

## Etude de la texture cristallographique de fils d'acier perlitiques en fonction des conditions de tréfilage : influence sur les propriétés mécaniques

Abdellatif Abdellaoui

### ► To cite this version:

Abdellatif Abdellaoui. Etude de la texture cristallographique de fils d'acier perlitiques en fonction des conditions de tréfilage : influence sur les propriétés mécaniques. Sciences de l'ingénieur [physics]. Université Paul Verlaine - Metz, 1995. Français. NNT : 1995METZ043S . tel-01776851

## HAL Id: tel-01776851 https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01776851

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 <u>http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\_droi.php</u> <u>http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm</u>





INSTITUT SUPERIEUR DE GENIE MECANIQUE ET PRODUCTIQUE



Présentée à



## - UNIVERSITE DE METZ -

PAR

## Abdellatif ABDELLAOUI

## Pour l'obtention du grade de : DOCTEUR de L'UNIVERSITÉ de METZ

**SPECIALITE :** SCIENCES DE L'INGENIEUR **OPTION :** Mécanique, Matériaux et structure

ETUDE DE LA TEXTURE CRISTALLOGRAPHIQUE DE FILS D'ACIER PERLITIQUE EN FONCTION DES CONDITIONS DE TREFILAGE. INFLUENCE SUR LES PROPRIETES MECANIQUES

Soutenue le 11 décembre 1995 devant le jury composé de:

P. VAN HOUTTE	Professeur à l'université de LEUVEN (Belgique)	Rapporteur
H. R. WENK	Professeur à l'université de BERKELEY (USA)	Rapporteur
J.J. HEIZMANN	Professeur à l'Université de Metz	Directeur de thèse
L. PEETERS	Ingénieur SODETAL	Examinateur
J. B. PELLETIER	Ingénieur SODETAL	Examinateur
L. TOTH	Maître de Conférences à l'université de METZ	Examinateur
T. MONTESIN	Maître de Conférence à L'Université de BOURGOGNE	Invité
A. VADON	Maître de Conférences à L'E.N.I. de Metz	Invité



BIBLIOTHEQUE UNIVERSITAIRE - METZ 1995083 2 Nº inv. 43 S/M3 95 Cote Magasin Loc Ø

## **REMERCIEMENTS**

Je remercie tout d'abord Monsieur le Professeur J.J.Heizmann Directeur du Laboratoire de Métallurgie Physique et Chimique pour m'avoir accueilli dans son laboratoire et pour le soutien qu'il m'a accordé pendant toute cette étude.

Je voudrais présenter particulièrement mes remerciements à Monsieur P.Van Houtte Professeur à l'Université Catholique à Louvain, à Monsieur H.R.Wenk Professeur à l'Université de Berkeley aux USA d'avoir accepté d'être les rapporteurs de cette thèse. Je remercie encore Monsieur le Professeur H.R.Wenk d'avoir présidé le jury de cette thèse.

Je remercie Messieurs L.Peeters et J.B.Pelletier, responsables du service recherche et développement de la societé Sodetal, pour l'accueil qu'ils m'ont toujours réservé lors de mes visites à l'entreprise.

Je remercie monsieur L.S.Toth Maître de Conférences à l'Université de Metz, pour son aide et le plaisir qu'il m'a fait en acceptant d'examiner ce travail.

Je remercie également Messieurs T.Montesin, Maître de Conférences à l'Université de Bourgogne et A.Vadon, Maître de Conférences à l'E.N.I de Metz, d'être parmi les membres de ce jury.

Je remercie Monsieur C.Laruelle (Ingénieur au laboratoire) pour son aide précieuse tant en diffraction des rayons X qu'en informatique.

Je tiens à remercier Monsieur J.Bessieres pour ses conseils sur la rédaction de cette thèse.

Enfin je remercie tous les membres du laboratoire Messieurs A.Tidu, A.Bessieres, A.Modaressi, M.Chaoui, K.Elghazouli, B.Bolle, F.Moreau, L.Jolly, F.Bagdouche, B.Djafar, et Madame H.Chaouni pour leur soutien et leur sympathie.

## **TABLE DES MATIERES**

## TABLE DE MATIERES

## **INTRODUCTION :**

## **CHAPITRE.1**:

1.1 Développement de la texture par déformation plastique	
1.2 Représentation de la texture	5
1.2.1 Projection stéréographique :	6
1.2.2 Figures de pôles (F.D.P) :	8
1.2.3 Fonction de distribution des orientations (F.D.O) :	8
1.2.4 Relation entre F.D.P et F.D.O :	12
1.3 Détermination expérimental de la texture :	12

## **CHAPITRE.2**:

2.1 Détermination de la texture du fil :	17
2.2 Mesure de la texture du fil :	21
2.2.1 Matériau étudié :	21
2.2.2 Choix des conditions de mesure de la texture de la ferrite :	23
2.2.3 Choix de la longueur d'onde :	24
2.2.4 Choix du mode de mesure et préparation de l'échantillon :	24
2.2.5 Choix des plans diffractants :	26
2.3 Figures de pôles obtenues :	27
2.4 Calcul des coefficients de correction dûs à la géométrie :	30
2.5 Correction de bruit de fond (Bdf) :	34
2.5.1 Bruit de fond de fluorescence :	35
2.5.2 Rayonnement blanc :	37
2.5.3 Mesure de bruit de fond sur un échantillon plan	37
2.5.4 Corrélation entre le Bdf et le volume diffractant :	37
2.6 Normalisation :	45
2.7 Types de textures observées :	46
2.7.1 Figures de pôles corrigées :	46
2.7.2 Présentation des résultats :	47

## **CHAPITRE.3**:

3.1 Analyse qualitative de la texture du fil :	53
3.1.1 Texture à cœur :	53
3.1.2 Texture de la zone intermédiaire :	54
3.1.3 Texture de la surface :	58
3.2 Analyse quantitative :	60
3.3 Indices de quantification :	63
3.3.1 Indice de texture T <sub>i</sub> :	63
<b>3.3.2 Indice de circularité T</b> <sub>c</sub> :	65

## **CHAPITRE.4**:

4.1 Description du procédé de tréfilage :	75
4.2 Mise en forme du steelcord :	76
4.3 Etude du tréfilage humide :	76
4.3.1 Etude de l'évolution de la texture du fil :	77
4.3.2 Essais de traction :	83
4.4 Etude du fil issu du tréfilage sec :	86

## **CHAPITRE.5**:

5.1 Introduction	95
5.2 Description du patentage :	95
5.3 Traitement thermique Sodetal :	100
5.4 Influence du traitement thermique sur la texture :	101
5.5 Etude de quelques paramètres de patentage :	102
5.5.1 Influence du nombre de traitements thermiques :	102
5.5.2 Influence de la durée d'austénitisation :	106

## **CHAPITRE.6**:

6.1 Introduction :	123
6.2 Influence de l'angle de filière sur la texture :	125
6.3 Tréfilage sec :	129
6.4 Tréfilage humide :	133
6.5 Essais mécaniques :	136
6.6 Etude de la torsion :	137
6.6.1 Fil patenté :	137
6.6.2 Fil de diamètre 0.47 mm	142
6.7 Conclusion :	144

## **CHAPITRE.7**:

7.1 Introduction :	149
7.2 Description du frottement :	149
7.3 Etude du frottement à faible vitesse de tréfilage	151
7.4 Etude du frottement à grande vitesse de tréfilage :	154
7.4.1 Indices de texture :	155
7.4.2 Test mécaniques :	156

## **CHAPITRE.8**:

8.1 Utilisation du modèle autocohèrent :	161
8.2 Utilisation du modèle de Taylor :	163
8.2.1 Champ des vitesses du Altan et al :	164
8.2.2 Champ des vitesses d'Avitzu :	167

173

.

# **INTRODUCTION**

1

.

#### **INTRODUCTION :**

Les fils d'acier perlitique de faibles diamètres dénommés steelcord ont de nombreuses applications industrielles. Ce sont des fils très résistants, souples à cause de leurs faibles diamètres et de coût de production peu élevé. Il n'est pas étonnant qu'ils soient largement employés pour leurs propriétés spécifiques en tant que câbles (gaines dans le renfort des tuyaux haute pression, treuils et dans le renfort des pneumatiques ).

Ce steelcord, appelé également corde à piano, date de la fin du 18<sup>éme</sup> siècle. A cette époque L.V.Beethoven utilisait un nouvel instrument de musique qui frappait des cordes d'acier de haute résistance : « le piano forte ». La popularité de cet instrument fit progresser tant en qualité qu'en quantité le steelcord si bien que ces aciers à haute résistance furent employés dans la construction (ponts suspendus par des câbles dés 1840).

En 1854 James Horsfall, dépose un brevet pour produire des fils de haute résistance, en utilisant des aciers eutectoïdes auxquels il faisait subir un traitement thermique particulier : le patentage ( ce terme vient de l'anglais « patent » (Brevet)). Les utilisateurs de l'époque ne désiraient que des fils patentés qui étaient meilleurs que les autres.

Depuis cette période, la qualité métallurgique de l'acier et les procédés de tréfilage n'ont fait que progresser (diminution des inclusions, réduction de la ségrégation, homogénéisation du matériau, vitesse de tréfilage ... ) et l'on arrive actuellement à produire des fils d'acier dont la charge à la rupture est supérieure à 4000 MPa.

Les fils d'acier que nous étudions dans ce mémoire servent principalement au renfort des pneumatiques. Ils forment la carcasse radiale et le renfort ( breaker ) de la bande de roulement ( tread ). Les sollicitations mécaniques auxquelles ils sont soumis sont très variées et répétées (à chaque tour de roue par exemple).



Les constructeurs automobiles et les pneumaticiens pensent toujours à diminuer le poids d'acier dans le pneumatique pour réduire les consommations du carburant, tout en prolongeant la durée de vie du pneumatique et plus particulièrement de sa carcasse car des rechapages permettent facilement de recycler le produit usagé.

On demande au pneumatique d'être aussi léger que possible et de vivre presque aussi longtemps que le véhicule. C'est un produit de consommation courant, mais de très haute technologie. Son amélioration nécessite des recherches de plus en plus élaborées, et c'est dans ce but que nous avons entrepris avec la société SODETAL, qui tréfile du steelcord des travaux visant à comprendre certains points du procédé de tréfilage afin d'améliorer la qualité du steelcord.

Nous avons abordé ce sujet en étudiant par diffraction des rayons X, un aspect encore peu étudié qui se situe à l'échelle microscopique du matériaux. Nous nous sommes intéressés à l'orientation des grains au cours de la déformation du fil pendant le tréfilage et aux causes qui sont responsables de leurs orientations, ces causes étant très souvent liées aux conditions de tréfilage.

Ce travail est la suite d'une première étude effectuée au laboratoire par T.Montesin et se divise en trois parties :

- la première est un rappel de la technique de mesure de l'orientation (texture) des fils que nous avons améliorée ( quantification),
- la seconde traite principalement des paramètres importants qui font évoluer la texture et les propriétés mécaniques,
- la dernière est un essai de simulation de la texture qui apparaît lors de la déformation.

Le bilan des différents résultats que nous présentons étape par étape, devrait permettre de mieux comprendre le procédé de tréfilage en vue d'éventuelles modifications du procédé.

# CHAPITRE I

•

#### 1.1. Développement de la texture par déformation plastique :

Au cours de sa mise en forme un solide polycristalin subit des déformations qui ont comme conséquences des modifications microstructurales telles que : la forme des grains, la densité des dislocations, l'orientation cristallographique des grains (1).

Lorsque les déformations sont importantes, elles donnent lieu à une orientation cristallographique préférentielle des grains dans le matériau, on dit alors que celui-ci est texturé. Déterminer la texture cristallographique d'un matériau polycristallin revient à déterminer les orientations cristallographiques des grains qui le constituent. Cette texture de déformation dépend de la nature du métal et du mode de déformation (laminage, tréfilage...).

Certaines grandeurs physiques et mécaniques d'un polycristal dépendent de la texture cristallographique en effet : dans *un* monocristal une grandeur physique ou mécanique est anisotrope (varie suivant la direction de mesure). Dans un polycristal lorsque les grains sont orientés au hasard l'anisotropie de chaque grain est masquée par la répartition aléatoire de leurs orientations, il y a donc quasi isotropie du matériau. L'existence d'une texture cristallographique fait apparaître une certaine anisotropie du matériau d'une façon plus ou moins marquée suivant la nature et le degré d'orientation des grains.

#### 1.2. Représentation de la texture:

Pour représenter la texture d'un matériau on considère chaque grain, constituant le polycristal, comme un petit monocristal. Dans l'échantillon on défini un repère macroscopique  $R_e$  (X,Y,Z) lié à l'échantillon. Pour un grain on défini un repère microscopique  $R_c$  (x,y,z) lié à son réseau cristallin. L'orientation **g** d'un grain par rapport à l'échantillon est définie par l'orientation du repère  $R_c$  par rapport au repère  $R_e$ . Celui ci peut être défini par exemple par les trois rotations d'Euler qui amènent en coïncidence le repère  $R_c$  avec le repère  $R_e$ . L'orientation **g** du grain est alors notée  $g(\phi_1, \phi, \phi_2)$  et le passage d'un repère à l'autre s'écrit :



Figure 1.1 : Angles d'Euler

		(a <sub>11</sub>	a <sub>12</sub>	$a_{13}$
avec :	g =	a <sub>21</sub>	a <sub>22</sub>	a <sub>23</sub>
		(a <sub>31</sub>	a 32	a 33 )

ou aij est la matrice de rotation liant les deux référentiels.

et  $0\langle \varphi \langle \pi \rangle, 0\langle \varphi_1 \langle 2\pi \rangle, 0\langle \varphi_2 \langle 2\pi \rangle$ 

#### 1.2.1 Projection stéréographique:

La représentation tridimensionnelle d'une structure cristalline n'est pas commode, aussi on lui préfère une représentation plane. appelée projection stéréographique dont le principe est le suivant:

- soit R<sub>e</sub>(DL,DT,DN) le repère lié à l'échantillon,
- le cristal est placé au centre d'une sphère appelée sphère de pôles

- la normale  $[h,k,l]^*$  du plan (h,k,l) coupe la sphère au point P, appelé pôle du plan (h,k,l), et est repéré dans R<sub>e</sub> (DL,DT,DN) lié à l'échantillon par les angles  $(\phi,\psi)$ 

- le pôle P situé dans l'hémisphère nord est relié au point S (pôle sud) par le segment [p,s]. Ce segment coupe le plan de projection  $\pi$  de la sphère en P' appelé projection stéréographique de P sur  $\pi$ .

L'orientation du plan (h,k,l) est alors représentée sur le plan  $\pi$  par le point P'. Ce point est repéré par les angles  $\varphi, \psi$  : P'( $\varphi, \psi$ ) (figure 1.2).

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



Figure 1.2 : Projection stéréographique

La détermination de g nécessite la mesure expérimentale des orientations cristallographiques à l'aide des figures de pôles obtenues par diffraction des R.X ou des neutrons.

#### 1.2.2. Figures de pôles (FDP):

On appelle figures de pôles le graphe qui présente la projection stéréographique de la densité des plans  $\{h,k,l\}$  de tous les grains de l'échantillon dans le repère macroscopique R<sub>e</sub>. En reliant les points de la projection de même densité, nous formons des lignes de niveaux. La figure résultante est appelée figure de pôles directe de type  $\{h,k,l\}$ . Le plan de projection choisi est confondu avec un plan caractéristique du matériau (exemple: plan de laminage pour une tôle).

#### 1.2.3. Fonction de distribution des orientations (F.D.O ):

La mesure expérimentale d'une FDP n'est pas toujours suffisante pour définir la texture et déterminer son effet sur les propriétés mécaniques et physiques d'un matériau Une description quantitative de la texture est souvent nécessaire. La façon la plus complète de décrire quantitativement une texture est de déterminer la fonction de distribution des orientations F(g), positive, définie par :

$$F(g).dg = dv(g)/V$$

où:

dv(g) est le volume de cristallites dont l'orientation est g à dg prés V est le volume total des cristallites étudiées

F(g).dg est également la fraction volumique pour laquelle l'orientation de cristallites est  $g(\phi,\phi_1,\phi_2)$  à dg prés indépendamment de leur situation dans le polycristal.

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

\* elle constitue la description quantitative de la texture cristallographique,

\* elle permet de calculer certaines propriétés mécaniques à partir des grandeurs correspondantes du monocristal en y adjoignant un modèle de comportement.

Il existe plusieurs méthodes d'analyse de la texture (2). Les plus utilisées sont :

\* la méthode harmonique, proposée par H.J.BUNGE (3) et ROE (4) et qui consiste à développer F(g) sur un système orthogonal en série d'harmoniques sphériques généralisées.

\* la méthode vectorielle proposée par WILLIAMS (5) et développée par R.BARO, RUER et A VADON (6,7,8).

\* la méthode de WIMV proposée initialement par Imhof (1977) puis par Matthies et Vinel (1982) sur la base se la méthode de Williams.(39)

#### \* Princeps de la Méthode vectorielle :

Dans le cas d'un cristal cubique, il existe 24 orientations équivalentes . La représentation de ces 24 orientations équivalentes peut-être réduite à une seule située dans un double triangle standard parmi les 48 triangles unitaires portés par la sphère des pôles . Un triangle standard est découpé en 28 classes d'équivalence d'axes de fibre d'aire égale.

Dans la méthode vectorielle, une orientation est repérée par les angles  $(\psi, \lambda, \xi)$ . Les deux angles  $(\psi, \lambda)$  sont les coordonnées polaires de l'axe de fibre dans le repère lié au cristal, et  $\xi$  est l'angle de la rotation autour de la normale de l'échantillon qui amène le repère du cristal au coïncidence avec le repère du cristal ayant une orientation de référence (0,0,0).

Dans la méthode vectorielle toutes les orientations des différents cristallites sont données par rapport a une orientation de référence

Pour définir la rotation  $\xi$  autour de DN, on ramène par une rotation  $-\lambda$ , autour de OD, l'axe de fibre ( $\psi, \lambda$ ) en coïncidence avec ON.

La figure.1.3 montre successivement le cristal en position de référence (000), en position  $(\psi, \lambda, 0)$  et en position  $(\psi, \lambda, \xi)$ 

Le domaine d'orientation est constitué de deux prismes droits sur deux triangles standards contigus (figure 1.4).



Figure 1.3 : les deux rotations qui permettent de ramener le cristal de la position de référence à la position ( $\psi, \lambda, \xi$ )



Figure1.4 : Découpage de l'espace des orientations dans le système cubique.

L'axe perpendiculaire aux triangles standards en (0.0.1) représente l'axe de coordonnée  $\xi$ . La discrétisation de l'espace des pôles en N éléments et l'espace des orientations en M éléments donne une relation entre la densité de pôles et la densité d'orientations, cette relation se traduit par l'égalité matricielle suivante:

$$(I_p\{h,k,l\}) = (\sigma_{pn}\{h,k,l\})(Y_n)$$

 $I_p = la$  densité de pôles dans les cases p de pôles obtenue par mesures expérimentales  $Y_n = la$  densité d'orientation dans la case d'orientation n.

La matrice ( $\sigma_{pn}$ ) est la matrice densité de probabilité, correspondant à la distribution uniforme des pôles des plans {hkl} du cristal.

La suite des valeurs ( $Y_n$ ) est appelée vecteur texture, en chaque composante  $Y_n$  représente le volume des cristallites dont les orientations appartiennent à la classe d'orientations g(n). Le vecteur de texture ainsi obtenu est représenté par un spectre avec en abscisses les orientations g( $\psi, \lambda, \zeta$ ) et en ordonnées les fractions volumiques f(g) correspondantes.

Comme le montre la figure. 1.5, un spectre de texture se décompose en quatre quadrants. Les quadrants 1 et 2 sont associés au triangle  $T_1$  et les quadrants 3 et 4 sont associés au triangle standard  $T_2$ 

#### Figure 1.5 : Spectre de texture d'une orientation idéale

#### 1.2.4. Relation entre F.D.P et F.D.O :

A partir des expériences de diffraction des rayons X, on peut mesurer la fonction de distribution axiale A(h,y) qui représente la fraction des directions cristallines h dont l'orientation dans le repère  $R_e$  est y.

Quelle que soit la méthode utilisée (harmonique ou vectorielle), on peut déterminer F(g) à partir de A(h,y) par la relation :

$$A(h, y) = \frac{1}{2\pi} \int_{0}^{2\pi} f(g) d\gamma$$

avec :  $\gamma$  représente la rotation autour de la normale au plan diffractant.

#### 1.3. Détermination expérimentale de la texture (9) :

Les techniques de détermination de la texture sont nombreuses : figure d'attaques, clichés de Laue, diffraction des rayons X, des électrons, ou des neutrons.

Parmi celle-ci, la méthode goniométrique de Schulz est la plus utilisée pour l'obtention des figures de pôles directes.

Cette méthode s'applique à des échantillons massifs ayant une face plane. Pour les échantillons qui n'ont pas une surface plane, des corrections de géométrie sont nécessaires.

#### • Méthode de Schulz (10):

L'échantillon est placé de façon à former avec le faisceau incident monochromatique de longueur d'onde  $\lambda$  un angle  $\theta$ . Cet angle est déterminé par la relation de Bragg (12) :

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

avec d est la distance réticulaire des plans diffractants

L'intensité du faisceau diffracté est mesurée par un détecteur placé à un angle  $2\theta$  du faisceau incident. Pour un volume diffractant donné cette intensité est proportionnelle à la fraction volumique des grains qui sont en position de Bragg .(fig1.6).



Figure1.6 : Principe de la détermination de La FDP par diffraction des R.X par la technique de Schulz

Pour détecter toutes les orientations possibles des grains, l'échantillon est animé de rotations autour de deux axes perpendiculaires:

\* Une rotation azimutale d'angle  $\varphi$ , autour de la normale de l'échantillon, compris entre 0° et 360° avec un pas de 5°.

\* une rotation de déclinaison d'angle  $\psi$ , autour d'un axe situé dans le plan d'incidence et perpendiculaire à la normale de l'échantillon, compris entre 0° et 90° avec un pas de 2.5°

Pour éviter la défocalisation on limite l'angle de déclinaison ( $\psi$ ) à 80°.

Pour chaque position définie par le couple d'angles  $(\varphi, \psi)$  le compteur enregistre pendant une même durée de temps une intensité diffractée proportionnelle à la fraction volumique des grains qui sont en position de diffraction. Ainsi sur une FDP on obtient avec une incrémentation de  $\Delta \varphi = 5^{\circ}$  et  $\Delta \psi = 2.5^{\circ}$  environ de 2500 points de mesure (cases ) d'intensité I.

Pour garder la proportionnalité entre la fraction volumique des grains qui diffractent et l'intensité des R.X mesurée par le compteur, deux conditions doivent être respectées:

1) la texture doit être homogène dans le volume diffractant

2) le volume diffractant doit être constant au cours de la mesure.

\* Cette condition est remplie lorsque l'échantillon est plan et d'épaisseur suffisante.

\* Lorsqu'il y a variation du volume diffractant ( cas des fils par exemple ), il est nécessaire d'effectuer des corrections d'intensité en se référant à un volume diffractant constant.

