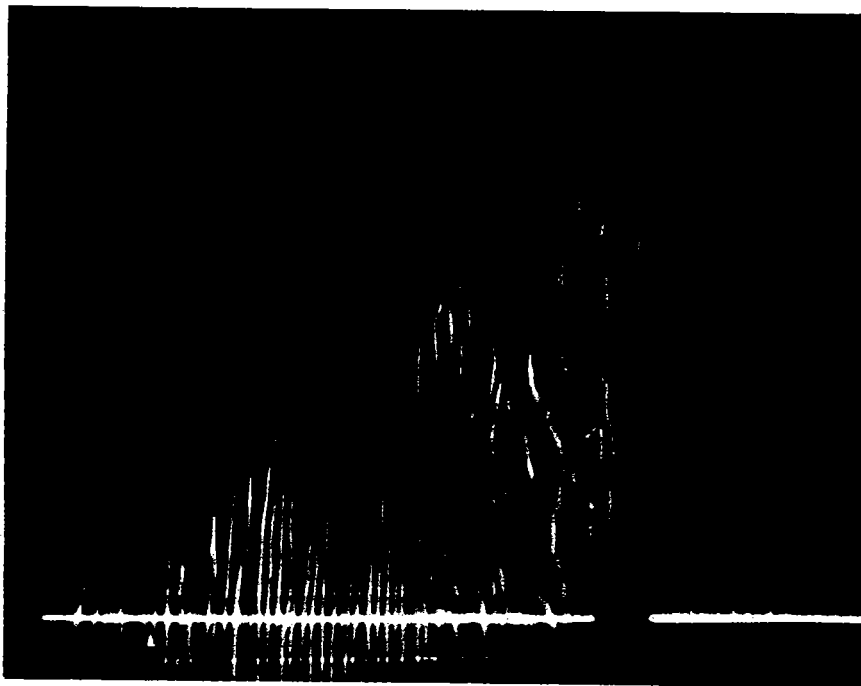


Figure n°3.3 Micrographie de la coupe longitudinale d'un fil d'acier XC 70 de 3 mm de diamètre. Les grains s'allongent et la perlite s'oriente dans la direction de traction après 5 passes de tréfilage. Grossissement : x 7500.

3.1.2) La texture de fibre

La ferrite (Fe_{α}) cristallise dans le réseau cubique centré. L'expérience a montré que le tréfilage confère à une structure métallique cubique centrée une texture de révolution d'axe $\langle 110 \rangle$

(46,47) : tous les grains de ferrite ont une direction $[110]$ de leur réseau cristallin parallèle à l'axe du fil.

Pour représenter cette texture, isolons tout d'abord la maille cubique centrée de paramètres (a,b,c) et plaçons les normales aux plans $\{110\}$:

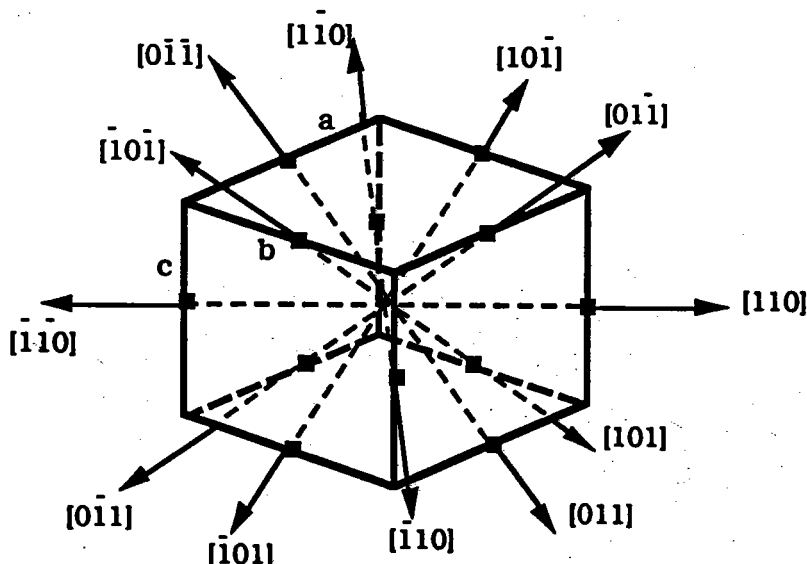
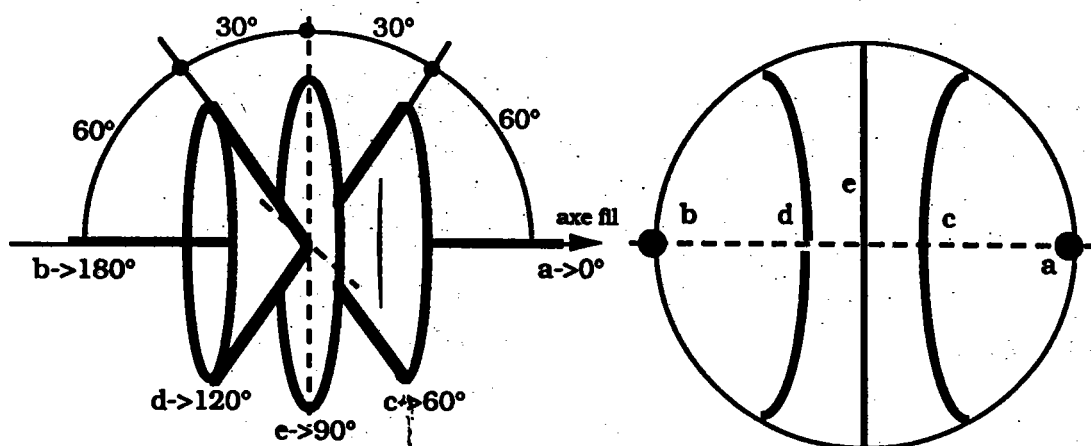


Figure n°3.4: la maille cubique et ses directions $[110]$

Si le fil possède une texture de fibre homogène, les normales aux plans $\{110\}$ engendrent 5 surfaces coniques de demi-angles au sommet respectivement égaux à 0° , 60° , 90° , 120° et 180° (Figure n° 3.5), de part la multitude de grains constituant le fil.



Répartition des normales aux plans $\{110\}$ autour de l'axe du fil.

F.D.P. $\{110\}$ correspondante

Figure n°3.5 : répartition des normales aux plans $\{110\}$ et figure de pôle correspondante

La figure de pôles correspondante est constituée d'un diamètre (cône e à 90°), de deux arcs symétriques par rapport à celui-ci (cônes c et d à 60° et 120°) et de deux points (cônes a et b à 0° et 180°). De plus, le diamètre e est deux fois moins intense que les arcs d et c et n fois moins intense que les points a et b ($n =$ nombre fonction du balayage de la figure de pôles).

De la même façon, la mesure de la densité des plans $\{100\}$, pour une fibre $\langle 110 \rangle$, engendre la figure n° 3.6. Les cônes sont de $45^\circ, 90^\circ$ et 135° , et possèdent des intensités égales.

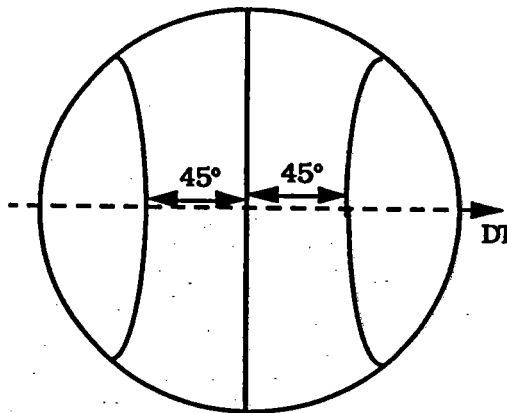


Figure n° 3.6 : F.D.P. (100) d'une fibre $\langle 110 \rangle$

Observons à présent la texture issue du steelcord.

3.2) Résultats expérimentaux

Deux fils sont analysés :

- un fil de 1,37 mm de diamètre prélevé après 12 passes de tréfilage (Ech. GF comme gros fil),
- un fil de 0,25 mm final (le steelcord) (Ech. PF comme petit fil).

Pour chacun de ces fils, nous avons mesuré les figures de pôles (110) et (200) :

- à la surface du fil (diamètre 1,37 et 0,25 mm),
- au coeur du fil (diamètre 0,3 et 0,01 mm),
- à une profondeur intermédiaire (diamètre 1,1 et 0,2 mm).

3.2.1) Technique de réduction

Le fil est préalablement délaitonné (cas du diamètre 0,25 mm uniquement) dans un bain composé d'amoniac et de persulfate d'amonium, afin d'éviter la superposition aux intensités d'un bruit de fond provenant du laiton et l'absorption des rayons X dans la couche superficielle de laiton.

Le diamètre des fils est ensuite réduit par attaque chimique. Pour cela, le dispositif suivant a été mis au point (figure n° 3.7) :

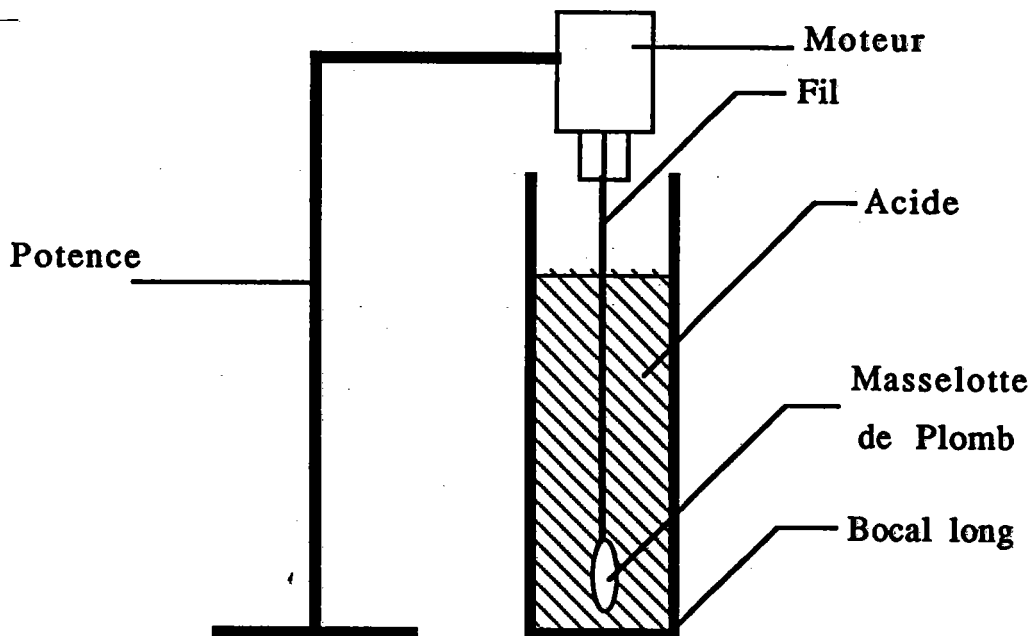


figure n°3.7 : dispositif de réduction de section du fil.

Le fil est tendu par une masselotte de plomb et soumis à un mouvement de rotation continu dans un bain d'acide nitrique dilué. L'attaque peut être considérée uniforme dans la zone située entre la masselotte et la surface du bain.

Le contrôle du diamètre est effectué par micromètre.

Plus la réduction est importante, plus l'erreur de cylindricité est élevée. Ce montage garantit une erreur inférieure à 10% pour une réduction de diamètre de 80%.

Les diamètres sont repérés par le diamètre réduit et le diamètre initial. Par exemple, l'échantillon GF de diamètre 1,37 mm réduit au diamètre 0,3 mm sera noté "fil 0,3/1,37 mm". Un fil non réduit se sera noté par exemple : "fil 1,37/1,37 mm".

3.2.2) Technique de mesure

Pour respecter les hypothèses de calcul des coefficients de correction :

- les mesures sont effectuées à l'aide d'un goniomètre de texture fonctionnant en réflexion selon la géométrie de Schulz,
- le faisceau incident a une section circulaire,
- l'échantillon est constitué d'un ensemble de fils jointifs,
- le nombre de fils baignés est grand devant le diamètre du faisceau,
- une translation est appliquée à l'échantillon, perpendiculairement à l'axe des fils, afin d'irradier un plus grand nombre de fils,

La mesure par réflexion engendre une figure de pôles "incomplète" : la déclinaison ψ maximale est de 80° (pointillés sur les figures).

Remarques :

- on utilise la longueur d'onde $\lambda K\alpha$ d'un tube à anticathode de fer,
- avec une telle longueur d'onde, la profondeur de pénétration des rayons X dans le fil est de $10\mu\text{m}$ (90% de l'intensité diffractée).

3.2.3) présentation des résultats

Nous présentons côte à côte 4 figures :

- la figure de pôles mesurée (Fig. a),
- la figure de pôles des coefficients de correction calculés (Fig. b),
- la figure corrigée (Fig.c) résultant de l'opération :

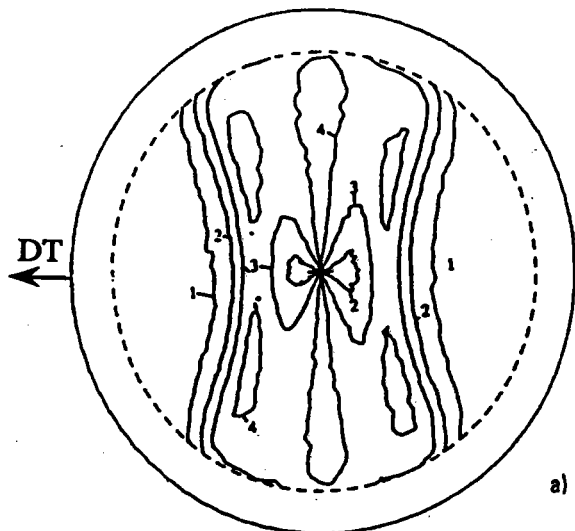
$$I_{\text{corrigée}}(\varphi, \psi) = \frac{I_{\text{mesurée}}(\varphi, \psi)}{N(\varphi, \psi)}$$

- la figure de pôles corrigée d'une seconde famille de plans (fig. d).

Remarque : les facteurs $N(\varphi, \psi)$ sont représentés dans les coordonnées d'une figure de pôles (figure b) : à chaque couple d'angles (φ, ψ) de la figure de pôles mesurée correspond un facteur correctif $N(\varphi, \psi)$.

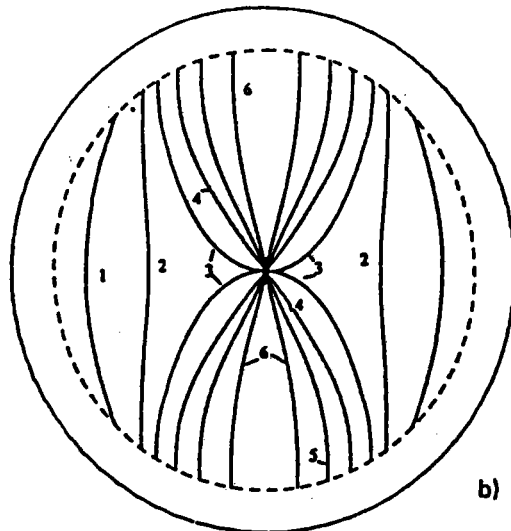
SURFACE GF

F.D.P. (110) Mesurée



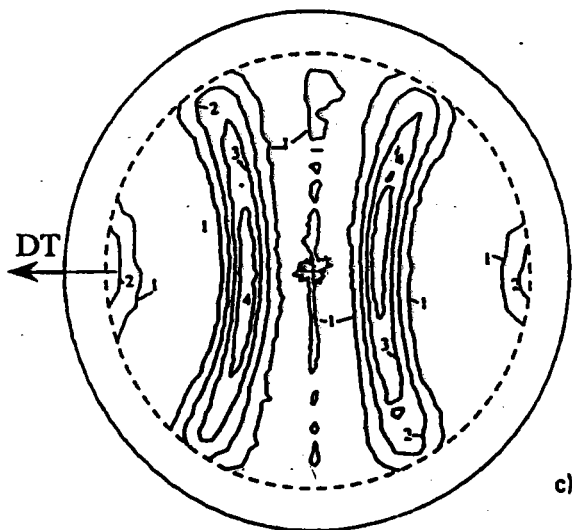
LEVEL 1 - 400.000 Mini: 118.000
 LEVEL 2 - 700.000
 LEVEL 3 - 1100.000
 LEVEL 4 - 1700.000 Maxi: 2090.000

Coefficients N correspondants



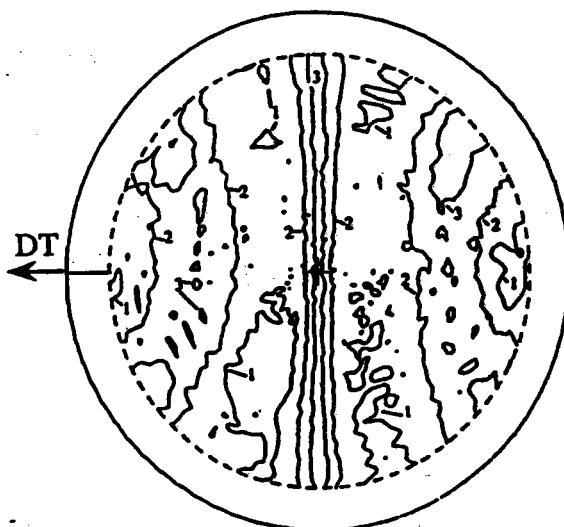
LEVEL 1 - 400.000
 LEVEL 2 - 700.000 Mini: 253.300
 LEVEL 3 - 1000.000
 LEVEL 4 - 1400.000
 LEVEL 5 - 1800.000 Maxi: 2690.100
 LEVEL 6 - 2300.000

Coefficient N x 1000 : (niveau 1000 → 1)



LEVEL 1 - 750.000 Mini: 410.578
 LEVEL 2 - 1000.000
 LEVEL 3 - 1300.000 Maxi: 1870.645
 LEVEL 4 - 1600.000

F.D.P. (110) Corrigée

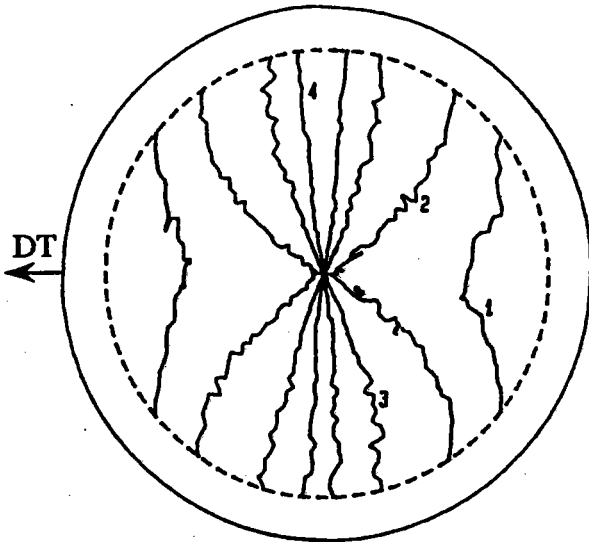


LEVEL 1 - 1100.000 Mini: 995.195
 LEVEL 2 - 1300.000
 LEVEL 3 - 1500.000 Maxi: 1778.692

F.D.P. (200) Corrigée

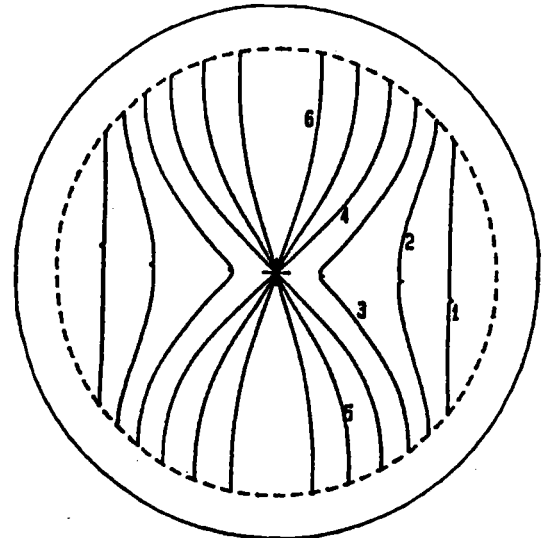
Figure n°3.8 : figures de pôles (110) et (200) de l'échantillon GF mesurées à la surface (notation : fil 1,37/1,37 mm).

INTERMEDIAIRE GF



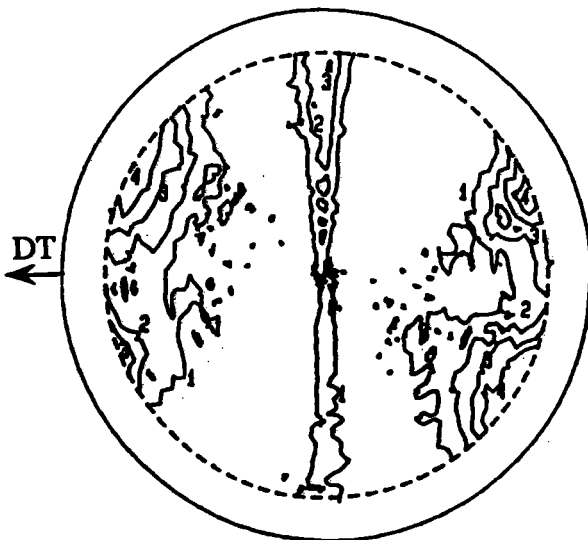
F.D.P. (200) Mesurée

Niveau 1 = 800
 Niveau 2 = 1300
 Niveau 3 = 1900
 Niveau 4 = 2400



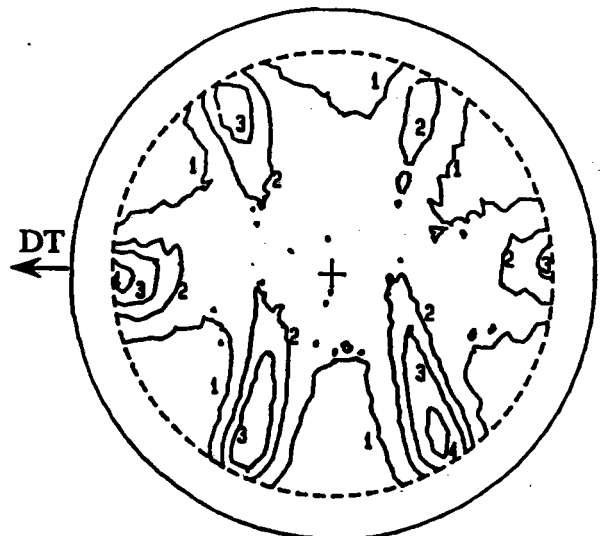
Coefficients N correspondants

Niveau 1 = 0,4
 Niveau 2 = 0,7
 Niveau 3 = 0,9
 Niveau 4 = 1,2
 Niveau 5 = 1,4
 Niveau 6 = 1,7



F.D.P. (200) Corrigée

Niveau 1 = 1300
 Niveau 2 = 1450
 Niveau 3 = 1550
 Niveau 4 = 1700

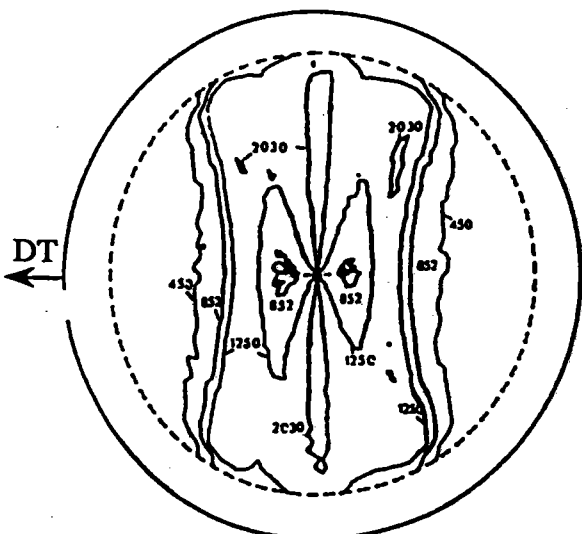


F.D.P. (110) Corrigée

Niveau 1 = 750
 Niveau 2 = 1100
 Niveau 3 = 1400
 Niveau 4 = 1900

Figure n°3.9 : figures de pôles (110) et (200) de l'échantillon GF mesurées au diamètre 1,1 mm (notation 1,11,37 mm)

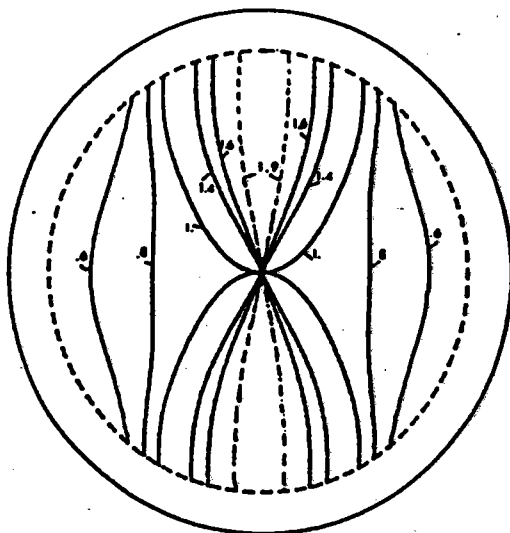
CENTRE GF



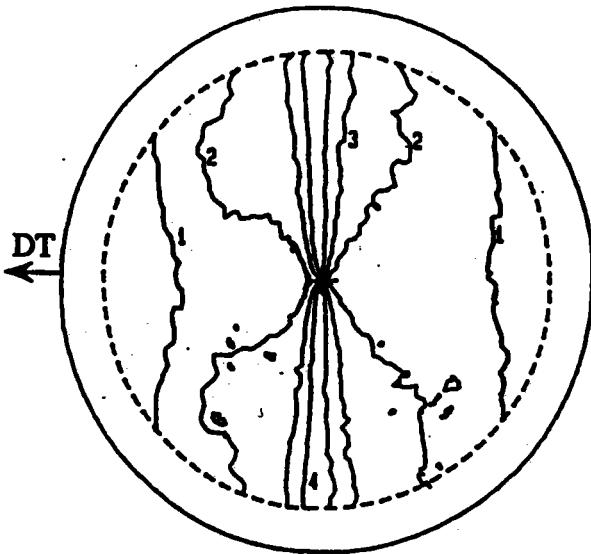
Maxi - 2379
 Mini - 110

a)

F.D.P. (110) Mesurée

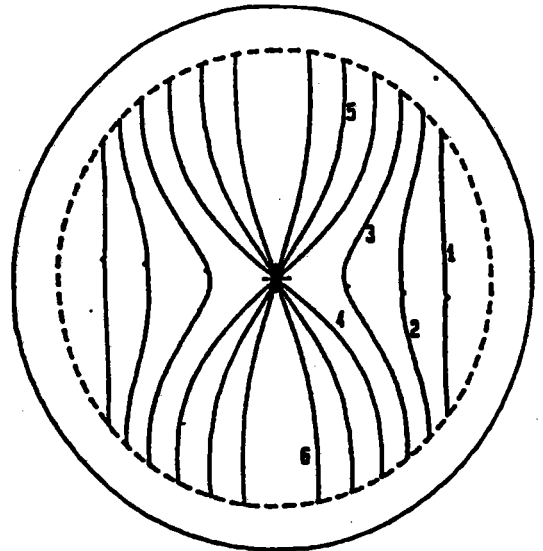


SURFACE PF



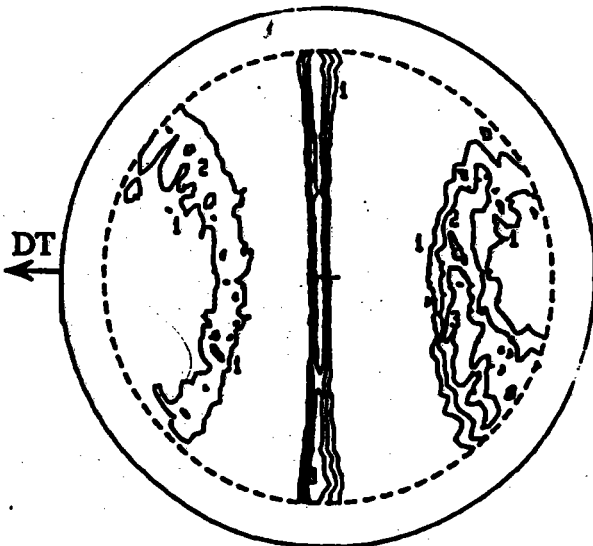
F.D.P. (200) Mesurée

Niveau 1 = 800
 Niveau 2 = 1300
 Niveau 3 = 1700
 Niveau 4 = 2200



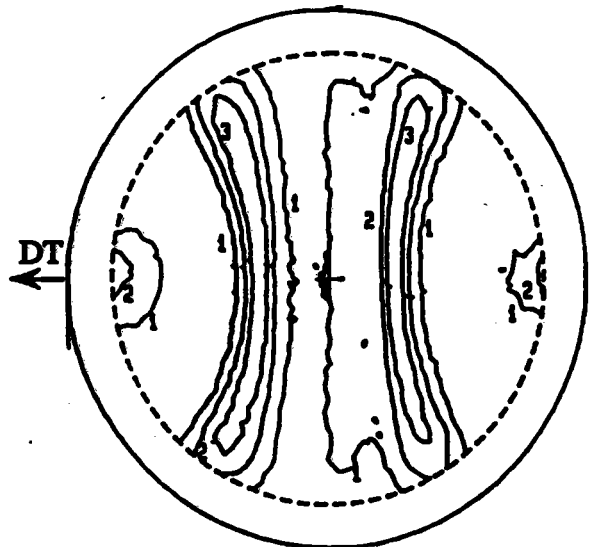
Coefficients N correspondants

Niveau 1 = 0,5
 Niveau 2 = 0,7
 Niveau 3 = 0,9
 Niveau 4 = 1,1
 Niveau 5 = 1,2
 Niveau 6 = 1,4



F.D.P. (200) Corrigée

Niveau 1 = 1300
 Niveau 2 = 1400
 Niveau 3 = 1500

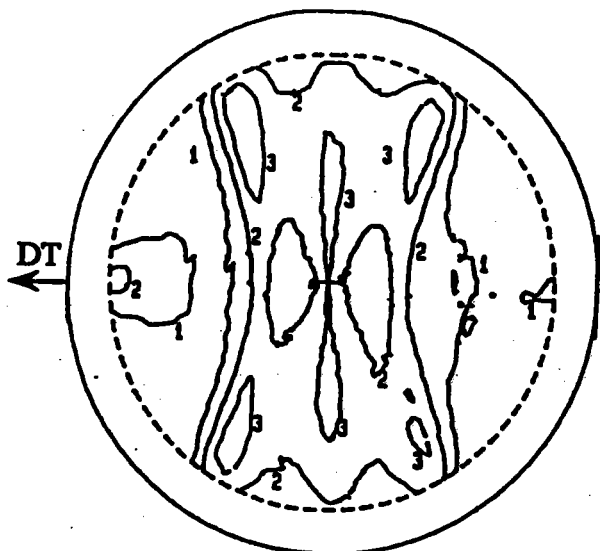


F.D.P. (110) Corrigée

Niveau 1 = 950
 Niveau 2 = 1350
 Niveau 3 = 1800

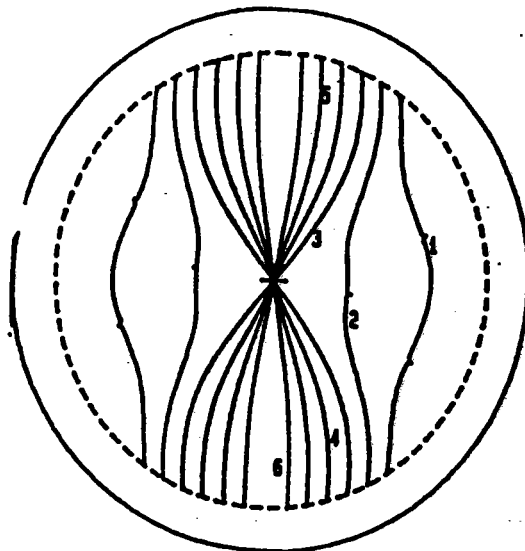
Figure n°3.11 : figures de pôles (110) et (200) de l'échantillon PF mesurées en surface (notation fil 0,25/0,25 mm)

INTERMEDIAIRE PF



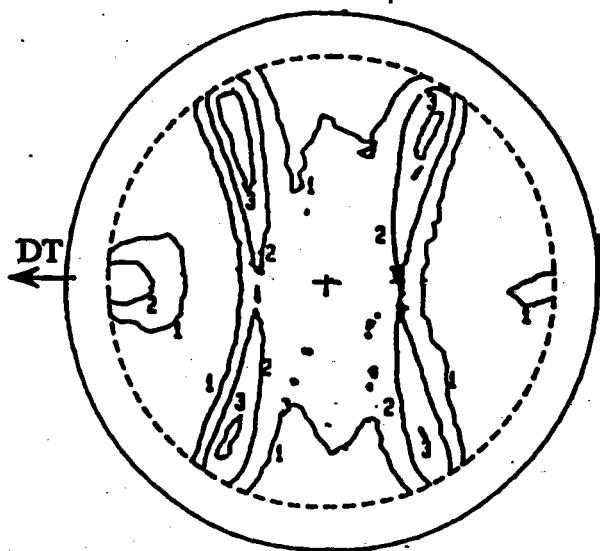
F.D.P. (110) Mesurée

Niveau 1 = 800
 Niveau 2 = 1400
 Niveau 3 = 2200



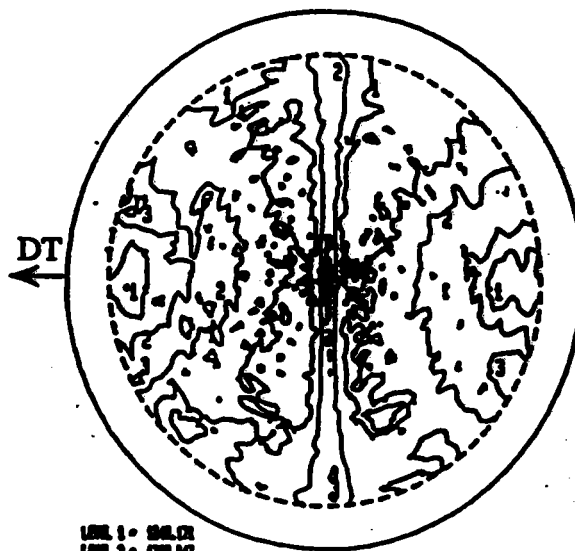
Coefficients N correspondants

Niveau 1 = 0,7
 Niveau 2 = 0,9
 Niveau 3 = 1,1
 Niveau 4 = 1,3
 Niveau 5 = 1,5
 Niveau 6 = 1,7



F.D.P. (110) Corrigée

Niveau 1 = 1100
 Niveau 2 = 1700
 Niveau 3 = 2400

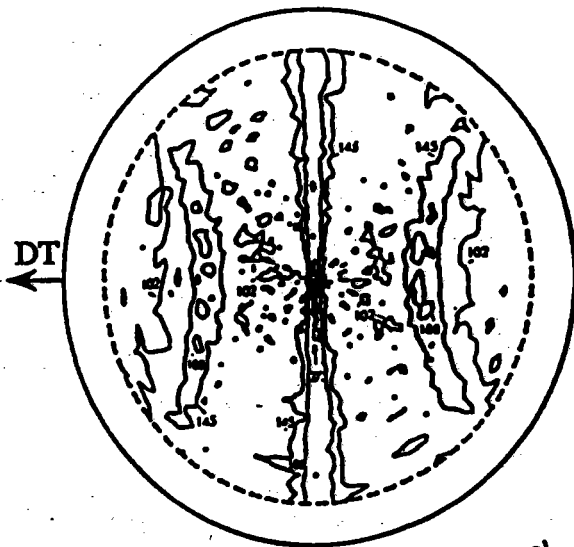


LOVE 1 = 194,01
 LOVE 2 = 102,10
 LOVE 3 = 194,93

F.D.P. (200) Corrigée

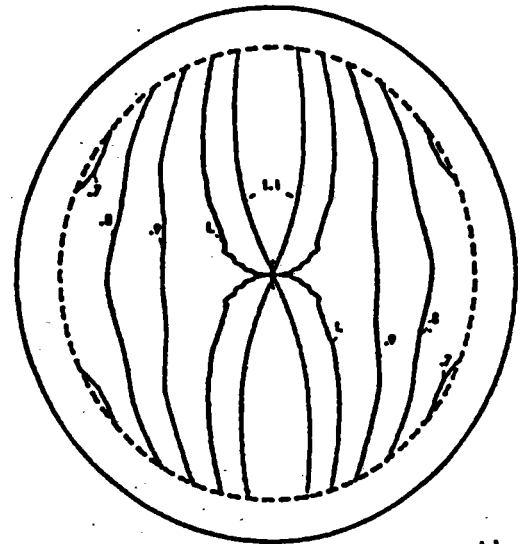
Figure n°3.12 : figures de pôles (110) et (200) de l'échantillon PF mesurées au diamètre 0,2 mm
 (notation : fil 0,2/0,25 mm)

COEUR PF.



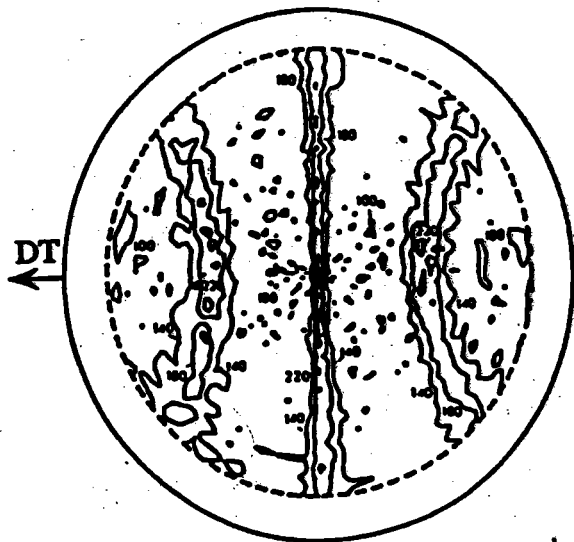
F.D.P. (200) Mesurée

a)



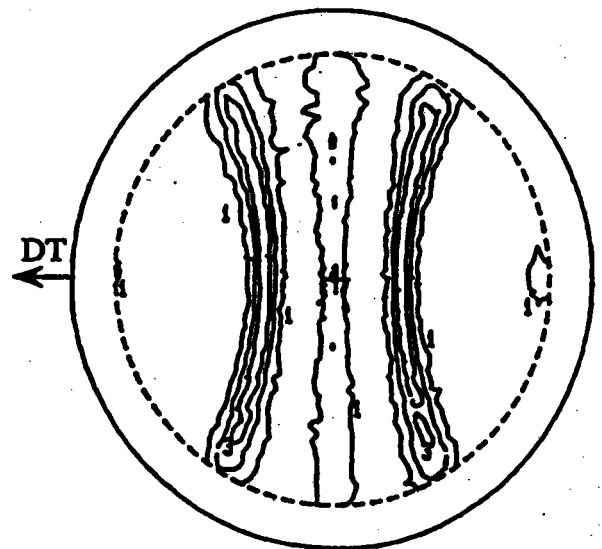
Coefficients N correspondants

b)



F.D.P. (200) Corrigée

c)



F.D.P. (110) Corrigée

Niveau 1 = 120

Niveau 2 = 220

Niveau 3 = 350

Figure n°3.13 : figures de pôles (110) et (200) de l'échantillon PF mesurées au diamètre 0,1 mm
 (notation : fil 0,110,25 mm)

3.3) Examen des figures

Observons les différentes figures rencontrées.

3.3.1) Les figures mesurées

L'ensemble des figures rencontrées présentent des écarts très importants par rapport à une figure de pôles de texture d'axe de fibre $\langle 110 \rangle$. Plusieurs cas peuvent se présenter :

- les cônes sont présents, mais on ne retrouve pas les densités correspondantes :

Ech. PF (coeur),

- les cônes sont perceptibles mais irréguliers et les niveaux ne coïncident pas : Ech.

GF (coeur et surface),

- la symétrie de révolution représentative de la fibre a totalement disparu et un décalage de l'axe de fibre apparaît : Ech. PF et GF (intermédiaire).

3.3.2) Les facteurs $N(\varphi, \psi)$

La figure déduite de ces facteurs serait la figure de pôles mesurée d'un échantillon constitué d'un ensemble de fils isotropes de forme et matériau identiques à ceux de la figure mesurée associée (a). En effet, d'après la relation [5], on remarque facilement que, pour un échantillon isotrope ($K(\varphi, \psi) = 1$) :

$$I_{\text{mesurée}}(\varphi, \psi) = C \cdot N(\varphi, \psi)$$

avec $C = i \cdot A(0,0)$.

C est une constante représentant l'intensité diffractée par un volume diffractant constant $A(0,0)$ isotrope.

a) *Vérification expérimentale des facteurs $N : (\varphi, \psi)$:*

Deux méthodes nous permettent de vérifier les valeurs de $N(\varphi, \psi)$:

* rendre l'échantillon isotrope et mesurer sa texture :

M. FRANCOIS (48) effectue des mesures de texture d'échantillons de steelcord austénisé et trempés plusieurs fois afin d'éliminer la texture de tréfilage. Ses résultats montrent la concordance des figures de pôles de coefficients de correction avec celles d'un fil supposé isotrope. Ses calculs de coefficients de correction semblent comparables à ceux que nous avons déjà présentés (50).

* mesurer la texture cristallographique de la cémentite:

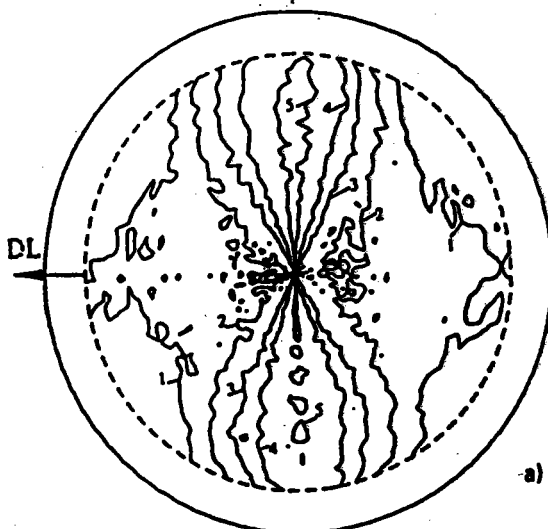
Compte tenu de la difficulté d'obtenir un échantillon réellement isotrope, nous avons préféré mesurer la texture de la cémentite, deuxième constituant des fils.

$$\text{Ecart type : } S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n |F_{\text{exp}}(x_i) - F_{\text{calc}}(x_i)|}{n}} = 0.05558$$

$$\text{Indice de qualité : } R_p = \frac{\sum_{i=1}^n |F_{\text{exp}}(x_i) - F_{\text{calc}}(x_i)|^2}{\sum_{i=1}^n F_{\text{exp}}(x_i)} = 0.0032477$$

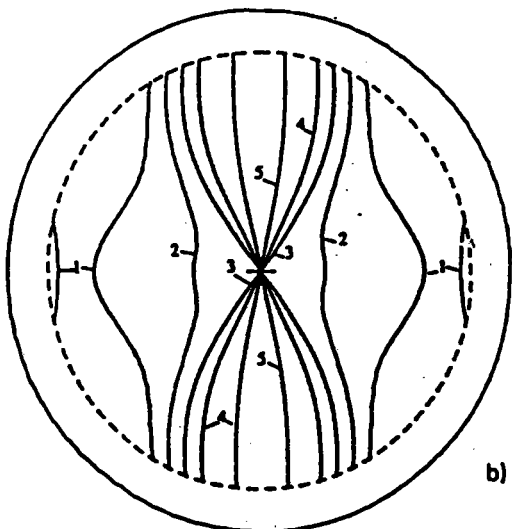
avec :

n = nombre de points de mesure de la figure de pôles
 $F_{\text{exp}}(x)$ = valeurs expérimentales (ici mesurées (φ, ψ))
 $F_{\text{calc}}(x)$ = valeurs calculées (ici $N(\varphi, \psi)$)



LEVEL 1 - 0.645 Mini: 0.441,
 LEVEL 2 - 0.836
 LEVEL 3 - 1.027
 LEVEL 4 - 1.217 Maxi: 1.803
 LEVEL 5 - 1.599

Collimateur - ϕ 1 mm
 Anticathode : fer
 $2\theta = 50.75^\circ$
 DL - axe de tréfilage



LEVEL 1 - 0.644
 LEVEL 2 - 0.906 Mini: 0.469
 LEVEL 3 - 0.972
 LEVEL 4 - 1.135
 LEVEL 5 - 1.463 Maxi: 1.639

Figure n°3.14 : texture de la cémentite en comparaison avec les facteurs N correspondants.

La cémentite, de structure orthorhombique possède des raies de diffraction d'angles de Bragg très voisins. De ce fait, un grand nombre de plans cristallographiques différents diffractent dans la fenêtre du compteur. Ce massif de raies est choisi de sorte qu'il ne contienne aucune raie de diffraction de la ferrite.

La multitude des raies observées simultanément prend en compte la majeure partie des composantes de texture de la cémentite, simulant ainsi un échantillon isotrope. La figure n°3.14 a) est la figure de l'ensemble des pôles (200), (120), (121), (112), (021) de la cémentite pour des fils de 0,2mm de diamètre. La figure n°3.14 b) présente les coefficients N calculés correspondants.

L'excellente corrélation entre les deux figures (coefficient de corrélation = 0,9851 (obtenu par régression linéaire au sens des moindres carrés) et indice de qualité = 0,0032) démontre la validité des calculs de $N(\varphi, \psi)$.

b) Domaines d'utilisation des facteurs N :

Pour mieux saisir l'importance des corrections d'intensité, et compléter les exemples précédents, la figure n°3.15 présente l'évolution des maxima et minima du facteur $N(\varphi, \psi)$ en fonction du diamètre du fil, et ceci pour la mesure des plans (110) avec un faisceau incident ayant la longueur d'onde K_{α} du fer.

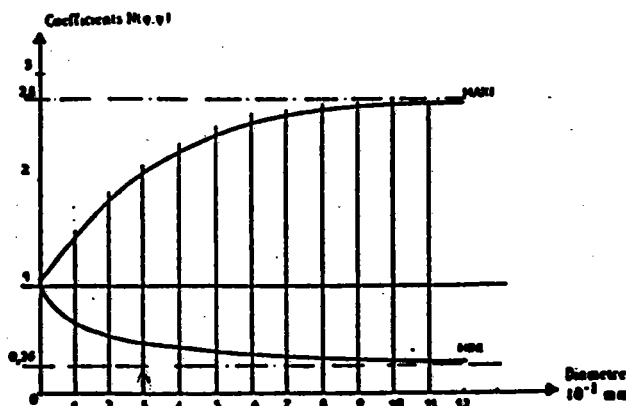


Figure n°3.15 : Maxima et minima des facteurs N en fonction de D (diamètre du fil) pour la longueur d'onde $\lambda K_{\alpha} Fe$ et lorsque les plans (110) sont visés.

L'horizontale d'ordonnée 1 représente le cas d'un échantillon plan (aucune correction d'absorption et de volume diffractant au cours du mouvement).

Nous constatons que ces courbes tendent vers le cas de l'échantillon plan pour de très faibles diamètres (vérifié par le fait que la juxtaposition de fils extrêmement fins conduit à un plan).

Outre l'importance considérable de la correction pour les grands diamètres, on remarque que les petits diamètres ($D < 0.1$ mm) nécessitent une correction non négligeable de l'intensité mesurée.

F. LANGOUCHE et al (49) ont récemment proposé des facteurs de correction d'intensité diffractée similaires aux nôtres. Toutefois, le parcours t des faisceaux à travers le volume diffractant ne dépend pas des fils environnants. En fait, cette hypothèse est justifiable lorsque le produit μR est supérieur à 3 (μ est le coefficient d'absorption linéaire et R le rayon du fil). Dans tous les autres cas, la prise en compte de l'influence des fils voisins est indispensable pour minimiser les erreurs sur le calcul des facteurs N .

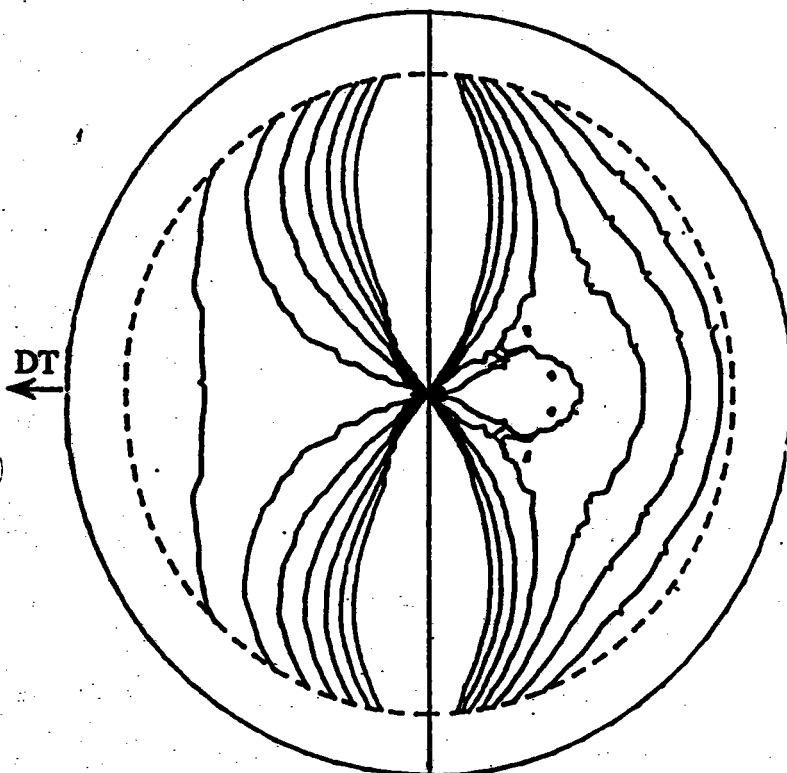


Figure n°3.16 : Facteurs $N(\varphi, \psi)$ correspondant à la mesure de la figure de pôles (111) d'un fil d'aluminium de 0,098 mm de diamètre. A gauche, les calculs ne tiennent pas compte des fils voisins. A droite : prise en compte des fils voisins d'après nos calculs.

