

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

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



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

Thèse

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de

Doctorat en Génie Mécanique

Spécialité : Construction Mécanique

Etude et Caractérisation des Fils en Acier Dur Destinés pour la Fabrication des Torons

Présenté par :

Ahmed KISRANE-BOUZIDI

Soutenue publiquement le : 22 / 06 / 2022

Devant le jury composé de :

M. Hachemi BENTEMAM	Professeur	Président	Université de Biskra
M. Mosbah ZIDANI	Professeur	Rapporteur	Université Batna 2
M. Abdelkrim MERZOUGUI	Professeur	Examineur	Université de Biskra
M. Mohamed-Chérif BENOUDIA	Professeur	Examineur	ENSM-Annaba

*A ma mère, A mon père,
A ma cher femme,
A ma petite ange Nihel.
A mon frère et à ma sœur.
A toute ma famille et tous mes proches.*

Ahmed

REMERCEMENT

D'abord, Je tiens à adresser mes plus sincères remerciements à mon directeur de thèse, Pr. Mosbah Zidani, Professeur à l'université Batna 2, pour tous ses enseignements. Ses compétences, jointes à sa disponibilité et à son ouverture d'esprit, ont été un outil essentiel pour le bon déroulement de mon travail de thèse tout au long de ces années. Vous n'avez jamais été avares de partager vos larges connaissances scientifiques et vos précieux conseils. Je vous adresse toute ma reconnaissance.

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à Mr. Hachemi Bentemam, Professeur à l'Université de Biskra, pour avoir accepté d'examiner mon travail. Je suis très honoré qu'il soit président du jury de ma soutenance de thèse. Mes remerciements s'adressent également à Mr. Abdelkrim Merzougui, Professeur à l'université de Biskra, d'avoir accepté d'être examinateur de ma thèse et d'avoir consacré de son temps pour l'évaluation de ce travail. J'exprime ma gratitude ainsi qu'à Mr. Mohamed-Cherif Benoudia, Professeur à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines et Métallurgie d'Annaba (ENSMM), pour avoir accepté de faire partie de mon jury de thèse ainsi pour les efforts d'organisation colossaux qu'il a tous mis en œuvre afin de pouvoir assister à ma soutenance. Vous m'avez fait l'honneur d'examiner mon travail.

J'adresse maintenant mes plus chaleureux remerciements à Dr. Tahar Abid, Directeur d'exploitation à l'entreprise de TREFISOUD, El Eulma-Sétif, pour leur forte implication dans ce projet de thèse et la qualité de leur support technique.

Une partie des résultats qui donnent une valeur ajoutée à cette thèse n'aurait pas été possible sans la collaboration inestimable de Mr. Thierry Baudin, Directeur de recherche au CNRS-Laboratoire SP2M, ICMMO à l'université Paris-Sud et son équipe. Qu'ils trouvent ici l'expression de ma reconnaissance.

J'adresse mes plus vifs remerciements à toutes les personnes qui, d'une manière ou d'une autre, ont contribué à la bonne réussite de mon doctorat : Mes professeurs durant la formation doctorale, les membres du laboratoire LGEM, dont certains étaient plus des amis que des collègues et la liste est encore longue.

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

Pour terminer, ma femme, je voulais te remercier pour ta patience, ton encouragement, ta confiance en moi, et ton support inconditionnel. Merci d'avoir été là et de m'avoir soutenue pendant les moments de doute et de remise en cause. Tu trouves ici ma reconnaissance de ne pas m'avoir passé plus de temps avec toi qu'avec mon manuscrit.

A. Kistrane-Bouzidi

ABSTRACT

The main aim of this work is to study the evolution of the texture in the ferrite phase during plastic deformation by drawing pearlitic steel wires of grade (C82D) intended for manufacture of strand wires, and more generally to undertake a correlation between the microstructure and the behavior of these steel wires under mechanical stress. Wire drawing induces the development of the density of dislocations, the reduction of the interlamellar spacing and the refinement of grains sizes which leads to a strong hardening of the wires. This explains the increase in tensile strength from 1242 MPa to 2618 MPa with higher strain. In addition, the cementite lamellae are turned towards the wire drawing axis and the thickness of the lamellae decreases further when the level of deformation increases, this phenomenon leads to a somewhat fibrous structure. The quantitative analysis of the texture obtained by EBSD data shows the development and reinforcement of a $\langle 110 \rangle$ fiber texture over the entire section of the drawn wire (center and surface). A variety of experimental measurement and characterization techniques have made it possible to carry out this work. These are scanning electron microscopy (SEM/EDX), X-ray diffraction, backscattered electron diffraction (EBSD), tensile and torsion tests and microhardness measurements, some of which have made it possible to correlate the microstructure to the mechanical properties.

Keywords: High-carbon steel, Wire drawing, Strand, Microstructure, Texture, Mechanical properties.

RESUME

Ce travail de thèse a pour objectif principal d'étudier l'évolution de la texture dans la phase de ferrite lors de la déformation plastique par tréfilage des fils en acier perlitique de nuance (C82D) destiné à la fabrication des fils torons, et plus globalement d'entreprendre une corrélation entre la microstructure et le comportement de ces fils d'acier sous sollicitation mécanique. Le tréfilage induit le développement de la densité de dislocations, la réduction de l'espacement interlamellaire et l'affinement de la taille des grains ce qui conduit à un durcissement important des fils. Cela explique l'augmentation de la résistance à la traction de 1242 MPa à 2618 MPa avec une déformation plus élevée. De plus, les lamelles de cémentite sont tournées vers l'axe de tréfilage et l'épaisseur des lamelles diminue encore lorsque le niveau de déformation augmente, ce phénomène conduit à une structure peu fibreuse. L'analyse quantitative de la texture obtenue par les données EBSD montre le développement et le renforcement d'une texture de fibre $\langle 110 \rangle$ sur toute la section du fil tréfilé (centre et bord). Une variété des techniques expérimentales de mesure et de caractérisation a permis de mener à bien ce travail. Il s'agit de la microscopie électronique à balayage (MEB/EDX), la diffraction des rayons X, la diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD), essais de traction et de torsion et des mesures de la microdureté, dont certaines ont permis de corrélérer la microstructure aux propriétés mécaniques.

Mots-clés: Acier dur, Tréfilage, Toron, Microstructure, Texture, Propriétés mécaniques.

الملخص

الهدف الرئيسي من هذه الأطروحة هو دراسة تطور النسيج البلوري لأسلاك من الفولاذ الصلب مخصصة لتصنيع أسلاك الجداول اعتمادا على التغيرات الطارئة عليها أثناء عملية القلذ، مما يسمح بإجراء علاقة ارتباط بين البنية المجهرية والسلوك الميكانيكي لهذه الاسلاك. يؤدي قلد الأسلاك إلى زيادة كثافة الاضطرابات، تقليل التباعد بين الخلايا وصقل حجم الحبيبات مما يؤدي إلى تصلب قوي للأسلاك. وهذا ما يفسر زيادة مقاومة الشد من 1242MPa إلى 2618MPa مع زيادة نسبة الإجهاد. بالإضافة إلى ذلك، لا حضا استطالة وتوجه صفائح السمنتيت نحو اتجاه محور الشد وزيادة سماكة الصفائح أكثر فأكثر بزيادة مستوى التشوه. هذه التغيرات تؤدي إلى تطور الهيكل الليفي في البنية. يُظهر التحليل الكمي للنسيج البلوري الذي تم الحصول عليه بواسطة بيانات EBSD تطوير وتعزيز النسيج الليفي $\langle 110 \rangle$ في كافة بنية الاسلاك (المركز والحافة). الوسائل والتقنيات المستعملة لتحقيق هذه الدراسة هي: الفحص المجهر الإلكتروني (SEM / EDX)، حيود الأشعة السينية (DRX)، حيود الإلكترونات المرتدة (EBSD)، اختبارات الشد والالتواء وقياسات الصلادة.

الكلمات المفتاحية: الفولاذ الصلب، القلذ، أسلاك الجداول، البنية المجهرية، النسيج البلوري، الخصائص الميكانيكية.

TABLE DES MATIERES

Table des matières	i
Liste des figures	v
Liste des tableaux	ix
Introduction générale et contexte de l'étude	1
 Chapitre I : Revue Bibliographique	
1. Acier Perlitique	5
1.1 Le fer pur	5
1.2 Fer au carbone	6
1.3 Acier perlitique	10
1.5 Microstructure de la perlite	11
1.6 Espacement interlamellaire	11
2. Tréfilage Mécanique	13
2.1 Procédé de tréfilage des aciers	13
2.1.1 Tréfilage à sec	15
2.1.2 Tréfilage humide	16
2.2 Machine à tréfiler	17
2.2.1 Machine simple (mono-passe)	17
2.2.2 Machine multiples (Multi-passes)	18
2.3 Contact fil/cabestan	19
2.4 Contact fil/filière	20
2.5 Le lubrifiant	22
2.5.1 Composition d'un lubrifiant	23
2.5.2 Régime de Lubrification : Courbe de Stribeck	23
2.5.2.1 Le régime limite	24
2.5.2.2 Le régime hydrodynamique	24
2.5.2.3 Le régime mixte	25
2.5.3 Différentes catégories de lubrifiant	25
2.5.4 Les savons	26

2.6	Contraints et efforts de tréfilage	27
2.7	Angle du cône de travail α	32
2.8	Traitements de surface préalables au tréfilage	33
2.8.1	Décalaminage mécanique	34
2.8.2	Décapage chimique	35
2.8.3	Revêtements de surface	35
2.9	Traitement Thermique Après Tréfilage	35
3.	Déformation Plastique et Texture Cristallographique	37
3.1	Mécanismes de la déformation plastique	37
3.2	Evolution microstructurale lors de la déformation	38
3.3	Texture cristallographique.	39
3.4	Macro- et microtexture	40
3.5	Description de la texture dans des matériaux polycristallins	40
3.6	Représentations des orientations cristallographiques	42
3.6.1	Angle d'Euler	42
3.6.2	Indice de Miller	43
3.7	Représentation de la texture cristallographique	44
3.7.1	Figure de pôles directe (PF)	44
3.7.2	Figure de pôles inverse (IPF)	46
3.7.3	Fonction de distribution des orientations cristallines (FDOC)	47
3.7.3.1	Détermination de la FDOC	49
3.8	Texture de déformation	49
3.8.1	Texture de laminage	50
3.8.2	Texture de tréfilage	51

Chapitre II : Matériaux et Techniques Expérimentales

1.	Matériau Etudie	55
1.1	Acier étudié	55
1.2	Nuance de l'acier	56
1.3	Composition chimique de l'acier	56
1.4	Tréfilage de l'acier	56
1.5	Prélèvement et Préparation métallographique des échantillons	57
1.5.1	Découpage et enrobage	57

1.5.2 Polissage Mécanique	58
1.5.3 Polissage électrolytique pour l'analyse EBSD	59
2. Techniques Expérimentales	60
2.1 Caractérisation de la microstructure	60
2.1.1 Microscope électronique à balayage MEB	60
2.1.2 Diffraction des rayons X	61
2.2 Caractérisation de la texture cristallographique	63
2.2.1 EBSD (Electron Back Scattered Diffraction)	63
2.2.1.1 Principe de l'EBSD	63
2.2.2 Kernel Average Misorientation (KAM)	65
2.2.3 Grain orientation spread (GOS)	65
2.3 Caractérisation du Comportement Mécanique	66
2.3.1 Essai de traction	66
2.3.2 Microdureté Vickers	67
2.3.3 Essai de torsion.	68

Chapitre III : Résultats et Discussion

1. Evolution Microstructurale	70
1.1 Observation au microscope électronique à balayage MEB	70
1.1.1 Etat initiale (fil machine)	70
1.1.2 Etat finale (fil tréfilé)	70
1.2 Analyse de la taille de grain par EBSD	72
1.3 Diffraction des rayons X	73
2. Evolution Texturale	79
2.1 Figure de pôles inverse (IPF)	79
2.2 Figure de pôles directe (PF)	81
2.3 Fonction de distribution des orientations cristallines (FDOC)	82
2.4 Kernel Average Misorientation (KAM)	84
2.5 Grain orientation spread (GOS)	86
3. Comportement Mécanique	88
3.1 Traction	88
3.2 Microdureté	89
3.3 Torsion	91

Conclusion générale et perspectives	92
Références bibliographiques	95
ANNEXES	105
ANNEX A. Figure de pôles directes (PF) {100} et {111}	106
ANNEX B. Cartographies EBSD en 'IPF+IQ' des fils machine	107
ANNEX C. Cartographies EBSD en 'band contraste' des fils machine	108
ANNEX D. Morphologie des joints de grains des fils machine	109

LISTE DES FIGURES

Chapitre I : Revue Bibliographique

Figure I.1- Structure des mailles cristallines du fer pur. a) Cubique à faces centrées, b) Cubique centrée	5
Figure I.2- Diagramme binaire Fe-C	7
Figure I.3- Microstructure de l'acier eutectoïde (0,76% C)	8
Figure I.4- Microstructure de l'acier hypoeutectoïde (0,6% C)	8
Figure I.5- Microstructure de l'acier hypereutectoïde (0,91%C)	8
Figure I.6- Diagramme Fe-C et Diagramme TRC	9
Figure I.7- a) Image MEB en électrons secondaires de colonies perlitiques (ferrite en noir et cémentite en clair). b) illustration de la colonie perlitique et définition des dimensions caractéristiques de la perlite (λ : distance interlamellaire ; T : largeur d'une lamelle de cémentite)	10
Figure I.8- Représentation schématique des espacements interlamellaire vrai et apparent de la microstructure perlitique	11
Figure I.9- a) Principe de tréfilage en 3D. b) Chaîne de production de tréfilage en 3D .	13
Figure I.10- Schéma d'une passe de tréfilage	15
Figure I.11- Schéma Explicatif du tréfilage sec	16
Figure I.12- Schéma Explicatif du tréfilage humide.	16
Figure I.13- Représentation schématique de principe d'une tréfileuse mono-passe . .	17
Figure I.14- Représentation schématique de principe d'une tréfileuse multi-passes . .	18
Figure I.15- Images d'une chaîne de production réelle d'une tréfileuse multi-passes .	18
Figure I.16- Schéma du passage du fil sur un cabestan entre deux filières. Soient T_e la tension du fil avant le cabestan et T_s la tension en sortie du cabestan ($T_e > T_s$)	20
Figure I.17- Coupe d'une filière de tréfilage	20
Figure I.18- Vue en coupe d'une filière permettant de définir les différentes zones de l'outil d'après	21
Figure I.19- Représentation schématique des différents régimes de lubrification sur une courbe de Stribeck	24
Figure I.20- Analyse mécanique du contact fil/filière selon Avitzur.	28

Figure I.21- Optimisation des conditions de tréfilage. L'évolution de (σ_f/σ_0) en fonction de l'angle de filière pour différents taux de réduction avec un coefficient de frottement m de 0,03	30
Figure I.22- Effort de tréfilage et type d'écoulement en fonction de l'angle de travail	32
Figure I.23- Composition chimique de la calamine de l'acier	34
Figure I.24- Systèmes de glissement de différentes structures. a) cubique faces centrées (CFC), b) Hexagonal compacte (HC), c) cubique centré (CC)	37
Figure I.25- Représentation schématique de la microstructure de déformation : (a) pour des déformations faibles à moyennes, (b) pour des déformations importantes	39
Figure I.26- Relation entre la texture globale (macrotecture) et la texture locale (micro-texture), associée à une cartographie d'orientation OIM obtenue par EBSD	40
Figure I.27- Représentation schématique de deux repères liés à l'échantillon et au cristallite dans le cas d'une structure cubique. a) Tôle laminée b) Fil tréfilé	41
Figure I.28- Représentation de l'orientation cristallographique par les angles d'Euler formalisme de Bunge $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$	43
Figure I.29- Construction d'une figure de pôles $\{100\}$, a) pour une orientation quelconque et b) pour une orientation Cube $\{001\} \langle 100 \rangle$. À gauche : méthode de construction ; à droite : figures de pôles obtenues	45
Figure I.30- Figures de pôles $\{100\}$ et $\{110\}$ d'un matériau de symétrie cubique (A1 : Direction radiale RD , A2 : direction transversale DT)	46
Figure I.31- IPF Triangle d'orientation cristallin illustrant l'utilisation de couleurs dans les cartes d'orientation pour désigner les directions cristallines	47
Figure I.32- Fonction des distributions des orientations cristallines (FDOC) en coupes à φ_2 constant d'un fil machine d'un acier perlitique	48
Figure I.33- a) représentation schématique en 3D des composantes principales de texture rencontrées dans les matériaux c.c laminés dans l'espace des angles d'Euler, b) Position de la texture idéale dans la coupe $\varphi_2 = 45^\circ$	50
Figure I.34- a) Représentation schématique en 3D de position de fibres principales α et β de la texture de laminage dans les matériaux c.f.c dans l'espace des angles d'Euler. b) Position de la texture idéale dans la coupe $\varphi_2 = 45^\circ$	51
Figure I.35- a) ODF en coupes à $\varphi_2 = 45^\circ$ constant d'un fil en acier perlitique tréfilé à $\varepsilon=52.81\%$. b) Position de la texture idéale dans la coupe $\varphi_2 = 45^\circ$	52

Figure I.36- a) ODF en coupes à $\varphi_2 = 45^\circ$ constant d'un fil en cuivre tréfilé à $\varepsilon=90.58\%$.
b) Position de la texture idéale dans la coupe $\varphi_2 = 45^\circ$ 53

Chapitre II : Matériaux et Techniques Expérimentales

Figure II.1- Bobine de fil machine 55
Figure II.2- Schéma explicatif de la gamme de tréfilage du fil tréfilé $df=4.03\text{mm}$ 57
Figure II.3- Attaque chimique avec le picral 4% de l'échantillon enrobé 58
Figure II.4- Schéma du dispositif de Polissage électrolytique 59
Figure II.5- Schéma d'émissions électroniques dues aux interactions électrons-matériau métallique 60
Figure II.6- Principe de diffraction des rayons X par un cristal. a) Schéma de diffraction des rayons X par une famille de plans réticulaires (hkl) illustrant la loi de Bragg. b) Indexation des pics d'un diffractogramme 62
Figure II.7- Diffractomètre D8 ADVANCE 62
Figure II.8- Principe de formation de diagrammes Kikuchi par la technique EBSD . . . 64
Figure II.9- Microscope électronique SEM-EBSD Zeiss 940 équipé d'un caméra EBSD . 64
Figure II.10- Représentation du KAM, suivant le nombre de voisins choisi, en fonction du type de grille de la cartographie EBSD 65
Figure II.11- Machine de traction de type Zwick Roell Z250 67

Chapitre III : Résultats et Discussion

Figure III.1- Micrographie SEM de la section longitudinale de fil machine 70
Figure III.2- Micrographies SEM de la section longitudinale des fils tréfilés. a) $\varepsilon=41.1\%$ et b) $\varepsilon=63.36\%$ 71
Figure III.3 Cartographies de microstructure construites par OIM des fils d'acier (fil machine et fils tréfilés) dans les deux régions 73
Figure III.4 distributions des tailles de grains en diamètres, calculées par EBSD des fils d'acier (fil machine et fils tréfilés) 74
Figure III.5- Spectres de diffraction des rayons X des trois fils. A) $\varepsilon= 0\%$, b) $\varepsilon=41.1\%$ et c) $\varepsilon=63.36\%$ 76
Figure III.6- Superposition de chaque pic des spectres de diffraction des rayons X des trois fils 78

Figure III.7- Cartographies de coloration EBSD en figure du pôle inverse IPF des fils d'acier (fil machine et fils tréfilés) dans les deux régions	80
Figure III.8- Figure de pôles inverse {110} des fils en acier à taux de déformation différent : a) $\varepsilon=0\%$, b) $\varepsilon=44.1\%$, c) $\varepsilon=63.36\%$	82
Figure III.9- FDOC en coupes à $\varphi_2 = 90^\circ$ des fils à taux de déformation différent : a) $\varepsilon=0\%$, b) $\varepsilon=44.1\%$, c) $\varepsilon=63.36\%$, d) Positions des orientations idéales de la texture	83
Figure III.10- Intensité de la texture de fibre <110> des fils en fonction de la déformation	84
Figure III.11- Courbe d'évolution du KAM de deux régions (centre et bord) des fils tréfilés	85
Figure III.12- Cartographies de Grain Orientation Spread (GOS) (a-b) et la distribution de GOS (fraction surfacique) en fonction de la déformation. c) Fil machine $\varepsilon = 0.00$, d) Fil tréfilé $\varepsilon = 2.1$. Les valeurs de code couleur sont situées sur le côté droit en bas de chaque carte	86
Figure III.13- Courbes de traction conventionnelles des fils en acier	88
Figure III.14- Evolution des propriétés mécaniques au cours de déformation	89
Figure III.15- Courbe d'évolution de la microdureté Vickers en fonction du taux de déformation	90
Figure III.16- Courbe d'évolution de nombre de torsion à la rupture en fonction du taux de déformation	91

LISTE DES TABLEAUX

Chapitre I : Revue Bibliographique

Tableau I.1- Rayon des sites interstitiels octaédriques des deux phases du fer et des éléments pouvant occuper ces mêmes sites	6
Tableau I.2- Duretés des oxydes mesurées à l'ambiante	34
Tableau I.3- Les systèmes de maillage pour différentes structures.	38
Tableau I.4- Correspondances entre les différents angles d'Euler usuels	42
Tableau I.5- Association de couleurs dans un MO d'un matériau cristallin cubique . .	47
Tableau I.6- Fibres de texture dans les matériaux c.f.c et c.c	51

Chapitre II : Matériaux et Techniques Expérimentales

Tableau II.1- Équivalence du SWRH82B en fonction des normes et des pays	56
Tableau II.2- Composition chimique de l'acier étudié (composition massique %) . . .	56
Tableau II.3- Information sur les échantillons utilisés dans cette étude	57

Introduction Générale & Contexte de L'étude

Les fils d'acier perlitique tréfilés à froid de compositions eutectoïdes ou hyper-eutectoïde ont été largement étudiés en tant que sujet d'un nombre considérable de recherches scientifiques au cours des dernières décennies en raison de leur combinaison unique de résistance très élevée à la torsion et à la flexion, de ductilité raisonnable et de niveau acceptable de ténacité [1]-[5]. À cause de leur excellent rapport performances-fiabilité-prix, Aujourd'hui ils sont largement utilisés pour de nombreuses applications critiques notamment les torons, les câbles de pont suspendu, les câbles de pneus automobiles, les ressorts d'ingénierie, les rails de chemin de fer et de nombreuses autres industries [6]-[9].