## **CHAPITRE II**

## <u>CHAPITRE 2 :</u>

2.1. Détermination de la texture du fil :	17
2.2 Mesure de la texture du steelcord :	21
2.3 2.2.1 Matériau étudié :	21
2.2.2 Choix des conditions de mesure de la texture de la ferrite :	23
2.2.3 Choix de la longueur d'onde :	24
2.2.4 Choix du mode de mesure et préparation de l'échantillon :	24
2.2.5 Choix des plans diffractants :	26
2.3. Figures de pôles obtenues :	27
2.4 calcul des coefficients de correction dûs à la géométrie :	30
2.5 Correction de bruit de fond (Bdf) :	34
2.5.1 Bruit de fond de fluorescence :	35
2.5.2 Rayonnement blanc :	37
2.5.3 Mesure de bruit de fond sur un échantillon plan :	37
2.5.4 Corrélation entre le Bdf et le volume diffractant :	37
2.6 Normalisation :	45
2.7 Types de textures observés :	46
2.7.1 Figures de pôles corrigées :	46
2.7.2 Présentation des résultats :	46

#### 2.1. Détermination de la texture du fil :

Depuis de nombreuses années, l'étude de la texture du fil a fait l'objet de nombreux travaux. Ces études ont été réalisées par différentes méthodes de mesures. En 1927, Schmid et Wasserman (13,14) ont mesuré la texture du fil de différents métaux par la méthode de Debye\_Scherrer ( fils placés perpendiculairement au faisceau incident ). Ils ont mis en évidence une variation de la nature de la texture entre le coeur et la surface du fil. En 1930, A.Claassen (15) et A.J.Bradly (16) ont introduit pour la première fois des corrections sur les intensités mesurées sur un fil de diamètre supérieur à 1 mm en prenant en compte la géométrie du fil. Ces corrections sont améliorées successivement par K.Weber (17),Carpenter (18), C.W.Dwiggins (19,20) et V.F.Sears (21). En 1959 Freda et Cullity (22) ont étudié la texture de fil d'aluminium, d'argent et de fer à l'aide d'un enregistrement de l'intensité diffractée en fonction de la déclinaison du fil. Les résultats de toutes ces études montrent l'existence d'un gradient de texture le long du diamètre du fil.

Ces méthodes sont toutes basées sur des mesures réalisées sur un échantillon formé par un fil unique dont le diamètre est supérieur à 1 mm. Dans le cas de fils de petits diamètres, tels que le steelcord, l'intensité diffractée par un seul fil est insuffisante pour étudier sa texture. Il est donc nécessaire de travailler sur des échantillons formés de plusieurs fils. Toutefois cette technique est confrontée au problème du volume diffractant qui est variable en fonction de la position de l'échantillon au cours de la mesure . Pour résoudre ce problème plusieurs solutions ont été proposées :

#### 1) mesurer la texture globale du fil par diffraction des neutrons (23) :

Cette méthode ne permet pas de déterminer les variations de texture le long du diamètre du fil et en aucun cas d'avoir un renseignement sur la texture locale.

#### 2) rendre la surface de mesure plane :

Plusieurs études ont été réalisées en utilisant des échantillons de fils rendus plans à l'aide de différentes techniques. Linssen, Mengelberg, et Stüwe (24) en perçant des fils d'Al, de Cu et de laiton, de diamètres variant entre 4,5 mm et 5 mm, ont pu étudier d'une part la

texture de surface en déroulant la coquille superficielle et d'autre part la texture du coeur en découpant la zone centrale en des petits rectangles qu'ils ont collés côte à côte.

Pour étudier la texture de torsion des fils perlitique de diamètre variant de 2 à 16 mm, Kanetsuki et Ogawa (25) ont utilisé une méthode très proche à celle du Stüwe. Ils ont préparé leurs échantillons selon deux techniques; l'une consiste à percer le fil et à briser le cylindre obtenu en fines lamelles disposées cote à cote, l'autre consiste à prélever des et coller tranches de forme rectangulaire de la zone centrale (fig2.1).



Figure 2.1 : Technique utilisée par Kanetsuki pour mesurer la texture dans différentes zones du fil.

Ces différents travaux signalent une différence entre la texture à coeur et celle des couches superficielles du fil. Cette technique est limitée aux fils de gros diamètres.

Sugondo et al (26) ont étudié l'évolution de la texture du fil en fonction du degré d'écrouissage. Ils ont fait des mesures sur des échantillons formés par des fils enrobés comme le montre la figure (2.2). Cette méthode ne donne que la texture moyenne le long du diamètre du fil et ne peut pas détecter son évolution entre le coeur et la surface.



Figure 2.2 : Echantillon utilisé par Sugondo pour mesurer la texture des fils

Willemse & al (27, 28) ont étudié la texture du fil à partir d'un échantillon formé par plusieurs fils mis côte à côte et sur lesquels ils ont inséré une poudre absorbante entre les fils pour obtenir une surface plane (figure 2.3).



Figure 2.3 : Technique utilisée par Willemse pour rendre plane la surface d'un échantillon formé par plusieurs fils

Malgré leurs inconvénients, ces méthodes indiquent toutes l'évolution de la texture entre le coeur et la surface du fil.

## 3)Mesure directe de la texture du fil sur un échantillon non plan :

Parmi les premières études de ce type, celle réalisée sur le steelcord par J.Beautemps et M.O.Jaquier (29,30), sur un échantillon constitué de plusieurs fils parallèles, a montré l'évolution de la texture le long du diamètre du steelcord.

Plus récemment, plusieurs auteurs ont réussi séparément à faire des études plus complètes de texture en apportant des corrections d'intensité dues aux variations du volume diffractant de l'échantillon formé par des fils parallèles de petits diamètres. Parmi ces études on peut citer celle de Langouche et al (31) C.François et al (32) et T.Montesin et al (33,34).

A côté de ces études expérimentales certains chercheurs ont essayé de résoudre le problème en simulant la texture du fil. Mathur et Dawson (35) ont utilisé la méthode des éléments finis pour connaître les contraintes et les déformations en chaque point du fil pendant son passage dans la filière et un modèle de couplage décrivant la déformation des grains au niveau cristallographique. Van Houtte (36) a étudié la texture de la surface du fil en prévoyant la texture de déformation par tréfilage à l'aide du modèle de Taylor. Il est arrivé à mettre en évidence une différence de nature entre la texture de la surface et celle du coeur de fil .

Le tableau (2.1) donné par François(37) présente un résumé bibliographique de l'analyse de la texture des fils et des barreaux.

Auteurs	Matériau	diamètre	texture observée	Remarques
		(mm)		
Freda, Cullty	Fer Armco, Cu,	6.35 à	Classique <110> sur le CC,	ψ de 0° à 70° sur
1959	Al, Ag	1.24	classique <111>+<100> sur le CFC	génératrice, 60° à 90° sur section, corrections
	diamètre : 6.35 à			d'absorption non
	1.24 mm			précisées
Leber	W, Mo, Fe	3	En surface circulaire	Diagramme en retour
1961	diamètre : 3 mm		{110}<110>, classique <110> à cœur	
Bunge 1963	Al	1 à 0.4	Mélange de classiques <111>	Fibre identique à cylindre
	diamètre : 1 à 0.4		et <100>	par construction
	mm			
Linssen et al	Cu, Al, Laiton	5à4	Circulaire {11-2}<111> en	FDP sur cylindres percés,
1964			surface, classiques $<111>$ et	fendus et deroules
				longitudinale
Rieck, Koster	W	2.5 à	Classique <110> peu	FDP sur section
1965		1.5	prononcée à la surface	longitudinale
Nakajima,	W	0.18 à	classique <110>	$\psi = 0$ à $\psi$ max pour $\Phi =$
Okazaki 1967		0.12		$ 0^{\circ},$
Denutemer	A gior parlitique	0.25 %	Classique <110> seulement au	fils en nappe avec
Beautemps,	Acter permuque	0.23 a	cœur	corrections
Jacquier 1976				d'absorption
				proportionnelles

				au bruit de fond
Vannes et al	Acier 0.1 %C	21 à 9	Circulaires $\{112\}<110>$ et $\{010\}<101>$ à cœur classique	Usinage du barreau pour obtenir des pans de
1978			<110> à la surface	surface planes
Kanetsuki,	Acier perlitique	16 à 2	Circulaire {112}<110> en	Juxtaposition, des parties
Ogawa 1981			surface, {110}<110> en sous-	centrales ou bien percage et mise à
				plat
Kanetsuki et	Acier perlitique	12 à 4	Cycliques	idem, patentage du
al 1989			$\{112\}<110>,\{110\}<110>$ et $\{110\}<110>$ et	parreau non conventionnel
Willemse et	Acier perlitique	0.25	Classique <110>	Fils en nappe avec vallées
al 1982 et	• •			masquées
1025				les RX
1983				
Langouche et	Acier	0.5 à	Classique <110>	Fils en nappe avec
al 1989		0.5		d'absorption sur 1 fil
Montesin,	Acier perlitique	1.37 à	Classique <110> en surface et	Fils en nappe avec
Heizmann		0.2	au cœur, circulaire	correction d'absorption sur n fils
1990			intermédiaire	
François et al	Acier perlitique	1.36 à	Signale l'ambiguïté des figures	Fils en nappe avec
	relet perinduo	0.18	de pôles, même corrigées	correction d'absorption 3
1990				fils
Mathur,	Al	4	Classique <111> et <110>	Méthode éléments finis
Dawson 1990				couplage micro-macro en
				chaque maille

# Tableau 2.1 : Résumé de références bibliographiques sur la détermination de la texture d'un échantillon cylindrique

#### 2.2 Mesure de la texture du steelcord :

### 2.2.1 Matériau étudié :

Le matériau étudié est un acier perlitique utilisé dans la fabrication du steelcord.

Le produit de départ est un fil de 5,5 mm de diamètre qui est tréfilé à sec, avec des lubrifiants solides, jusqu'à 1,2 mm de diamètre, puis patenté (austénitisation suivie d'une trempe). Le fil patenté est alors laitonné puis tréfilé avec des lubrifiants liquides jusqu'à un diamètre voisin de 200 µm.

Dans ce travail nous étudions particulièrement la texture des fils au cours du tréfilage en fonction des différents paramètres du procédé de fabrication.

La perlite constituant des fils, est un eutectoïde contenant 87 % de ferrite ( fer  $\alpha$  ) et 13 % de cémentite ( Fe<sub>3</sub>C ). La photographie présentée (figure 2.4) prise sur un fil de 5,5 mm de diamètre montre la structure lamellaire de cette perlite.



Figure 2.4 : Micrographie de la perlite lamellaire constituant du fil machine de 5.5 mm de diamètre

La ferrite constituant majeur est une solution solide de carbone dans le fer  $\alpha$ , cristallisant dans le système cubique centré. La cémentite est un composé défini Fe<sub>3</sub>C ( carbure de fer ) qui cristallise dans le système orthorhombique.

Un diagramme ( $\theta_2\theta$ ) de diffraction des rayons X (figure 2.5) effectué sur un fil de 250  $\mu$  ne révèle que les raies relatives à la ferrite. Les raies de la cémentite, faibles du fait de sa faible concentration mais nombreuses du fait de sa structure, sont noyées dans le bruit de fond.



Figure 2.5 : Diagramme de diffraction des R.X ( $\theta$ -2 $\theta$ ) du fer  $\alpha$ 

Les deux constituants de la perlite ont des caractéristiques très différentes, la ferrite a une dureté Brinell de 75 HB, alors que celle de la cémentite est de l'ordre de 700 HB. Il en résulte que durant le tréfilage la majeure partie de la déformation s'effectue dans le domaine ferritique. Dans cette étude nous nous sommes limités à l'observation de la ferrite.

#### 2.2.2 Choix des conditions de mesure de la texture de la ferrite :

D'après l'étude bibliographique vue précédemment nous pouvons dire que le fil possède une texture de fibre plus ou moins complète d'axe <110> parallèle à l'axe du fil, pouvant évoluer entre la surface et le coeur. Nous devons donc employer une technique de mesure de texture capable de mettre en évidence et de quantifier l'évolution de cette texture. Nous sommes basés sur les travaux de T.Montesin (34) qui a mis au point, dans notre laboratoire, une technique adéquate à la mesure des gradients de texture dans les fils. Nous rappellerons d'abord brièvement cette technique et les conditions expérimentales qu'il est judicieux d'utiliser, puis nous compléterons les résultats de T.Montesin par l'étude des corrections de bruit de fond, par une quantification de la nature de la texture présente dans les fils, et par l'évaluation des erreurs commises lors des mesures.

#### 2.2.3 Choix de la longueur d'onde :

Deux conditions ont guidé ce choix :

\* éviter un bruit de fond important provenant des longueurs d'onde qui favorisent la fluorescence du matériau ( la raie  $K_{\alpha}$  du cuivre par exemple ).

\* choisir une longueur d'onde peu pénétrante favorable à l'étude du gradient de texture.

Nous avons choisi la longueur d'onde  $K_{\alpha}$  du fer qui remplit ces conditions.

#### 2.2.4 Choix du mode de mesure et préparation de l'échantillon :

#### \* préparation de l'échantillon :

On utilise la technique développée par T.Montesin qui consiste à :

 fabriquer un ensemble de fils jointifs pour augmenter l'intensité diffractée : les fils sont disposés cote à cote sur une plaque de polymère aimantée (Figure 2.6).



Figure 2.6 : Section de l'échantillon dans le plan perpendiculaire à l'axe du fil.

La surface de ce type d'échantillon n'est pas plane ce qui nécessite des corrections d'intensité comme nous le verrons par la suite.

2) effectuer un amincissement progressif des fils, pour atteindre ses couches internes, afin de pouvoir décrire l'évolution de la texture entre la surface et le coeur du fil. Cet amincissement est réalisé par une attaque chimique dans un bain d'acide nitrique dilué à 50 %. Pour conserver une bonne cylindricité du fil celui-ci est animé d'un mouvement de rotation, sous tension mécanique, durant l'attaque (Figure 2.7).



Figure 2.7: Schéma du dispositif utilisé dans la réduction de section du fil.

Le diamètre du fil attaqué est contrôlé à l'aide d'un micromètre, et on constate que l'erreur relative maximale est inférieure à 10 % pour les attaques les plus sévères réduisant le fil de 60 % de son diamètre initial.

#### \* Notation :

Un échantillon de fil de diamètre **d** obtenu par attaque chimique à partir d'un fil de diamètre initial **D** et noté par d/D.

Exemple : 1/1,2 mm, est un fil de 1 mm de diamètre provenant d'un fil de 1.2 mm.

#### \* Mode de mesure :

Les mesures sont effectuées sur un goniomètre de texture (Lücke) fonctionnant en réflexion. Le faisceau des rayons X peu divergent ( limité par deux pupilles ), est circulaire, le diamètre variant entre 0,4 mm et 1 mm. On applique à l'échantillon une translation perpendiculaire à l'axe des fils pour irradier un plus grand nombre de fils. L'intensité diffractée est filtrée ( $K_\beta$ ) par un filtre (Mn) placé devant les fentes (largeur = 1cm et hauteur = 5 mm ) d'un détecteur à scintillations. Pour chaque type de fil étudié on mesure la texture entre le coeur et la surface en utilisant le fil brut et les fils attaqués à 20, 40, et 50 % du diamètre initial.

La géométrie des rayons incidents et diffractés est celle de Bragg Brentano (focalisation dans les fentes du détecteur ). La distance détecteur échantillon est faible (120 mm) pour favoriser la détection de l'intensité diffractée par les fils de faibles diamètres.

Nous avions la possibilité d'utiliser un goniomètre possédant un détecteur courbe qui permet de corriger les intensités du bruit de fond pendant la mesure. Le rayon goniométrique de cet appareil étant très important (250 mm), il aurait été nécessaire d'augmenter soit la durée des expériences, soit l'intensité du faisceau incident. Or l'anode tournante qui aurait pu satisfaire cette condition n'a été acquise que très récemment par le laboratoire. Le problème du bruit de fond imposé par le choix du goniomètre Lücke a été résolu comme nous le verrons ultérieurement.

#### 2.2.5 Choix des plans diffractants :

Sur le diffratogramme (Figure 2.5), les raies les plus intenses correspondent aux plans {110}, {100}, et {211} de multiplicités respectives 12, 6, et 24, et d'intensités 100, 20 et 30 %.

Pour une texture de fibre d'axe <110> les figures de pôles prévisibles sont présentées sur la figure 2.8 suivante :





FDP (211) d'une fibre complète d'axe <110> parallèle à l'axe du fil

Figure 2.8: FDP (100), (110) et (112) d'une fibre d'axe <110>.

Sur la FDP (211) la multiplicité importante des pôles disperse l'intensité sur toute la figure, ce qui rend l'analyse très difficile voire impossible dans le cas de textures peu marquées. Par contre pour les deux autres F.D.P (110) et (100) la répartition de l'information s'étale uniquement sur 3 portions du cercle (malgré des multiplicités différentes ). Compte tenu que le pouvoir diffractant des plans {110} est le plus élevé , nous avons basé nos analyses sur les FDP (110). Nous présenterons néanmoins certaines FDP (100)pour confirmer ou expliquer les résultats déduits des FDP (110).

#### 2.3. Figures de pôles obtenues :

Nous présentons (figure 2.9) à titre d'exemple les F.D.P brutes de mesures, relatives à trois types de fils:

- \* un fil de diamètre important : 1.58 mm,
- \* un fil de diamètre moyen : 1.2 mm,
- \* un fil de faible diamètre : 0.175 mm,



FDP (110) d'un fil 1.58/1.58 mm



FDP (110) d'un fil 1.2/1.58 mm



FDP (110) d'un fil 1.2/1.2 mm



FDP (110) d'un fil 1/1.2 mm





FDP (110) d'un fil 0.175/0.175 mm

FDP (110) d'un fil 0.14/0.175 mm

Figure 2.9 : F.D.P brutes des fils de différents diamètres
Pour chacun de ces fils nous avons mesuré les figures de pôles (110) à la surface, à 80 % et à 50 % du diamètre. Les figures de pôles ainsi mesurées présentent un écart très important par rapport au figures de pôles d'une texture de fibre d'axe <110>. Cet écart est d'autant plus important que le diamètre du fil formant l'échantillon est grand. Ceci est particulièrement visible pour le fil 1.2/1.58 mm. On remarque également en comparant les fils 1.2/1.58 mm et 1.2/1.2 mm, qui ont le même diamètre que les figures de pôles correspondantes sont très différentes, bien qu'il y ait des effets géométriques identiques liés à la mesure d'un ensemble de cylindres. Nous pouvons donc dire que ces deux fils ont des textures très différentes.

#### **Conclusions :**

Ces figures de pôles prises sur trois fils de diamètres différents montrent :

\* un effet de géométrie non négligeable sur la valeur des intensités diffractées que l'on mesure,

\* qu'il y a une variation de texture selon l'endroit de la mesure. Il est donc nécessaire d'éliminer les effets dûs à la géométrie particulière de l'échantillon, ceci se traduisant par des corrections des intensités mesurées.

Comme nous l'avons déjà signalé plusieurs études récentes ont été réalisées dans le but de déterminer les corrections qu'il faut apporter aux mesures brutes. Nous pouvons citer particulièrement celles de F.Langouche (31), T.Montesin (34), et François (32) qui ont la même approche, à savoir :

\* Le volume diffractant est calculé pour chaque position de la nappe de fils par rapport au faisceau. Ce volume diffractant est variable.

\* La correction consiste à prendre comme référence un volume de diffraction constant.

La différence essentielle entre ces trois auteurs est la prise en compte de l'effet des fils voisins pour le calcul de la variation du volume diffractant.

F.Langouche & al considèrent que l'absorption des faisceaux de R.X est très importante. Il en résulte que le volume diffractant considéré néglige le volume diffractant provenant de tout faisceau qui traverse le premier voisin. François prend en considération le

volume diffractant provenant des faisceaux qui traversent les premiers voisins. T.Montesin prend en compte les n premiers voisins.

Il y a très peu de différence entre les résultats de ces trois études quand le coefficient d'absorption est élevée. Par contre l'influence des fils voisins n'est plus négligeable quand le produit  $\mu$ R est faible (38) (R est le rayon du fil ,  $\mu$  le coefficient d'absorption ).

# 2.4 calcul des coefficients de correction dûs à la géométrie :

Pour résoudre le problème de la variation du volume diffractant au cours de la mesure de la texture des fils, l'intensité diffractée en chaque position ( $\phi,\psi$ ) de la mesure est corrigée des effets de géométrie et d'absorption des rayons incidents et diffractés.

Considérons le goniomètre dans la position ( $\varphi, \psi$ ), les n fils de l'échantillon coupent le plan d'incidence en délimitant n ellipses comme le montre la figure 2.10.



Figure 2.10 : Trajectoire du faisceaux dans l'échantillon à la position( $\phi, \psi$ )

t = a + b + c + e + f + g = la distance parcourue par les faisceaux dans l'échantillon.dv = un élément de volume diffractant. $<math>\theta$  = angle de Bragg.

Le volume irradié ramené à un fil est donné par la relation suivante :

$$V(\phi, \psi) = S(\phi, \psi) * H(\phi, \psi)$$

où S( $\phi,\psi$ ) la surface de la section droite du fil irradiée par le faisceau et H( $\phi,\psi$ ) la hauteur équivalente des n fils.

L'intensité diffractée par un élément de volume dv d'un polycristal de coefficient d'absorption  $\mu$  en position ( $\phi, \psi$ ) est donnée par la relation :

$$dI(\varphi, \psi) = iK(\varphi, \psi)e^{-\mu t(\varphi, \psi)}dv$$

i : intensité diffractée par unité de volume situé à la surface d'un échantillon isotrope  $K(\varphi, \psi)$ : facteur de texture. Il représente dans l'élément de volume dv la densité d'orientation par rapport au même élément de volume isotrope.

u : coefficient d'absorption linéaire du matériau irradié,

t : distance parcourue par le faisceau pour atteindre dv et sortir de l'échantillon.

Selon la nature de la texture de l'échantillon trois cas peuvent se présenter .

# a) L'échantillon est isotrope :

Dans ce cas  $K(\varphi, \psi)$  ne dépend pas de la position  $(\varphi, \psi)$  de l'échantillon (K = 1) ainsi,

$$I_{mes}(\phi, \Psi) = iA(\phi, \Psi),$$

 $A(\phi, \psi)$  représente le volume diffractant à la position  $(\phi, \psi)$ .

$$A(\phi, \psi) = \int_{V(\phi, \psi)} e^{-\mu t} dv$$

Le volume  $A(\phi,\psi)$  change au cours de la mesure donc  $I_{mes}$  va aussi varier en fonction des angles  $\phi$  et  $\psi$  de la mesure.

#### b) L'échantillon possède une texture homogène :

La texture est la même à travers tout le matériau. Quelle que soit la position ( $\varphi, \psi$ ) tous les éléments de volume ont le même coefficient K( $\varphi, \psi$ ). L'intensité peut se mettre sous la forme :

$$I_{\text{mes}}(\varphi, \psi) = iK(\varphi, \psi) \int_{v(\varphi, \psi)} e^{-\mu t(\varphi\psi)} dv = iK(\varphi, \psi)A(\varphi, \psi)$$

Pour se ramener à un volume diffractant constant, au cours de la mesure afin d'obtenir  $K(\phi,\psi)$  à partir de l'intensité mesurée  $I_{mes.}$ , on calcule la variation de volume. $N(\phi,\psi)$  Cette variation est exprimée en fonction d'un volume de référence A(0,0), et s'écrit:

$$N(\varphi, \psi) = \frac{A(\varphi, \psi)}{A(0,0)}$$

Nous avons alors :

$$I_{\text{mes}}(\varphi, \psi) = i. K(\varphi, \psi). A(0,0). \frac{A(\varphi, \psi)}{A(0,0)} = iK(\varphi, \psi)A(0,0). N(\varphi, \psi)$$
$$\frac{I_{\text{mes}}(\varphi, \psi)}{N(\varphi, \psi)} = i. K(\varphi, \psi). A(0,0)$$

Dans cette expression  $\frac{I_{mes}(\varphi, \psi)}{N(\varphi, \psi)} = I_{corrigeé}$  est une intensité qui se réfère à un volume

diffractant constant A(0,0)

Cette intensité corrigée est directement proportionnelle au facteur texture  $K(\varphi, \psi)$ . Après normalisation elle devient égale à  $K(\varphi, \psi)$ .