La figure n° 3.16 montre l'écart possible dans les valeurs de N lorsque le calcul tient compte ou non des fils voisins. Les données sont celles de la mesure de la figure de pôles (111) d'un fil d'aluminium de 0,098 mm à l'aide d'un faisceau de longueur $\lambda K\alpha$ du molybdène. Dans ce cas, nous avons $\mu R = 1,3$. Nous remarquons bien l'importance de la prise en compte des fils voisins dans le calcul des facteurs $N(\varphi, \psi)$.

3.3.3) Les figures corrigées

Après correction, deux cas se présentent :

1) on retrouve les cônes et les densités correspondantes à une texture de fibre homogène : échantillon PF et GF (cœur et surface).

2) la symétrie cylindrique n'est pas présente et le décalage angulaire persiste : échantillons n° PF et GF (intermédiaire).

Dans ces deux cas, nous avons déterminé la fonction de distribution des orientations à l'aide de la méthode Vectorielle d'analyse quantitative de la texture. Les spectres de texture qui en résultent sont présentés dans les figures n° 3.18a et 3.18b.

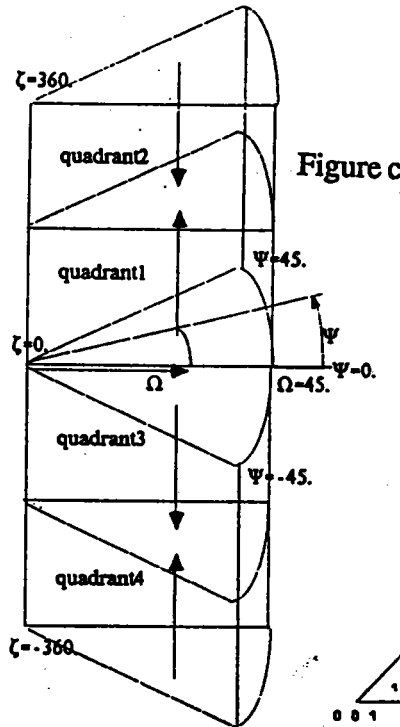
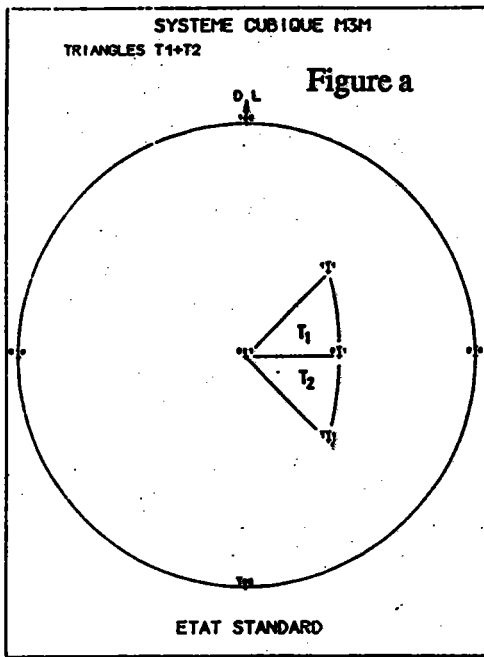
En abscisse ("Axes de fibres" sur les figures) sont portées les orientations $g(\psi, \omega, \zeta)$ considérées. En ordonnée ("Intensités" sur les figures) sont portées les fractions volumiques $f(g)$ correspondantes. De part et d'autre du point central O, l'axe des abscisses est découpé en 28 segments égaux représentant les 28 cases d'aire égale d'un des deux triangles standards de la figure de pôles inverse pour un système cubique $m\bar{3}m$ (figures n° 3.17a et b). Rappelons que la F.D.P. inverse représente la distribution d'un axe du repère macroscopique dans le repère cristallin (2)(11). L'axe macroscopique choisi généralement est la normale à l'échantillon.

Comme le montrent les figures n° 3.17c et d, un spectre de texture se décompose en 4 quadrants. Les quadrants 1 et 2 sont associés au triangle T1 et les quadrants 3 et 4 sont associés au triangle T2 (56). Dans le cas d'un échantillon à symétrie orthorhombique, les fractions volumiques sont réparties de façon symétrique dans chaque quadrant. Si un tel échantillon possède une texture de

fibre idéale d'axe de fibre parallèle à la normale à l'échantillon son spectre de texture sera du type de la figure n° 3.17 d. Si, par contre on observe la distribution d'une autre direction macroscopique du même échantillon, le spectre de texture aura la forme de la figure n° 3.17 e. Ces deux figures caractérisent la même texture.

Dans nos conditions expérimentales, la normale à l'échantillon correspond à une des directions radiales du fil. L'axe de fibre est donc dans une direction perpendiculaire à cette normale, ce qui conduit à un spectre de texture du type de la figure n° 3.17 e.

Le fait de suivre la distribution d'un rayon du fil dans le repère cristallin devrait permettre de caractériser une dissymétrie de la F.D.P. autour de l'axe du fil.



quadrant	ζ values
1	$0 < \zeta < 180$.
2	$180 < \zeta < 360$.
3	$0 > \zeta > -180$.
4	$-180 > \zeta > -360$.

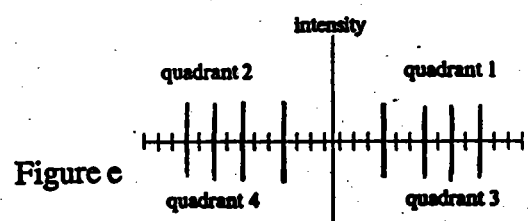
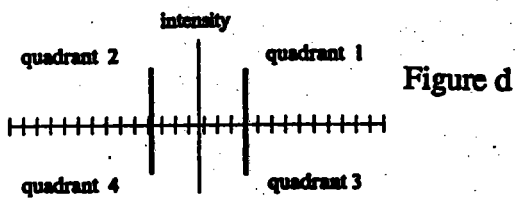
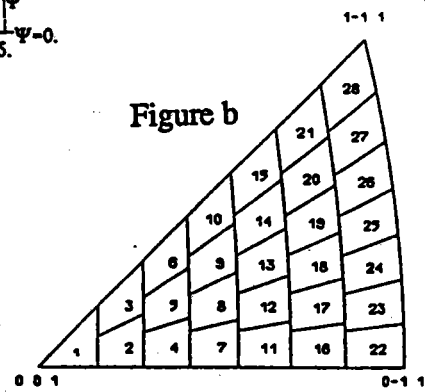


Figure n°3.17 : représentation de la F.D.O. sous forme de Spectre de texture

- a) triangles unitaires de référence dans le cas d'un système cubique m3m.
- b) l'un des triangles unitaires et son découpage en 28 cases d'aire égale.
- c) les symétries de l'échantillon permettent de répartir le volume des orientations en 4 parties représentant les 4 quadrants du spectre de texture.
- d) spectre de texture dans le cas d'un échantillon à symétrie orthorhombique possédant une orientation de fibre idéale.
- e) la même texture lorsqu'on observe la distribution d'une direction macroscopique quelconque.

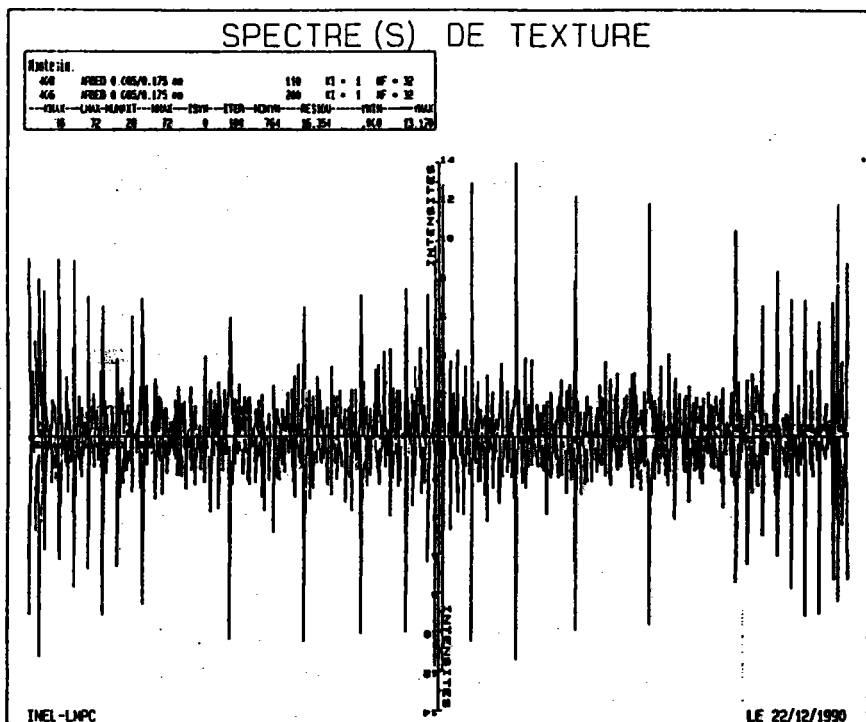


Figure a

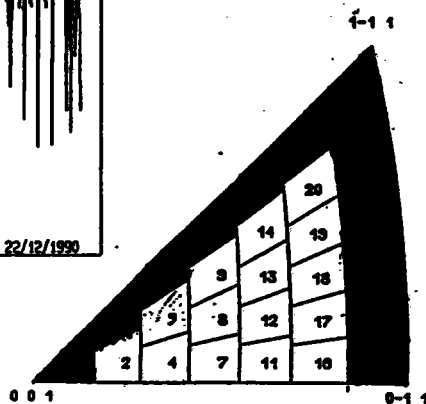


Figure b

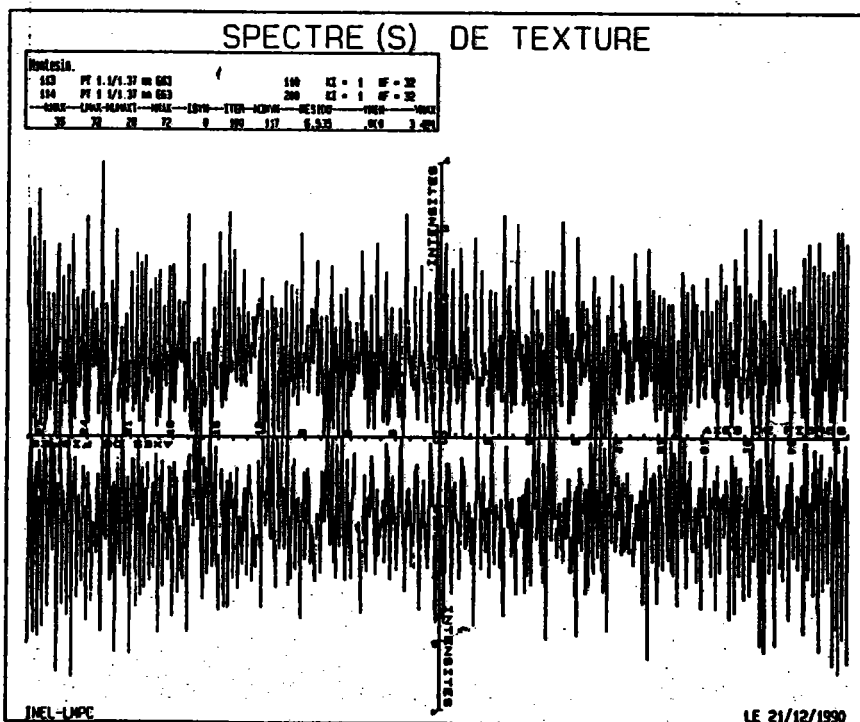


Figure c

Figure n°3.18 : distribution des orientations dans un fil
 a) 1° spectre : fil PF 0,085/0,175 mm (COEUR du fil)
 b) distribution d'une direction radiale dans le triangle T1 (cas du 1° spectre)
 c) 2° spectre : fil GF 1,1/1,37 mm (zone INTERMEDIAIRE)

La figure n°3.18a correspond à l'échantillon PF 0,085/0,175 mm (COEUR). On constate d'apparition d'orientations préférentielles prononcées. Le rayon du fil occupe les cases du triangle standard du type $\langle 11L \rangle$. Ces directions sont toutes dans un plan de type $\{110\}$ ce qui caractérise parfaitement la texture de fibre d'axe $\langle 110 \rangle$ parallèle à l'axe de tréfilage.

La figure n° 3.18b correspond à l'échantillon GF 1,1/1,37 mm (INTERMEDIAIRE). Dans ce cas, il est impossible de distinguer une ou plusieurs orientations préférentielles. Le spectre est quasi uniforme, les intensités sont faibles et on ne retrouve pas les dissymétries de la F.D.P.. Il est impossible de caractériser cette texture.

3.4) Discussion

Tous les exemples présentés montrent des figures mesurées sur lesquelles la symétrie de révolution des orientations est inexistante.

Par contre, après correction, les figures de pôles des échantillons 1 et 2 montrent parfaitement la présence d'une texture de fibre $\langle 110 \rangle$ parallèle à l'axe du fil, à coeur et en surface. Le calcul de la F.D.O. confirme ces résultats. Nous sommes donc en présence, à coeur et en surface de domaines d'épaisseur supérieure ou égale à $10\mu\text{m}$ dans lesquels la texture peut être supposée homogène.

Dans la couche intermédiaire seule, et pour les deux échantillons analysés, la symétrie de révolution reste inexistante même après correction bien que le procédé de fabrication provoque cette symétrie. Deux raisons peuvent être à l'origine de ces observations:

** les coefficients de correction sont mis en cause :*

Nous avons déjà testé nos coefficients de correction (§ 3.3), mais pour éliminer totalement cette éventualité, nous mesurons la figure de pôles (110) à la surface d'un échantillon de fil tréfilé au diamètre 0,2 mm et la F.D.P. d'un fil de même diamètre 0,2/0,25 mm. Les conditions de mesure ainsi que les coefficients de correction sont identiques pour ces deux expériences.

On observe (figure n° 3.19) une texture de fibre homogène à la surface du fil de 0,2 mm et une fibre possédant des anomalies d'intensité pour le fil de 0,2/0,25 mm. Toutes autres conditions étant égales par ailleurs, il en résulte que seule la texture est responsable des anomalies observées.

* la couche analysée contient une texture hétérogène :

Dans ce cas, l'obtention de la texture est rendue complexe par :

-l'impossibilité d'extraire le facteur d'orientation $K(\varphi, \psi)$ de l'intensité mesurée

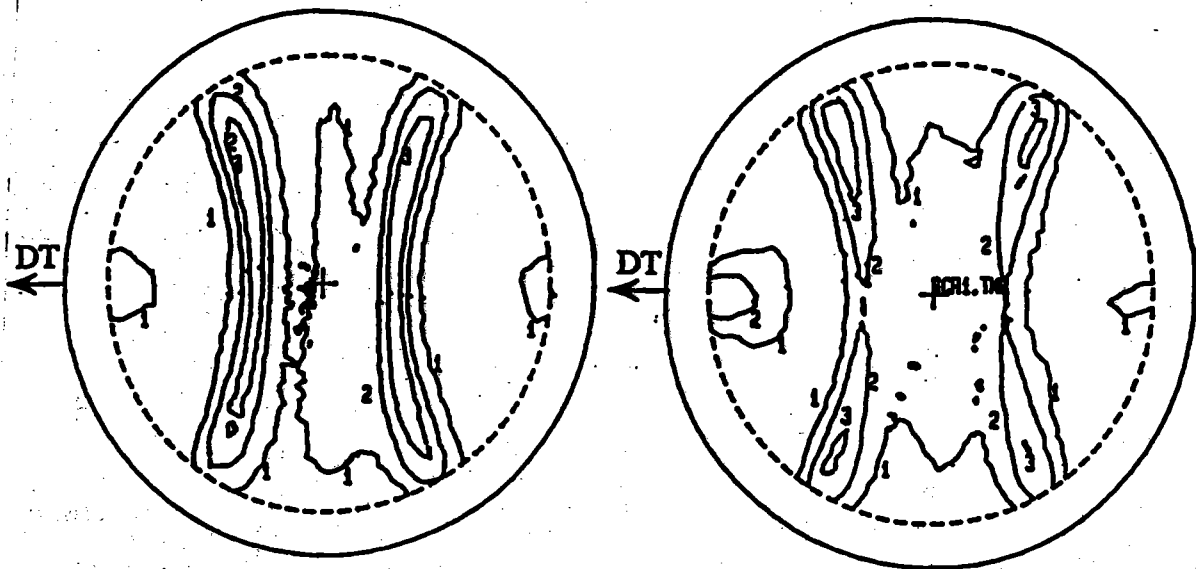
(Cf. chapitre 2 § 2.1.3),

-la difficulté d'employer la F.D.O.. (Cf chap 2 § 213) (hypothèse fondamentale non respectée à s'avoir l'homogénéité en orientation du volume diffractant).

D'une manière générale, nous pouvons déduire de l'examen des F.D.P. et F.D.O. que le fil possède une texture de fibre d'axe $\langle 110 \rangle$ à coeur et en surface. La texture de la couche intermédiaire, par opposition à celles du coeur et de la surface, est d'une nature complexe et son étude fera l'objet du chapitre suivant.

fig. a

Fig. b



Figures n°3.19: figures de pôles (110) d'échantillons de fils 0,2/0,2 mm (a) et 0,2/0,25 mm (b).

4) DOMAINE DE TEXTURE HETEROGENE DANS UN FIL FIN.

Nous avons constaté, dans le chapitre précédent, que la texture varie le long du diamètre d'un fil, faisant apparaître trois domaines d'orientations cristallographiques différents. Nous observons (figure n°4.1) :

- dans une fine couche D1 située à la surface, une texture de fibre d'axe $\langle 110 \rangle$ caractéristique d'un milieu d'orientation homogène et conforme à la géométrie de révolution du matériau,
- au coeur (D2), une texture de fibre $\langle 110 \rangle$ très marquée,
- dans la zone (D3) entre le coeur et la surface, une texture indéterminée reflétant la présence d'un milieu à texture hétérogène.

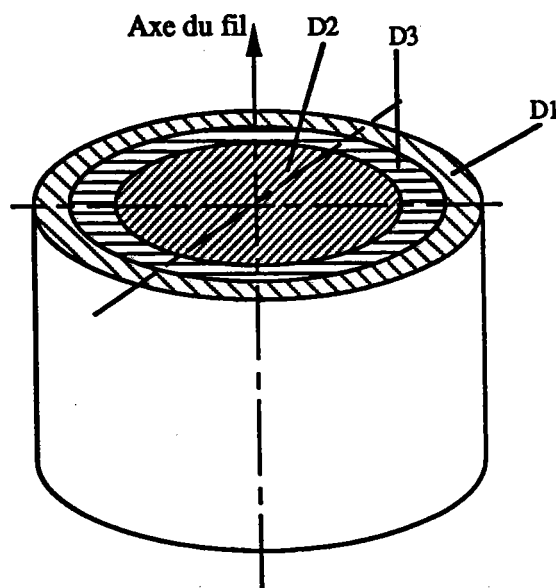
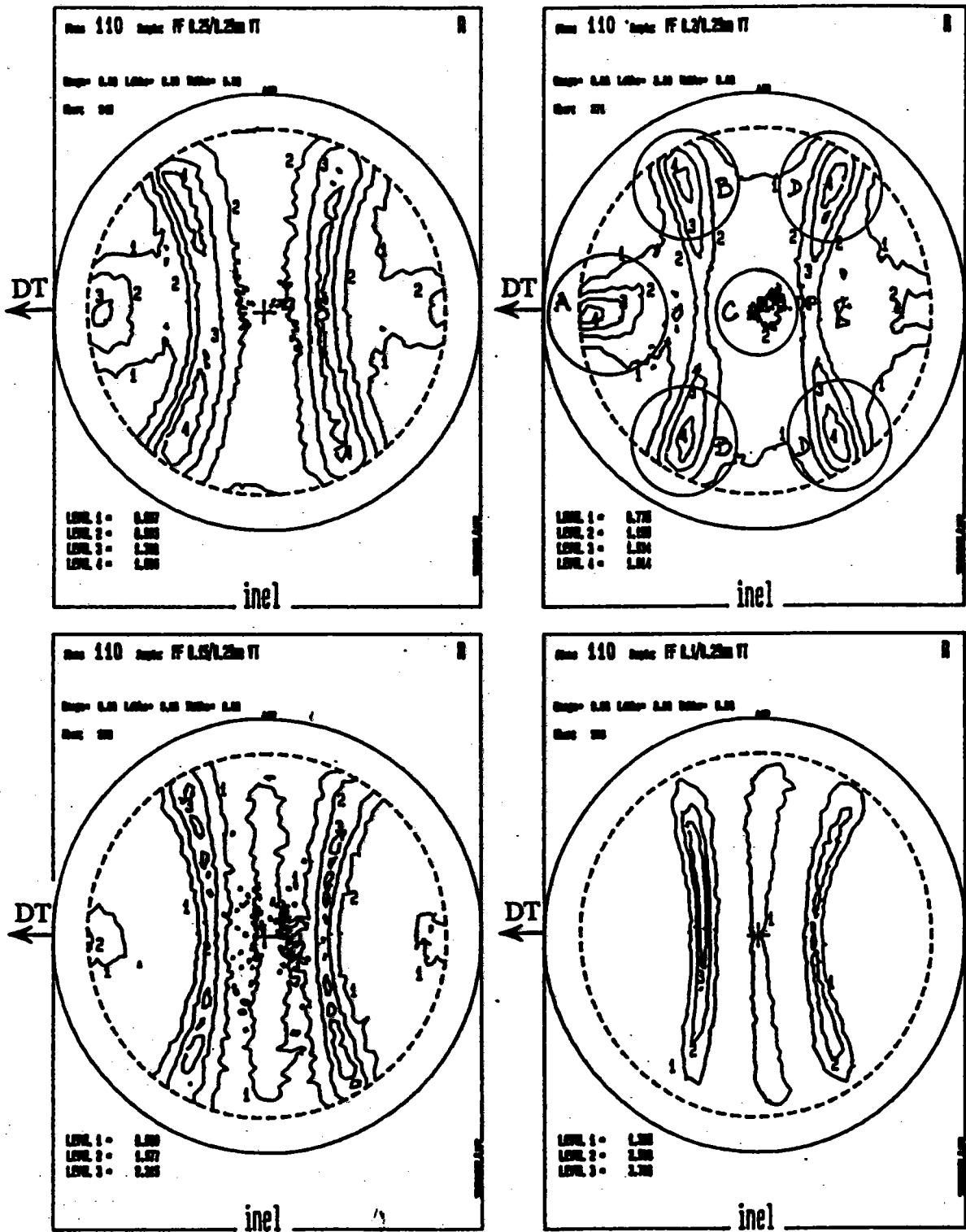


Figure n°4.1 : domaines d'orientations cristallographiques différents.

Chaque domaine est une couronne centrée sur l'axe de tréfilage et d'épaisseur variable selon les traitements subis par le fil. L'évolution de la texture est progressive entre le centre et la surface du fil.

A titre d'exemple, et pour compléter les figures de pôles présentées dans le chapitre 3, les figures n°4.2 (a, b, c et d) montrent l'évolution de la texture entre le coeur et la surface d'un fil de 0,25 mm de diamètre.



Figures n°4.2 : Evolution de la texture dans un fil de 0,25 mm de diamètre tréfilé à froid.

Si les textures observées dans les domaines D1 et D2 ont pu être identifiées par les figures de pôles et par la fonction de distribution des orientations, il n'en est pas de même pour le domaine D3 où la F.D.O. reste indéterminée. Cette indétermination est due au fait que l'hypothèse de base concernant l'homogénéité des orientations dans le volume diffractant n'est pas vérifiée.

Une figure de pôles (110) mesurée dans le domaine de texture hétérogène (domaine D3) se traduit par les caractéristiques suivantes (voir également figure n° 4.2 - 0,2/0,25 mm):

- un décalage pouvant atteindre 20° apparaît entre l'axe $\langle 110 \rangle$ (point A sur la figure) de la fibre et l'axe du fil (direction de tréfilage DT sur la figure),
 - la symétrie de la figure de pôles liée à la géométrie de révolution du fil a disparu.
- Par contre, des sommets apparaissent en plusieurs endroits situés sur les arcs à 60° (points B), 90° (point C) et 120° (points D).

Ce type de figure rencontré à plusieurs stades de la fabrication (différents diamètres de fils) ne présente pas les caractéristiques d'une texture de fibre telle que nous l'avons définie dans le chapitre 3.

Pour identifier correctement cette texture, nous analysons les détails de la figure de pôles (110) mesurée dans le domaine D3 en corrélation avec les observations d'autres auteurs.

4.1) Hypothèse n°1: une orientation préférentielle est répartie de façon homogène dans D3.

Supposons qu'il s'agisse d'une orientation préférentielle répartie de façon homogène dans la "coquille" représentative du domaine D3 (figure n° 4.3). Dans ce cas, le fait de mesurer des échantillons constitués de plusieurs fils, une quantité importante d'entre eux est irradiée à chaque position de la mesure. La disposition de chaque fil étant aléatoire autour de son axe, le nombre non négligeable de fils soumis à diffraction devraient engendrer la symétrie de révolution autour de la direction de tréfilage.

Ce n'est pas le cas puisque l'on constate des maxima sur les cônes de la F.D.P. (110). De plus, cette hypothèse ne respecte pas la symétrie du procédé de mise en forme.

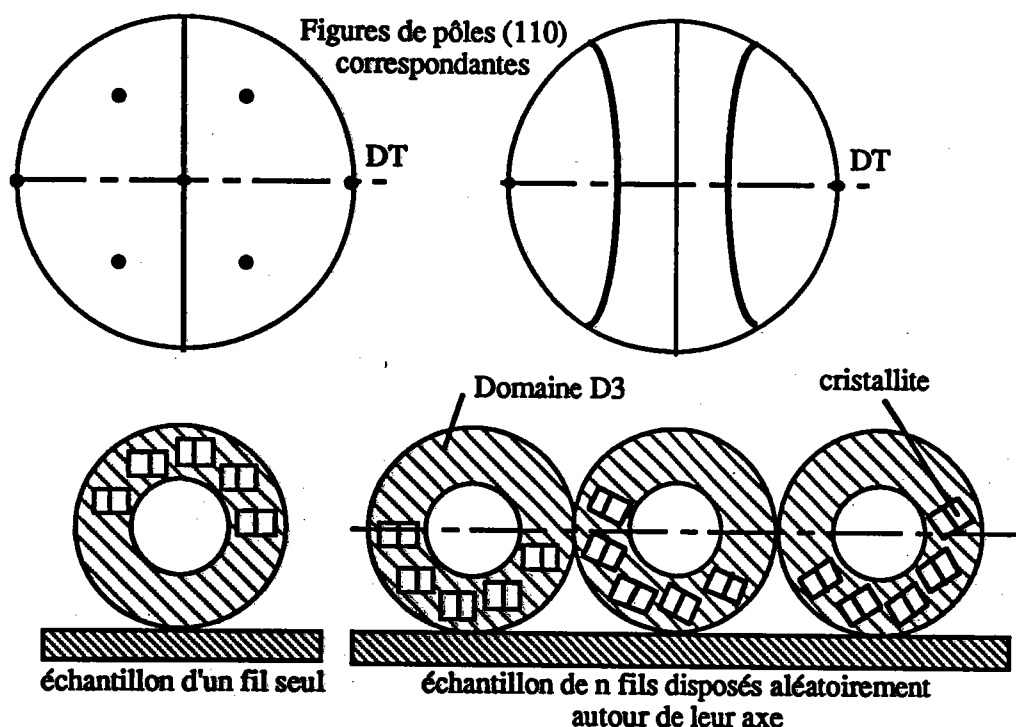


Figure n°4.3 : l'hypothèse 1 conduit à une figure de pôles (110) correspondant à une texture de fibre.

Des mesures reproduites plusieurs fois avec les mêmes fils tournés aléatoirement autour de leur axe conduisent aux mêmes résultats.

Cette hypothèse est donc à rejeter.

4.2) Hypothèse n°2: L'orientation préférentielle n'est pas répartie de façon homogène dans le volume D3.

Supposons qu'il s'agisse d'une orientation préférentielle qui respecte la symétrie cylindrique du fil due au procédé de fabrication.

Cette texture est celle proposée par H.P. Stüwe et al (25,26) et S. Leber (51): un des axes des cristallites est parallèle à l'axe du fil, un autre axe est parallèle au rayon du fil. La figure n° 4.4 illustre une telle orientation (les petits rectangles matérialisent les cristallites dans le domaine D3).

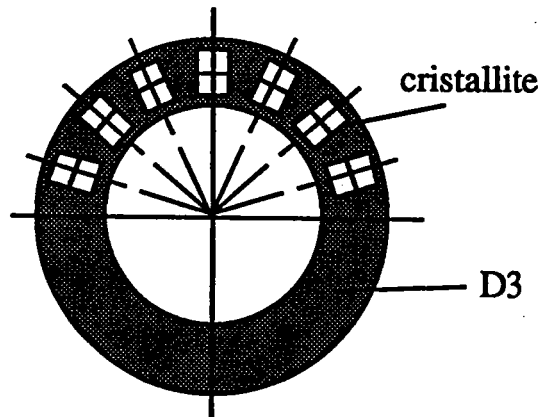


Figure n°4.4 : orientation particulière respectant la symétrie du procédé de fabrication.

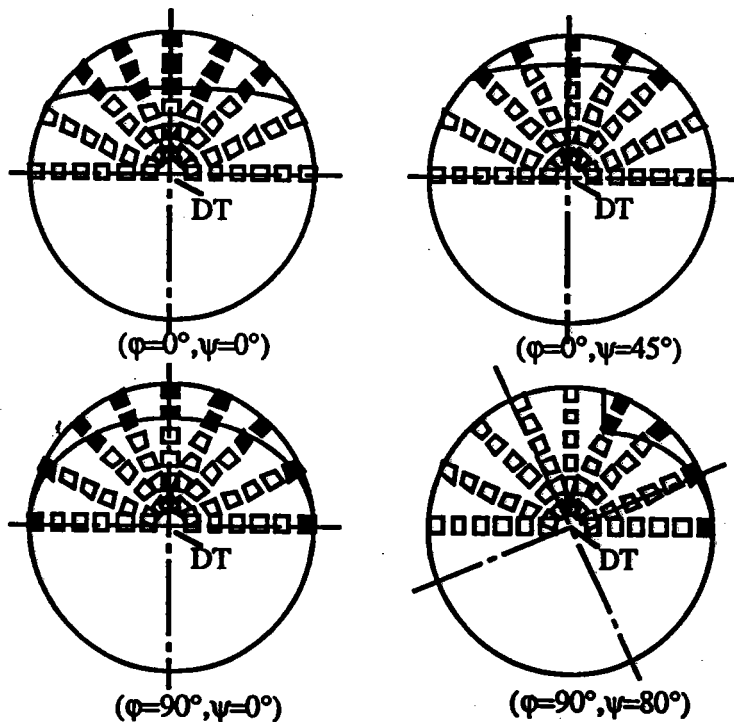


Figure n°4.5 : section droite d'un fil dans 4 positions de la mesure. Chaque carré schématise un cristallite. Seuls les carrés noirs participent à la diffraction (volume diffractant).

L'arrangement des cristallites dans le fil est circulaire. Du fait de cet arrangement circulaire et des changements de position du volume diffractant dans le fil, chaque élément dV possède son propre facteur d'orientation $K(\varphi, \psi)$.

En effet, au cours de la mesure, les domaines diffractants sont variables :

- à la position (φ_1, ψ_1) , le volume diffractant est V_1 . Dans ce volume, les différents

éléments diffractants dV n'ont pas le même facteur d'orientation.

- à une autre position (φ_2, ψ_2), le volume diffractant V2 est situé à un autre endroit dans le fil.

La figure n° 4.5 présente par exemple les différents volumes diffractants d'un fil pour 4 positions de la mesure.

Il s'agit donc du cas anisotrope et hétérogène présenté dans le chapitre 2.

Cette disposition particulière conduit à un axe de fibre $\langle 110 \rangle$ également particulier : l'axe $\langle 110 \rangle$ parallèle à l'axe de tréfilage est conservé, mais l'orientation dépend de la position du cristallite dans le fil. La texture est dite de fibre "circulaire".

4.2.1) Axe de fibre circulaire

Ce type de texture semble lié au processus de fabrication. Stüwe (26) et Leber (51) ont signalé sa présence et montré qu'elle engendre des figures de pôles différentes de celle de la fibre classique. En effet :

- le premier a isolé le domaine D3 en perçant des fils d'aluminium et de cuivre de diamètres importants (3 mm) et en déroulant la coquille obtenue. La mesure de la texture de ce cylindre transformé en plan conduit à une figure de pôles (110) caractéristique d'une orientation prononcée des cristallites autour d'une orientation idéale (figure n° 4.6).

- le second reconstitue un fil de molybdène par enroulement d'une feuille très fine d'environ 20 μ m d'épaisseur. Il a remarqué une analogie entre les clichés de diffraction de Debye-Scherrer de ce fil synthétique et ceux d'un fil de molybdène de 250 μ m tréfilé et réduit de moitié.

Il en conclut :

- qu'il y a une analogie entre le tréfilage et le laminage à la symétrie de révolution près,
- que la texture de fibre d'un fil n'est autre qu'un enroulement d'orientations idéales observées dans une tôle.

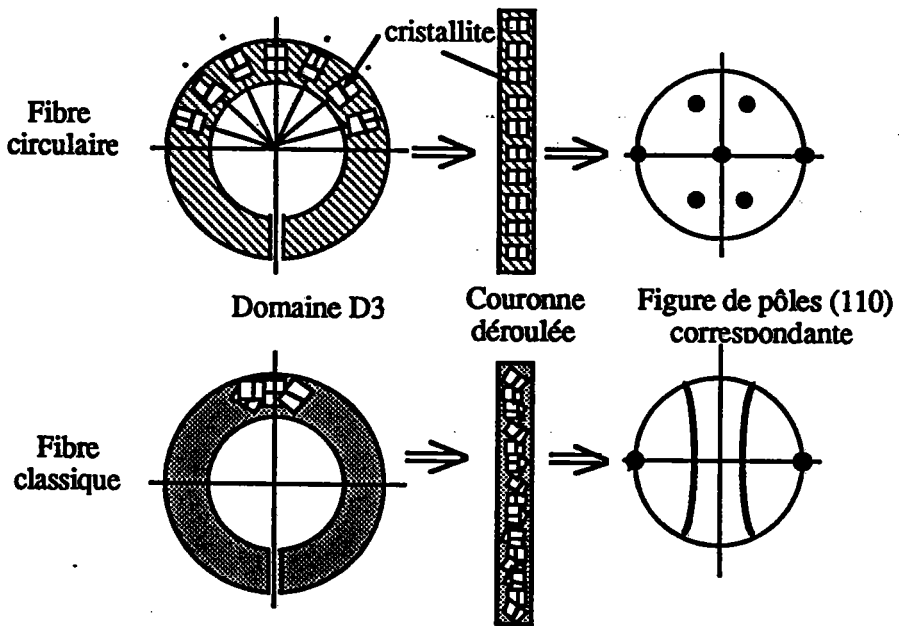


Figure n°4.6 : technique utilisée par Stüwe pour différencier une fibre circulaire et une fibre classique: la coquille D3 est déroulée et la F.D.P. est mesurée sur le plan qui en résulte.

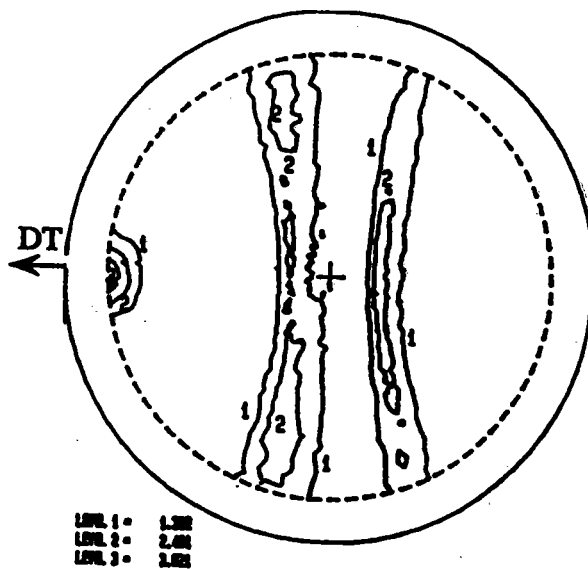


Figure n°4.7 : Figure de pôles (111) d'un fil d'aluminium de 0,098 mm tréfilé.

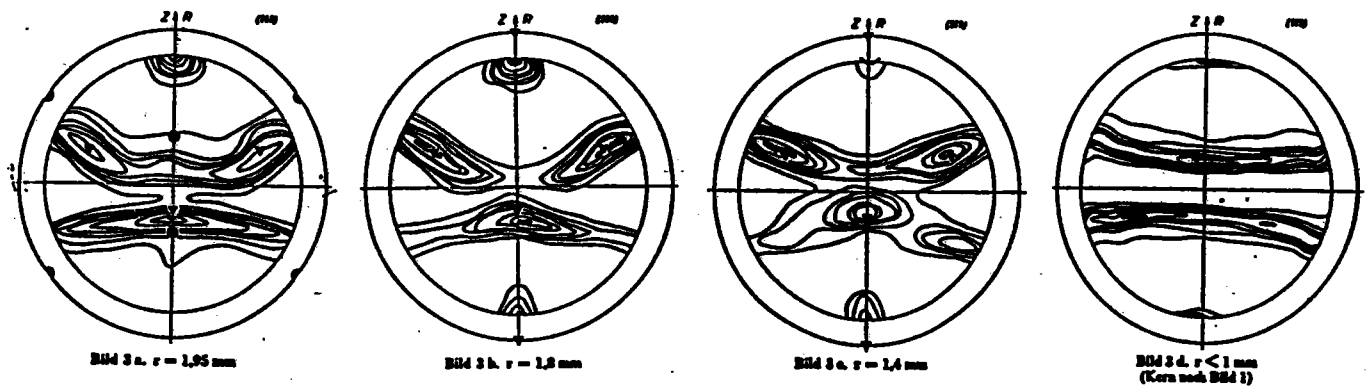
De notre côté, nous avons mesuré la texture de fils d'aluminium de 98 μ m (figure n° 4.7).

On remarque sur la F.D.P. (111) la présence :

- d'une fibre classique $\langle 111 \rangle$ parallèle à l'axe du fil,
- d'un décalage de l'axe de fibre par rapport à l'axe du fil,
- de renforcements le long des cônes $\langle 111 \rangle$.

Signalons que ces renforcements respectent la symétrie des plans (111), en relation avec une texture circulaire.

Stüwe avait observé le même phénomène sur des fils d'aluminium de 4 mm de diamètre percés puis "déroulés" (figures n° 4.8). Ces mesures ont été effectuées entre la surface (diamètre 4 mm) et le coeur (diamètre 2 mm). Il a remarqué une évolution de la texture circulaire vers la texture de fibre classique entre la surface et le centre du fil.



Figures n°4.8 : Résultats de Stüwe concernant la texture d'un fil d'aluminium de 4 mm de diamètre.

☞ Toutes ces observations révèlent l'existence d'une texture circulaire. D'après Stüwe (25)(26), Leber (51) et plus tard Grewen (27), la texture circulaire s'observe entre la surface et la moitié du fil; la texture de fibre classique apparaît quant à elle entre le milieu du rayon de fil et le coeur du fil. D'après ces différents auteurs :

- la texture circulaire proviendrait des composantes radiales (compression) des efforts que la filière exerce sur le fil au cours de la déformation.
- le passage de la texture circulaire à la texture de fibre serait une conséquence de l'accroissement de la déformation (de grande déformations entraîneraient une dégradation de l'orientation circulaire),
- la texture circulaire serait inexistante sur des fils ayant subi de grandes déformations.

Notons :

- d'une part que ces deux dernières conclusions ne sont pas vérifiées puisque nous

observons aussi cette texture circulaire sur des fils d'acier de $175\mu\text{m}$ (97% de réduction de section) et des fils d'aluminium de $0,098\text{ mm}$.

- d'autre part que la texture de fibre est observée également en surface, ce que n'avaient pas remarqué ces auteurs.

4.2.2) Caractérisation de la texture circulaire.

Sur les fils fins du type steelcord ($D < 200\mu\text{m}$), il est matériellement impossible d'utiliser la technique employée par Stüwe (25) pour isoler et rendre plan le domaine D3. De ce fait nous devons, pour les expériences de diffraction, conserver la forme initiale du fil. L'existence de la texture de fibre circulaire est indéniable, mais des problèmes de géométrie de diffraction rendent alors difficile l'interprétation des F.D.P.

En raison des variations du volume diffractant en position et en taille, deux F.D.P. à priori contradictoires peuvent être compatibles.

Choisissons un exemple simple pour expliquer ce phénomène:

soit une orientation de fibre circulaire de type $\langle 100 \rangle (110)$ ($\langle 100 \rangle$ est parallèle à l'axe de trefilage et (110) est tangent à la surface du fil d'après les notations de Grewen). Considérons trois cristallites 1, 2 et 3 dans le domaine diffractant à la position ($\varphi=0, \psi=0$) de la mesure (figure n° 4.9).

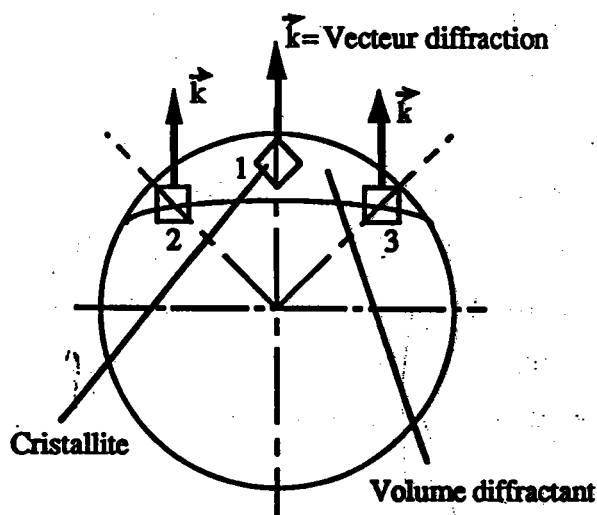
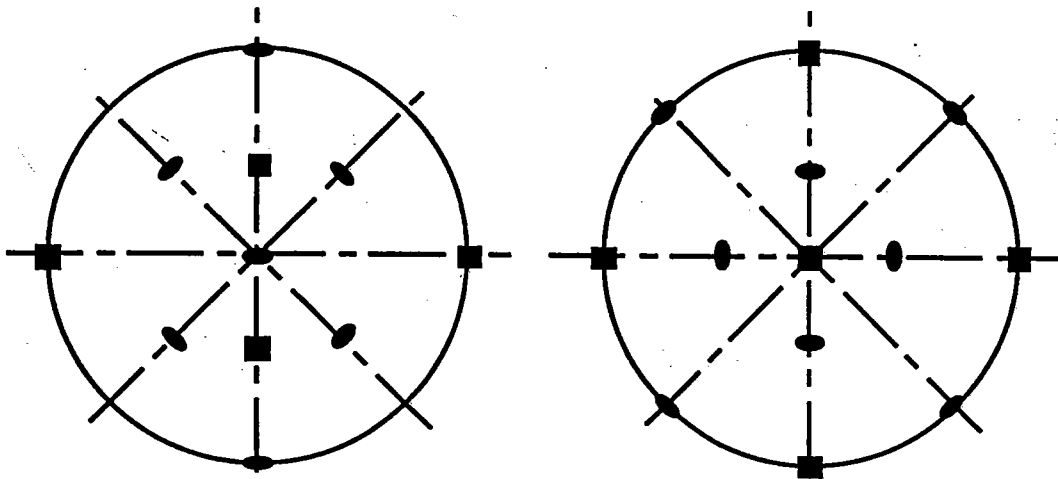


Figure n° 4.9 : Exemple simple d'une fibre circulaire $\langle 100 \rangle (110)$ en position $(0,0)$ de la mesure.

Le cristallite 1 possède l'orientation de la figure n° 4.10a (Rq.: en position ($\varphi=0, \psi=0$), le centre du stéréogramme est parallèle au vecteur de diffraction \vec{k}).

Les cristallites 2 et 3 situés à 45° du premier ont pour orientation la figure n° 4.10b. A cette position ($\varphi=0, \psi=0$) du fil (centre des stéréogrammes), une figure de pôles (110) nous indiquerait que les plans (110) sont les plans tangents à la surface. Par contre, une F.D.P. (100) indiquerait que les plans (100) sont tangents à la surface, ce qui semble contradictoire.

Deux figures de pôles incompatibles peuvent donc correspondre à une même texture circulaire.



Figures n° 4.10 a et b : à gauche : orientation du cristallite 1. A droite : orientation des cristallites 2 et 3 (le vecteur diffraction est au centre du stéréogramme). Les carrés noirs correspondent aux directions $\langle 100 \rangle$, et les "olives" aux directions $\langle 110 \rangle$.

Si la mesure avait été effectuée par diffraction de neutrons (coefficient d'absorption négligeable), tout le fil aurait participé à la diffraction, faisant apparaître ainsi une texture de fibre classique. La texture de fibre circulaire aurait alors été ignorée.

Dans notre cas où $\langle 110 \rangle$ serait l'axe de la fibre circulaire, toute fibre circulaire de type $\langle 110 \rangle$ ($\bar{1}10$), où les plans ($\bar{1}10$) sont les plans tangents à la surface du fil, donnerait la même F.D.P. par diffraction de neutrons. Celle-ci serait la F.D.P. d'une fibre $\langle 110 \rangle$ classique.

Le fait de n'irradier par les rayons X que des portions du fil engendre des renforcements ou diminutions d'intensité le long des cônes de la fibre classique. Ces intensités sont fonction des variations du facteur d'orientation liées aux variations (en forme et en position) de volume diffractant au cours de la mesure.

L'observation des maxima des F.D.P. (110) du domaine D3 laisse penser que cette fibre

circulaire est du type $\langle 110 \rangle (1\bar{1}0)$ (figure n° 4.11).

Si, la fibre circulaire est l'hypothèse qui permet d'expliquer les renforcements sur les cônes des figures de pôles mesurées, il reste encore à expliquer le décalage angulaire de l'axe de fibre observé sur ces figures.

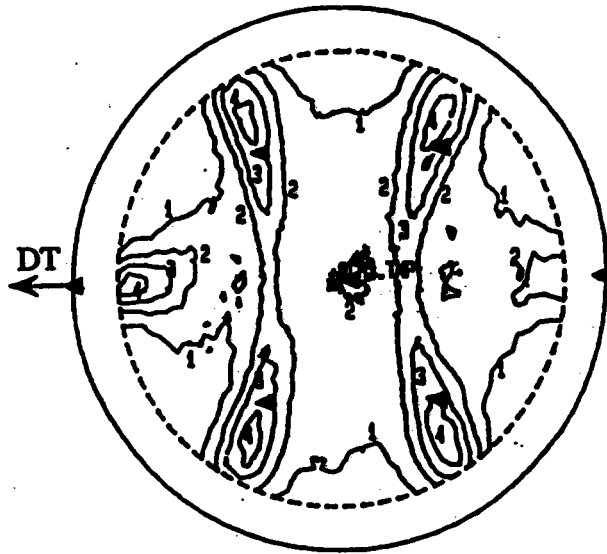


Figure n°4.11 : orientation de fibre circulaire $\langle 110 \rangle (1\bar{1}0)$ probable dans le domaine D3.

4.3) Hypothèse n°3: la forme des F.D.P. a pour origine un décalage angulaire de la fibre.

Sur les figures de pôles correspondant au domaine D3, on remarque que l'axe de fibre $\langle 110 \rangle$ est décalé d'un angle β pouvant atteindre 20° par rapport à l'axe du fil.

4.3.1) Cas d'une fibre classique.

Sur la figure de pôles, l'axe de la fibre est toujours situé sur le diamètre de la figure passant par la direction de tréfilage, c'est à dire dans une direction bien particulière par rapport au fil. Cette direction est située dans le plan de symétrie D du fil et passe par le vecteur diffraction \vec{k} (figure n°4.12).

La figure de pôles (110) résultant de cette disposition des cristallites (figure n° 4.13) est à peu près cohérente avec la F.D.P. (110) obtenues aux maxima près sur les cônes. Par contre elle n'est

pas conforme à la symétrie cylindrique du fil.

En outre, comme nous avons observé simultanément un grand nombre de fils disposés aléatoirement autour de leur axe, une symétrie cylindrique aurait du être induite par l'échantillon lui-même.

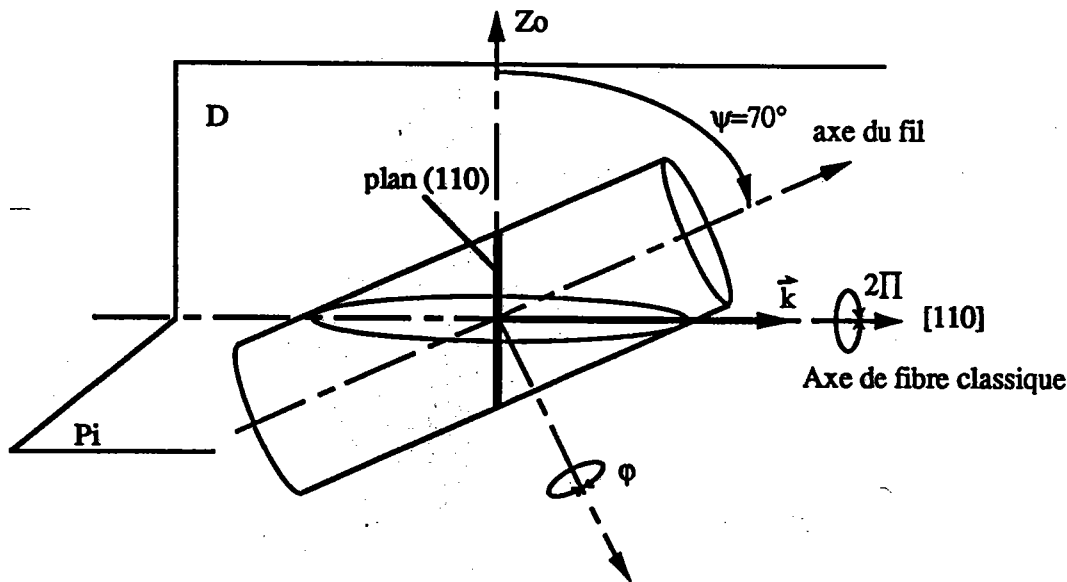


Figure n°4.12 : Position ($\varphi=0^\circ; \psi=70^\circ$) du fil et plans (110) diffractants dans le cas d'une fibre classique décalée

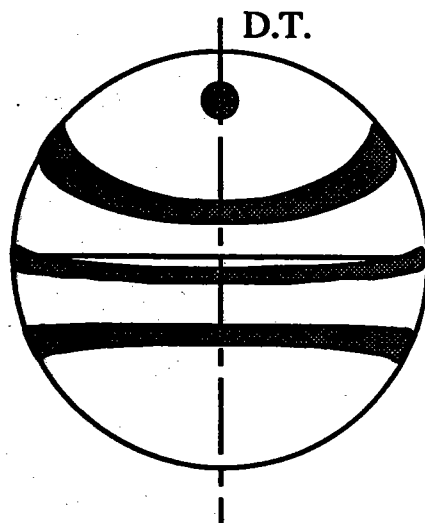


Figure n°4.13 : Figure de pôles (110) d'une fibre classique décalée.