Les câbles torons métalliques pour les constructions en béton précontraint aussi bien en prétension sont mis en forme par le procédé de tréfilage de fils d'acier à haute teneur en carbone. Ces fils unitaires, sont réalisés par des opérations successives de réduction de diamètre à partir d'un fil initial de 11 mm issu de laminage à chaud. L'opération de tréfilage est l'une des techniques les plus fréquemment appliquées dans l'industrie de fabrication de fils [10]. Cette opération a pour but, d'une part, d'amener le fil à son diamètre final, d'autre part, de l'écrourir et lui conférer une très haute limite d'élasticité et résistance mécanique pouvant atteindre plus de 7 GPa. Ces fils fins, à très haute résistance mécanique, sont ensuite assemblés hélicoïdalement par retordage autour de l'âme sous forme de torons plus ou moins complexes en fonction du nombre de fils unitaires qui les constituent. Cette structure assez spéciale permet au toron de reprendre les charges malgré la rupture d'un ou plusieurs fils [8],[11],[12].

En effet, au cours de leur mise en forme par tréfilage, la microstructure et les propriétés mécanique du fil d'acier sont fortement modifiées. La résistance mécanique augmente et la ductilité diminue en conséquence d'évolutions complexes de la microstructure jusqu'à l'échelle atomique. De nombreux auteurs ont tenté de comprendre le lien entre les évolutions microstructurales et les propriétés mécaniques des fils. Embury et Fisher [13] ont été les premiers qui ont proposé que la résistance des fils a suivi la relation de Hall-Petch

qui suggère que cette dernière peut être augmentée en réduisant l'espacement interlamellaire et en augmentant la déformation, cet étude a été mise en évidence ultérieurement par d'autres chercheurs comme Zelin et al. [14] et Yang et al. [15]. L'ensemble de ces études s'accorde sur l'apparition, au cours du tréfilage, de plusieurs mécanismes de renforcement d'origine microstructurale. Les plus cités sont l'orientation des lamelles de perlite vers l'axe de tréfilage, la réduction des distances interlamellaire, l'augmentation de la densité de dislocations au sein des lamelles de ferrite ou aux interfaces comme il a été indiqué par Nam [16] et Toribio [17], Aussi, de nombreuses auteurs à l'image de Kumar et al. [18], Zhang et al. [19], Guo et al. [20], Fang et al. [21], Kisrane-Bouzidi et al. [22], Nebbar et al. [23], qui ont été observé que le tréfilage à froid provoque le développement et le renforcement d'une texture fibreuse, en particulier la texture $\langle 110 \rangle$, cette fibre s'est développée et s'est intensifiée à plus forte déformation.

Dans ce cadre, l'objectif général de ce travail de thèse, effectué en collaboration scientifique avec l'entreprise nationale de tréfilage et fabrication des produits de soudage Tréfisoud-SPA, est d'entreprendre une étude caractéristique des fils en acier dur perlitique à haute résistance de nuance C82D destiné à la fabrication des fils torons afin d'obtenir des produits de qualité, répondant aux exigences en vigueur et de contribuer à une définition plus fine des évolutions microstructurales et texturales à l'origine des modifications de propriétés mécaniques des fils, apparaissant à la fois au cours de la déformation plastique par tréfilage.

L'enjeu scientifique était alors de mettre en évidence la corrélation entre la microstructure et les propriétés mécaniques des fils d'acier perlitique pendant le tréfilage et de déterminer les paramètres clés qui favorisent la formation de fibres $\langle 110 \rangle$ de la phase ferritique α , textures recherchées au niveau industriel pour accéder à des fils de bonnes propriétés mécaniques. Pour cela il a été nécessaire de mettre en place une approche originale reposant sur la multiplication de techniques de caractérisation telles que la microscopie électronique à balayage (MEB), la diffraction des rayons X, l'analyse par la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD), les mesures de la microdureté Vickers et les essais de traction.

Ce manuscrit est développé sur trois chapitres. Le chapitre I, expose une étude bibliographique sur les aciers perlitique en générale. Le tréfilage mécanique de l'acier au carbone, l'étude des paramètres globaux de ce procédé de mise en forme et également l'état de l'art sur la déformation plastique et le développement de la texture au cours de tréfilage.

Le deuxième chapitre est consacré à une description plus détaillée du matériau de l'étude. Les différentes techniques expérimentales mises en œuvre au cours de ces travaux de recherches sont exposées, le principe de chaque technique expérimentale utilisée ainsi que la méthodologie de mesure correspondante.

Le chapitre III est consacré à la présentation de l'ensemble des résultats obtenus et leurs interprétations. Dans cette partie nous avons décrit l'évolution microstructurale et texturale d'un fil d'acier à haute résistance destiné à la fabrication des torons. Ainsi que l'influence de la déformation à froid par tréfilage sur le comportement mécanique de ces fils.

CHAPITRE I

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

Ce premier chapitre de thèse a pour objet de présenter une revue bibliographique concernant les fils d'acier perlitique fortement tréfilé destinés à la fabrication des torons des câbles métalliques. Après les présentations successives de la microstructure des aciers perlitiques initiale et ses caractéristiques dans la première partie, les paramètres globaux du procédé industriel de mise en forme par déformation plastique à froid et particulièrement le procédé de tréfilage seront décrits dans la deuxième partie, Enfin, la dernière partie de ce chapitre abordera l'état de l'art sur la déformation plastique et l'évolution de la texture cristallographique de déformation au cours du tréfilage.

1. ACIER PERLITIQUE

1.1 Le fer pur

Le fer est un métal dont la structure, à l'état pur présente deux structures cristallographiques différentes (Figure I.1). La première, cubique centrée (CC), caractérise le fer alpha (α) qui est stable du zéro absolu jusqu'à 912°C et le fer delta (δ) qui est stable entre 1394°C et le point de fusion du fer pur, 1538°C. L'autre structure cristallographique, cubique faces centrées (CFC), caractérise le fer gamma (γ) qui est stable entre le fer alpha et delta, c'est à dire de 912°C jusqu'à 1394°C. structure cristallographique a un atome à chacun des huit sommets et un atome au centre de chacun des six faces. En revanche, La structure cubique centrées (CC) a un atome au centre du cube au lieu de dans les faces (Figure I.1). Les différentes structures cristallines du fer sont relatives au réarrangement des atomes dans le cristal afin de minimiser l'énergie totale [24]-[26].

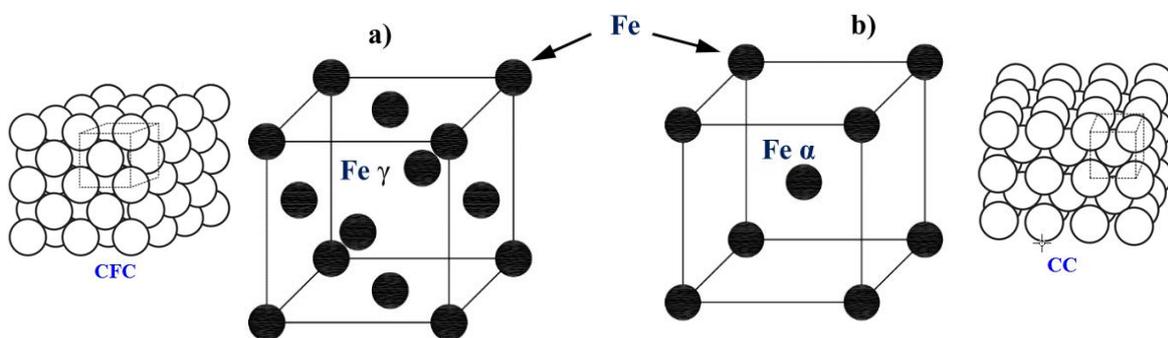


Figure I.1- Structure des mailles cristallines du fer pur. a) Cubique à faces centrées, b) Cubique centrée [26],[27].

Dans la structure c.f.c, le nombre d'atome par maille est plus important : 4 atomes par maille contre 2 pour la structure cubique centrée. Les paramètres de mailles de la ferrite et de l'austénite sont différents. Il vaut 0,286 nm à 20°C pour $Fe\alpha$ et 0,358 nm à 912 °C pour $Fe\gamma$. Les volumes spécifiques des deux mailles restent relativement proches, mais

une légère contraction volumique de 1,03% accompagne le passage de la phase ferritique à la phase austénitique [27],[28]. De plus, chacune de ces phases possède des sites interstitiels que seuls les atomes de faibles rayons peuvent occuper. Compte tenu du rayon des atomes métalliques, seul les atomes H, O, N, C et B peuvent se placer en position interstitielle. Les valeurs des rayons des sites octaédriques de chacune des phases, ainsi que les rayons atomiques de ces cinq éléments, sont présentés sur le Tableau 1.1 [29].

Tableau I.1- Rayon des sites interstitiels octaédriques des deux phases du fer et des éléments pouvant occuper ces mêmes sites [29].

élément	rayon atomique (nm)
H	0,03
O	0,066
N	0,071
C	0,077
B	0,087

structure	rayon du site octaédrique (nm)
Fe γ	0,053
Fe α	0,019

1.2 Fer au Carbone

L'acier est un alliage de fer et de carbone dont la teneur en carbone est inférieure à 2.1%. Cette teneur limite vient de la limite de solubilité du carbone, à haute température, dans le fer γ .

Quand on ajoute du carbone dans le fer, les atomes de carbone se mettent en position d'insertion dans le fer α ou γ . On observe alors une grande différence de solubilité du carbone dans chacune de ces phases : elle est extrêmement faible dans le fer α (environ 0,02% à 727°C) alors qu'elle est notable dans le fer γ (environ 2,1% à 1145°C) [30]. Une augmentation du taux de carbone permettra d'améliorer entre autres la dureté, la résistance à la rupture ainsi qu'à l'usure. En contrepartie, il diminue la ductilité et la résilience de l'acier. La Figure 1.2 montre le diagramme binaire Fe-C.

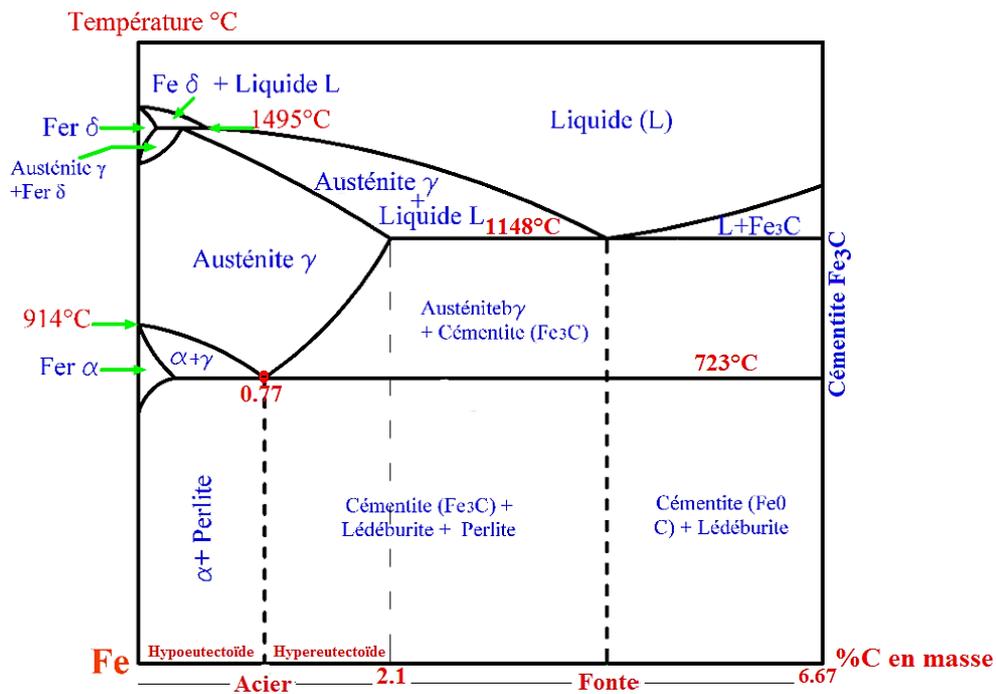


Figure I.2- Diagramme binaire Fe-C

A la lecture du diagramme de la Figure I.2, il apparaît que pour une concentration précise de carbone dans l'acier, à savoir 0,77 % massique, le passage de la phase ($\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$) à la phase austénitique γ se produit de manière isotherme. Il s'agit alors d'une transformation eutectoïde. Les domaines de transformations traversés pour des teneurs inférieure et supérieure à 0,77% sont alors différents [29]. La convention suivante a été adoptée :

- Les aciers eutectoïdes : ont une teneur en carbone voisine de 0,77 % de structure entièrement perlitique (Figure I.3) ;
- Les aciers hypoeutectoïdes : ont une teneur en carbone inférieure à 0,77 % de structure ferrito-perlitique (Figure I.4) ;
- Les aciers hypereutectoïdes : ont une teneur en carbone supérieur à 0,77 % et une structure de perlite et de cémentite primaire (Figure I.5).

Les alliages auxquels nous nous sommes intéressés lors de cette étude ont une teneur en carbone avoisinant les 0,89%. Il s'agit donc d'aciers de type hypereutectoïde.

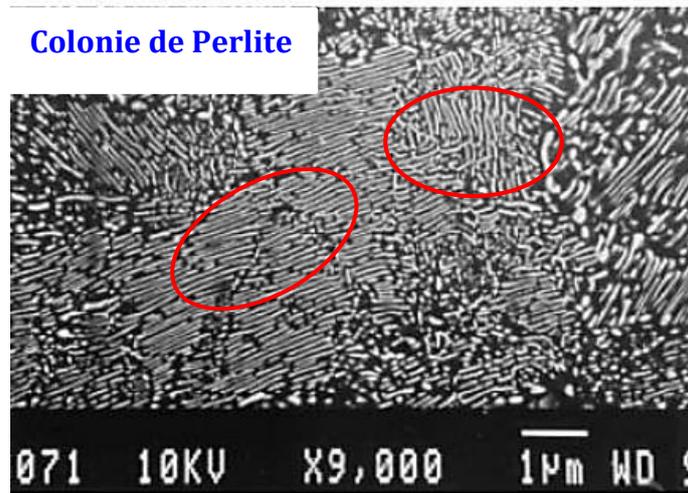


Figure I.3- Microstructure de l'acier eutectoïde (0,76% C) [31].

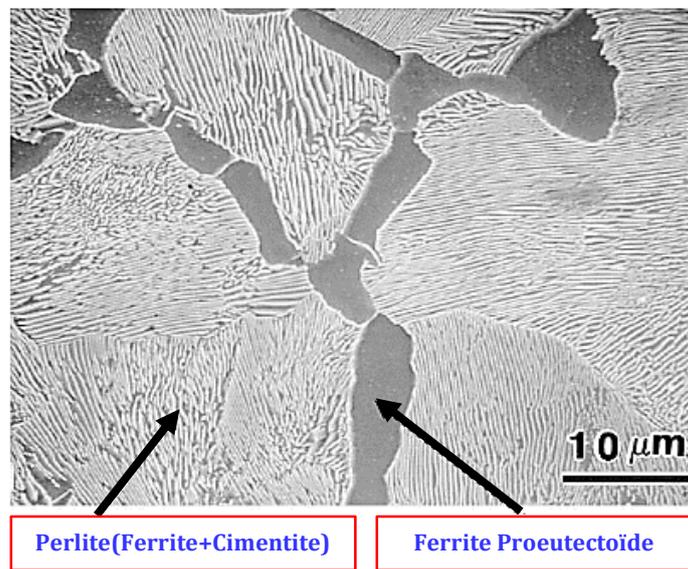


Figure I.4- Microstructure de l'acier hypoeutectoïde (0,6% C) [32].

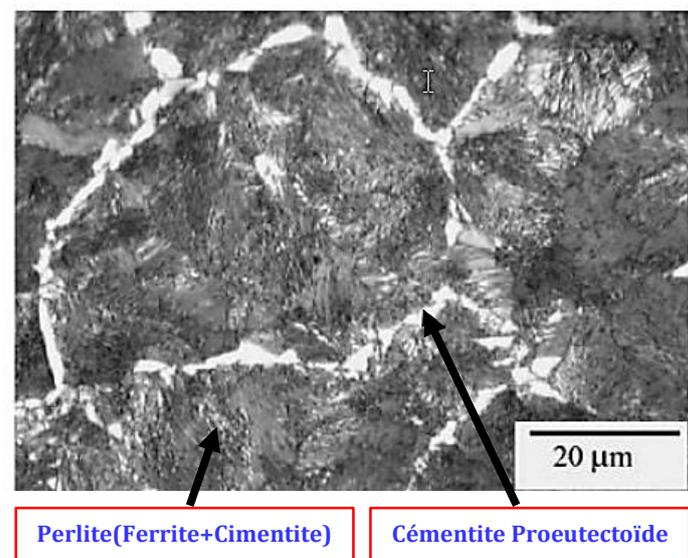


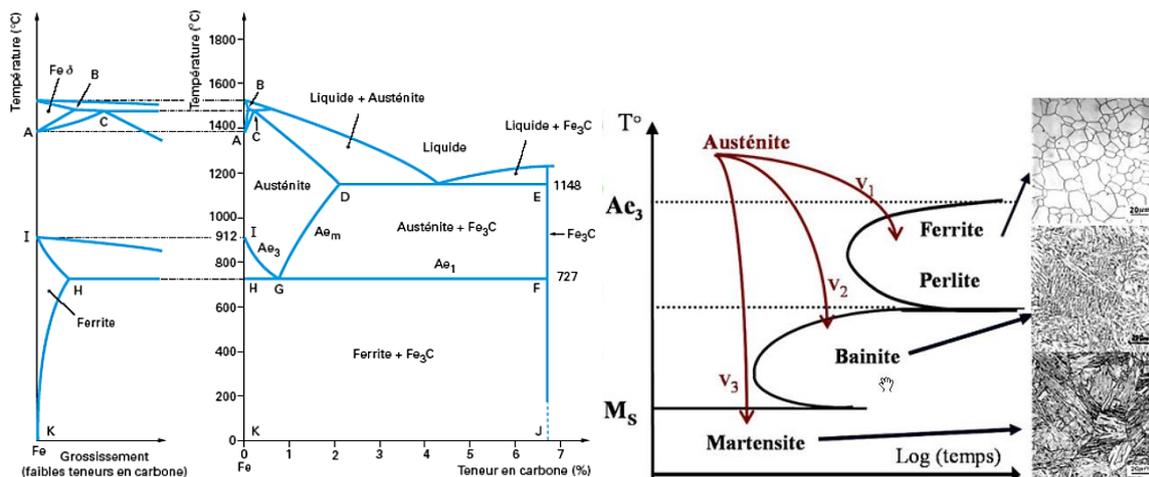
Figure I.5- Microstructure de l'acier hypereutectoïde (0,91% C) [4].

À l'état solide, les transformations de phases dans les aciers se font de deux manières différentes, diffusionnelle et displacive. Car, au cours du refroidissement, l'austénite n'est plus stable.

Ainsi, la nature de transformations des phases est déterminée par la modification des vitesses de refroidissement (Figure I.6) :

- Si la vitesse de refroidissement est faible (inférieure à 1°C/s), on se trouve dans un état proche de l'équilibre. La diffusion du carbone est alors possible. Le refroidissement de la phase austénitique va conduire à la formation d'un mélange de fer α et de cémentite Fe_3C (Structure ferrito-perlitique).
- Si la vitesse de refroidissement est rapide (supérieure à 80°C/s), le carbone ne peut pas diffuser et se retrouve alors piégé dans la maille. La transformation se produit hors équilibre et conduit à la formation d'une phase métastable obtenue par trempe : la martensite.
- Pour des vitesses de refroidissement intermédiaires (entre 1°C/s et 80°C/s), des structures bainitiques sont observées. Il s'agit d'agrégats formés de plaquettes de ferrite saturées en carbone et de cémentite [33].

La structure ferrito-perlitique va nous intéresser plus particulièrement au cours de cette étude.



1.3 Acier perlitique

La décomposition de l'austénite au point eutectoïde, à 0,77% en masse de carbone Lors d'un refroidissement lent entraîne la formation d'une alternance de lamelles de ferrite ($Fe\alpha$) et de cémentite (Fe_3C) (Figure 1.7). Cette structure perlitique contient 89% en masse de ferrite et 11% en masse de cémentite [36].