#### C) Echantillon ayant une texture hétérogène :

Dans ce cas on ne peut déterminer qu'une valeur moyenne de  $K(\phi, \psi)$  :

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

et on pose :

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

$$I_{c}(\varphi, \psi) = iA(0,0)\overline{K}(\varphi, \psi) = \frac{I_{m}(\varphi, \psi)}{N(\varphi, \psi)}$$

# \* Présentation des résultats de corrections :

Les coefficients de correction  $N(\phi,\psi)$  sont présentés sous forme de FDP appelées figures de correction.

On montre à titre d'exemple la figure de corrections d'un fil de diamètre 1.2 mm (figure 2.11), et celle d'un fil de diamètre 0.28 mm (figure 2.12) :



Niv1= 0.61 Niv2 = 0.97 Niv3 = 1.32 Niv4 = 1.68





Niv1=0.71 Niv2 = 0.94 Niv3 = 1.18 Niv4 = 1.41



# 2.5 Correction de bruit de fond (Bdf) :

A l'intensité diffractée que l'on mesure  $I_{mes}(\phi, \psi)$  se superpose un bruit de fond qui peut avoir diverses origines. L'intensité de ce Bdf peut être relativement importante et de ce fait entache les mesures d'intensité d'une erreur souvent mal maîtrisée puisqu'il dépend des conditions de mesure en particulier de l'échantillon lui-même et de sa position par rapport au faisceau incident. Il est donc nécessaire de retrancher ce Bdf aux valeurs des intensités mesurées.

Le Bdf a des origines multiples (11) qui sont :

\* la fluorescence,

\* le rayonnement blanc,

\* la présence de cémentite,

- \* le bruit de l'électronique,
- \* le rayonnement diffusé par l'air.

Nous avons négligé les deux derniers qui sont faibles par rapport aux trois premiers.

#### 2.5.1 Bruit de fond de fluorescence :

Il provient de l'échantillon lorsqu'un élément ( le fer dans notre cas ) est irradié par une longueur d'onde inférieure à sa discontinuité d'absorption  $\lambda_k = 1.743$  Å. Cet élément est alors excité et il y a émission de ses longueurs d'onde caractéristiques  $\lambda K_{\alpha}$  et  $\lambda K_{\beta}$ .

Dans notre montage goniométrique, qui comprend un filtre " arrière " placé juste devant le détecteur, nous avons un faisceau incident dont le spectre est composé d'un rayonnement polycromatique sur lequel sont superposées les deux raies caractéristiques de l'anticathode de longueur d'onde  $\lambda k_{\alpha} = 1.937$  Å et  $\lambda k_{\beta} = 1.756$  Å.



 $\lambda_{\rm F}$ : longueur d'onde excitatrice qui donnera fluorescence,  $\lambda k$ : discontinuité d'absorption,  $\lambda k_{\alpha}$ : longueur d'onde de fluorescence ( $\lambda k_{\alpha}$  Fe,  $\lambda k_{\beta}$  Fe).

Figure 2.13.a : Variation du coefficient d'absorption du fer  $\alpha$  en fonction du  $\lambda$ .

Les longueurs d'onde qui peuvent donner une fluorescence sont inférieures à  $\lambda_k$ . Le rendement de fluorescence est d'autant plus élevé que la longueur d'onde est d'autant plus proche de  $\lambda_k$  (figure 2.13.a). Pour ces longueurs d'onde le coefficient d'absorption est plus élevé que le coefficient d'absorption de la longueur d'onde  $\lambda K_{\alpha}$  servant à la diffraction. On peut définir comme nous l'avons fait précédemment pour le volume diffractant, un volume de fluorescence (figure 2.13.b):

$$V_{F}(\varphi\psi) = \int_{v(\varphi,\psi)} e^{-(\mu_{i}t_{i}+\mu_{F}t_{F})} dv$$

et une intensité de fluorescence :

$$I_F = i_F V_F$$

Comme  $\mu_i$  est inférieur à  $\mu_F$  le volume de fluorescence est nécessairement inférieur au volume diffractant défini précédemment.



Figure 2.13 : schéma du volume fluorescent et du volume diffractant dans un fil à une position ( $\phi,\psi$ )

 $\mu_F$  = coefficient d'absorption de la raie  $\lambda_F$  qui donne la fluorescence,

 $t_F = la trajectoire du rayonnement \lambda_F dans le matériau,$ 

 $\mu_i$  = coefficient d'absorption des longueurs d'onde incidentes,  $\lambda k_\alpha$  du fer,

 $t_i = la$  distance parcourue par le rayonnement de la raie de diffraction  $\lambda k_{\alpha}$  du fer.

Dans la fenêtre du compteur arrive :

\* Le rayonnement diffracté constitué de la longueur d'onde  $K_{\alpha}$  du fer,

\* Le rayonnement de fluorescence constitué des longueurs d'onde  $\lambda k_{\alpha}$  et  $\lambda k_{\beta}$ .

Après filtrage, la longueur d'onde  $\lambda_{\beta}$  est fortement atténuée. Il ne reste que  $\lambda k_{\alpha}$  diffractée et  $\lambda K_{\alpha}$  de fluorescence. En déplaçant le détecteur de la raie de diffraction, on n'observera que  $\lambda K_{\alpha}$  de fluorescence.

#### 2.5.2 Bruit de fond du rayonnement blanc :

Les différentes longueurs d'onde provenant du rayonnement blanc sont diffractées par l'ensemble des plans cristallins de l'échantillon sur un domaine angulaire continu. Ceci est une des causes principales du noircissement des films photographiques des clichés de poudres. Il est difficile dans ce cas, ou une multitude de longueurs d'onde participent à la diffraction de définir une relation entre la valeur du Bdf et le volume diffractant que nous avons défini précédemment. Nous avons donc choisi de mesurer le Bdf en fonction du volume diffractant. Ce Bdf est mesuré de part et d'autre de la raie de diffraction.

#### 2.5.3 Bruit de fond de la cémentite :

La cémentite orthorhombique possède un nombre important de raies de diffraction qui sont noyées dans le Bdf .Pour un angle de diffraction  $2\theta \pm \Delta \theta$  donné, elles proviennent du même volume diffractant que la raie de diffraction de la ferrite mesurée à l'angle  $2\theta \pm \Delta \theta$ . L'intensité provenant de la cémentite est donc proportionnelle au volume diffractant.

# 2.5.4 Mesure de bruit de fond sur un échantillon plan :

Nous venons de voir que l'intensité du Bdf est fonction d'un volume de fluorescence, d'un volume diffractant associé au rayonnement blanc et du volume diffractant de la cémentite. On pourrait supposer que l'intensité du Bdf provenant de l'échantillon est influencée par la texture puisqu'elle dépend de la diffraction du rayonnement blanc. Pour confirmer ou infirmer cette hypothèse nous avons effectué des mesures de Bdf sur deux échantillons plans : l'un isotrope constitué d'un comprimé de poudre de fer, l'autre texturé qui est une tôle d'acier doux laminée. Pour chacun de ces deux échantillons le volume diffractant est constant pendant le mouvement de goniomètre. Ces volumes diffractants sont définis par :

$$V_1 = \frac{i_1 S_0}{2\mu_1} = \text{cte}$$
$$V_2 = \frac{i_2 S_0}{2\mu_2} = \text{cte}$$

ou  $\mu_1$  et  $\mu_2$  sont respectivement les coefficients d'absorption du comprimé et de la tôle, et S<sub>0</sub> la section du faisceau de rayons X incident.

## \* Echantillon isotrope :

Les mesures de Bdf à  $2\theta = 50^{\circ}$  et  $2\theta = 64^{\circ}$ , ainsi que l'intensité diffractée de la raie (110) ( $2\theta = 57^{\circ}$ ) sont effectuées sur un rayon de la FDP pour des valeurs de la déclinaison comprises entre 0 et 80°. Les résultats sont présentés sur la figure 2.14.



Figure 2.14 : Intensité du Bdf à gauche et à droite et intensité de la raie (110) d'un échantillon isotrope.

On peut remarquer que :

L'intensité diffractée est constante jusqu'à 75° en déclinaison. Il en résulte que :

1 - l'influence de la défocalisation n'est sensible qu'à partir de 75° dans nos conditions expérimentales.

2 - le Bdf est également constant jusqu'à 75° quelle que soit la position de l'échantillon.

# \* Echantillon téxturé :

Nous avons choisi un rayon de mesure du Bdf pour lequel l'intensité diffractée présente des variations importantes.

Les résultats des mesures de Bdf sont présentés sur la figure 2.15



Figure 2.15 : Intensité du Bdf à gauche et à droite et l'intensité la raie (110) d'un échantillon texturé.

# **Conclusions** :

On constate que :

\* le Bdf est indépendant de la texture,

\* ce Bdf est constant quelle que soit la position de l'échantillon,

Pour les deux échantillons que nous avons examinés pour lesquels les volumes diffractants sont constants on observe des Bdf constants.

Y a t'il une proportionnalité entre le volume diffractant associé à la raie  $\lambda K_{\alpha}$  et le Bdf? Des expériences sur les fils pour les quels les volumes diffractants sont variables pendant la mesure nous permettrons de répondre à cette question.

#### 2.5.5 Mesure de Bdf sur les fils :

Nous venons de voir que le Bdf ne dépend pas de la texture. Nous pouvons donc effectuer nos mesures sur des fils texturés. Le volume diffractant des fils varient en fonction des paramètres suivants :

1- le coefficient d'absorption : fonction de la longueur d'onde incidente  $\lambda$ ,

2- l'angle de Bragg : fonction de  $\lambda$  et du plan diffractant,

3- la position de l'échantillon par rapport au faisceau incident,

4- le diamètre du fil.

Nous présentons nos résultats pour des fils d'aciers irradiés par la longueur d'onde K<sub> $\alpha$ </sub> du fer. Comme pour l'échantillon plan nous effectuons des mesures du Bdf à droite et à gauche de la raie de diffraction (110), et ceci pour des fils de différents diamètres. Parmi les différentes mesures que nous avons effectuées sur les différents diamètres (1.2 mm, 0.96 mm, 0.76 mm, 0.47 mm, 0.28 mm, 0.22 mm, 0.14 mm), nous présentons uniquement les résultats relatifs aux fils de diamètres 1.2 mm (figure 2.16) et 0.28 mm (figure 2.17).

Les figures du Bdf sont respectivement mesurées à gauche et à droite de la raie de diffraction située à  $2\theta = 57^{\circ}$ . Leur moyenne correspond au Bdf qui se superpose à l'intensité de la raie de diffraction.



figure du Bdf du fil de diamètre 1.2 mm à 50°



figure du Bdf du fil de diamètre 1.2 à 64 °



figure de Bdf moyenne d'un fil de diamètre 1.2 mm

Figure 2.16 : Figures du Bdf à gauche et à droite d'un fil de gros diamètre (1.2 mm) et leur résultante.





figure de Bdf du fil de diamètre 0.28 mm à 50°

figure de Bdf de fil de diamètre 0.28 mm à 64  $^\circ$ 



figure de Bdf moyen d'un fil de diamètre 0.28 mm

Figure 2.17 : figures de Bdf à gauche et à droite d'un fil de petit diamètre (0.28 mm) et leur résultante.

On constate que ces figures ressemblent aux figures de variation de volume diffractant calculées qui ont été présentées précédemment (figure 2.11 et figure 2.12). Il semblerait donc que la variation du Bdf est proportionnelle à la variation du volume diffractant. Si tel est le cas, on pourrait s'affranchir des mesures fastidieuses de Bdf qui dans le cas des fils nécessitent la mesure de deux figures de pôles ( case par case ) supplémentaires. En effet si une relation est établie entre le volume diffractant et le Bdf on pourrait déduire les figures de ce dernier à partir d'une mesure d'un seul point de ces figures.

# 2.5.6 Corrélation entre le Bdf et le volume diffractant :

Si l'on considère que l'intensité du Bdf est proportionnelle au volume diffractant nous pouvons écrire :

$$I_{Bdf}(\varphi, \psi) = C. A(\varphi, \psi)$$
(1)

où  $I_{Bdf}$  est l'intensité du Bdf à la position ( $\varphi, \psi$ ), A( $\varphi, \psi$ ) le volume diffractant à la même position, et C un coefficient de proportionnalité qui doit être indépendant de ( $\varphi, \psi$ ).

I<sub>Bdf</sub> 
$$(\varphi, \psi) = C. A(0,0). N(\varphi, \psi) = \alpha. N(\varphi, \psi)$$

42

#### avec $\alpha = C.A(0,0)$

 $\alpha$  doit être indépendant de ( $\varphi, \psi$ ) si la relation (1) est vérifiée. Ce coefficient  $\alpha$  dépend par contre des conditions de mesure ( $\mu, \theta, \lambda$ , diamètre du faisceau, largeur des fentes du détecteur, ). Parmi les paramètres qui influent sur le coefficient  $\alpha$  nous avons étudié l'effet du diamètre du fil et de celui du collimateur ( car toutes nos mesures sont effectuées à  $\mu, \theta, \lambda$ , largeur de fentes, puissance du tube donnés). Nous présentons (figure 2.19) uniquement les résultats relatifs à un fil de 1.2 mm de diamètre mesuré avec un collimateur de 1 mm, et un fil de 0.28 mm de diamètre mesuré avec un collimateur de 0.6 mm (figure 2.18).

Pour déterminer le coefficient  $\alpha$ , nous avons choisi quelques points de la figure de pôle de Bdf ( $I_{bdf}(0,45)$  et  $I_{bdf}(90,45)$ ) que nous avons comparé aux points correspondant de la figure de variation de volume diffractant N( $\phi,\psi$ ).



Figure 2.18 : Comparaison de la FDP de Bdf calculée avec la FDP de Bdf mesurée sur un fil de 0.28 mm de diamètre.



Figure 2.19 : Comparaison de la FDP de Bdf calculée avec la FDP de Bdf mesurée sur un fil de 1.2 mm de diamètre.

# **Conclusion**:

Il y a une proportionnalité directe entre le Bdf d'une figure de pôles et le volume diffractant quelques soient :

- \* le diamètre du fil,
- \* le diamètre du collimateur.

Ce résultat nous permettra par la suite de déterminer toute la figure de Bdf à partir d'une seule mesure bien choisie.

Nous avons opéré de la façon suivante :

\* Le Bdf est mesuré à droite et à gauche de la raie aux angles  $\varphi = 0^\circ$  et  $\psi = 45^\circ$  car à ces angles les valeurs du Bdf sont maximales.

\* Ce Bdf est mesuré pendant un temps de comptage élevé  $t_1 = 60$  s ( dans des conditions expérimentales identiques à celle de la FDP ) pour minimiser l'erreur due à la statistique de comptage.

\* Le coefficient 
$$\alpha$$
 est donné par :  $\alpha = \frac{I_{Bdf}(0,45)}{N(0,45)} \cdot \frac{t_2}{t_1}$ 

où  $t_2$  est la duré de comptage par position ( $\phi,\psi$ ) au cours de la mesure de la FDP.

#### Remarque :

Pour un échantillon plan, isotrope ou texturé, le Bdf peut être considéré comme constant pendant toute la mesure de la FDP ( $0 < \psi < 75$ ). Ce phénomène a déjà été signalé par H.R.Wenk(39). De ce fait pour un échantillon plan il parait inutile de mesurer le Bdf couronne par couronne comme le fait la grande majorité des expérimentateurs. Un seul point bien mesuré (taux de comptage élevé) parait suffisant.

#### 2.6 Normalisation :

Rappelons que l'intensité corrigée des effets de géométrie est donnée par l'expression suivante :

$$I_{c}(\varphi, \psi) = iA(0,0)K(\varphi, \psi)$$

Quand l'échantillon est isotrope  $I_c(\phi, \psi) = i.A(0,0)$ 

Le terme iA(0,0) dépend des conditions de mesure, ce qui rend la comparaison des FDP mesurées dans des conditions différentes impossible. Il est pratiquement impossible également d'avoir un témoin isotrope qui nous permettrait de connaître i.A(0,0). Ce terme i.A(0,0) est alors calculé à partir de l'intensité globale diffractée sur l'ensemble de la demi sphère des pôles.

\* Dans le cas d'une FDP complète, l'intensité totale diffractée par l'échantillon isotrope est :

$$I_{iso} = \frac{1}{2\pi} . i. A(0,0) . \int_0^{\pi/2} \int_0^{2\pi} \sin \psi . d\varphi d\psi = i. A(0,0)$$

45

Cette intensité est aussi égale à celle de l'échantillon texturé:

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

Le coefficient de normalisation est défini par :

$$N_{nor} = \frac{1}{i.A(0,0)}$$

Ainsi l'intensité de chaque case de la FDP isotrope est :

$$I_{cor}^{nor}(\varphi,\psi)=1$$

L'intensité normalisée d'une case  $(\phi, \psi)$  d'un échantillon texturé est :

$$I_{cor}^{nor} = I_{cor} \cdot N_{nor} = K(\varphi, \psi)$$

\* Lorsque la FDP est incomplète, on définit un coefficient de normalisation partielle par :

$$N_{nor} = \frac{\int_0^{\psi \max} \int_0^{2\pi} I_{cor}(\varphi, \psi) . \sin \psi d\varphi d\psi}{\int_0^{\psi \max} \int_0^{2\pi} \sin \psi d\varphi d\psi}$$

Ainsi toutes les FDP (110) normalisées pourront être comparées entre elles

# 2.7 Types de textures observés :

## 2.7.1 Figures de pôles corrigées :

Les FDP corrigées sont obtenues par la division des figures de mesures brutes par la figure de correction (variation de volume diffractant). Elles correspondent aux variations de l'intensité diffractée par un volume diffractant constant A(0,0).

Comme nous avons montré que le Bdf est proportionnel au volume diffractant, ce Bdf sera constant pour toute la FDP corrigée.

Lorsque les FDP sont normalisées, elles représentent les variations de  $K(\phi,\psi)$  à une constante près provenant du Bdf.

On peut écrire :

$$I_{cor}^{N} = K(\varphi, \psi) + cte$$

Pour une étude qualitative de la texture des fils, la mesure du Bdf n'est pas absolument nécessaire. Nous verrons par la suite comment il intervient lors d'une étude quantitative. Nous ne présenterons dans ce paragraphe que des FDP corrigées de la variation du volume diffractant.

# 2.7.2 Présentation des résultats :

Quelque soit le fil analysé ( différentes conditions de tréfilage, et différents diamètres ), les FDP corrigées montrent une évolution très importante de la texture le long du diamètre du fil. D'après ces figures on peut considérer trois domaines d'orientation cristallographiques différentes centrés sur l'axe de tréfilage (figure 2.20) :

- \* zone centrale (coeur) =  $D_1$
- \* zone intermédiaire =  $D_2$
- \* zone superficielle. =  $D_3$



Figure 2.20 : Schéma de différentes zones de texture dans le fil.

#### A) Texture au coeur :

Les FDP (110) corrigées au coeur du fil ( figure 2.21) coïncident bien avec la FDP (110) de la figure 2.8, et montrent la présence d'une texture de fibre d'axe <110> parallèle à l'axe de tréfilage. Ceci est observé quel que soit le diamètre du fil.



FDP (110) du cœur d'un fil de 0.175 mm de diamètre

FDP (110) du cœur d'un fil de 1.2 mm de diamètre

Figure 2.21 : FDP (110) de la texture à cœur.

# B) Texture dans la zone intermédiaire :

Les FDP corrigées de la zone intermédiaire (figure 2.22) présentent :

\* un décalage important entre l'axe de fibre <110> et l'axe de fil dans la plus part des cas, ce décalage a été étudié par Matthies (fir tree) et par T.Montesin (chapeau chinois) et dépend du sens de tréfilage.

\* une disparition de la symétrie liée à la géométrie de révolution du fil : des maxima apparaissent à différents endroits sur les arcs à 60° et 120°, et au centre de l'arc à 90° pour les petits fils.



Figure 2.22 : FDP (110) de la texture de la zone intermédiaire.

# C) la texture dans la zone superficielle :

Pour les petits fils on trouve une texture de fibre analogue à celle du coeur, mais moins prononcée. Par contre pour les gros fils des maxima apparaissent au centre des arcs à 60° et 120° (figure 2.23).





# **Conclusion**:

A partir des résultats présentés dans ce chapitre on peut conclure que :

- L'étude du gradient de texture du fil à partir des mesures brutes est très approximative dans le cas des fils de petits diamètres et devient impossible dans le cas des fils de gros diamètres.
Des corrections d'intensité sont toujours indispensables.

- La variation du Bdf est proportionnelle à la variation du volume diffractant quel que soit le diamètre et la texture du fil. De cette observation il est possible de corriger une FDP du Bdf à partir d'un seul point de mesure de celui-ci, ce qui simplifie ses corrections.

L'observation visuelle des FDP corrigées de la variation du volume diffractant et du Bdf, sont conformes à celles attendues pour une texture de fibre. Ces observations indiquent clairement qu'il y a une évolution de la texture entre la surface et le cœur du fil. Cependant sur certaines figures apparaissent des maxima d'intensité qui seront analysés lors de la quantification des FDP que nous présentons dans le chapitre suivant.

# CHAPITRE III

ι.

i

•

# **CHAPITRE 3 :**

3.1 Analyse qualitative de la texture du fil :	53
3.1.1 Texture à coeur :	53
3.1.2 Texture de la zone intermédiaire :	54
3.1.3 Texture de la surface :         3.2. Analyse quantitative ( Détermination de la F.D.O par la méthode vectorielle )         3.3 Indices de quantification de la texture :         3.3.1 Indice de texture T <sub>i</sub> :	58
	60
	63
	63
3.2.3 Indice de circularité T <sub>c</sub> :	65

•

.

Les résultats des mesures corrigées de la texture du fil indiquent l'existence de trois domaines de texture entre le coeur et la surface du fil sauf dans des cas particuliers de fil que l'on étudiera ultérieurement.

Dans ce chapitre nous analyserons qualitativement, puis d'une façon quantitative, la texture observée dans les différentes zones du fil afin de déterminer sa nature et son évolution en fonction de l'endroit de la mesure.

## 3.1- Analyse qualitative de la texture du fil :

# 3.1.1 Texture à coeur :

Comme nous l'avons constaté dans le chapitre précédent, la texture du coeur du fil est une texture de fibre d'axe <110> parallèle à l'axe du fil quelque soit le diamètre de ce dernier. Dans ce type de texture, la rangée <110> est parallèle à l'axe du fil, les cristallites ont un degré de liberté en rotation autour de cette rangée quelle que soit la position du volume diffractant (figure :3.1). Nous sommes dans ce cas en présence d'une texture homogène, pour laquelle chaque élément du volume diffractant possède la même texture. Nous désignerons par la suite cette texture de fibre par le terme : texture de fibre "classique".



 $V_1$  = volume diffractant à la position de mesure 1.  $V_2$  = volume diffractant à la position de mesure 2.

# Figure 3.1 : Schéma de la section droite du fil représentant la texture de fibre classique d'axe <110>

# 3.1.2 Texture de la zone intermédiaire :

Dans le cas général la texture observée dans cette zone de fil n'est pas "classique" (figure 3.2). La variation des intensités diffractées sur les arcs présentants la fibre classique d'axe <110> sur la FDP (110) indique une hétérogénéité d'orientation des grains autour de l'axe de fibre qui présente généralement un décalage angulaire  $\beta$  par rapport à l'axe du fil pouvant atteindre un angle de 20°.



FDP (110) d'un échantillon 1/1.2 mm (fil de gros diamètre )



FDP (110) d'un échantillon 0.13/0.175 mm (fil de petit diamètre )

Figure 3.2 : FDP (110) obtenue dans la zone intermédiaire du fil.