Avec une fibre classique décalée, nous aurions du obtenir une F.D.P. (110) semblable à celle présentée figure n°4.14 (que l'on utilise la diffraction X ou la diffraction des neutrons).

Ce n'est pas ce qui est observé sur les figures de pôles du domaine D3 pour lesquelles un

seul pic correspond à l'axe de fibre et non une couronne.

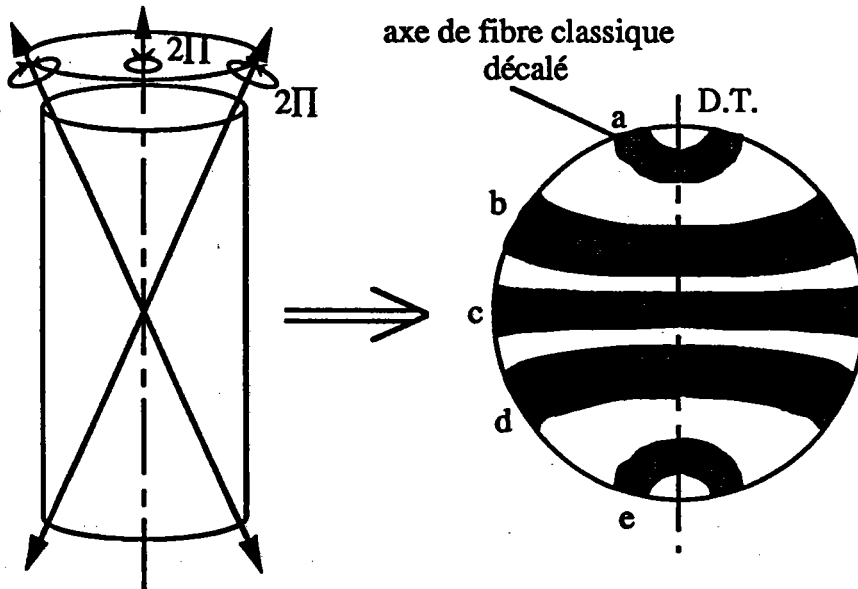


Figure n°4.14 : Figure de pôles (110) d'une texture de fibre $\langle 110 \rangle$ classique qui respecte la disposition aléatoire des fils autour de leur axe sur l'échantillon.

4.3.2) Cas d'une fibre circulaire [uvw](hkl).

Si la direction [uvw] est confondue avec l'axe du fil, les axes [110] forment un cône d'ouverture β . Les plans (110) des différents cristallites appartenant à la fibre circulaire forment un "chapeau chinois" présenté figure n° 4.15.

Par diffraction de neutrons, la mesure de la figure de pôles (110) correspondrait à une texture de fibre classique d'axe de fibre [uvw] représentée par la figure n° 4.14, la distinction entre une fibre classique et circulaire devenant dès lors impossible.

Avec les rayons X, le volume diffractant est faible et se situe surtout en surface (figure n° 4.15). De ce fait, une faible partie du "chapeau chinois" est en position de diffraction à la position ($\varphi=0^\circ, \psi=70^\circ$) de la mesure.

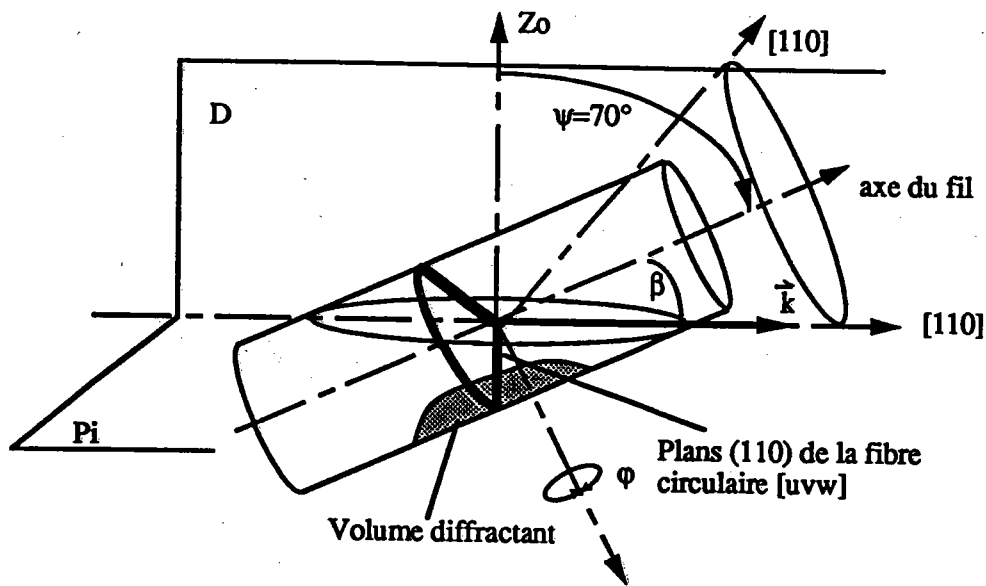


Figure n°4.15 : "Chapeau chinois" représentatif d'une texture de fibre circulaire $[uvw](hkl)$. On constate que la volume diffractant ne recouvre qu'une petite partie du "chapeau".

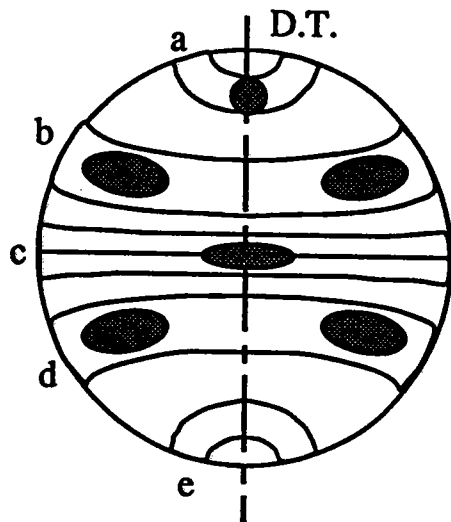


Figure 4.16 : portions de cônes résultant de la diffraction des plans (110) dans le cas d'une disposition en "chapeau chinois".

Il en résulte qu'une faible portion du cône appelé "a" dans la figure n° 4.14 apparaît (figure n° 4.16).

Lorsque l'on fait subir à l'échantillon une rotation azimutale ϕ de 180° , le "chapeau chinois" s'inverse (figure n° 4.17). L'intensité émise par les plans (110) en position de diffraction est alors fortement atténuée par l'absorption du fil, ce qui explique une forte atténuation voire la disparition de la portion du cône "e" relative à ces plans.

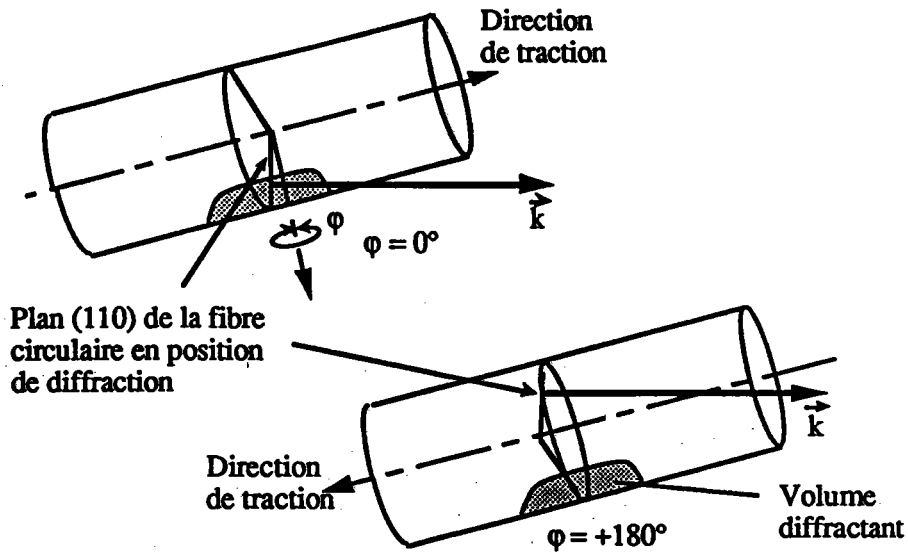


Figure n°4.17 : position des plans (110) diffractants après rotation $\varphi=180^\circ$.

Ce maximum isolé sur la figure de pôles (110) confirme la présence d'une texture de fibre circulaire au lieu d'une texture de fibre classique.

4.3.3) Vérification expérimentale de la texture de fibre circulaire [uvw](hkl).

Un nouvel échantillon constitué de fils disposés alternativement dans le sens de tréfilage et dans le sens inverse (tête-bêche) est préparé. Nous pouvons schématiser un tel échantillon par la figure n°4.18 :

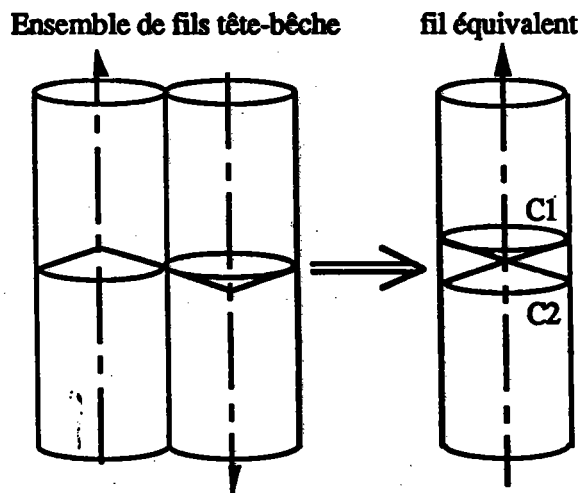


Figure n°4.18 : schéma d'un échantillon de fils "tête-bêche".

La figure n° 4.19a est la figure de pôles (110) d'un échantillon de fils 0.2/0.250 mm préparé comme nous l'avons fait jusqu'à présent (les fils sont disposés dans le même sens sur le support de l'échantillon). La figure n° 4.19b correspond à la F.D.P. (110) d'un échantillon constitué des mêmes fils disposés tête-bêche.

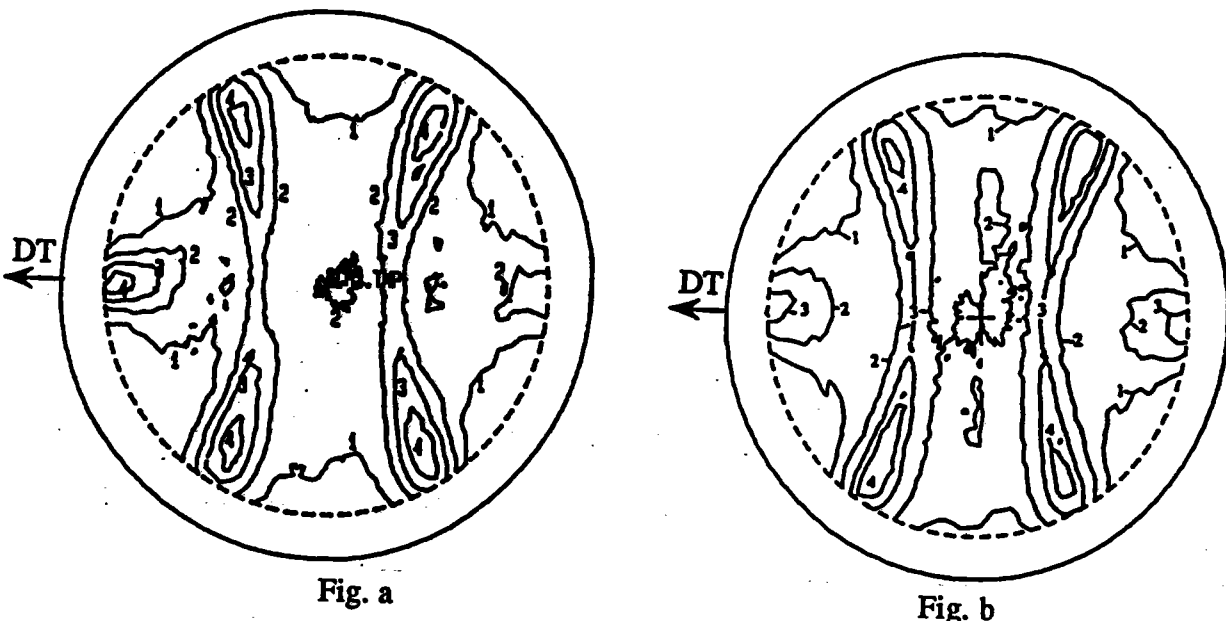


Figure n°4.19 : a) F.D.P. (110) échantillon habituel. b) F.D.P. (110) fils disposés tête-bêche.

L'observation de la figure n° 4.19b conduit à deux constatations :

- le maximum du cône "a" apparaît également de façon symétrique sur le cône "e".
- l'angle β entre ces maxima et la direction de tréfilage a régressé.

Deux raisons sont à l'origine de ces phénomènes :

- maxima sur les cônes "a" et "e" :

à $\varphi=0^\circ$, les plans (110) du "chapeau chinois" C1 (figure n° 4.18) sont en position de diffraction entraînant le maximum du cône "a". A $\varphi=180^\circ$, les plans (110) de C2 sont en position de diffraction et provoquent l'apparition du maximum du cône "e". Ce phénomène ne concerne pas les autres maxima de la figure qui restent inchangés.

- régression de β :

la disposition tête-bêche des fils entraîne une régression de l'angle β entre la

direction $\langle 110 \rangle$ des cristallites et l'axe de tréfilage due à la proximité des pôles des plans (110) et $(\bar{1}\bar{1}0)$ sur la F.D.P. La figure n° 4.20 illustre le phénomène.

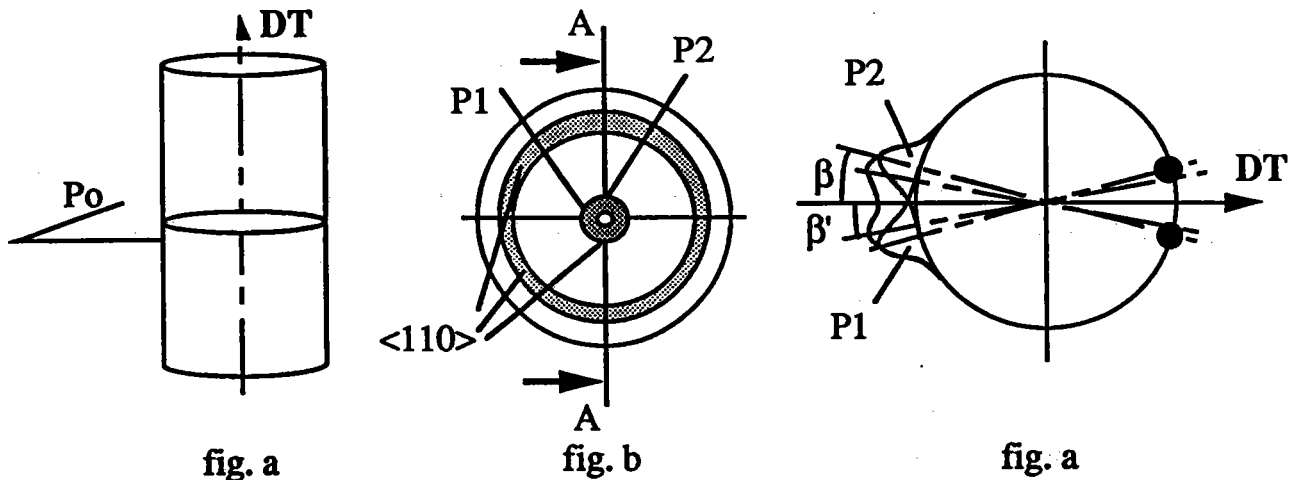


Figure n° 4.20 : La figure de pôles (110) de l'échantillon de fils tête-bêche dans le plan de projection Po (fig. a) est représentée fig. b. La section AA de cette figure correspond à la fig. c où l'on représente l'intensité diffractée par les pôles $P1$ et $P2$ à β de l'axe du fil sous forme de Gaussiennes. La somme de $P1$ et $P2$ forme une courbe dont les maxima sont à β' de l'axe du fil.

A. Mücklich, Ş. Mathies et al (52)(53)(54) ont remarqué la complexité du problème de la détermination de la texture de cylindres possédant un axe de fibre circulaire.

Ils constatent qu'il est impossible de différencier les trois types de texture circulaire que l'on pourrait rencontrer. Ils les nomment :

- le fir-tree (sapin ou dans notre cas "chapeau chinois"),
- l'anti-fir-tree ("sapin inversé"),
- le double fir-tree ("double sapin" équivalent de nos fils disposés tête-bêche).

Ils associent ce problème à celui des fantômes provenant d'une impossibilité de différencier par diffraction les plans (hkl) des plans $(\bar{h}\bar{k}\bar{l})$ d'un cristal. Ils concluent que seuls les phénomènes d'absorption pourraient permettre de différencier ces textures circulaires.

Ils tentent de montrer ces phénomènes sur des fils de cuivre de gros diamètre (1 cm) à l'aide de préparations particulières de l'échantillon (52). Les résultats ne permettent pas de conclure avec certitude de la présence ou non d'une texture circulaire. Il est vrai que l'utilisation de la diffraction des neutrons n'était pas appropriée.

Nos résultats de mesures par diffraction X obtenus à l'aide d'échantillons de fils disposés tête-bêche confirment sans équivoque la présence d'une texture de fibre circulaire du type $\langle uvw \rangle (hkl)$ dans le domaine D3 du fil. L'indexation de cette texture pourrait être comprise entre $\langle 110 \rangle (1\bar{1}0)$ et $\langle 120 \rangle (1\bar{2}0)$.

4.4) Hypothèse n° 4: l'orientation résulte de la superposition d'une fibre classique et d'une fibre circulaire.

La mesure de texture par diffraction de rayons X affecte toujours une épaisseur non négligeable de matière. Cette épaisseur est de 10 à 20 microns dans le cas d'un fil d'acier irradié par un faisceau de rayons X de longueur d'onde $K_{\alpha}Fe$. Bien entendu, plus le diamètre du fil est faible, plus l'épaisseur du volume diffractant est grande devant ce diamètre.

Si, comme nous l'avons constaté, la texture varie dans l'épaisseur des volumes diffractants, il est probable que la figure de pôles qui en résulte contienne une superposition d'informations provenant de différentes couches du fil.

Pour vérifier cette hypothèse, une nouvelle technique de calcul, reposant sur les formules de correction d'intensité diffractée analogues à celles présentées dans le chapitre 2, a été mise au point. Elle permet de déterminer l'intensité issue d'une épaisseur inférieure à celle du volume diffractant quel que soit le diamètre du fil observé.

4.4.1) Principe de la méthode

L'idée est la suivante : supposons qu'un fil de diamètre d_1 est constitué de deux parties (figure n° 4.21) :

1) un cylindre creux appelé "coquille", dont le diamètre extérieur d_1 est le diamètre du fil, et d_2 le diamètre intérieur. Dans cette coquille de volume V_s la texture est supposée homogène. La différence $(d_2 - d_1)/2$ correspond à l'épaisseur de la coquille et est inférieure à la profondeur du

volume diffractant.

2) un cylindre de diamètre d_2 extrait du coeur du fil. Dans ce cylindre de volume V_c , la texture est homogène mais diffère de celle de la coquille.

Lorsqu'on irradie un tel fil par un faisceau de rayons X de longueur d'onde λ , l'intensité diffractée I_{BA} par la totalité de ce fil peut être également décomposée en deux parties :

- l'intensité I_{SC} diffractée par la coquille atténuée par le parcours des faisceaux à travers le coeur.
- l'intensité I_{CS} diffractée par le coeur atténuée par le parcours des faisceaux à travers la coquille.

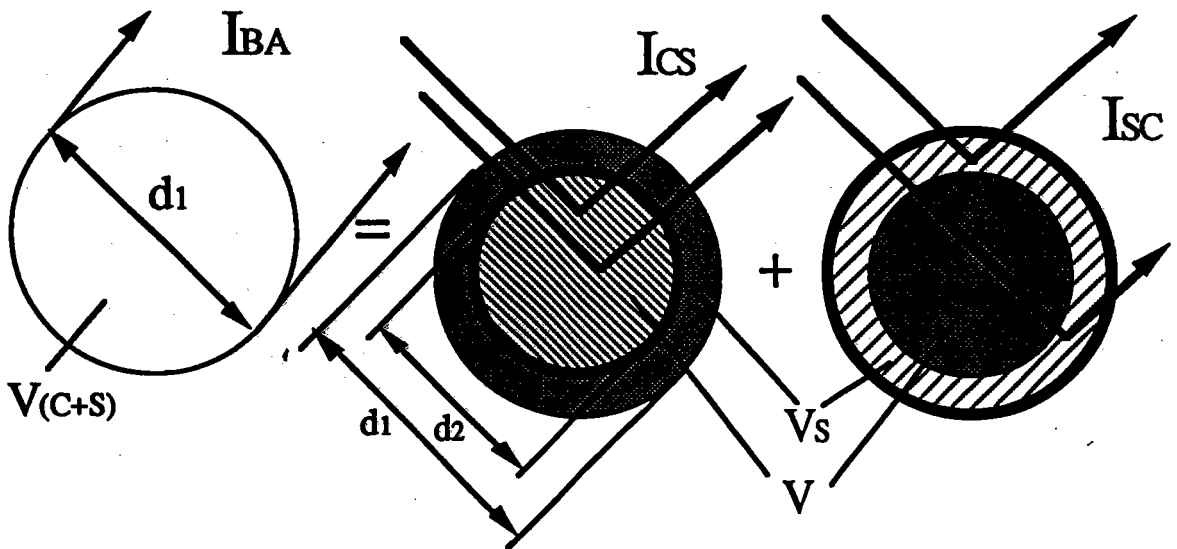


Figure n°4.21 : intensité diffractée par un fil de diamètre d_1

Nous obtenons alors :

$$I_{BA} = I_{SC} + I_{CS} \quad [9]$$

Les volumes V_s et V_c contenant chacun une texture supposée homogène, l'équation [6] du chapitre 2 peut être utilisée. Les intensités diffractées I_{SC} et I_{CS} ont les valeurs suivantes :

$$I_{CS}(\varphi, \psi) = i K_C(\varphi, \psi) \int_{V_c(\varphi, \psi)} e^{-\mu t(V_s+c)} dV = i K_C(\varphi, \psi) B(\varphi, \psi) \quad [10]$$

où

- $i.B$ est l'intensité d'un fil de diamètre d_2 et de distribution isotrope des orientations atténuée par la coquille,

- K_c est le facteur lié à l'orientation cristallographique du coeur de diamètre d_2 .

et

$$I_{SC}(\varphi, \psi) = i K_S(\varphi, \psi) \int_{V_S(\varphi, \psi)} e^{-\mu t(V_S + c)} dV = i K_S(\varphi, \psi) F(\varphi, \psi) \quad [11]$$

où

- $i.F$ est l'intensité diffractée par une coquille de distribution isotrope des orientations, atténuée par le coeur.

- K_s est le facteur lié à l'orientation de la coquille.

Dans l'équation [9], I_{BA} est mesurée et K_s et K_c sont les inconnues.

Afin de résoudre cette équation, les facteurs K_c liés à l'orientation du coeur de diamètre d_2 peuvent être déterminés par la mesure d'une figure de pôles d'un fil de diamètre d_2 issu du fil d_1 par attaque chimique. Si I_{AA} est l'intensité diffractée par ce fil (figure n° 4.22), de part l'hypothèse d'homogénéité de répartition des orientations dans ce fil, nous avons (équation [6]) :

$$I_{AA}(\varphi, \psi) = i K_C(\varphi, \psi) \int_{V_C} e^{-\mu t(V_C)} dV = i K_C(\varphi, \psi) . A(\varphi, \psi) \quad [12]$$

où $i.A$ est l'intensité diffractée par un fil de diamètre d_2 et de distribution isotrope des orientations.

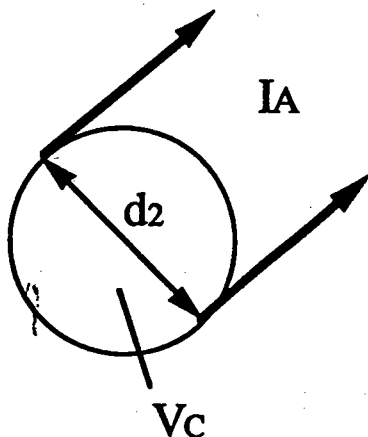


Figure n°4.22 : intensité diffractée par un fil de diamètre d_2 .

Les équations [9] et [12] forment alors un système à deux équations et deux inconnues par lequel le terme $K_S(\varphi, \psi)$ peut être obtenu à partir de la mesure des intensités $I_{BA}(\varphi, \psi)$ et $I_{AA}(\varphi, \psi)$.

La démarche adoptée est la suivante :

- * $K_C(\varphi, \psi)$ est calculé à partir de l'expression [12] en utilisant la démarche présentée dans le chapitre 2,
- * $K_C(\varphi, \psi)$ est ensuite injecté dans l'expression [10] pour déterminer $I_{CS}(\varphi, \psi)$,
- * $I_{SC}(\varphi, \psi)$ est ensuite extrait de $I_{BA}(\varphi, \psi)$ par l'expression [9],
- * finalement, l'expression [11] donne $K_S(\varphi, \psi)$ après calcul de $F(\varphi, \psi)$.

L'expression finale est :

$$i \cdot K_S(\varphi, \psi) \cdot F(\varphi, \psi) = I_{BA}(\varphi, \psi) - \frac{I_{AA}(\varphi, \psi) \cdot B(\varphi, \psi)}{A(\varphi, \psi)} \quad [13]$$

Cette dernière expression est l'intensité diffractée par la coquille atténuée par le coeur. Cette intensité peut être corrigée des variations de volume diffractant comme nous l'avons présenté dans le chapitre 2. Après normalisation de $F(\varphi, \psi)$, nous avons :

$$M(\varphi, \psi) = \frac{F(\varphi, \psi)}{F(0,0)} = \frac{\int_{V_S(\varphi, \psi)} e^{-\mu t(V_S+c)} dV}{\int_{V_S(0,0)} e^{-\mu t(V_S+c)} dV}$$

L'intensité diffractée par la coquille et atténuée par le coeur devient alors :

$$I_{SC}^{mesurée}(\varphi, \psi) = i \cdot F(0,0) \cdot K_S(\varphi, \psi) \cdot M(\varphi, \psi) \quad [14]$$

L'intensité diffractée par la coquille seule est :

$$I_S^{mesurée}(\varphi, \psi) = i \cdot E(0,0) \cdot K_S(\varphi, \psi) \cdot P(\varphi, \psi)$$

où :

$$P(\varphi, \psi) = \frac{E(\varphi, \psi)}{E(0,0)} = \frac{\int_{V_S(\varphi, \psi)} e^{-\mu t(V_S)} dV}{\int_{V_S(0,0)} e^{-\mu t(V_S)} dV}$$

Les intensités corrigées respectives sont alors définies comme suit :

$$I_{SC}^{corrigée}(\varphi, \psi) = i \cdot F(0,0) \cdot K_S(\varphi, \psi) \quad [15]$$

et

$$I_S^{corrigée}(\varphi, \psi) = i \cdot E(0,0) \cdot K_S(\varphi, \psi) \quad [16]$$

A partir des expressions [15] et [16], nous obtenons finalement :

$$I_S^{corrigée}(\varphi, \psi) = i \cdot F(0,0) \cdot K_S(\varphi, \psi) \cdot \frac{E(0,0)}{F(0,0)} = I_{SC}^{corrigée}(\varphi, \psi) \cdot \Gamma$$

où Γ est un facteur constant.

☞ Cette intensité correspond à l'intensité diffractée par la coquille seule corrigée de l'influence du coeur de fil et des variations de volume diffractant. Elle est directement proportionnelle à $K_S(\varphi, \psi)$.

4.4.2) Exemple.

Pour illustrer cette technique de correction, nous présentons un ensemble de figures mesurées par diffraction de rayons X sur un fil steelcord de 175 μ m de diamètre. La longueur d'onde utilisée est celle du Fer, la profondeur de pénétration du faisceau dans l'acier est d'environ 10 à 20 μ m, et les plans cristallographiques mesurés sont ceux de la famille (110).

Nous savons que la texture de fibre circulaire est présente dans un domaine du fil situé

entre les diamètres $150\mu\text{m}$ et $100\mu\text{m}$. La zone choisie se situe donc entre les diamètres $d1 = 110\mu\text{m}$ et $d2 = 90\mu\text{m}$. Ce choix nous permet de supposer que le cylindre de $90\mu\text{m}$ possède d'une texture homogène (il s'agit du coeur du fil dont la texture est une fibre classique).

a) Etapes successives dans la préparation des échantillons:

- réduction du fil de $175\mu\text{m}$ au diamètre $110\mu\text{m}$ par attaque chimique.
- préparation d'un échantillon composé d'un ensemble de fils jointifs, au diamètre 110mm (Ech1).
- réduction du fil de $175\mu\text{m}$ au diamètre $90\mu\text{m}$ par attaque chimique.
- préparation d'un échantillon composé d'un ensemble de fils jointifs, au diamètre 90mm (Ech2).

b) Procédure aboutissant à la figure de pôles de la coquille de $10\mu\text{m}$ à la surface de Ech1 :

- mesure de $I_{AA}(\varphi, \psi)$ et $I_{BA}(\varphi, \psi)$ par diffraction de rayons X à l'aide des échantillons 2 et 1 (respectivement figure n° 4.23 b et a),
- calcul informatisé des coefficients correcteurs $A(\varphi, \psi)$ et de la figure de pôles corrigée de Ech2 par l'équation (4) (texture du fil de $\varnothing 90\mu\text{m}$),
- calcul des coefficients correcteurs $B(\varphi, \psi)$ et de la figure de pôles des intensités issues du coeur de Ech1 atténuées par la coquille I_{CS} (équation [10]) présentée fig. 4.19 d,
- calcul de $I_{SC}(\varphi, \psi)$ par l'équation [9],
- calcul des coefficients correcteurs $M(\varphi, \psi)$ et de l'intensité $I_{SC} \text{ corrigée}(\varphi, \psi)$ par l'équation [14],
- normalisation de cette intensité pour déterminer l'intensité $I_{S \text{ corrigée}}(\varphi, \psi)$, qui caractérise la texture de la coquille seule (figure n° 4.23 c).

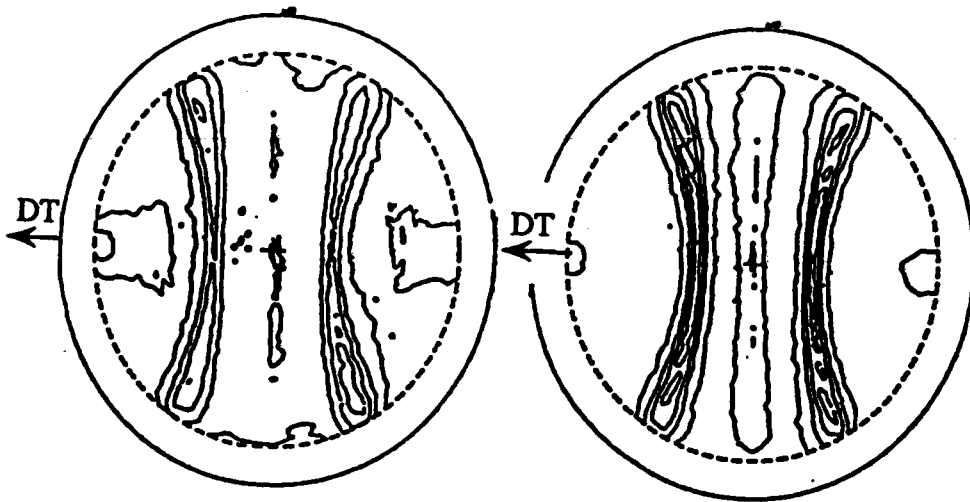


Fig. a

Fig. b

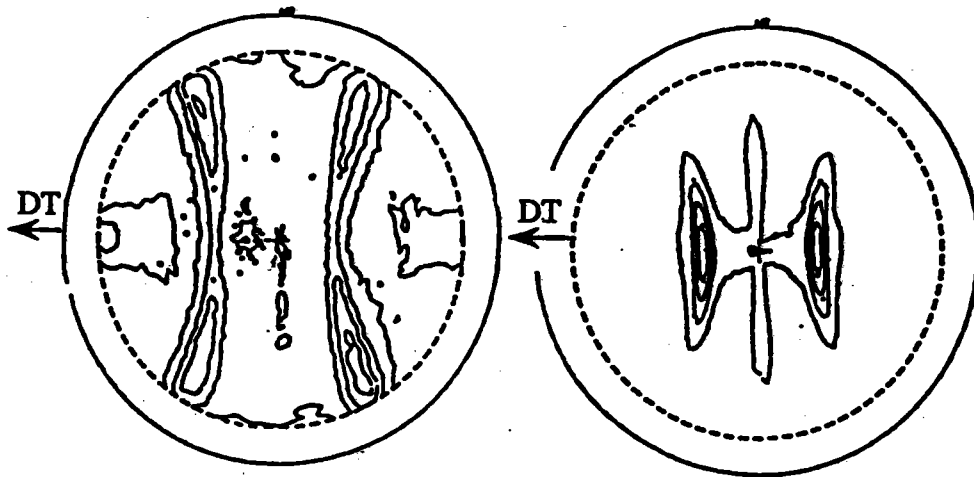


Fig. c

Fig. d

Figures n°4.23 : a) I_{BA} corrigée(φ, ψ) du fil de 110 μm . b) I_{AA} corrigée(φ, ψ) du même fil réduit à 90 μm . c) $I_S(\varphi, \psi)$ calculée correspondant à l'intensité de la coquille seule. d) $I_{CS}(\varphi, \psi)$ calculée correspondant à l'intensité du coeur atténuée par la coquille.

4.4.3) Constatations

Nous observons que la figure de pôles du diamètre 110 μm (figure n°4.23a) fait apparaître une texture voisine d'une texture de fibre classique, alors que la figure issue de la coquille seule (fig.

4.23 c) correspond à une texture plus proche que la précédente d'une texture circulaire.



Il est clair que les informations provenant du coeur du fil ont eu une influence sur la figure de pôles issue du fil de diamètre 110 μ m. L'élimination des "effets de coeur" laissent transparaître une texture circulaire plus prononcée dans la coquille analysée.

4.5) Conclusions

L'étude des figures de pôles issues du domaine de répartition hétérogène des orientations dans un fil fin tréfilé (domaine D3) a montré que :

- une texture de fibre particulière apparaît : la texture de fibre circulaire.
- cette texture tend vers une texture de fibre classique lorsqu'on s'approche de la surface ou du coeur du fil.

Une image simple du phénomène a été proposée par Leber : si l'on suppose qu'une tôle laminée possède une orientation idéale, son enroulement pour former un cylindre rend l'orientation de ce cylindre synthétique comparable à une texture de fibre circulaire.

A ces remarques déjà notées par Leber et Stüwe s'ajoutent plusieurs constatations :

- contrairement à l'hypothèse de Leber prétendant que l'accentuation de la déformation tend à uniformiser la texture du fil en une fibre classique, l'augmentation de la déformation qui conduit aux fils fins d'acier n'a pas détruit la répartition hétérogène de la texture le long du diamètre.
- le sens de tréfilage a une importance considérable et se traduit sur une F.D.P. (110) par un décalage de l'axe de fibre circulaire par rapport à l'axe du fil qui peut atteindre 20°.
- selon l'endroit où la mesure est effectuée dans le fil, les variations de texture le long du diamètre provoquent une superposition d'informations dans la figure de pôles obtenue. Ces informations proviennent de différents domaines. Une technique de calcul jumelée à une technique de mesure permet d'observer des épaisseurs inférieures à la profondeur de pénétration des rayons X. Elle confirme la présence d'une fibre circulaire alors que la mesure réalisée selon la technique

habituelle laisse plutôt supposer une fibre classique.

L'ensemble de ces constatations ont pu s'effectuer grâce aux effets d'absorption des rayons X dans la matière et à la mesure de la texture le long du diamètre du fil. Toute mesure dans la direction perpendiculaire ou à l'aide de la diffraction de neutrons aurait conduit à une texture de fibre classique.

Dans les domaines d'orientation hétérogène, la mesure de différentes familles de plans conduit souvent à des F.D.P. contradictoires. Ces F.D.P. sont malgré tout cohérentes de part les variations de volume diffractant. Dans ce cas, la détermination de la fonction de distribution des orientations s'avère particulièrement complexe en raison de l'hétérogénéité de ces volumes.

Le problème de la détermination de l'évolution de la texture le long du diamètre d'un fil est compliqué par la présence d'une texture hétérogène. L'examen des F.D.P. est actuellement le seul moyen adapté. Néanmoins, nous verrons dans le chapitre suivant que l'on peut définir un indice de texture représentant relativement bien l'évolution de la texture dans un fil au cours de sa fabrication.

5) NORMALISATION DES F.D.P. ET INDICE DE TEXTURE

Actuellement, la F.D.O. n'est pas adaptée à la description de la texture circulaire. L'utilisation de techniques appropriées pourraient éventuellement nous le permettre. Nous pourrions par exemple :

- localiser le volume diffractant au cours de la mesure par une rotation supplémentaire du fil autour de son axe, ce qui impliquerait l'utilisation d'un fil unique. Cette possibilité n'est envisageable qu'avec l'augmentation de la puissance du faisceau de rayons X.

- rendre l'échantillon plan par un procédé utilisant l'électro-érosion. Cette technique permet d'envisager la mesure de l'intensité diffractée par des fils d'un diamètre minimum de 0,5 mm.

L'étude des variations de texture dans un fil sans l'utilisation de la F.D.O. nécessite d'extraire directement l'information des figures de pôles :

- on pourrait déterminer par calcul numérique la texture du domaine D3. Ces calculs, qui reposent sur l'utilisation déjà complexe des lois d'absorption pourraient faire l'objet de nouvelles études.

- on peut définir un indice caractérisant l'acuité de la texture d'un échantillon donné par rapport à celle d'un échantillon identique isotrope. Ce type de paramètre donne une indication sur l'écart de la texture par rapport à l'état isotrope, mais ne permet en aucune façon de la caractériser.

Tout comme Leber (51) qui avait déjà proposé un indice approximatif basé sur la discontinuité des anneaux de Debye-Sherrer, nous choisirons l'indice de texture malgré son impossibilité à caractériser l'orientation précise des cristallites dans le fil.

Pour définir cet indice de texture et étudier ses variations, nous devons avant tout avoir des mesures comparables entre elles. Les figures de pôles devront être normalisées. Du fait des variations de volume diffractant nous ne pouvons pas utiliser directement les relations de normalisation déjà proposées (8).

5.1) Normalisation

Rappelons que l'intensité mesurée sur une F.D.P est :

$$I_{\text{mesurée}}(\varphi, \psi) = i \cdot A(0,0) N(\varphi, \psi) \cdot K(\varphi, \psi)$$

En dehors du terme $K(\varphi, \psi)$ tous les autres termes sont constants pour une expérience donnée mais sont variables d'une expérience à l'autre (intensité du faisceau , diamètre du fil, ...).

Pour pouvoir comparer les figures de pôles entre elles, il est nécessaire de s'affranchir de la constante expérimentale ($i \cdot A(0,0)$).

Un des moyens serait de mesurer, dans les mêmes conditions expérimentales, l'intensité d'un échantillon identique isotrope car :

$$I_{\text{isotrope}}(\varphi, \psi) = i \cdot A(0,0) \cdot N(\varphi, \psi)$$

Ainsi le rapport entre l'intensité de l'échantillon et celle d'un témoin isotrope nous donne directement $K(\varphi, \psi)$. La confection d'un tel témoin isotrope étant extrêmement délicate, ce moyen n'est pas retenu.

Nous avons vu que le terme $N(\varphi, \psi)$ qui caractérise les variations relatives du volume diffractant est calculé pour chaque position (φ, ψ) de l'échantillon. Il est donc connu.

Si l'on veut normer, c'est à dire mettre à la même échelle les différentes FDP, il faut que le produit $i \cdot A(0,0)$ soit le même pour toutes les figures. Si l'on désire que l'intensité normée d'un échantillon isotrope, corrigée des variations de volume soit égale à 1, il faudrait multiplier l'intensité mesurée corrigée par un coefficient de normalisation égal à $[1/(i \cdot A(0,0))]$:

d'après la relation [5] :

$$\frac{1}{i \cdot A(0,0)} \cdot (I_{\text{corrigée}}(\varphi, \psi))_{\text{iso}} = \frac{1}{i \cdot A(0,0)} \frac{(I_{\text{mesurée}}(\varphi, \psi))_{\text{iso}}}{N(\varphi, \psi)} = (I_{\text{corrigée}}(\varphi, \psi))_{\text{iso}}^{\text{nor}} = 1$$

De même l'intensité, corrigée des effets de volume diffractant, normée d'un fil texturé

sera, d'après la relation [7] :

$$\frac{1}{i \cdot A(0,0)} \cdot I_{\text{corrigée}}(\varphi, \psi) = \frac{1}{i \cdot A(0,0)} \frac{I_{\text{mesurée}}(\varphi, \psi)}{N(\varphi, \psi)} = \left(I_{\text{corrigée}}(\varphi, \psi) \right)^{\text{nor}} = K(\varphi, \psi)$$

Le coefficient de normalisation peut se calculer à partir de l'intensité globale diffractée sur l'ensemble de la demi-sphère des pôles :

$$W = \frac{1}{2\pi} \int_0^{\pi/2} \int_0^{2\pi} I_{\text{corrigée}}(\varphi, \psi) \sin\psi \, d\psi \, d\varphi$$

$$W = \frac{1}{2\pi} i \cdot A(0,0) \int_0^{\pi/2} \int_0^{2\pi} K(\varphi, \psi) \sin\psi \, d\psi \, d\varphi$$

Quand la figure de pôles est complète :

$$W = i \cdot A(0,0)$$

Quand la figure de pôle est incomplète nous définissons un coefficient de normalisation partiel :

$$W_P = \frac{\int_0^{\psi \text{ max}} \int_0^{2\pi} I_{\text{corrigée}}(\varphi, \psi) \sin\psi \, d\psi \, d\varphi}{\int_0^{\psi \text{ max}} \int_0^{2\pi} \sin\psi \, d\psi \, d\varphi}$$

5.2) Indice de texture

Une fois normalisée toutes les FDP peuvent être comparées soit visuellement, soit par le calcul (différence de 2 figures par exemple). Cette comparaison est nécessaire pour comprendre les

variations de texture entre deux échantillons. L'emploi de l'ensemble des valeurs de la figure de pôles étant peu commode, nous avons préféré définir un indice T_i qui puisse décrire l'évolution de la texture au cours du tréfilage.

Nous avons vu que la texture est toujours une fibre, plus ou moins marquée. Ce nombre T_i doit pouvoir décrire l'acuité de cette texture de fibre, sans pour autant pouvoir le caractériser.

La définition de T_i est la suivante : pour une famille de plans $\{hkl\}$ donnée de multiplicité m et la figure de pôles (hkl) correspondante comportant n cases $\Delta\psi \Delta\phi$ de mesure, nous avons :

$$T_i = \frac{\sum_{j=1}^n \left\{ \left[(I_{\text{corrigée}})^{\text{nor}} \right]_j - \left[(I_{\text{corrigée}})^{\text{iso}} \right]_j \right\}}{n - \frac{m}{2}}$$

où à chaque case j correspond un couple d'angle (ϕ, ψ) de la FDP.

Cet indice se ramène à :

$$T_i = \frac{\sum_{j=1}^n |K_j - 1|}{n - \frac{m}{2}}$$

Le numérateur $|K_j - 1|$ représente l'écart à l'isotropie de la densité de pôles d'une case i de la F.D.P. T_i est donc la valeur moyenne de ces écarts à l'isotropie et représente le "degré d'orientation" du matériau entre un état parfaitement désordonné (isotropie) ou un état parfaitement orienté (monocristal).

T_i peut varier entre :

- 0 quand l'échantillon est isotrope

et

- 2 quand l'échantillon est monocristallin.

La valeur limite pour une fibre parfaite dans le cas des plans (110) peut être calculée. Pour le découpage de la FDP que nous utilisons ($2,5^\circ \times 5^\circ$), nous avons :

$$T_i = 1,81$$

Cette valeur de l'indice caractériserait un ensemble de monocristaux ayant un de leurs axes $\langle 110 \rangle$ parallèle à l'axe du fil.

Nous donnons sur la figure n° 5.1 l'évolution de l'indice de texture à l'intérieur de deux fils extrêmes de diamètres respectifs : 1,37 mm et 0,250 mm correspondant aux F.D.P. (110) déjà présentées.

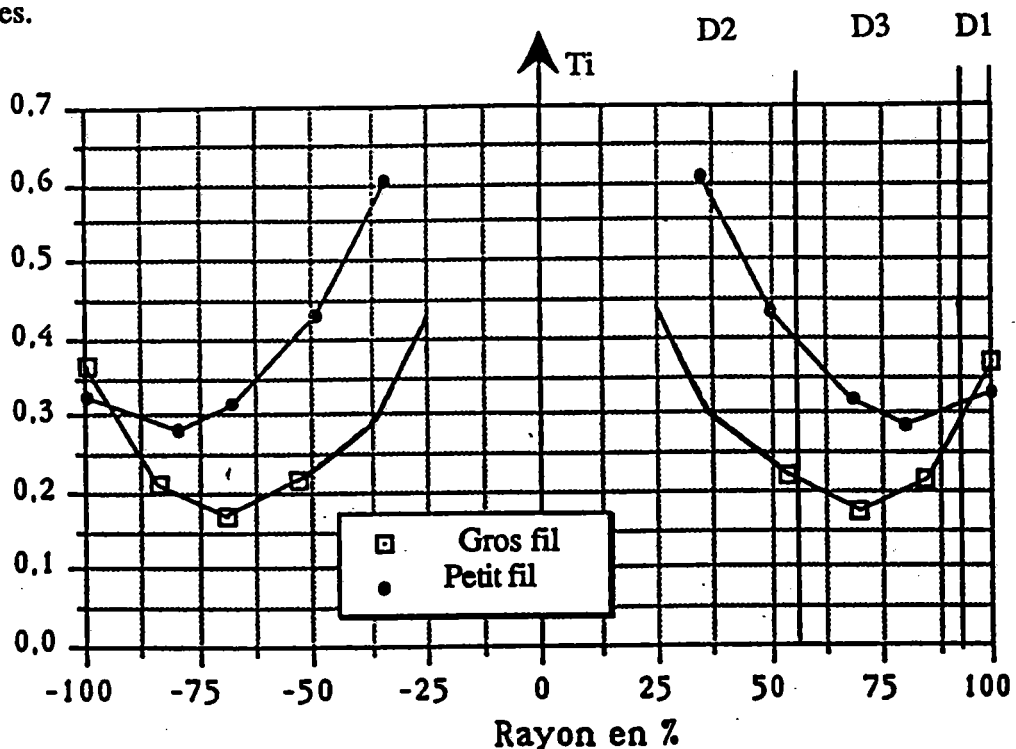


Figure n° 5.1 : indice de texture en fonction du diamètre pour les fils de diamètre 1,37 mm et 0,25 mm présentés précédemment.

On remarque des évolutions comparables à savoir une accentuation de la texture vers le coeur du fil.

Cet indice de texture traduit relativement bien l'aspect visuel des FDP. En effet, nous retrouvons les 3 domaines D_1 , D_2 , D_3 caractéristiques du tréfilage sur la courbe $T_i = f(\text{diamètre})$.

En surface l'indice est faible et la texture de fibre n'est pas très prononcée. Par contre au coeur, l'indice est élevé et correspond à une texture de fibre très marquée.

Généralement le minimum de cet indice correspond au domaine D_3 .

Cet indice est un nombre unique pour chaque point de mesure dans un fil et possède un avantage : celui de la simplicité.

L'étude de ses variations en fonction des paramètres du procédé de tréfilage fera l'objet de la deuxième partie de ce mémoire.

CONCLUSION

Le premier objectif que nous nous étions fixé était de connaître l'évolution de la texture cristallographique à l'intérieur d'un fil, afin de pouvoir par la suite étudier cette évolution en faisant varier certains paramètres accessibles du procédé de tréfilage. Cet objectif a été atteint après résolution de nombreux problèmes inhérents :

- d'une part à la géométrie cylindrique des échantillons qui entraîne des variations continues du volume diffractant au cours de la mesure. Ces variations sont corrigées par des coefficients que nous avons établis en fonction des caractéristiques géométriques des échantillons employés,

- d'autre part à l'hétérogénéité en orientation du volume diffractant. Nous avons pu appréhender ce problème et en estimer les conséquences dans notre cas particulier (steelcord). D'une manière générale, ce problème reste entier.