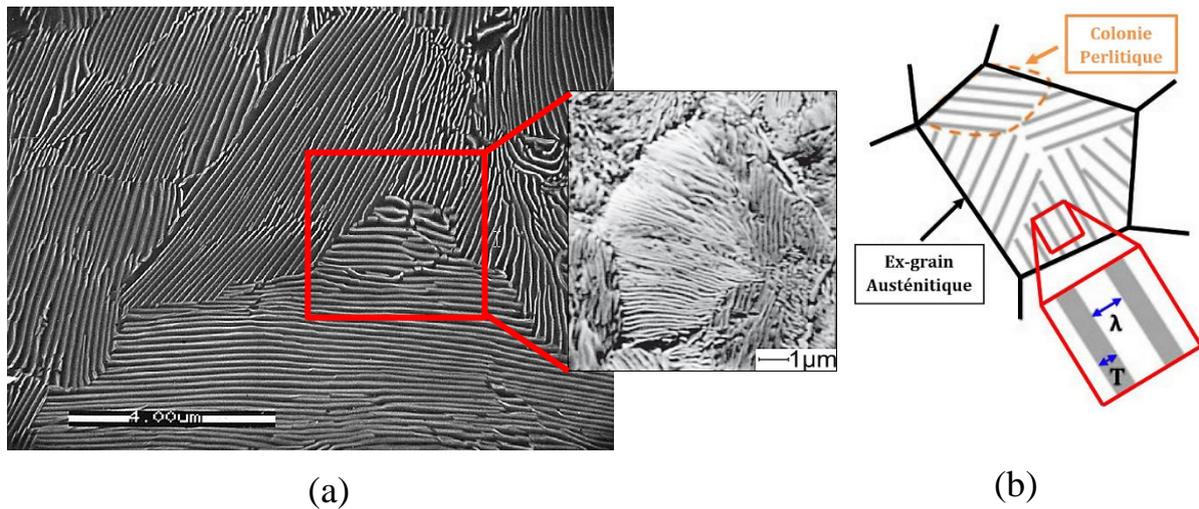


Figure 1.7- a) Image MEB en électrons secondaires de colonies perlites (ferrite en noir et cémentite en clair). b) illustration de la colonie perlite et définition des dimensions caractéristiques de la perlite (λ : distance interlamellaire ; T : largeur d'une lamelle de cémentite) [26],[37].

Par ajout d'éléments d'alliage favorisant l'une ou l'autre des phases, il est possible d'obtenir des aciers majoritairement perlitiques pour des teneurs en carbone s'écartant légèrement de la composition eutectoïde d'équilibre[38].

La structure lamellaire se développe sous forme de colonies selon la théorie de la germination-croissance à partir des joints de grains austénitiques. Des germes de cémentite se forment le long du joint déclenchant ainsi la germination de ferrite dans les zones appauvries en carbone. La croissance simultanée des deux phases nécessite alors la redistribution du carbone en avant du front de croissance de la perlite. L'orientation des lamelles est la même au sein d'une colonie mais varie d'une colonie à l'autre comme illustré sur la Micrographie 1.7a [39].

1.5 Microstructure de la perlite

La microstructure perlitique est complexe, les colonies perlitiques sont issues des anciens grains d'austénite et la taille de ces colonies dépend des conditions de refroidissement de l'austénite, la taille des nodules perlitiques [40], l'espacement interlamellaire [40]-[42], et la fraction volumique de cémentite et sa morphologie [43],[44].

On distingue en général la perlite fine et la perlite grossière que l'on différencie par l'espace interlamellaire allant d'environ 100nm pour la fine à plus de 500 nm pour la grossière [36].

1.6 Espacement Interlamellaire

L'espacement interlamellaire de perlite est un paramètre important de microstructure des propriétés mécaniques des acier perlitiques.

Cette espacement (e.i.) λ_p est définie comme une distance qui sépare deux lamelles d'une même phase constitutive de la perlite (Figure I.8). A une échelle intermédiaire (de l'ordre du micromètre), la structure perlitique est périodique, de période λ_p . L'e.i. est en fonction de la vitesse de refroidissement (V_c) et de la composition de l'acier, lors de la transformation perlitique [45].

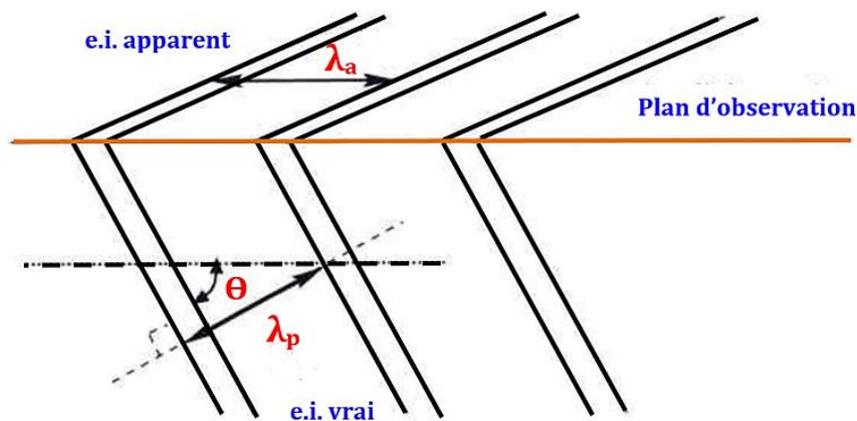


Figure I.8- Représentation schématique des espacements interlamellaire vrai et apparent de la microstructure perlitique [46]

On différencie l'e.i. vrai λ_p (distance minimale moyenne entre les plans des lamelles), de l'e.i. apparent λ_a (Figure I.8), qui est le résultat de l'intersection des lamelles avec le plan d'observation de l'échantillon. Localement, les deux mesures sont liées selon la relation (1) :

$$\lambda_a = \frac{\lambda_p}{\sin(\theta)} \quad (1)$$

En moyenne, l'espacement interlamellaire apparent λ_a est lié à l'espacement interlamellaire vrai λ_p (moyen) par la relation (2)^[47] :

$$\lambda_p = \frac{\pi}{4} \lambda_a \quad (2)$$

Les fluctuations locales de température et de composition peuvent générer une large distribution d'espacement interlamellaire dans un même échantillon de perlite (ou dans une même colonie) ^[45]. Lors d'un tréfilage intense, l'e.i. peut être réduite d'une centaine de nanomètres à moins de 10 nm, faisant de la perlite tréfilée un nanomatériau. On comprend qu'à cette échelle l'e.i. est déterminant dans les mécanismes de déformation susceptibles d'avoir lieu ^[46].

On caractérise en général l'e.i. d'une perlite par son e.i. apparent λ_a (valeur moyenne). La détermination de l'e.i. apparent λ_a est réalisée à l'aide de diverses techniques d'analyse d'images, à savoir : la microscopie électronique à balayage en électrons secondaires (SE)^[46].

2. TREFILAGE MECANIQUE

2.1 Procédé de tréfilage des aciers

Le tréfilage à froid est essentiellement une opération de mise en forme par déformation plastique irréversible qui permet la réduction de la section d'un fil [48].

Son principe est de réduire le diamètre d'un fil par passages successifs dans des filières coniques de diamètre décroissant sous l'action d'une force de traction en présence de lubrifiant (Figure I.9). Ceci entraîne une diminution de section du fil accompagnée d'un renforcement par écrouissage. D'habitude, le matériel initial est du fil-machine, d'un diamètre qui oscille entre 5,5 et 16 mm, qui provient des centres de laminage à chaud sous forme de bobines. Le produit obtenu par le processus de tréfilage est le fil de fer. Les différentes qualités d'acier pour ce fil de fer dans ce genre d'applications sont : acier pauvre en carbone $\leq 0,25\%C$, acier riche en carbone $> 0,25 \%C$, acier inoxydable et d'autres aciers allié [39],[49],[50].

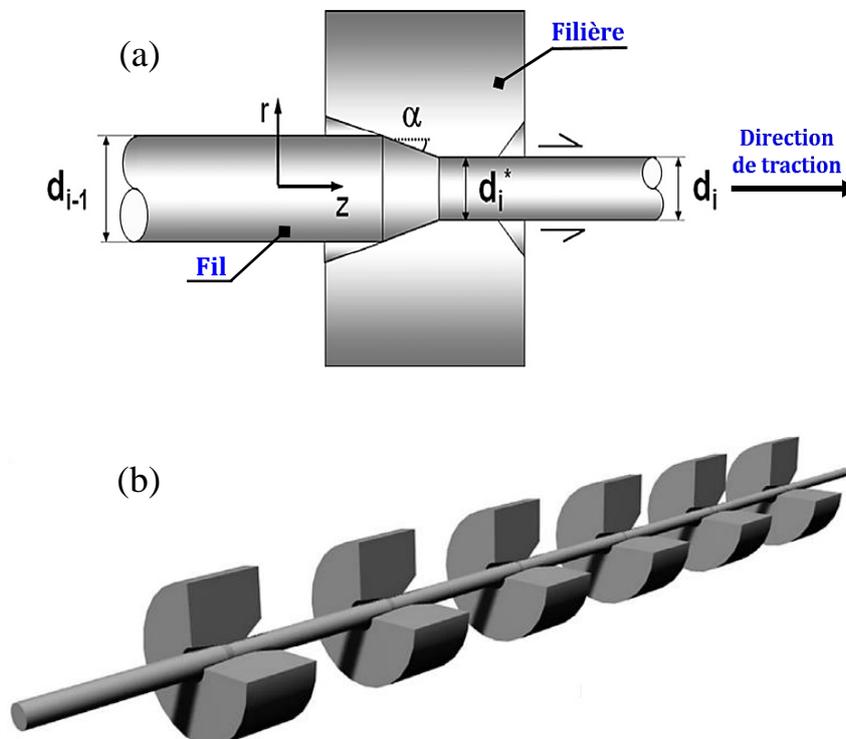


Figure I.9- a) Principe de tréfilage en 3D. b) Chaîne de production de tréfilage en 3D [2].

En général, tous les aciers peuvent être transformés en fil par tréfilage. Cette opération de mise en forme s'accompagne d'une augmentation de la limite élastique du matériau. A ce stade de l'élaboration, le fil acquiert ces propriétés mécaniques (résistance mécanique, ductilité, capacité en torsion et endurance) et adhésives primordiales pour les opératoires ultérieures et la qualité du produit final [51].

Le fil est astreint à passer à travers deux procédés déferents : le tréfilage et l'extrusion. Dans le cas du tréfilage, le déplacement est imposé par une traction sur la face avant F (Front). S'il s'agit d'extrusion, on impose le déplacement en poussant sur la face arrière B (Back). En fait, le procédé de tréfilage est réservé aux faibles angles de filière alors que l'opération d'extrusion est plus adaptée aux forts angles et aux taux de réduction plus importants [52].

Afin de comprendre en mieux le procédé de tréfilage, on définit certaines grandeurs mécaniques, comme suit (Figure I.10) :

- L'allongement du fil (λ)

La conservation du volume, entre l'entrée et la sortie de filière, au cours de la déformation plastique permet d'écrire que $S_i.L_i=S_f.L_f$. Nous avons alors :

$$\lambda = \frac{L_f}{L_i} = \left(\frac{R_i}{R_f} \right)^2 \quad (3)$$

Avec L_i, L_f : les longueurs initiales et finales de fil.

- La réduction du fil (r)

$$r = 1 - \left(\frac{R_f}{R_i} \right)^2 \quad (4)$$

- La déformation (ε)

$$\varepsilon = \ln \lambda = 2 \ln \left(\frac{R_i}{R_f} \right) \quad (5)$$

On définit aussi le taux de déformation par tréfilage comme suit [53] :

$$\varepsilon\% = \left(\frac{S_i - S_f}{S_i} \right) \times 100 \quad (6)$$

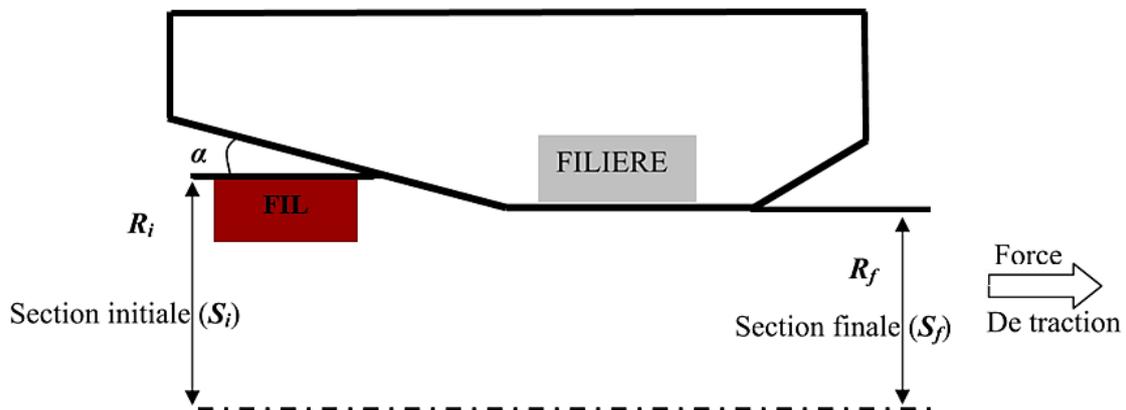
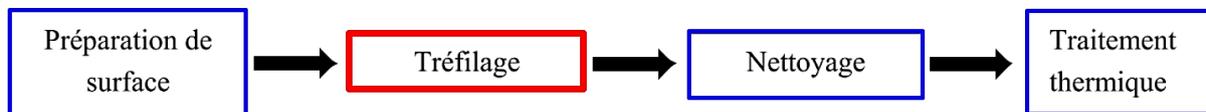


Figure I.10- Schéma d'une passe de tréfilage

Une opération industrielle de tréfilage se compose de quatre étapes élémentaires :



Le processus de tréfilage peut se faire de deux façons : de manière humide ou sèche.

2.1.1 Tréfilage à sec

Le tréfilage sec (Figure I.11) s'utilise pour obtenir un fil de fer d'un diamètre d'entre 1 et 2 mm ou même inférieur. Le matériel de départ est le fil-machine de plus de 5,5 mm de diamètre. Ce dernier se déplace à travers une série de filières au diamètre décroissant, ce qui permet une réduction progressive de son épaisseur initiale.

Au cours de ce processus, le fil-machine est imprégné, avant le tréfilage, dans un lubrifiant sec. Ce lubrifiant est généralement à base de savon, bien qu'on utilise parfois des pâtes ou des huiles qui ont la même fonction.

Le processus produit un réchauffement du fil de fer et de la filière à cause de la friction, ce qui fait qu'il faut utiliser de l'eau de réfrigération pour les refroidir [54].

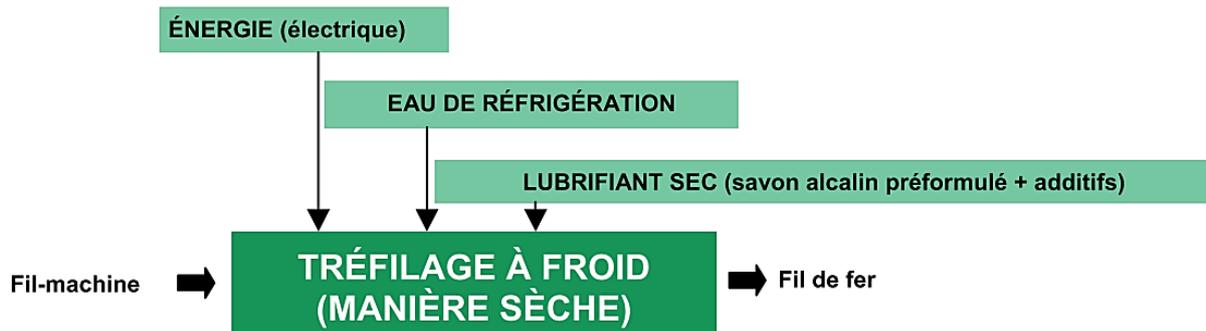


Figure I.11- Schéma Explicatif du tréfilage sec.

2.1.2 Tréfilage humide

Dans le tréfilage humide (Figure I.12), le matériel de base présente un diamètre de 1 à 2 mm, on obtient ainsi un produit fini de section inférieure. Dans ce processus, on fait aussi passer le fil de fer par une série de filières, mais dans ce cas, le fil de fer, les filières et les cabestans sont directement submergés dans le liquide lubrifiant afin d'apporter une meilleure lubrification et un plus grand refroidissement.

Pour le tréfilage humide, on utilise d'habitude des émulsions aqueuses de savon ou d'huile, qui sont polluées au cours du processus lorsqu'ils emportent les produits présents lors des démarches précédentes, ce qui fait qu'il est nécessaire de changer le lubrifiant assez souvent. Étant donné que le lubrifiant absorbe la chaleur produite au cours de l'opération, il faut le refroidir avec de l'eau.

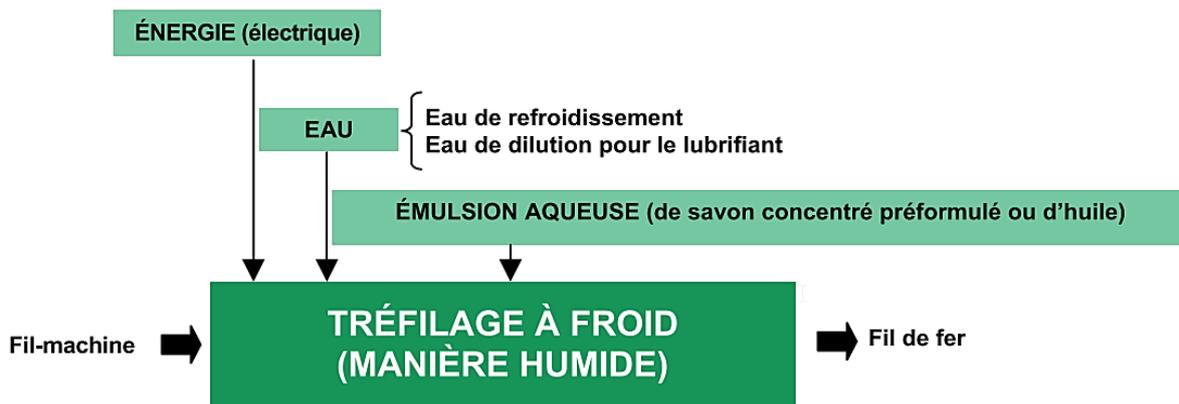


Figure I.12- Schéma Explicatif du tréfilage humide.

2.2 Machine à tréfiler

L'ensemble du matériel de tréfilage comporte trois éléments :

- Un dispositif de dévidage du fil (dévidoir),
- Une machine à tréfiler (la filière),
- Un dispositif de récupération du fil tréfilé (cabestan).

Dans le processus de tréfilage de fils fins d'acier, suivant la réduction de diamètre souhaitée, le nombre de passes (c'est-à-dire de passages en filière) est ajusté. Pour des réductions de section de l'ordre de 35%, ce sont des dispositifs simples (ou mono passe) qui sont utilisés. Les dispositifs mono passes sont généralement utilisés pour des phases de calibrage, de finition ou pour l'obtention d'un état de surface particulier. Pour des réductions de section plus importantes, il faut envisager des réductions successives et donc utiliser des machines multiples (appelées également multi passes). Dans ce cas Le diamètre peut être réduit de 1.50 mm jusqu'à 0.20 mm en 18 ou 20 passes et la vitesse du fil à la sortie du dernier outil peut atteindre 16 m/s [49],[55]-[58].

2.2.1 Machine simple (mono-passe)

C'est la configuration de base qui ne peut effectuer qu'une seule réduction. Elle se compose d'un système de dévidage du fil, d'un bloc à tréfiler et d'un dispositif de traction/réception (Figure I.13).

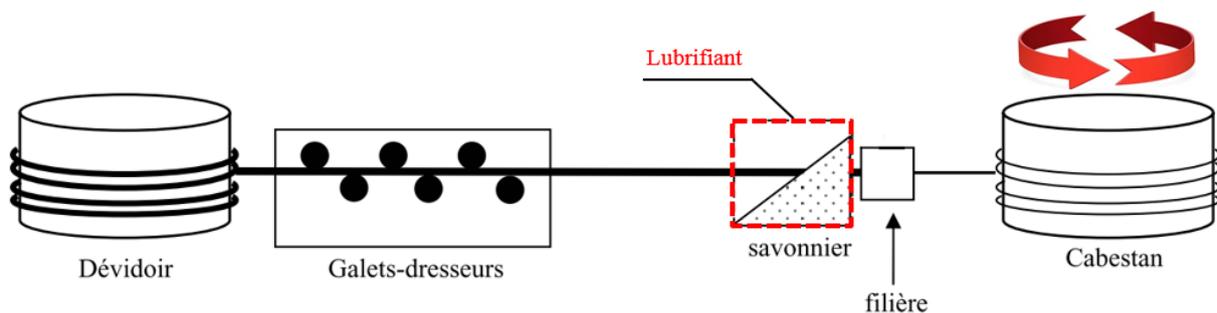


Figure I.13- Représentation schématique de principe d'une tréfileuse mono-passe.

Le boîtier de tréfilage comprend le réservoir de lubrifiant (appelé également savonnier) et le support de filière dans lequel est logé l'outil calibrant. Le galets-dresseurs est utilisé dans le cas où il y'a une vitesse de tréfilage moyenne élevée afin de maintenir le fil entre la bobine et la filière et limiter les vibrations [53].

2.2.2 Machine multiples (Multi-passes)

Sur ces machines, des réductions de section importantes supérieures à 35% sont obtenues par des réductions successives effectuées sur le même appareil (Figure I.14). Dans ce cas, le fil passe d'une bobine à une autre en traversant une filière, et il subit à chaque fois une réduction de section et un accroissement de vitesse (loi de conservation du débit de matière) [56],[57]. La Figure I.15 montre deux images d'une chaîne de production réelle d'une tréfileuse multi-passes.