Pour identifier cette texture, différentes hypothèses ont été proposées par plusieurs auteurs. Nous avons retenu seulement celle de H.P.Stüwe (24,40) et S.Leber (41). En plus d'un axe <110> parallèle à l'axe du fil, un plan (hkl) est parallèle à la surface du fil comme le montre la figure (3.3). Ceci donne un arrangement circulaire des cristallites autour de l'axe de fil. Cette texture est dite de fibre circulaire <110>(hkl). Pour vérifier cet arrangement :

\* Leber a reconstitué un fil de molybdène par enroulement d'une feuille très mince de molybdène possédant des orientations idéales. Il a remarqué une analogie entre les clichés de diffraction de Debye-Scherrer de cette feuille enroulée et ceux d'un fil de molybdène de même diamètre obtenu par tréfilage.



Figure 3.3 : Orientation des grains dans le domaine de texture circulaire selon l'hypothèse de Stüwe

\* H.P.Stüwe & al ont isolé la surface et la zone intermédiaire en perçant un fil d'aluminium de 4 mm de diamètre, et ont transformé le cylindre obtenu en un plan par déroulage de la coquille (figure 3.4).



Figure 3.4 technique utilisée par Stüwe pour mesurer la texture dans la domaine de la texture circulaire

Ils ont ainsi observé que la texture mesurée à différentes profondeur du fil variait. Les résultats de ces mesures sont présentés sur la figure 3.5.



Figure 3.5 : Figures de pôles (111) d'un fil d'aluminium de 4 mm diamètre mesurées par Stüwe.

En effet sur les trois premières figures qui représentent les FDP obtenues sur les fils 4/4 mm, 3.6/4 mm, et 2.8/4 mm, on aperçoit des maximas correspondant aux pôles (111) d'une orientation idéale d'aluminium. En se rapprochant du centre du fil la texture de fibre classique apparaît.

#### <u>Remarque</u> :

Cette texture circulaire peut être vue comme un monocristal enroulé autour de l'axe du fil. Certains auteurs nomment cette texture "cyclique", d'autres "cylindrique", et d'autres "circulaire".

Généralement cette texture est caractérisée par :

- la rangée [uvw] qui est parallèle à l'axe du fil, et par le plan (hkl) tangent à la surface du fil :

\* <uvw>(hkl) notation utilisée par Grewen (53)et T.Montesin (34).

\* (hkl)[uvw] notation utilisée par F.Langouche (31)et François (32).

- la rangée qui est parallèle à l'axe du fil et par le plan (hkl) radial :

{hkl}<uvw> notation utilisée par Jonas et Monteillet (42).

Avant de conclure qu'il y a existence d'une texture circulaire <110>(110) dans ce domaine nous avons mesuré les FDP (200) dans la même zone, nous présentons sur la figure 3.6 les résultats obtenus sur un fil de 1.2 mm de diamètre.



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

Figure 3.6 : FDP (200) mesurée dans la zone intermédiaire d'un fil de diamètre 1.2 mm.

Cette figure montre qu'il existe une texture circulaire. Ces résultats sont identiques à ceux signalés par T.Montesin (34) dans son étude sur la texture des fils d'acier perlitique. Le domaine de la texture circulaire déterminé par T.Montesin est compris entre 80 % et 60 % du rayon du fil. D'après H.P.Stüwe, et Leber le domaine de la texture circulaire comprend en même temps la zone superficielle et la zone intermédiaire, et est fonction de deux paramètres :

\* Le cisaillement subit par le fil au cours de sa déformation dans la filière.

\* La déformation du fil ( à un taux de déformation élevé, la texture doit être purement classique ).

L'effet de ces deux paramètres sera étudié en détail dans les chapitres qui suivent.

# 3.1.3 Texture de la surface :

Les FDP mesurées à la surface des différents fils et corrigées de l'effet de géométrie indiquent une différence entre la texture de surface des gros fils et des petits fils.

Signalons que :

\* Les gros fils sont tréfilés avec des lubrifiants secs. Ils proviennent d'un fil de 5.5 mm de diamètre.

\* Les petits fils sont tréfilés avec des lubrifiants liquides. Ils proviennent de fils patentés et laitonnés de 1 à 2 mm de diamètre.

# A) Texture de la surface des fils de gros diamètres (0.96 mm<d<1.6mm) :

Les FDP de la plupart des fils de diamètres supérieurs à 0.96 mm présentent sur la FDP (110) des maxima au milieux des arcs relatifs à la texture de fibre <110>.On peut déduire de ces FDP l'existence d'une texture circulaire autre que celle obtenue dans la zone intermédiaire. La FDP (200) confirme l'existence d'une telle texture (figure3.8).





figure 3.8: Texture circulaire à la surface d'un fil de gros diamètre



En effet, à partir des FDP (110) et (200), et de la projection stéréographique (112), on peut identifier la partie circulaire de cette texture à une texture <110>(112).

# B) Texture de la surface des fils de petits diamètres :

Les FDP (110) corrigées de la surface des fils de petits diamètres sont semblables à celles du coeur d'un fil (figure 3.10). La texture de surface des petits fils est donc une texture de fibre classique d'axe <110>.



#### 3.2. Analyse quantitative (Détermination de la FDO par la méthode vectorielle) :

A partir de l'analyse qualitative on distingue trois types de texture suivant l'endroit de mesure. Pour ces trois types, nous avons utilisé la méthode vectorielle d'analyse quantitative de la texture pour déterminer la fonction de distribution des orientations. Cette méthode présente l'avantage de permettre l'analyse de la texture d'une structure cubique à partir d'une seule FDP (110) incomplète.

Rappelons que les résultats de cette analyse sont présentés sous forme d'un vecteur de textureY.

#### A) Texture du coeur du fil :

La figure : 3.11 présente le spectre correspondant à l'échantillon 0.085/0.175 mm. On constate l'apparition des orientations préférentielles qui correspondent aux orientations dans les quelles le rayon du fil occupe les cases de type <11L> du triangle standard. Ce qui est la caractéristique de la texture de fibre classique d'axe <110> parallèle à l'axe du fil.



Figure 3.11.a : Spectre de distribution des orientations au cœur d'un fil de 0.175 mm



Figure 3.11.b : Distribution d'une direction radiale dans le triangle

# B) Texture de la zone intermédiaire :

La figure :3.12 présente le spectre correspondant à l'échantillon 1.1/1.37 mm. Le spectre est quasi uniforme et il est impossible de distinguer une ou plusieurs orientations préférentielles à partir de ce spectre.



Figure 3.12 : Spectre de distribution des orientations dans la zone intermédiaire d'un fil de diamètre 1.37 mm

Comme l'ont signalé Montesin (34) ( qui a utilisé la méthode vectorielle) et Francois (33) ( qui a utilisé la méthode harmonique ), ces méthodes ne sont pas adaptées à décrire la texture circulaire . En effet l'hypothèse de base de ces méthodes qui est l'homogénéité de la texture dans le volume diffractant n'est pas vérifiée .

La figure 3.13 qui présente une texture circulaire <100>(110) permet de comprendre ce phénomène.



Figure 3.13 :Exemple d'une fibre circulaire <110>(110).

Les cristallites des éléments de volume diffractant 2 et 3 n'ont pas la même orientation que les cristallites de l'élément de volume 1 bien que l'on ait la même texture circulaire.

#### <u>Conclusion</u> :

On constate que :

\* Au coeur du fil, la texture est une fibre classique d'axe <110> quel que soit le diamètre du fil,

\* Dans la zone intermédiaire la texture est circulaire de type <110>{110}. Sa circularité est plus ou moins prononcée suivant les conditions de tréfilage.

\* A la surface on distingue deux types de texture :

- une texture de fibre classique d'axe <110> à la surface des fils de petits diamètres.

- une texture circulaire <110>{112} à la surface des fils de gros diamètres.

\* La FDO est indéterminée dans le domaine de la texture circulaire car :

 l'hypothèse de base des méthodes quantitatives, (méthode vectorielle et harmonique) n'est pas respectée. Le volume diffractant n'est pas un volume d'orientation homogène.

2) le volume diffractant change de position dans le fil lors de la mesure.

#### 3.3 Indices de quantification de la texture :

L'étude quantitative des variations de la texture à partir de la FDO en fonction des conditions expérimentales du procédé de fabrication parait donc impossible dans l'état actuel du développement de ces différentes méthodes d'analyse. Il est néanmoins possible de quantifier les textures observées puisque nous sommes toujours en présence d'une texture qui possède un axe de révolution qui est l'axe du fil; cet axe étant lié à la symétrie du procédé de tréfilage.

Sur toutes les FDP des fils d'acier que nous avons étudiés nous remarquons :

\* que l'intensité se repartie régulièrement sur des "croissants" lorsque la texture est "classique", l'intensité de ces croissants est plus ou moins prononcée, laissant ainsi entrevoir une acuité plus ou moins forte de la texture de fibre.

\* que la répartition de l'intensité sur ces "croissants" n'est pas homogène lorsque la texture est circulaire.

Nous définissons ainsi deux indices relatifs à ces observations.

a- un indice de texture qui quantifie l'acuité de la texture : Ti.

b- un indice de circularité T<sub>c</sub>, qui quantifie la circularité de la texture.

#### 3.3.1 Indice de texture T :

Cet indice a déjà été employé par T.Montesin(34). Il évalue les écarts d'intensité d'une FDP par rapport à l'isotropie. Ti est définie pour chaque famille de plan {h,k,l} de multiplicité m par :

$$T_{i} = \frac{\sum_{j=1}^{n} \left\{ \left| (I_{c}^{nor})_{j} - (I_{c}^{nor})_{iso} \right| \right\}}{n - \frac{m}{2}}$$

(I<sub>c</sub><sup>nor</sup>)<sub>i</sub> est l'intensité normalisée corrigée de l'effet de géométrie et du Bdf de la case j.

cet indice se ramène à :

$$T_{i} = \frac{\sum_{j=1}^{n} \left| K_{j} - 1 + I_{Bdf} \right|}{n - \frac{m}{2}}$$

 $\begin{array}{l} K_{j}: \text{ le coefficient de texture,} \\ I_{Bdf}: L'intensité mesurée du Bdf, \\ \text{Pour une texture hétérogène : } K_{j} = \overline{K_{j}} \\ L'intérêt de cet indice est qu'il est borné : 0 \leq T_{i} \leq 2. \\ \text{Dans le cas d'un échantillon isotrope corrigé du Bdf : } T_{i} = 0 \\ \text{Dans le cas d'un monocristal : } T_{i} = 2 \end{array}$ 

<u> Éxemple :</u>

Nous présentons sur la figure 3.13 les indices  $T_i$  en fonction du rapport  $d/D_0$  et correspondant :

\* à un fil patenté de 1.2 mm de diamètre pour le quel le traitement thermique a fortement atténué la texture tant à coeur qu'en surface.

\* à un fil de 0.175 mm de diamètre issu d'un tréfilage fin, et provenant du fil précèdent. On remarque une croissance importante de la texture vers le coeur du fil.



Figure 3.13 : Variation des indices de texture T<sub>i</sub> de deux fils de diamètre respectifs 1.2 mm, et 0.175 mm
Pour estimer l'erreur sur la valeur de  $T_i$ , on a effectué plusieurs mesures sur les mêmes échantillons, et dans les mêmes conditions, les différentes valeurs de  $T_i$  ainsi calculées donnent une variation relative de 5 %. On prendra cette valeur comme la valeur d'incertitude sur  $T_i$ . Cette incertitude provient des erreurs de mesures sur les intensités de la FDP liées au taux de comptage, à la confection de l'échantillon, aux erreurs sur le diamètre des fils après amincissement.

La figure 3.14 présente les courbes d'indices de texture, d'un fil patenté et d'un fil déformé, obtenues à partir des FDP avec et sans correction du Bdf. On constate à partir de ces courbes que le Bdf fait varier Ti d'une façon homogène entre la surface et le cœur du fil. Il n'a donc aucun effet sur l'allure de la courbe de variation de Ti. On peut donc comparer les courbes de Ti entre elles, à condition qu'elles soient toutes corrigées du Bdf ou qu'elles soient toutes non corrigées.



Figure 3.14: Effet du Bdf sur la variation de l'indice de texture  $T_i$ . 3.2.3 Indice de circularité  $T_c$ :

Pour quantifier la texture suivant sa nature classique ou circulaire, nous avons défini un indice de circularité à partir de la répartition des intensités diffractées sur les croissants situés à 60° et 120° de la direction de tréfilage (DT) (figure 3.15).

65



Figure 3.15 : schéma du découpage utilisé pour le calcul de l'indice de circularité  $T_c$ .

Pour calculer cet indice nous opérons de la façon suivante :

\* sur la figure de pôle {110} normalisée, corrigée de l'effet de géométrie et du Bdf on sélectionne les croissants de largeur L qui définissent la fibre d'axe <110> parallèle à l'axe de tréfilage D.T.

\* On découpe sur ces croissants des éléments de surface  $ds_i = L.dl_i = R^2 sin\alpha.d\alpha.d\beta=C.d\alpha.d\beta$ .

\* à chaque couple d'éléments de surface ds<sub>i</sub> symétriques par rapport à l'axe DL de la FDP, est affecté une intensité moyenne I<sub>i</sub> calculée à partir de la répartition des intensités dans les éléments de surface ds<sub>i</sub>. symétriques ( ligne de squelette ).

\* ces intensités I<sub>i</sub> sont ensuite reportées sur un graphe en fonction de l'angle  $\beta$ .

\* nous avons choisi pour toutes nos mesures de l'indice  $T_c: \Delta\beta = 1^\circ$ ,  $\Delta\alpha = 10^\circ$ , et 15° <  $\beta$  < 165° afin d'éviter les baisses d'intensité liées à la défocalisation.

#### Exemple :

#### <u>a - Cas d'un échantillon isotrope :</u>

L'intensité est égale à 1 sur la totalité de la FDP



Figure 3.16 : Profil d'intensité

#### <u>b - Cas d'un monocristal :</u>

L'intensité est nulle sur la figure de pôle excepté pour 2 points sur chacun des croissants :



Figure 3.17 : Profil d'intensité

<u>c - Cas d'une texture de fibre classique</u> :

L'intensité est constante sur tout le croissant . Nous devons obtenir un graphe proche de la figure suivante :



Figure 3.18 : Profil d'intensité

<u>d</u> - Cas d'une texture circulaire pure (monocristal enroulé noyé dans une matrice isotrope):

L'intensité doit avoir la forme suivante :



de texture purement circulaire

#### e) <u>Cas général</u> :

l'échantillon possède une texture de fibre <110> circulaire et classique noyées dans une matrice isotrope.





\* La courbe de variation d'intensité en fonction de  $\beta$  possède un minimum : m.

\* Les intensités présentées par cette courbe sont la somme de trois intensités différentes :

- une intensité provenant de la partie isotrope ( $I_{iso}$ ), qui représente la part des grains non orientés qui diffractent aux mêmes endroits de la FDP que les grains orientés.

- une intensité provenant de la texture classique (Ict), qui est la partie de texture homogène

- une intensité provenant de la partie isotrope ( $I_{iso}$ ), qui représente la part des grains non orientés qui diffractent aux mêmes endroits de la FDP que les grains orientés.

- une intensité provenant de la texture classique ( $I_{cl}$ ), qui est la partie de texture homogène le long du croissant, elle correspond au minimum de la courbe .

- une intensité provenant de la partie circulaire (Icir), qui est la partie hétérogène de la fibre.

L'indice de circularité est alors défini comme le rapport entre la partie circulaire et la totalité de la fibre :

$$T_c = \frac{I_{cir}}{I_{cir} + I_{cl}}$$

avec :

$$I_{cir} = \sum_{i=1}^{n} I_i - m$$

$$I_{cl} = \sum_{i=1}^{n} m - I_{iso}$$

n = le nombre de découpage sur le croissant. m = la valeur minimale du la profil des intensités. La valeur de T<sub>c</sub> sera :

0 pour une fibre classique,

1 pour une fibre circulaire parfaite.

La figure 3.21 donne la variation de l'indice de circularité le long du diamètre, de deux fils, de même diamètre tréfilés dans des conditions différentes. dont les FDP sont présentées sur la figure 3.22.



figure 3.21 : Indice de circularité de deux fils tréfilés dans des conditions différentes.

#### Commentaires :

- Le fil n°2 possède environ 50% de fibre circulaire, tandis que le fil n°1 possède principalement une fibre classique.

- Le taux de circularité varie en fonction de la position dans le fil. Généralement il est plus élevé dans la zone intermédiaire  $0.6 < D/D_0 < 0.8$ 

L'indice de circularité tel que nous l'avons défini ne nous renseigne pas sur le type de texture circulaire qui est présente . <110> (hkl) ou <110> (h'k'l').





Niv1=1 Niv2 = 1.3 Niv3.= 1.7 Niv4 = 2.1

coeur

Figure 3.22 : FDP (110) des fils 1 et 2.

## **CHAPITRE IV**

.

## <u>déformation</u>

1

## **CHAPITRE 4 :**

4.1 Description du procédé de tréfilage :	75
4.2 Mise en forme du steelcord :	76
4.3 Etude du tréfilage humide :	76
4.3.1 Etude de l'évolution de la texture du fil :	77
4.3.2 Essais de traction :	83
4.4 Etude du fil issu du tréfilage sec :	

#### Introduction :

Dans les chapitres précédents nous avons présenté différents types de texture, mesurées à différents taux de déformations et à différents endroits dans le fil. L'examen de ces différentes textures nous a permis de cerner des éléments caractéristiques de la texture de fil d'acier (circulaire ou classique ). Ces caractéristiques sont quantifiables par deux indices  $T_i$  et  $T_c$ .

Dans ce chapitre nous abordons principalement la texture en fonction du taux de déformation.

#### 4.1 Description du procédé de tréfilage :

Pour réduire la section du fil, celui ci est tiré au travers d'une filière conique. Celle ci, généralement en carbure de tungstène, est constituée d'un cône d'entrée d'ouverture  $2\alpha$ , d'un cylindre, et d'un cône de sortie (figure 4.1). Le taux de réduction du fil est de l'ordre de 20 %, et correspond à la réduction de la section du fil.



Figure 4.1 : Principe de tréfilage.

#### 4.2 Mise en forme du steelcord :

A partir du fil initial de 5.5 mm de diamètre, plusieurs opérations sont nécessaires pour obtenir le steelcord qui a un diamètre de 200 µm environ.

- Une réduction de la section avec des filières utilisant des lubrifiants solides ( tréfilage sec ), avec ou sans traitement thermique au cours de ce tréfilage. Pendant cette opération, le fil passe du diamètre de 5.5 mm au diamètre de 1.5 mm environ.
- 2) Un traitement thermique de patentage en fin de tréfilage sec pour restaurer le fil.
- 3) Un laitonnage après le patentage pour améliorer l'adhérence de la gomme du pneumatique au fil d'acier et la lubrification des filières de tréfilage humide.
- 4) Une réduction de section avec des filières utilisant des lubrifiants liquides ( tréfilage humide ). Au cours de cette dernière opération le fil de diamètre 1.2 mm environ passe au steelcord de diamètre 0.175 mm. Le schéma présenté (figure 4.2) résume le procédé.



Figure 4.2 : chaîne de fabrication direct et indirect. d'un steelcord

#### 4.3 Etude du tréfilage humide :

C'est au cours de cette opération de tréfilage que les propriétés du steelcord sont énormément modifiées. Avant le tréfilage humide le fil possède une résistance à la traction d'environ 1200 MPa, et une texture résiduelle très faible provenant du tréfilage sec. Après tréfilage la résistance à la traction peut atteindre des valeurs de l'ordre de 3500 MPa et la texture du fil est très marquée.

Cette étude a été effectuée sur des fils tréfilés dans des conditions industrielles, pour lesquelles les vitesses de tréfilage sont élevées (1200 m/mn).

#### 4.3.1 Etude de l'évolution de la texture du fil :

Pour étudier l'évolution de la texture du fil, appelé (wj), au cours du tréfilage entre le début et la fin de la déformation, nous avons effectué divers prélèvements du fil à différents stades de sa déformation. Le fil initial patenté, laitonné est tréfilé au moyen de 17 filières pour obtenir un fil de 0.175 mm de diamètre. Les divers prélèvements de fils, pour effectuer des mesures de texture et des essais de traction sont explicités sur la figure suivante (figure 4.3) :



Figure 4.3 : schéma des différents prélèvements de fils étudiés.

Pour chaque prélèvement de texture nous effectuons quatre mesures à : la surface, 20 % sous la surface, 40 % sous la surface, 60 % sous la surface.

A titre d'exemple les FDP, du cœur et de la surface des fils prélevés sont présentées sur les figures suivantes (figure 4.4 à 4.8) :

.



Figure 4.4 : FDP (110) au cœur du fil patenté



Figure 4.5 :FDP (110) au cœur du fil après 12 passes dans les filières



Figure 4.6 :FDP (110) au coeur du fil après 17 passes dans les filières



Figure 4.7 :FDP (110) à la surface du fil patenté



Figure 4.8 : FDP (110) à la surface du fil après 12 passes

\* On remarque une évolution très nette de la texture au cours de la déformation. Par contre l'évolution de la texture de la surface des fils n'est pas très importante

\* La texture de la zone intermédiaire quel que soit le taux de déformation présente une part non négligeable de texture circulaire <110>(110).

\* Cette part de texture circulaire devient assez faible pour le fil qui casse après la dernière filière ( en annexe 1 sont présentées les FDP de ce fil ).

#### • indice de texture T<sub>i</sub> (du fil wj ):

Pour chaque fil wj nous définissons la variation de texture par l'indice T<sub>i</sub>. Ces indices sont calculés à partir des FDP non corrigées du Bdf, car comme nous l'avons vu dans la chapitre 3, l'évolution de cet indice est peu influencée par le Bdf. Leurs variations sont représentées sur la figure 4.9:



Figure 4.9 : Evolution de la texture du fil (wj) en fonction de son taux de déformation.

- La courbe n° 1 correspond au fil patenté.
- Les courbes n° 2, 3, et 4 correspondent aux fils prélevés après la quatrième, la huitième, et la douzième filière.
- La courbe n° 5 correspond au fil final prélevé après la 17<sup>ème</sup> filière.
- Sur cette figure nous présentons également la courbe n° 6 d'un fil tréfilé dans des conditions analogues, mais qui casse après la dernière filière. La rupture est de type cône cuvette indiquant que la rupture n'est pas due à des inclusions ou à des défauts de surface.

#### • Analyse des courbes de T<sub>i</sub> :

Au début du procédé, courbe n° 1, la texture est faible dans tout le fil :  $T_i$  est de l'ordre de 0.15. Il reste une texture résiduelle provenant du tréfilage sec. Le patentage (austénitisation plus trempe à 550°) ne détruit pas complètement la texture, bien qu'il y ait eu changement de phase  $\alpha \rightarrow \gamma \rightarrow \alpha$ .

\* Après quatre filières, courbe n° 2, l'indice de texture du cœur augmente tandis que celui de surface conserve la même valeur. Nous obtenons le même phénomène jusqu'à la dernière filière ( courbe n° 5 ). Nous pouvons noter une légère augmentation de l'indice Ti en surface après passage des dernières filières.

\* Les indices Ti du fil qui casse après la dernière filière sont élevés même à la surface.

\* Sur la courbe 5 quand l'indice de texture du cœur est élevé et atteint une valeur limite (Ti tend vers 0.5 pour  $d/D_0 = 0.4$ ), il semblerait que le fil ne puisse plus se déformer à cœur, la déformation prendrait alors place vers la périphérie du fil, ce qui entraînerait une augmentation de Ti en surface.

\* la courbe 6 représente un fil ayant atteint une limite de tréfilabilité. Pour ce fil les indices de texture sont élevés de la surface jusqu'au cœur. Une déformation supplémentaire, qui devrait conduire à une nouvelle augmentation de T<sub>i</sub>, paraît impossible sans rupture.