Malgré les difficultés rencontrées, nous avons pu montrer que :

- le fil est partagé en trois domaines de textures différentes. Il s'agit toujours d'une texture de fibre, mais celle-ci peut être "classique" ou "circulaire". La distinction de ces deux types de texture est rendue complexe par la forme cylindrique du fil et par les variations du volume diffractant au cours de la mesure,

- les différentes textures de fibre rencontrées sont des caractéristiques du procédé de tréfilage. Quel que soit le diamètre de fil analysé, ces textures (classique ou circulaire) sont toujours observées à des profondeurs relatives approximativement constantes. La technique de mesure de texture que nous avons développée convient parfaitement à l'étude de tels fils.

Dans le but de comparer les variations de textures et les propriétés mécaniques du fil, nous avons proposé un indice représentatif de la texture. Cet indice obtenu à partir des F.D.P. représente l'acuité de la texture locale du fil. Ce nombre traduit bien la forme visuelle des F.D.P. obtenues sans pour autant caractériser les différentes textures observées.

La technique d'analyse étant mise au point elle sera appliquée à l'étude du comportement du steelcord dans la 2^{ème} partie de ce mémoire.

BIBLIOGRAPHIE 1^{ère} PARTIE

1. **P. COLOMB**, Les textures dans les métaux de réseau cubique, Dunod, Paris (1972).
2. **D. RUER & A. VADON**, MPDS, 28th Conférence of XR Analysis , Denver (U.S.A.), 3-6 août 1979.
3. **W. VOIGT**, Lehrbuch der Kristallphysic, Nachdruck, 1. Aufl., Teubner, Berlin/Leipzig (1928).
4. **A. REUSS & Z. ANGEW**, Math. Mec., (1929), 48-81.
5. **G.I. TAYLOR**, J. Inst. Metals, 62 (1938), 307.
6. **M. BERVEILLER**, Thèse d'état, Université Paris XIII, (1978).
7. **S. MATTHIES, H.-R. WENK & G.W. VINEL**, J. Appl. Cryst. (1988). 21, 285-304.
8. **H.J. BUNGE & R.C. ESLING**, Quantitative texture analysis, D.G.M., Dherürsel (1982).
9. **R.J. ROE**, J. Appl. Phys. (1966) 37, 2069.
10. **R.O. WILLIAMS**, J. Appl. Phys., 39 (1968), 4329.
11. **A. VADON**, Généralisation et Optimisation de la Méthode Vectorielle d'Analyse de la Texture, Thèse d'état, Université de Metz (1981).
12. **D. RUER**, Méthode Vectorielle d'Analyse de la Texture, Thèse d'état, Université de Metz (1976).
13. **D. RUER & R. BARO**, J. Appl. Cryst. (1977), 458-464.
14. **E.W. NUFFIELD**, X Ray. Diffraction methods, John Wiley & Sons, Inc., (1966).
15. **INTERNATIONAL TABLES of X-Ray Diffraction**, J.S. Kasper & K Lonsdasle, Vol. 2, (1959).
16. **L.G. SCHULTZ**, J. Appl. Phys., 20 (1949), 1030.
17. **J.J. HEIZMANN & C. LARUELLE**, J. Appl. Cryst., 19, (1986), 467-472.
18. **J.C. COUTERNE & G. CIZERON**, J. Appl. Cryst., 4, (1971), 461-472.
19. **J.P. EBERHART**, Méthodes physiques d'étude des minéraux et des matériaux solides, Ed. DOIN, Paris (1976).
20. **E. SCHMID & G. WASSERMANN**, Zeitschr. f. techn. Physik, (1928), 106-109.
21. **E. SCHMID & G. WASSERMANN**, Die Naturwissenschaften, (1929), 312.

22. J.P. MARDON, Thèse 3ème Cycle, Université Paris XI Orsay, (1977).
23. G.J. SEVILLANO, Influence du mode de déformation sur l'érouissage des métaux à des taux de déformation élevés, Thèse Louvain (Be), (1974).
24. Y. STRAUVEN & E. AERNOUDT, Acta metall. Vol. 35, N°5, (1987) pp. 1029-1036.
25. H.P. STÜWE, Z. Metallkde, (1961) 34-44,.
26. G. LINSSEN & J.P. STÜWE, Z. Metallkde, Bd.55 (1964), 600-604.
27. J. GREWEN, Z. Metallkde, (1970), 252-260.
28. H. INOUE, N. INAKASU & M. YAMAMOTO, College of Engineering, University of Osaka Prefecture, 4-804, Mozu-Umemachi, Sakai, Osaka, Japan 591-600.
29. A. CLAASSEN, Phil. Mag. (7), 9, 57, (1930).
30. J. BRADLEY, Proc. Phys. Soc., London, 47 (1935), 879-898.
31. K. WEBER, Acta Cryst., B25 (1969), 1174-1178.
32. J.M. CARPENTER, Rev. Sci. Instrum., 40 (1969), 555-556.
33. C.W. DWIGGINS, Acta Cryst. A31 (1975a), 146-148.
34. C.W. DWIGGINS, Acta Cryst. A31 (1975b), 395-396.
35. V.F. SEARS, J. Appl. Cryst., 17 (1984), 226-230.
36. B.D. CULLITY & A. FRED A, J. Appl. Phys., 29 (1958), 25-30.
37. K.S. HARSHA & B.D. CULLITY, Transaction of the Metallurgical Society of Aime, Vol. 224 (1962), 1189-1193.
38. S. BHANDARY & B.D. CULLITY, Transaction of the Metallurgical Society of Aime, Vol. 224(1962), 1194-1200.
39. G.D. RIECK & A.S. KOSTER, Transaction of the Metallurgical Society of Aime, Vol. 224 (1965) 770-772.
40. J. BEAUTEMPS & M.O. JACQUIER, Métaux Corrosion-Industrie N°607 (1976), 83-92.
41. M.O. JACQUIER, Thèse C.N.A.M., Lyon (1973).
42. P.F. WILLEMSE, B.P. NAUGHTON & C.A. VERBRAAK, Mat. Sci. and Eng., 56 (1982), 25-37.
43. P.F. WILLEMSE & B.P. NAUGHTON, Mat. Sci. and Techn., 1 (1985), 41-44.
44. A. GUINIER, Théorie et Technique de la radiocristallographie, Paris, Dund (1956).
45. M. DOLLAR, I.M. BERNSTEIN & A.W. THOMPSON, Acta Met., 36 (1988), n°2, p. 311-320.

46. **M. BONZEL**, *Le Tréfilage de l'Acier*, Ed Dunod (1958).
47. **W.F. HOSFORD**, *Trans. Met. Soc.-AIME*, 230 (1964),12.
48. **M. FRANCOIS, J.M. SPRAUEL, J.L. LEBRUN & G. CHALANT**, *I.C.O.T.O.M.* 9, Sept. 1990, Avignon (à paraître).
49. **F. LANGOUCHE, E. AERNOUDT & P. VAN HOUTTE**, *J. Appl. Cryst.* 22 (1989), 533-538.
50. **T. MONTESIN & J.J. HEIZMANN**, *Mémoires et Etudes Scientifiques Revue de Métallurgie*, (1990), 217-231.
51. **S. LEBER**, *Trans. A.S.M.* 53 (1961) 697.
52. **A. MÜCKLICH, S. MATTHIES & K. HENNIG**, *I.C.O.T.O.M.* VI, (1987), (13-13).
53. **S. MATTHIES, A. MÜCKLICH & K. HENNIG**, *Z. Metallkde*, (1983), H.12, 777-782.
54. **A. MÜCKLICH, Z. HENNIG & K. HENNIG**, *Z. Metallkde*, (1980), H.12, 803-809.
55. **J.J. HEIZMANN, A. VADON, D. SCHLATTER & J. BESSIERES**, *Advances in X-Ray Analysis*, Vol. 32, (1989), 285-292.
56. **A. VADON & J.J. HEIZMANN**, *Advances in X-Ray Analysis*, Vol. 32, (1989), p. 415-421.

2ème PARTIE

TEXTURE ET PROPRIETES MECANIQUES DU STEELCORD

INTRODUCTION

Dans le souci permanent d'optimiser le procédé de tréfilage, l'étude de la texture cristallographique d'un fil le long de son diamètre est appliquée à présent à la compréhension des mécanismes de mise en forme du steelcord. L'analyse de la texture de fils fins, rendue possible par la technique présentée dans la première partie, va nous permettre :

- d'observer l'influence du tréfilage sur la texture du fil,
- de déterminer les variations de texture engendrées par la modification d'un paramètre de tréfilage.

Dans ce contexte, quatre paramètres parmi les plus influents sur les propriétés mécaniques du fil ont été analysés :

- le traitement thermique,
- la vitesse de tréfilage,
- l'angle de filière,
- le taux de réduction par passe.

L'étude des corrélations entre la texture cristallographique et les propriétés mécaniques résultant des variations de ces différents paramètres pourrait ensuite amener d'éventuelles modifications de process.

Cette deuxième partie se présente sous la forme de deux chapitres.

Dans le premier chapitre, nous présentons la technologie utilisée dans la mise en forme du steelcord après un rappel du procédé de tréfilage. Nous résumons ensuite les différents travaux rencontrés dans la littérature concernant l'étude de la déformation d'un fil lors du passage dans une filière.

Dans le second chapitre nous observons les variations de la texture cristallographique et des propriétés mécaniques du steelcord lorsque les différents paramètres cités varient. Nous rappelons le principe des différents essais mécaniques entrepris et présentons l'ensemble des résultats expérimentaux. Nous analysons ensuite différentes analogies possibles entre la texture cristallographique et le mode de déformation d'un fil.

6) MISE EN FORME DU FIL.

Les propriétés mécaniques du fil dépendent du procédé de mise en forme utilisé. La forme de l'outil conditionne l'écoulement du métal et donc la répartition des contraintes au sein du matériau déformé. L'étude de ces déformations est un complément indispensable à l'analyse de la texture cristallographique.

Après une présentation du procédé de mise en forme du steelcord, nous verrons les différentes études de la déformation d'un fil par tréfilage à l'aide de la théorie de la plasticité. Ces études rencontrées dans la littérature fournissent une excellente approximation du mode de déformation du métal au cours de sa mise en forme. Elles apporteront de précieux renseignements dans notre analyse des relations entre les propriétés mécaniques et la texture cristallographique du steelcord.

6.1) Principe du tréfilage.

Rappelons le principe du tréfilage défini dans la première partie : il permet d'obtenir une pièce cylindrique en forçant son passage dans une filière (figure n° 6.1). 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 axiale du procédé, la déformation est dite axisymétrique.

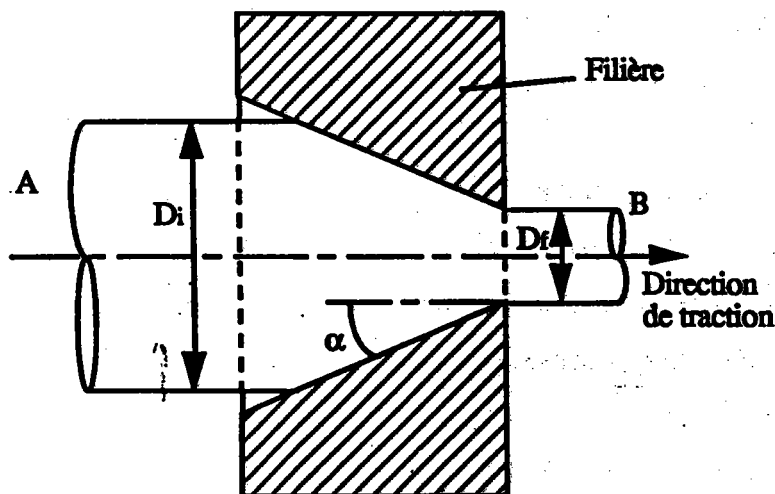


Figure n°6.1 : principe du tréfilage

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.

En fait, le procédé de tréfilage est réservé aux faibles angles de filière alors que l'opération d'extrusion est plus adaptée aux forts 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 tréfilage ou en extrusion, les taux de réduction ne sont jamais inférieurs à 10-15%.

Lors de l'opération de tréfilage, le métal subit une traction importante le contraignant à passer dans la filière. Le frottement intense à l'interface outil/fil combiné à l'effort de traction provoquent un état de contrainte de compression dans le sens radial et de traction dans le sens longitudinal. Suivant les combinaisons des deux, on peut faire apparaître des décohésions en forme de chevrons, tant redoutées par les tréfileurs. Ce phénomène limite le choix de l'angle de filière et du taux de réduction et impose une lubrification constante de la filière.

6.2) Mise en forme du steelcord.

Le produit à l'origine du steelcord est un fil d'acier perlitique du type XC70 de 5,5 mm de diamètre en provenance de la sidérurgie. Son cahier des charges exige une absence d'inclusion, peu de ségrégation et un minimum d'impuretés comme Cu, Ni, Cr, Mo, P, et S, qui sont à l'origine de la fragilisation du fil.

A partir du diamètre initial, quatre opérations élémentaires sont nécessaires pour obtenir un fil steelcord de 0,15 à 0,38 mm de diamètre :

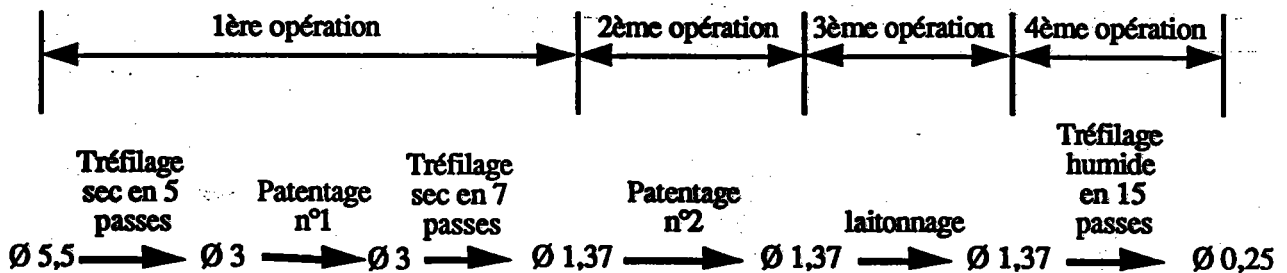
- le tréfilage à sec avec traitement thermique intermédiaire,
- le traitement thermique
- le laitonnage,
- le tréfilage humide.

Entre ces opérations, le fil subit une préparation de surface :

- avant un traitement thermique, on effectue un nettoyage par un procédé chimique (acides) ou mécanique (ultra-sons) afin de détruire les résidus de lubrifiants, utilisés au cours du tréfilage.

- avant le tréfilage le fil subit un traitement de boraxage ou de phosphatation afin de faciliter l'adhérence du lubrifiant à l'acier.

Pour suivre la fabrication du steelcord, examinons chaque opération chronologiquement à l'aide du schéma suivant :



La première opération est divisée en trois phases :

- le diamètre du fil est tout d'abord réduit de 5,5 mm à 3 mm environ ($R\% = 70\%$) à une vitesse de 400m/mn. Le diamètre de fil à atteindre imposant une réduction de section importante, le tréfilage s'effectue en 5 passes à l'aide d'une machine dite "multipasse". Après chaque filière, le fil est entraîné par un cabestan motorisé autour duquel il s'enroule (figure n° 6.2). La lubrification des filières est "sèche": le lubrifiant est un savon à base de stéarate de calcium ou de sodium.

- après le tréfilage, le fil est écroui et ne pourrait supporter une nouvelle opération de réduction de section. On pratique alors un traitement thermique afin de régénérer les caractéristiques mécaniques du fil de départ et donner ainsi la possibilité d'effectuer à nouveau un tréfilage. Le traitement utilisé est le patentage. Il s'agit d'une austénisation 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).

- après ce traitement, le diamètre du fil est réduit de 3 mm à 1,3 mm environs ($R\% = 80\%$) en 7 passes à une vitesse de 600m/mn. La lubrification est "sèche".

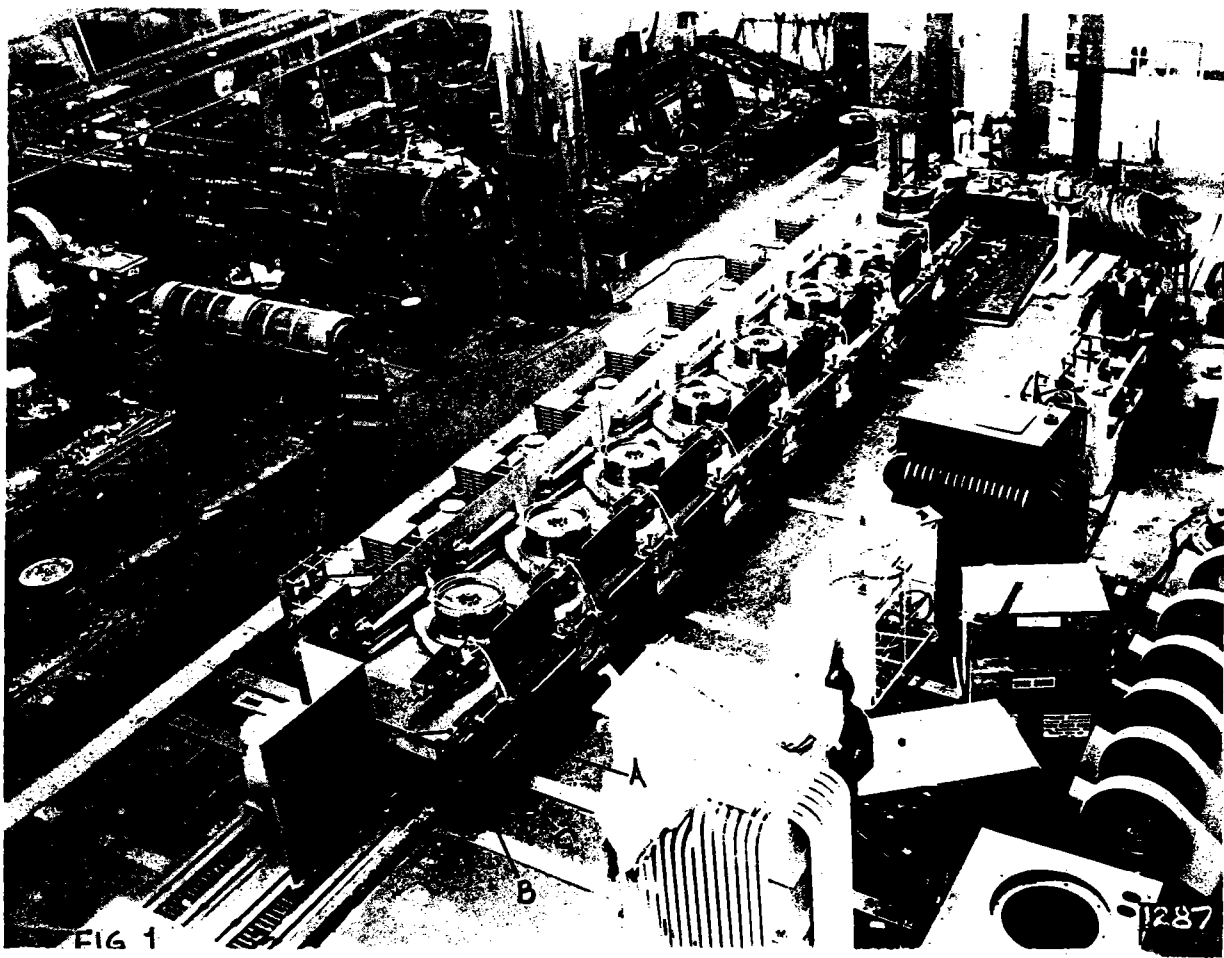


Figure n°6.2 : machine à tréfiler multipasse (8 filières) dans le cas de gros diamètres.

A la suite de cette opération, le fil subit un nouveau traitement thermique de patentage dans les mêmes conditions que le précédent.

Vient ensuite le laitonnage. Il s'agit de déposer une couche de quelques micromètres d'un alliage Cu-Zn obtenu par électrolyse en bain de cyanure. Le laiton confère au fil sa propriété d'adhérence à la gomme du pneumatique et sert de lubrifiant lors de la dernière opération de tréfilage.

Cette dernière opération consiste à réduire le diamètre du fil de 1,3 mm à 0,2 mm ($R\%=97\%$) en 17 filières environ. Toutes les filières sont plongées dans un lubrifiant liquide (la lubrification est "humide"). La vitesse de tréfilage est de 1300m/mn, l'allongement du fil est d'environ 21% par passe, le taux de réduction moyen par passe est de 18% et l'angle 2α du cône de filière est de 12° .

Les filières utilisées pour les différentes opérations de tréfilage peuvent être en acier rapide, carbure de tungstène ou diamant.

6.3) Déformation du fil dans une filière

Outre le souci d'améliorer les caractéristiques de son produit, la préoccupation de l'industriel est de déterminer :

1) le choix des paramètres de tréfilage garantissant un minimum d'énergie de déformation, c'est à dire quels angle de filière, taux de réduction, vitesse de tréfilage et lubrifiant choisir pour minimiser l'effort de traction et l'usure de la filière.

2) les seuils d'apparition des décohésions de matière, à l'origine de la rupture du fil. Plusieurs types de décohésions peuvent en effet survenir au cours du tréfilage (1):

- si l'angle de filière est trop élevé, le métal se bloque en tête de filière, une surface de cisaillement conique se crée et un bloc rigide appelé zone morte se désolidarise du métal qui continue de s'écouler,

- lorsque les conditions de frottement à l'interface outil/fil sont mauvaises, on note quelquefois l'apparition de décohésions superficielles,

- selon l'angle de filière et le taux de réduction choisis, des décohésions en forme de chevron apparaissent au coeur du fil (figure n° 6.3).

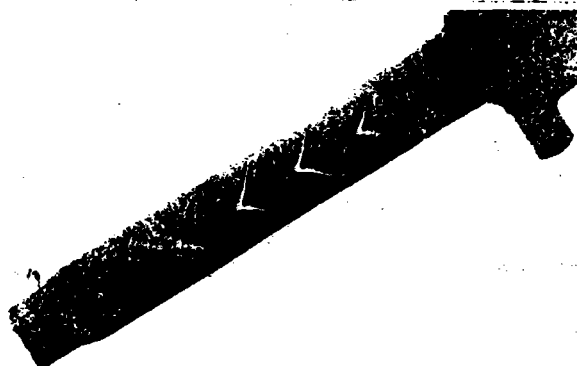


Figure n° 6.3 : exemple de décohésion interne en forme de chevron.

C'est dans ce but que de nombreuses études de déformation d'un fil, lors de son passage dans une filière, ont été développées en appliquant les théories de la plasticité.

Remarque : l'utilisation des théories de la plasticité suppose que le matériau soit homogène et isotrope.

6.3.1) Etude des grandeurs globales de mise en forme

Des méthodes de calcul simples comme la méthode des tranches (2) ou celle des lignes de glissement (3), ont permis de donner rapidement l'effort de traction sur le fil et la répartition de la pression sur la filière en fonction du lubrifiant (coefficient de frottement), de l'angle de filière et du taux de réduction utilisés. Ces valeurs sont approchées par défaut, mais un coefficient de sécurité raisonnable permet d'utiliser de tels résultats pour le dimensionnement des filières.

L'inconvénient de telles méthodes réside dans le fait que la répartition des contraintes dans le fil est inconnue. Des analyses plus fines ont été effectuées afin de mieux connaître la nature de l'écoulement et pour évaluer les contraintes au sein du matériau.

☞ Avitzur (4) a utilisé la méthode des bornes supérieures. En postulant des champs de vitesses compatibles avec les conditions limites du système, on peut calculer les bornes supérieures de la puissance de déformation réellement dissipée lors du processus. La prise en compte de la nature de l'écoulement du fil dans la filière permet d'approcher l'état des contraintes au sein du matériau.

Les hypothèses sont les suivantes (figure n° 6.4):

- la zone plastifiée est limitée par deux surfaces de discontinuité des vitesses tangentielles

Γ_1 et Γ_2 ,

- dans les zones I et III, les vitesses sont constantes et parallèles à l'axe de traction.

L'écoulement dans la zone II est convergent vers le sommet O du cône de la filière. En tous points,

les composantes des vitesses sont exprimées, en coordonnées sphériques (r, θ, φ) par :

$$\dot{u}_\theta = \dot{u}_\varphi = 0$$

$$\dot{u}_r = V = V_f r_f^2 \frac{\cos\theta}{r^2}$$

- le long des surfaces Γ_1 et Γ_2 , les composantes normales des vitesses sont continues alors que les composantes tangentielles présentent une discontinuité :

$$\Delta V_1 = V_0 \sin\theta \text{ le long de } \Gamma_1$$

$$\Delta V_2 = V_f \sin\theta \text{ le long de } \Gamma_2$$

- enfin, il existe un cisaillement dû au frottement le long de la filière. Il obéit à une loi de Coulomb de la forme :

$$\tau = \frac{m \sigma_0}{\sqrt{3}}$$

où m est le coefficient de frottement à l'interface outil/fil ($0 \leq m \leq 1$) et σ_0 est le seuil d'écoulement plastique défini selon Von Mises.

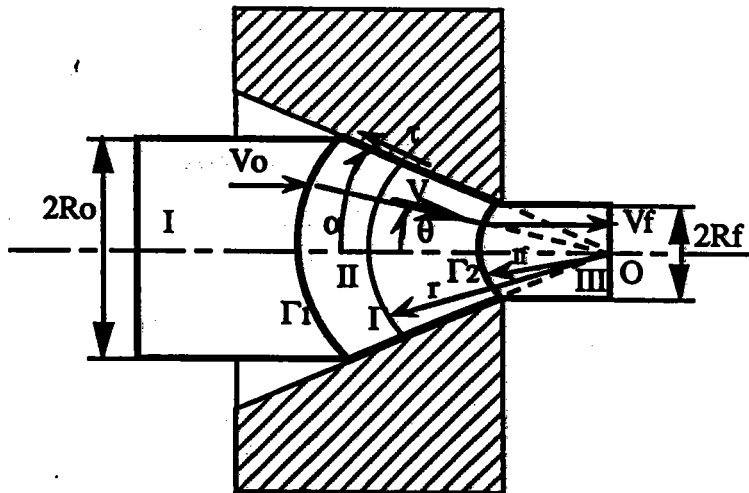


Figure n°6.4 : Champ de vitesses défini par Avitzur..

Ce champ associé à un comportement rigide parfaitement plastique (seuil d'écoulement plastique) permet de calculer analytiquement l'énergie de déformation :

$$W_{def} = \frac{2}{\sqrt{3}} \sigma_0 \int_V \sqrt{\frac{1}{2} \dot{\epsilon}_i \dot{\epsilon}_{ij}} dV$$

où

- V est le volume correspondant à la zone de plastification du fil (domaine II),
- ϵ_{ij} sont les composantes du tenseur de vitesse de déformation,

La puissance fournie par les forces extérieures est la somme de

- la puissance de déformation W_{def} ,
- la puissance dissipée le long des surfaces de discontinuité Γ_1 et Γ_2 ,
- la puissance dissipée en frottement le long de la filière.

La vitesse étant connue en tout point, les vitesses de déformation sont également connues, et la puissance nécessaire à la déformation peut être calculée. La résolution du problème conduit à l'expression du rapport de la contrainte de tréfilage σ_f sur le seuil d'écoulement σ_0 :

$$\frac{\sigma_f}{\sigma_0} = 2 f(\alpha) \cdot \text{Ln}\left(\frac{R_0}{R_f}\right) + \frac{1}{\sqrt{3}} \left(\frac{\alpha}{\sin^2 \alpha} - \cotg \alpha + m \cdot \cotg \alpha \cdot \text{Ln}\left(\frac{R_0}{R_f}\right) \right)$$

La figure n° 6.5 présente l'évolution de σ_f/σ_0 en fonction de l'angle de filière pour différents taux de réduction avec un coefficient de frottement m de 0,03.

Pour chaque taux de réduction, il existe un angle de filière optimal (au sens de l'effort). Cet angle est donné par la relation :

$$\alpha_{opt} = \sqrt{\frac{3}{2} m \text{Ln}\left(\frac{R_0}{R_f}\right)}$$

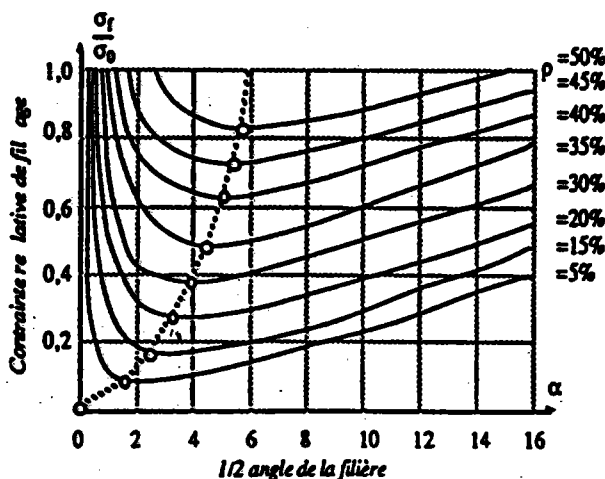


Figure n°6.5 : Optimisation des conditions de tréfilage.

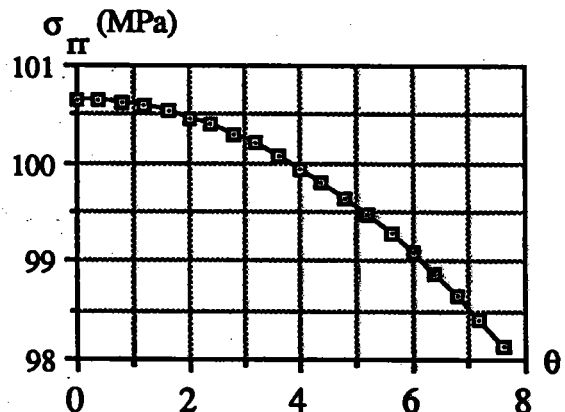
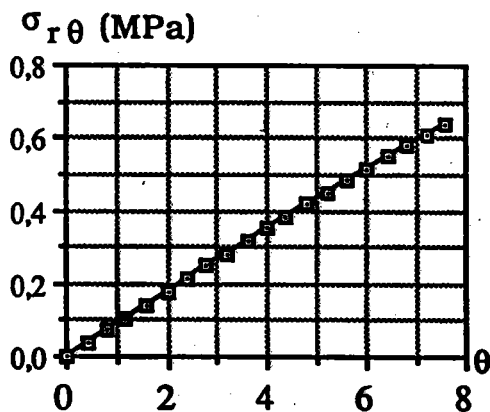


Cristescu (5) reprend cette méthode en associant au matériau un comportement rigide parfaitement viscoplastique. Le champ de vitesse de déformation est identique à celui utilisé par Avitzur, mais la viscosité du matériau entraîne une relation de type Bingham entre le champs de vitesses et le champ de contraintes : le comportement du fil dans la filière est assimilé à celui d'un fluide traversant un tube conique.

Ce modèle prend en compte l'influence des variations de vitesse de tréfilage sur le processus de déformation.

De la même façon qu'Avitzur, le bilan des énergies dissipées au cours de la déformation conduit à l'effort de traction sur le fil.

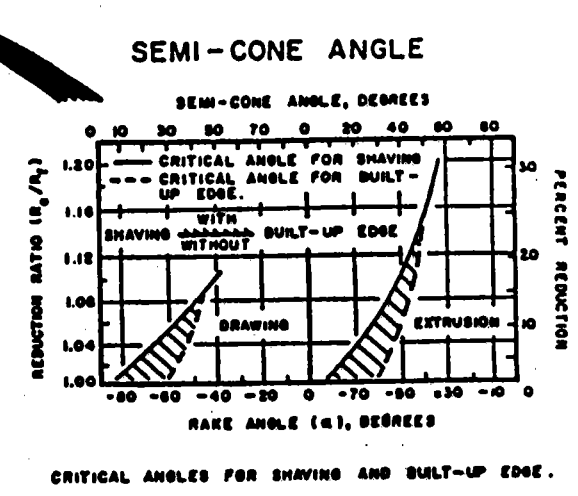
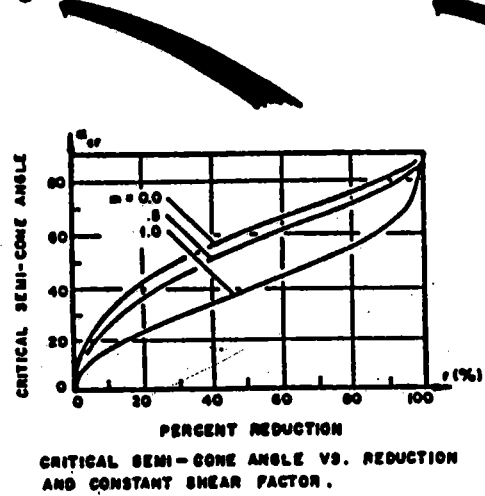
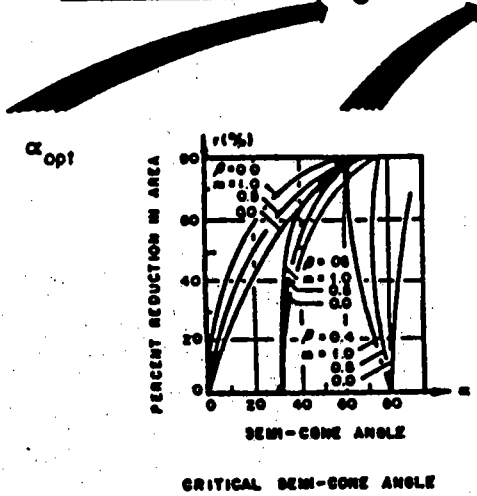
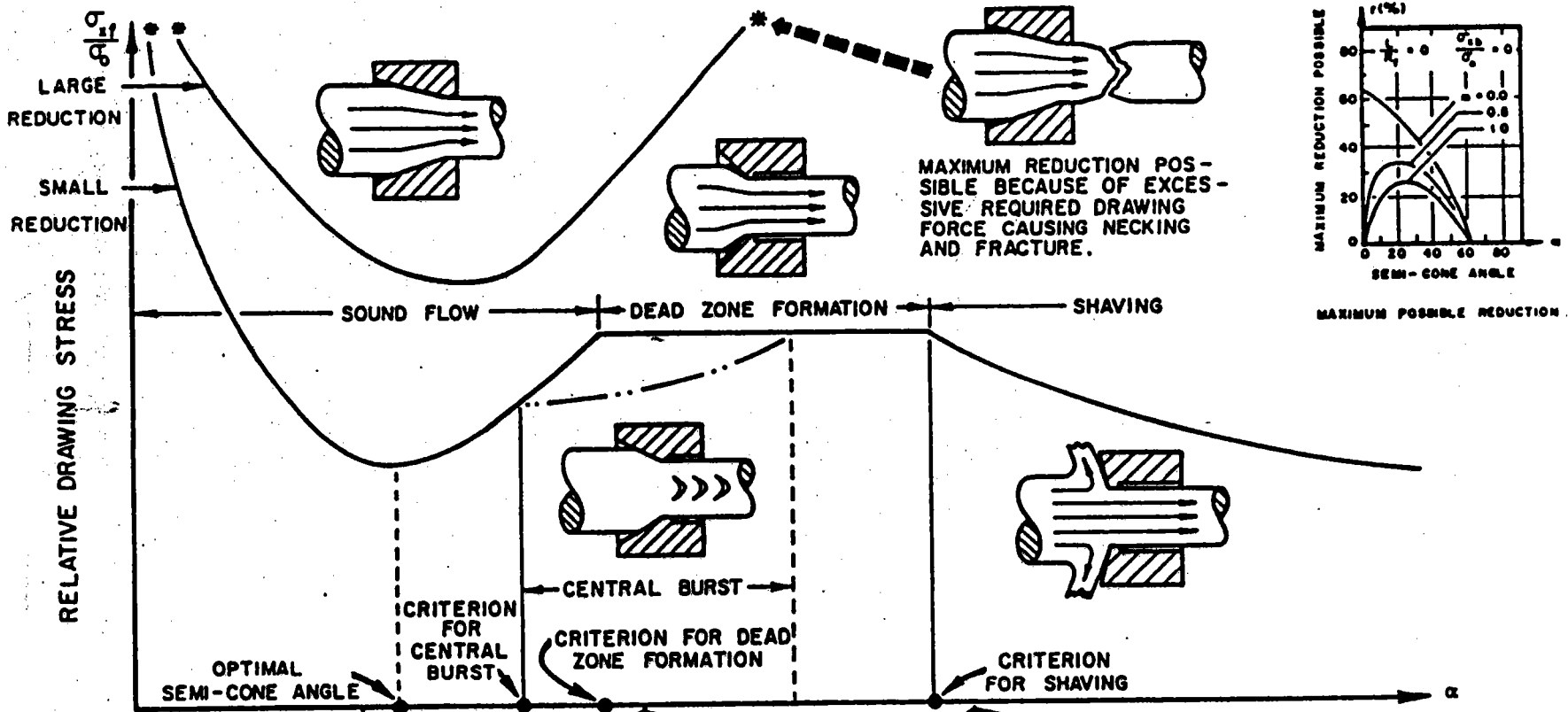
Cristescu présente également l'évolution des contraintes longitudinales et transversales le long d'un diamètre du fil à l'intérieur de la filière. Les figures n° 6.6 montrent l'évolution de la contrainte longitudinale σ_{rr} et de la contrainte de cisaillement $\sigma_{r\theta}$ sur la surface Γ prise à la distance r du point de convergence O de la filière au cours de la déformation d'un fil d'aluminium.



Figures n°6.6 : évolution des contraintes $\sigma_{r\theta}$ et σ_{rr} appliquées à un élément de volume situé dans la zone II (figure n°6.4) à un angle θ de l'axe du fil ($0 \leq \theta < \alpha$) dans le cas du tréfilage d'un fil d'aluminium (vitesse de tréfilage = 1506mm/s, $\alpha = 8^\circ$, $\sigma_0 = 160$ MPa).

On distingue parfaitement l'augmentation de la composante longitudinale au voisinage de l'axe du fil, et inversement l'augmentation de la composante radiale au voisinage de l'interface filière/fil.

Figure n°6.7 : Evolution de la contrainte de tréfilage en fonction de l'angle de filière et domaine de déformation plastique correspondant d'après (6).



Avitzur a étendu ses calculs au procédé d'extrusion (6) et a déterminé l'effort de tréfilage en fonction de α pour des angles compris entre 0 et 90° (figure n° 6.7).

Les calculs d'Avitzur et Cristescu ont permis d'optimiser avec une bonne approximation les efforts de tréfilage et la forme de la filière pour minimiser l'énergie de déformation. Les paramètres optimaux retenus dans le cas de l'acier sont $8^\circ < 2\alpha < 24^\circ$ et $10\% < R\% \text{ par passe} < 30\%$

Malheureusement, ces méthodes ne tiennent pas compte du phénomène d'écrouissage du matériau et ne permettent pas d'avoir accès au retour élastique et donc aux contraintes résiduelles dans le produit fini.

6.3.2) Prévision des défauts de tréfilage.

Si les défauts de surface et l'apparition de zones mortes ont pu être minimisés de façon expérimentale par l'amélioration de la qualité des lubrifants et l'optimisation de l'angle de filière, l'apparition des chevrons reste encore un mystère qui a fait l'objet de nombreux travaux.

Le critère de ZIMMERMAN-AVITZUR (7)

Lorsque des défauts apparaissent, notamment des chevrons, Avitzur propose de modifier le champ de vitesse. Le nouveau champ postulé est présenté dans la figure n° 6.8 .

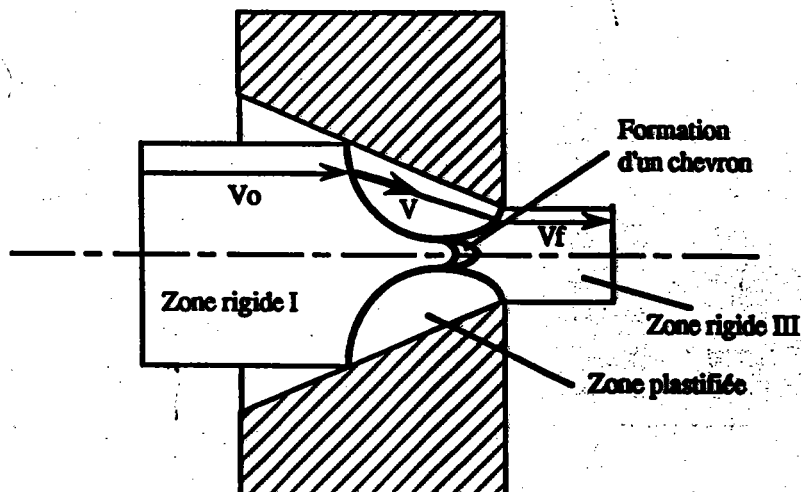


Figure n°6.8 : champs de vitesse dans le cas d'apparition des chevrons.

On peut, en comparant les valeurs de l'énergie de déformation avec et sans chevron, définir un critère d'apparition et séparer le plan α -R% en deux régions (figure n° 6.9). Une zone à forte réduction et faibles angles dans laquelle la formation de chevrons est impossible et une zone correspondant aux faibles réductions et forts angles dans laquelle les chevrons peuvent se former. Dans le premier cas de figure, la surface de contact est plus grande et les effets de cisaillement élevés. Au contraire, dans le second cas, le cisaillement est plus faible et la compression prend une plus grande importance, risquant de faire apparaître les chevrons.

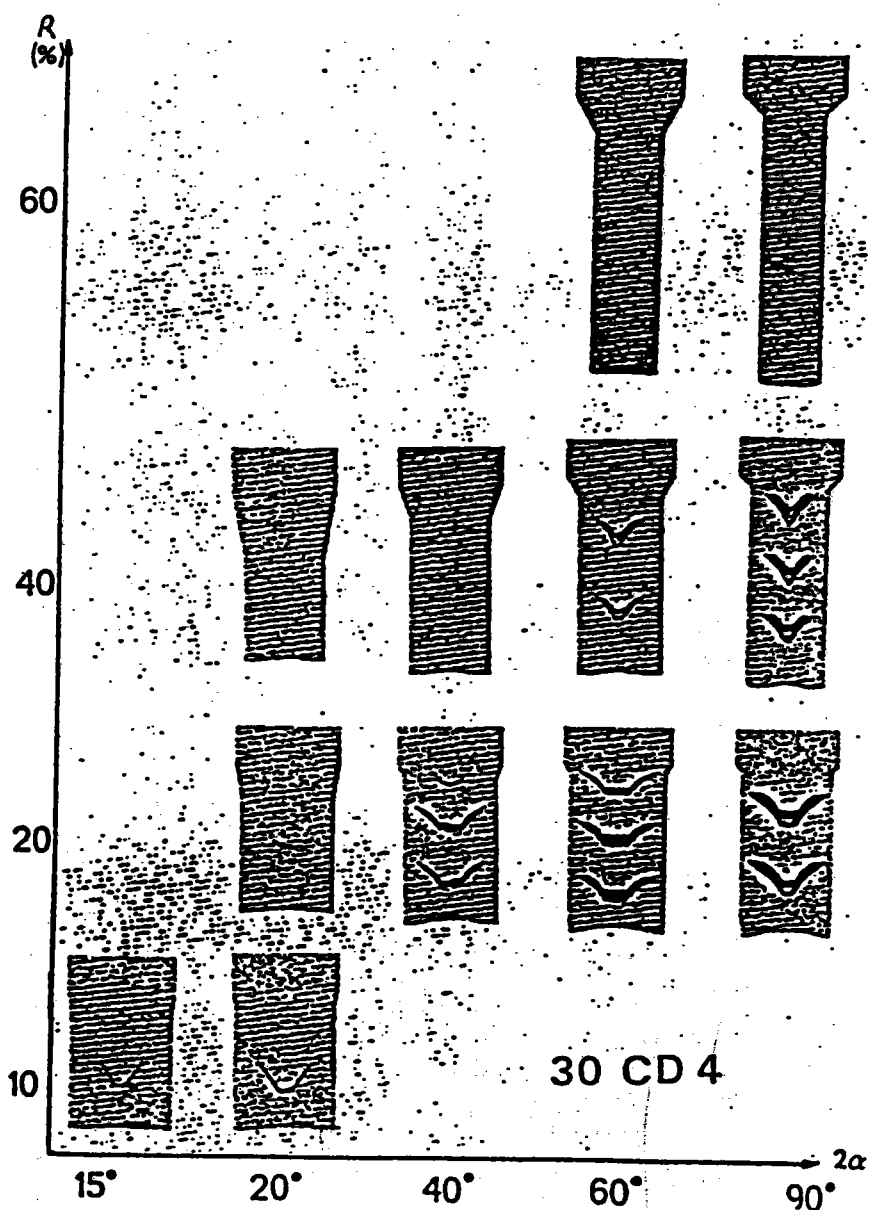


Figure n°6.9 : Zone d'apparition des chevrons selon Avitzur dans le cas d'un acier 30 CD 4

 Etude de l'endommagement (8).

Chevalier propose un critère d'apparition des chevrons reposant sur la théorie de l'endommagement. Le modèle d'endommagement utilisé est isotrope à un paramètre. Ce paramètre noté d traduit les pertes de propriétés élastiques provenant de l'augmentation du pourcentage de cavités et de microfissures dans un volume élémentaire quelconque. Il est lié à l'évolution du module d'Young E du matériau au cours de la déformation par la relation suivante :

$$d = 1 - \frac{E}{E_0}$$

La courbe charge/déformation présentée figure n°6.10 montre parfaitement l'apparition et l'influence de l'endommagement au cours de la déformation du matériau.

Au cours du chargement trois instabilités apparaissent :

- la première lorsque la courbe force-déplacement ($F-\epsilon$) accuse une décroissance,
- la deuxième lorsque la courbe ($\sigma-\epsilon$) devient décroissante,
- la troisième lorsque ($\sigma-\epsilon$) présente une tangente verticale.

C'est dans le domaine caractérisé par les trois instabilités que le rôle de l'endommagement est prépondérant dans l'amorçage de la rupture du matériau sollicité.

L'utilisation d'un modèle de calcul aux éléments finis en grandes déformations et l'hypothèse d'un comportement élastoplastique écrouissable du matériau au cours de sa mise en forme ont permis à Chevalier d'évaluer la répartition de l'endommagement en tous points du fil pendant et après son passage dans la filière.

Pour cela il détermine, en tous points du matériau déformé, une contrainte équivalente σ^* au sens de l'endommagement par la relation suivante :

$$\sigma^* = \sqrt{\frac{2}{3}(1-\nu) \sigma_{MISES}^2 + 3(1-2\nu) \langle \sigma_H \rangle^2}$$

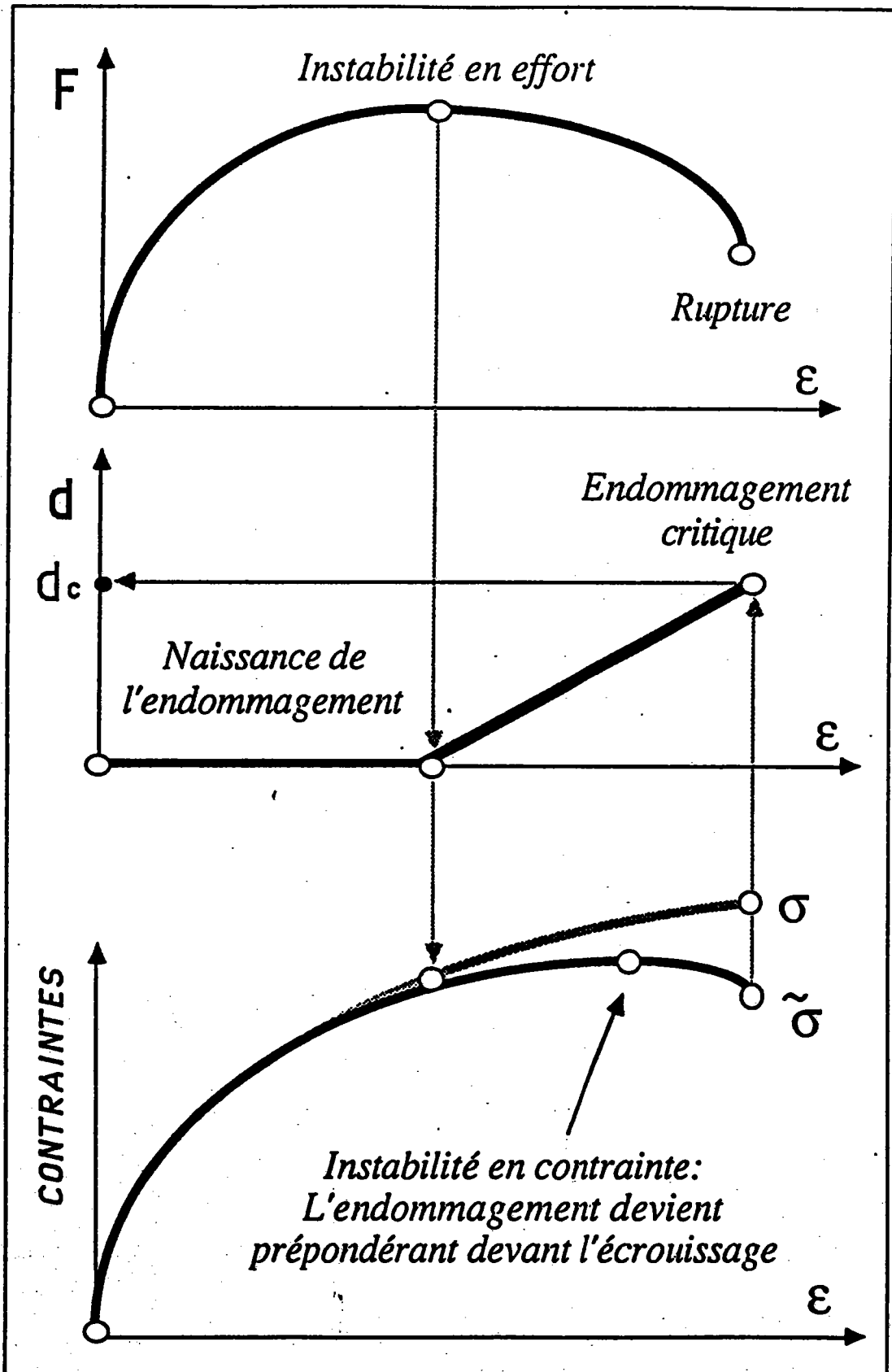


Figure n°6.10 : Caractérisation de l'endommagement.

avec

$$\langle \sigma_H \rangle = \begin{cases} \sigma_H & \text{pour } \sigma_H \leq 0 \\ 0 & \text{pour } \sigma_H \geq 0 \end{cases}$$

où :

- $\sigma_H = -1/3 \text{ trace}(\sigma_{ij})$ est la contrainte hydrostatique caractérisant l'état de pression sur un élément de volume du fil,
- σ_{Mises} est la contrainte équivalente selon Von Mises caractérisant l'état de cisaillement d'un élément de volume du fil,
- ν est le coefficient de Poisson du matériau.