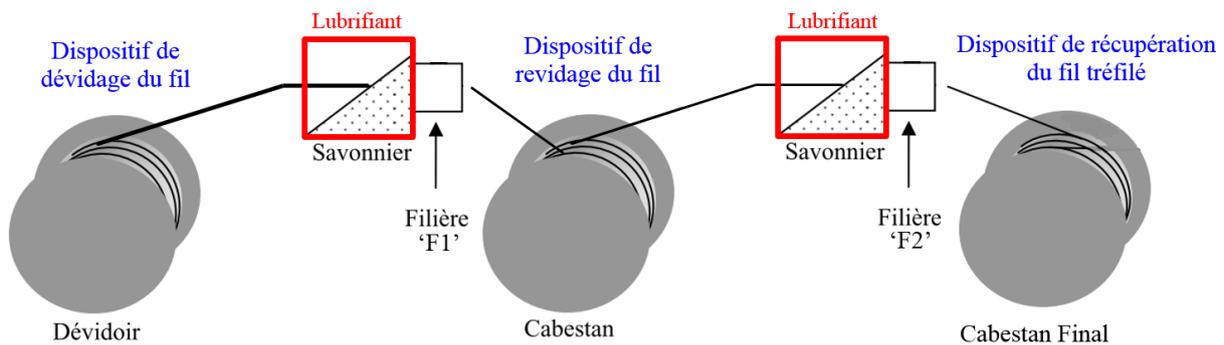


Figure I.14- Représentation schématique de principe d'une tréfileuse multi-passes.



Figure I.15- deux images d'une chaîne de production réelle d'une tréfileuse multi-passes [17].

Il existe trois types de machines multiples :

- Les machines continues ou à passage direct.

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

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

- Machine à accumulation.

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

- Machine à glissement.

Dans cette machine dédiée au tréfilage humide, il n'y a ni équilibrage des vitesses, ni accumulation de fil. Le glissement du fil sur les bobines compense les différences de vitesses. Ces équipements permettent de tréfiler du fil "en ébauche", c'est-à-dire qu'ils permettent de réduire le diamètre du fil machine de 5,5mm à 1 ou 2mm en plusieurs passes. Le fil peut ensuite être tréfilé en "reprise" à sec sur des bancs de même type ou bien en milieu humide sur des bancs fonctionnant en immergé pour l'obtention de fils très propres [53].

2.3 Contact fil/cabestan

Les cabestans sont un assemblage de cylindres de diamètres croissants sur un même axe. Ils transmettent l'effort nécessaire à la réduction du diamètre du fil.

Le fil à la sortie d'une filière est enroulé autour du cabestan et tracté grâce au frottement entre ces deux solides en mouvement. La vitesse linéaire du fil augmentant au fur et à mesure que le fil s'allonge, chaque cabestan doit avoir une vitesse linéaire plus importante que le précédent. C'est pourquoi les cabestans disposés sur un même arbre ont un diamètre croissant (Figure I.16) [51].

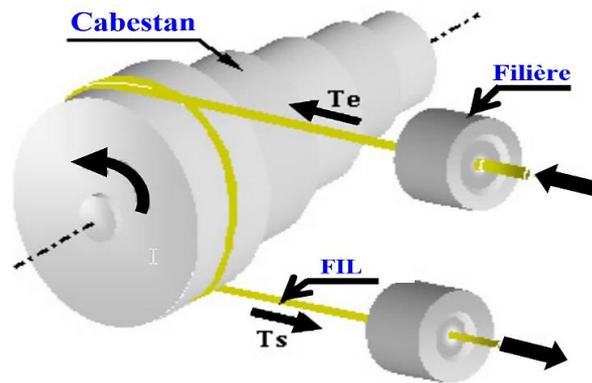


Figure I.16- Schéma du passage du fil sur un cabestan entre deux filières. Soient T_e la tension du fil avant le cabestan et T_s la tension en sortie du cabestan ($T_e > T_s$) [51].

2.4 Contact fil/filière

Les filières de tréfilage les plus courantes sont constituées d'un noyau dur de grains de carbure de tungstène (WC) liés dans une matrice cobalt. Ce composite a une dureté de l'ordre de 2000 Hv. Celle-ci est contrôlée par la taille des grains et la teneur en WC. La taille des grains de carbure de tungstène peut varier entre 0.7 et 1 μm et le pourcentage massique de Co entre 3 et 5 %. Dans certains cas, des filières en diamant avec une plus grande dureté peuvent être utilisées. Ce noyau dur est maintenu par une monture en acier qui sert à supporter l'effort de traction au cours du tréfilage (Figure I.17) [39],[49],[51],[53].

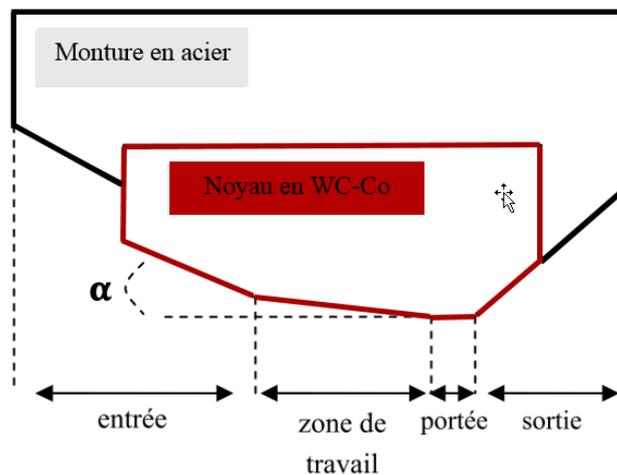


Figure I.17- Coupe d'une filière de tréfilage [53].

Les paramètres de la filière qui déterminent les conditions tribologiques dans le contact sont :

D et d : Diamètres du fil d'entrée et de sortie respectivement.

θ : Demi-angle de la filière.

L : Longueur de la partie cylindrique de la filière, généralement : $L = \frac{d}{2}$.

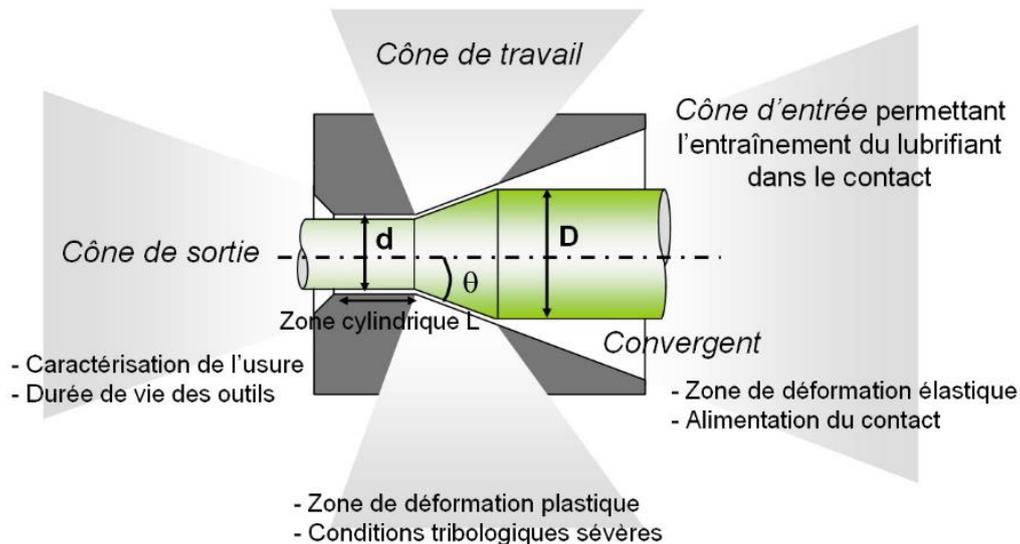


Figure I.18- Vue en coupe d'une filière permettant de définir les différentes zones de l'outil d'après [59].

Déférentes parties peuvent être distinguées au sein de la filière (Figure I.18) :

- **Le cône d'entrée qui forme un convergent**

C'est la zone d'alimentation du contact en lubrifiant. Quand le fil pénètre dans l'outil, il entraîne le lubrifiant dans l'interface fil/outil et la pression hydrostatique générée atteint la contrainte d'écoulement du matériau constituant le fil au moment de son passage dans le cône de travail. Dans cette zone, fil et outil sont élastiquement déformés.

- **Le cône de travail**

Une zone D d'angle au sommet 2θ où s'effectue la réduction du diamètre du fil. Dans cette zone, le fil se déforme plastiquement et son diamètre est réduit progressivement, au fur et à mesure de son passage dans l'outil. La conservation du volume du fil lors de cette transformation conduit à une accélération du fil de façon continue, entre le moment où le fil commence à se déformer plastiquement et le moment où il sort de l'outil. Le taux de réduction r ($r = 1 - \left(\frac{d}{D}\right)^2$)

de la section du fil est déterminé en fonction du rayon initial du fil, du type de fil et surtout de la position de l'outil. La réduction est inférieure dans les derniers outils où l'écroutissage de l'acier impose des déformations moins importantes afin de limiter les ruptures du fil.

- **La zone cylindrique**

Cette zone est appelée aussi portée cylindrique, elle sert à préserver la géométrie de l'outil et à minimiser le recouvrement élastique du fil. Cette zone est très sensible aux phénomènes d'usure. C'est à cet endroit que les problèmes d'usure de l'outil sont les plus importants. L'usure de cette zone contrôle la durée de vie de la filière.

- **Le cône de sortie**

Cette zone ayant un angle d'ouverture important permet de réduire l'endommagement du fil à la sortie de la filière. Cette zone marque le début du recouvrement élastique du fil mais elle ne semble pas avoir d'influence notable sur le procédé [49],[51],[55].

2.5 Le lubrifiant

L'utilisation de vitesses de plus en plus élevées dans le but d'augmenter la productivité engendre une élévation importante de la température due à la déformation plastique et aux frottements dans la filière qui affecte les conditions de lubrification, la durée de vie des filières et les propriétés finales d'adhérence et de résistances mécaniques du fil. Le pouvoir caloporteur du lubrifiant est donc important ce qui explique la large utilisation des lubrifiants aqueux si largement utilisés en tréfilage [60].

L'objectif principal de la lubrification lors d'une opération de tréfilage est de réduire le frottement au niveau des contacts fil/filière afin de minimiser l'usure des filières et les pertes d'énergie, Refroidir le fil et les outils qui subissent un fort échauffement lors de la plastification du métal (le lubrifiant doit évacuer l'énergie thermique afin de prévenir le fil d'un endommagement et de permettre le tréfilage à fortes vitesses) et augmenter la durée de vie des filières en réduisant leur usure par la formation d'un film épais permettant de supporter la pression et le cisaillement à l'interface. Celle-ci se caractérise par une augmentation du diamètre du fil et/ou l'apparition de défauts à sa surface. La présence d'un lubrifiant permet également de Conférer un état de surface au fil permettant les opérations ultérieures. Il devra entre autre garantir une bonne adhésion entre le fil et le caoutchouc et empêcher la corrosion du fil lors du stockage grâce à l'ajout d'additifs antibactériens [51].

2.5.1 Composition d'un lubrifiant

Un lubrifiant est un mélange complexe de différents constituants chimiques :

- Une base lubrifiante dispersée dans l'eau servant à minimiser le frottement.
- Un tensioactif indispensable pour la réalisation et la stabilisation de la phase dispersée dans l'eau.
- Des additifs extrême-pression comme les esters phosphate, éléments réactifs permettant de maintenir les performances du lubrifiant sous des conditions extrêmes de température et pression.
- Un régulateur de pH.
- Des antioxydants pour la conservation du bain.
- Des inhibiteurs de corrosion.

2.5.2 Régime de Lubrification : Courbe de Stribeck

Pour quantifier la réponse du système au frottement, on définit le coefficient de frottement μ comme le rapport entre la force tangentielle F_t à fournir pour faire glisser une surface par rapport à l'autre et la force normale (ou charge) w appliquée sur les surfaces ^[61] :

$$\mu = \frac{F_t}{W} \quad (7)$$

Le coefficient de frottement μ est un nombre sans dimension.

Stribeck a mesuré l'évolution du coefficient de frottement μ en fonction des paramètres contrôlant la lubrification et les épaisseurs de film lubrifiant : la charge appliquée (qui définit la pression de contact), la vitesse de glissement et la viscosité du lubrifiant (cf. Figure I.19). Dans une représentation logarithmique, cette courbe se divise en trois zones distinctes qui révèlent trois principaux régimes de lubrification, caractérisés par l'épaisseur relative du film de lubrifiant h par rapport à la rugosité des surfaces R_q : le régime hydrodynamique, le régime limite et le régime mixte.

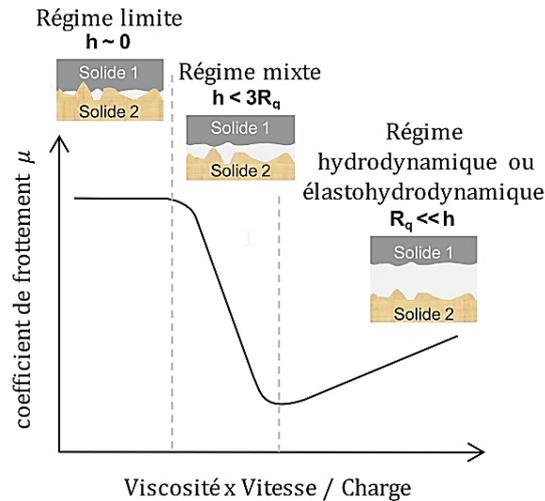


Figure I.19- Représentation schématique des différents régimes de lubrification sur une courbe de Stribeck^[62].

Le passage d'un régime à un autre dépend des conditions de vitesse et de pression ainsi que de la viscosité du lubrifiant qui déterminent l'épaisseur de film entre les deux surfaces antagonistes.

2.5.2.1 Le régime limite

Aux fortes pressions et faibles vitesses. L'épaisseur de film est proche de zéro (film mince) et la charge est principalement supportée par les aspérités présentes à la surface des deux solides en contact. Le lubrifiant permet quand même de refroidir le contact et d'apporter de nouvelles molécules qui peuvent s'adsorber sur les surfaces. Les valeurs du coefficient de frottement μ sont élevées et déterminées par les propriétés des surfaces ainsi que par les propriétés physico-chimiques des molécules adsorbées. Les lubrifiants concernés sont les émulsions et huiles légères.

2.5.2.2 Le régime hydrodynamique

Aux faibles pressions et fortes vitesses. Le film lubrifiant séparant les surfaces est suffisamment épais pour empêcher tout contact entre les aspérités des deux surfaces solides et c'est lui qui va supporter la pression à l'interface. La viscosité du lubrifiant intervient également dans la représentation de Stribeck car plus il est visqueux, plus le film lubrifiant a tendance à être épais. Par définition, le régime est dit hydrodynamique si le critère h est respecté tel que :

$$h \geq 3,5 \sqrt{R_{q1}^2 + R_{q2}^2} \quad (8)$$

Où R_{q1} et R_{q2} sont les rugosités quadratiques moyennes des deux surfaces.

Les épaisseurs sont donc relativement importantes (de l'ordre de 1 à 10 μm). Ce régime concerne essentiellement les savons et huiles épaisses.

2.5.2.3 Le régime mixte

Ou discontinu, qui se définit comme intermédiaire entre le régime hydrodynamique et le régime limite. Il apparait lorsque les contacts entre les aspérités des surfaces ne peuvent pas être négligés (typiquement $h/R_q < 3$). Il présente donc des caractères de chacun des deux : la dénomination de régime "poches-plateaux" désigne la présence de cavités contenant du lubrifiant et de zones où le contact pièce-outil est plus intime. Ce régime est le siège d'interactions directes entre les deux corps et engendre donc un frottement et une usure plus importants [63]-[65].

Le régime hydrodynamique est celui qui est souhaité par les tréfileur puisqu'il limite le frottement et réduit les risques de casses et d'usure. Dans certains cas toutefois, un régime mixte peut être souhaité en fonction de l'état de surface requis pour l'application finale du produit tréfilé [66].

2.5.3 Différentes catégories de lubrifiant

En qui concerne les différentes catégories de lubrifiants couramment utilisés dans la mise en forme, nous distinguons :

- Les lubrifiants à base d'eau,

De l'eau pure, eau graphitée, ou émulsion, essentiellement utilisés dans les procédés de mise en forme à chaud ou à fortes vitesses de déformation où un refroidissement efficace de l'outillage s'avère nécessaire (laminage à froid, tréfilage de fils fins). Leur faible coût l'a fait préféré aux autres lubrifiants quand le problème de frottement est peu crucial.

- Les huiles légères,

De faible viscosité, imposent un frottement mixte modéré et sont utilisées à froid, Leur coût est plus élevé que celui des émulsions.

- Les lubrifiants de forte consistance

Graisses, savons, verre, graphite, talc, bisulfure de molybdène,... Ces différents lubrifiants se distinguent par leur viscosité, consistance, et leur granulométrie. Assurent la formation

d'un film épais entre l'outillage et le métal qui réduit le frottement et l'usure de l'outillage, mais ils confèrent de ce fait un aspect mat au produit et peuvent être difficiles à éliminer ultérieurement (verres...). Généralement, en mode tréfilage à sec, les lubrifiants sont des mélanges complexes de savons de calcium ou savons de sodium avec des composés minéraux, permettant de réguler l'épaisseur et la consistance du film, et des additifs. En effet, le lubrifiant sec doit offrir un film épais pour pouvoir couvrir la rugosité du fil et obtenir une bonne séparation entre le fil et la filière.

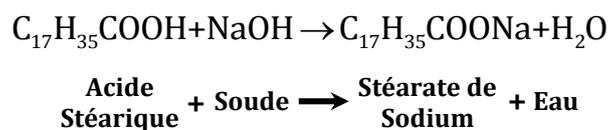
2.5.4 Les savons

Il faut considérer globalement les lubrifiants secs pour le tréfilage comme des mélanges complexes de savons de calcium ou de sodium avec des composés minéraux permettant de réguler l'épaisseur et la consistance du film, et des additifs. En effet, le lubrifiant sec doit offrir un film épais pour pouvoir couvrir la rugosité du fil et obtenir une bonne séparation entre le fil et la filière.

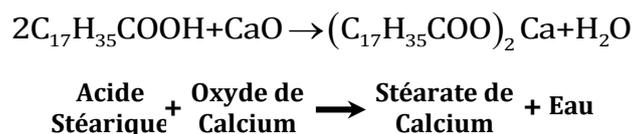
Il existe différentes familles de savons suivant la longueur de la chaîne carbonée. La plus fréquemment utilisée en tréfilage est celle des stéarates (C_{18}) avec les stéarates de sodium (où le cation métallique est Na^+) et les stéarates de calcium (où le cation métallique est Ca^{2+}) [67].

À titre d'illustration les deux réactions chimiques suivantes permettant d'obtenir le stéarate de sodium et le stéarate de calcium respectivement :

Stéarate de sodium :



Stéarate de calcium :



Les matières grasses utilisées pour la fabrication des savons de tréfilage peuvent être d'origine animale (suif neutre ou dérivés tels qu'acide gras de suif, acide stéarique ou suif hydrogéné) ou végétale (huile de palme). La composition en acides gras est un critère

déterminant influant directement sur la dureté, le jaunissement, ainsi que les températures de ramollissement et de fusion du savon.

Le point de ramollissement est la température à laquelle le lubrifiant passe de l'état solide à l'état visqueux. Ce comportement est influencé par la présence de glycérol, les types de savons formes et surtout par le procédé de production.

Généralement, les proportions en matière grasse sont de 25 à 80% (30-40% en moyenne) pour les savons de calcium et 30 à 95% (75% en moyenne) pour les savons de sodium. Un savon de sodium a teneur en matière grasse identique donne un film lubrifiant plus mince qu'un savon de calcium qui, lui, est moins résistant à la température et au cisaillement. À titre d'exemple, on Utilisera plutôt des savons de calcium à faible teneur en matière grasse pour le tréfilage d'acier doux décalaminé nécessitant une charge importante du fil, alors que des savons de sodium à haute teneur en matière grasse seront préférés pour le tréfilage d'acier dur avec fini brillant. Les stéarates de sodium du fait de leur structure chimique sont plus performants mais exigent une bonne préparation de surface [68].

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

2.6 Contraints et efforts de tréfilage

Le fil est tiré au travers de la filière par une force de traction. L'écoulement plastique du métal est rendu possible par l'action combinée de la traction axiale et de la compression radiale imposée par la filière. A l'interface fil-filière, s'exerce en plus de la pression latérale imposée par la filière et un cisaillement fonction des conditions de frottement. La force nécessaire pour tréfiler le fil est donc la somme de la force nécessaire pour déformer plastiquement le fil et de la force nécessaire pour vaincre le frottement. La contrainte de tréfilage peut donc s'écrire sous la forme d'équation (9) :

$$\sigma_f = \frac{F_z}{\pi R_f^2} = \sigma_{Déformation\ plastique} + \sigma_{frottement} \quad (9)$$

La contrainte de tréfilage σ_f , est donc dépend de plusieurs paramètres tels que : la géométrie de la filière : la valeur de l'angle du cône de travail de la filière et la longueur de sa portée calibrante vont conditionner la surface de contact entre le fil et augmenter la

part du frottement, Des propriétés mécaniques du fil et plus particulièrement de sa contrainte d'écoulement et enfin Des conditions de frottement à l'interface fil-filière via l'utilisation d'un lubrifiant.

Des méthodes de calcul de la contrainte de tréfilage sont proposées, afin d'aboutir à une expression simple. On distingue deux types d'approche, la première est analytique et la seconde est une approche numérique.

Vue les difficultés de manipuler des équations trop compliquées de la plasticité, des méthodes analytiques de résolution approchées ont été développées afin de calculer la contrainte de tréfilage. On se propose dans cette partie d'explicitier les différents modèles analytiques ou phénoménologiques qui prennent en compte les différents paramètres.