Au vu de ces résultats, nous pouvons conclure que :

#### 1- L'indice de texture est un paramètre qui est sensible à l'état de déformation local du fil.

- 2- La déformation est hétérogène dans le fil. Le cœur se déforme plus que la surface.
- 3- Pendant la déformation, la texture <110> du cœur augmente. L'accroissement de texture se propage vers la périphérie du fil au fur et à mesure que le taux de déformation augmente. La texture de surface reste à peu près constante jusqu'à des taux de déformation élevé. En fin du procédé de tréfilage le cœur semble avoir atteint une limite de déformation, alors qu'il reste encore une aptitude à celle-ci en surface.
- 4- L'état de déformation de la surface est caractérisé par un indice de texture constant pendant la quasi totalité du tréfilage. Cette valeur d'indice de texture est elle corrélée aux frottements fil/filière et à la géométrie de la déformation (angle de filière, taux de réduction .....)?

#### 4.3.2 Essais de traction :

Pour déterminer l'aptitude à la déformation du fil au cours du tréfilage nous avons effectué des essais de traction sur les fils que nous avons utilisé pour l'étude de la variation de Ti.

Deux prélèvements de fil ont été effectués :

\* l'un après la quatrième filière (fil de diamètre 0.76 mm),

\* l'autre après la huitième filière (fil de diamètre 0.47 mm).

Comme pour l'étude précédente, les fils ont été amincis chimiquement. A partir du fil de diamètre 0.47 mm nous avons obtenu des fils de diamètres : 0.4 mm, 0.3 mm, et 0.2 mm. A partir du fil de diamètre 0.76 mm nous avons obtenu des fils de diamètres : 0.45 mm, et 0.3 mm.

Après attaque chimique ( acide nitrique dilué ), les fils sont rincés. Ces fils sont soigneusement polis par frottement dans des cotons imbibés de pâte diamantée ( $0.25 \mu$ ) pour éviter toute amorce de fissure.

Pour chaque fil, 4 à 5 essais de traction jusqu'à rupture sont réalisés. Nous présentons en annexe. 1 quelques courbes de traction du fil de 0.47 mm de diamètre.

Ces différents essais donnent la même contrainte à la rupture et des valeurs de déformations sensiblement identiques. Un ensemble d'essais sera représenté par la courbe moyenne des 4 essais  $\sigma = f(\varepsilon)$ .

Sur la figure 4.10, nous présentons les résultats relatifs aux fils issus de la huitième filière.



Figure 4.10 : Courbes de traction des fils obtenus à partir du fil de diamètre 470  $\mu$ m ( après la  $8^{emc}$  passe ) :

a : fil de diamètre 0.47/0.47 mm,
b : fil de diamètre 0.4/0.47 mm,
c : fil de diamètre 0.3/0.47 mm,
d : fil de diamètre 0.2/0.47 mm.

Nous remarquons que les quatre courbes contrainte - déformation relatives au fil de 0.47 mm suivent la même évolution. Elles atteignent des contraintes à rupture de même ordre, la seule différence sensible est l'étendue du domaine plastique :

- 1- Le cœur du fil ( 0.2 mm ), courbe d, est principalement élastique, tandis que le fil global ( 0.47 mm ), courbe a, possède un grand domaine plastique.
- 2- Les fils de diamètre 0.4 mm, et 0.3 mm ,courbe b et c, ont un domaine plastique qui diminue. La rupture a lieu à une déformation comprise entre celle du fil global et celle du cœur du fil.

Il résulte de l'examen de ces courbes que l'aptitude à la déformation plastique dans le fil après tréfilage est beaucoup plus importante en surface qu'à cœur.



La figure 4.11 présente les résultats d'un fil prélevé après la 4<sup>ème</sup> filière.



- b : fil de diamètre 0.45/0.76 mm,
- c : fil de diamètre 0.3/0.76 mm.

Les courbes sont analogues aux courbes précédentes néanmoins nous pouvons remarquer qu'il reste encore au cœur un domaine important de la déformation plastique. Le cœur de ce fil peut encore se déformer. Le domaine plastique important au début du tréfilage va diminuer jusqu'à la dernière filière. Cette diminution est plus importante à cœur qu'à la surface. En effet avec un module de Young de l'acier égal à 210000 MPa on peut déduire de ces courbes la déformation plastique du cœur seul pour le fil tréfilé après 8 passes et 4 passes ces déformations ont pour valeurs respectives :

 $\varepsilon_p = 0.6 \%$  (8 passes),

 $\varepsilon_p = 1.5 \%$  (4 passes ).

La diminution relative est (1.5 - 0.6)/1.5 = 60 %Alors que pour le fil global nous avons :

 $\varepsilon_p = 2 \%$  (8 passes ),

 $\varepsilon_p = 2.9 \%$  (4 passes).

La diminution relative est : (2.9 - 2)/2.9 = 30 %.

Les résultats des essais de traction corroborent les conclusions que nous avons tirées de l'évolution des indices de texture en fonction du taux de déformation à savoir :

Le fil se déforme d'abord au cœur, lorsque le taux de déformation augmente, le cœur ne peut presque plus se déformer et la déformation se propage vers la périphérie.

#### 4.4 Etude du fil issu du tréfilage sec :

Pour cette étude les fils n'ont pas été prélevés au cours du tréfilage comme précédemment. Nous n'avons pu effectuer que des prélèvements en fin de tréfilage après les 3 dernières passes. Le fil initial de diamètre de 5.5 mm est tréfilé à sec en utilisant 12 filières. Ce fil est ensuite patenté, puis tréfilé en «humide» avec 17 filières . Ce tréfilage «humide» est effectué dans des conditions identiques à celui que nous avons étudié dans le paragraphe précédent. Nous avons effectué des prélèvements en début et en fin de tréfilage . Le schéma suivant indique les lieux de prélèvement :



Figure 4.12 : Schéma des lieu de prélèvement des fils étudiés.

Le fil initial possède une texture très faible (C.Schuman (50) a étudié cette texture provenant d'un laminage à chaud, et montre que ce fil a une texture proche de l'isotropie .)

Sur la figure 4.13, nous avons représenté les variations de l'indices de texture  $T_i$  des fils issus des trois dernières filières de tréfilage à sec .

Aux incertitudes de mesures près nous pouvons dire que ces trois fils (1.61, 1.45 et 1.2 mm) présentent à peu près la même texture . Néanmoins il y a une légère augmentation de l'indice de texture  $T_i$  au cœur du fil le plus déformé .

Cet indice semblerait également plus élevé en surface mais compte tenu des incertitudes liées à la mesure (5%), les trois valeurs de  $T_i$  en surface peuvent être considérées comme très proches l'une de l'autre.



Figure 4.13 : Courbes de variation de l'indices de texture du fil prélevé après les 3 dernières passes.

T.Montesin avait étudié la texture d'un fil de 1.37 mm de diamètre, également issu du tréfilage à sec (après la dernière filière) d'un fil machine de 5.5 mm de diamètre, mais avec des conditions de tréfilage légèrement différentes.

Sur la figure 4.14, nous avons reporté les résultats correspondants aux fils de 1.2 mm de diamètre du fil et ceux du fil 1.37 mm.



Figure 4.14 : Gradient de l'indice de texture du fil après tréfilage sec.

Nous remarquons que ces deux courbes d'indice Ti présentent la même évolution :

1) Ces courbes présentent un minimum qui est caractéristique de la présence de texture circulaire (110)<110>. Ce phénomène avait déjà été observé par T. Montesin .

2) L'indice  $T_i$  au cœur du fil 1.2 mm est plus élevé que celui du fil 1.37 mm. Comme pour le tréfilage humide, l'indice de texture du cœur paraît d'autant plus élevé que le taux de déformation est important.

3) L'indice de surface est élevé, comparable à celui du cœur pour les deux fils. Cet indice semble être d'autant plus grand que la déformation est importante, alors que dans le cas du tréfilage humide, il reste bloqué à une valeur faible, approximativement constante, jusqu'au dernier stade du tréfilage.

La figure suivante (4.15), qui résume les observations précédentes, montre bien la différence d'évolution de la texture des fils issus de ces deux types de tréfilage ( sec ou humide ).



Figure 4. 15 : Variations des indices de texture obtenus par un tréfilage sec (1.2 mm) et par un tréfilage humide (0.175 mm).

La zone ① correspond au fil machine 5.5 avant tréfilage sec sa texture étant très faible. On suppose que ses indices T<sub>i</sub> sont compris entre 0.05 et 0.1.

La courbe @ correspond au fil patenté avant tréfilage humide

La courbe ③ correspond au fil tréfilé à sec ayant subit un taux de réduction de 95.2 %

La courbe ④ correspond au fil tréfilé en humide ayant subit un taux de réduction de 97.8 % voisin du précédent.

Pour les fils ayant subit des taux de réduction importants, comparons l'effet du tréfilage sec ou humide ( comparaison de (1+3) avec (2+4)). Nous remarquons que le tréfilage sec modifie énormément la texture de surface, alors que l'indice de surface ( $d/D_0 = 1$ ) est peu sensible au tréfilage humide.

$T_i \# 0.05 \rightarrow T_i = 0.32$	tréfilage sec
$T_i = 0.16 \rightarrow T_i = 0.22$	tréfilage humide

Par contre dans les deux cas il y a une très nette évolution de la texture du cœur ( $d/D_0 = 0.35$ ).

$T_i = 0.05 \rightarrow T_i = 0.28$	tréfilage sec
$T_i = 0.15 \rightarrow T_i = 0.45$	tréfilage humide

La différence d'évolution des textures dans les fils («sec ou humide») provient sans doute de la répartition différente des déformations au travers des filières de ces deux types de tréfilage.

Comme c'est la surface qui est la plus sensible au changement de mode de tréfilage il se pourrait que les conditions de frottements aux filières jouent un rôle important dans la répartition de la déformation.

En tréfilage sec il est probable que la déformation soit relativement homogène dans tout le fil puisque les indices de texture à cœur et en surface sont à peu près égaux. Par contre en tréfilage humide nos observations tant texturales que mécaniques montrent qu'en fin de tréfilage la déformation du fil atteint une saturation à cœur, et c'est alors que la déformation se propage dans tout le fil, entraînant une augmentation de la texture en surface.

Lorsque l'indice de texture de surface est comparable à celui du cœur, nous atteignons la limite de tréfilabilité du fil.

Nous avons remarqué qu'il y a un gradient de texture important dans le fil, et que ce gradient évolue pendant le procédé. Cette anisotropie de texture évolutive entre chaque filière doit faire varier les lignes d'écoulement du métal dans chacune des filières.

Nous avons vu que l'indice de texture du fil patenté est faible (début du tréfilage) et augmente au cours de celui-ci pour se rapprocher ( parfois dangereusement) de valeurs correspondant à la limite de tréfilabilité ( figure 4.9 ).

Comment éviter ces valeurs limites? Deux possibilités semblent envisageables :

1) en baissant globalement les indices T<sub>i</sub>.

Ceci pourrait être le cas si l'on diminue les indices de départ du fil patenté. On pourrait obtenir la baisse de l'indice initial en essayant d'améliorer, si cela est encore possible, les conditions de patentage 2) en modifiant certains paramètres de tréfilage qui peuvent être comme nous venons de le voir les conditions de frottement, les angles de filière, le sens du tréfilage, la vitesse du tréfilage, ou d'autres paramètres influents.

# CHAPITRE V

## CHAPITRE 5 :

5.1 Introduction :	95
5.2 Description du patentage :	95
5.3 Traitement thermique SODETAL :	100
5.4 Influence du traitement thermique sur la texture :	101
5.5 Etude de quelques paramètres de patentage :	102
5.5.1 Influence du nombre de traitements thermiques :	102
5.5.2 Influence de la durée d'austénitisation :	106

#### 5.1 Introduction :

Avec le renforcement de la déformation au cours du tréfilage le fil devient de plus en plus écroui, sa résistance à la déformation s'améliore, alors que son aptitude à la déformation plastique diminue.

Comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent, à un taux de déformation élevé, le fil tend vers sa limite de tréfilabilité. Pour continuer le processus de tréfilage, il faut faire subir au fil un traitement thermique qui a pour but :

\* de redonner au fil une nouvelle aptitude à la déformation

\* de lui communiquer des caractéristiques structurales particulières suivant les propriétés mécaniques voulues.

Depuis des travaux déjà anciens on sait qu'un traitement thermique de patentage peut modifier la structure de matériau traité.

Nous avons également constaté, pendant notre étude sur la texture cristallographique du fil, que l'indice de texture augmente considérablement au cours du tréfilage (43) pour atteindre des valeurs limites qui définissent une limite de tréfilabilité . Peut-on augmenter le domaine de tréfilabilité en abaissant les indices de texture du fil de départ (patenté) sachant que le patentage abaisse la texture due à la déformation antérieure ?

#### 5.2 Description du patentage :

Ce traitement thermique particulier à lieu au cours du tréfilage pour restaurer le fil. Le patentage est constitué de deux étapes principales :

1) une austénitisation à une température supérieure à AC3 pendant un temps suffisant pour que la perlite se transforme en austénite homogène. Cette durée ne doit pas être trop longue pour éviter un grossissement trop important des grains d'austénite ce qui serait néfaste à la formation d'une perlite fine qui se produit lors de la trempe. La figure 5.1 présente l'austénitisation de notre acier perlitique en fonction du temps et la température.



Figure 5.1 :Diagramme (T°,t) des domaines d'austénitisation (47)

L'austénitisation est effectuée dans un four à atmosphère contrôlée pour éviter l'oxydation et la décarburation.

2) une trempe isotherme pour transformer l'austénite en perlite . Nous devons choisir une température de trempe et une durée telle que nous obtenions une perlite très fine, favorable à la déformation ( loi de Hall et Petch ). Cette condition est obtenue lorsque le profil de température du fil franchit la courbe TTT au voisinage du 'nez' de celle ci. Pour une durée de trempe trop courte ou une température de trempe faible, il y a risque d'apparition de bainite. Une durée trop longue peut modifier la perlite. La figure 5.2 présente la courbe TTT correspondante à nos fils d'acier (0.7 % C).

Cette trempe s'effectue généralement dans un bain de plomb ou un bain de sel, et parfois dans des fours à lit fluidisé. Ensuite le fil est généralement refroidi à l'eau.



Figure 5.2 : Courbes TTT d'un acier de 0.7 %C.

Plusieurs chercheurs ont réalisé des études concernant l'effet du traitement thermique sur la structure et les propriétés mécaniques du fil, peu se sont intéressés à l'évolution de la texture du fil en fonction des conditions de traitement thermique.

Dès 1950 Pomp et Limdberg (44) ont effectué une étude assez complète sur les propriétés d'un fil de 0.6 % C, traité dans différentes conditions de patentage. Les résultats de cette étude ont montré qu'une température d'austénitisation inférieure à 800°C donne une austénite non homogène, et diminue la résistance du fil à la traction (figure 5.3) et lui donne un mauvais comportement en pliage après déformation. De même une trempe dans un bain de plomb à une température inférieure à 450°C provoque l'apparition de bainite qui fragilise le fil.



Figure 5.3 : résistance à la traction (R.T) du fil au cours de tréfilage pour deux températures d'austénétisation du fil de départ. (44)

Plus récemment M.Tomita et al (45) ont étudié l'effet de la température et du temps d'austénitisation sur la tréfilabilité et la résistance d'un fil de 0.8 % C de 3 mm de diamètre. Le fil est austénitisé à des températures comprises entre 700°C et 1100°C. Ils montrent que les carbures sont entièrement dissouts lorsque l'austénitisation a été effectuée à des températures supérieures à 900°C, et que la structure après patentage ( après trempe à 560°C) est perlitique. La figure 5.4 montre la variation de la résistance à la traction en fonction de la température d'austénitisation. D'après cette courbe, il semble que les meilleures températures d'austénitisation sont de l'ordre de 950°C



Figure 5.4 : Variation de la résistance à la traction (R.T) du fil patenté en fonction de la température d'austénitisation. (45)

Ces auteurs ont constaté que la distance interlamellaire de la perlite décroît légèrement avec la température d'austénitisation.

Ikuo Ochiai et al (46) ont étudié l'effet de la température de trempe sur la structure et la résistance d'un fil de diamètre de 1.7 mm et de 0.82 % C. La variation de la résistance à la traction (R.T) du fil patenté et les structures de l'acier sont donnés sur la figure 5.5.



Figure .5.5 : Evolution de la structure et de R.T du fil patenté en fonction de la température de la trempe isotherme. (46)

D'après ces auteurs la température de trempe idéale serait de l'ordre de 550°C. Après tréfilage jusqu'au diamètre 0.3 mm sur des fils patentés à différentes températures, correspondant à des structures différentes, ces auteurs ont tracé la résistance du fil en fonction de la déformation  $\varepsilon$  qui est représenté par la figure 5.6



Figure 5.6 : Résistance à la traction du fil après tréfilage (46).

Ces résultats montrent que la structure perlitique pure est favorable à l'obtention d'une meilleure résistance à la traction après tréfilage.

Les résultats de torsion montrent également que la structure purement perlitique est la plus favorable pour un bon comportement mécanique du fil.

T.Cahill et J.James (47) ont fait le même type d'étude sur des fils de gros diamètres, et sont arrivés à des conclusions similaires: la températures et les durées d'austénitisation et de trempe sont les facteurs les plus influents sur la structure du fil patenté, et par suite sur leurs propriétés mécaniques.

#### **5.3 Traitement thermique SODETAL :**

La chaîne de traitement thermique SODETAL comporte :

\* un four d'austénitisation maintenu à une température de 950°C,



Figure 5.7 : schéma de la chaîne du traitement thermique SODETAL.

#### 5.4 Influence du traitement thermique sur la texture :

L'analyse des figures de pôles et de l'indice de texture du fil avant et après patentage montre que le traitement thermique ne détruit pas totalement la texture, il y a seulement une atténuation de cette texture. La figure 5.8 montre l'influence du patentage sur deux fils A et B ayant subit un tréfilage sec mais des opérations de patentages différentes



Figure (5.8) : Variation de l'indice de texture  $T_i$  d'un fil de 1.2 mm de diamètre avant et après patentage

#### 5.5 Etude de quelques paramètres de patentage :

Ces études sont effectuées sur la chaîne industrielle pour se rapprocher des conditions réelles de production . de ce fait nous avons un choix très limité de variation des paramètres de patentage . Bien que ce choix soit limité il est plus facile de transposer directement les résultats aux conditions de fabrication que l'inverse, car les expériences en laboratoire sont effectuées dans des conditions cinématiques et dans un environnement très différents.

#### 5.5.1 Influence du nombre de traitements thermiques :

Lors du tréfilage à sec entre le fil machine et le steelcord, il existe en général deux traitements de patentage. Le premier s'effectuent aux environs d'un diamètre de 3 mm, le deuxième en fin de tréfilage sec, à un diamètre de 1.2 mm environ.

L'expérience que nous avons faite avec la société SODETAL consiste à supprimer le premier patentage.

Nous avons alors comparé :

\* la texture et certaines propriétés mécaniques du fil après le tréfilage sec sur des fils ayant subit soit un patentage, soit deux patentages,

\* les propriétés mécaniques au cours du tréfilage humide

\* les propriétés mécaniques du steelcord.

Le schéma suivant (figure 5.7) décrit les opérations et mesures qui ont été effectuées .




### A- Texture des fils :

Nous comparons les indices de texture des fils A et B<sup>'</sup> à la sortie du tréfilage sec, ainsi que ceux des fils après le patentage dont le diamètre est de 1.2 mm. Ces indices sont reportés sur la figure (5.8).



Figure 5.8 : Variations des indices de texture du fil avant et après patentage.

Nous remarquons :

a) que les indices du fil B' (0 patentage) sont légèrement plus élevés que ceux du fil A (1 patentage). Ce qui paraît normal puisque le fil A a été restauré à un diamètre de 3 mm après le passage dans les 5 premières filières puis déformé à nouveau lors du passage dans les 9 autres, alors que le fil B' a été déformé par le passage dans 14 filières sans restauration.

b) Que l'indice du cœur du fil B' est bien plus élevé que celui du fil A. Le fil B' est donc plus déformé à cœur que le précédent ( ce qui semble normal puisque le fil B est passé dans 14 filières alors que le fil A n'est passé que dans 9 filières après le premier patentage ).

c) Que dans les deux cas la texture après patentage est nettement atténuée, les indices de texture étant sensiblement égaux. On note néanmoins que le fil A a des indices légèrement

plus faibles (dans la marge d'incertitude) que le fil B'. Ce qui paraît normal puisque le fil B' avait déjà, avant patentage, des indices plus élevés.

Nous pouvons donc dire que la suppression du premier patentage à 3 mm affecte très peu la texture du fil issu du dernier patentage effectué à 1.2 mm.

Ce résultat confirme celui de T. Montesin (34) obtenu sur des fils de 1.37 mm de diamètre.

### **B** - Propriétés mécaniques :

Les charges à la rupture des fils A et B après passage dans les trois dernières filières du tréfilage sec et après le patentage à 1.2 mm sont données dans le tableau suivant :

diamètre (mm)	1.58	1.42	1.2	1.2 : fil après
				patentage
résistance à la rupture du fil A (MPa)	1625	1705	1830	1206
résistance à la rupture du fil B (MPa)	1860	1980	2230	1213

Tableau 5.1 : Valeurs des charges à la rupture des fils A et B avant et après patentage.

Les deux fils A et B ont des résistances à la rupture très différentes avant le patentage à 1.2 mm.

Le fil, B<sup>'</sup>, le plus déformé (14 filières) possède une charge à la rupture plus élevée que le fil A (9 filières).

Après patentage ces deux fils ont même charge à la rupture, ce qui confirme ce que nous avions observé avec les indices de texture.

Les deux fils A et B semblent après le patentage à 1.2 mm posséder les mêmes propriétés .

Pour s'assurer de ce fait, ces deux types de fils ont été tréfilés en « humide » et leurs caractéristiques mécaniques (résistance à la traction et à la torsion) ont été mesurées après divers prélèvements, régulièrement espacés dans les déformations (toutes les deux filières ) Les courbes suivantes figure 5.9 et figure 5.10 donnent l'évolution de la résistance à la traction et à la torsion pour chaque fil.



Figure 5.9 : R.T du fil A et du fil B après tréfilage sec .



Figure 5.10 : résistance à la torsion du fil A et le fil B après tréfilage sec

Nous remarquons :

\* que la résistance à la traction des deux fils A et B est identique tout au cours de la déformation.

\* par contre la résistance à la torsion des deux fils sont différentes pour tendre vers une même valeur en fin de tréfilage.

Il en résulte que les deux fils A et B avant le tréfilage humide ne sont pas rigoureusement identiques.

Est-ce dû à la légère différence de texture superficielle du fil B'?

Il est dommage que nous n'ayons pu effectuer des mesures de texture du fil A au cours du tréfilage humide afin de pouvoir le comparer au fil B' déjà étudié dans le chapitre précédent car comme nous le verrons dans le chapitre suivant la résistance à la torsion est fortement liée à la nature de la texture .

### 5.5.2 Influence de la durée d'austénitisation :

Comme nous l'avons vu, l'augmentation de la durée d'austénitisation permet la dissolution complète des carbures pour obtenir une austénite homogène tout en augmentant la taille des grains  $\gamma$ .

La taille des grains d'austénite et la dissolution des carbures doivent jouer un rôle très important sur la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$  lors de la trempe et influer sur la texture et les propriétés du fil patenté.

La durée optimale d'austénitisation serait celle qui nous donnerait une perlite aussi fine que possible ayant un indice de texture aussi bas que possible.

Pour déterminer l'influence de la durée d'austénitisation en conditions industrielles de production nous avons effectué des expériences qui nous permettent de faire varier la durée d'austénitisation en gardant la durée de trempe fixe.