La figure n° 6.11 montre les variations de σ_H et σ_{Mises} et σ^* en fonction du rayon du fil déformé.

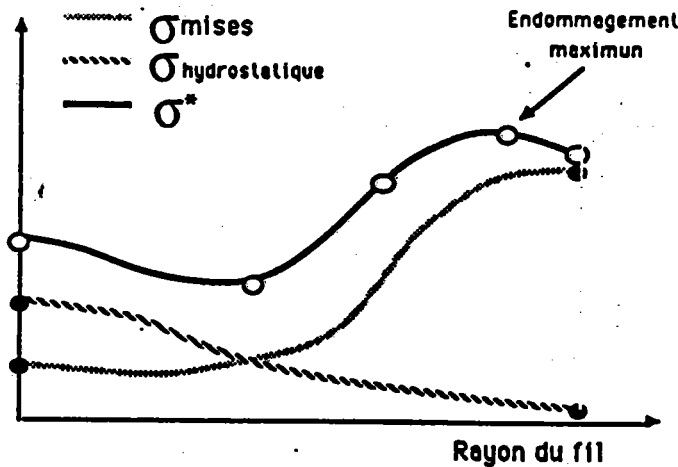


Figure n°6.11 : évolution de σ^* en fonction du rayon du fil.

A partir de σ^* , il propose de déterminer d à l'aide de la loi d'évolution suivante :

$$d = 1 - \sqrt[s+1]{1 - \left(\frac{\sigma^* - \sigma_d}{S} \right)^{s+1}}$$

où :

- σ_d est le seuil d'endommagement
- S et s sont des constantes caractéristiques à identifier par un essai de traction sur le matériau utilisé.

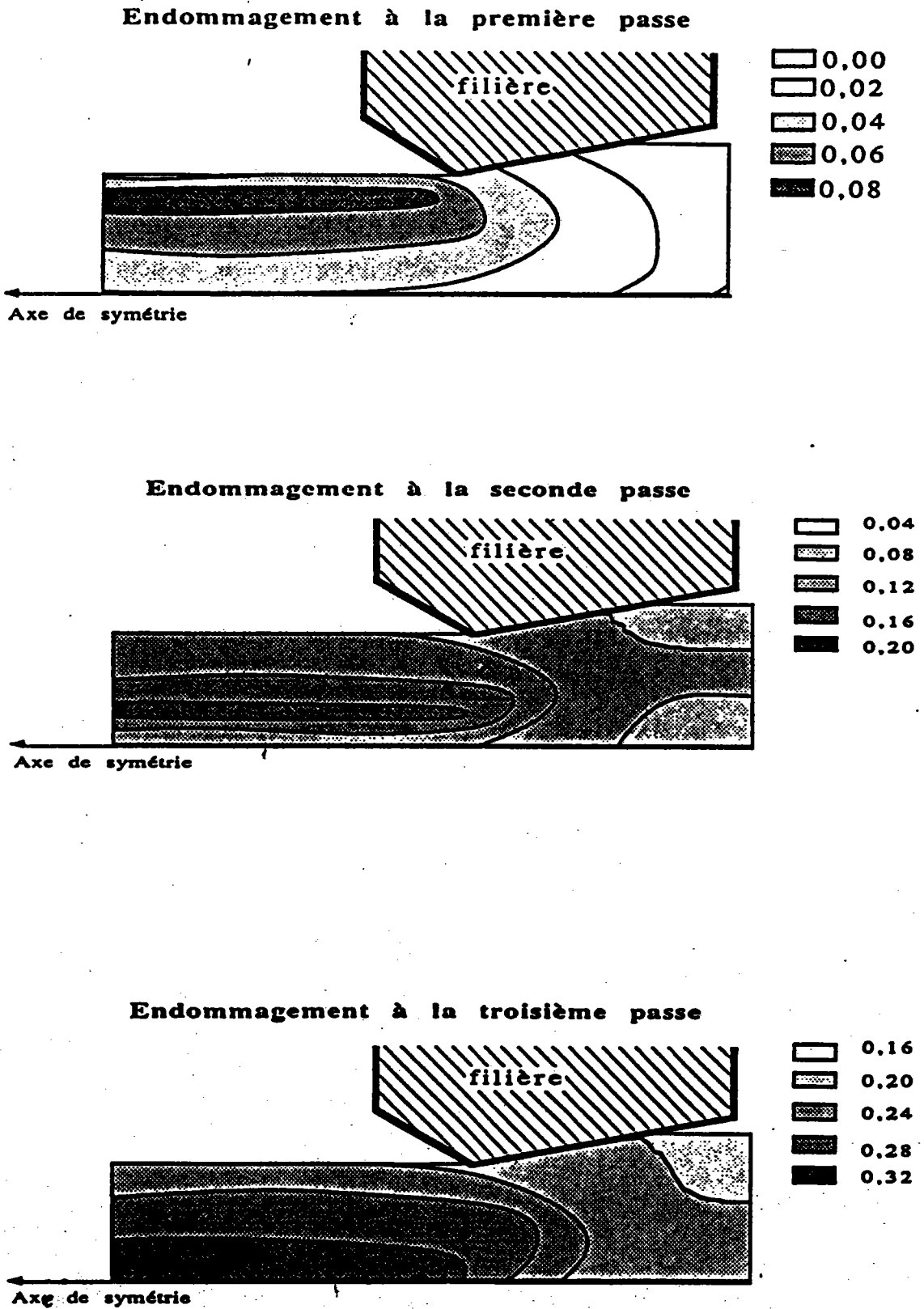


Figure n°6.12 : évolution de l'endommagement maximum dans le fil au cours des trois premières passes de tréfilage d'après (8).

La recherche de d_{Maxi} dans le fil pour différents paramètres de tréfilage permet ensuite de définir les meilleures conditions (angle de filière et taux de déformation) de mise en forme.

Une étude de l'influence des trois premières passes sur l'état de contraintes internes du fil lui permet de constater que l'endommagement maximum évolue de la surface vers le coeur du fil entre la première et la troisième passe de tréfilage. La figure n° 6.12 présente l'évolution de d_{Maxi} en fonction du rayon du fil au cours des trois premières passes de tréfilage. La figure n° 6.13 montre, dans les mêmes conditions, l'évolution des contraintes σ_H et σ_{MISES} .

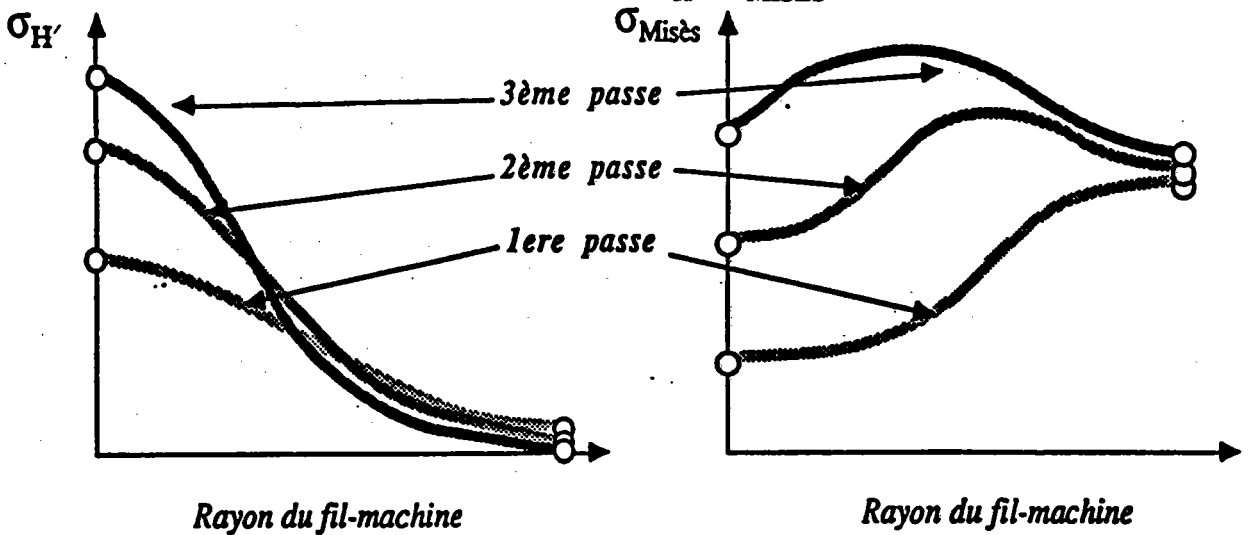


Figure n°6.13 : évolution des contraintes dans le fil au cours des trois premières passes de tréfilage d'après (8)

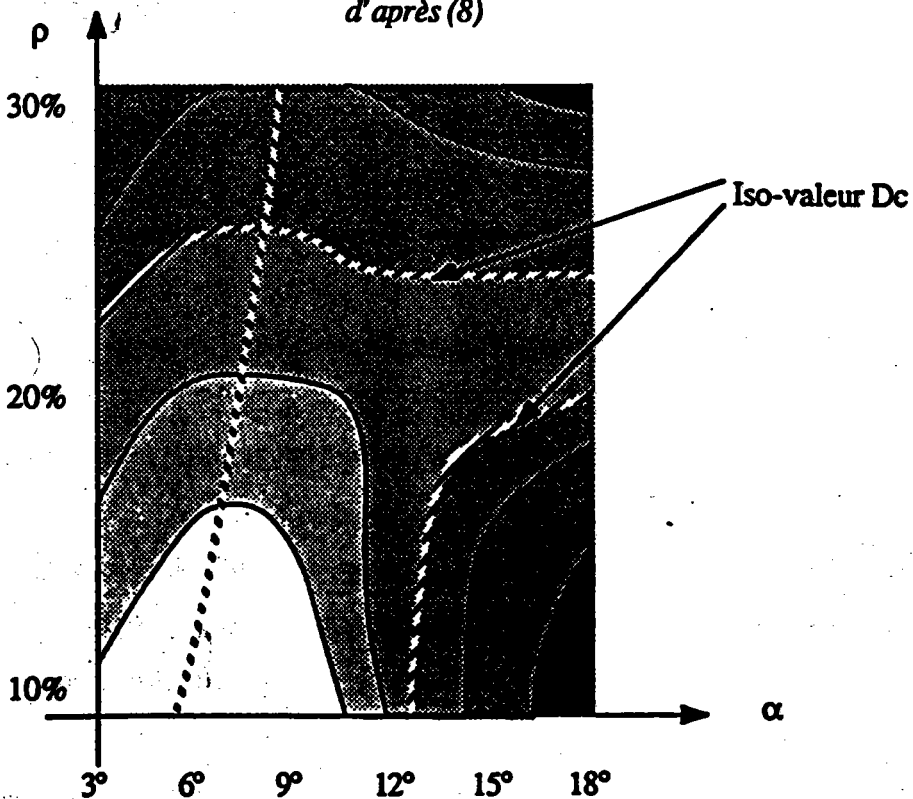


Figure n°6.14 : conditions optimales de tréfilage d'après (8).

L'étude des variations de d_{Maxi} en fonction de l'angle de filière α et du taux de réduction $R\%$ lui ont permis de proposer un nouveau domaine d'apparition des chevrons (figure n° 6.14). Le graphe D_c (endommagement critique) = $f(\alpha, R\%)$ propose un domaine "idéal" de tréfilage contenu dans celui proposé par Zimmerman et Avitzur, mais de taille réduite par rapport à ce dernier.

L'étude de Chevalier étant encore beaucoup trop récente, il est difficile de conclure sur la validité d'un tel critère, mais de prochaines études apporteront certainement des compléments d'informations importants.

Si ces études complémentaires concernant l'apparition de chevrons ont permis de montrer qu'il existe des conditions optimales de tréfilage (au sens de l'effort de tréfilage et de l'endommagement), ces phénomènes apparaissent encore fréquemment et sans contrôle possible au cours du tréfilage.

6.3.3) Modèle de comportement macroscopique tenant compte des composantes microscopiques du matériau déformé.

La plupart des études présentées permettent une approximation des grandeurs de tréfilage (angle de filière, effort de traction et taux de réduction optimal) mais ne tiennent pas compte, de part leurs hypothèses, des caractéristiques microscopiques du matériau déformé.

Les modèles de comportement d'un matériau soumis à déformation utilisant ses caractéristiques microscopiques sont de plus en plus usités aujourd'hui.

Supposant connu le type de déformation et la texture initiale d'un polycristal, un tel modèle permet de déterminer la texture qui découle de cette déformation. La confrontation des résultats avec l'expérience apporte alors des renseignements précieux sur les mécanismes de déformation plastique des grains du matériau polycristallin étudié.

Le principe de ces théories repose sur la considération suivante : un matériau

polycristallin est un agrégat hétérogène dont le comportement se déduit du comportement de chaque constituant (monocristal). Pour cela, la réaction globale du matériau doit être associée à toutes les actions et réactions des éléments qui le composent sur les éléments voisins au cours de la déformation.

Les méthodes qui permettent d'y parvenir (Reuss (9), Voigt (10), Taylor (11), Kröner (12), modèle autocohérent (13)) diffèrent principalement par la nature des hypothèses, et donc par le degré des approximations faites pour résoudre le problème des relations entre contraintes et déformations macroscopiques et microscopiques dans les polycristaux.

Malheureusement, peu d'études utilisant ces modèles ont abordé le problème du tréfilage. Seules des études concernant la torsion de tubes de cuivre et d'acier à l'aide du modèle de Taylor (14, 15, 16) ont été proposées. Récemment toutefois, des applications du modèle autocohérent à l'étude des textures de déformation ont montré d'excellentes corrélations entre certains types de déformation et les textures que nous avons rencontrées dans le steelcord. Ce sont ces derniers résultats que nous présentons.

L'approximation autocohérente introduite par Kröner (12) a été développée par Hill (17), Budianski et Wu (18), Hutchinson (19), Berveiller et Zaoui (20) et Weng (21) dans le cas des petites déformations. Récemment, le problème de la formation des textures cristallographiques en grandes déformations a été également abordé par Hihi et al (22) et développé par Lipinski et al (23).

Présentons succinctement son principe.

Soit un agrégat (polycristal) hétérogène de N éléments (monocristaux) homogènes. Chaque élément (i) a un comportement supposé connu décrit symboliquement par une relation entre contraintes (σ_i) et déformations (ϵ_i) totales locales. On se fixe également la forme moyenne de chaque constituant et sa disposition par rapport au repère macroscopique de référence.

Si chaque élément est considéré comme une inclusion hétérogène dans une matrice infinie homogène, on a ensuite à résoudre N problèmes de type "inclusion-matrice", où l'on établit les relations entre σ_i, ϵ_i dans l'inclusion (i) et les contraintes et déformations totales macroscopiques Σ, E

appliquées à l'infini à la matrice homogène dans laquelle est située cette inclusion.

La solution de ces N problèmes fait intervenir les caractéristiques inconnues du comportement du milieu homogène équivalent constituant la matrice et les conditions de liaison inclusion-matrice.

Si l'on se place dans le cas d'un matériau polycristallin constitué d'un ensemble de grains et dont le comportement est supposé élastoplastique écrouissable, trois familles de paramètres physiques sont à prendre en compte dans l'évolution du comportement du matériau avec la déformation :

- à l'échelle intracristalline : l'évolution et la répartition des dislocations responsables de l'écrouissage intracristallin.

- à l'échelle du grain :

- * le mécanisme de glissement plastique à l'origine des textures de déformation

- * la désorientation relative des réseaux cristallins source de contraintes internes

- le changement morphologique des grains qui se superpose aux hétérogénéités

intra et intergranulaires.

Devant la complexité du problème, les hypothèses simplificatrices suivantes sont postulées :

- le comportement du grain est supposé homogène dans tout son volume.

- les grains se déforment uniquement par glissement. Le glissement plastique obéit à la loi de Schmid (23). Dans le cas d'un réseau cubique centré :

- * la famille de système de glissement considérée est $\{110\}\langle 111 \rangle$ (24),

- * 24 systèmes sont pris en compte,

- pour les grandes déformations, l'écrouissage intracristallin est décrit par une matrice reliant la vitesse de cisson critique sur les systèmes de glissement à la vitesse du glissement plastique sur les systèmes actifs.

- toujours en grandes déformations, les transitions d'échelle entre les grandeurs microscopiques et macroscopiques sont effectuées par l'emploi du gradient de vitesse et des taux de contrainte nominale.

Un programme informatique conduit à la fonction de distribution des orientations d'un

volume de N grains à partir des données suivantes :

- nombre de grains constituant le volume et forme de ces grains,
- matrice des contraintes macroscopiques agissant sur le volume,
- caractéristiques du réseau cristallin.

A. Nadari et M. Berveiller (25) ont montré, à l'aide de ce modèle, qu'une contrainte uniaxiale pure appliquée à un volume de 100 grains de texture isotrope et de structure cubique centrée engendre une texture de fibre "classique" d'axe $\langle 110 \rangle$. La figure n° 6.15 présente la formation de cette texture selon le taux de déformation imposé.

Ce résultat démontre que la texture issue du coeur d'un fil tréfilé peut être associée à un état de déformation uniaxiale pure.

Ce modèle, beaucoup plus réaliste que le modèle de Taylor, est malheureusement encore trop récent pour avoir été appliqué à l'étude du tréfilage.

L'ensemble des études présentées dans ce chapitre seront comparées aux résultats concernant l'influence des paramètres de tréfilage sur la texture du steelcord dans le chapitre suivant.

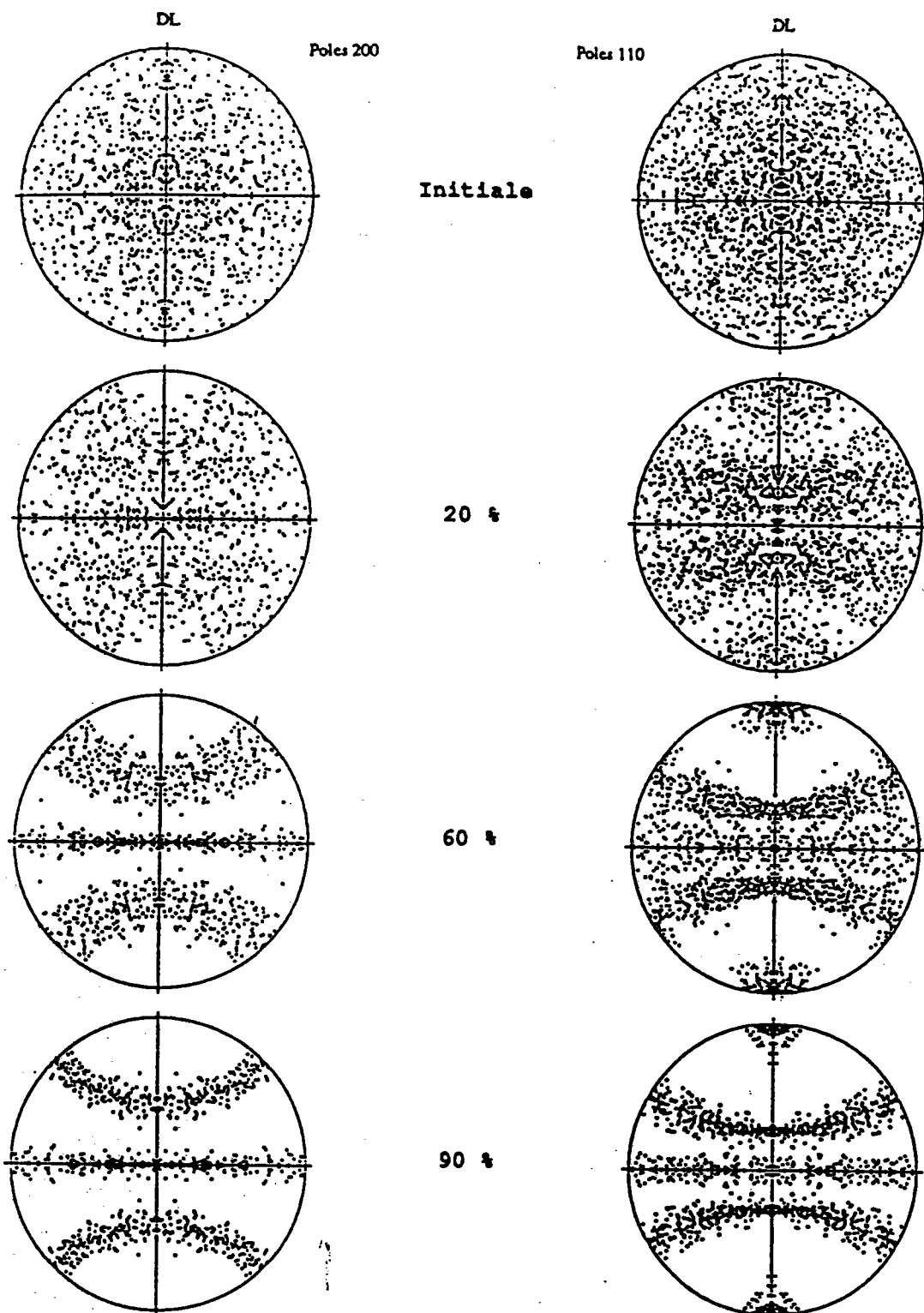


Figure n°6.15 : évolution de la texture en fonction du taux de déformation dans le cas d'une traction uniaxiale pure d'un polycristal cubique centré (modèle autocohérent).

7) INFLUENCE DES PARAMETRES DE TREFILAGE SUR LA TEXTURE ET LES PROPRIETES MECANIQUES DU STEELCORD (26).

La technique de détermination de la texture cristallographique de fil présentée dans la première partie de ce mémoire nous a montré que l'indice de texture varie de la même façon, que le fil ait un gros ou un petit diamètre. Bien que les variations soient similaires, les valeurs de indices sont néanmoins différentes. La question est alors de savoir :

1) comment ces indices varient lorsque les paramètres de tréfilage sont modifiés ?

2) ce que nous apporte ces indices de texture par rapport aux moyens classiques de caractérisation du fil (essais mécaniques) ?

Quatre paramètres, considérés comme les plus influents sur le procédé de tréfilage, ont été étudiés. Il s'agit :

- du taux de réduction par passe,
- de l'angle de filière,
- de la vitesse de tréfilage,
- des traitements thermiques.

Leurs variations ont été limitées au domaine des conditions optimales de tréfilage définies par Avitzur (6) et Chevalier (8), c'est à dire :

- $8^\circ < 2\alpha < 20^\circ$
- $10\% < R\% < 20\%$

Pour chaque étude, un certain nombre d'échantillons sont prélevés à différents stades de la fabrication et nous présentons pour chacun d'eux :

- la courbe d'indice de texture $T_i = f(\text{diamètre})$,
- les résultats d'essais mécaniques.

7.1) Les essais mécaniques.

Nous avons vu, dans la première partie, la technique de détermination des indices de texture. Nous présentons ici les différents essais mécaniques effectués sur les échantillons de fil. Ces essais sont normalisés, mais certains sont spécifiques au steelcord. Ils font partie du cahier des charges imposé par le pneumaticien.

7.1.1) L'essai de fatigue par flexion rotative ou test "HUNTER".

La rupture, appelé rupture par fatigue, dépend pour une grande part des défauts superficiels du métal. C'est en effet à partir d'un défaut de surface (crique, piqûre de corrosion, inclusion,...), que s'initie la fissure conduisant à la rupture.

Un essai de fatigue consiste à soumettre une éprouvette à une contrainte alternative connue et à mesurer le nombre de cycles qui amène la rupture.

La flexion rotative est une méthode particulièrement commode pour tester la résistance à la fatigue des produits longs, tels que fils, câbles et torons. L'éprouvette est maintenue en rotation par un mandrin tournant et un cylindre creux fixe. Au cours de l'essai, chaque fibre du métal est soumise alternativement à une contrainte de traction et de compression. Les efforts auxquels sont soumises les éprouvettes présentent donc une certaine analogie avec ceux d'un fil ou d'un câble dans une gaine flexible, ou encore d'un pneumatique au cours de son utilisation.

Si l'on calcule la valeur des contraintes en chaque point de l'éprouvette (figure n° 7.1), une valeur maximale est obtenue au point de courbure maximum. Elle est donnée par l'expression :

$$\sigma_M = K \frac{E \cdot d}{e} \quad (\text{MPa})$$

dans laquelle :

- K = 1,2 quand L/e = 2,19

- L = longueur utile de l'éprouvette (mm)

- d = diamètre du fil (mm)
- e = distance entre les mandrins (mm)
- E = module d'Young obtenu lors d'un essai de traction.

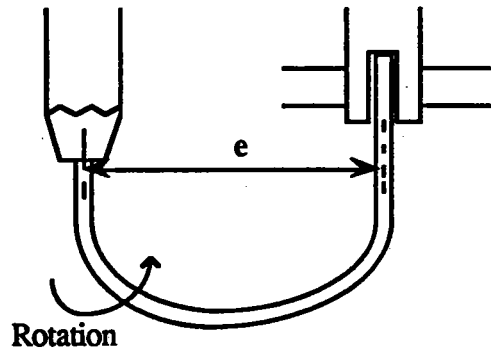


Figure n°7.1 : principe de l'essai de fatigue.

La rupture a lieu d'autant plus tard que la contrainte est plus faible. A partir d'une certaine contrainte appelée limite de fatigue, il n'y a plus de rupture. Cette limite est caractéristique du produit examiné.

En portant en abscisse le nombre de cycles, et en ordonnée la contrainte appliquée, on obtient une courbe de fatigue dite courbe de Wöhler. La figure n° 7.2 montre les deux types extrêmes de courbe de Wöhler : la courbe (I) est caractéristique d'un métal "sain" et présente un palier de limite de fatigue. L'autre, par contre, est caractéristique d'un fil défectueux : il n'y a pas de limite de fatigue.

Une rupture s'initiant sur un défaut essentiellement variable d'une éprouvette à l'autre, il n'est pas étonnant de constater une dispersion assez grande des valeurs expérimentales.

7.1.2) Essai de traction

Cet essai est classique et donne la limite de rupture RT du fil en Mpa, l'allongement (A) après rupture en % et la striction (St) en %. Ces deux derniers paramètres caractérisent la ductilité du matériau. Pour un fil standard de 0,25 mm :

- $RT = 2800$ Mpa,
- $A\% = (\Delta l/l_0 \text{ après rupture}) * 100 = 2,5$
- $St = (1 - (Sf/Si)) * 100 = 50$ avec Sf = section après rupture et Si = section initiale

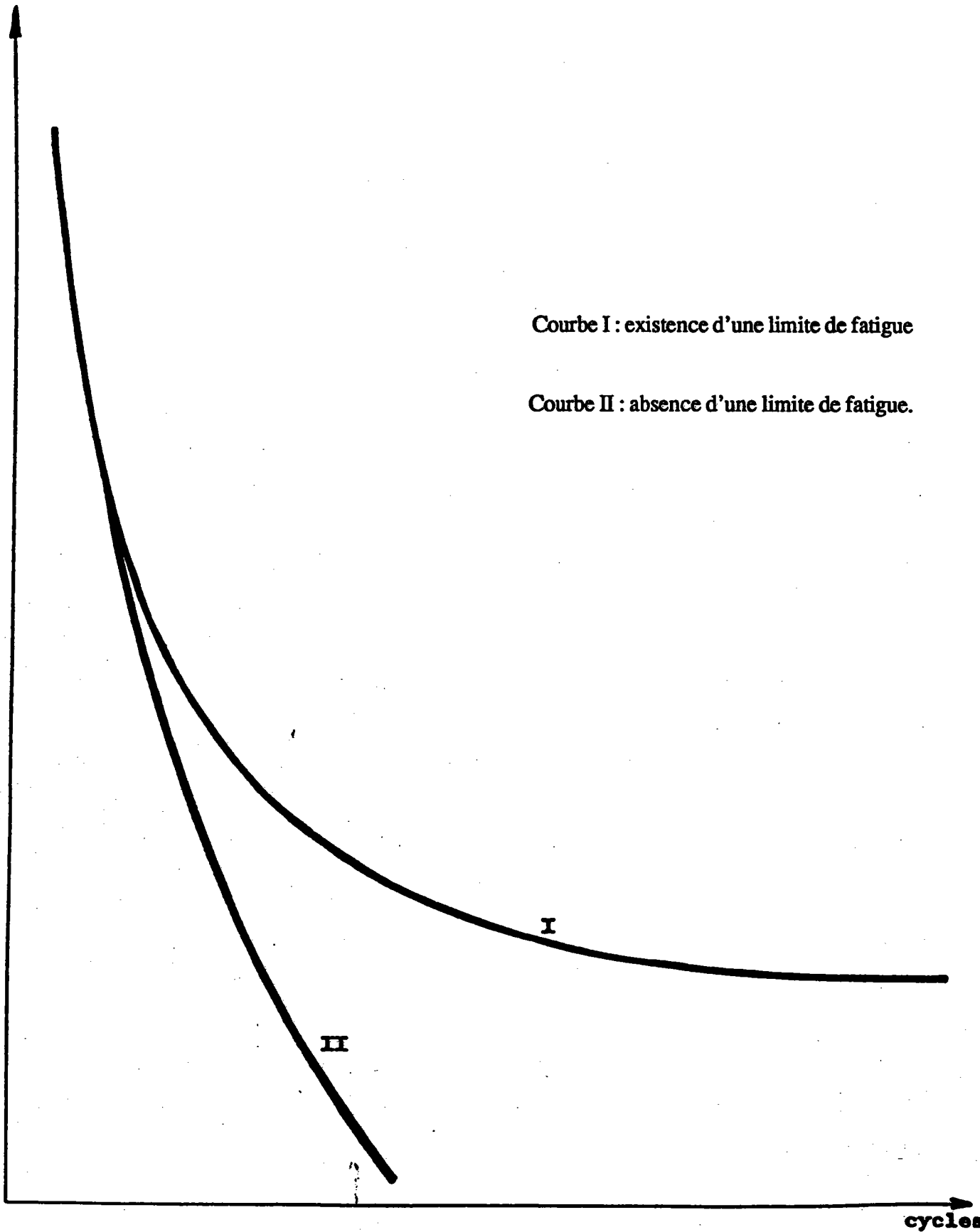


Figure n°7.2 : courbes de Wöhler

7.1.3) Pliage et torsion

Ce sont des essais spécifiques aux tréfileurs. Ils sont normalisés et définis comme suit :

- l'essai de pliage consiste à plier alternativement jusqu'à rupture un fil contre deux surfaces bien définies. On enregistre le nombre de cycles avant rupture.

- l'essai de torsion consiste à faire tourner l'extrémité d'un fil, l'autre étant fixe. La rotation est effectuée jusqu'à rupture. La longueur utile du fil est $L = 200 * d$ (d est le diamètre du fil).

7.2) Résultats expérimentaux.

7.2.1) Influence d'un traitement thermique sur les caractéristiques du fil.

Nous avons vu (chapitre 6 § 6.1) que deux traitements thermiques sont utilisés pour obtenir le steelcord. Le but de cette étude est d'analyser l'influence du premier traitement thermique sur les caractéristiques du fil au cours de son élaboration. Pour cela, un fil d'acier XC64 de diamètre initial 5 mm est séparé en deux bobines notées "Indirect" et "Direct". Ces bobines vont suivre deux chemins de fabrication différents présentés dans la figure n°7.3.

Le diamètre des fils "Indirect" et "Direct" est réduit selon le même procédé de 5mm à 3mm. A ce stade :

- le fil "Indirect" suit le chemin de fabrication habituel présenté dans le chap. 1 à savoir :

- * un premier patentage,
- * une réduction de diamètre de 3mm à 1,37mm en 7 passes,
- * le deuxième patentage,
- * le laitonnage,
- * une réduction de diamètre de 1,37mm à 0,25mm en 17 passes.

- le fil "Direct" est directement tréfilé de 3mm à 1,37mm de diamètre en 7 passes pour suivre ensuite la même procédure que le fil "Indirect". Le premier patentage est donc supprimé.

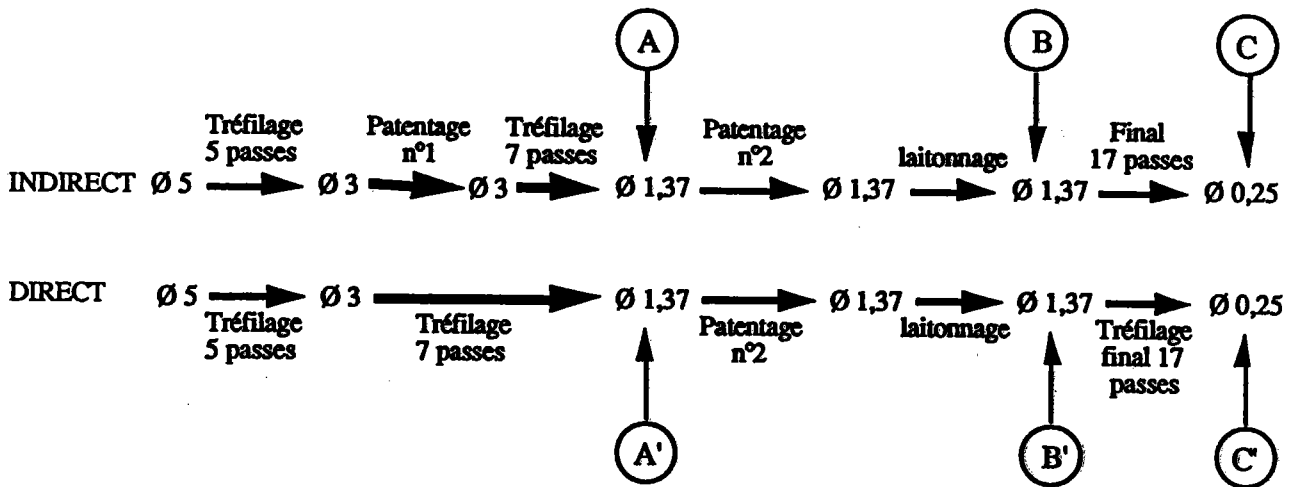


Figure n°7.3 : chaîne de fabrication des fils "Indirect" et "Direct"

Les échantillons sont prélevés à trois stades de la fabrication :

- aux points A et A' (diamètre 1,37mm) avant le patentage n°2,
- aux points B et B' (diamètre 1,37mm) après le patentage n°2 et le laitonage,
- aux points C et C' (diamètre 0,25mm).

La comparaison des couples (A,A') et (B,B') va nous permettre de connaître l'influence d'un traitement thermique sur les caractéristiques d'un fil fortement écroui. Les résultats de cette comparaison serviront à connaître l'influence du premier patentage sur les différents échantillons prélevés.

Observations :

a) *Comparaison des échantillons A et B*

La figure n° 7.4 présente les courbes $T_i = f(d)$ des fils prélevés en A et B. Sur cette figure, l'indice de texture paraît fortement atténué par les effets d'un patentage (austénitisation suivie d'une trempe au plomb). Les valeurs sont à peu près constantes entre le coeur et la surface de l'échantillon B alors qu'elles varient avant traitement (fil A).

L'examen des F.D.P. correspondantes (voir annexe 2) révèle une forte atténuation de la texture, bien que l'on observe en surface la présence d'une fibre classique très faible.

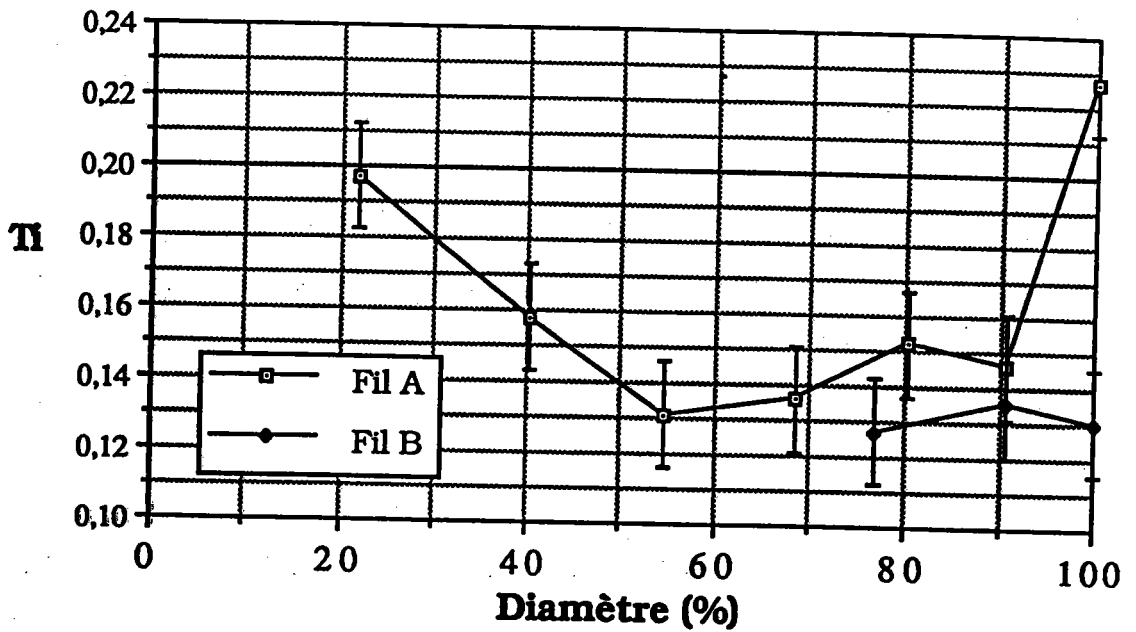


Figure n°7.4 : comparaison des fils A et B.

Nota : sur toutes les courbes présentées, les barres verticales indiquent l'intervalle d'erreur sur chaque valeur de Ti.

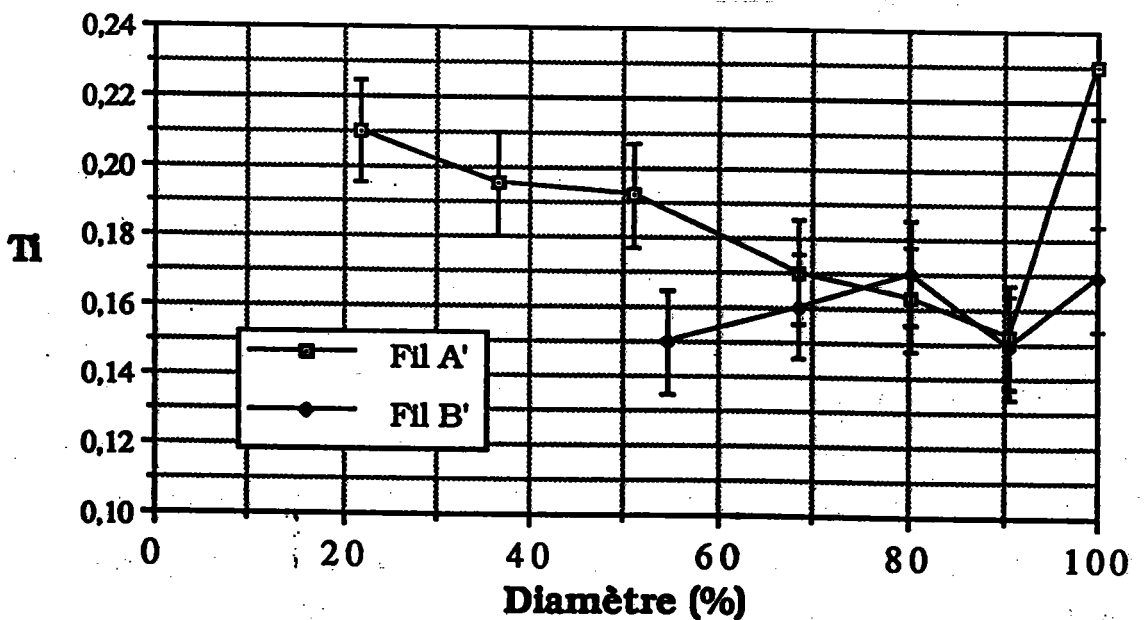


Figure n°7.5 : comparaison des fils A' et B'.

Les mesures à coeur correspondant au fil B n'ont pas pu être faites car l'attaque chimique ne garantit pas la bonne cylindricité de ce fil au delà de 30 % de réduction de diamètre.

b) Comparaison des échantillons (A') et (B')

La figure n° 7.5 présente les courbes $T_i = f(d)$ des fils "Dir" de 1,37mm de diamètre prélevés en A' et B'.

Sur cette figure, le même phénomène que sur la figure n° 7.4 est observé, avec toutefois des valeurs plus élevées de l'indice de texture que dans le cas précédent.

L'examen des F.D.P. (voir annexe n° 2) indique que le patentage n'a pas complètement détruit l'orientation du fil. Les différents domaines de fibre (D_1 , D_2 et D_3) sont observables aux mêmes profondeurs avant et après patentage (il existerait une pseudo réversibilité cristallographique de la transformation Ferrite - Austénite).

Un patentage "adoucit" donc fortement la texture due à la déformation, mais il y a restitution d'une texture de fibre d'autant plus marquée que la texture initiale de déformation est prononcée.

c) Comparaison entre les échantillons A et A'

Ces deux échantillons ont eu la même déformation mais l'un d'eux a été restauré par le premier traitement de patentage. La figure n° 7.6 présente l'évolution de T_i en fonction du diamètre des fils prélevés en A et A'.

On constate que la restauration se traduit par des courbes $T_i = f(d)$ différentes. Le fil A' possède des indices de texture plus élevés. Les indices en surface et à coeur sont les mêmes pour les deux fils mais des différences apparaissent dans la zone intermédiaire. L'examen des F.D.P. (annexe 2) montre que les minima des indices correspondent au domaine D_3 . Une valeur limite de l'indice apparaît en deçà de laquelle la texture est circulaire. Cette limite est 0,18. Le domaine D_3 est plus important pour le fil A.

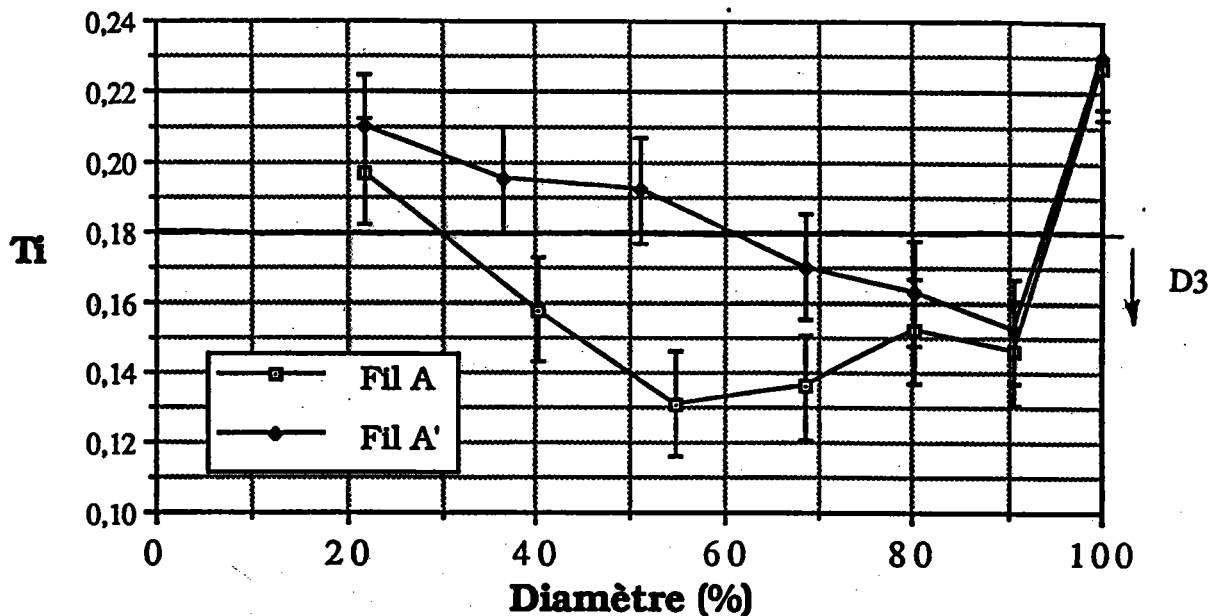


Figure n°7.6 : comparaison des fils A et A'.

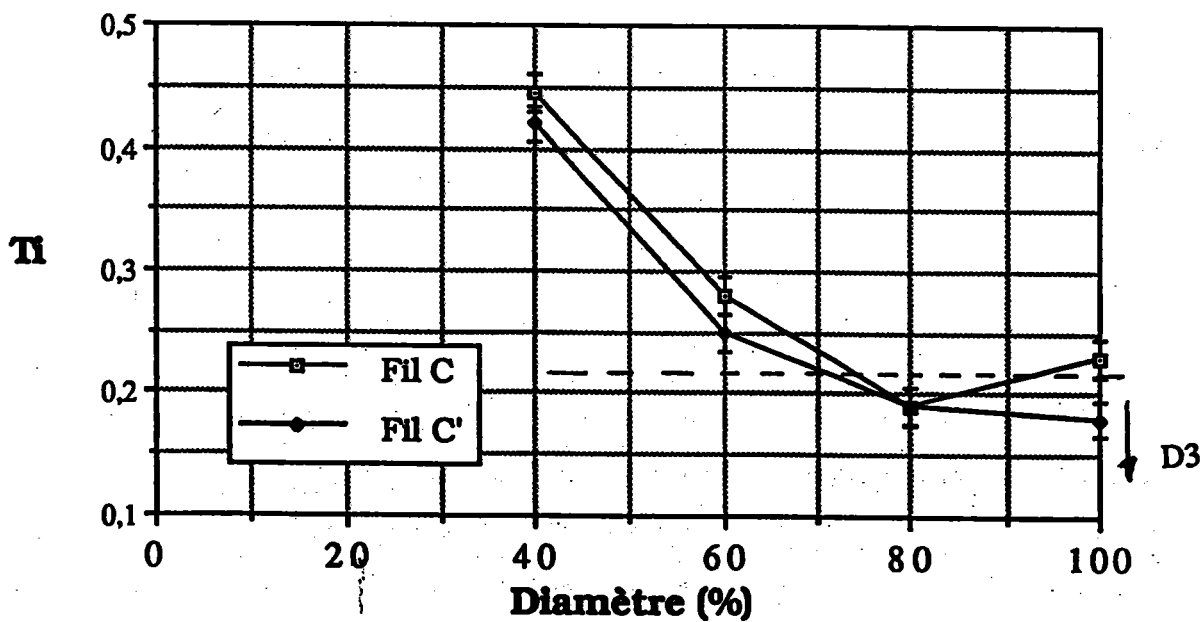


Figure n°7.7 : comparaison des fils C et C'.

Notons que dans le processus de fabrication, certains changements d'opérations créent une inversion de sens de tréfilage, si bien que :

- le fil A a été tréfilé dans le même sens entre les diamètres 5 et 3mm,
- le fil A' a été tréfilé en 5 passes dans un sens et 7 passes dans le sens inverse.

Nous aborderons ce problème particulier dans le § 7.2.5.

Du fait de la restauration du fil A au cours du tréfilage on peut supposer que la supériorité des indices du fil A' provient d'un écrouissage plus important.

Le tableau I présente les résultats des essais mécaniques effectués sur les fils A et A'.

	RT (MPa)	A%	Striction	Pliage	Torsion
A'	2040±30	3	53	15±3	39±4
A	1860±30	3,5	59	20±3	40±4

Tableau I

On remarque que ces deux fils possèdent les mêmes caractéristiques hormis la résistance à la rupture qui est légèrement supérieure pour le fil A'. Cette faible augmentation est due à un écrouissage plus important de ce fil.

On peut constater que les indices de texture, caractéristiques de la microstructure, sont très sensibles aux effets du patentage.

d) Comparaison des fils C et C'

Les deux fils C et C' (Steelcord) sont issus des fils B et B' après 17 filières. Les courbes d'indice de texture présentées figure n°7.7 sont approximativement identiques pour les deux fils. Les indices à coeur sont très élevés et nettement supérieurs à ceux obtenus pour les fils A, A', B, et B'.

En surface l'indice de texture est de l'ordre de 0,2, valeur voisine de celle calculée au même endroit dans les fils A et A'.

L'examen des F.D.P. (voir annexe 2) révèle l'existence du domaine D₃, malgré un taux de

déformation totale de 97 % pour les 17 dernières filières (l'accroissement de la déformation ne supprime pas la texture circulaire comme le supposait Leber).

Par rapport aux diamètres plus important l'indice limite d'apparition du domaine D_3 est plus élevé (0,22). L'étendue de ce domaine D_3 est de 30 % du rayon. On constate également, sans pouvoir l'expliquer actuellement, qu'à la surface des fils l'indice de texture du fil C est légèrement différent de celui du fil C'.

Les essais mécaniques effectués sur ces fils C et C' donnent des résultats rigoureusement identiques (aux intervalles de tolérances près). Ils sont présentés dans le tableau II suivant :

RT (MPa)	A%	Striction	Pliage	Torsion
2770±20	2,5	50	56	88

Tableau II

7.2.2) Influence de la vitesse de tréfilage

Le fil de départ est un acier XC 64 laitonné et possède un diamètre de 1,37mm. Il a déjà subi les opérations de tréfilage sec et de patentage. Deux bobines de ce fil sont préparées et sont tréfilées à des vitesses différentes, les autres paramètres restant inchangés :

- le fil de la première bobine (noté "VT" comme "vitesse de tréfilage") est tréfilé à la vitesse industrielle de 1300m/mn à l'aide de 17 filières d'angle $2\alpha = 12^\circ$,

- le fil de la deuxième bobine (noté "VE" comme "vitesse d'enfilage") est tréfilé de façon manuelle (1 m/mn) à l'aide de 17 filières d'angle $2\alpha = 12^\circ$.

Les échantillons sont prélevés au diamètre 0,25 mm et sont notés "0,25mm VT" et "0,25mm VE".