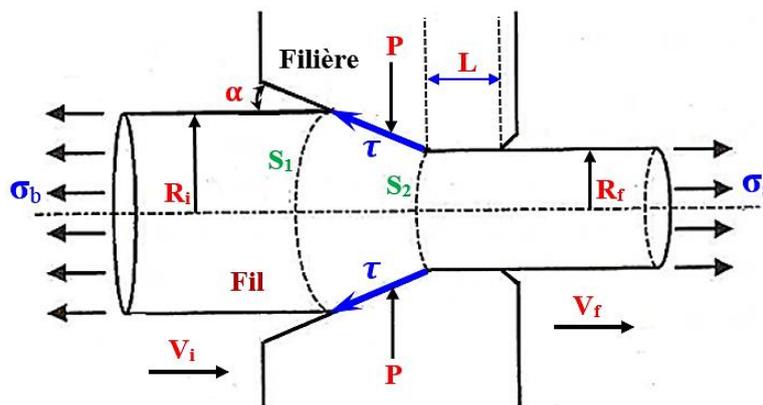


Figure I.20- Analyse mécanique du contact fil/filière selon Avitzur.

Les variables de l'analyse de l'écoulement représenté dans la Figure 1.20 sont les suivantes : l'angle du cône de travail α de l'outil, le rayon initial R_i et final R_f du fil, la vitesse d'entrée V_i et de sortie V_f du fil, la limite d'élasticité du matériau du fil σ_0 , la contrainte dans le fil à la sortie de l'outil σ_s , la contrainte dans le fil à l'entrée de l'outil ou contrainte de contre traction σ_b , le coefficient de frottement μ ou m et la longueur de la zone cylindrique L de l'outil [69].

Sachs et al. [70], Baque et al. [71], avaient proposé la méthode des tranches (une approche de calcul infinitésimal), cette méthode est basée sur la division du fil de forme cylindrique d'axe principal x , en tranches d'épaisseurs dx infiniment petites tendant vers zéro. Pour chaque tranche, on définit une combinaison de trois actions mécaniques, une traction axiale, une pression latérale, et une scission de frottement. Dans le but d'aboutir à des

équations d'équilibre, il est impératif de prendre en considération les conditions de frottement choisies et les critères de plasticité. Pour une contre-traction σ_b hypothétique exercée (contrainte résiduelle de la passe précédente), alors la contrainte de tréfilage σ_f en sortie de filière, avait été formulée comme suit :

- Avec un frottement de Coulomb μ :

$$\sigma_f = \sigma_b \lambda^{-\mu \cotan(\alpha)} + \sigma_0 \left(1 + \frac{1}{\mu \cotan(\alpha)} \right) (1 - \lambda^{-\mu \cotan(\alpha)}) \quad (10)$$

- Avec un frottement de Tresca m :

$$\sigma_f = \sigma_b + \sigma_0 \ln \lambda \left(1 + \frac{m}{\sqrt{3}} \cotan(\alpha) \right) \quad (11)$$

Siebel [72] considère que les déformations subies par le fil lors du tréfilage résultent essentiellement de trois composantes : Une déformation homogène (dépendant essentiellement de la réduction de section dans la partie calibrante), une déformation hétérogène (dépendante de la géométrie) et d'une contribution des effets de frottement. A partir de cette décomposition, l'auteur propose une formulation analytique pour décrire l'évolution de la contrainte de tréfilage σ_f en fonction des paramètres géométriques α , R_i , R_f , du coefficient de frottement μ et de la moyenne des contraintes d'écoulement plastique avant et après la filière σ_0 , pour prendre en compte l'écroutissage du matériau, qui est donnée par l'équation suivante :

$$\frac{\sigma_f}{\sigma_0} = \ln \left(\frac{R_i}{R_f} \right) + \mu \cotan(\alpha) \ln \left(\frac{R_i}{R_f} \right) + \frac{2\alpha}{3} \quad (12)$$

Ces méthodes élémentaires sont en fait insuffisante car la comparaison avec les résultats expérimentaux de Wistreich [73],[74] indique que la contrainte de tréfilage ainsi calculée est sous-estimée et ne rend pas compte de l'existence d'un minimum de force lorsque l'angle varie (Figure I.21).

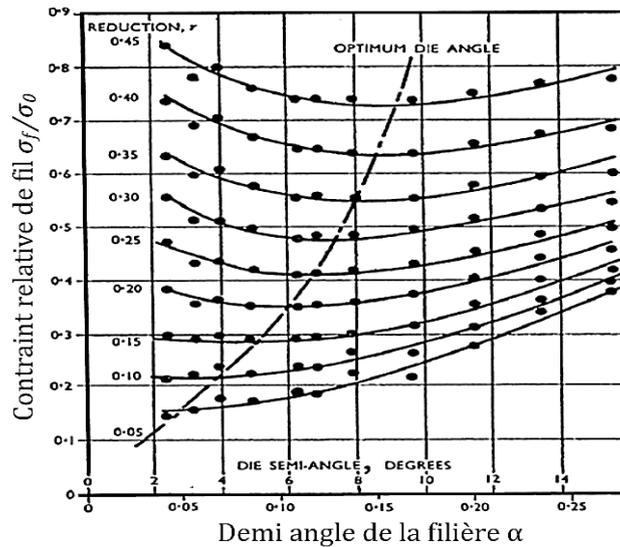


Figure I.21- Optimisation des conditions de tréfilage. L'évolution de (σ_f/σ_0) en fonction de l'angle de filière pour différents taux de réduction avec un coefficient de frottement m de 0,03 [52].

A partir de résultats expérimentaux dans le cas du tréfilage, Wistreich [73],[74] a modifié le modèle de Siebel. L'auteur propose une simplification de ce modèle en négligeant la composante liée à une déformation hétérogène et en introduisant une fonction Φ pour prendre en compte les pertes supplémentaires par frottement interne et par cisaillement du métal, due à l'inclinaison provisoire des fibres du métal lors de son passage dans la filière ($\Phi > 1$). Ces hypothèses conduisent à l'équation suivante :

$$\frac{\sigma_f}{\sigma_0} = \Phi(1 + \mu \cotan \alpha) \ln \left(\frac{R_i}{R_f} \right) \quad (13)$$

Pour sa part, Avitzur [61],[75]-[78] a entrepris une approche expérimentale (méthode de la borne supérieure) pour déterminer l'effort de tréfilage en fonction du taux de réduction, de la valeur du cône de travail et du frottement. L'auteur a proposé un terme complémentaire pour tenir compte du travail redondant (effet de contre traction). Avitzur [61],[75]-[78] complète le modèle de Siebel [72], en analysant les différentes énergies contribuant à la déformation. Ainsi, les puissances mises en jeu dans le processus de tréfilage sont les suivantes :

- La puissance appliquée due à l'effort d'étirage : W_f
- La puissance due à la tension dans le fil à l'entrée de l'outil (back drawing force) : W_b
- La puissance due à la déformation plastique interne : W_i
- La puissance due aux pertes par frottement : W_s

En écrivant l'équilibre des puissances de la façon suivante : $W_s + W_b + W_i - W_f = 0$; l'auteur propose une relation de dépendance entre l'effort d'étirage σ_f et les différentes variables du processus suivante :

$$\frac{\sigma_f}{\sigma_0} = \left[1 + 2\mu \frac{P}{R_f} \right]^{-1} \left[\frac{\sigma_b}{\sigma_0} + 2f(\alpha) \ln \left(\frac{R_i}{R_f} \right) + \frac{2}{\sqrt{3}} \left(\frac{\alpha}{\sin^2 \alpha} - \cotan \alpha \right) + 2\mu \left(\cotan \alpha \left(1 - \frac{\sigma_b}{\sigma_0} - \ln \left(\frac{R_i}{R_f} \right) \right) \ln \left(\frac{R_i}{R_f} \right) + \frac{P}{R_f} \right) \right] \quad (14)$$

La valeur de cet effort de tréfilage résulte d'une contribution incompressible (contrainte en entrée, déformation plastique interne, frottements internes à l'entrée et la sortie de la filière) et d'une contribution de frottement à l'interface qui varie en fonction de la loi de frottement (ici, loi de Coulomb). En appliquant cette technique à un matériau écrouissable (coefficient d'écrouissage linéaire), l'auteur (Avitzur ^{[61],[75]-[78]}) analyse la formation de décohésions internes (cup and cone) dans les barres et le fil extrudés.

Dans son approche critique (Méthode des tranches modifiées), Felder ^[79] compare ces différents modèles (méthode des tranches, méthode Johnson et Rowe et méthode de la borne supérieure) et aboutit à la conclusion que l'expression de la contrainte la plus adaptée et la plus représentative des résultats expérimentaux est la suivante :

$$\sigma_f = \sigma_b + \sigma_0 \ln \lambda \left(\psi + \frac{m}{\sqrt{3}} \cotan(\alpha) \right) \quad (15)$$

$$\psi = \max \left[1; 0.88 + 0.19 \left(\frac{\sqrt{\lambda} + 1}{\sqrt{\lambda} - 1} \right) \tan(\alpha) \right] \quad (16)$$

D'une manière globale, toutes les expressions présentées de la forme générale de la contrainte de tréfilage adoptent la forme suivante (pour α petit, cas pratique) :

$$\sigma_f = f \left(\sigma_0 \varepsilon; \frac{\tau}{\alpha}; \psi \right) \quad (17)$$

$\sigma_0 \varepsilon$: Contribution de la déformation plastique (déformation homogène)

$\frac{\tau}{\alpha}$: Contribution du frottement

ψ : Contribution du travail redondant (déformation non homogène)

2.7 Angle du cône de travail α

Plusieurs études bibliographiques [75],[80], ont notés que l'angle du cône de travail de la filière est dans la plupart du temps un paramètre non fixé qui permet de conclure sur sa valeur optimale ou sur la dépendance de la température ou des contraintes résiduelles comme fonction de l'angle de travail α .

L'étude d'Avitzur [76] distingue plusieurs types d'écoulement en fonction de la valeur de l'angle (Figure I.22).

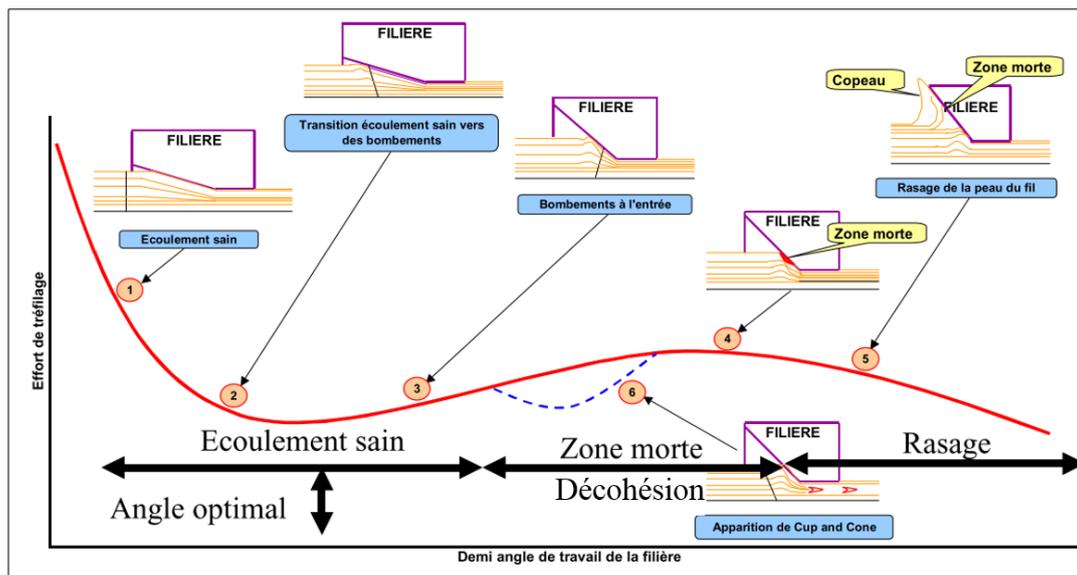


Figure I.22- Effort de tréfilage et type d'écoulement en fonction de l'angle de travail [76].

- La première zone 01 : (points 1 et 2) où l'écoulement est sain pour des angles de cône de travail faibles. L'effort de tréfilage dans cette zone diminue et passe par un minimum (α optimum). Ce phénomène s'expliquant en grande partie par le fait de la diminution de la surface de contact entre le fil et la filière, les efforts liés aux frottements sont de moins en moins importants.
- La seconde zone : (points 3 et 4) l'angle est trop important et il se forme à l'entrée de la filière une « zone morte » d'accumulation du métal. Dans cette zone morte peut apparaître dans certaines conditions (passes précédentes, état métallurgique du fil à l'entrée...) un phénomène de décohésion interne (crack et casses en « cup and cone » : (point 6).

- La dernière zone : (point 5) quand l'angle du cône est trop ouvert la filière agit comme un rabot. Le rasage du fil provoque la formation de copeaux de métal

On note que l'influence de cône de travail sur l'écoulement du métal dans la filière est importante et que celui-ci agit sur la répartition du champ de contrainte et conditionne fortement la forme de l'écoulement [49].

L'analyse d'Avitzur [76], présentée précédemment, permet d'exprimer la valeur d'angle optimale, en terme d'effort nécessaire pour la mise en forme, en fonction des différents paramètres du procédé et du type de modélisation du contact (Tresca/Coulomb) :

- Avec un coefficient de frottement de Coulomb μ :

$$\alpha_{opt} = \sqrt{\frac{3}{2} \mu \left(1 - \frac{\sigma_b}{\sigma_0} - \ln \left(\frac{R_0}{R_f} \right) \right) \ln \left(\frac{R_0}{R_f} \right)} \quad (18)$$

- Avec un coefficient de frottement de Tresca m :

$$\alpha_{opt} = \sqrt{\frac{3}{2} m \ln \left(\frac{R_0}{R_f} \right)} \quad (19)$$

Dans la pratique de l'industrie de câblerie, les valeurs généralement adoptées pour l'angle 2α varient entre 8° et 20° en fonction de tous les paramètres discutés précédemment. Dans le cas de l'acier la valeur de l'angle 2α est $8^\circ < 2\alpha < 24^\circ$ selon Avitzur [76].

2.8 Traitements de surface préalables au tréfilage

Le matériau de départ utilisé pour le tréfilage est appelé fil-machine. De diamètre de l'ordre de 11mm pour les aciers durs, il provient du laminage à chaud de billettes produites par coulée continue et se présente sous forme de couronnes, refroidies à l'air. La surface du fil est recouverte d'une couche d'oxydes métalliques, appelée aussi calamine, dont l'épaisseur est en fonction de la température de sortie du fil [53].

La calamine formée lors du chauffage à haute température d'un acier dur est constituée d'une superposition, de la surface vers le substrat de trois couches d'oxydes (Figure I.23) :

- D'hématite [Fe_2O_3],
- Magnétite [Fe_3O_4],
- Protoxyde de fer ou wuestite [FeO].

Ces corps ont à chaud un comportement viscoplastique. La dureté du wuestite (Fe_3O_4) diminue quand la température ou la durée d'application de la charge augmentent. La viscoplasticité du wuestite (Fe_3O_4) s'accroît également avec la température. Cette forte viscoplasticité favorisant l'adhérence des calamines fines constituées essentiellement de Fe_3O_4 aux outils. L'hématite (Fe_2O_3) est considérée comme un oxyde abrasif et, à hautes températures, peut considérablement augmenter le frottement et l'usure [81].

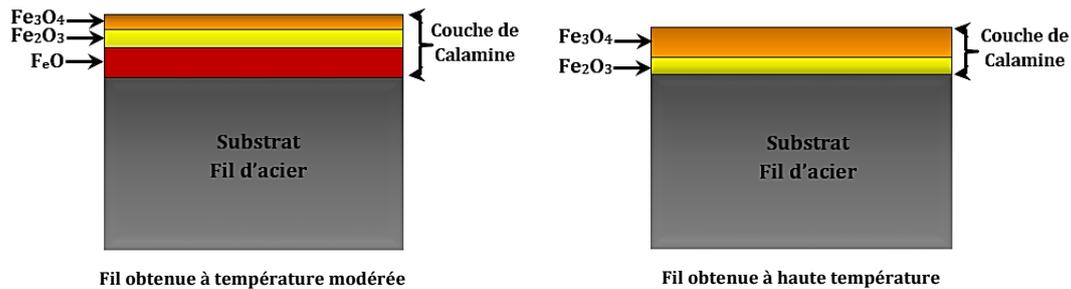


Figure I.23- Composition chimique de la calamine de l'acier.

Le comportement de chaque oxyde de fer liée fortement au niveau de dureté des oxydes, les mesures de Baque et Fernier [82] permettent de donner les résultats de dureté des oxydes en (Hv) (Tableau I.2).

Tableau I.2- Duretés des oxydes mesurées à l'ambiante [82].

Oxydes	Fe_3O_4 Wuestite	Fe_2O_3 Magnétite	Fe_2O_3 Hématite
Dureté (Hv)	270-300	420-500	1030

A cause de son caractère abrasif, de sa dureté et de son absence de ductilité, cette couche doit être éliminée avant le tréfilage. Différents procédés de nettoyage de surface peuvent être employés [83],[84] :

2.8.1 Décalaminage mécanique

Le décalaminage primaire se fait par flexion alternée directement sur la tréfileuse. L'enlèvement des écailles résiduelles est complété par :

1. Des vibrations,
2. Le passage dans des boîtes garnies de paille de fer,
3. Un brossage,
4. Un ponçage Avec ce procédé.

Pour obtenir un décalaminage total, il est nécessaire de disposer d'un fil machine parfaitement sec. Cette technique est améliorée en remplaçant les systèmes de brossage par un sablage à l'aide de la calamine décollée au cours des flexions et récupérée puis projetée violemment sur le fil à l'aide d'un jet d'air ou d'un jet d'eau. Dans ce cas, l'ébauche n'a pas besoin d'être sèche et peut se présenter fortement humide.

2.8.2 Décapage chimique

Pour les aciers au carbone, on emploie généralement des solutions d'acides sulfurique ou chlorhydrique (généralement HCl ou l'acide sulfurique H_2SO_4). Après l'immersion dans le bain, les couronnes sont soigneusement rincées pour éliminer toute trace d'acide, de sels de fer, d'oxyde puis subissent un traitement de neutralisation qui, généralement, permet de déposer sur le fil une couche support du lubrifiant de tréfilage. Un séchage final permet d'avoir des fils secs et d'éliminer les traces éventuelles d'hydrogène occlus, qui fragilise l'acier lors de déformation.

2.8.3 Revêtements de surface

Les revêtements les plus couramment utilisés pour les aciers au carbone sont la chaux, le borax, solutions phosphatantes. Celles-ci provoquent la formation de dépôts cristallins à la surface du fil présentant un pouvoir élevé d'absorption des lubrifiants.

Généralement, Les réactifs sont essentiellement utilisés avant le tréfilage pour les aciers au carbone. Par réaction à l'interface métal/dépôt, produisent une modification de la couche superficielle du fil. Il s'agit de traitements tels que la phosphatation ou l'oxalatation. Ces traitements de conversion possèdent l'avantage d'être particulièrement adhérents, mais leur inconvénient est qu'ils sont polluants. Ils sont généralement mis en œuvre avant le tréfilage des aciers au carbone [84].

2.9 Traitement Thermique Après Tréfilage

Après le tréfilage, le fil comporte un film superficiel de lubrifiant et de revêtement dont il faut se débarrasser avant de procéder à un traitement thermique (pour éviter la diffusion d'éléments polluants). Deux sortes de nettoyage peuvent être envisagés, par action mécanique ou chimique (lessives, alcalines, solutions acides), au trempé ou au défilé (suivant les sections des fils tréfilés) En dernière étape.

Les modifications microstructurales induites par le tréfilage, modifient les propriétés physiques et mécaniques des métaux. Mais, on peut généralement restaurer les propriétés

et la microstructure que possédait le métal avant la déformation, au moyen d'un recuit : l'agitation thermique des atomes due à l'énergie absorbée au cours de ce recuit, d'activer les phénomènes de retour à l'état initial « restauration », et augmenter la vitesse de ceux-ci, cela permet en effet un retour vers l'état 'équilibre. Ce retour, plus ou moins complet, s'effectue essentiellement selon trois processus : la restauration, la recristallisation, et le grossissement (coalescence) des grains ou encore recristallisation secondaire [57].

3. DEFORMATION PLASTIQUE & TEXTURE CRISTALLOGRAPHIQUE

3.1 Mécanismes de la déformation plastique

Lorsqu'un matériau polycristallin est soumis à l'action d'une contrainte mécanique extérieure, une déformation plastique se produit à l'échelle microscopique. Celle-ci est générée principalement par un mécanisme de glissement des dislocations sur des plans cristallins précis et/ou par un maclage mécanique. Le glissement et le maclage sont les deux principaux mécanismes physiques permettant d'accommoder la déformation plastique. Le déclenchement d'un mécanisme ou de l'autre dépend de l'énergie de faute d'empilement du matériau [27],[85],[86].

La déformation par glissement s'effectue donc de manière classique par glissement des plans cristallographiques denses les uns par rapport aux autres selon les directions denses du réseau cristallin (Figure 1.24). Ce glissement est rendu possible par l'intermédiaire du mouvement des dislocations qui autorise l'apparition du glissement plastique pour des cessions bien inférieures aux valeurs théoriques dans des réseaux cristallins parfaits [87]. Plus le nombre de plans et directions de glissement d'un métal est grand, plus son aptitude à la déformation plastique est élevée. Les métaux à réseau cubique sont très plastiques, le glissement dans ces métaux pouvant s'effectuer suivant plusieurs directions. La plasticité des métaux à réseau hexagonal à empilement compacte est plus faible, ils se prêtent donc plus mal au laminage et à d'autres modes de déformation que les métaux à réseau cubique [86].