Les durées d'austénitisation que nous avons choisies dépendent essentiellement des possibilités offertes par l'installation industrielle du procédé de patentage. figure (5.7)

1. Le fil circule à vitesse constante dans un four de longueur fixe.

- 2. Le fil peut sortir à  $\frac{1}{4}, \frac{1}{2}, \frac{3}{4}$  et  $\frac{4}{4}$  de la longueur du bain de trempe au plomb.
- 3. Pour conserver une durée de trempe constante nous avons choisi des vitesses de défilement

égales à  $\frac{1}{4}$ ,  $\frac{1}{2}$ ,  $\frac{3}{4}$  et  $\frac{4}{4}$  de la vitesse standard ce qui permet d'augmenter de 1 à 4 la durée de séjour dans le four.

4. Il est à noter que la durée de passage du fil dans l'air (entre le four et le bain de trempe) augmente également.

### 1) Calcul des durées d'austénitisation :

La durée d'austénitisation ne correspond pas à la durée de séjour du fil dans le four .En effet la transformation  $\alpha \rightarrow \gamma$  commence à 1000° K pour notre acier perlitique .Le fil froid qui entre dans le four s'échauffe progressivement et atteint la température de transformation après une durée non négligeable. Le fil est alors maintenu à température constante 1225°K jusqu'à la sortie du four.

Lorsque le fil sort du four il se refroidit dans l'air avant d'atteindre le bain du trempe .

La durée totale d'austénitisation sera celle pendant laquelle le fil est à l'état austénitique .

Un calcul prenant en compte l'échange thermique par rayonnement entre le fil et le four pour la période de montée en température du fil, et entre le fil et l'air pour son refroidissement permet de connaître le profil thermique du fil selon la loi de Stéfan.

Les conditions expérimentales sont données dans la tableau 5.2.

	Température	Température du			Temps à	Durée
Essais	d'austénitisation	B. Plomb	Vitesse	Durée	l'entrée du	d'austénitisation
	(° C)	(°C)	m/mn	de	B. Plomb	(s) ·
				trempe	(°C)	
				(s)		
Essai 1	950	560	10	9.5	668	136
Essai 2	950	560	19	9.5	772	67
Essai 3	950	560	29	9.5	822	41
Essai 4	950	560	38	9.5	847	29

Tableau 5.2 : résumé des différentes données des essais réalisés.

Les courbes qui présentent les différentes étapes d'échauffement et de refroidissement du fil sont données dans l'annexe 2.

Ces courbes représentent la température calculée du fil en fonction de sa position dans la chaîne de traitement thermique. Pour vérifier la validité du modèle on a comparé les valeurs mesurées par infrarouge chez SODETAL sur un fil de diamètre 1,2 mm circulant à vitesse standard (38 m/mn) aux valeurs calculées d'un fil identique circulant à la même vitesse. Les résultats sont données au tableau 5.3

	Température du four	Température calculée (°C)
	mesurée (°C)	
Sortie du four	900	927
50 cm à la sortie	880	884
1 m à la sortie du four	830	847
(entrée bain de plomb)		

Tableau 5.3 : Vérification des valeurs de température calculées.

On peut admettre que ce modèle représente bien la réalité et nous permet de calculer les durées d'austénitisation et les températures de rentrée dans le bain de plomb en fonction des vitesses de défilement du fil.

Les FDP des fils issus des différents essais sont semblables aux figure 4.4 du paragraphe 4.2.1

On constate :

1°) que toutes les durées d'austénitisation produisent une austénite homogène (voir figure
5.1). Signalons cependant que le fil de l'essai 4 (conditions standard) est au voisinage de la courbe limite de l'austénite homogène.

2°) Que toutes les températures d'entrée dans le bain de plomb sont supérieures aux températures de début de transformation de l'austénite en perlite.

### b) Analyse du refroidissement sur les courbes TTT, TRC.

Sur la courbe TTT (transformation isotherme de l'austénite), nous avons reporté la courbe de refroidissement du fil (figure 5.11).



Figure 5.11 : chemin de refroidissement du fil en trempe isotherme.

Sur cette courbe de refroidissement nous avons reporté les points correspondants à la température d'entrée dans le bain de plomb pour les quatre essais.

Ainsi pour l'essai 4, le fil se refroidit à l'air jusqu'à une température de 847°, puis il y a prise extrêmement rapide de la température du bain de plomb à 560° (point **a**) puis la transformation de l'austénite en perlite s'effectue à température constante selon le trajet **ab**,

refroidissement du fil (air + eau) trajet **bef**. La perlite obtenue est fine et homogène .Nous pouvons remarquer que la durée de trempe est largement suffisante ; elle dépasse la durée de la transformation totale de l'austénite.

Par contre pour l'essai 1 le trajet en température total du fil est : e f g h, trajet qui a été reporté sur la courbe TRC (figure 5.12).



Figure 5.12 : Chemin de refroidissement du fil en refroidissement continu.

Avec ce type de trajet il se pourrait que la perlite ne soit pas homogène : grossière en surface et plus fine vers le cœur du fil, et qu'il y ait un peu de ferrite aux joints de l'austénite puisque l'acier traité a une composition légèrement inférieure à 0.8% C.

Nous présentons sur la planche I une coupe métallographique du fil de l'essai 4 (standard) et de l'essai 1 correspondant à une durée importante d'austénitisation





Micrographie du fil austénitisée pendant 137 s



Micrographie du fil austénitisée pendant 29 s

Planche 1 : Micrographie du fil de l'essai 1 et de l'essai 4.

Pour l'essai 4 le fil est entièrement perlitique homogène excepté en surface (une dizaine de micromètres) où la structure paraît ferritique. Est-ce dû a une légère décarburation dans le four ?

Pour l'essai 1 on remarque avant tout la ferrite en surface et en liseré aux joints de grains de l'austénite dans tout le fil. Les grains d'austénite ont une taille importante de l'ordre de 20  $\mu$ m , ce qui est normal compte tenu de la durée de l'austénitisation .

La structure des fils des autres essais est intermédiaire entre ces deux fils extrêmes

### c) Texture des fils après patentage (austénitisation variable).

Nous présentons ici les FDP (figure 5.14 et 5.15 ) des deux fils correspondant aux essais extrêmes (essai 1 austénitisation t = 136 s et essai 4 austénitisation t=29 s )



Figure 5.14 : FDP du fil austénitisé pendant une durée de 29 s





Nous remarquons une orientation légèrement plus marquée pour le fil austénitisé moins longtemps.

Les indices de texture  $T_i$  correspondants à ces quatre essais caractérisant les variations d'acuité de la texture ont été calculés pour la surface, la zone intermédiaire et le cœur du fil .

Leurs variations sont reportées en fonction de la durée d'austénitisation sur la figure 5.16.





On remarque que ces indices diminuent avec la durée d'austénitisation (ce que nous recherchions). Bien que faible cette diminution est plus marquée à la surface qu'à cœur.

Après 30 secondes d'austénitisation, il existe une légère différence entre le cœur et la surface Cette différence devient négligeable à partir de 60 secondes .La texture entre la surface et le cœur du fil a tendance à s'homogénéiser.

# d) Comportement des fils patentés (austénitisation variable) après tréfilage humide :

Les fils issus des 4 essais précédents sont tréfilés en 17 passes jusqu'au diamètre 0.175 mm dans des conditions identiques .

### Remarques générales

1) Les fils provenant de l'essai 4 correspondent aux conditions standards de patentage de la société SODETAL se tréfilent sans problème.

- Les fils de l'essai 3 pour lesquels la durée d'austénitisation a légèrement augmentée 41 secondes au lieu de 29 secondes ( pour les fils précédents ) se tréfilent également sans problème.
- 3) Les fils de l'essai 2 pour lesquels la durée d'austénitisation a doublée se tréfilent relativement bien mais on peut signaler une usure des filières plus importante.
- 4) Les fils de l'essai 1 pour lesquels la durée d'austénitisation a quadruplé se cassent au cours du tréfilage .A très faible vitesse de tréfilage environ 50m/mm ces fils peuvent être tréfilés sur de plus grandes longueurs que précédemment.



La figure 5.17 présente les indices T<sub>i</sub> de ces différents fils.



Nous remarquons que :

- tous les fils tréfilables (2, 3, 4) présentent la même évolution des indices  $T_i$ . On remarque une légère augmentation de ceux ci avec la durée d'austénitisation.

- le fill qui se tréfile avec difficulté ( faible vitesse ) présente des indices plus élevés.

- le fill qui casse au cours du tréfilage (vitesse élevée) présente une évolution des indices de  $T_i$  différentes. L'indice de surface est resté stable tandis que celui du cœur possède des valeurs élevées par rapport aux autres fils. Sur ce fil la rupture doit provenir d'un excès de déformation au cœur.

Notons également que pour le fil 1 :

- l'indice T, de surface est relativement élevé pour les faibles vitesses de tréfilage,

- qu'il est identique à celui du fil standard lorsque la vitesse est élevée.

Est ce dû aux frottement fil / filière ?

En effet les régimes de lubrification dépendent de la vitesse du fil

La comparaison des indices de texture de ces fils à ceux du fil étudié dans le chapitre 4 (fil wj) ou l'on a défini la limite de tréfilabilité est présenté sur la figure 5.18. Signalons que l'acier utilisé pour cette étude sur la durée d'austénitisation est très légèrement diffèrent du fil wj, ils ont néanmoins un taux de carbone très voisin (#0.75 %).

Pour faciliter la lecture de cette figure nous ne présentons que les courbes correspondants aux cas extrêmes, c'est à dire : le fil wj, le fil wjc qui a cassé après la dernière filière, le fil 1 de l'essai 1, le fil 1c qui a cassé lorsqu'il est tréfilé à vitesse élevée et le fil 4 de l'essai 4. Rappelons que le fil wjc représente la limite de tréfilabilité correspondant au fil wj. La limite de tréfilabilité du fil 4 doit être voisine de la courbe précédente (mêmes conditions de tréfilage, mais très légère différence dans la nuance d'acier).

- Le fil 4 et le fil wj ont leurs courbes d'indices de texture situées bien au dessous de la courbe limite représentée par le fil wjc. Il se tréfilent donc sans problème.

- Le fil 1 tréfilé avec difficulté présente une courbe d'indice de texture  $T_i$  qui tangente la courbe limite.

- Le fil 1c possède une courbe d'indice  $T_i$  qui franchit la courbe limite. Ce fil casse par excès de déformation du cœur.



Figure 5.18: Variation des indices de texture des fils wj et ceux des fils issus des différents essais de traitement thermique.

### e) Essais mécaniques :

Les différents essais sont les suivants :

- résistance à la traction,
- allongement à la rupture,
- résistance à la torsion,
- résistance au pliage.

Ces essais ont été effectués :

- sur les fils après patentage (1.2 mm),
- sur des fils tréfilés (0.175 mm).

Les résultats de ces essais sont reportés dans l'annexe 2.

Pour les fils patentés, les fils 2,3,4 ont le même comportement aux erreurs de mesures près.

Le fil 1 a des propriétés généralement plus faibles que les trois autres.

L'augmentation de la durée d'austénitisation au delà de la durée actuelle n'améliore pas les propriétés mécaniques. Une durée trop importante peut avoir un effet néfaste.

Pour les fils fins les résultats des tests mécaniques sont identiques pour tous les fils. Seul le test de fatigue Hunter permet de différencier ces différents fils fins. Les fils provenants de l'essai 4 sont les meilleurs.

### **Conclusion :**

Les différents tests mécaniques en fin de tréfilage ne permettent pas de prévoir l'aptitude au tréfilage du fil. Le test de fatigue Hunter de flexion rotative très sensible aux défauts superficiels ne nous renseigne pas sur la tréfilabilité mais sur la qualité des fils utilisés dans les pneumatiques car les efforts aux quels ils sont soumis présentent une analogie avec le test Hunter. Nous pouvons définir pour le tréfilage humide trois zones dans le diagramme d'indice de texture en fonction du diamètre relatif du fil  $d/D_0$ : nous appelons ce diagramme, diagramme de tréfilabilité (figure 5.20).



Figure 5.20 : schéma des zones de tréfilabilité du fil.

- Lorsque le fil issu de la dernière filière a une courbe d'indice située dans la première zone, le fil se tréfilera sans risque de casse.

- Lorsqu'une partie de la courbe d'indices T<sub>i</sub> est située dans la deuxième zone, la probabilité de casse devient importante.

- Lorsque la courbe d'indices franchit la deuxième zone pour atteindre la zone 3, le fil devient intréfilable dans les conditions industrielles.

## **CHAPITRE VI**

1

### CHAPITRE .6 :

6.1 Introduction :	123
6.2 influence de l'angle de filière sur la texture :	125
6.3 Tréfilage sec :	129
6.4 Tréfilage humide :	133
6.5 Essais mécaniques :	136
6.6 Etude de la torsion:	137
6.6.1 Fil patenté ( 1.2 T) :	137
6.6.2 Fil de diamètre 0.47 mm (0.4T) :	142
6.7 Conclusion:	144

<u>fil</u>

### 6.1 Introduction :

Depuis les premières études de tréfilage, plusieurs chercheurs ont constaté l'importance du choix des filières.

Lors de l'étirage des fils, leur déformation dans la filière intervient sous l'effet combiné de l'effort de traction appliquée au fil et de la compression latérale qui apparaît le long des parois de la filière. Plusieurs modèles ont été établis pour évaluer l'effort de tréfilage

Parmi ces modèles celui de Siebel\_Bonzel (56) donne l'effort de traction unitaire à la sortie de la filière :

$$F = K\left(\left(1 + \frac{\mu}{\alpha}\right)\varepsilon + \frac{2\alpha}{3}\right)$$

avec : K = constante qui représente la limite d'écoulement du fil,

 $\mu$  = coefficient de frottement,

 $\alpha$  = angle de filière,

 $\varepsilon$  = taux de déformation.

Avitzur (48) propose un modèle basé sur un champ de vitesses dans la filière représenté sur la figure 6.1.



Figure 6.1 : Principe de tréfilage.

Les hypothèses sont :

- la zone plastifiée est limitée par deux surfaces  $\Gamma_1$  et  $\Gamma_2$  correspondant à la discontinuité des vitesses tangentielles,

dans la zone 1 et 3, les vitesses sont constantes et parallèles à l'axe de traction.
L'écoulement dans la zone 2 est convergent vers le sommet de la filière,

- le long des surfaces de discontinuité la composante tangentielle de la vitesse est discontinue, tandis que la composante normale est continue,

- il existe un cisaillement dû au frottement le long de la filière. obéissant à une loi de coulomb de la forme :

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

où :

 $\tau$  est le cisaillement du au frottement,

 $\sigma_0$  est la limite d'écoulement du métal,

 $\mu$  est le coefficient de frottement .

La puissance totale dissipée lors du tréfilage est selon Avitzur la résultante de trois puissances qui correspondent :

\* à la puissance nécessaire à la déformation dans la zone plastique,

\* à la puissance dissipée le long des surfaces de discontinuité,

\* à la puissance dissipée par le frottement le long de la filière.

Il en déduit le rapport des contraintes de tréfilage  $\sigma_f$  sur le seuil d'écoulement du métal  $\sigma_0$ .

$$\frac{\sigma_f}{\sigma_0} = 1.15 \left(\frac{\alpha}{(\sin\alpha)^2} - \cot g\alpha\right) + \left(1 + \rho(\alpha) + \mu \frac{\cot g\alpha}{\sqrt{3}}\right) \log \frac{s_0}{s_f}$$

 $s_0$  = section initiale du fil,

 $s_f$  = section finale du fil,

 $\rho(\alpha)$  = est une fonction trigonométrique croissante de  $\alpha$ .

La figure 6.2 présente l'évolution du rapport  $\sigma_f/\sigma_0$  en fonction de l'angle de filière pour diffèrents taux de réduction.



Figure 6.2 : Variation de  $\sigma_t/\sigma_0$  en fonction de l'angle de filière.

On peut ainsi définir un angle optimal  $\alpha_{opt}$  d'une filière dont l'expression est donnée par:

$$\alpha_{opt} = \sqrt{\frac{3}{2} \mu Ln(\frac{R_0}{R_f})}$$

D'après ces travaux on remarque l'importance de l'angle de filière et du frottement fil / filière. Dans ce chapitre nous étudierons l'influence de l'angle de filière sur la texture du fil puis dans le chapitre suivant l'effet du coefficient de frottement.

### 6.2 influence de l'angle de filière sur la texture :

Les études de la déformation que nous avons citées conduisent à des choix d'angles de filière qui minimisent l'énergie de déformation. Les angles de filière ainsi préconisés ne sont pas nécessairement les meilleurs quant à la qualité du fil tréfilé.

L'étude de l'influence de ce paramètre sur la texture a été effectuée sur des fils tréfilés dans les conditions industrielles, soit en tréfilage sec, soit en tréfilage humide.

Compte tenu de la confidentialité de certains paramètres industriels, les angles des filières seront donnés en unités arbitraires. Dans cette étude nous avons utilisé six angles de filières différents que nous avons noté dans leur ordre croissant :  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$ ,  $\alpha_3$ ,  $\alpha_4$ ,  $\alpha_5$  et  $\alpha_6$ .

Les expériences en tréfilage sec sont les suivantes :

A) tréfilage d'un fil de 5.5 jusqu'à 1.38 mm avec les filières  $\alpha_3$  et  $\alpha_5$ . Ces fils sont notés : A.S B) tréfilage d'un fil de 5.5 mm jusqu'à 0.96 mm avec les filières  $\alpha_1$ ,  $\alpha_3$ ,  $\alpha_4$  et  $\alpha_5$ . Ces fils sont notés : B.S.

Les expériences de tréfilage humide sont :

A) tréfilage d'un fil de 1.9 mm jusqu'à 0.35 mm avec les filières  $\alpha_3$  et  $\alpha_5$ . Ces fils sont notés : A.H.

B) tréfilage d'un fil de 1.37 mm jusqu'à 0.25 mm avec les filières  $\alpha_2$ ,  $\alpha_4$  et  $\alpha_6$ . ces fils sont notés : B.H.

Remarques générales :

Les FDP de ces différents fils ont été mesurées en surface, dans la zone intermédiaire et à cœur.

Nous présentons sur la figure 6.3 les FDP corrigées du Bdf des fils B.S  $\alpha_1$  et B.S  $\alpha_5$  pour le tréfilage sec ainsi que les FDP corrigées du Bdf des fils B.H  $\alpha_2$  et B.H  $\alpha_6$  pour le tréfilage humide. Les autres FDP sont reportées en annexe 3.





Figure 6.3 : FDP (1 1 0) des fils B.S  $\alpha_1$ , B.S  $\alpha_5$ , B.H  $\alpha_2$  et B.H  $\alpha_6$ 

### 6.3 Tréfilage sec :

Sur les FDP des fils B.S  $\alpha_1$  et B.S  $\alpha_5$  nous remarquons :

- en surface la même texture de type <110>(112) noyée dans la fibre classique d'axe <110>,
- en zone intermédiaire, une texture ayant une forte composante circulaire de type <110>(110) pour le fil B.S α<sub>5</sub> et une texture de fibre plutôt classique <110> pour le fil B.Sα<sub>1</sub>,
- au cœur, une texture circulaire <110>(110) qui s'est atténuée pour le fil B.S  $\alpha_5$  et une texture de fibre classique <110> pour le fil de B.S  $\alpha_1$ .

Les indices de texture de ces différents fils sont présentés sur la figure 6.4. Comme prévu nous constatons qu'il y a une augmentation des indices de texture des fils par rapport au fil patenté.



Figure 6.4: courbes du gradient texture le long du diamètre relatif des fils B.S

Les courbes d'indices de texture présentent toutes un minimum pour  $0.6 < d/D_0 < 0.8$ . Ce minimum est d'autant plus bas que l'angle de filière est élevé. Ce minimum avait déjà été observé par T.Montesin (34), et est attribué à la présence de la texture circulaire <110>(110). En effet en comparant les FDP des fils B.S  $\alpha_1$  et B.S  $\alpha_5$  nous remarquons qu'au minimum de la courbe de T<sub>i</sub> du fil B.S  $\alpha_5$ , il y a un taux important de la texture circulaire <110>(110) alors qu'elle est absente au " pseudo minimum" de la courbe de fil B.S  $\alpha_1$ .

Nous pouvons faire les mêmes observations sur des fils A.S  $\alpha_5$  et A.S  $\alpha_3$  (annexe 3). En résumé :

\* la texture circulaire <110>(110) se manifeste lorsque l'on augmente l'angle de la filière,

\* le tréfilage sec favorise l'apparition d'une composante <110>(112) de texture circulaire en surface.

Comme la texture circulaire est très sensible à l'angle de filière nous avons calculé les indices de circularité de la texture comme nous l'avons expliqué au chapitre 3.

Les intensités de l'indice de circularité  $T_c$  du fil B.S sont présentés sur la figure (6.5). Rappelons que cet indice de circularité qui représente le pourcentage de texture circulaire est égale à 0 dans le cas d'une fibre purement classique et à 1 dans le cas d'une texture purement circulaire.



Figure 6.5 : Courbes de variation de l'indice de circularité des fils B.S.

Nous pouvons remarquer que l'indice de circularité quantifie bien les évolutions de la texture circulaire en fonction de l'angle des filières. Nous constatons que les angles de filière importants favorisent la texture circulaire ( aux grands angles de filière ( $\alpha_5$ ) la circularité est plus importante qu'aux faibles angles ( $\alpha_1$ ).

Les indices de circularité du fil A.S sont présentés sur la figure 6.6.



figure 6.6 : Courbes de variation de l'indice de circularité des fils A.S.

Nous remarquons qu'ils évoluent de la même façon que le fil B.S.

### \* Indice de circularité moyen d'un fil :

Les courbes de variation d'indice de circularité indiquent qu'il y a une évolution de la circularité entre la surface et le cœur du fil. Nous pouvons à partir de ces indices définir un indice de circularité moyen  $T_{cm}$  pour la globalité du fil en pondérant chacune des mesures locales par son volume.



Figure 6.7 : Représentation des volumes de différentes composantes de texture

Ainsi pour nos fils de longueur donnée et sur lesquels nous avons fait quatre mesures entre la surface et le cœur la pondération est la suivante (figure 6.7):

$$T_{cm} \cdot V = \sum T_{ci} v_i$$
  

$$T_{cm} \cdot R_0^2 = \sum T_{ci} (R_i^2 - R_{i+1}^2)$$
  

$$T_{cm} = \frac{1}{R_0^2} \sum T_{ci} (R_i^2 - R_{i+1}^2)$$

Les valeurs d'indice  $T_{cm}$  ainsi obtenues sont reportées en fonction de l'angle de filière (Figure 6.8).



Figure 6.8 : L'indice moyen de circularité  $T_{cm}$  en fonction de l'angle de filière en tréfilage sec

Nous remarquons que pour les deux fils A.S et B.S les points sont situés sur une même courbe et que l'indice  $T_{cm}$  augmente de façon importante à partir de l'angle  $\alpha_3$ .

### 6.4 Tréfilage humide :

Sur les FDP des fils B.H  $\alpha_2$  et B.H  $\alpha_6$  (figure 6.3) nous remarquons clairement l'influence de l'angle de filière et particulièrement que :

\* pour les grands angles ( $\alpha_6$ ) la texture est circulaire de type <110>(110) de la surface jusqu'au cœur avec un maximum de circularité dans la zone intermédiaire,

\* pour des angles faibles  $\alpha_2$  cette texture circulaire subsiste seulement en surface et disparaît de la zone intermédiaire.

Il semble que la circularité, qui était présente sur tout le fil pour les grands angles, s'atténue progressivement au fur et à mesure que l'angle de filière diminue, et que l'étendue de sa zone dans le fil se rétrécisse généralement autour de la zone intermédiaire ( $d/D_0 = 0.8$ ). Il se pourrait que pour des angles de filière plus petits il n'y ait plus de texture circulaire.



Les indices de texture des différents fils B.H sont présentés sur la figure 6.9



Sur les fils fins nous n'avons pas comme précédemment (fils tréfilé à sec ) de minimum dû à la texture circule, mais des valeurs beaucoup plus basses en indices  $T_i$  lorsque celle-ci est présente.