Observations :

Les fils tréfilés avec deux vitesses extrêmement différentes présentent les mêmes indices de texture (figure n°7.8). Il en est de même pour les caractéristiques mécaniques qui sont semblables.

et correspondent à celles du fil standard issu de la production (tableau II). La vitesse de tréfilage n'a donc pas d'influence sur les propriétés du fil.

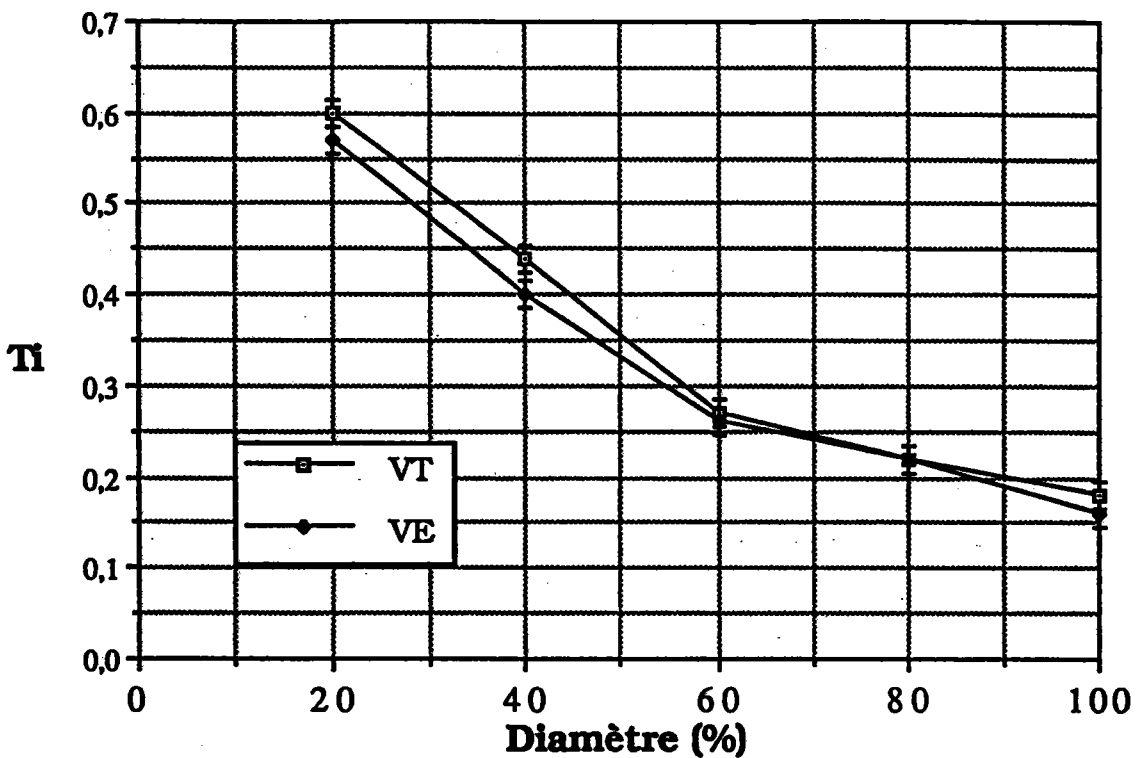


Figure n°7.8 : comparaison des fils "VT" et "VE".

Les figures de pôles (voir annexe n° 3) indiquent, dans les deux types de fils, que le domaine D_3 s'étend sur des zones comparables.

7.2.3) Influence du taux de réduction par passe

Pour le même taux de réduction globale (97,9 %), il est possible d'utiliser un grand ou un petit nombre de passes. Depuis toujours, le choix de ce nombre soulève des polémiques au sein des tréfileurs. Il existe des adeptes inconditionnels du tréfilage à grand nombre de passes et inversement. Malheureusement, les caractéristiques mécaniques ne permettent pas de différencier ces deux procédés. Cette étude indiquera l'influence de ce paramètre sur la texture du fil.

Pour cela, un fil d'acier XC 70 laitonné de 1,20 mm de diamètre est réduit au diamètre 0,175mm en 17 passes ou en 22 passes. Les autres paramètres restent inchangés ($2\alpha = 12^\circ$,

V=1300m/mn). Les échantillons sont prélevés en fin de tréfilage et sont notés "GP 0,175mm" pour le tréfilage en 22 passes et "PP 0,175mm" pour le tréfilage en 17 passes

Signalons que pour conserver le même taux global de réduction, la surface de contact filière/fil est d'autant plus importante que le nombre de passes est faible.

Observations :

Les deux courbes d'indices de texture (figure n° 7.9) concernant le procédé "GP" ou le procédé "PP" sont approximativement identiques (voir également les F.D.P. en annexe 4). On retrouve également des caractéristiques mécaniques équivalentes (tableau III).

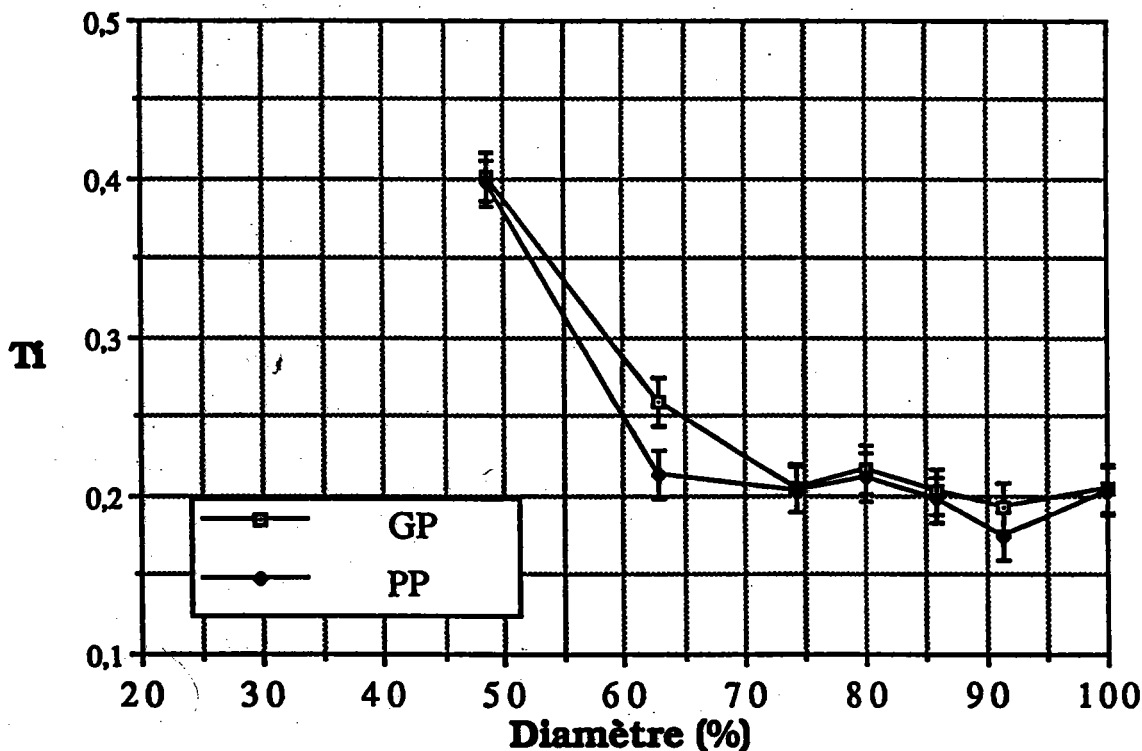


Figure n°7.9 : comparaison des fils "GP" et "PP".

	RT (MPa)	A%	Striction	Pliage	Torsion
GP	3358±20	2,7		127	141
PP	3325±20	2,5		105	163

Tableau III

Il est impossible, avec les indices de texture comme avec les caractéristiques mécaniques, de conclure sur l'influence du nombre de passes (la polémique durera...).

7.2.4) Influence de l'angle de filière

Trois angles de filière identiques ont été utilisés: $2\alpha = 9^\circ, 12^\circ$ et 17° . Signalons que les filières (12°) sont les filières standard utilisées en production. Elles sont fabriquées en série et respectent des tolérances de surface et de circularité du cône. Les deux autres types de filières ont été fabriqués sur place et n'ont peut-être pas la qualité de celles de 12° .

Le fil initial de 1,37 mm de diamètre patenté laitonné est un acier XC 70. Il est réduit au diamètre 0,25mm en 17 passes.

Observations :

Les indices de texture varient dans ce cas de façon extrêmement inégales (figure n°7.10). On constate qu'en surface les indices ont une même valeur (0,18). Par contre :

- le fil tréfilé avec une filière de 9° a un indice qui croit rapidement au fur et à mesure que l'on s'approche du coeur,
- le fil tréfilé avec une filière de 17° possède un indice constant,
- le fil tréfilé avec une filière de 12° a un indice situé entre les courbes précédentes.

Les propriétés mécaniques résumées dans le tableau IV sont à peu près identiques pour les trois fils (les résultats plus complets sont présentés en annexe 5).

	Rt	A	St	P	T
9°	2726±20	2,3±0,1	48±3	54±10	102±10
12°	2720±20	2,6±0,1	48,7±3	77±10	113±10
17°	2648±20	2,4±0,1	52,6±3	67±10	92±10

Tableau IV

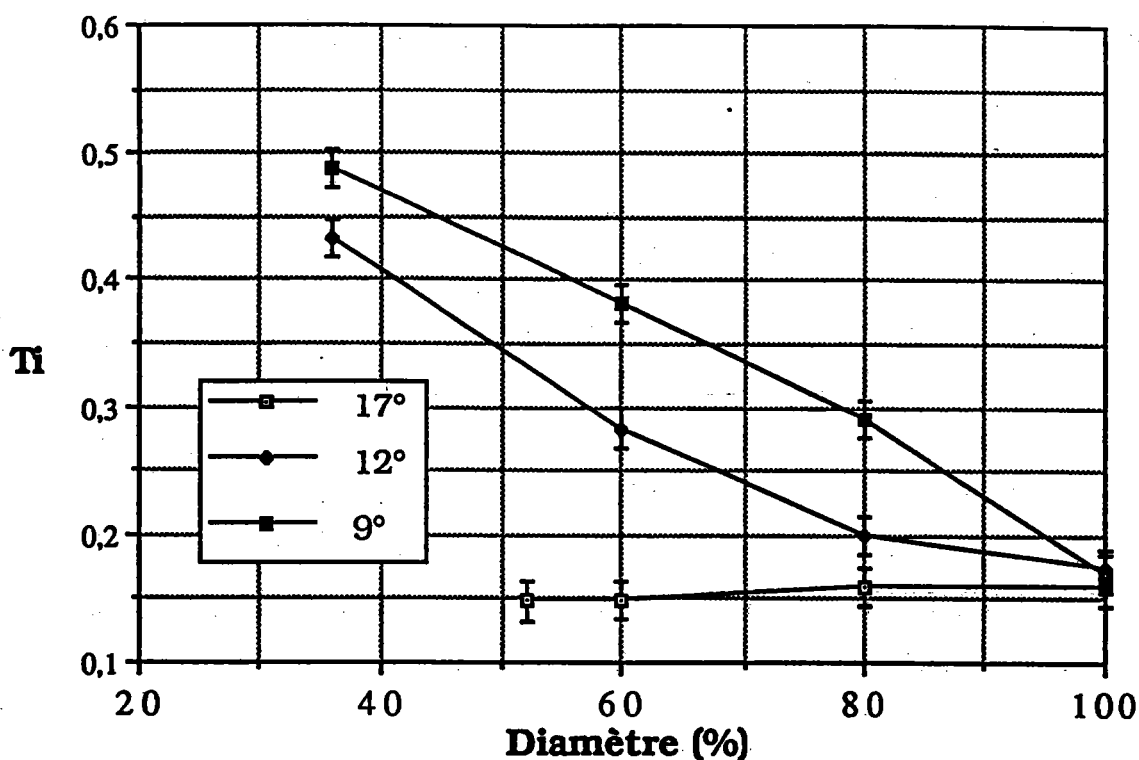


Figure n°7.10 : comparaison des fils "9°", "12°" et "17°".

Essai de fatigue :

Les tests de fatigue de ces différents fils sont répertoriés en annexe 5. On peut remarquer que les valeurs moyennes sont plus favorables au fil tréfilé avec une filière de 12°. Signalons que ce test est fortement lié à l'état de surface du fil car tout défaut superficiel peut être une amorce de rupture. Les filières 9° et 17° n'avaient peut être pas la qualité de surface des filières standard pour que l'on puisse considérer les résultats à leur juste valeur. Des études complémentaires sont nécessaires.

Examen des F.D.P. :

Les F.D.P. présentées en annexe 5 sont tout à fait remarquables :

- dans un cas (9°), la texture est une fibre classique sur la totalité de la section du fil à l'exception de la surface.
- dans l'autre cas (17°), c'est la fibre circulaire qui est principalement présente dans tout le fil (sauf uniquement au coeur où la fibre circulaire a tendance à se transformer en fibre

classique).

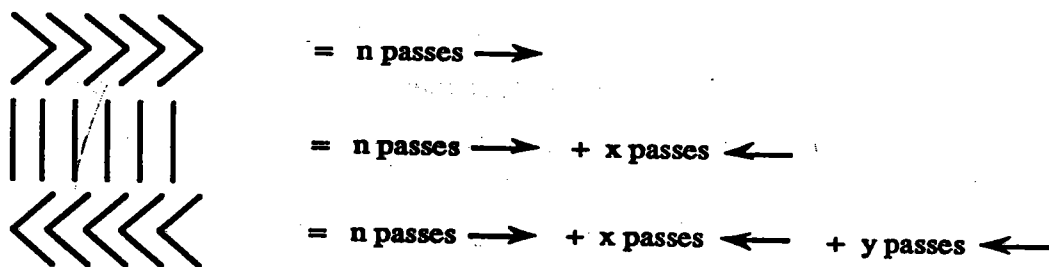
Cet exemple particulier pour lequel la fibre est circulaire malgré les 97% de déformation montre bien que l'importance de la déformation n'est pas le facteur unique conduisant à une texture de fibre classique. Les modifications d'angle de filière entraînent des champs de vitesses ou de contraintes différents dans la filière. Ces répartitions différentes de vitesses ou de contraintes sont probablement à l'origine des variations importantes d'indices observées.

Sur la figure "17° 0,2/0,25 mm" de l'annexe 5, nous avons deux maxima représentant le pseudo axe de fibre $\langle 110 \rangle$. Celui situé dans la direction de tréfilage est plus intense que celui situé dans la direction opposée. Nous sommes donc en présence de deux "chapeaux chinois" opposés. Compte tenu des intensités des maxima, la fibre représentée par le "chapeau chinois" dont la pointe est dirigée vers la direction de tréfilage est plus intense que la fibre opposée.

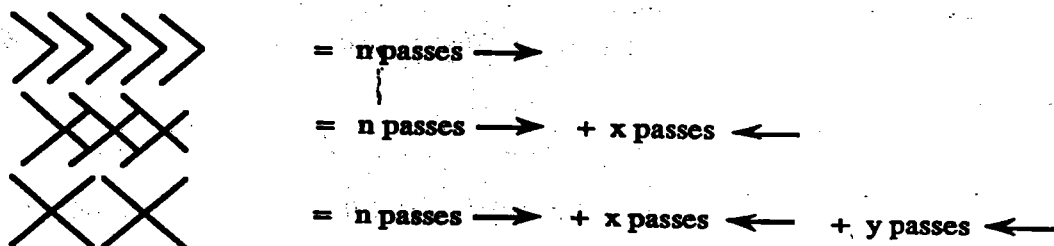
7.2.5) Influence du sens de tréfilage.

Les différentes remarques concernant le domaine D3 nous ont conduit à effectuer un essai de tréfilage "inversé" afin de déterminer s'il est possible :

- d'atténuer voire d'inverser l'angle d'ouverture du "chapeau chinois" comme le schématise la figure suivante :



- de créer une texture avec un double "chapeau chinois" conservant les angles d'ouverture initiaux selon le schéma suivant :



Deux expériences ont été effectuées de la façon suivante :

1) sur une tréfileuse "PP" (17 passes) :

a) le fil initial de diamètre 1,37 mm est tréfilé en 17 passes de façon habituelle jusqu'au diamètre 0,175 mm.

b) ce même fil est tréfilé en 15 passes dans un sens suivies de 2 passes en sens inverse.

2) les mêmes opérations sont effectuées sur une tréfileuse "GP" (22 passes) :

a) 22 passes dans le même sens,

b) 20 passes dans un sens suivies de 2 passes en sens opposé.

Observation des F.D.P. :

Nous ne présentons que quelques exemples représentatifs du phénomène :

1) pour les fils "PP" (figures n°7.11), les F.D.P.

a) "17 passes 0,150/0,175" et "(15+2) passes 0,150/0,175",

b) "17 passes 0,175/0,175" et "(15+2) passes 0,175/0,175",

2) pour les fils "GP" (figures n°7.12), les F.D.P. :

a) "22 passes 0,130/0,175" et "(20+2) passes 0,130/0,175",

b) "22 passes 0,100/0,175" et "(20+2) passes 0,100/0,175".

On remarque essentiellement, lorsqu'il y a un tréfilage inversé, que:

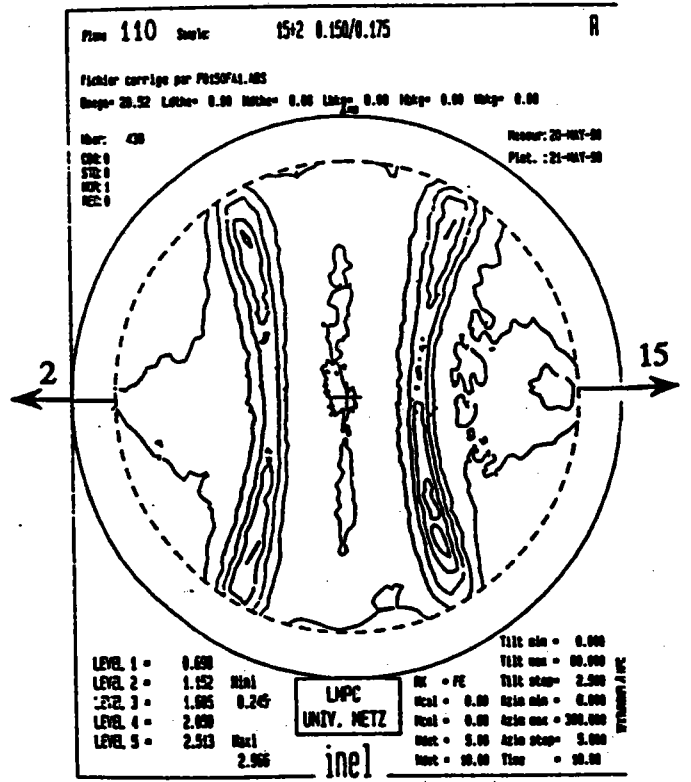
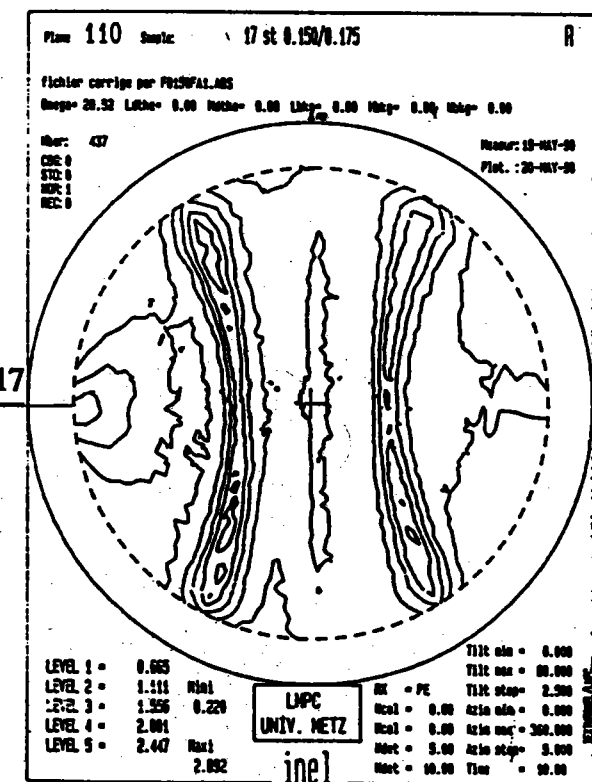
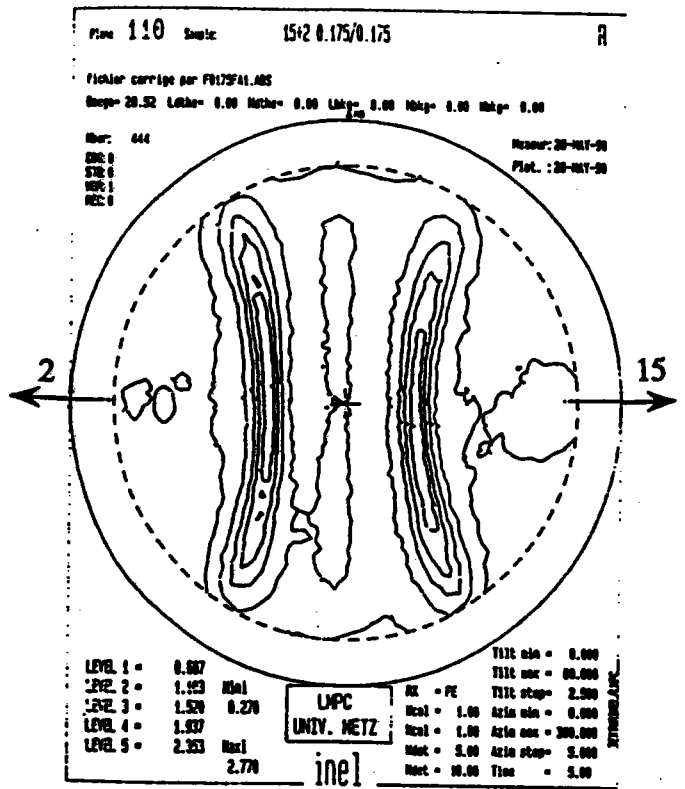
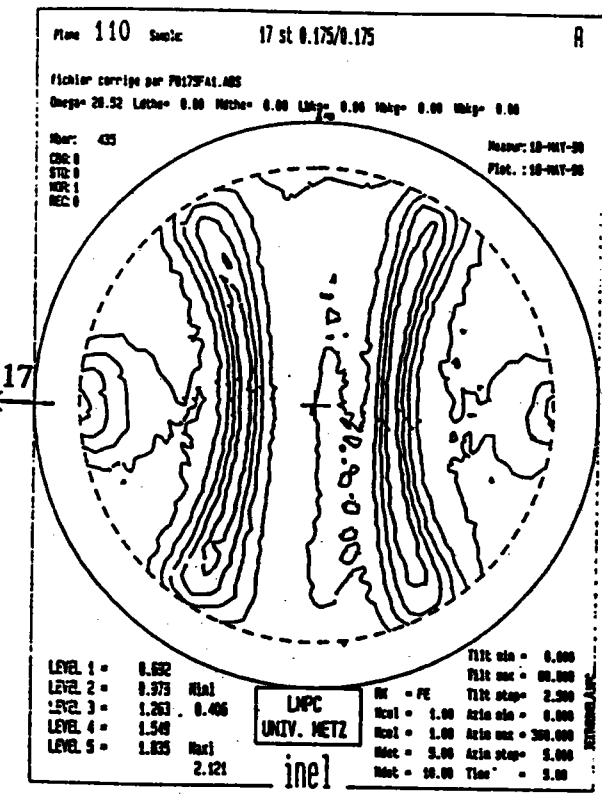
- les deux dernières passes en sens inverse ne permettent pas de trancher entre l'atténuation du chapeau chinois ou la création d'un double chapeau,
- on renforce l'orientation (que ce soit une fibre classique ou une fibre circulaire),
- on diminue l'étendue du domaine D3.

Notons que l'indice de texture plus élevé observé sur le fil A' dans le §(7.2.1) peut également provenir de l'inversion de tréfilage.

Des essais mécaniques n'ont pas été effectués sur ce type de fil

Des expériences complémentaires seraient souhaitables pour élucider ce problème.

TEXTURE CRISTALLOGRAPHIQUE ET PROPRIETES MECANIQUES DE FILS FINS D'ACIER TREFILES
 TEXTURE ET PROPRIETES MECANIQUES - CHAP. 7 : INFLUENCE DES PARAMETRES DE TREFILAGE



Figures n°7.11 : tréfilage inversé fil "PP"

TEXTURE CRISTALLOGRAPHIQUE ET PROPRIETES MECANIQUES DE FILS FINS D'ACIER TREFILES
TEXTURE ET PROPRIETES MECANIQUES - CHAP. 7 : INFLUENCE DES PARAMETRES DE TREFILAGE

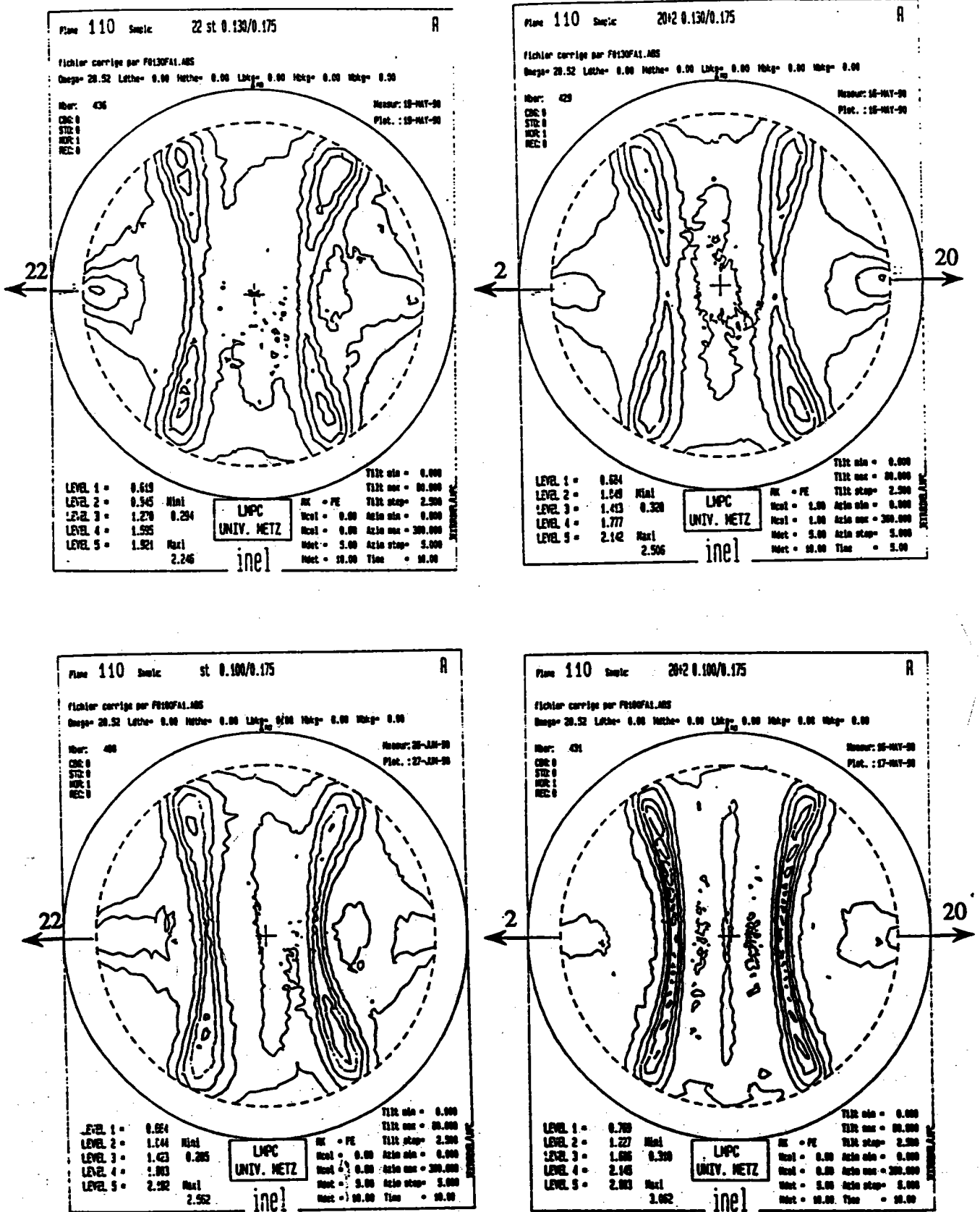


Figure n°7.12 : tréfilage inversé fil "GP"

7.3) Analogies entre la texture et le mode de déformation du steelcord.

7.3.1) Utilisation du modèle autocohérent.

Dans une filière, le métal est soumis à un effort de traction important combiné à des composantes de cisaillement dues aux frottements à l'interface filière/fil et à la conicité de la filière.

En changeant l'angle de cône nous avons remarqué une importante variation de la texture du fil :

- pour les faibles angles qui correspondent à un cisaillement faible, la texture est de fibre classique d'axe $\langle 110 \rangle$ parallèle à la direction de traction,
- pour les grands angles qui engendrent un cisaillement important, la texture devient circulaire et l'angle entre la direction de traction et le pseudo-axe de fibre $\langle 110 \rangle$ est de l'ordre de 20° à 30° .

En collaboration avec Monsieur le Professeur Berveiller, nous avons utilisé le modèle autocohérent appliqué aux grandes déformations pour déterminer l'influence d'un cisaillement sur la texture de déformation d'un matériau cubique centré.

Nous avons déjà vu (chapitre 6) que ce modèle rend bien compte des effets d'une traction uniaxiale pure sur un tel matériau en produisant une texture de fibre classique $\langle 110 \rangle$ (figure n° 6.15).

C'est ce que l'on observe effectivement au coeur du fil ou d'après Critescu et Chevalier le métal est principalement soumis à une contrainte de traction longitudinale, (figures n° 6.6 et 6.13).

En ajoutant des composantes de cisaillement dans les directions radiales et longitudinales, nous obtenons la texture suivante après 95% de déformation (figure n° 7.13).

On constate que le cisaillement imposé au métal conduit à un basculement de l'axe de fibre $\langle 110 \rangle$ par rapport à la direction de traction. L'angle de basculement est d'autant plus élevé que l'importance du cisaillement est amplifié. La F.D.P. obtenue correspond à une fibre classique décalée (figure n° 4.13, 1^{ère} partie).

Signalons que dans les résultats que nous venons de présenter, l'analyse porte sur un élément de volume de 100 grains qui fait abstraction de la géométrie du fil.

Si l'on ajoutait la symétrie induite par le fil nous aurions obtenu la F.D.P. de la figure n° 4.14 (1^{ère} partie), qui est une figure de pôles de fibre classique.

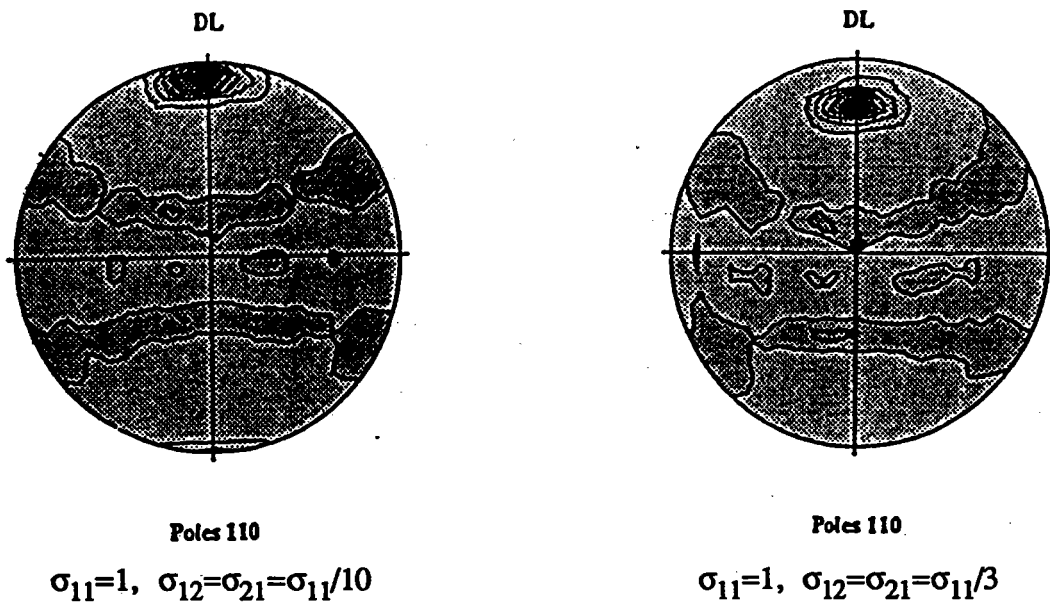


Figure n°7.13 : *Texture de déformation d'un volume de 100 grains initialement isotropes soumis à une combinaison traction+cisaillement*

Les figures correspondant à nos fils (domaine D₃) font effectivement apparaître un basculement de l'axe de fibre mais sont associées à une texture circulaire et non à une texture de fibre classique. A notre avis l'état de contraintes choisi actuellement pour décrire le comportement du fil dans la filière ne rend compte que d'une partie du phénomène.

7.3.2) Analogie entre l'indice de texture et l'endommagement.

D'une manière générale nous avons constaté que l'indice de texture est toujours au voisinage de 0,2 à la surface du fil pour s'amplifier vers le coeur.

Chevalier quant à lui a montré que les contraintes évoluent entre la surface et le coeur (figure n° 7.14). L'examen de ses figures révèle que les contraintes restent constantes à la surface du fil quel que soit le nombre de passes et augmentent fortement au coeur.

Le paramètre d'endommagement "d" qu'il définit est maximum au coeur après 3 passes de trefilage. Il ne fera que croître quand le taux de déformation augmentera (nombre de passes > 3).

Il existe donc une analogie de variation entre Ti et "d" (comparaison des figures n°7.14 et 7.15).

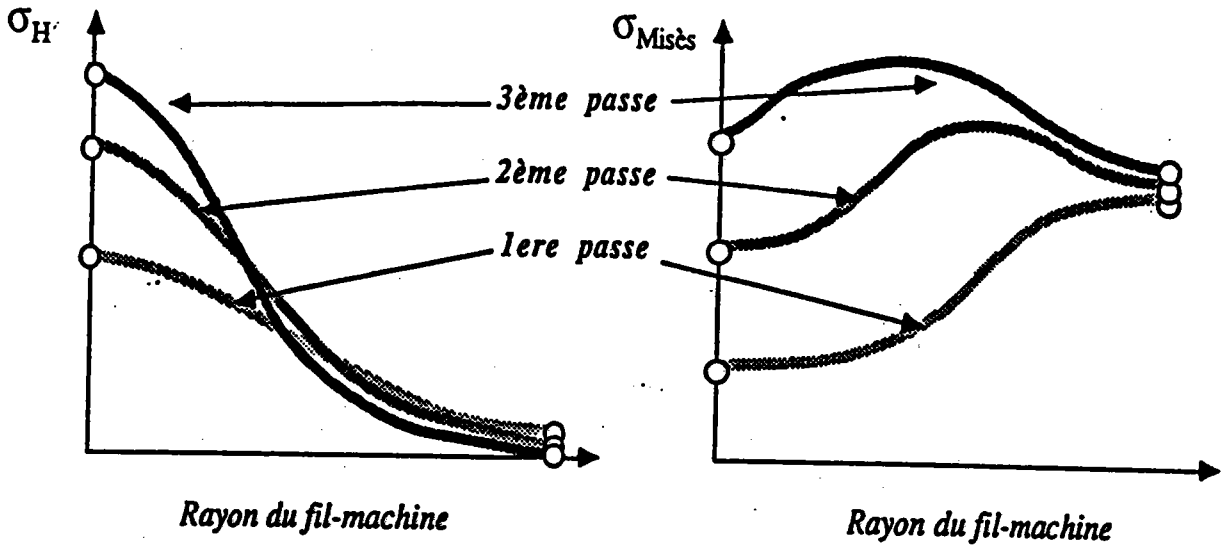


Figure n°7.14 : évolution des contraintes dans le fil au cours des trois premières passes de tréfilage d'après (8)

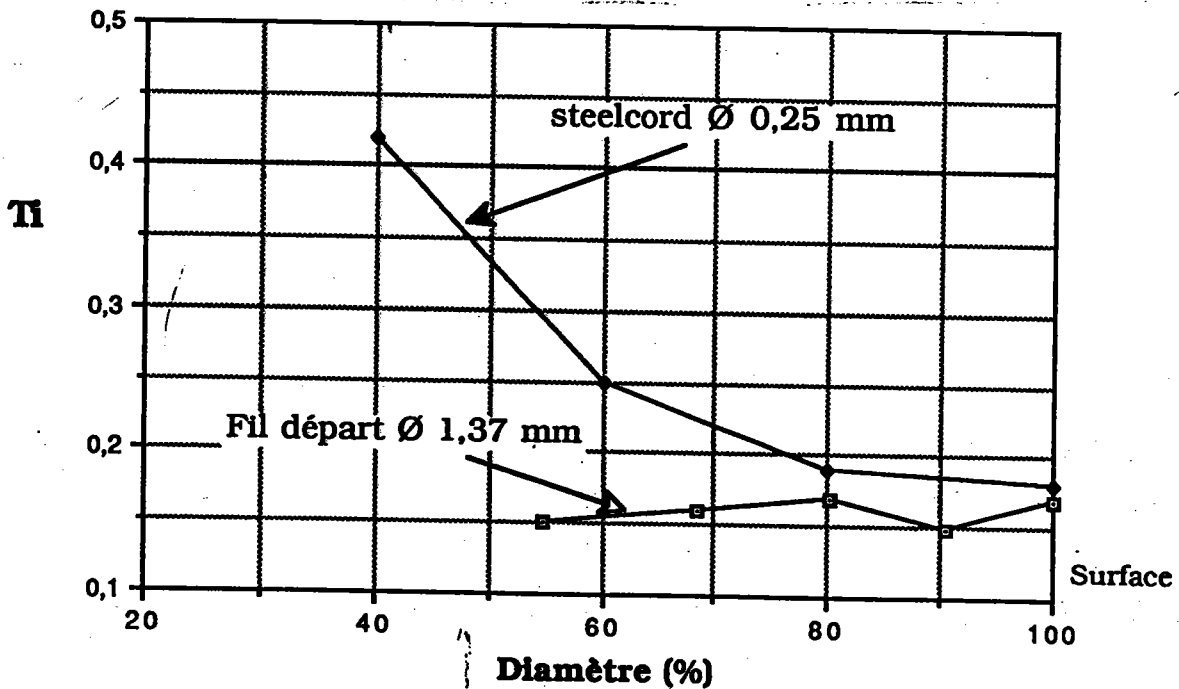


Figure n°7.15 : évolution de $T_i = f(\text{diamètre})$ entre le fil de départ ($\varnothing 1,37\text{mm}$) et le steelcord ($\varnothing 0,25\text{mm}$) au cours du tréfilage fin.

Le paramètre d'endommagement étant corrélé au nombre de cavités et microfissures dans le fil, il laisserait supposer que plus l'indice de texture est élevé plus le matériau est endommagé.

A caractéristiques mécaniques identiques, les conditions optimales de tréfilage seraient celles qui conduiraient à un indice T_i minimum.

CONCLUSION ET REMARQUES

Dans ce chapitre, nous avons analysé l'influence de différents paramètres de tréfilage sur les caractéristiques mécaniques et l'orientation cristallographique de la ferrite dans le steelcord.

Plusieurs points importants ont été mis en évidence.

La texture circulaire est une caractéristique propre au procédé de tréfilage. Quel que soit le taux de déformation imposé au fil, elle est toujours présente.

L'étendue plus ou moins importante de cette texture de fibre circulaire par rapport à la texture de fibre classique est directement liée au cisaillement provoqué par les champs de vitesses et de contraintes induits par la filière et le frottement filière/fil. En effet, un angle de filière élevé (17°) pour lequel le cisaillement est important conduit à un fil contenant principalement cette texture.

L'utilisation de la méthode autocohérente pour modéliser le comportement du fil dans la filière confirme l'influence du cisaillement sur l'origine de la fibre. Toutefois, tous les points caractéristiques de la F.D.P. (110) d'une fibre circulaire n'ont pas été retrouvés sur la F.D.P. obtenue par la modélisation.

La texture de fibre classique d'axe $\langle 110 \rangle$ est surtout présente au coeur du fil. Elle résulte d'une déformation par traction uniaxiale pure.

L'indice de texture semble relié au taux d'écroutissage du matériau. En général, plus le taux de déformation est important, plus l'indice est élevé au centre du fil. Ce point particulier confirme les travaux de Chevalier sur l'endommagement.

L'indice de texture est généralement croissant entre la surface et le coeur du fil. A ses valeurs les plus faibles correspond le domaine D3 de fibre circulaire.

En surface cet indice est de l'ordre de 0,2 quelles que soient les conditions de tréfilage fin. Est-il lié aux conditions de lubrification de la filière ? En effet, dans le cas du tréfilage

sec (gros diamètres), la courbe d'indice possède un minimum, ce qui n'est pas le cas du tréfilage humide. Peut-on en conclure qu'un indice relatif élevé en surface s'accompagne de frottements plus importants entre la filière et le fil ?

Le traitement thermique effectué au cours du tréfilage dans le but de restaurer le fil après écrouissage ne détruit pas totalement la texture de déformation initiale. Pourrait-on atteindre des taux de déformation plus importants si la texture initiale avant déformation était parfaitement isotrope ?

Aux vues des résultats de texture et des caractéristiques mécaniques, il est dès lors possible de supprimer le premier traitement thermique de patentage.

Le tréfilage à l'aide de filières d'angle d'ouverture élevé a permis d'obtenir des indices de texture faibles et uniformes. Par contre, des expériences de tréfilage "inversé" ont accentué la texture de fibre (classique ou circulaire).

Avec ces deux paramètres expérimentaux (angle de filière et sens de tréfilage) choisis judicieusement, il serait possible de maîtriser la texture finale d'un fil et d'obtenir ainsi une fibre plus ou moins circulaire et plus ou moins prononcée.

Cette étude, qui était avant tout exploratoire, nous a permis de constater qu'il peut exister des états très différents d'orientations dans des fils ayant des caractéristiques mécaniques semblables.

Des études complémentaires plus approfondies de ces points particuliers devraient nous permettre de déterminer quelle texture favoriser (fibre classique ou circulaire) afin d'améliorer la tréfilabilité du métal.

BIBLIOGRAPHIE 2^{ème} PARTIE

1. M. BONZEL, Le Tréfilage de l'Acier-Ed Dunod (1958).
2. P. BAQUE, E. FELDER, J. HYAFIL & Y. DESCATHA, Mise en forme des métaux- calcul par la plasticité, T.2, Dunod 1973.
3. A. GUIMIER, M. CHOLLON, R. ELHAIK, L.ROESCH & G.SANSZ, Etude de l'écoulement du métal et de la formation des chevrons lors de l'extrusion à froid, Revue de Métallurgie, (1977).
4. B. AVITZUR, Analysis of wire drawing and extrusion through conical dies of large conical angle - Trans. Am. Soc. Mec. Engrs. J. Engng Ind. (1964).
5. CRISTESCU, J. Mech. Working Tech., 3,(1980) 275.
6. B. AVITZUR, Wire industry, April 1989, 243-249.
7. B. AVITZUR, Review of the state of art in the study of flow through conical die-Conference on Development in the drawing of metals - London (1983).
8. L. CHEVALIER, Etude des caractéristiques des matériaux tréfilés après l'opération de tréfilage - Thèse Université Paris 6° (1988).
9. A. REUSS & Z. ANGEW, Math. Mec., (1929) 48-81.
10. W. VOIGT, Lehrbuch der Kristallphysic, Nachdruck, 1. Aufl., Teubner, Berlin/Leipzig (1928).
11. G.I. TAYLOR, J. Inst. Metals, 62 (1938) 307.
12. E. KRONER, Kontinuums Theorie der Versetzungen und Eigenspannungen (Springer Verlag), (1958).
13. M. BERVEILLER, Thèse d'état, Université de Paris XIII (1978).
14. P. PARNIERE, Mém. Sci. Rev. de Mét. (Dec. 1978), 713-731.
15. J. SEVILLANO, Influence du mode de déformation sur l'écrouissage des métaux à des taux de déformation élevés, Thèse Louvain (Be), (1974).
16. P. VAN HOUTTE & E. AERNOULD, Mat. Sci. Eng., 23 (1976), p. 11-.
17. R. HILL, Proc. Roy. Soc. London, A326 (1972) 131.

18. **B. BUDIANSKI & T. T. WU**, Proc. 4th Us Nat. Cong. of Applied Mech ,(1962) 1175-1183.
19. **J.W. HUTCHINSON**, Proc. R. Soc. A319, (1970) 247-258
20. **M. BERVEILLER & A. ZAOUI**, J. Mech. Phys. Solids 26, (1979) 325-339.
21. **G.J. WENG**, J. Appl. Mech.48 (1981).41-46.
22. **A. HIHI, M. BERVELLIER & A. ZAOUI**, J. Mech. Theor. Appl., 4,(1985) 201-219.
23. **P. LIPINSKI, J. KRIER & M. BERVEILLER**, Revue Phys. Appl., 25 (1990), 361-388.
24. **H.J. BUNGE & R.C. ESLING**, Quantitative texture analysis, D.G.M., Dherürsel (1982).
25. **A. NADDARI & M. BERVEILLER**, communication personnelle.
26. **T. MONTESIN, J.J. HEIZMANN & J.B. PELLETIER**, 60th Wire Association international, Conference proceedings, Ed.W.A.I. P.O.box H, Guilford,CT 06437 U.S.A.(1990), p. 63-66.

CONCLUSION

La géométrie cylindrique des fils rend particulièrement complexe la détermination des textures cristallographiques par diffraction des rayons X.

Cette étude donne une solution au problème de la taille variable du volume diffractant au cours de la mesure. Nous avons établi un facteur correctif qui permet de s'affranchir des variations de ce volume.

L'application de ces corrections aux figures de pôles du steelcord a montré qu'il existe deux types de texture de fibre : l'une dite "classique" et l'autre de type "circulaire". Elles se répartissent dans trois domaines du fil. La texture de fibre circulaire est une conséquence de la déformation par tréfilage mais sa caractérisation précise reste encore délicate. Selon les paramètres de tréfilage utilisés, la fibre est plus ou moins intense et étendue dans le fil.

Tout en conservant les caractéristiques mécaniques globales du fil, nous pouvons prévoir, en fonction du choix des paramètres de tréfilage, l'importance relative des deux types de texture de fibre.

Pour suivre l'évolution de ces textures, nous définissons un indice de texture qui caractérise l'acuité de l'orientation.

L'étude concernant les paramètres de tréfilage les plus influents sur les propriétés tant texturales que mécaniques du steelcord permet d'entrevoir de nouvelles améliorations du process et d'envisager un accroissement de la tréfilabilité du métal. Ces améliorations pourraient venir :

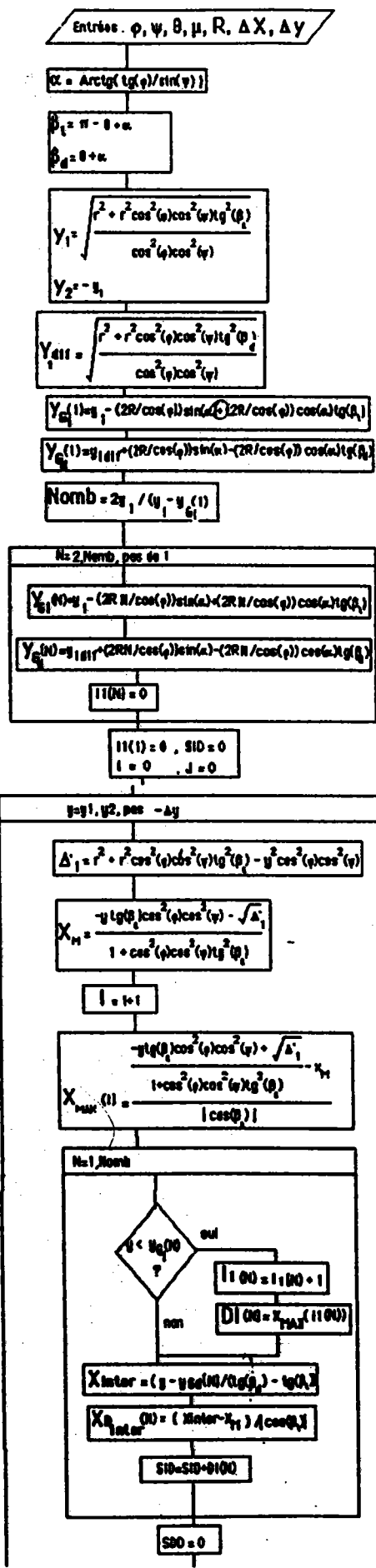
- d'un traitement thermique apte à fournir un fil isotrope, conservant la structure métallurgique actuelle, avant le tréfilage fin,
- d'une étude approfondie de rôle de l'angle de filière et de l'inversion du sens de tréfilage dans la formation de la fibre circulaire,
- d'une étude systématique des caractéristiques du fil, après passage dans chaque filière, entre le produit brut et le steelcord,
- d'une recherche de la limite de tréfilabilité du métal en relation avec la texture et les caractéristiques mécaniques qui en découlent.

ANNEXES

Annexe n°1

**COEFFICIENTS DE CORRECTION DE VOLUME
DIFFRACTANT APPLIQUES AUX ECHANTILLONS
CYLINDRIQUES**

- **Ordinogramme.**
- **Schéma représentatif des variables utilisées.**



Données du problème

α = angle entre R_0 et R_2

β_1 et β_2 = angles entre les faisceaux (F.1 et F.2) et l'axe Ox_2

Y_1 et Y_2 = ordonnées à l'origine, droites (Faisceau incident) tangentes au fil considéré.

Y_{diff} = ordonnées à l'origine, droite (Faisceau diffracté) tangente au fil considéré.

Détermination des ordonnées à l'origine des droites (Faisceau incident \rightarrow G1, faisceau diffracté \rightarrow G2) tangentes aux fils voisins.
Nomb = nombre de fils voisins intervenant dans le calcul des distances de parcours.