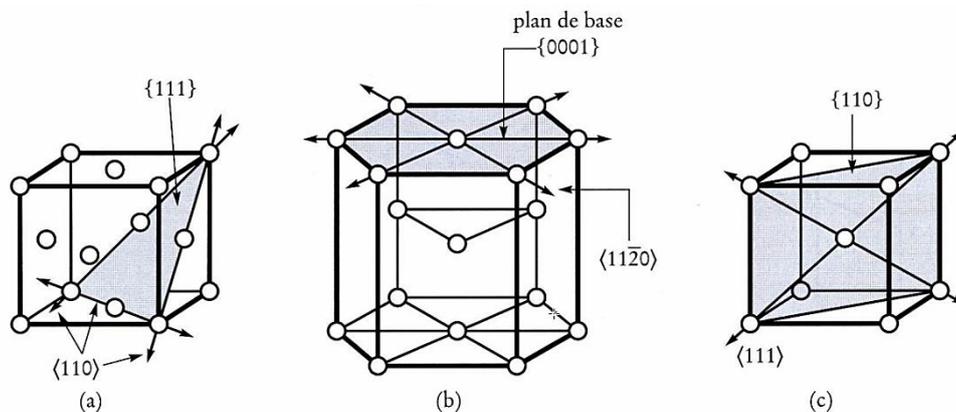


Figure 1.24- Systèmes de glissement de différentes structures. a) cubique faces centrées (CFC), b) Hexagonal compacte (HC), c) cubique centré (CC).

Parfois, les matériaux métalliques réagissent au cisaillement auquel ils sont soumis par un mécanisme particulier, différent du glissement des dislocations qui est le maclage. Lors de la déformation par maclage les atomes subissent donc une translation par cisaillement du réseau parallèlement au plan de macle et selon une direction dite de maclage (Tableau I.3) telle que le réseau maclé soit symétrique du réseau primitif par rapport au plan de macle. Le taux de cisaillement induit est donné par la géométrie du système de maclage (plan et direction cristallographiques de maclage) dans la maille cristalline [87],[88].

Tableau I.3- Les systèmes de maclage pour différentes structures.

Structure	Métaux	Plan de macle	Direction de macle
CFC	Al, Ag, Cu, Fe γ , Ni, Au	{111}	$\langle 11\bar{2} \rangle$
CC	Fe α , Mo, Nb	{112}	$\langle 1\bar{1}1 \rangle$
HC	Ti, Zn, Mg, Cd, Be	{10 $\bar{1}2$ }	$\langle 10\bar{1} \rangle$

La différence entre la déformation par maclage et par glissement, c'est que pour le glissement, les dislocations se propagent dans un même plan, par contre, le maclage exige la propagation d'une dislocation sur chaque plan successif. Il semble qu'il contribue plutôt au relâchement des contraintes engendrées par les hétérogénéités des déformations plastiques. Le maclage peut aussi contribuer à une rotation du cristal qui permet au glissement facile de se poursuivre [89].

3.2 Evolution microstructurale lors de la déformation

Lors d'une déformation à froid, la microstructure évolue en fonction du taux de déformation. Au cours du premier stade de déformation, les grains se subdivisent, changent de forme et s'allongent selon la direction de sollicitation. Une sous-structure de dislocations apparaît à l'intérieur des grains, dépendant de leur orientation cristallographique. La subdivision des grains donne lieu à une configuration cellulaire (blocs de cellules) constituée de "parois" à forte densité de dislocations entourant des volumes à faible densité de dislocations. Quand le taux de déformation augmente, les parois des cellules s'affinent pour former des sous-joints. Cette transformation est accompagnée par une diminution de la taille des cellules ainsi que par une augmentation progressive de leur désorientation (1° à environ 5°). Les joints de blocs des cellules sont identifiés comme étant des murs denses de dislocations [85],[90].

La Figure I.25 montre un exemple schématique de la microstructure de déformation reconstruites par MET.

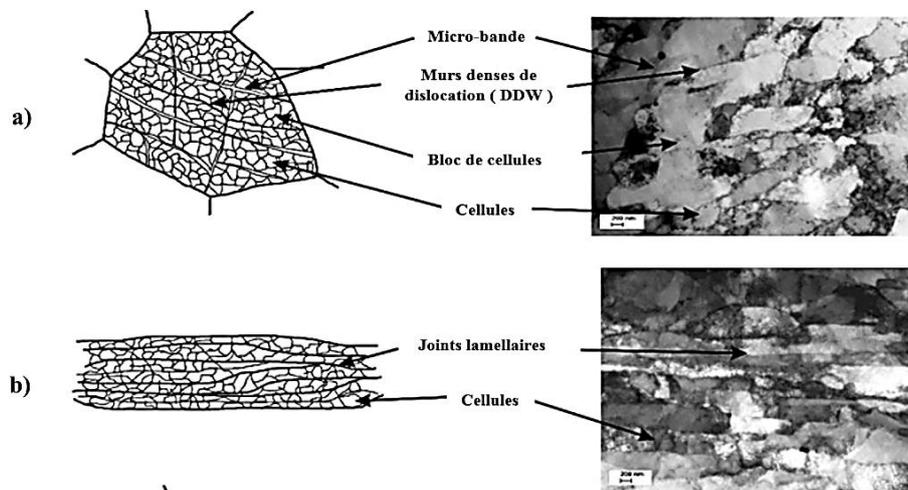


Figure I.25- Représentation schématique de la microstructure de déformation : (a) pour des déformations faibles à moyennes, (b) pour des déformations importantes ^[91].

3.3 Texture cristallographique

Les matériaux d'intérêt technologique sont, la plupart du temps, polycristallins c'est à dire constitués d'un assemblage de grains ou cristallites qui sont considérés comme des petits monocristaux. Les propriétés des matériaux dépendent à la fois de la structure de l'agrégat constitué par les grains mais également des propriétés des cristallites. La forme, la taille, leur arrangement au sein de l'agrégat ainsi que leur orientation cristallographique constituent des paramètres déterminant pour les propriétés macroscopiques des matériaux. Lorsque la distribution des orientations de ces cristallites n'est pas aléatoire, on dit que le matériau présente une ou plusieurs orientations préférentielles ou plus généralement une texture cristallographique ^{[85],[92]}.

La texture cristallographique est un paramètre microstructural déterminant pour les propriétés (mécaniques, électriques, magnétiques, ...) des alliages métalliques via l'anisotropie cristalline. La texture apparaît durant la solidification puis évolue au cours des étapes de déformation (laminage, tréfilage,...) et de recristallisation sous traitement thermique. La compréhension et la maîtrise de l'évolution de ce paramètre au cours de traitements thermomécaniques ou de recuits sont nécessaires pour optimiser le comportement d'un matériau^[92]. La texture cristallographique est représentée par des figures de pôles directes (projection d'une famille de plan $\{hkl\}$ sur le repère macroscopique de l'échantillon), ou des figures de pôles inverses (projection d'une

direction macroscopique sur le repère du cristal défini par un triangle standard), ou encore par la fonction de distribution d'orientations FDOC (une fonction de densité dans l'espace des orientations).

3.4 Macro- et microtexture

Depuis une quarantaine d'années, la diffraction des rayons X et la diffraction des neutrons constituent les techniques "reines" pour la caractérisation des textures globales (macrotexture) des matériaux. Dans la description de la macrotexture les grains du polycristal sont analysés de manière globale sans tenir compte de la position ni de l'orientation particulière de chaque grain.

La dernière décennie a été marquée par l'émergence d'une nouvelle technique de diffraction : la diffraction des électrons rétrodiffusés ou EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) dans un microscope à balayage qui permet de caractériser l'orientation de cristallites possédant une taille moyenne de $0.5 \mu\text{m}$, voire $0.1-0.2 \mu\text{m}$ pour des microscopes dotés d'un canon à émission de champ. Grâce à l'EBSD on a accès donc à la microtexture ou texture locale. Cette technique présente l'avantage de donner une corrélation entre la microstructure et la texture des matériaux [93]-[96].

Les deux situations sont dépeintes dans la Figure I.26

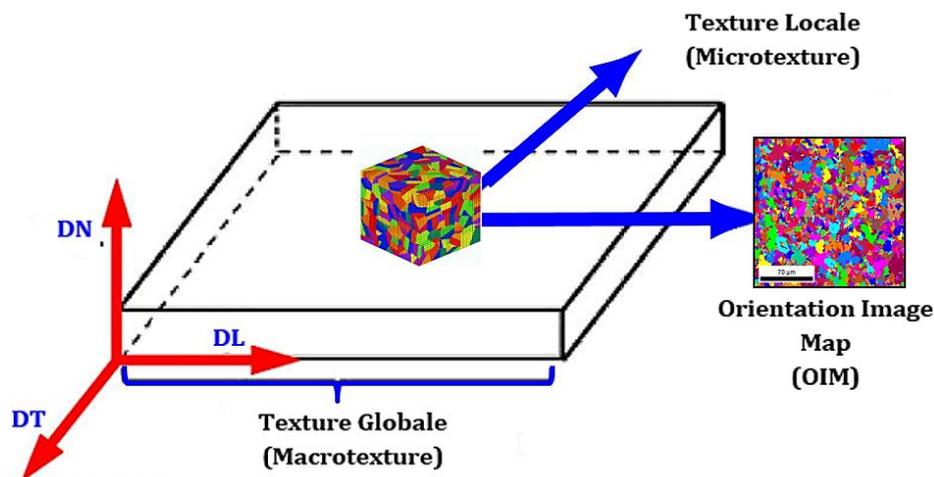


Figure I.26- Relation entre la texture globale(macrotexture)et la texture locale (microtexture), associée à une cartographie d'orientation OIM obtenue par EBSD [93].

3.5 Description de la texture dans des matériaux polycristallins

La caractérisation de la texture consiste à définir une relation matricielle qui lie le repère du cristal à celui de l'échantillon par une matrice de rotation $[g]$. Ce dernier est déterminé en fonction de la géométrie et de l'historique mécanique de l'échantillon.

Par convention dans le cas d'une tôle laminée, il est défini par les trois directions orthogonales suivantes (Figure I.27a) : DL est la direction de laminage parallèle à OX (sens de la longueur), DT est la direction transverse parallèle à OY (sens de la largeur), DN est la direction normale au plan de laminage (DL, DT) parallèle à OZ . En revanche, dans le cas de fils présentant une symétrie de révolution, DN est parallèle à l'axe du fil, DL et DT sont deux directions macroscopiques a priori quelconques contenues dans la "section transverse" du fil (Figure I.27b) [85],[97].

Le référentiel lié au cristallite ($Oxyz$) est déterminé en fonction de la symétrie cristallographique. Pour une symétrie cubique, on associera à chaque cristallite le trièdre $Oxyz$ tel que $Ox // [100]$, $Oy // [010]$ et $Oz // [001]$. L'orientation de la cristallite est définie alors par la rotation g qui permet d'amener en coïncidence, à une translation près, le référentiel $Oxyz$ avec celui lié à l'échantillon [85],[89].

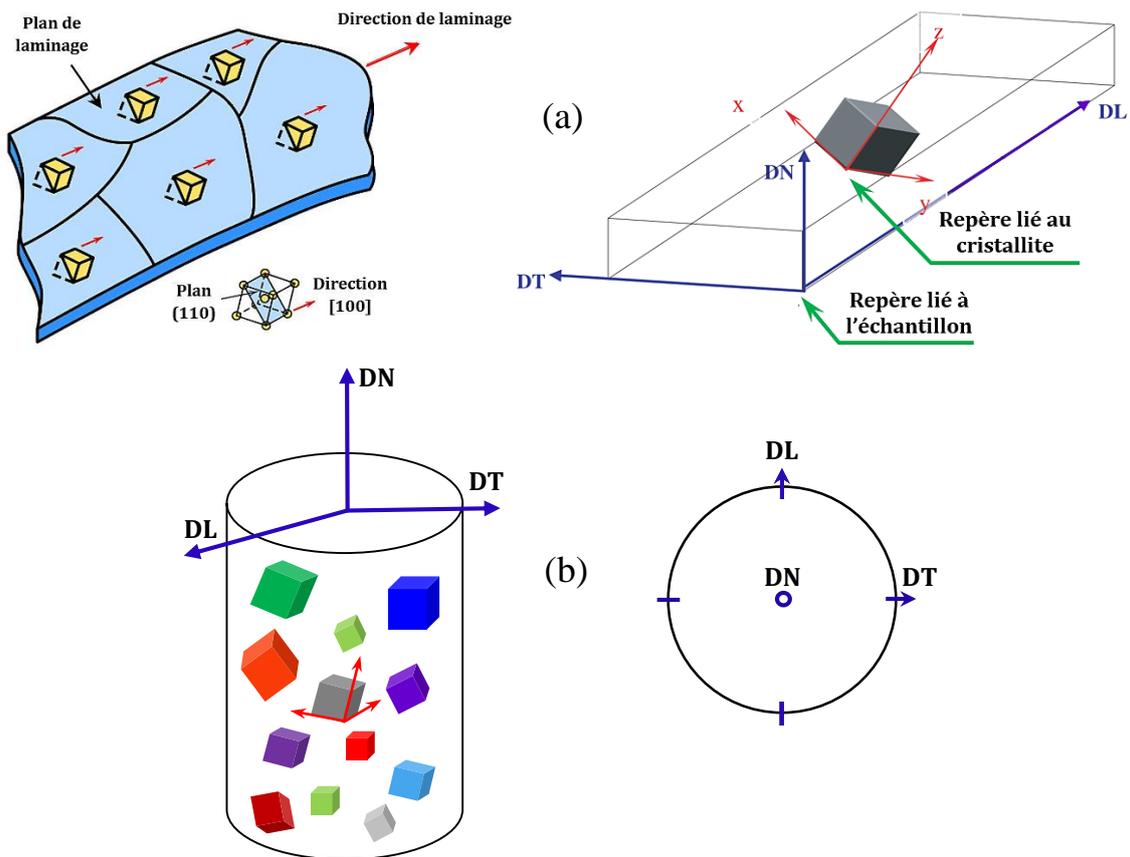


Figure I.27- Représentation schématique de deux repères liés à l'échantillon et au cristallite dans le cas d'une structure cubique. a) Tôle laminée [92],[98] b) Fil tréfilé.

3.6 Représentations des orientations cristallographiques

L'orientation de la cristallite est définie par la matrice de passage $[g]$ entre les 2 référentiels liés au cristallite ($Oxyz$) et à l'échantillon (DL, DT, DN). Cette matrice peut être représentée à l'aide de différentes méthodes : matrice de transformation des coordonnées, vecteur de Rodriguez, angles d'Euler (espace d'Euler), représentation par les indices de Miller (indices de Miller-Bravais). Ces deux dernières représentations des orientations sont les plus couramment utilisées en métallurgie [85],[99].

3.6.1 Angle d'Euler

L'orientation cristalline d'un grain peut être repérée dans le système d'axes lié à l'échantillon par 3 angles d'Euler qui décrivent les trois rotations successives qui amènent en coïncidence les 2 repères. Il y a différentes notations qui ont été proposées pour assurer trois rotations autour des axes qui sont liés au cristallite (Tableau I.4), dont les plus utilisées sont les notations de Bunge ($\varphi_1, \phi, \varphi_2$). Les angles d'Euler $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ (selon le formalisme de Bunge [100]) définis ci-dessous, décrivent l'ensemble des trois rotations permettant d'amener le repère associé à l'échantillon $\{E\} \equiv (O, DL, DT, DN)$ en coïncidence avec celui associé au cristallite $\{C\} \equiv (Oxyz)$ (C.f Figure I.28) [85].

- φ_1 ($2\pi \geq \varphi_1 \geq 0$) rotation autour de DN ($O, DL, DT, DN \rightarrow Ox_1y_1z_1$)
- ϕ ($\pi \geq \phi \geq 0$) rotation autour de Ox_1 ($Ox_1y_1z_1 \rightarrow Ox_2y_2z_2$)
- φ_2 ($2\pi \geq \varphi_2 \geq 0$) rotation autour de Oz_2 ($Ox_2y_2z_2 \rightarrow Oxyz$)

Si g est la transformation qui résulte de ces trois rotations, les repères $\{C\}$ et $\{E\}$ sont liés par la relation :

$$\{C\} = g(\varphi_1, \phi, \varphi_2) * \{E\} \quad (20)$$

Tableau I.4- Correspondances entre les différents angles d'Euler usuels.

Matthies	Roe	Bunge	Canova	Kocks
α	ψ	$\varphi_1 = \alpha + \frac{\pi}{2}$	$\omega = \frac{\pi}{2} - \alpha$	ψ
β	θ	ϕ	θ	θ
γ	Φ	$\varphi_2 = \gamma + \frac{3\pi}{2}$	$\phi = \frac{3\pi}{2} - \gamma$	$\Phi = \pi - \gamma$

Dans le cas de la symétrie cubique, g est donnée par la matrice de rotation suivante :

$$g = \begin{pmatrix} \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \phi & \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \phi & \sin \varphi_2 \sin \phi \\ -\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \phi & -\sin \varphi_1 \sin \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \phi & \cos \varphi_2 \sin \phi \\ \sin \varphi_1 - \sin \phi & -\cos \varphi_1 \sin \phi & \cos \phi \end{pmatrix} \quad (21)$$

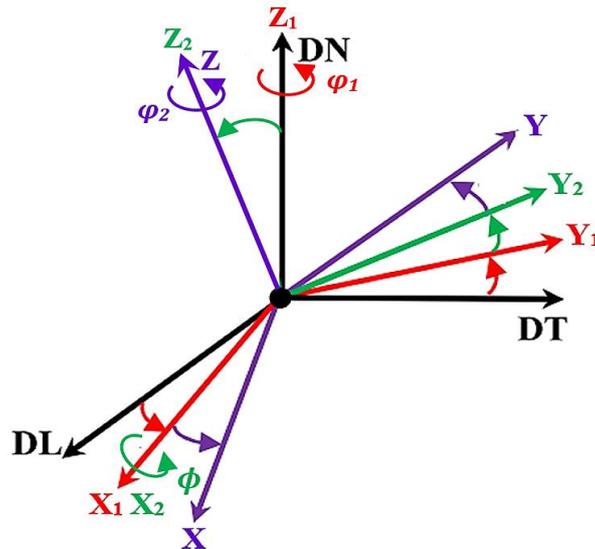


Figure I.28- Représentation de l'orientation cristallographique par les angles d'Euler formalisme de Bunge ($\varphi_1, \phi, \varphi_2$) $^{[100],[101]}$.

3.6.2 Indice de Miller

Dans un réseau cristallin de maille cubique de paramètre a , (hkl) représente l'ensemble des plans réticulaires parallèles et équidistants, qui coupent les axes de réseau cristallin respectivement à des distances $a/h, a/k, a/l$. Une direction cristallographique est notée $[uvw]$ où u, v, w sont les coordonnées du vecteur directeur de cette direction dans le repère du cristal. La direction normale à un plan (hkl) est alors notée $[hkl]$. Rappelons qu'un plan (hkl) particulier appartient à la famille de plans $\{hkl\}$; de même une direction particulière $[uvw]$ appartient à la famille de direction $\langle uvw \rangle$ $^{[102]}$.

En métallurgie, on représente souvent une composante de texture présente dans le matériau par son plan et sa direction cristallographique respectivement parallèles à un plan et à une direction caractéristique de l'éprouvette $^{[85]}$:

- La texture des tôles est souvent décrite par des orientations idéales $\{hkl\}\langle uvw \rangle$ (h, k, l, u, v et w sont les indices de Miller), où $\{hkl\}$ est le plan parallèle au plan de laminage, de normale DN et où $\langle uvw \rangle$ est parallèle à la direction de laminage DL .
- La texture des fils est donnée par les familles d'orientations $\langle hkl \rangle // DN$ (texture de fibre), car une direction cristallographique $\langle hkl \rangle$ a dans chaque grain tendance à s'aligner avec l'axe du fil. Nous rappelons que pour un cristal de structure cubique de paramètre de maille " a ", les directions $\langle hkl \rangle$ représentent l'ensemble des directions perpendiculaires aux plans réticulaires $\{hkl\}$ parallèles et équidistants.

Les orientations sont notées $g = \{hkl\} \langle uvw \rangle$. Cette description des textures est qualitativement intéressante car elle indique de façon très claire les orientations principales du matériau mais elle reste insuffisante d'un point de vue statistique et quantitatif. En effet, elle ne fournit aucune information sur l'ensemble de la distribution statistique des composantes : fraction volumique, dispersion etc. [92]

3.7 Représentation de la texture cristallographique

3.7.1 Figure de pôles directe (PF)

Pour mettre en évidence l'anisotropie de répartition des orientations cristallographiques dans un matériau, on mesure le plus souvent des figures de pôles directes. Une figure de pôles directe (PF) est la projection stéréographique sur le plan de l'échantillon, de la distribution des densités de pôles d'une famille de plans $\{hkl\}$ dans toutes les directions de l'échantillon : celles-ci sont données par l'ensemble des couples (χ, φ) (χ et φ sont les angles repérant le plan cristallographique $\{hkl\}$ par rapport aux axes du référentiel échantillon : $\chi \in [0, 90^\circ]$, $\varphi \in [0, 360^\circ]$ [86].

Considérons un cristal de structure cubique possédant une orientation donnée (Figure 1.29a). Les normales aux plans $\{100\}$ de ce cristal « percent » la sphère des pôles (sphère imaginaire centrée sur le grain considéré) en des points caractéristiques de l'hémisphère nord, dont la position est fonction de l'orientation du cristal dans le repère échantillon (DL, DT, DN). On peut alors utiliser le pôle sud comme pôle de projection de ces points sur le plan équatorial. On vient ainsi de réaliser une projection stéréographique pour obtenir la figure de pôles $\{100\}$ du cristal considéré (Figure 1.29b).