Chacune de ces trois conditions de tréfilage ( $\alpha_2, \alpha_4, \alpha_6$ ) ne doivent pas posséder la même courbe limite de tréfilabilité. Ces différents fils ayant été tréfilés sans difficulté, les courbes limites doivent être situées au dessus de chacune des courbes  $\alpha_i$ . Nous les avons représenté de façon arbitraire puisque nous ne les avons pas mesurées (L<sub>2</sub>, L<sub>4</sub>, L<sub>6</sub>).

Les indices de circularité des fil B.H sont reportés sur la fig (6.10). Comme pour le tréfilage sec ces indices augmentent avec l'angle de filière.



Figure 6.10: Indices de circularité des fils B.H

Nous avons reporté sur la figure (6.11) les indices moyens de circularité de tous les fils tréfilés à sec et en humide en fonction de l'angle  $\alpha$ .



Figure 6.11 : Indices moyens de circularité

L'examen des deux courbes nous montre :

- quel que soit le mode de tréfilage sec ou humide le taux de circularité augmente avec l'angle de la filière,
- que le tréfilage sec conduit à une circularité plus importante.

Pour quelle raison cette circularité est plus importante lors du tréfilage sec? Il se pourrait que des paramètres tels que :

- le frottement,
- le taux de réduction,
- la vitesse de tréfilage.

qui sont différents entre ces deux modes de tréfilage puissent en être la cause.

Les travaux de T.Montesin (34) ont montré que le taux de réduction et la vitesse avaient peu d'influence sur l'indice de texture  $T_i$  (mais il n'avait pas étudié la circularité en fonction de ces paramètres ). Il se pourrait donc que le frottement aux filières joue un rôle non négligeable sur la circularité de la texture.

### 6.5 Essais mécaniques :

Sur chacun de ces fils nous avons effectué des essais mécaniques donnant :

- la charge à la rupture,
- l'allongement à la rupture,
- le nombre de pliage à la rupture,
- la résistance en torsion.

Tous les résultats de ces tests sont donnés en annexe 3. Seuls les tests de torsion que nous présentons indiquent qu'il y a une variation du comportement mécanique du fil en fonction de l'angle de filière.

	αι		α <sub>3</sub>		α4		α <sub>5</sub>	
	T <sub>cm</sub>	nombre de tours						
Fil A.S			0.33	120			0.36	90
Fil B.S	0.2	87	0.26	87	0.37	88	0.47	74

tableau 5.1 : résultats de torsion et de  $T_{cm}$  du tréfilage sec

en fonction de l'angle de filière

	α <sub>2</sub>		α <sub>3</sub>		α4		α <sub>5</sub>		α <sub>6</sub>	
	T <sub>cm</sub>	nombre de tours	T <sub>cm</sub>	nombre de tours						
Fil A.H			0.22	700			0.32	400		
Fil B.H	0.165	110			0.24	119			0.5	88

 $T_{cm}$ : indice moyen de circularité.

tableau 5.2 : résultats de torsion et de T<sub>cm</sub> du tréfilage humide

en fonction de l'angle de filière

Nous remarquons d'après ces tableaux que la résistance à la torsion chute pour les grands angles de filière.

Nous pouvons donc dire que la texture circulaire <110>(110) est responsable du manque de tenue en torsion des fils.

### 6.6 Etude de la torsion:

Pour tenter d'expliquer l'influence de la texture circulaire sur la résistance de la torsion, nous avons recherché les évolutions de la texture lors d'expériences de torsion.

Nous avons étudié deux types de fils:

\* Un fil patenté de 1.2 mm de diamètre noté 1.2 T

\* Un fil de 0.47 mm, tréfilé dans des conditions standards de 1.2 à 0.470 mm en 8 passes, noté 0.47 T.

Pour ces deux fils nous n'étudions que la texture de surface d/Do = 1 et la texture intermédiaire d/Do = 0.8 car à ces endroits du fil que les déformations dues à la torsion sont les plus importantes .

#### 6.6.1 Fil patenté (1.2 T) :

Pour ce fil nous avons tracé les FDP à 0 % ,20 % ,50 % et 100 % de torsion ; cette dernière valeur correspondant à la rupture du fil ( 400 tours pour l = 1 m ). Les FDP (110) de surface et de la zone intermédiaire sont présentées respectivement sur la figure 6.12 et 6.13.



FDP (110) du fil avant torsion



FDP (110) après 50% de torsion pour les quatre FDP : Niv1 = 0.6 Niv2 = 0.8 Niv3 = 1.2



FDP (110) après 20% de torsion



FDP (110) après rupture par torsion

Figure 6.12 : FDP (110) de la surface du fil 1.2 T au différent stade de torsion.

Niv4 = 1.4



zone intermédiaire avant torsion





zone intermédiaire après 20% de torsion



zone intermédiaire après 50% de torsion

pour les quatre FDP : Niv1 = 0.5Niv2 = 0.7Niv3 = 1.1Niv4 = 1.35 zone intermédiaire après rupture par torsion

Figure 6.13 : FDP (110) de la zone intermédiaire du fil 1.2T au cours de la torsion

### Examen des figures de surface :

Le fil patenté qui avait été tréfilé à sec présente une texture résiduelle ( après patentage) ayant une composante circulaire <110>(112).

\* Après 20 % de torsion nous obtenons une FDP identique à la précédente mais ayant tourné globalement d'un angle de 15 ° environ. Nous avons également remarqué que l'angle de rotation de la FDP correspond à l'angle de rotation de la génératrice du fil (16°).
Tous les grains de la surface ont tourné autour d'un axe perpendiculaire à l'axe du fil (un rayon du fil).

\* Après 50 % de torsion la FDP change légèrement. Apparemment l'angle de rotation des grains n'a pas changé et les deux maxima se situant sur le nouvel axe de symétrie de la figure se rapprochent l'un de l'autre.

A la rupture la rotation des grains n'a pas évolué mais les deux maxima sont moins étendus, moins intenses et se rapprochent légèrement du centre de la FDP.

#### Examen des FDP de la zone intermédiaire:

\* A 0 % de torsion le fil possède une légère texture résiduelle ayant une composante [110](110).

\* Apres 20 % de torsion nous obtenons une FDP analogue à la précédente , l'axe de symétrie de la FDP reste confondu avec l'axe du fil.

Contrairement à ce que nous avions observé en surface l'orientation des grains n'a pas tourné autour du rayon du fil.

\* Après 50 % de torsion la texture circulaire [110](110) s'amenuise les maxima présents sur l'axe de symétrie sont toujours là.

\* A la rupture (250 tours avec l = 20 cm : 100 % de torsion) la texture circulaire <110>(110) a pratiquement disparu et il reste apparemment qu'une double orientation idéale correspondant à la torsion .

Cette orientation idéale (et sa symétrique) serait de direction [112] parallèle à l'axe du fil et (110) parallèle à la surface du fil . C'est sans doute une nouvelle texture circulaire <112>(110) qui apparaît .

La figure 6.14 présente cette orientation double.



Figure 6.14 : Projections dans le plan de la surface du fil de l'orientation idéale <112>(110)

Montheillet et al (44) qui ont étudié les textures de torsion de l'aluminium et du cuivre (F.C.C) et du fer (B.C.C) ont également remarqué que la torsion introduit une rotation des orientations autour du rayon du fil et que cette rotation n'était pas due aux erreurs de mesure.

Ces auteurs indiquent que l'on peut observer pendant les essais de torsion d'échantillons de fer les trois types d'orientations idéales, à savoir: les orientations

{112}[111]
{011}[111]
notation de Montheillet et Jonas.
{110}[001]

qui correspondent en utilisant les notations de Grewen respectivement aux orientations:

$$< 112 > (110)$$
  
 $< 110 > (112)$  nos notations  
 $< 110 > (110)$ 

D'après Montheillet à la rupture, il ne subsisterait que l'orientation <112>(110) (notation de Grewen).

C'est effectivement l'orientation que nous observons en fin de torsion dans la zone intermédiaire du fil:

#### 6.6.2 Fil de diamètre 0.47 mm (0.4T) :

Pour ce fil prélevé après la 8<sup>éme</sup> passe en cours de tréfilage humide nous avons uniquement effectué des essais de torsion jusqu'à la rupture.

#### <u>Texture de surface:</u>

Les FDP (110) sont présentées sur la figure 6.15 :



FDP (110)de la surface du fil 0.47T avant torsion

FDP (110)de la surface du fil 0.47T près rupture

Figure 6.15 : FDP (110) de la surface du fil déformé (0.47T) avant et après rupture par torsion

\* Avant la torsion le fil possède une texture classique avec une légère composante <110>(112),

\* A la rupture la FDP montre que la texture de fibre classique <110> a disparu, l'axe de symétrie de la figure a tourné d'environ 20° autour du rayon du fil l'orientation idéale serait [111] parallèle à l'axe du fil et (110)tangent à la surface du fil.

### Texture intermédiaire:

Les FDP (110) sont présentées sur la figure 6.16 :



zone intermédiaire avant torsion



Figure 6.16 : FDP (110) de la zone intermédiaire du fil déformé (0.47t) avant et après rupture par torsion

\* Avant la torsion le fil présente une part de texture classique et une part de texture circulaire <110>(110).

\* A la rupture la texture de torsion est voisine de la texture de torsion de la surface <112>(110).

#### Analyse des tests de torsion :

Ces tests de torsion permettent de constater:

 que l'évolution de la texture au cours de la déformation en torsion dépend de la texture initiale. a) une texture de fibre classique permet une rotation des grains autour du rayon du fil lorsque la composante de texture circulaire <110>(110) est absente .Quand cette rotation des grains atteint un angle limite la texture évolue vers une nouvelle texture due à la torsion <uvw>(110).

b) Lorsque la texture circulaire <110>(110) est présente la rotation des grains en début de torsion autour de rayon du fil est faible ou nulle . Lorsque la torsion s'amplifie, la texture <110>(110) évolue vers une autre texture circulaire qui serait proche de <112>(110).



Figure 6.17 : FDP (110) obtenues après torsion par Kanetsuki et al.

Figure 6.17 : FDP (110) obtenues après torsion par Kanetsuki et al.

#### 6.7 Conclusion:

Les déformations dans la ferrite s'effectuent par glissement sur des plans (110) ou (112) dans la direction [111]. Les glissements doivent intéresser en premier les grains possédant leurs plans de glissement et leur direction de glissement parallèles aux directions de contrainte de cisaillement. Ces directions des contraintes lors de la torsion sont parallèles à l'axe du fil et tangentes à la section du fil (figure 6.18).



torsion

Les grains constituants le fil se déformeront en fonction de leur orientation par rapport aux contraintes de cisaillement.

Pour l'orientation <112>(110), qui est favorable à la résistance en torsion, des plans de glissement (110) sont dans le plan de la section droite du fil. De plus la direction de glissement <111> est confondue avec la direction de contrainte  $\tau_p$ , et rend la déformation plus aisée. Par contre pour l'orientation <110>(110) le plan de glissement (110) est toujours la section du fil, mais la direction de glissement fait un angle  $\alpha$  important avec  $\tau_p$  et un autre système de glissement sera activé.

Pour expliquer l'évolution de la texture au cours de la torsion il serait nécessaire de prendre en compte tous les systèmes de glissement pour connaître toutes les possibilités de rotation des grains.

# **CHAPITRE VII**

1

.

ч. **ж**.

## <u>fil</u>

## **CHAPITRE.7**:

7.1_Introduction :	149
7.2 Description du frottement :	149
7.2 Etude du frottement à faible vitesse de tréfilage :	151
7.3 Etude du frottement à grande vitesse :	154
7.3.1 Indices de texture :	155
7.3.2 Test mécaniques :	156

#### 7.1 Introduction :

L'étude sur la tréfilabilité du steelcord ( lubrification humide )nous a montré que l'indice de texture est constant en surface quel que soit l'état de déformation du fil. Est-ce dû aux conditions de contact entre le fil et la filière ?

Par ailleurs en comparant le gradient texture d'un fil cassé qui est tréfilé et traité dans les conditions standards avec un fil cassé ayant une surface très décarburée, on a pu constater l'effet de cet état de surface sur l'évolution de la texture du fil en fonction de la déformation. Il se pourrait que le frottement entre le fil et la filière joue un rôle important dans le développement des textures de tréfilage.

#### 7.2 Description du frottement :

Lorsque deux matériaux sont placés en contact, le glissement de l'un par rapport à l'autre se heurte aux forces de frottement d'intensité proportionnelle à la force normale P (charge) normal aux surfaces de contact : le facteur de proportionnalité est le coefficient de frottement  $\mu$  et on a : F =  $\mu$ .P

Le coefficient de frottement dépend :

\* de facteurs mécaniques : force normale, vitesse de déplacement, viscosité du lubrifiant quand le contact est lubrifié,

\* de facteurs chimiques : humidité, oxydants,....,

\* des propriétés des matériaux en contact : dureté, plasticité, rugosité, .....,



fig 7.1 : contact non lubrifié

Le coefficient de frottement  $\mu$  d'un contact lubrifié est fonction de la viscosité du lubrifiant, de la vitesse relative des surfaces de contact et de force P. En fonction de ces différents paramètres on définit un nombre z de Stribeck :

$$z = 10^6 \frac{\mu v}{p}$$

La courbe de Striebeck indique la variation de f en fonction de z ; nous pouvons définir trois régimes de lubrification (fig 7.2) qui sont :

- le régime limite pour z faible,
- le régime onctueux pour z moyen,
- le régime hydrodynamique pour z élevé.

Pendant le tréfilage humide dans les conditions de vitesses industrielles nous sommes en régime hydrodynamique.



Figure 7.2 : courbe de Striebeck

En se référant à la courbe de Striebeck, c'est aux faibles vitesses que nous pourrons évaluer facilement l'influence du coefficient de frottement puisque c'est à ces vitesses qu'il est maximum.

Pour étudier l'influence du frottement sur la texture nous avons effectué deux séries d'expériences : l'une à faible vitesse, l'autre à vitesse industrielle.

#### 7.2 Etude du frottement à faible vitesse de tréfilage :

Dans cette série d'expériences, la vitesse est très faible (20 cm/mn); les fils sont tréfilés à l'aide d'une machine de traction sur laquelle nous avons adapté un porte filière. Le schéma 7.3 montre le principe de tréfilage.



Figure 7.3 : Montage expérimental de tréfilage au laboratoire à l'aide d'une machine de traction

Pendant le tréfilage la force de traction est enregistrée. Cette force est la somme de deux composantes :

- la résultante des forces nécessaires à la déformation du fil,
- la résultante des forces nécessaires à vaincre les forces de frottement fil/filière.

Le fil initial est un fil patenté de 1.2 mm de diamètre. Ce fil a été tréfilé en huit passes sur la machine de traction jusqu'au diamètre de 0.47 mm en utilisant des filières de même angle. Pour faire varier les conditions de frottement nous avons tréfilé le fil initial dans différentes conditions de lubrification :

- a) tréfilage du fil sans laiton et sans lubrifiant,
- b) tréfilage du fil laitonné sans lubrifiant,
- c) tréfilage du fil laitonné et lubrifié avec des huiles de tréfilage industriel.

La figure 7.4 présente la force nécessaire au tréfilage de chaque fil.



Figure 7.4 : Force de tréfilage (première filière) a : sans lubrifiant et sans laiton, b : sans lubrifiant et avec laiton, c : avec laiton et avec lubrifiant.

Pour ces conditions de vitesse de tréfilage on remarque :

- que la force de tréfilage est la même que le fil soit laitonné ou non. Il est connu des tréfileurs que l'effet lubrifiant du laiton ou du cuivre est sensible aux grandes vitesses de tréfilage.
- 2) que la force de tréfilage a chutée d'environ 20 % lorsque le lubrifiant a été ajouté.

La différence de force observée entre ces deux tréfilages ( lubrifié ou non ) correspond à la différence des forces de frottement puisque les forces nécessaires à la déformation sont identiques.

#### Indice de texture :

Nous présentons uniquement les résultats des deux fils a et c pour les quels il y a une différence importante de force de frottement. Les indices de texture de ces deux fils sont présentés sur la figure 7.5.



Figure 7.5 : Indice de texture des fils a et c.

Les deux courbes sont très proches l'une de l'autre, le fil bien lubrifié possède des indices légèrement plus élevés.

Lorsque l'on compare les FDP de la surface et de la zone intermédiaire on constate une accentuation de la composante circulaire <110>(110) pour le fil non lubrifié (figure 7.6)

Le frottement aux filières est-il en partie responsable de la texture circulaire <110>(110) ?

Le tableau 7.1 donne les indices de circularité Tc.

Fil	a	С
surface	0.15	0.12
coeur	• 0.2	0.16

Tableau 7.1 : indices de circularité du fil a et du fil c.

Les valeurs d'indices de circularité que nous avons calculées (tableau 7.1) sont trop proches les unes des autres pour pouvoir tirer une conclusion nette qui définit l'effet qu'a le frottement aux filières sur la nature de la texture.



Figure 7.6 : FDP (110) d'un fil de diamètre 0.35/0.47 mm avec et sans lubrifiant. .c : lubrifié b : non lubrifié

#### 7.3 Etude de frottement à grande vitesse :

Nous avons également effectué une deuxième série d'essais de lubrification sur des fils tréfilés industriellement dans les conditions suivantes :

- a) tréfilage en dix-sept passes d'un fil de 1.2 mm de diamètre jusqu'au diamètre
   0.175 mm sans lubrifiant et sans laiton : fil SL SL,
- b) tréfilage du même fil laitonnée et lubrifié pendant le tréfilage : fil AL AL.

Un prélèvement de ces fils a été effectué après la huitième passe, à ce stade de tréfilage le fil a un diamètre de 0.47 mm.

#### 7.3.1 Indices de texture :

#### Fil de diamètre 0.47 mm

Les indices de texture sont les mêmes au cœur du fil tandis que ceux de la surface et de la zone intermédiaire sont plus élevés pour le fil lubrifié (fig 7.7). Le fil lubrifié serait donc plus déformé en surface que le fil non lubrifié, les frottements empêcheraient la déformation du fil au voisinage de la filière.



Figure 7.7 : Variation de l'indice de texture des fils de 0.47 mm de diamètre tréfilés avec et sans lubrifiant

Les FDP relatives à ces deux fils sont en annexe 4. Elles sont semblables excepté en surface des fils. Nous remarquons que la FDP de surface du fil non lubrifié est très proche des FDP de surface d'un fil tréfilé à sec. Il existe une composante de texture circulaire <110>(112). Le frottement favorise peut être ce type de texture.

#### fil de diamètre 0.175 mm

Après dix-sept passes de tréfilage les indices de texture relatifs aux fils lubrifiés AL AL et non lubrifiés SL SL sont présentés sur la figure 7.8. Signalons que le fil SL SL casse en fin de tréfilage et a dû être tréfilé avec précautions..



Figure 7.8 : Variation de l'indice de texture des fils de 0.175 mm après tréfilage avec et sans lubrifiant

Comme pour les fils prélevés en cours de tréfilage (0.47 mm)l'indice de texture de la surface est plus élevé pour le fil lubrifié que celui du fil non lubrifié. Par contre les indices de la zone centrale du fil lubrifié sont plus faibles que ceux du fil non lubrifié.

D'après ces courbes d'indices de texture nous pouvons dire que :

\* lorsque le fil est mal lubrifié il y a peu de déformation à la surface et c'est le cœur qui va subir la plus grande partie de la déformation.

\* que des bonnes conditions de lubrification favorisent l'homogénéité de la déformation dans le fil.

#### 7.3.2 Tests mécaniques :

Des essais de traction ont été effectués sur ces différents fils (0.47 mm et 0.175 mm). Les courbes de traction (force - allongement) présentées dans l'annexe 4 montrent que le fil 0.175 mm non lubrifié a atteint sa limite de déformation plastique, tandis qu'il reste encore une aptitude à la déformation pour le fil correctement lubrifié. La rupture en fin de tréfilage du fil non lubrifié doit provenir de l'accumulation de déformation à cœur.

La courbe d'indice de texture de ce fil a du franchir la courbe de limite de tréfilabilité dans la zone centrale du fil.

#### **Conclusion :**

Le frottement aux filières se traduit principalement par un manque de déformation superficielle du fil qui entraîne un excès de celle ci au coeur du fil. Ce gradient de déformation important fragilise la partie centrale du fil. De plus le manque de lubrification demande des efforts de traction beaucoup plus importants qui conduisent la fil à la rupture.

12

# **CHAPITRE VIII**

.

## **CHAPITRE.8**:

8.1 Utilisation du modèle autocohérent :	161
8.2 Utilisation du modèle de Taylor :	163
8.2 1Champ des vitesses de Altan et al :	164
8.2.2 Champ des vitesses d'Avitzur :	

Le but premier de la simulation est d'expliquer les phénomènes observés pendant l'expérience. Lorsque les résultats de la simulation et de l'expérience concordent avec la réalité il est alors possible de se baser sur la simulation pour faire évoluer le protocole expérimental ou les procédés de fabrication.

#### 8.1 Etudes précédentes :

Dans cette optique plusieurs travaux ont été effectués sur le tréfilage de l'acier.

Dans une première approche, T.Montesin (34) en collaboration avec M.Berveiller a appliqué le modèle autocohérent pour expliquer la texture de fibre classique au cœur du fil et l'apparition d'une texture circulaire dans la zone intermédiaire.

Leurs résultats montrent que :

- la texture du cœur provient principalement des contraintes de traction qui sont importantes au cœur du fil.
- qu'il y a basculement de l'axe de fibre quand on introduit un cisaillement dû à la forme de la filière Néanmoins l'état des contraintes choisi ne permettait pas d'obtenir une texture circulaire.

La figure 8.1 donne les FDP (110) obtenues avec et sans cisaillement .





Poles 110

 $\sigma_{11}=1, \ \sigma_{12}=\sigma_{21}=\sigma_{11}/3$ 

figure 8.1 : FDP (110) obtenues sans et avec cisaillement.

Une étude plus complète a été réalisée par P.Van Houtte (36) en utilisant un code de calcul basé sur le modèle de Taylor pour simuler la texture de la surface des fils de faibles diamètres. Nous donnons les lignes principales de cette étude et les résultats obtenus :

\* Les systèmes de glissement considérés sont {110}[111] et {112}[111].

\* Le frottement fil/filière est négligé.

\* la déformation a lieu entre deux surfaces de discontinuité (AA') et (BB') (figure 8.2)



Figure 8.2 : Lignes d'écoulement du métal dans la filière (36).

Les résultats de cette étude indiquent la formation d'une texture circulaire de type <110>(110) à la surface du fil. La figure 8.3 montre les FDP (110) et (100) obtenues après 17 passes dans une filière d'angle 8°.



Figure 8.3 : FDP (110) et (100) simulées par P.Van Houtte et al (36).

D'après ces auteurs pour certaines valeurs de l'angle de filière et du taux de réduction la texture <110>(112) peut être observée à la surface du fil ( ce que nous avons nous même observé dans le tréfilage sec ).

Cette étude ne prévoit pas pour le moment une texture classique en surface et une texture <110>(110) dans la zone intermédiaire.

#### 8.2 Utilisation du modèle de Taylor :

De notre côté nous avons simulé en collaboration avec L.Tòth la texture du fil le long de son diamètre en utilisant le code de calcul LSTAYLOR développé par L.Tòth, et qui est basé sur le modèle de Taylor viscoplastique. Dans ce modèle chaque grain se déforme comme la matrice (figure 8.4).



Axe de fil

Figure 8.4 : Schéma de déformation d'un grain pendant le passage du fil à travers la filière

- entre la surface et la sortie de la filière le trajet d'un grain est découpé en 100 intervalles. Entre chaque intervalle on détermine la déformation du grain en tenant compte des déformations qu'il a subit dans les intervalles précédents,
- la déformation des grains s'effectue par les systèmes de glissement (110)<111> et (112)<111>,
- les simulations sont effectuées sur un ensemble de 100 grains ayant une texture isotrope avant déformation.