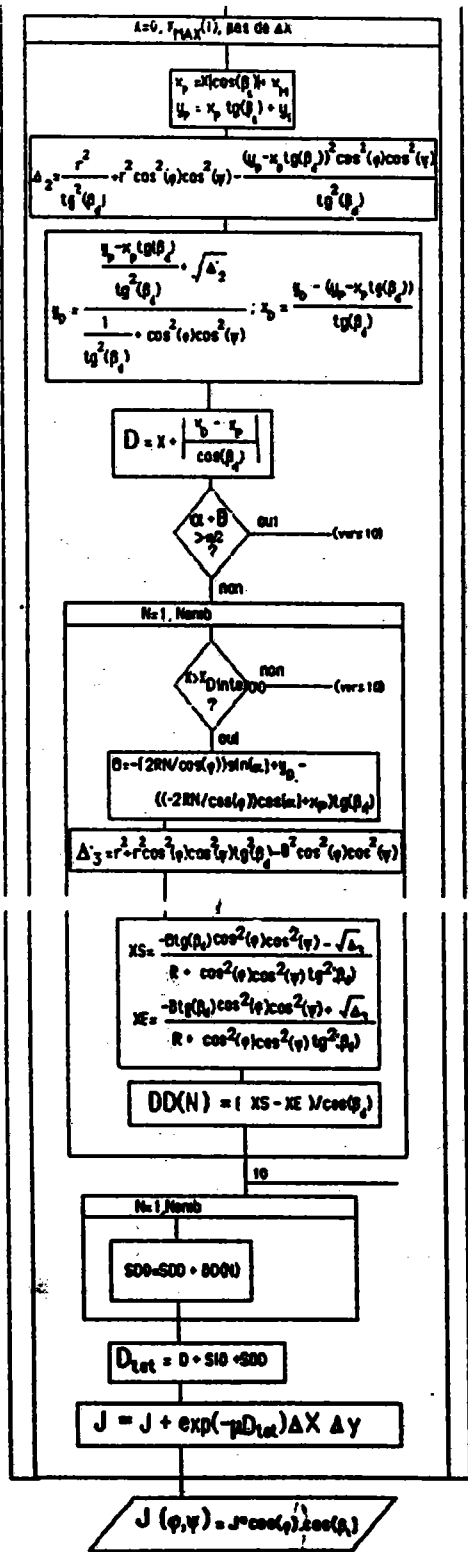
Initialisation des variables et compteurs

Départ boucle des y

Boucle de détermination des distances de parcours du faisceau incident dans les fils voisins

DI = distance de parcours du faisceau incident dans les fils voisins

X_{inter} = abscisse de l'intersection avec l'axe Ox_2 de la droite (faisceau diffracté) tangente au fil voisin : permet de savoir quand interviennent les fils voisins parcourus par le faisceau diffracté
 SID = distance totale de parcours du faisceau incident à travers les N fils voisins



Départ boucle des X

D = distance de parcours du faisceau dans le fil considéré

Test sur Alpha : cas où le faisceau diffracté ne peut plus rencontrer de fils voisins

Boucle de calcul des distance de parcours du faisceau diffracté dans les fils voisins

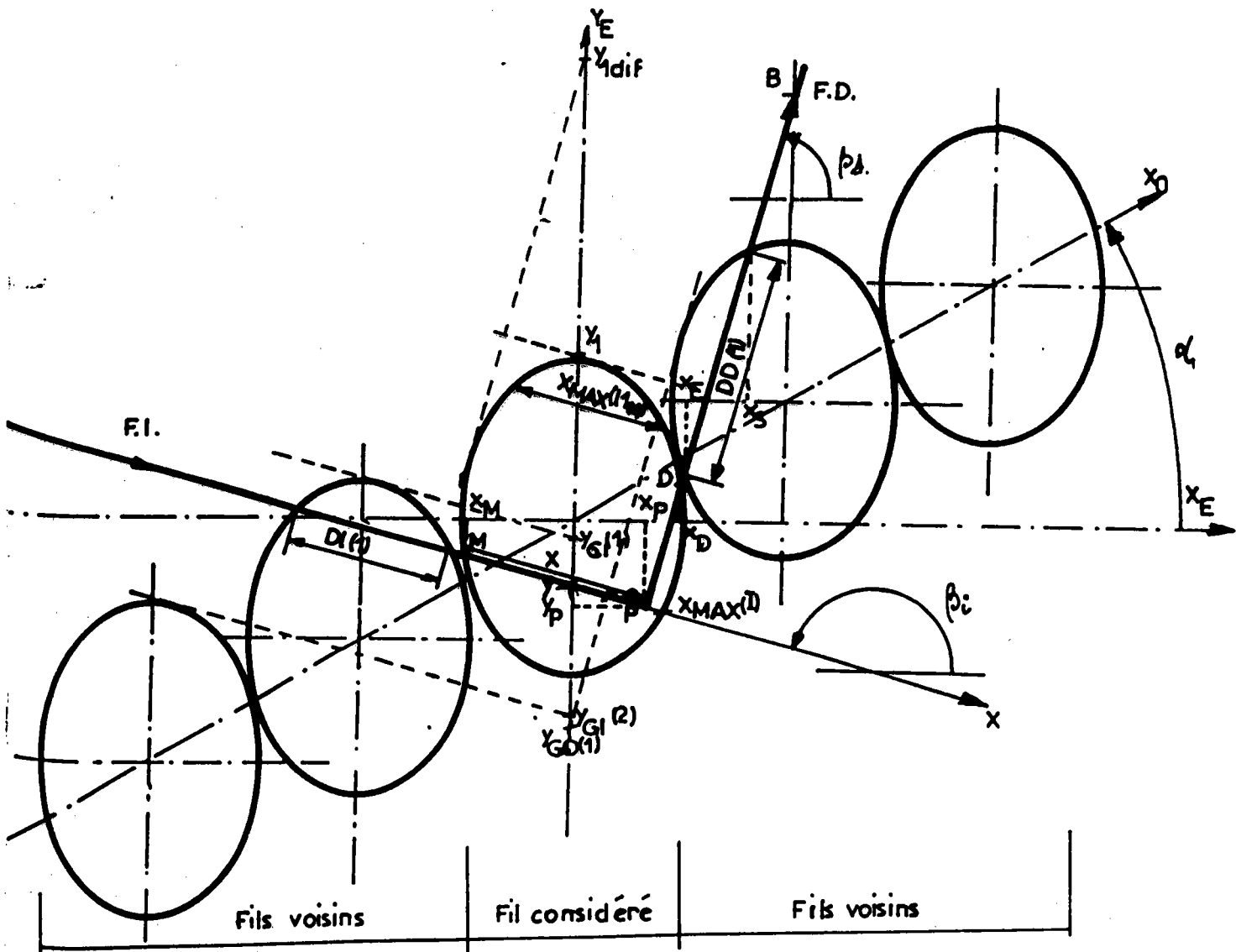
Changement de repère: on se place dans le même fil voisin.

Abcisse entrée (XE) et sortie (XS) faisceau diffracté de l'ellipse, dans le repère lié au même fil voisin

DD = distance de parcours du faisceau diffracté à travers le même fil voisin

Somme des distances parcourues par le faisceau diffracté (SDD) pour traverser les N fils voisins

Dtot = distance total de parcours des faisceau à travers le matière pour atteindre P



Annexe n°2

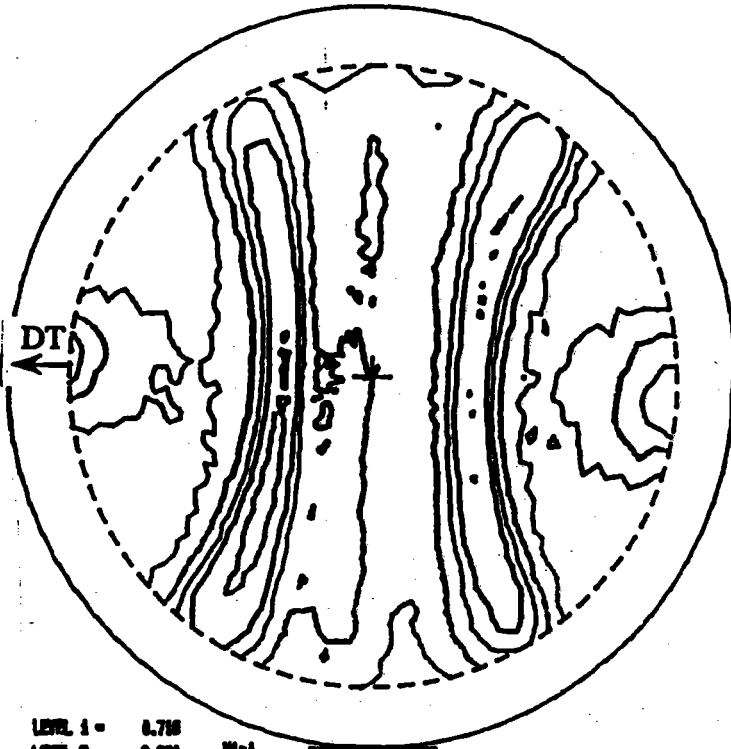
**INFLUENCE DU PATENTAGE N°1 SUR LA TEXTURE
CRISTALLOGRAPHIQUE DU STEELCORD**

**F.D.P. (110) de fils prélevés aux points A, B, C, A', B' et C' du
procédé de fabrication.**

F.D.P. (110) fil C Ø 0,25 mm

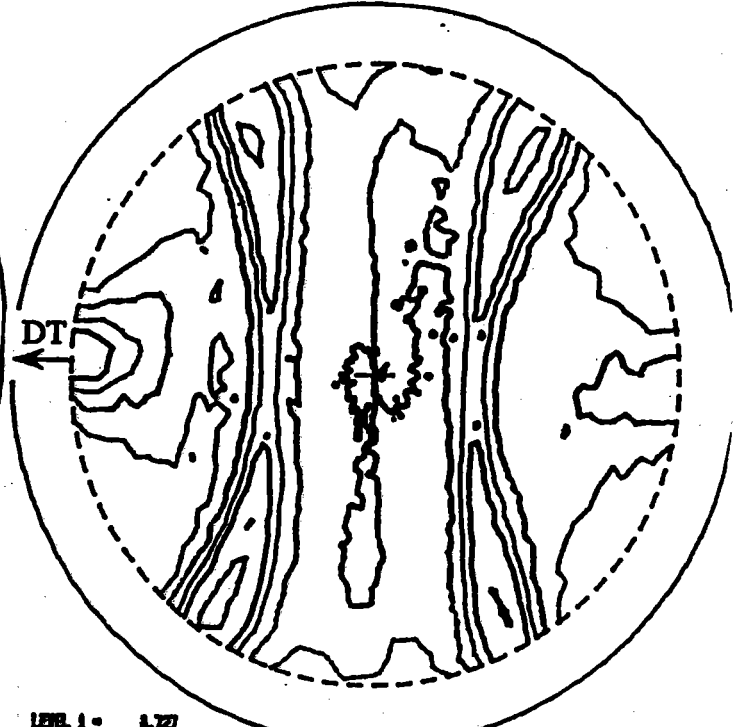
Planc 110 Simple PL 0.25/0.25mm ES2

Planc 110 Simple PL 0.2/0.25mm ES2



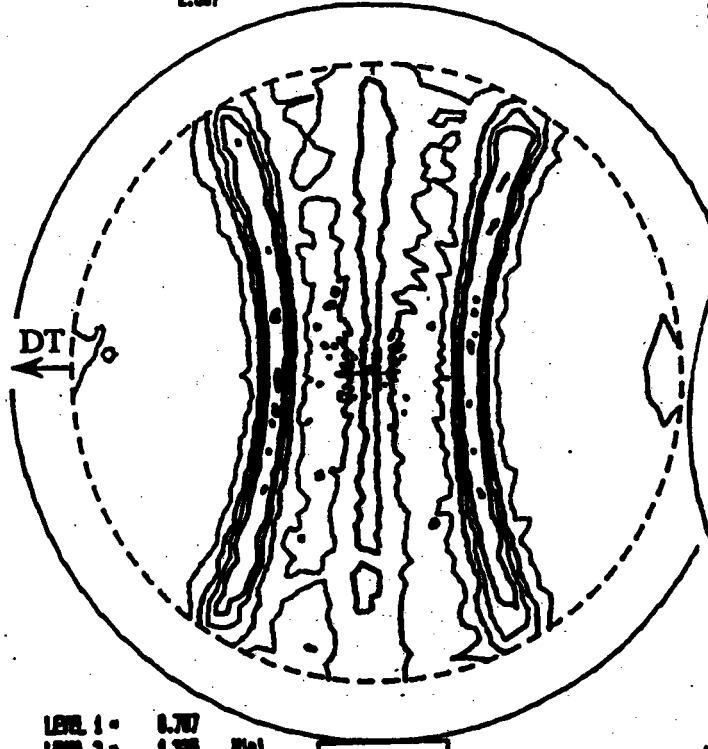
LEVEL 1 =	0.716	
LEVEL 2 =	0.806	Min1
LEVEL 3 =	1.208	0.421
LEVEL 4 =	1.842	
LEVEL 5 =	2.000	Max1
		2.307

LNPC
UNIV. NETZ



LEVEL 1 =	0.727	
LEVEL 2 =	1.000	Min1
LEVEL 3 =	1.281	0.425
LEVEL 4 =	1.872	
LEVEL 5 =	2.000	Max1
		2.438

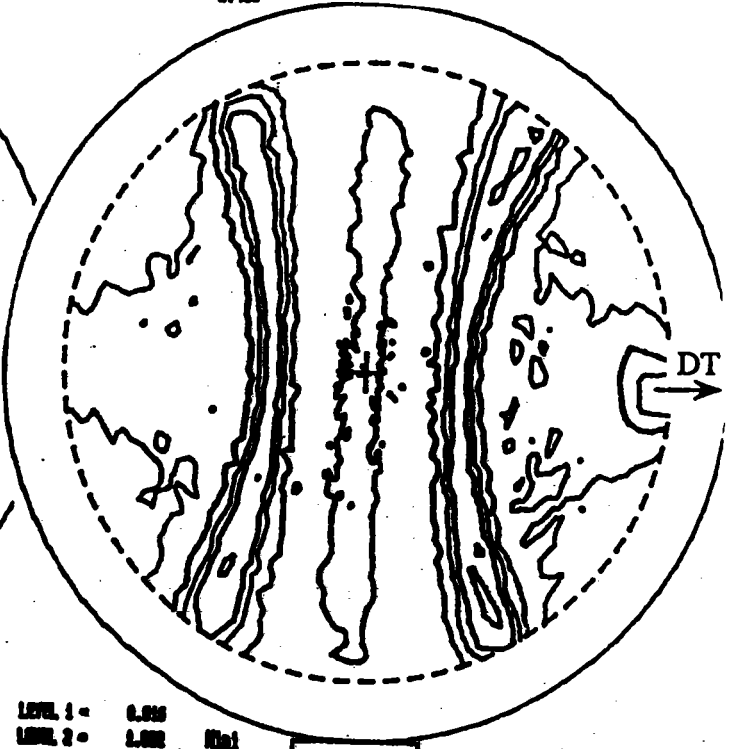
LNPC
UNIV. NETZ



LEVEL 1 =	0.707	
LEVEL 2 =	1.200	Min1
LEVEL 3 =	1.063	0.211
LEVEL 4 =	2.002	
LEVEL 5 =	2.000	Max1
		4.064

LNPC
UNIV. NETZ

Planc 110 Simple FF 0.1/0.25mm ES2

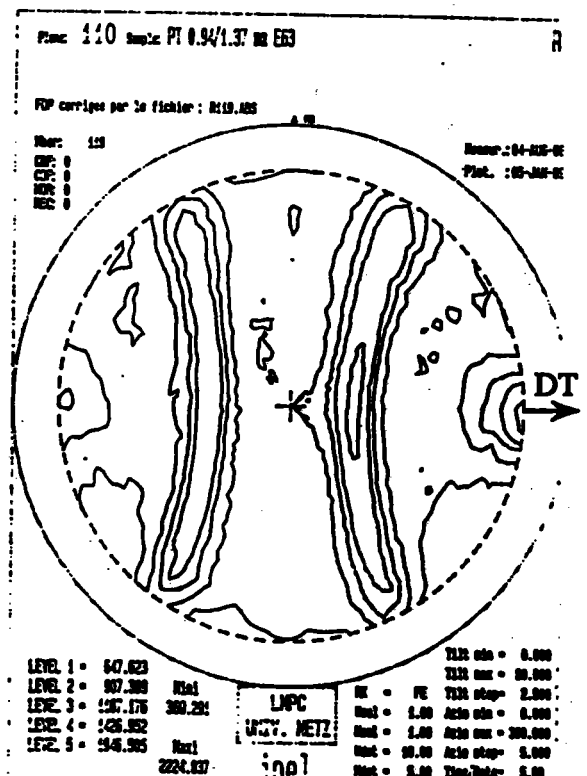
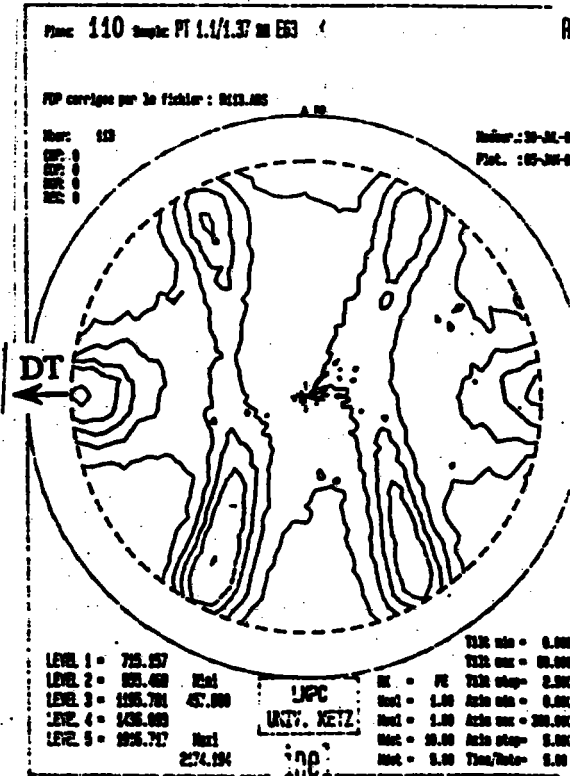
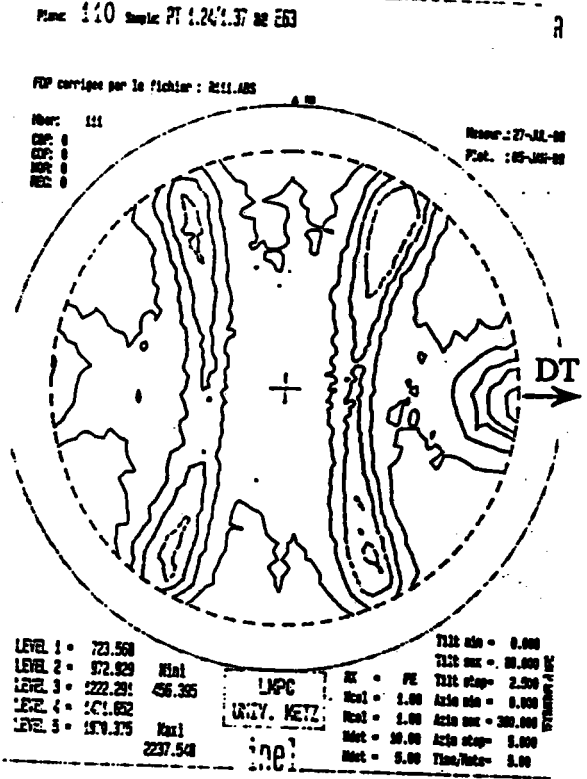
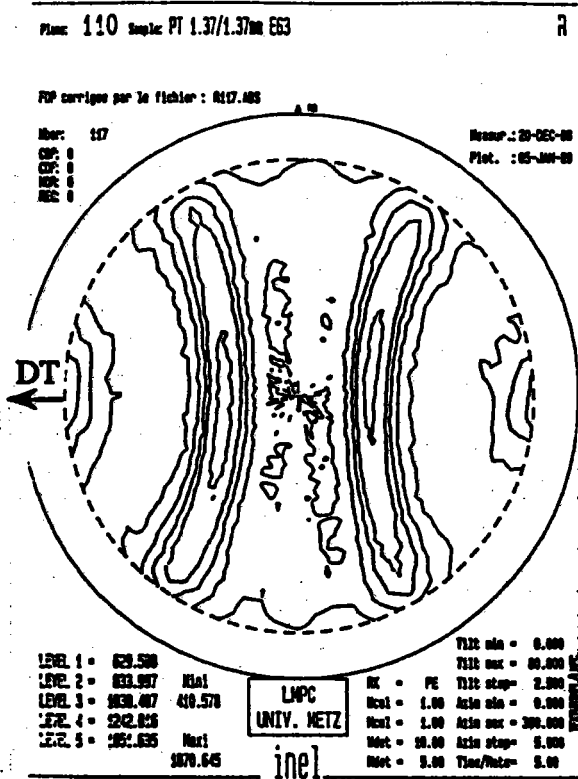


LEVEL 1 =	0.916	
LEVEL 2 =	1.000	Min1
LEVEL 3 =	1.400	0.581
LEVEL 4 =	1.800	
LEVEL 5 =	2.007	Max1
		2.002

LNPC
UNIV. NETZ

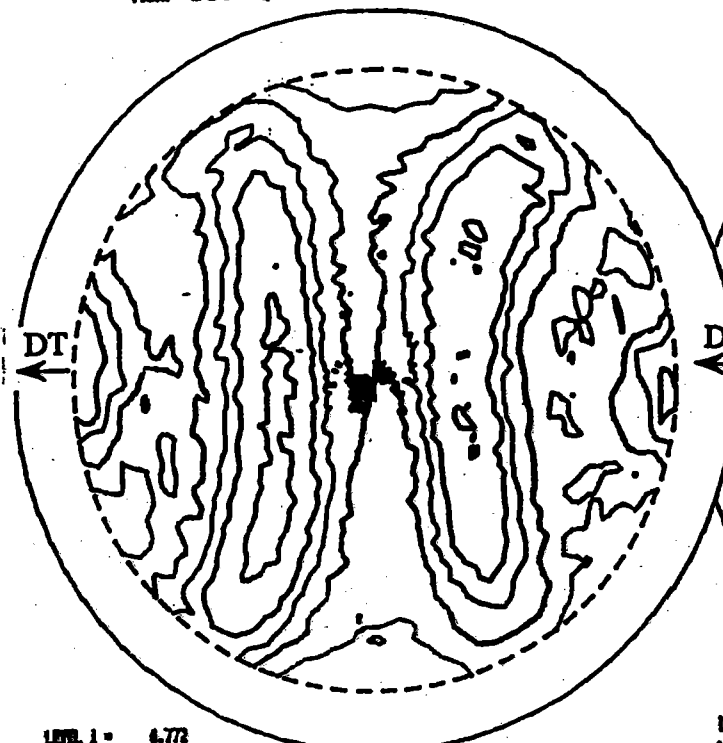
Planc 110 Simple PL 0.15/0.25mm ES2

F.D.P. (110) fil A' Ø 1,37 mm



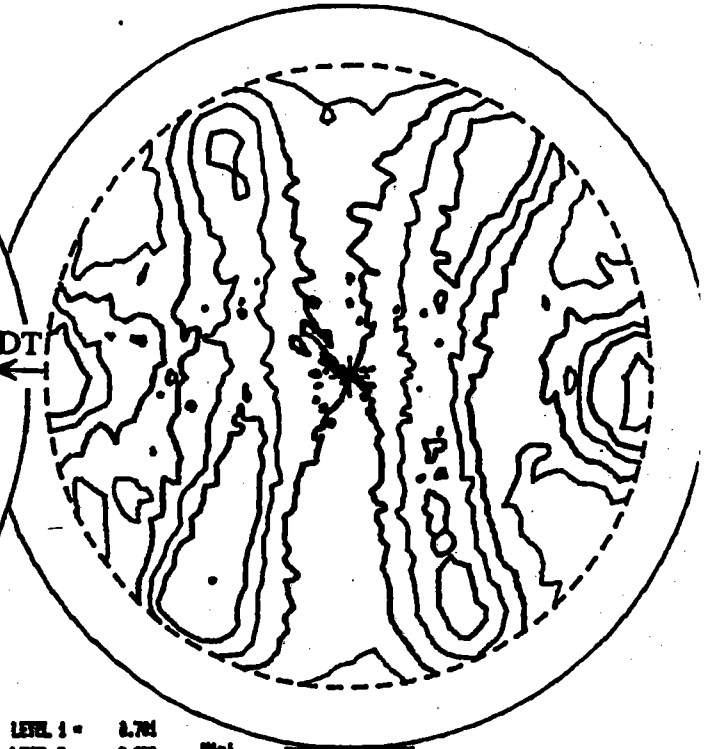
F.D.P. (110) fil B' Ø 1,37 mm

Planc 110 échant. PL. 1.37/1.37 mm E63



LEVEL 1 =	0.772	Min1
LEVEL 2 =	0.800	0.612
LEVEL 3 =	1.072	
LEVEL 4 =	1.204	
LEVEL 5 =	1.222	Max1
		1.061

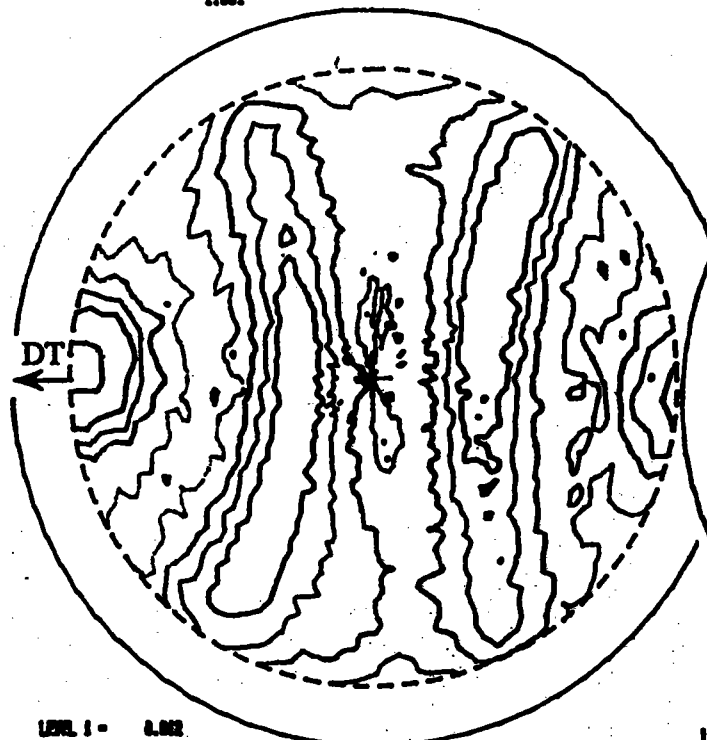
LMP
UNIV. NETZ



LEVEL 1 =	0.761	Min1
LEVEL 2 =	0.800	0.530
LEVEL 3 =	1.070	
LEVEL 4 =	1.304	
LEVEL 5 =	1.300	Max1
		2.022

LMP
UNIV. NETZ

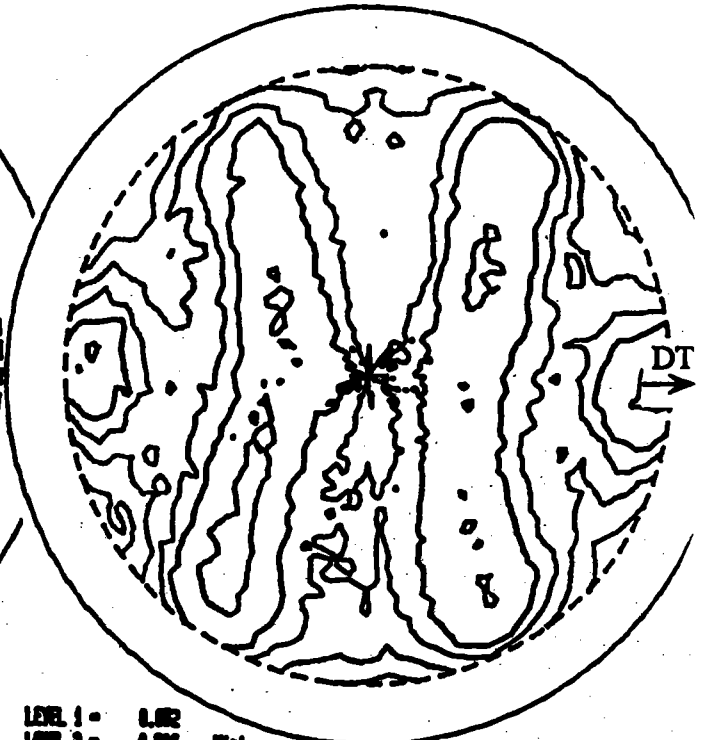
Planc 110 échant. PL. 1.24/1.37mm E63



LEVEL 1 =	0.602	Min1
LEVEL 2 =	0.800	0.624
LEVEL 3 =	1.304	
LEVEL 4 =	1.300	
LEVEL 5 =	1.300	Max1
		1.070

LMP
UNIV. NETZ

Planc 110 échant. PL. 0.9/1.37mm E63

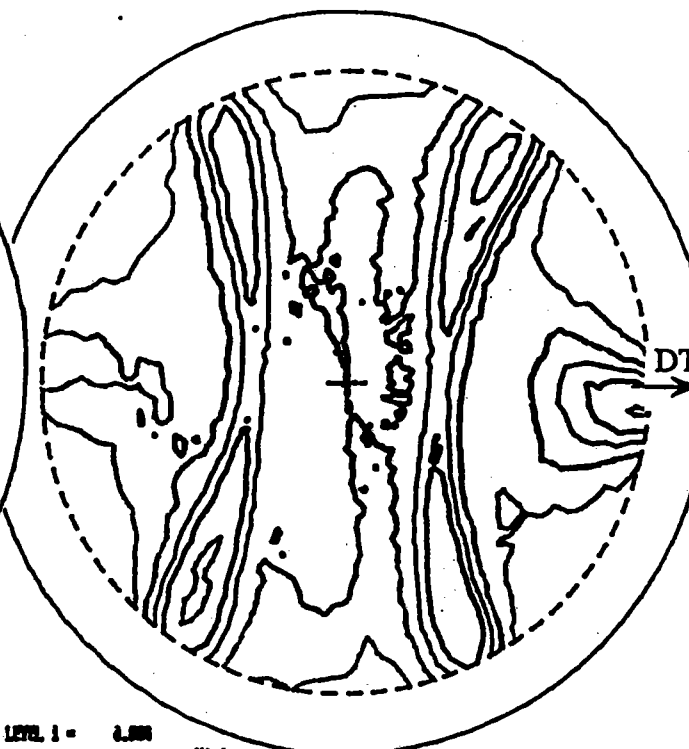
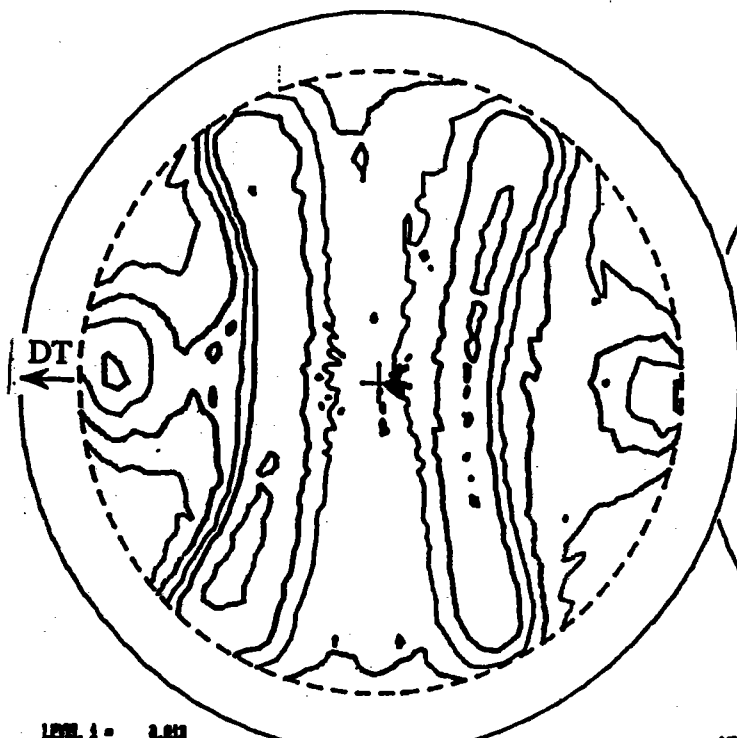


LEVEL 1 =	0.602	Min1
LEVEL 2 =	0.800	0.406
LEVEL 3 =	0.901	
LEVEL 4 =	1.306	
LEVEL 5 =	1.300	Max1
		1.501

LMP
UNIV. NETZ

Planc 110 échant. PL. 0.7/1.37mm E63

F.D.P. (110) fil C' Ø 0,25 mm



LEVEL 1 = 2.653
LEVEL 2 = 0.800
LEVEL 3 = 1.001
LEVEL 4 = 1.200
LEVEL 5 = 1.800

Mini
0.350
Maxi
1.800

LMP
UNIV. NETZ

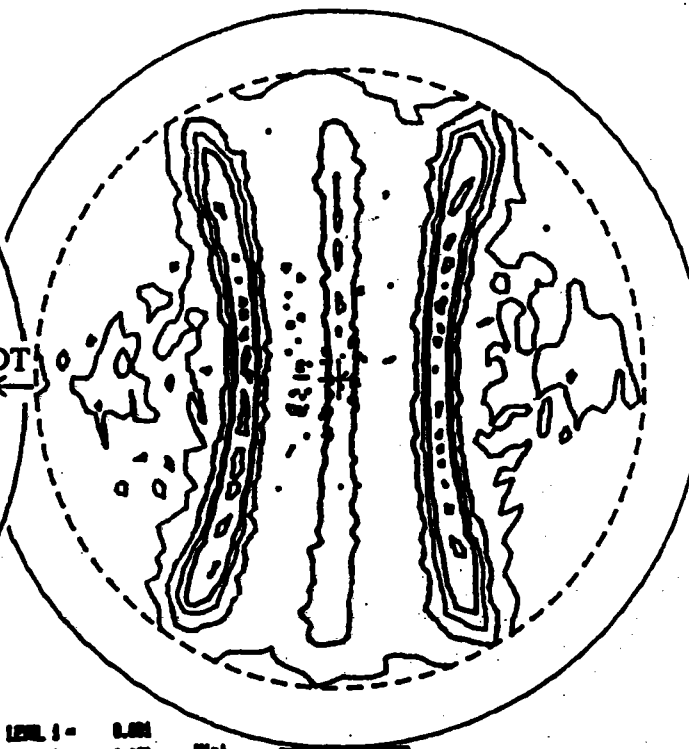
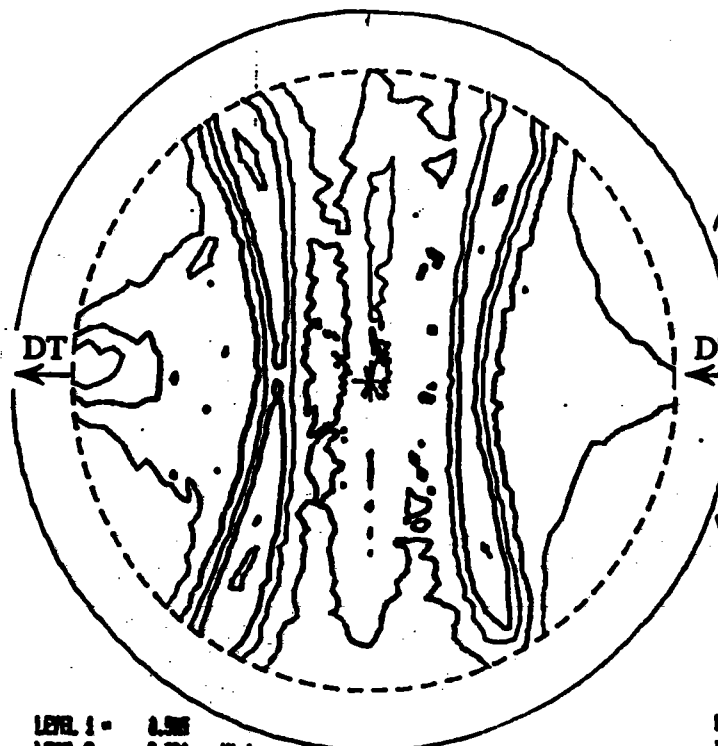
Plan: 110 Sample FT 0.25/0.25 mm E63

LEVEL 1 = 2.800
LEVEL 2 = 0.800
LEVEL 3 = 1.200
LEVEL 4 = 1.800
LEVEL 5 = 2.800

Mini
0.367
Maxi
2.800

LMP
UNIV. NETZ

Plan: 110 Sample FT 0.2/0.25 mm E63



LEVEL 1 = 0.500
LEVEL 2 = 0.800
LEVEL 3 = 1.270
LEVEL 4 = 1.600
LEVEL 5 = 2.200

Mini
0.213
Maxi
2.000

LMP
UNIV. NETZ

Plan: 110 Sample FT 0.15/0.25mm E63

LEVEL 1 = 0.800
LEVEL 2 = 1.000
LEVEL 3 = 1.600
LEVEL 4 = 2.200
LEVEL 5 = 2.800

Mini
0.130
Maxi
3.700

LMP
UNIV. NETZ

Plan: 110 Sample FF 0.1/0.25mm E63

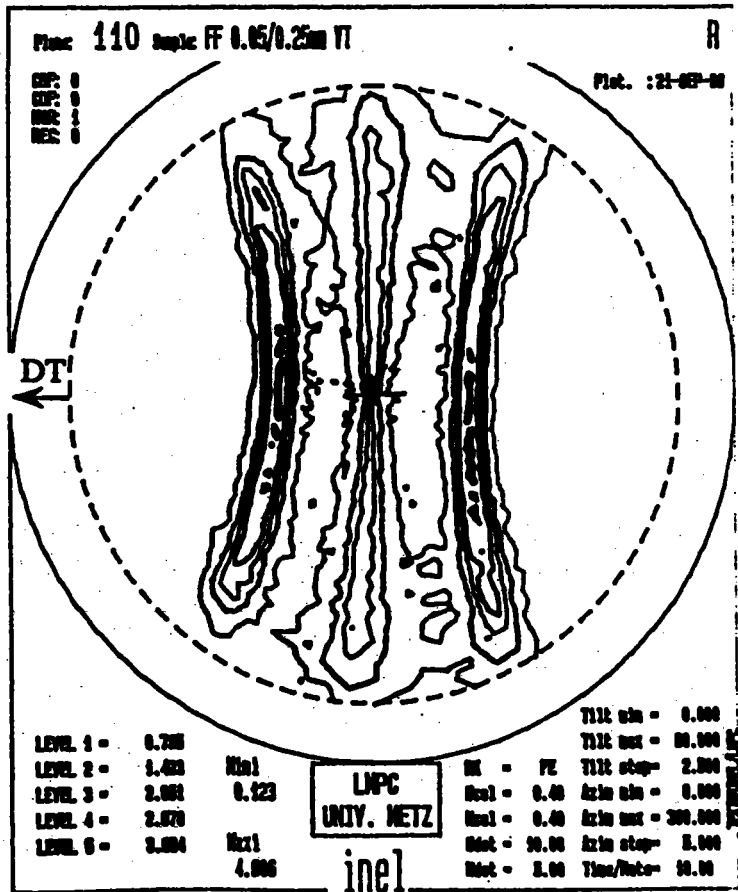
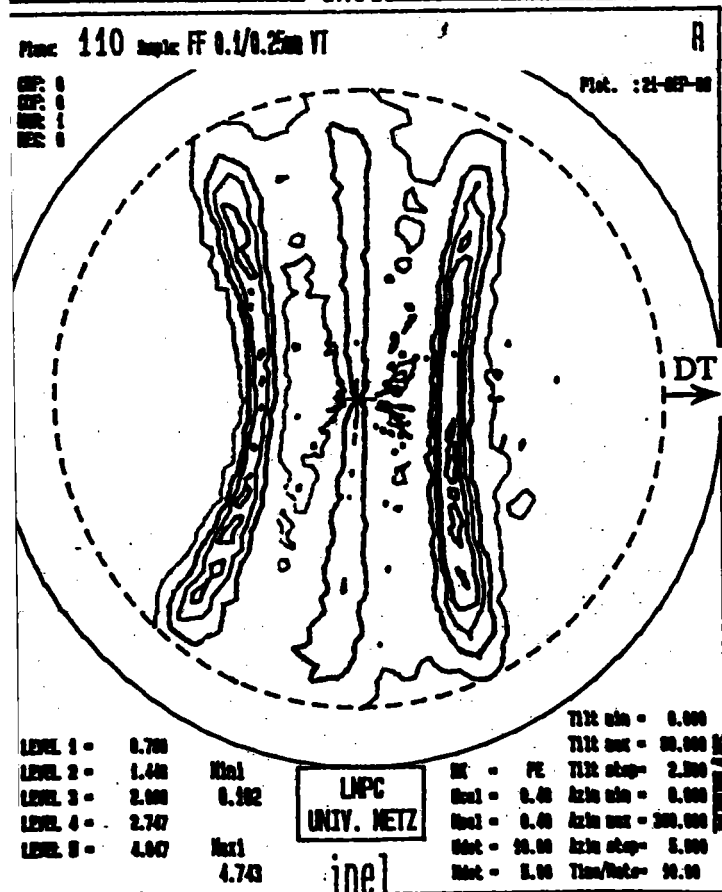
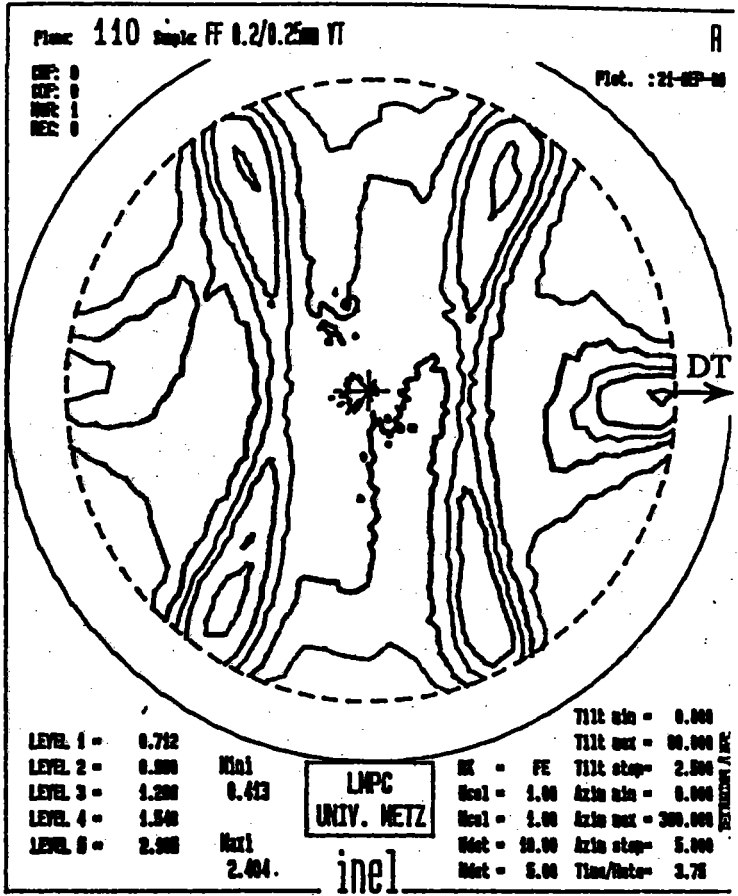
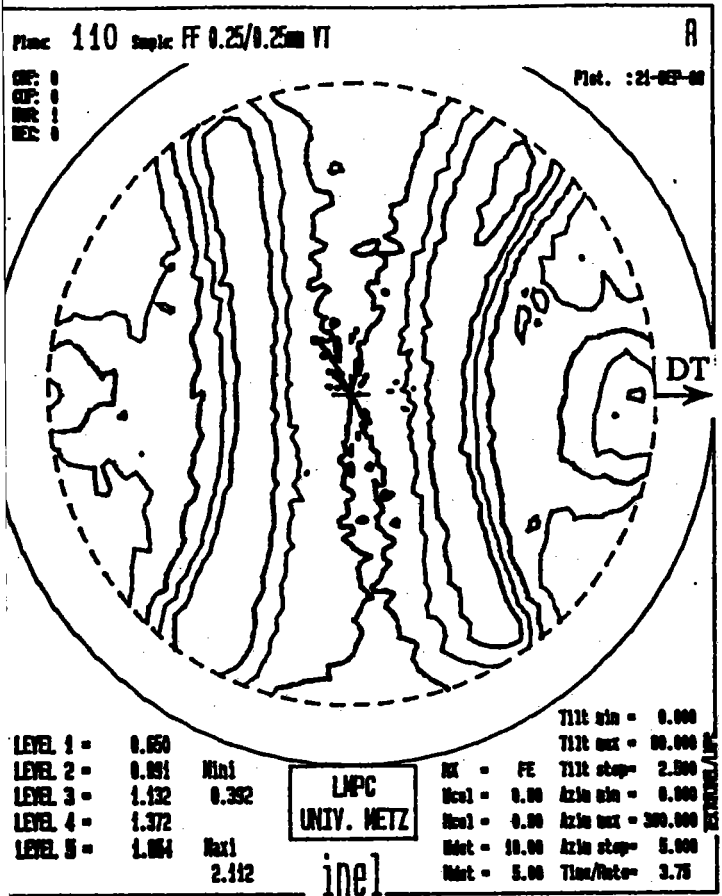
Annexe n°3

**INFLUENCE DE LA VITESSE DE TREFILAGE SUR LA
TEXTURE CRISTALLOGRAPHIQUE DU STEELCORD**

F.D.P. (110) issues des échantillons VT et VE.