La Figure I.29b montre un exemple de construction d'une figure de pôles $\{100\}$ correspondant à une orientation dite « Cube », $\{001\} \langle 100 \rangle$. Dans ce cas, le plan (001) de la famille de plans $\{100\}$ est parallèle au plan de la tôle (DL, DT) et, comme les indices du plan sont les mêmes que ceux de la normale au plan pour un cristal de structure cubique, la figure de pôles présente donc une direction $\langle 001 \rangle$ parallèle à la direction normale au plan de la tôle, DN . Par ailleurs, il existe également une direction de la famille $\langle 100 \rangle$ parallèle à DL et une autre parallèle à DT .

À chaque plan cristallin $\{hkl\}$ d'un grain est associée une figure de pôles, et la figure de pôles $\{hkl\}$ globale d'un échantillon polycristallin est la superposition des figures de pôles $\{hkl\}$ des différents grains pondérés par leurs fractions volumiques. Pour caractériser la texture d'un échantillon, on est donc amené à mesurer plusieurs figures de pôles $\{hkl\}$ par diffraction des rayons X ou des neutrons. Dans le cas de l'EBS, on mesure l'orientation des grains et on trace des figures de pôles pour analyser la texture globale du polycristal^[103].

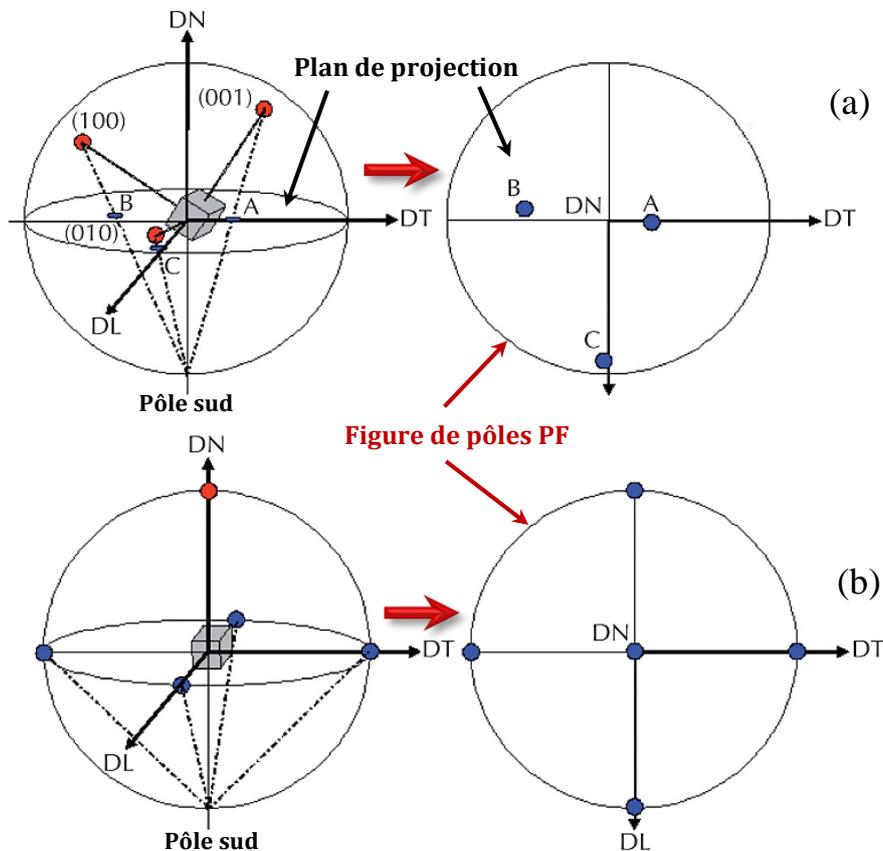


Figure I.29- Construction d'une figure de pôles $\{100\}$, a) pour une orientation quelconque et b) pour une orientation Cube $\{001\} \langle 100 \rangle$. À gauche : méthode de construction ; à droite : figures de pôles obtenues ^{[103],[104]}.

La Figure I.30 donne un exemple de figures de pôles Figures de pôles $\{100\}$ et $\{110\}$ expérimentales obtenues pour un matériau de symétrie cubique :(exemple d'un fil machine d'un acier perlitique utilisé dans notre étude).

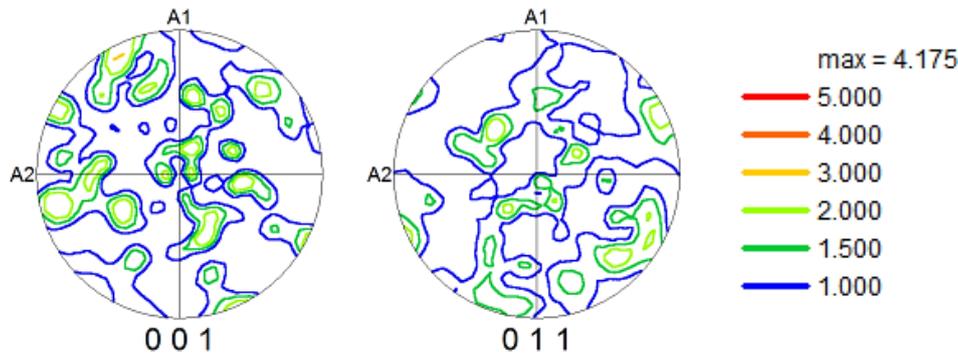


Figure I.30- Figures de pôles $\{100\}$ et $\{110\}$ d'un matériau de symétrie cubique (A1 : Direction radiale RD , A2 : direction transversale DT).

3.7.2 Figure de pôles inverse (IPF)

C'est la distribution des plans $\{hkl\}$, c'est une méthode pour décrire des cristaux par rapport au plan de référence par un triangle, à l'aide de différentes couleurs. Les trois plans de référence les plus utilisés sont le plan de laminage, le plan transverse DT et le plan normale DN de l'échantillon. Un exemple est montré sur la Figure I.31. Si le plan de référence est le plan de laminage DL , la famille de plans $\{001\}$ du grain est parallèle à ce plan. Par conséquent, ce grain est mis en rouge, selon le triangle standard qui permet de distribuer la couleur en fonction de la direction cristalline. Cependant, si le plan de référence est le plan de transverse DT , la famille de plans parallèle est $\{011\}$ et le grain est donc colorié en vert. Et si le plan de référence est le plan normal DN , la famille de plans parallèle est $\{111\}$ et le grain est donc colorié en bleu. En utilisant cette façon pour colorier tous les grains analysés, la distribution d'une direction des cristaux devient visible [94],[104]. Pour le cas des structures cubiques par exemple, les couleurs rouge, vert et bleu sont utilisées pour les familles respectives de directions/plans $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$, respectivement représentées par leurs indices de Miller, les couleurs résultant du mélange de ces couleurs primaires correspondent aux orientations intermédiaires, telles que décrites par leurs indices de Miller respectifs et présentées dans le motif RVB du Tableau I.5 [105].

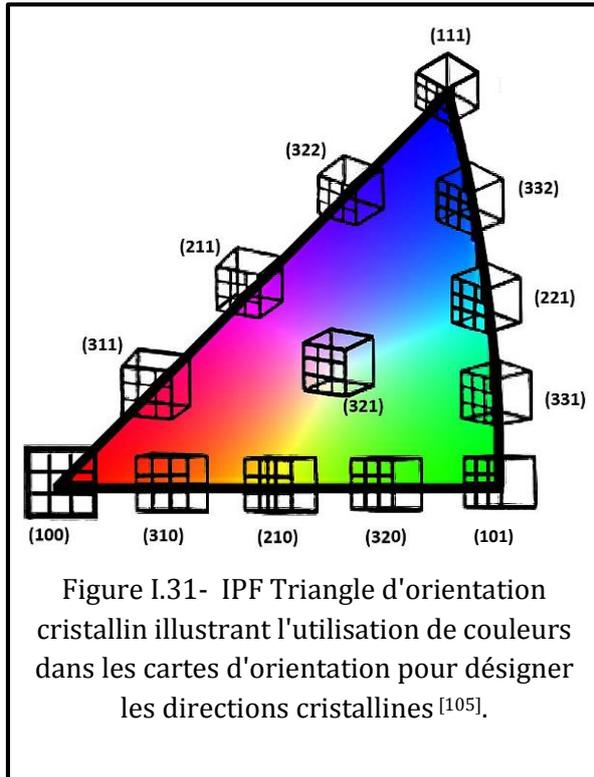


Tableau I.5- Association de couleurs dans un MO d'un matériau cristallin cubique [105].

Direction	u	v	w	R	G	B	COR
(100)	1	0	0	255	0	0	Red
(310)	3	1	0	255	85	0	Orange
(210)	2	1	0	255	255	0	Yellow
(320)	3	2	0	85	255	0	Light Green
(101)	1	0	0	0	255	0	Green
(331)	3	3	1	0	255	85	Light Green
(221)	2	2	1	0	255	255	Cyan
(332)	3	3	1	0	85	255	Blue
(111)	1	1	1	0	0	255	Dark Blue
(322)	3	2	2	85	0	255	Purple
(211)	2	1	1	255	0	255	Magenta
(311)	3	1	1	255	0	85	Red
(321)	3	2	1	255	255	255	White

3.7.3 Fonction de distribution des orientations cristallines (FDOC)

La mesure de figures de pôles permet d'avoir une description qualitative et non quantitative de la texture. Cependant, Pour faire une étude quantitative et complète sur la texture d'un matériau métallique, il est nécessaire d'introduire un nouveau concept qui est la Fonction de distribution des orientations cristallines $f(g)$ (FDOC) (ou Orientation Distribution Function, ODF). Elle est définie par la fraction volumique dV_g/V des grains ayant une orientation g à dg près :

$$f(g)dg = \frac{dV_g}{V} \quad (22)$$

dg est le volume élémentaire dans l'espace d'Euler :

$$dg = \frac{1}{8\pi^2} \sin \phi d\phi d\varphi_1 d\varphi_2 \quad (23)$$

Ou V est le volume de l'espace des orientations et dV_g le volume d'orientations dans l'élément de volume dg centré sur g . Une propriété particulière de $f(g)$ est d'avoir une moyenne égale à 1 ; une distribution uniforme d'orientations a donc une FDOC constante

égale à 1 [106]. Cette fonction fournit une information statistique complète de la distribution des orientations cristallines. Son exploitation permet de repérer les orientations préférentielles, les dispersions angulaires autour des orientations idéales, de visualiser les textures de fibres (ensemble continu, etc..) et de quantifier les fractions volumiques des composantes de texture [92].

D'une manière indirecte, la FDOC peut être obtenue par inversion de figures de pôles, étape obligée lors d'une caractérisation de textures par diffraction des rayons X. Différentes approches sont proposées pour déterminer la FDOC telles que la méthode harmonique proposée par Bunge [107] et Roe [108] la méthode vectorielle proposée par Williams [109] et développée par Ruer et Baro [110] et après par Vadon [111].

Elle est calculée à partir d'orientations discrètes en représentant chaque orientation par une distribution continue, généralement gaussienne. La FDOC est habituellement calculée dans l'espace d'Euler ($\varphi_1, \phi, \varphi_2$) en appliquant la méthode des harmoniques sphériques. Une méthode directe peut également être employée en contrepartie d'un temps de calcul plus important. Pour la représentation graphique de la FDOC dans l'espace d'Euler, les trois angles sont portés sur trois axes orthogonaux, et on effectue un ensemble de coupes selon des plans à φ_2 constant (généralement par pas de 5°). Les propriétés de symétrie de l'échantillon et du cristal conduisent à une réduction du volume nécessaire de l'espace d'Euler. Dans le cas nous concernant d'un matériau de structure cristalline cubique et d'un échantillon de symétrie orthotrope, on emploie généralement le domaine $(\varphi_1, \phi, \varphi_2) \in [0, 90[$ [112]-[117]. La Figure I.32 donne un exemple de FDOC correspondante à la figure de pôle présentée sur la Figure I.30.

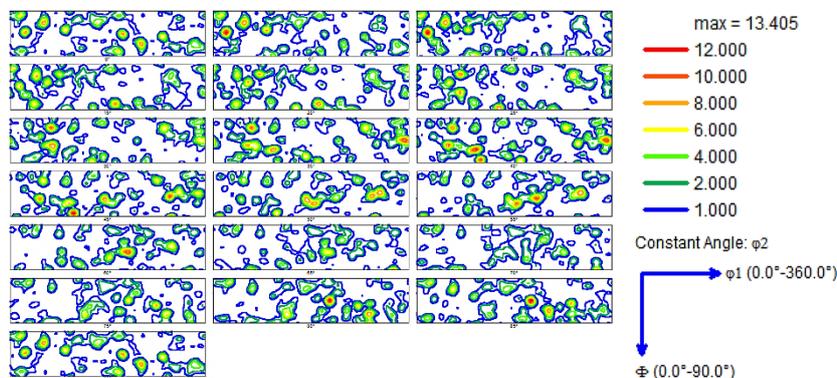


Figure I.32- Fonction des distributions des orientations cristallines(FDOC) en coupes à φ_2 constant d'un fil machine d'un acier perlitique.

3.7.3.1 Détermination de la FDOC

Le principe du calcul de la FDOC consiste à résoudre l'équation fondamentale qui lie les n ($i = 1$ à n) figures de pôles à la fonction $f(g)$:

$$q_{hkl}(\chi, \varphi) = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} f(g) d\gamma \quad (24)$$

Où $q_{hkl}(\chi, \varphi)$ est la densité de pôles en un point défini par ses coordonnées sphériques radiale χ et azimutale φ sur la figure de pôles $\{hkl\}$ et $d\gamma$ est l'élément différentiel de rotation autour de la normale au plan diffractant [86],[92]. La texture peut alors être représentée dans l'espace d'Euler où chaque orientation est décrite par les trois angles d'Euler ($\varphi_1, \phi, \varphi_2$) et l'intensité de $f(g)$ correspondante [104].

3.8 Texture de déformation

Au cours de la déformation plastique d'un matériau polycristallin, les grains subissent des rotations qui modifient leur orientation cristallographique. Ces rotations dépendent du mode de déformation imposé au matériau d'une part, et des systèmes de glissement activés dans chaque grain d'autre part. 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...)[118],[119].

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 [119].

Dans ces études, Badji [120] a mentionné que les changements d'orientation qui se produisent dans un acier sous l'effet d'une sollicitation mécanique sont dus au fait que la déformation se fait sur des systèmes de glissement et de maillage spécifiques. Pendant la déformation plastique, chaque grain subit une déformation différente de celle de ses voisins. Cette déformation entraîne une rotation cristallographique qui n'est pas aléatoire. Par conséquent, les grains acquièrent des orientations privilégiées.

3.8.1 Texture de laminage

Dans le cas du laminage des matériaux c.c, la texture des tôles laminées se développe sous forme de fibres ; c'est-à-dire que les orientations des grains par rapport à la tôle ont en commun un axe du cristal. L'intensité des différentes composantes de cette texture dépend de plusieurs facteurs tels que la texture initiale de l'acier, la température et le taux de déformation, l'énergie de défaut d'empilement, la morphologie et la taille initiales des grains, la présence d'une seconde phase, etc... Pour les aciers ferritiques à bas carbone et les aciers inoxydables ferritiques, le laminage entraîne le développement de deux composantes majeures de texture qui sont [89],[120],[121] :

- La fibre α qui s'étale de la composante $\{001\}\langle 110 \rangle$ jusqu'à $\{111\}\langle 110 \rangle$ le long de $\langle 001 \rangle // RD$. Cette fibre est aussi décrite par $\{hkl\}\langle 001 \rangle$.
- La fibre γ qui s'étale de la composante $\{111\}\langle 110 \rangle$ jusqu'à $\{111\}\langle 112 \rangle$ le long de $\langle 111 \rangle // ND$, elle est décrite aussi par $\{111\}\langle uvw \rangle$

Une représentation schématique des principales composantes de texture rencontrées dans les matériaux cubiques centrés c.c et cubiques à face centrée c.f.c dans l'espace d'Euler est donnée dans la Figure I.33 et la Figure I.34 respectivement.

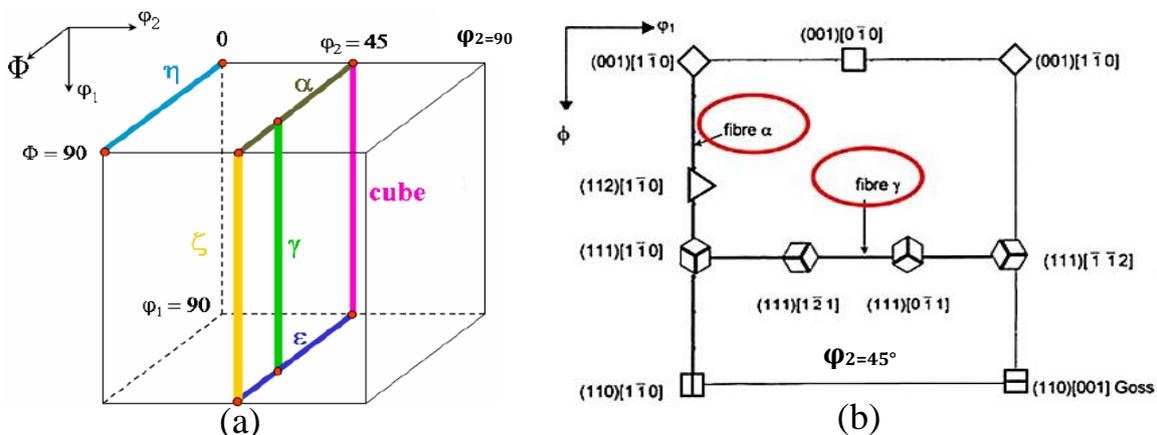


Figure I.33- a) représentation schématique en 3D des composantes principales de texture rencontrées dans les matériaux c.c laminés dans l'espace des angles d'Euler [120], b) Position de la texture idéale dans la coupe $\varphi_2 = 45^\circ$ [122].

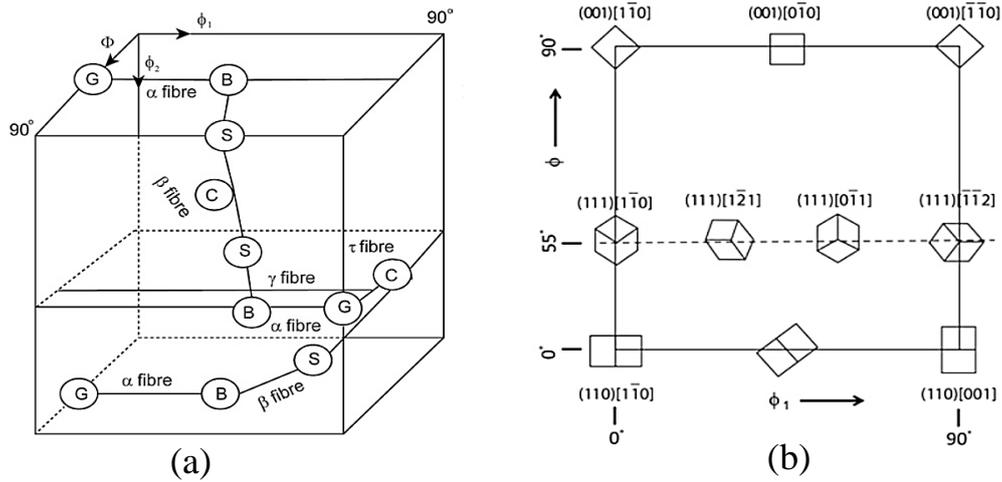


Figure I.34- a) Représentation schématique en 3D de position de fibres principales α et β de la texture de laminage dans les matériaux c.f.c dans l'espace des angles d'Euler. b) Position de la texture idéale dans la coupe $\varphi_2 = 45^\circ$ [93].

Les fibres de texture caractéristiques rencontrées dans les matériaux FCC et BCC sont décrites dans le Tableau I.6.

Tableau I.6- Fibres de texture dans les matériaux c.f.c et c.c [93].

Material	Nomenclature of fiber	Fibre axis
FCC	α	$\langle 110 \rangle // ND$
	γ	$\langle 111 \rangle // ND$
	τ	$\langle 110 \rangle // TD$
	β	Not a fiber in true sense
BCC	α	$\langle 110 \rangle // RD$
	γ	$\langle 111 \rangle // ND$
	η	$\langle 001 \rangle // RD$
	ξ	$\langle 110 \rangle // ND$
	ε	$\langle 110 \rangle // TD$

3.8.2 Texture de tréfilage

Lorsque l'on déforme suffisamment un métal dont la texture initiale n'est pas trop prononcée, la texture finale présentera les symétries du mode d'élaboration, dans le cas du tréfilage l'axe du fil est l'axe de révolution de l'ensemble de la texture [118],[123].

La texture de tréfilage est composée principalement de fibre, caractérisée par la présence d'une direction $\langle hkl \rangle$ (où $\langle hkl \rangle$ sont les directions cristallographiques parallèles à l'axe du fil) [124]. Pour un matériau de structure cubique centrée la direction est du type $\langle 110 \rangle$. Les éléments de symétrie de la texture sont ainsi mis en évidence au travers des figures de pôles qui présentent une symétrie de révolution. Les textures de tréfilage présenteront

les mêmes orientations préférentielles que celles obtenues après laminage : à savoir une fibre α $\langle 110 \rangle //$ à l'axe de tréfilage et des directions $\langle 111 \rangle$ perpendiculaires à ce même axe [125].