- Pour décrire l'écoulement du métal dans la filière, ce qui revient à connaître les champs des vitesses dans le fil au cours de la déformation, nous avons choisi le champ de vitesses proposé par Avitzur (48) et celui proposé par Altan et al (51).
- Aux surfaces de discontinuité des vitesses du modèle d'Avitzur nous avons introduit un cisaillement simple pour décrire le changement de direction de la vitesse.

# 

#### 8.2 1 Champ de vitesse de Altan et al (51):

Figure 8.5 : Mode d'écoulement du métal dans la filière selon le modèle de Altan et al

Dans ce modèle d'écoulement (figure 8.5) :

\* la zone de déformation plastique du fil est limitée par deux surfaces de discontinuité des vitesses tangentielles  $V_r$ , ces surfaces sont des sections droites de rayon  $R_1$  et  $R_2$  qui sont respectivement les rayons d'entrée et de sortie du fil,

\* les composantes normales  $V_z$  de la vitesse sont continues le long des surfaces de discontinuité,

\* les lignes d'écoulement du métal sont convergentes vers le centre du cône de la filière,

\* le long d'une ligne d'écoulement les cordonnées polaires définissants la position d'un grain sont définies par la fonction f(r,z) telle que :

$$f(r,z) = \frac{\frac{A^3}{R_1 - R_2}r}{z^2(3A - 3z) - \frac{R_2}{R_1 - R_2}} = C$$

où C est une constante qui caractérise chaque ligne d'écoulement .

C = 0 au coeur du fil et C = 1 à sa surface,

0 < C < 1 dans la zone intermédiaire.

A = la distance entre l'entrée et la sortie de la filière.

Dans le système de coordonnées cylindriques les expressions des composantes normale et tangentielle de la vitesse sont :

$$V_{\theta} = 0$$

$$V_{r} = -V_{f} \left(\frac{R_{f}}{R_{i} - R_{f}} A^{3}\right)^{2} 6rz(A - z)(z^{2}(3A - 2z) + \frac{R_{f}}{R_{i} - R_{f}} A^{3})^{-3}$$

et :

$$V_{z} = -V_{f} \left(\frac{R_{f}}{R_{i} - R_{f}} A^{3}\right)^{2} z^{2} (3A - 2z) + \frac{R_{f}}{R_{i} - R_{f}} A^{3})^{-2}$$

et le tenseur de gradient de vitesse est donné par :

$$E = \begin{pmatrix} \frac{\partial V_r}{\partial r} & 0 & \frac{\partial V_r}{\partial z} \\ 0 & \frac{V_r}{r} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{\partial V_z}{\partial z} \end{pmatrix}$$

avec :

$$\frac{\partial V_r}{\partial r} = \frac{V_r}{r} = -V_f \left(\frac{R_f}{R_i - R_f} A^3\right)^2 6z(A - z)z^2 (3A - 2z) + \frac{R_f}{R_i - R_f} A^3\right)^{-3}$$
  
$$\frac{\partial V_z}{\partial z} = -V_f \left(\frac{R_f}{R_i - R_f} A^3\right)^2 (18rz^2(A - z) - r(A - 2z)(z^2(3A - 2z) + \frac{R_i}{R_i - R_f} A^3)(z^2(3A - 2z) + \frac{R_f}{R_i - R_f} A^3)^{-4}$$

et :

et:

$$\frac{\partial V_{r}}{\partial \theta} = \frac{\partial V_{z}}{\partial \theta} = 0$$

Résultats de la simulation de la texture :

Après une déformation qui correspond à huit passes les texture prévues sont :

#### <u>a/ au coeur :</u>

Le cisaillement est nul sur l'axe du fil, et faible à son voisinage, la déformation est donc assurée par une traction pure ou par une traction avec un faible cisaillement, ce qui donne une texture de fibre classique <110> d'axe de fibre parallèle à l'axe de fil. cependant on remarque que l'étendue de la zone de texture classique est beaucoup trop petite par rapport à ce qui est observé expérimentalement (figure 8.6).





b/ dans zone intermédiaire et surface :

La texture de la surface et de la zone intermédiaire est circulaire (figure 8.7).

Cette texture circulaire occupe une zone beaucoup plus étendue que celle observée expérimentalement.

D'après ce modèle le cisaillement est une fonction croissante de la distance r par rapport à l'axe de fil, il est maximum à la surface du fil. Ce cisaillement est exagéré à la surface et dans la zone intermédiaire par rapport à la réalité.



Figure 8.7 : FDP (110) obtenue à l'extérieur de l'axe de fil en utilisant le champ des vitesses proposé par Altan et al

#### 8.2.2 Champ de vitesse d'Avitzur :

Dans ce modèle d'écoulement (Figure 8.8) :



Figure 8.8 : Mode d'écoulement du métal dans la filière selon le champ de vitesses proposé par Avitzure

\* la zone plastifiée est limitée par deux surfaces sphériques de discontinuité des vitesses tangentielles,

\* dans la zone 1 et 2, les vitesses sont horizontales et constantes,

\* dans la zone plastifiée, l'écoulement est convergent vers le sommet du cône de la filière,

\* en tous points les composantes de la vitesse sont exprimées en cordonnées sphériques:

$$v_{\theta} = v_{\phi} = 0$$
$$v_{f} = v_{f} r_{f}^{2} \frac{\cos\theta}{r^{2}}$$

 $v_r$  ,  $v_\theta$  et  $v_\phi$  sont les composantes de la vitesse dans le système de cordonnées sphérique.

 $r_f = le rayon du fil à la sortie de la filière.$ 

\* le long des surfaces de discontinuité  $S_1$  et  $S_2$ , les composantes normales des vitesses sont continues, et les composantes tangentielles présentent une discontinuité:

$$\Delta V_1 = V_i \sin \theta \qquad \text{le long de } S_1$$
$$\Delta V_2 = V_f \sin \theta \qquad \text{le long de } S_2$$

\* les surfaces de discontinuité sont des sphères de rayons respectivement  $r_1 = R_i tg\alpha$  et  $r_2 = R_f tg\alpha$  où  $\alpha$  est le demi angle de la filière.

Pour avoir la possibilité d'utiliser le programme Lstaylor, il faut avoir le tenseur gradient de vitesse de déformation exprimé en coordonnées cylindriques.

 $\vec{e}_r = (\sin\theta)\vec{e}_R + (\cos\theta)\vec{e}_z$ 

$$\vec{v}_{r} = v_{1}r_{1}\frac{\cos\theta}{R^{2} + z^{2}}((\sin\theta)\vec{e}_{R} + (\cos\theta)\vec{e}_{z})$$
$$\vec{v}_{r} = V_{R}\vec{e}_{R} + V_{z}\vec{e}_{z}$$

$$E = \begin{pmatrix} \frac{\partial V_R}{\partial R} & 0 & \frac{\partial V_R}{\partial z} \\ 0 & \frac{V_R}{R} & 0 \\ \frac{\partial V_z}{\partial R} & 0 & \frac{\partial V_z}{\partial z} \end{pmatrix}$$

#### Résultats de simulation de texture :

Pour des angles de filières,  $5^{\circ} < 2\alpha < 20^{\circ}$ , utilisés par les tréfileurs après 17 passes avec une réduction de section de 20% par passe, la texture du fil obtenue par le modèle LSTAYLOR en utilisant ce champs de vitesse est une fibre classique <110> (figure 8.9).



Figure 8.9 : FDP (110) obtenue dans le fil en utilisant le champ de vitesses d'Avitzur  $2\alpha = 16^{\circ}$ .

Ceci montre que les valeurs de cisaillement introduit par ce champ de vitesses sont plus faibles que les valeurs réelles.

Pour obtenir un cisaillement plus important nous avons dû augmenter les angles de filières. La figure 8.10 montre les FDP obtenues avec un angle de filière de  $2\alpha = 30^{\circ}$  après 8 passes.

La texture circulaire <110>(112) apparaît en surface du fil tandis que la texture classique est présente au cœur.



Figure 8.10 : FDP (110) obtenue la surface du fil en utilisant le champ de vitesse d'Avitzur et un angle  $2\alpha = 30^{\circ}$ .

#### **Conclusion** :

Chacun de ces modèles ne décrit qu'une partie de la réalité :

• le premier permet de prévoir une texture circulaire <110>(110) dans la quasi totalité du fil,

• le second ne prévoit pas cette texture, mais prévoit la texture classique ou la texture circulaire <110>(112) dans des conditions qui ne reflètent pas la réalité.

Selon le mode de déformation choisi on peut obtenir différents types de texture.

Ces modèles restent à améliorer en définissant des lignes d'écoulement plus proche de la réalité et en tenant compte de facteurs tels que le frottement et l'écrouissage qui influencent l'écoulement du métal.

# CONCLUSION

#### <u>CONCLUSION :</u>

Cette étude sur la texture des fils en cours de tréfilage et en fonction de certains paramètres de celui-ci nous a montré que la texture cristallographique associée à des mesures mécaniques du comportement du fil est un outil nécessaire à la compréhension du tréfilage.

Nous avons vu que la texture cristallographique évolue en fonction du taux de déformation, tout comme la résistance à la traction par exemple. Ce paramètre structural permet d'appréhender particulièrement le taux de déformation local du fil sans pouvoir, pour l'instant, le quantifier. Ainsi, cette étude nous a montré que le fil tréfilé dans des conditions normales se déforme en début de tréfilage plutôt à cœur, puis la déformation en surface prend le relai en fin de tréfilage.

Les expériences effectuées sur le frottement aux filières confirment l'hétérogénéité de la déformation. En effet, un frottement élevé se caractérise par une amplification sensible de la déformation à cœur, alors que la surface semble avoir du mal à se déformer. Par contre, une bonne lubrification favorise un gain de déformation superficielle en évitant un excès de celleci à cœur.

Une courbe limite de tréfilabilité, propre aux conditions de tréfilage que nous avons tracée à partir d'indices de texture peut nous renseigner sur la tréfilabilité du fil. Toutefois cette courbe limite ne nous donne aucune indication quant aux propriétés mécaniques (résistance en traction et en torsion du fil).

L'hétérogénéité de texture (ou de déformation ) observée dans le fil est, hormis les défauts superficiels ou inclusions, en partie responsable des casses de fil durant le tréfilage lorsque la courbe limite de tréfilabilié est franchie. Ce dépassement de seuil limite d'indice de texture est généralement observé au cœur du fil et provient en fait du manque d'homogénéité de déformation au travers de la filière entre le cœur et la périphérie du fil. Comme le matériau possède une texture qui évolue continuellement entre la première et la dernière filière et que cette évolution n'est pas la même entre le cœur et la périphérie du fil, il est fort probable que

173

les répartitions des lignes d'écoulement du métal entre la première et la dernière filière soient très différentes.

Pour améliorer la tréfilabilité, il serait sans doute important d'adapter le profil (taux de réduction et angles) de chacune des filières afin d'obtenir la déformation la plus homogène possible.

Toujours pour augmenter la tréfilabilité, ne pourrait on pas améliorer, si cela est encore possible, le pouvoir lubrifiant des savons et des huiles pour accroître la déformation de surface aux dépens de celle du cœur ?

Dans cette étude, nous avons remarqué qu'il existe plusieurs types de texture cristallographique dans le fil dont le développement est fortement lié aux paramètres de tréfilage qui sont principalement l'angle des filières et dans une moindre mesure le frottement fil / filière.

- Une texture de fibre classique <110> provient de l'effet de traction.

- Une texture de fibre circulaire <110>(110) provient des efforts de cisaillement dans les filières et est observée sous la surface du fil.

- Une texture circulaire <110>(112) est surtout observée en surface des gros fils tréfilés à sec.

La texture circulaire <110>(110) est particulièrement responsable du manque de résistance en torsion des fils, par contre l'autre texture circulaire pourrait, peut être, avoir un effet bénéfique dans la résistance à la torsion.

Des études de texture de torsion montrent que ces deux types de texture réagissent différemment à ce type de sollicitation mécanique et des études complémentaires nous permettraient de mieux évaluer l'effet de ces deux textures sur le comportement en torsion.

Les modélisations de textures que nous avons employées au cours de la déformation bien que balbutiantes actuellement, seront sans doute d'un grand secours pour prévoir le comportement du fil si des résultats expérimentaux suffisants viennent étayer et conforter les hypothèses qui sont faites sur l'écoulement du métal aux travers des filières. Ce travail précise le rôle de certains paramètres et affine la vision du tréfilage que l'on peut avoir. Il reste encore de nombreuses questions en suspens, mais leur nombre va en s'amenuisant avec les différentes recherches qui sont effectuées sur ce procédé.

Les voies de recherche à conforter dans un avenir proche seraient de :

\* préciser plus finement le rôle du frottement sur la texture qui pourrait être appréhendé par l'usure des filières par exemple.

\* de tenter de quantifier, plus que de manière semi quantitative ( comme nous l'avons fait ), la texture et le taux local de déformation. On se heurte pour l'instant à la texture circulaire qui est toujours aussi difficile à mesurer et plus encore à quantifier bien qu'une première approche ait été faite dans cette étude.

\* de rechercher des lignes d'écoulement du métal qui soient aussi proches que possible de la réalité afin de pouvoir appliquer avec succès et profit des méthodes de simulation.

## **REFERENCES**

## **BIBLIOTHECAIRES**
# **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

- [1] P.Colomb, les textures dans les métaux de réseau cubique, Dunod, Paris (1972),
- [2] S. Matthies, H.R. Wenk et G.W. Vinel, J. Appl. Cryst . (1988). 21, 285-304
- [3] H.J. Bunge et R.C. Esling, Quantitative texture analysis, D.G.M, DherüBel (1982)
- [4] R.J. Roe, J. Appl. Phys. (1966). 37, 2069.
- [5] R.O. Williams, J. Appl. Phys, 39 (1968), 4329.
- [6] D. Ruer, Méthode vectorielle d'analyse de la texture, Thèse d'Etat, Université de Metz (1976)
- [7] D. Ruer et R.Baro, J. Appl. Cryst. (1977), 458-464
- [8] A. Vadon, Généralisation et optimisation de la méthode vectorielle d'analyse de la texture, Thèse d'Etat, Metz (1981)
- [9] J.J. Heizmann et C. Laruelle . J. Appl. Cryst. 19 (1986) 467-472
- [10] L.G.Schultz, J.Appl. Phys., 20 (1949), 1030,

[11] J.P.Eberhart, Méthodes physiques d'étude des minireaux et des métaux solides, doin éditeurs, (1976),

- [12] International Tables of X-ray, Diffraction, J.S.Kasper &K.Lonsasle, vol.2, (1959),
- [13] E.Schmid et G.Wasserman, Zeitshr.f.; Techn.; Physik. (1928)106-109.
- [14] E.Schmid et G.Wassermann, Die Naturwissenshaften, (1929)312.
- [15] A.Claassen, Phil; Mag.(7), 9, 57, (1930).
- [16] J.Bradlly Proc. Phys0 Soc. London 47, (1935)879-898.
- [17] K.Weber ,Acta Cryst. B25 (1969), 1174-1178.
- [18] J.M.Carpenter, Rev.Sci.;Instrm. 40 (1969)555-556.
- [19] C.W.Dwiggins, Acta Cryst. A31(1975a)146-148.
- [20] C.W.Dwiggins, Acta Cryst.; A31(1975b)395-396.
- [21] V.F.Sears, J.Appl.Cryst. 17(1984)226-230.
- [22] A.Freda & B.D.Cullity, Trans of the Met.soc.of AIME, 215, 530-535,
- [23] J.Pmardon, Thèse 3<sup>éme</sup> Cycle Univ. Paris XI Orsay (1977).
- [24] G.Linssen, H.D.Mengelberg, H.P.Stuwe, Mettale, Z.Met, 55, H-10(1964)600-604.
- [25] Y.Kanetsuki and Rikuo Ogawa, I.C.O.T.O.M 6, (1981).
- [26] Sugondo, J.A.Szpunar and P.Gangli, Journal of Materials Processing Technology, 16 (1991) 305-321.

- [27] P.F.Willemse, B.P.Naughton et C.A.Verbraak, Mat.; Sci. And .Eng., 56(1982)25-37.
- [28] P.F.Willemse et B.P.Naughton, Mat.Sci. and Thechn., 1(1985)41-44.
- [29] J.Beautemps et M.O.Jacquier, Metaux. Corr.; Indust.607 (1976)83-92.
- [30] M.O.Jacquier, , thèse CNAM , Lyon(1973).
- [31] F.Langouche, E.Aernoudt, et P.Van Houtte, J/Appl. Cryst. 22(1989)533-538.
- [32] M.Francois, J.M.Sprauel, J.L.Lebrun et G.Chalaut, ICOTOM 9, Avignon (Sept.
- [33] T.Montesin et J.J.Heizmann, Memoires et études Scientifiques, Rev. de Mettalurgie
- [34] T. Montesin Thèse d'Université, Metz (1991).
- [35] P.R.Mathur et K.K.Dawson, Trans of the ASME, (1990), 292-297,

[36] Van Houtte, P.Watté, E.Aernoudt, J.Gil Sevillano, I.Lefever and Van Raemdonck, ICOTOM 10 (1994).

- [37] M.Francois , Thèse d'université, ENSAM, (1991).
- [38] T.Montesin & J.J.Heizmann, J.Appl. Crst., 25, 665-673, (1992),

[39] H.R.Wenk ,Preferred orientation in deformed metals and roks, Academic Press, INC, (1985),

- [40] H.P Stuwe, Z.Metllkde (1961)34-44.
- [41] Leber Trans A.S.M53 (1961)697.
- [42] F Monteillet, M.Cohen and J.J.Jonas, Acta.matall . (1984), vol 32, n°.11, pp. 2077-2089.
- [43] T.Montesin, J.J.Heizmann, A.Abdallaoui and J.B.Pelletier, Wire journal (April, 1993),
- [44] Pomb et Limdeberg, Keiser withen Inst, 1930, p.17.
- [45] M. Tomita, T. Tsukamoto, C. Sudo, T. Tsumura, and M. Fujita : "Effects of patenting conditions of cord wire on central brust during drawing process ". Wire Association International, Technichal report, 1994
- [46] I; Ochiai, S. Nishida and H. tashiro : " Effects of metallurgical factors on strengthening of steel tire core ", Wire Association International, Technichal report, 1994
- [47] T. Cahill and B.A.J. James " the effect of patenting variables on the structure and proprietées of patented rod ", Wire and Wire Products, Feb, Mar, and April 1968
- [48] B.Avitzur, Analysis of wire drawing and extrusion through conical dies of large conical angl, Trans. Am. Soc. Mec. Eng. J. Eng ng Ind. (1964).
- [49] F Monteillet, M.Cohen and J.J.Jonas, Acta.matall . (1984), vol 32, n°.11, pp. 2077-2089.

[50] C.Schuman, C.Esling, M.J.Philippe, M.Hergesheimer, M.Jallon and A.Lefort, Texture and Microstructure, 1994, vol 22, pp : 261 - 278.

[51] S.B.Altan, N.Antar and E.Gultekin, journal of Materials Proccessing Technology, 33 (1992), 263-272.

[52] Grewen, Z.Mettallkd, (1961), 34-44.

# <u>ANNEXE</u>

.

1 .



.

٠

.

Figure 1 : FDP (110) du fil cassé après la dernières filière.



Figure 2 : FDP (110) d'un fil de 0.175 mm de diamètre tréfilé dans les conditions industrielles sans casse.



ł



Figure 1 : Résistance au pliage du fil patenté en fonction du durée d'austénitisation.



Figure 2 : Résistance à la traction du fil patenté en fonction du durée d'austénitisation.



Figure 3 : Résistance à la torsion du fil patenté en fonction du durée d'austénitisation.



Figure 4 : allongement à la rupture du fil patenté en fonction du durée d'austénitisation.



Figure 5 : courbes de température du fil au différentes étapes de patentage et à différentes vitesses de défilement.



Figure 1 : FDP (110) du fil  $AS\alpha_3$ 

#### Annexe. 3





### <u>Annexe. 3</u>





# <u>Annexe. 3</u>





### Annexe. 3





## <u>Annexe. 3</u>





	BSαι	$BS\alpha_3$	BSα4	BSα₅	AHα <sub>3</sub>	AHα <sub>5</sub>	$BH\alpha_2$	BHα <sub>4</sub>	BHα <sub>6</sub>
Diamètre (um)	960	960	960	960	350	350	250	250	250
R.T (Mpa)	1981	2005	1945	1980	3310	3250	2700	2750	2600
Pliage	12	12	12	14			56	75	62
A %	4,1	4,2	4.5	4.8			2,5	2,5	2.3

Tableau.1 : Essais mécaniques effectués sur les fils tréfilés avec différents angles de filières.

# <u>Annexe. 4</u>



Figure 1 : Fil de 0.47 mm de diamètre tréfilé sans laiton et sans lubrifiant



Figure 2 : Fil de 0.47 mm de diamètre tréfilé avec laiton et avec lubrifiant

#### Annexe. 4



Figure 3 : Fil de 0.17 mm de diamètre tréfilé sans laiton et sans lubrifiant

### <u>Annexe. 4</u>





# Figure 4 : Fil de 0.17 mm de diamètre tréfilé avec laiton et avec lubrifiant



Figure 5 : courbe forces - allongement du fil de 0.47 mm de diamètre tréfilé sans laiton et sans lubrifiant



Figure 6 : courbe forces - allongement du fil de 0.47 mm de diamètre tréfilé avec laiton et avec lubrifiant

			<u> </u>	FAL	$\overline{\mathbf{A}}$
			{·_ · ↓	···· · · ··· · · · · · · · · · · · · ·	Ŧ
					-1-
·			1		:t=
		<u> </u>	+		
					+
	<u> </u>		+		-
	<u> </u>				F
					<b>†</b> -
		<u> </u>			
		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	<u> </u>		╋
	<u> </u>				-
					+
					-
+			·		
			·~····		+
	i				
					<b>-</b> -
					╋
					-
				<u>`</u>	
	<del></del>				
				<del></del>	⊢
				<u> </u>	
·					_
·· 44					
				·	

Figure 7 : courbe forces - allongement du fil de 0.17 mm de diamètre tréfilé sans laiton et sans lubrifiant

				-			-	F1	~)
							_	17	~/
				· · · ·		-   -   <del>-</del>		1	- /-
						• 17	-	1 :	
						1.		1	1
	· · · ·		<b>.</b> .				- i		1
				•  • •			• ••	- a	<b>n</b> -
								<u> </u>	<u> </u>
					-1.			<u></u>	1
									J
	÷			• • • • • •		- · i ·			<u>+</u>
		<u> </u>			- 1	1		1	<u>.</u>
	<u> </u>							1	L
	<u></u>		∽		÷				÷
	·· ··· ··					-·		+	4
	·	·····						1	
	<u> </u>		÷	N			· · · !	+	
			÷	i ·				- <u>+</u>	<u>←</u> •
								1	<u>+</u>
	<u> </u>			+-`	S	·		-	
					- 4			<u></u>	I
			<u> </u>	+				<u></u>	÷—-
	·							1	
	÷	÷.			<del></del>	nhipe e		+	<u>.                                    </u>
						)		÷	÷
								1	
	÷				- <u>+</u> -		<u></u>	<u> </u>	<u>.</u>
								4	÷
				<u>+</u>					
				· <del>†</del>			<i>- y</i>	·	
								7	
								-7-	
				<u>.</u>				<del></del>	
	•								¢
<u> </u>					<u> </u>		_ <u>`</u>		
									~

Figure 8 : courbe forces - allongement du fil de 0.17 mm de diamètre tréfilé avec laiton et avec lubrifiant

.