**VT = vitesse de tréfilage = 1300 m/mn
VE = vitesse d'enfilement.**

F.D.P. (110) fil Ø 0,25 mm VT

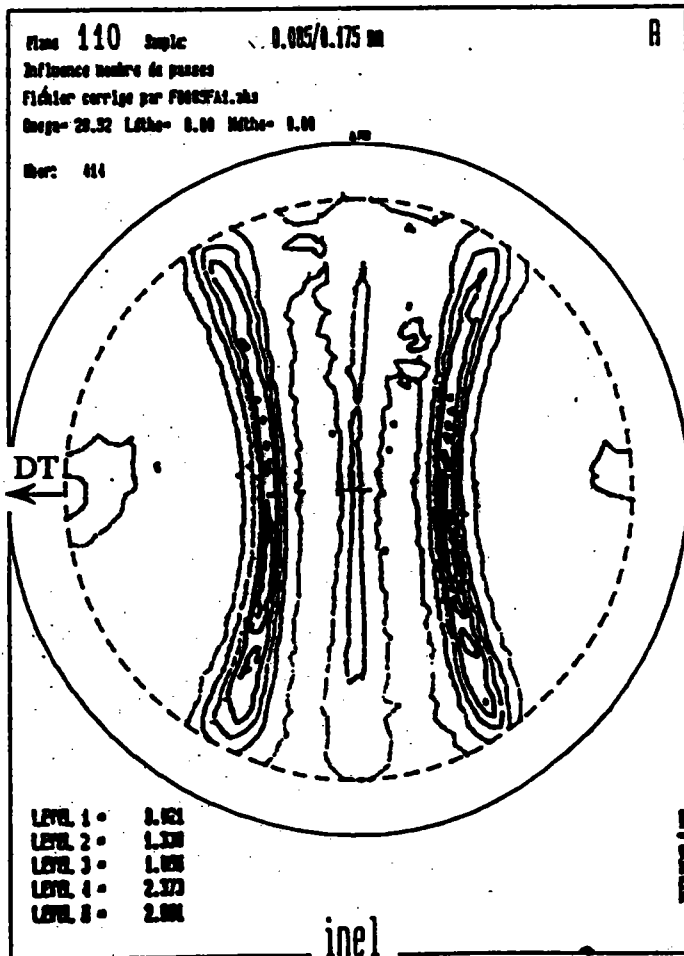
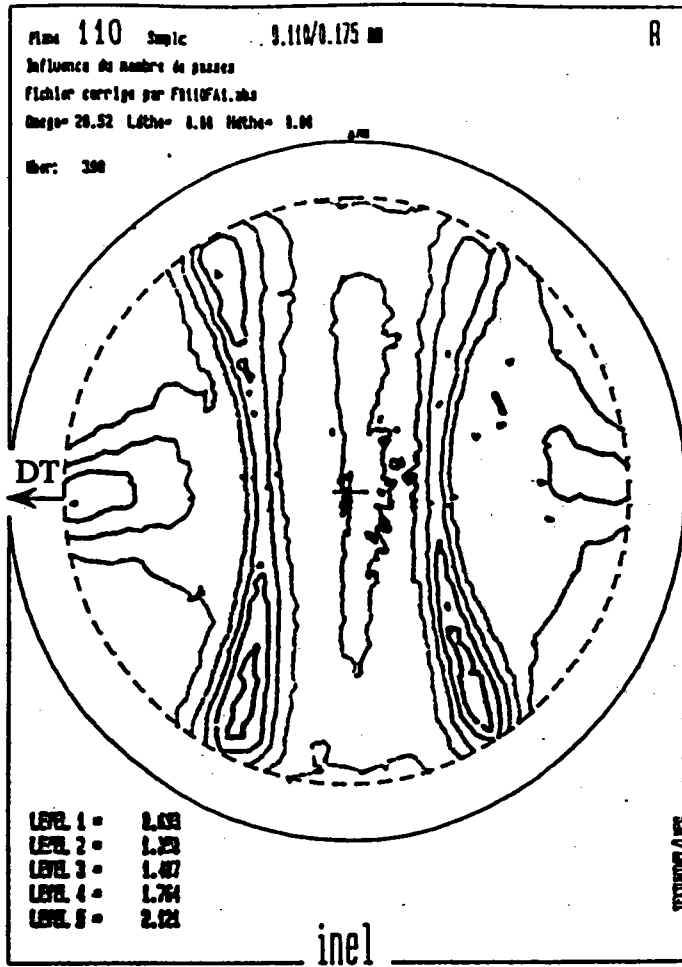
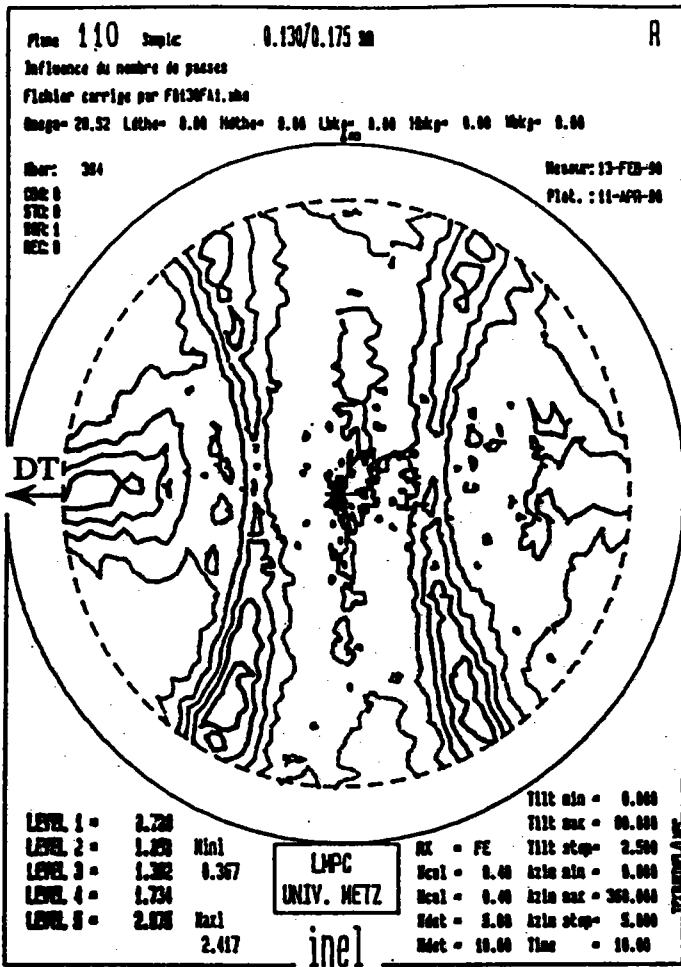


Annexe n°4

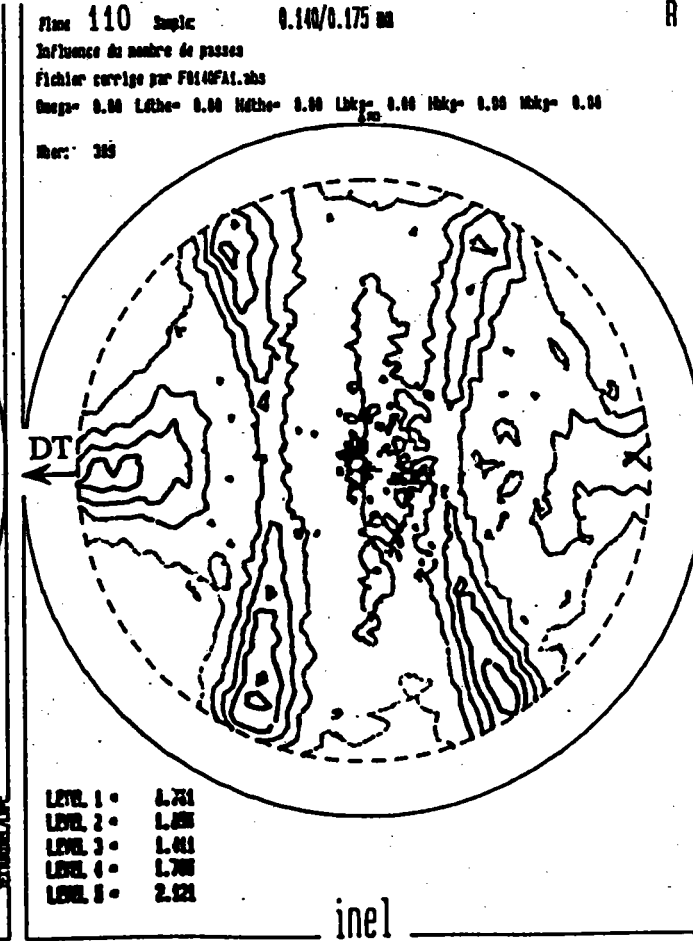
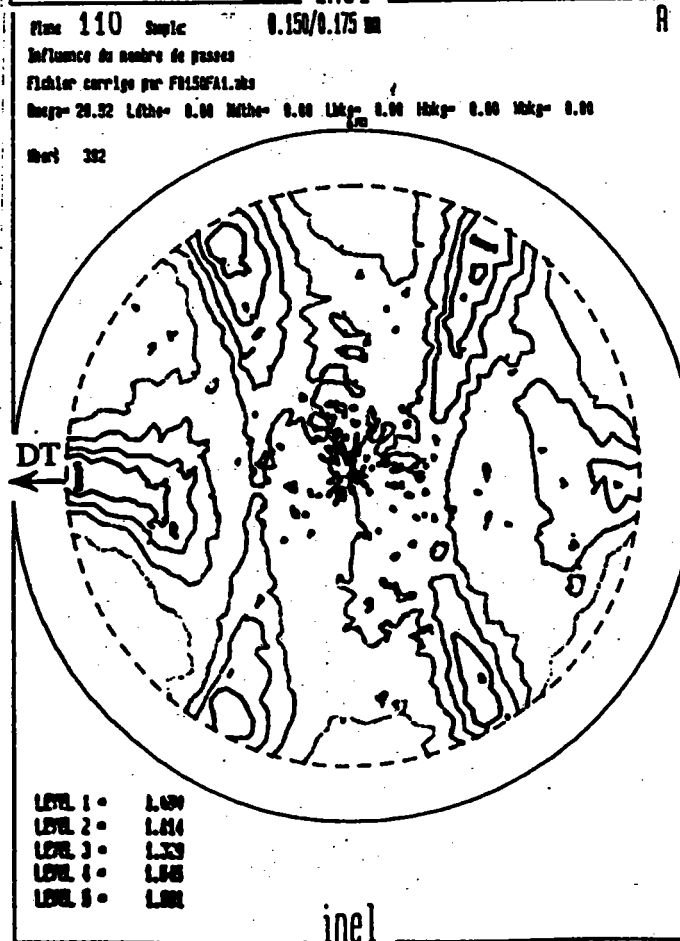
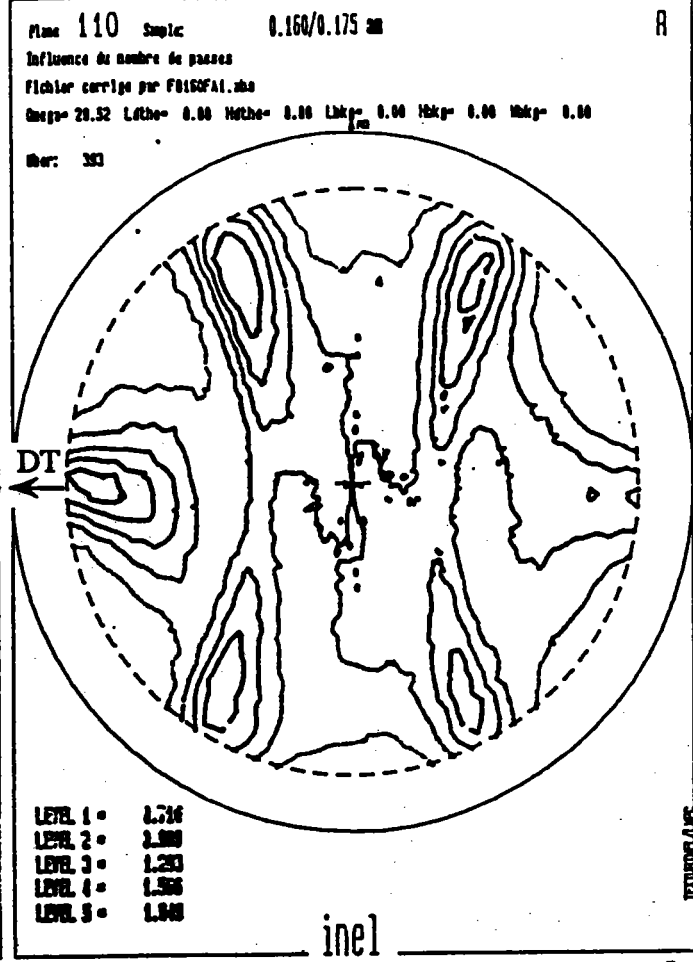
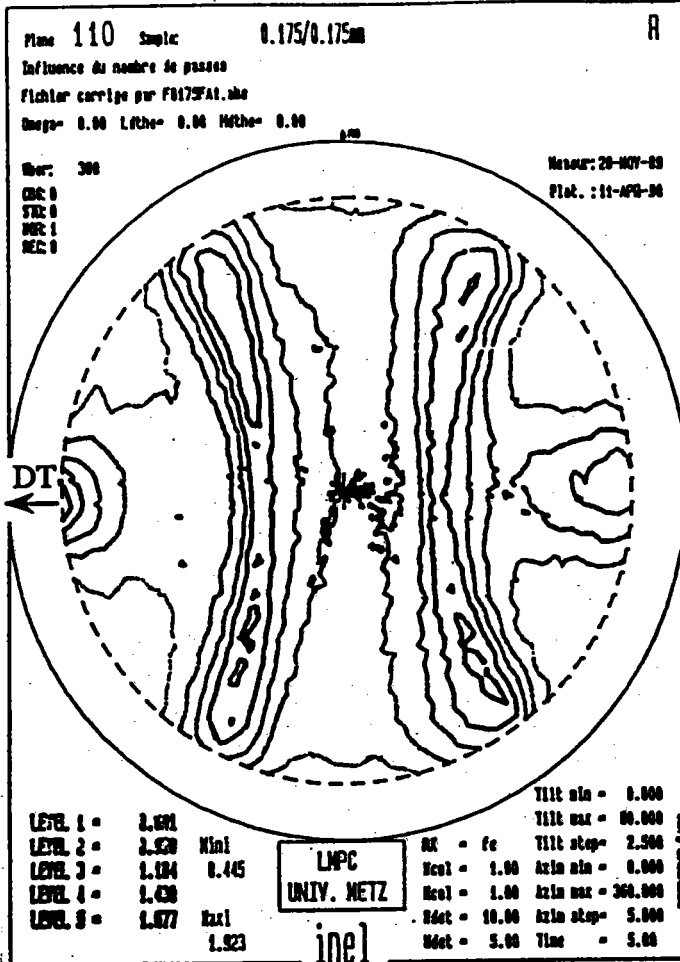
**INFLUENCE DU TAUX DE REDUCTION PAR PASSE SUR
LA TEXTURE CRISTALLOGRAPHIQUE DU STEELCORD**

**F.D.P. (110) issues des échantillons "GP" (22 passes) et "PP"
(17passes).**

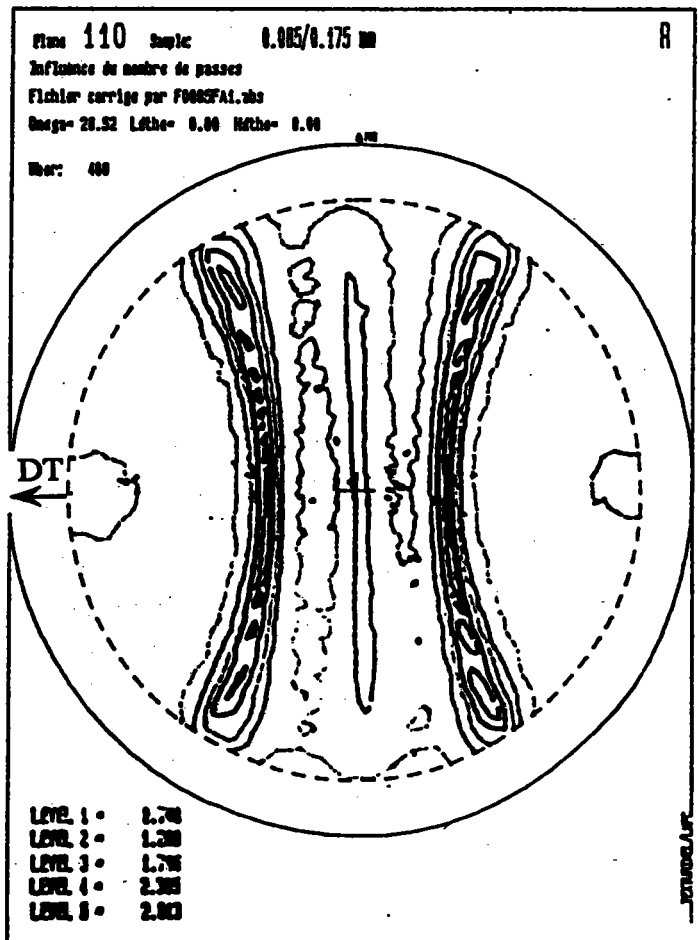
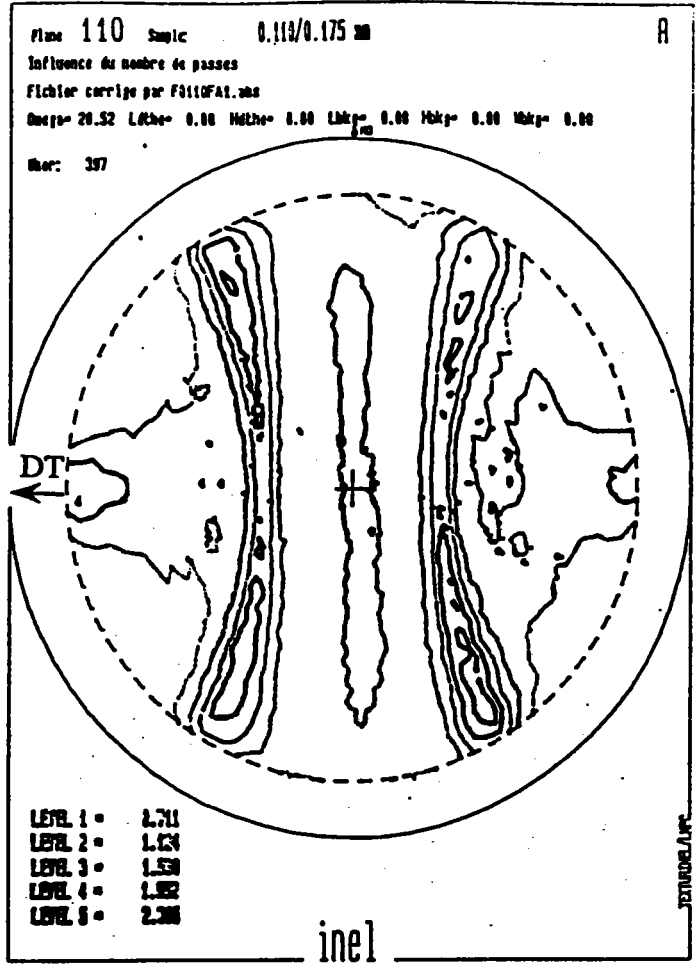
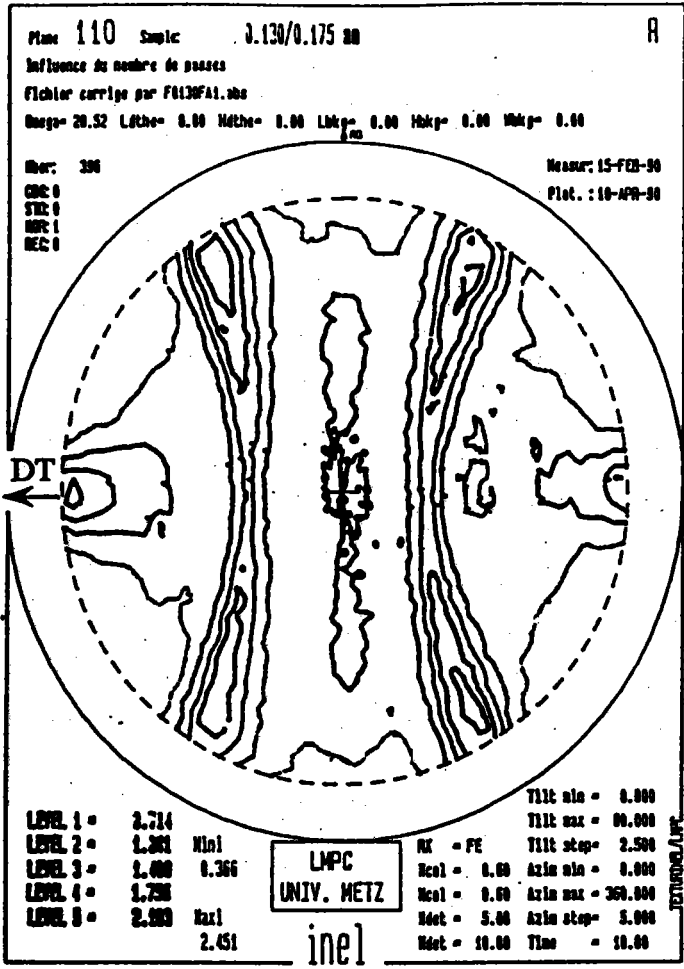
TEXTURE CRISTALLOGRAPHIQUE ET PROPRIETES MECANIQUES DE FILS FINS D'ACIER TREFILES
ANNEXE N°4



F.D.P. (110) fil Ø 0,175 mm "PP"



TEXTURE CRISTALLOGRAPHIQUE ET PROPRIETES MECANQUES DE FILS FINS D'ACIER TREFILES
ANNEXE N°4

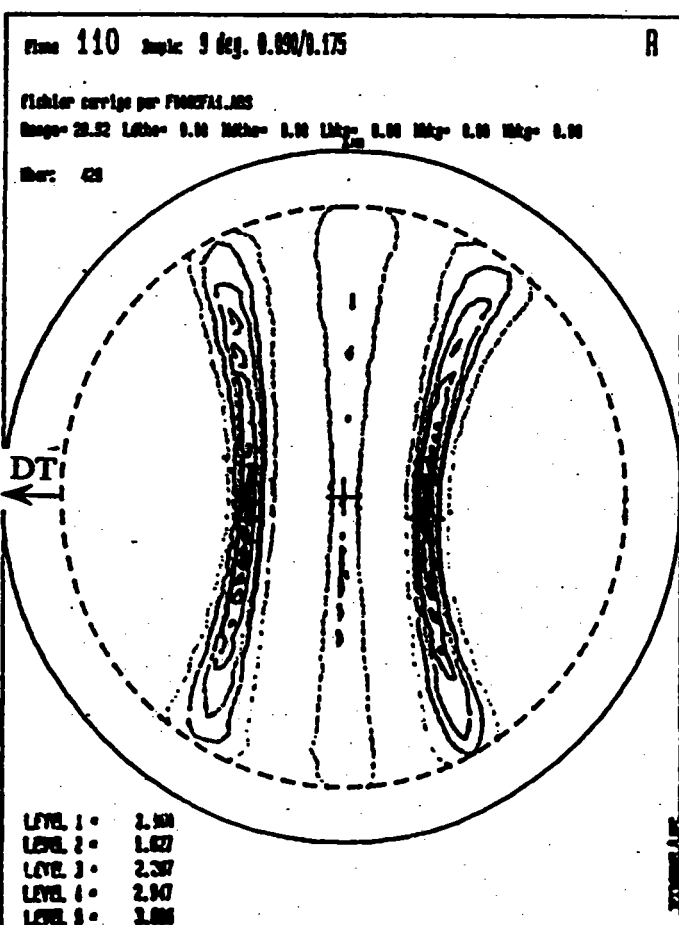
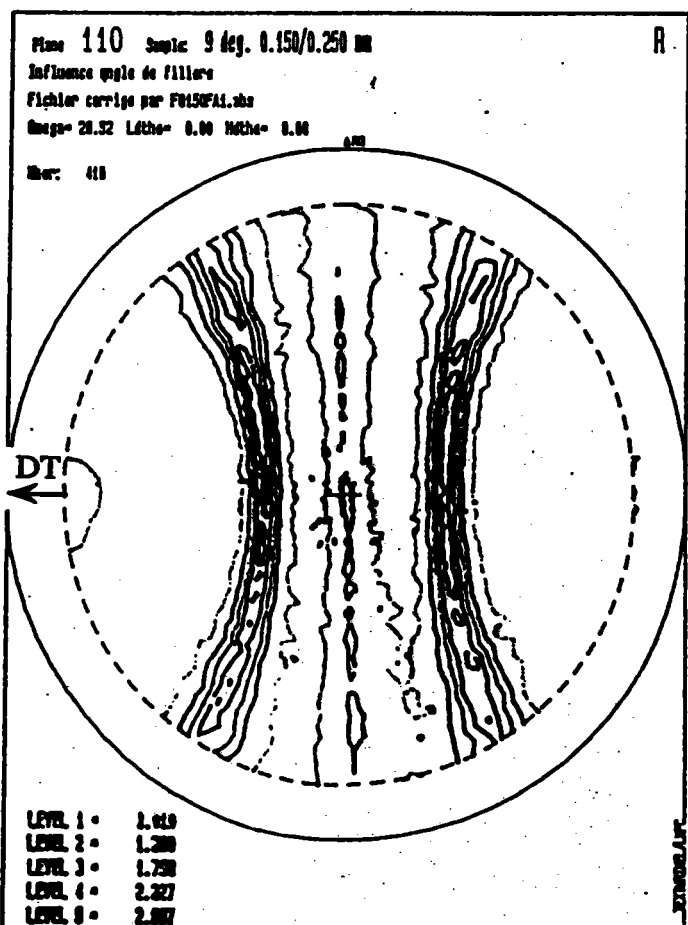
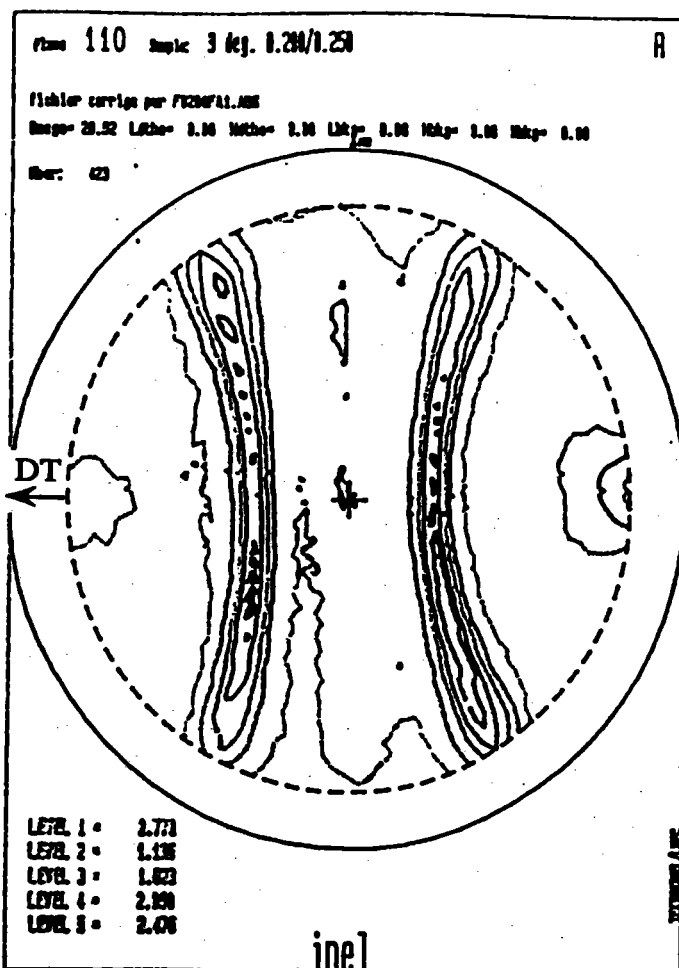
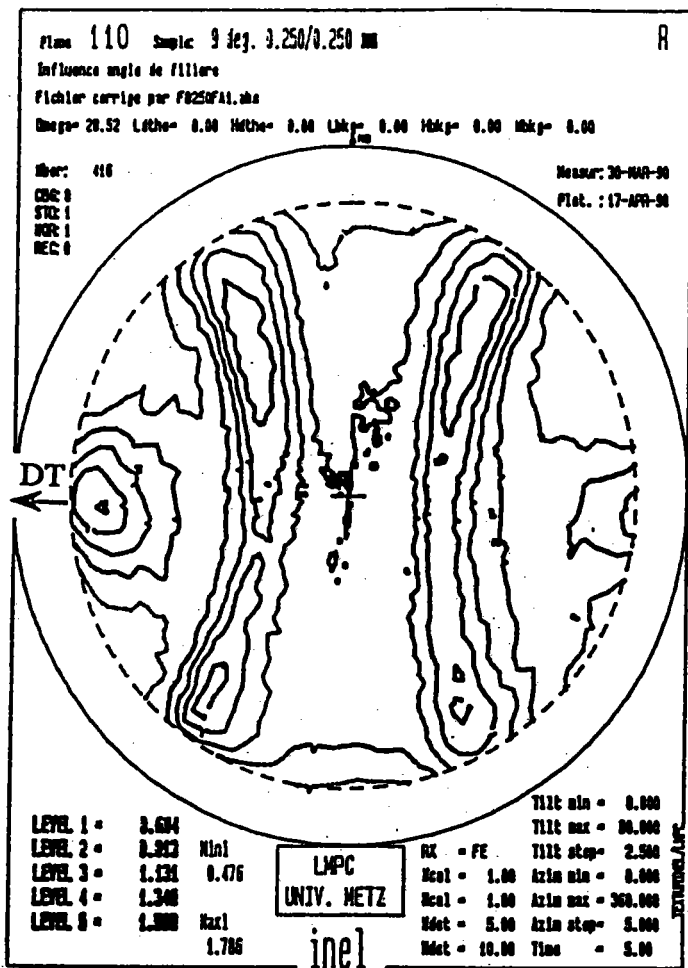


Annexe n°5

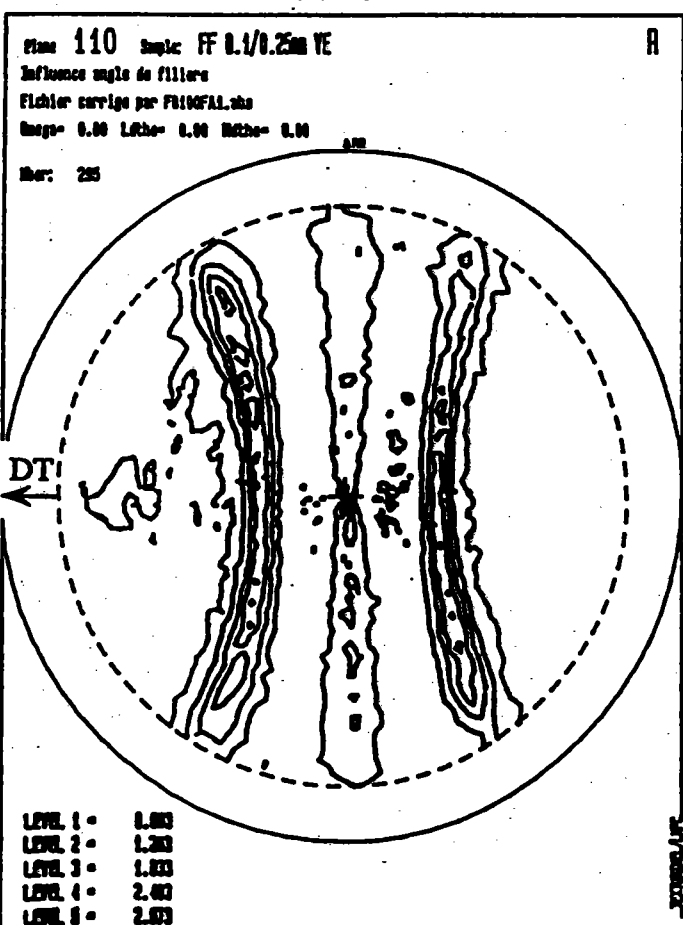
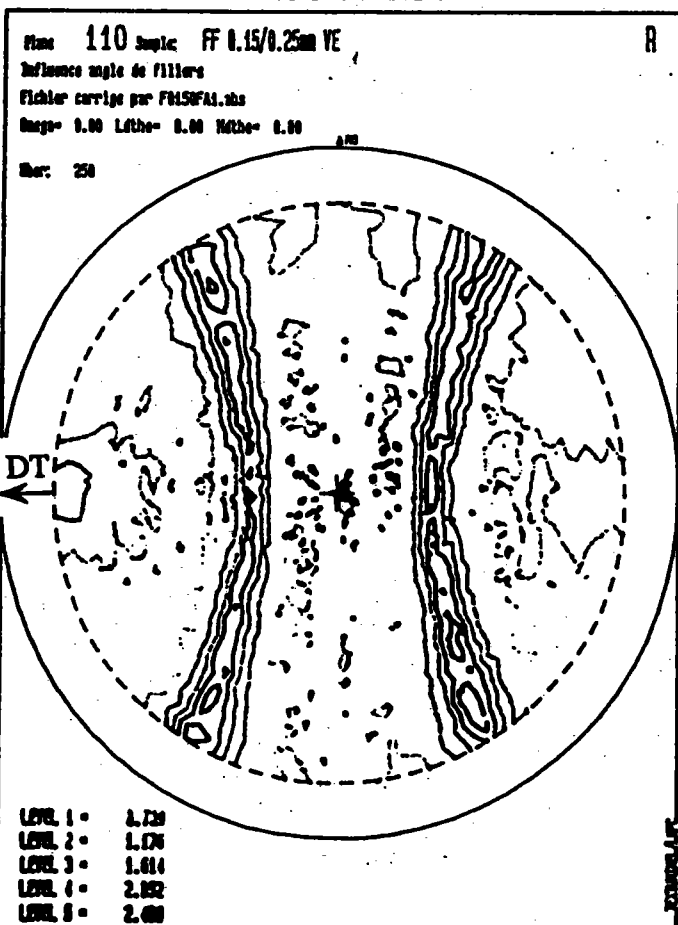
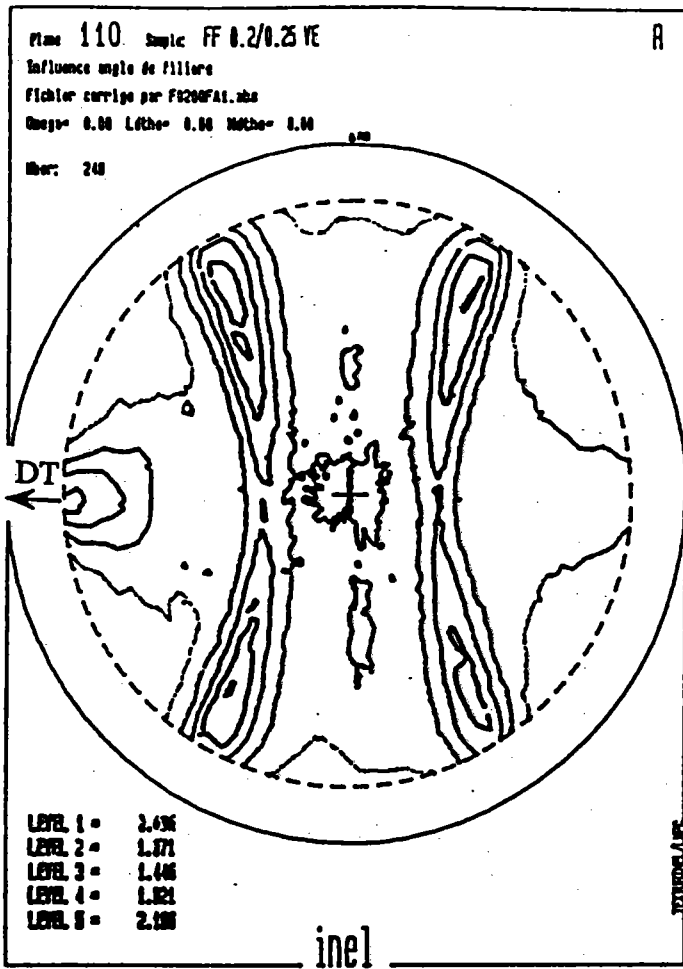
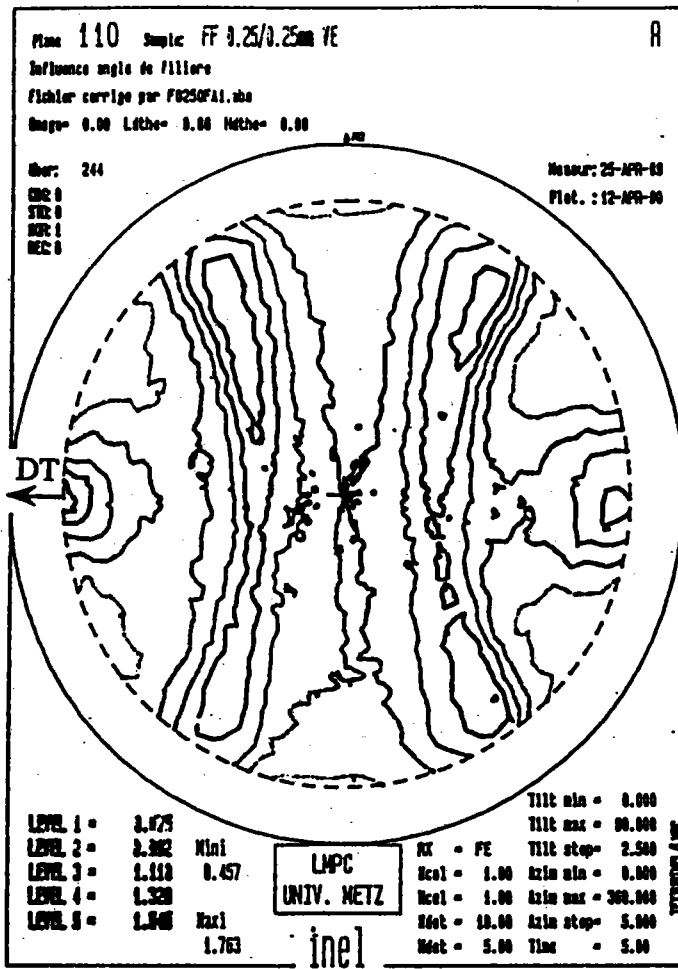
INFLUENCE DE L'ANGLE DE FILIERE SUR LA TEXTURE CRISTALLOGRAPHIQUE DU STEELCORD

- F.D.P. (110) issues des échantillons tréfilés à 9°, 12° et 17°.
- Test de fatigue,
- Essais mécaniques.

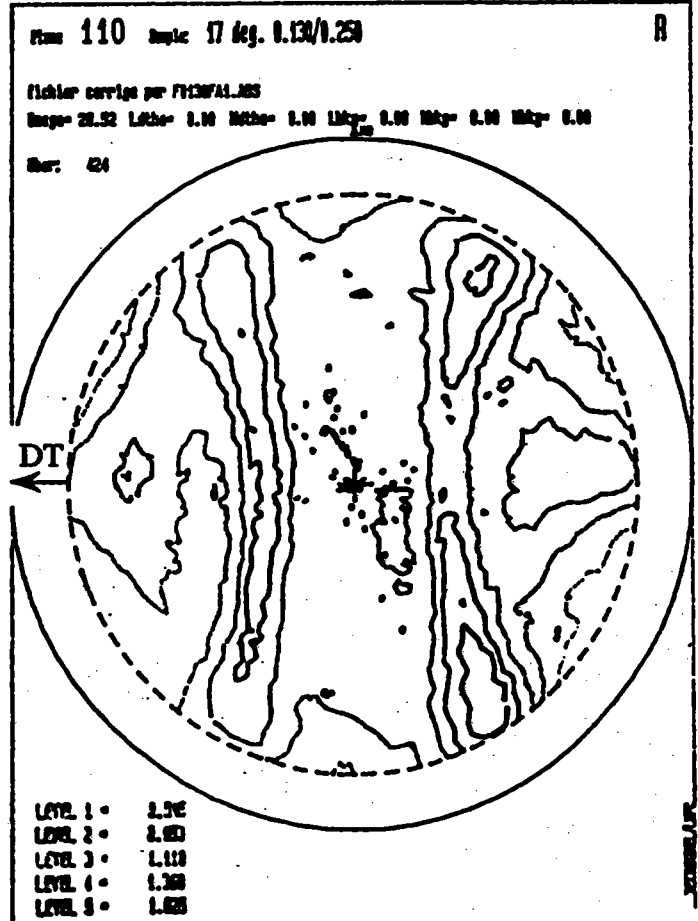
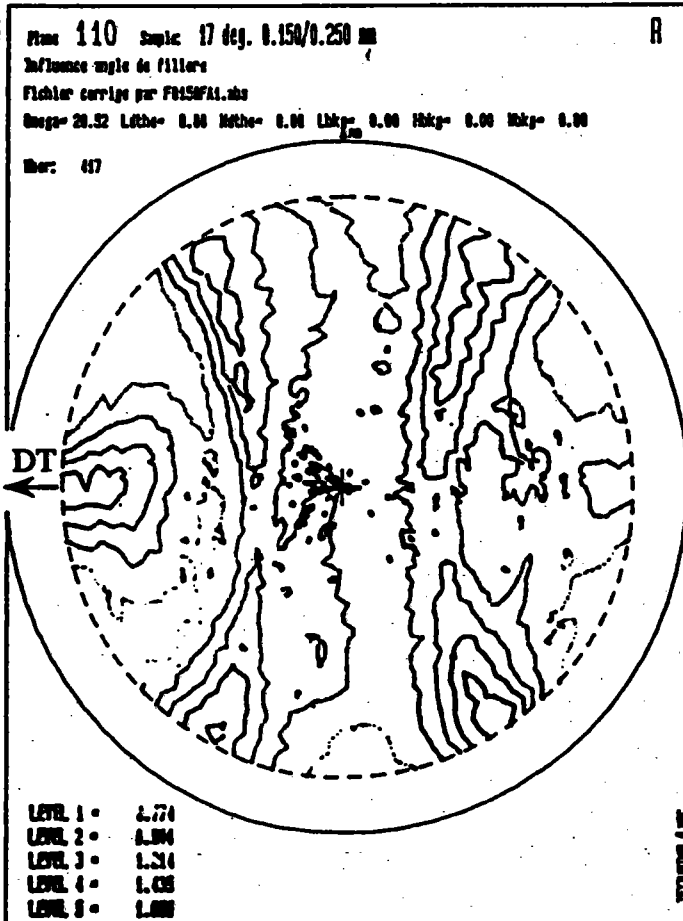
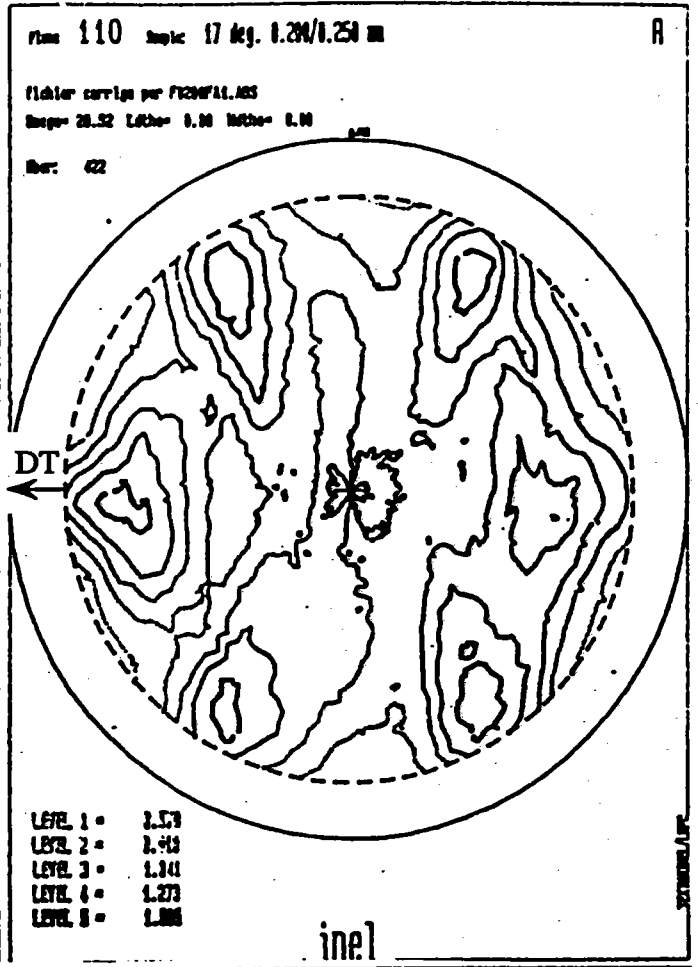
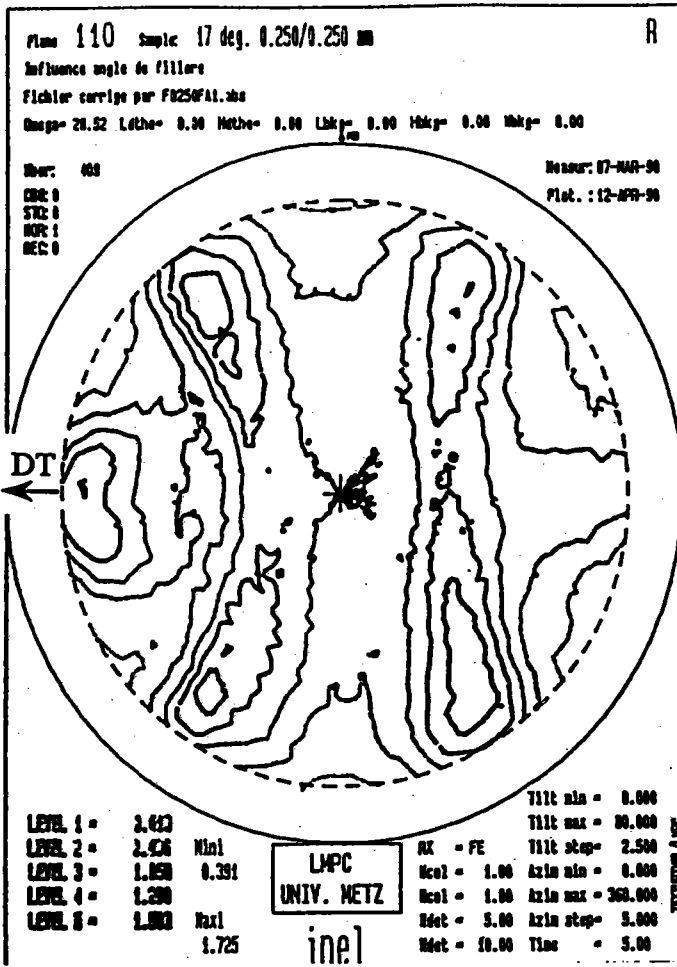
F.D.P. (110) fil Ø 0,25 mm 9°



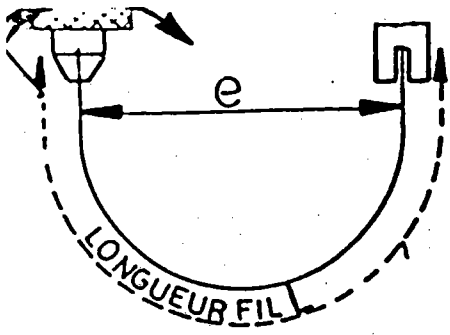
F.D.P. (110) fil Ø 0,25 mm 12°



F.D.P. (110) fil Ø 0,25 mm 17°



Tests de fatigue Hunter



FATIGUE HUNTER | 1,37/0,250 - Standard

$$L = (2,19 \times e) + 28$$

$$e = \frac{12 \times \sigma \times E}{\sigma}$$

$$E = \text{MODULE D'YOUNG} = \frac{RT}{\text{all}} = 190000$$

$$\sigma = \text{CONTRAINTE (MPa)} = \frac{12 \times \sigma \times E}{e}$$

DATE 26/04/90

J Pa	Ø PL	% C	COULÉE	Ø fil mesuré	L mm	e mm	valeurs individuels Kcycles n=20																		
							Ø FF	C. R	27,4	54,0	43,8	48,5	175,4	18,2	40,7	5,9	85,7	33,8	22,3	34,3	21,2	35,2	14,4	78,4	25,3
00	1,37 mm	0,6 %	6B82	0,253	205	81	mini = 5,9 observations																		
	0,150 mm	137 N					$\bar{m} = 47,1$ $\sigma = 40,02$ maxi = 175,4																		
	mm	%					$\bar{m} =$ $\sigma =$ mini maxi obs																		
	mm	N					$\bar{m} =$ $\sigma =$ mini maxi obs																		
300	1,37 mm	0,6 %	6B82	0,253	184	71,2	6,8	6,1	33,0	10,6	16,7	8,8	17,6	18,1	7,8	6,6	17,6	5,4	6,3	4,9	3,7	mini 3,7 obs			
	0,150 mm	137 N					$\bar{m} = 74,8$ $\sigma =$ maxi 8,10 2,45 4,19 11,4 64,2 8,10																		
	mm	%					$\bar{m} =$ $\sigma =$ mini maxi obs																		
	mm	N					$\bar{m} =$ $\sigma =$ mini maxi obs																		
400	1,37 mm	0,6 %	6B82	0,253	141	51,8	8,0	6,0	5,7	7,9	7,4	2,6	7,3	3,0	3,7	5,6	2,3	4,2	2,5	5,2	4,0	mini 2,3 obs			
	0,150 mm	137 N					$\bar{m} = 4,8$ $\sigma = 1,84$ maxi 8,0 2,6 4,1 4,4 3,9 5,1																		
	mm	%					$\bar{m} =$ $\sigma =$ mini maxi obs																		
	mm	N					$\bar{m} =$ $\sigma =$ mini maxi obs																		

Essais mécaniques

CARACTERISTIQUES MECANQUES

..... Coulée ... 6.B82...
 Bone 0,6.....
 L. Vilcsoo

- 1,37 / 0,250
 9°

Service Demandeur R-D.....
 N° Echantillon
 Lot asal (poids)

N° Irófl-louso	Positions	Coulées	N° tourets	Laiton % et %	μ	CR (N)	RT (MPa)	Ar. %	Stric-tions	Pliogeo	Toroions	Observatio
					0,257	142	2737	2,5	54,0	58	100	
						142	2737	2,3	—	54	94	
						142	2737	2,3	36,0	46	95	
						142	2737	2,3	41,4	54	102	
						141	2718	2,5	—	46	88	
						142	2737	2,4	46,8	52	98	
						142	2737	2,4	55,5	58	105	
						141	2718	2,3	54,6	60	89	
						142	2737	2,2	41,4	26	130	
						142	2737	2,4	—	50	116	
						142	2737	2,4	46,7	52	99	
						141	2718	2,4	50,4	54	90	
						142	2737	2,3	46,7	56	92	
						141	2718	2,2	53,5	60	115	
						142	2737	2,2	50,2	56	115	
						136	2622	2,3	52,0	66	95	
						142	2737	2,3	48,7	64	106	
				M	0,257	141	2726	2,3	48,0	54	102	
				Mini		136	2622	2,2	56,0	26	98	
				Maxi		142	2737	2,5	55,5	66	130	
				5		1,46	2797	0,09	6,08	8,9	11,6	
				N° Taber		17	17	17	14	17	17	

CARACTERISTIQUES MECANQUES

Coulée ... 6.B.82...

1,37/0,250

Service Demandeur ... R-D

arbore

N° Echantillon

P.L. ... Vileoso

Lot conai (point)

St.

F.	N° Profil-louso	Positions	Coulées	N° tourets	Laiton % et %	g	CR (N)	RT (MPa)	Ar. %	Striction	Pliage	Torsion	Observation
						0,253	137	2725	2,6	48,5	74	130	
							137	2725	2,7	47,8	80	146	
							136	2705	2,7	48,1	90	105	
							137	2725	2,7	47,2	76	119	
							137	2725	2,7	44,8	96	113	
							137	2725	2,7	42,4	74	93	
							136	2705	2,7	48,2	80	118	
							137	2725	2,7	52,3	76	103	
							136	2705	2,7	41,9	104	95	
							137	2725	2,7	51,3	64	101	
							137	2725	2,7	57,4	90	114	
							137	2725	2,7	53,9	82	124	
							137	2725	2,6	46,7	60	107	
							137	2725	2,6	47,0	64	119	
							136	2705	2,5	51,3	70	119	
							137	2725	2,6	56,4	62	119	
							137	2725	2,5	42,7	62	101	
					M	0,253	137	2720	2,6	48,7	77	113	
					Mini		136	2705	2,5	41,9	60	93	
					Maxi		137	2725	2,7	57,4	104	146	
					+		0,44	8,7	0,07	4,6	12,8	13,7	
					Valeurs		17	17	17	17	17	17	

CARACTERISTIQUES MECANIKES

Coulée ... 6 B.82...

- 1,37 / 0,250

Service Demandeur ... P.D.

0,6%

17°

N° Echantillon

Vitesse

Lot osani (poids)

N° Profil-louso	Positions	Coulées	N° tourets	Laiton % et %	β	CR (N)	RT (MPa)	Ar. %	Striction	Pliage	Torsion	Observation
					0,255	136	2663	2,3	56,4	86	91	
						136	2663	2,3	52,4	72	101	
						135	2643	2,3	55,0	56	74	
						135	2643	2,2	55,8	66	101	
						135	2643	2,4	54,1	78	101	
						135	2643	2,4	56,9	52	102	
						135	2643	2,3	52,6	72	108	
						135	2643	2,3	47,5	66	78	
						134	2624	2,5	52,1	80	84	
						135	2643	2,5	55,0	68	102	
						134	2624	2,4	49,9	52	83	
						135	2643	2,4	47,7	58	77	
						136	2663	2,4	55,4	56	98	
						136	2663	2,4	47,0	58	95	
						136	2663	2,4	49,9	76	93	
						135	2643	2,3	54,1	80	91	
						136	2663	2,4	52,6	56	88	
				M	0,255	135	2648	2,4	59,6	67	92	
				Mini		134	2624	2,2	47,0	52	74	
				Maxi		136	2663	2,5	56,9	86	108	
				S		0,66	13,05	0,08	3,20	10,9	10,5	
				N° Valeurs		17	17	17	17	17	17	