Tous les auteurs observent une texture de fibre $\langle 110 \rangle$ dans le cas de tréfilage. Zenlyanskov et al. [126] remarquent même une double texture axiale $\langle 110 \rangle + \langle 114 \rangle$ formée lors du tréfilage. Montesin et al. [52], ainsi que Leber [123] trouvent un plan $\{100\}$ tangent à la surface du fil durant le tréfilage. Dans le cas du tréfilage, la texture obtenue est une texture de fibre $\langle 110 \rangle$ (classique pour les cubiques centrées) ; cette direction tend à s'aligner avec la direction de déformation (traction). La théorie (selon Leber [123]) prévoit une grande tendance à la formation de textures du type $\{111\} \langle 110 \rangle$ et $\{114\} \langle 110 \rangle$; mais il est observé aussi une texture du type $\{100\} \langle 110 \rangle$ qui est, semble-t-il, initiée au cours de la déformation initiale (issue de la déformation à chaud). Les travaux effectués par Gangli et al. [127] sur les textures de déformation d'aciers bas carbone tréfilés montrent que l'on a une orientation préférentielle du type $\{111\} \langle 110 \rangle$ [121],[125]. Zidani et al. [10] dans ces travaux sur un acier tréfilé industriellement a montré le développement d'une fibre α ($\langle 110 \rangle // \text{ND}$, $\text{ND} // \text{axe de tréfilage}$) au cours de la déformation en terme d'une coupe ODF $\varphi_2 = 45^\circ$ (Figure I.35). Cette Texture a été observée par Kanetsuki et al. [128] dans le cas d'un acier perlitique déformé par tréfilage, par Montesin et al. [52] Cas d'un acier perlitique steelcord destiné au renfort de pneumatique. Figure I.35 montre le fibre α majoritaire ($\langle 110 \rangle // \text{ND}$) d'un fil d'acier tréfilé ($\varepsilon=52.81\%$).

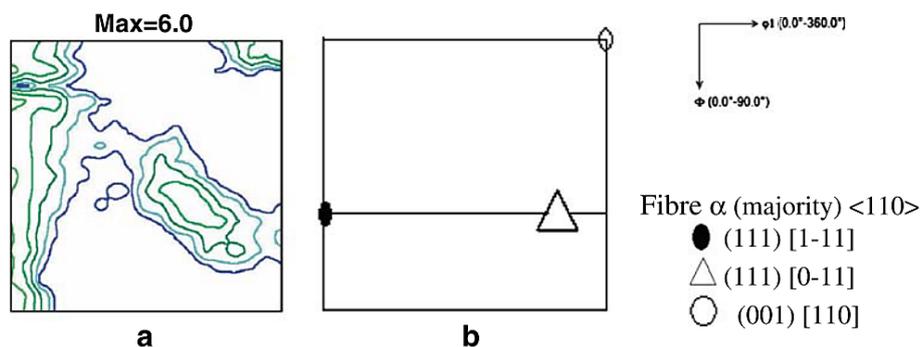


Figure I.35- a) ODF en coupes à $\varphi_2 = 45^\circ$ constant d'un fil en acier perlitique tréfilé à $\varepsilon=52.81\%$.
b) Position de la texture idéale dans la coupe $\varphi_2 = 45^\circ$ [10].

Dans les fils de structure cubique à faces centrées, les textures observées sont composées principalement d'un mélange en proportion variable de deux composantes fibres $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ (les directions cristallographiques $\langle 001 \rangle$ et $\langle 111 \rangle$ sont parallèles à l'axe du fil). Sur les coupes à φ_2 constant de l'espace d'Euler, la fibre $\langle 001 \rangle$ se situe à $\phi=0^\circ$ et φ_2 variant entre 0 et 360° et la fibre $\langle 111 \rangle$ se situe à $\phi=55^\circ$, φ_1 variant de 0 à 360° [85]. Zidani et al. [12] ont étudié des fils en cuivre tréfilés industriellement destinés au câblage électrique, ils ont observé que La texture de déformation est principalement composée de la fibre $\langle 111 \rangle // DN$ (DN // axe de tréfilage) (majoritaire) et la fibre $\langle 001 \rangle // ND$ (minoritaire) (Figure I.36a). Ils ont noté aussi que la fibre $\langle 001 \rangle // DN$ est constituée d'un renfort $\{001\} \langle 110 \rangle$ qui est convoluté avec le composant $\{001\} \langle 120 \rangle$. De plus, ils ont observé que la fibre $\langle 111 \rangle // DN$ est constituée d'un renfort principal de la composante $\{111\} \langle 112 \rangle$, cette composante est très prononcée et s'étend de chaque côté presque jusqu'à la composante $\{111\} \langle 110 \rangle$ (Figure I.36b).

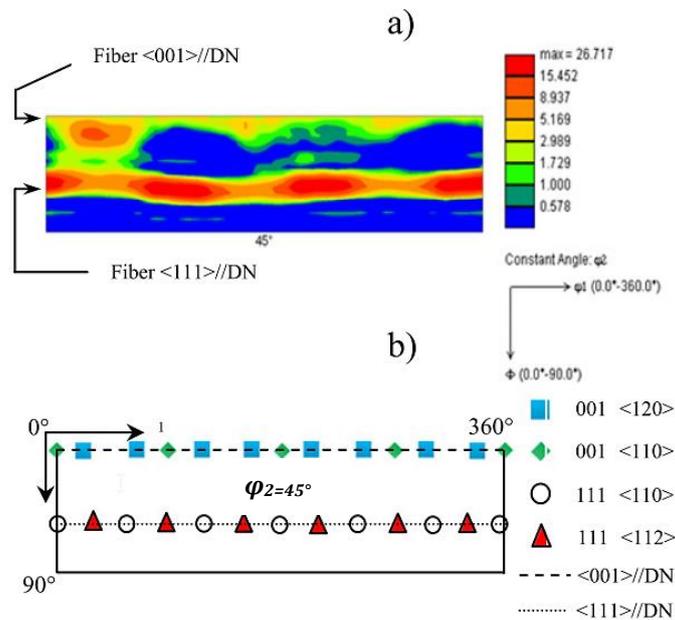


Figure I.36- a) ODF en coupes à $\varphi_2 = 45^\circ$ constant d'un fil en cuivre tréfilé à $\epsilon=90.58\%$.
 b) Position de la texture idéale dans la coupe $\varphi_2 = 45^\circ$ [12].

CHAPITRE II

MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

L'étude des évolutions microstructurales et texturales des fils d'acier perlitique tréfilés au cours de la déformation plastique et du comportement mécanique a été menée à l'aide de diverses méthodes expérimentales.

La première partie de ce chapitre contient une description détaillée du matériau étudié, depuis sa composition chimique jusqu'au protocole de conservation des échantillons en passant par leur préparation métallographique. Dans une seconde partie, le principe général des différentes techniques expérimentales mises en œuvre au cours de ces travaux de recherches ainsi que les protocoles et appareillages de mesures sont présentés.

1. MATERIAU ETUDIE

1.1 Acier étudié

Le présent travail a été réalisé sur des fils en acier hyper-eutectoïde destinés à la fabrication de câbles torons fournées par l'entreprise nationale TREFISOUD (Société Nationale de Tréfilage et de Fabrication de produits de soudage). Ces fils d'aciers de diamètre de 11 mm ont été fabriqués à l'entreprise Italienne GCR EURODRAW en acier entièrement perlitique issu de laminage à chaud de billettes produites par coulée continue et ils ont été importés sous forme de couronnes (Figure II.1) par l'entreprise nationale TREFISOUD.



Figure II.1- Bobine de fil machine.

L'entreprise indiquée (GCR EURODRAW) dispose de plusieurs certificats de qualité internationaux comme **UNI EN ISO 9001.2015** et peuvent produire des produits de tringle et de câble d'acier pour les industries de fabrication de pneus, des fils de renforcement de béton précontraint et des torons pour les industries de la construction selon les normes européennes (EN), anglaises (BS), allemandes (DIN), italiennes (D.M.)

1.2 Nuance de l'acier

L'acier étudié est de nuance SWRH82B (High Carbon Steel Wire Rods) qui est un fil machine en acier à haute teneur en carbone de diamètre de 11 mm. Le Tableau II.1 donne les équivalences des standards internationaux pour la composition des aciers du SWRH82B.

Tableau II.1- Équivalence du SWRH82B en fonction des normes et des pays.

Japan	Korea	USA	Europe	International Standards
JIS G 3506 (2017)	/	UNS G10800 (2007)	EN 10016-2 (1995)	ISO 16120-2 (2017)
SWRH82B	KS 1082 B	AISI/SAE1080	EN C82D	ISO C82D

Applications: Fil machine en acier à haute teneur en carbone destiné au tréfilage et/ou au laminage à froid, fils d'acier tréfilés pour béton précontraint, fil d'acier galvanisé destiné à la fabrication des torons et de câbles métalliques.

1.3 Composition chimique de l'acier

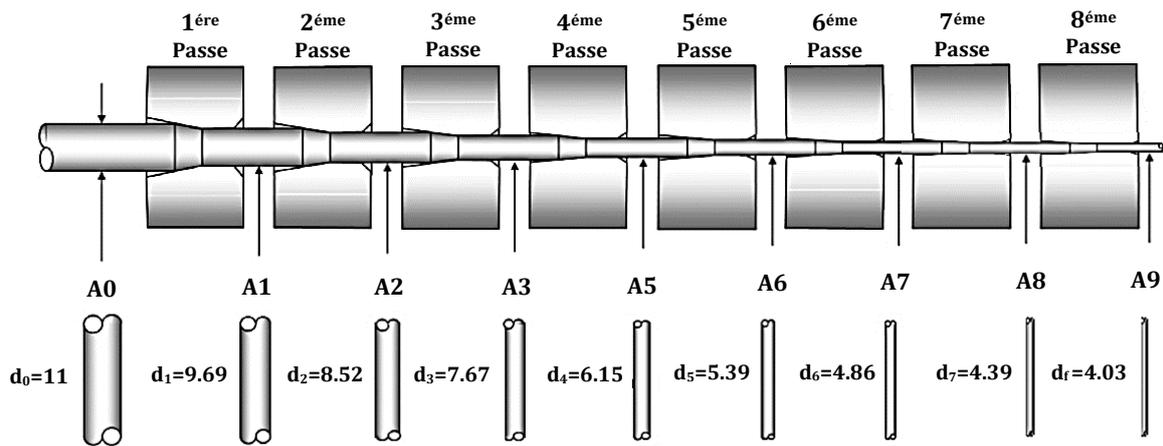
L'étude a été réalisée sur un fil en acier perlitique contenant 0,9 % en masse de carbone associée à des éléments d'alliages comme le nickel, le chrome, le molybdène, le vanadium ou le tungstène. La composition chimique exacte est donnée dans le Tableau II.2. L'analyse supplémentaire de la composition chimique du fil machine a été effectuée par spectrométrie à l'aide d'un spectromètre à étincelle de pointe.

Tableau II.2- Composition chimique de l'acier étudié (composition massique %).

Eléments	C	Mn	Si	P	Cr	Ni	S	V	Cu	Mo	Co
Wt%	0.89	0.63	0.32	0.013	0.31	0.004	0.012	0.004	0.011	0.002	0.006

1.4 Tréfilage de l'acier

L'exécution initiale pour le tréfilage était sous la forme d'un fil machine SWRH82B de diamètre initiale d_0 égale à 11,00 mm. Ce fil machine a été tréfilé à froid par une tréfileuse multi-passes à l'entreprise TREFISOUD par huit passes à travers plusieurs filières à la température ambiante à sec avec une réduction de surface moyenne de 20% et avec une vitesse moyenne de tréfilage égale à 8 m/s dans chaque passe. Ce processus a donné un fil tréfilé d'un diamètre final d_f égale à 4,03 mm (Figure II.2). Au cours de chaque passe, la déformation est calculée par l'équation (5) dans le Chapitre I.2.

Figure II.2- Schéma explicatif de la gamme de tréfilage du fil tréfilé $df=4.03\text{mm}$.

Dans cette étude, les résultats obtenus ont été effectués sur un fil machine et deux fils tréfilés de déformation différentes (c'est-à-dire, déformation moyenne $\varepsilon_1=1.16$ et déformation élevée $\varepsilon_2=2.01$). Les paramètres caractérisant la déformation des fils utilisés dans cette étude sont donnés dans le Tableau II.3.

Tableau II.3- Information sur les échantillons utilisés dans cette étude

Echantillons	d_i (mm)	Taux de déformation ε
Fil machine	11	0.00
Fil tréfilé 1	6.15	1.16
Fil tréfilé 2	4.03	2.01

1.5 Prélèvement et Préparation métallographique des échantillons

Après le processus de laminage à chaud, la surface du fil machine est recouverte d'une couche d'oxydes métalliques (calamine), dont l'épaisseur est fonction de la température de sortie du fil. À cause de son caractère abrasif, de sa dureté et de son absence de ductilité, cette couche doit être éliminée avant toute opération de tréfilage du fil machine. Différents procédés de nettoyage de surface tels que : le décapage et le décalaminage ont été effectués par l'entreprise TREFISOUD.

1.5.1 Découpage et enrobage

Le prélèvement des échantillons s'effectue avec une vitesse lente et sous une coulée d'eau froide de telle façon qu'il faudrait éviter la déformation structurale et la perte des propriétés mécaniques des échantillons due à l'échauffement lors du découpage. Les échantillons sont découpés sous forme de coupes longitudinales de 15 mm de longueur. Ensuite, ils sont enrobés

dans une résine synthétique à froid. La température d'enrobage ne présente aucun risque de modification structurale de la surface des échantillons.

1.5.2 Polissage Mécanique

Après l'étape d'enrobage, les échantillons sont polis mécaniquement le long de la coupe longitudinal aux papier à grain abrasif en carbure de silicium (SiC) de granulométrie décroissante allant de 120# au 4000# et lubrifiés avec de l'eau. Après chaque polissage, les échantillons sont nettoyés de tout résidu à l'aide de l'eau distillée puis séchés à l'air froid comprimé. Le polissage de finition se fait à l'aide de la pâte diamantée de granulométrie 3 μm puis 1 μm répartie sur un disque tissu feutre jusqu'à l'obtention d'un poli miroir (Figure II.3a).

Pour révéler la microstructure, les échantillons est attaqués par un réactif d'attaque utilisé pour les aciers très durs c'est bien le picral 4%. Cette solution révèle les agrégats de cémentite. Le picral est une solution composée de 100ml d'éthanol et de 4g d'acide picrique en poudre utilisé pour un temps d'attaque entre 20 et 45 secondes, et ceci selon l'état de l'échantillon (Figure II.3b).

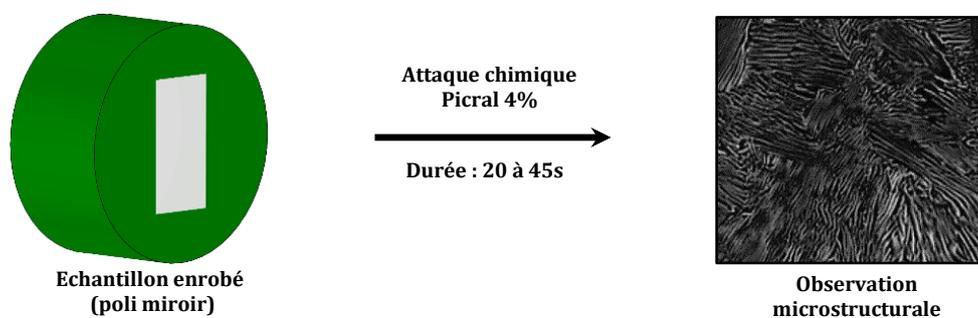


Figure II.3- Attaque chimique avec le picral 4% de l'échantillon enrobé.

1.5.3 Polissage électrolytique pour l'analyse EBSD

La faible profondeur d'échappement des électrons qui contribuent à la formation de diagrammes de diffraction EBSD impose une préparation d'échantillons adaptée. Celle-ci doit préserver la structure cristalline de l'échantillon au voisinage de la structure analysée, en éliminant le mieux possible les couches superficielles oxydées ou la contamination de surface, sans créer d'écaillage superficiel ni de rugosité excessive.

La Technique d'EBSD demande une préparation plus fine et plus soignée de la surface des matériaux d'étude. La première étape de préparation de la surface des échantillons consiste à réaliser un polissage mécanique très doux suivi, éventuellement, d'un polissage à pâte diamantée. La deuxième étape, a pour objectif d'enlever la couche écaillée par le polissage mécanique tout en préservant l'état de surface, est réalisée par polissage électrolytique. Ce dernier consiste à placer l'échantillon en tant qu'anode dans une cellule d'électrolyse et la cathode en plaque en acier inoxydable. Le bain électrolytique est constitué du réactif approprié (Figure II.4).

Pour les aciers, le bain électrolytique est constitué d'acide acétique, d'acide perchlorique et d'éther monobutylique de l'éthylène-glycol. La tension appliquée est de 43 V et la température de polissage est de $-2\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 2 minutes.

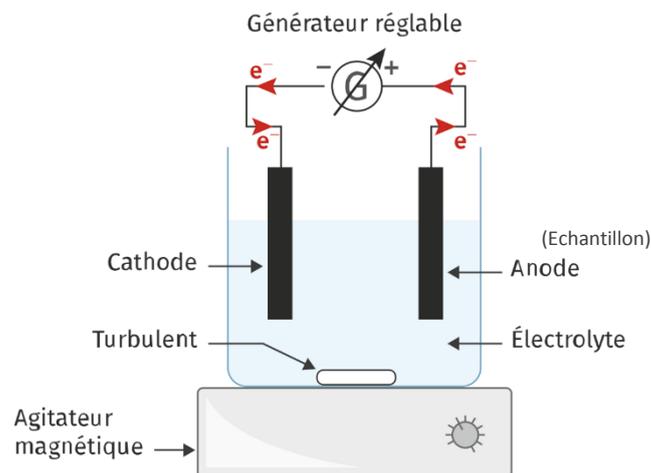


Figure II.4- Schéma du dispositif de Polissage électrolytique.

2. TECHNIQUES DE CARACTERISATION

Cette partie a pour but de présenter brièvement les différentes techniques expérimentales mises en œuvre au cours de ces travaux de recherches.

2.1 Caractérisation de la microstructure

2.1.1 Microscope électronique à balayage MEB

La microscopie électronique à balayage (MEB) ou (SEM Scanning Electron Microscopy) est une technique puissante d'observation qui fournit des images à haute résolution de la proche surface des échantillons. Cette technique est basée sur le principe des interactions électrons-matière. Un faisceau d'électrons balaie la surface de l'échantillon à analyser qui en réponse, plusieurs signaux sont réémis : les électrons secondaires, les électrons rétrodiffusés, les électrons Auger, et les rayons X (Figure II.5). Différents détecteurs permettent d'analyser ces particules et de reconstruire une image de la surface [84],[86],[104]. Nous avons utilisé le MEB dans plusieurs modes : le mode d'imagerie par collection des électrons secondaires (mode SE – Secondary Electron Imaging) qui permet une analyse topographique très détaillées des échantillons et le mode d'imagerie par collection d'électrons rétrodiffusés (mode BSE – Back Scattered Electron Imaging) qui permet de donner une imagerie chimique globale (informations cristallographiques).

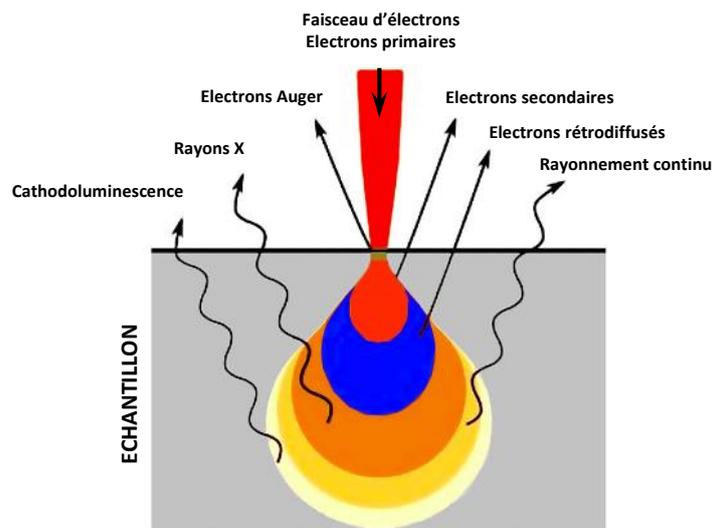


Figure II.5- Schéma d'émissions électroniques dues aux interactions électrons-matériau métallique [105].

Au cours de cette étude, du fait de leur finesse, les microstructures ont été observées au MEB de type TESCAN-VEGA3 au sein de laboratoire de Physique des couches minces et applications à l'université de Biskra. Nous avons travaillé sous une tension d'accélération de 20 kV.

2.1.2 Diffraction des rayons X

L'acier est un matériau polycristallin formé d'une multitude de grains, chacun d'entre eux étant en fait un monocristal constitué d'un empilement régulier d'atomes. Cet empilement peut être décrit par des ensembles de plans cristallins définis par une distance d_{hkl} qui dépend des indices de Miller (h, k, l) .

La diffraction des rayons X est une diffusion cohérente des photons X du faisceau incident sur les électrons des atomes du réseau périodique qui composent l'échantillon analysé. Chaque atome du matériau constitue alors une source secondaire de photons X en phase avec les photons primaires (Figure II.6a). En effet les pics de diffraction X représentent des figures d'interférence (cônes de diffraction) de ces sources photoniques enregistrés par un détecteur [84]. Le phénomène de diffraction est décrit par la loi de Bragg pour une famille de plans cristallins (hkl) , telle que :

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (25)$$

Avec d_{hkl} la distance interréticulaire séparant deux plans parallèles d'une même famille, θ l'angle d'incidence d'un faisceau de rayons X sur ces plans réticulaires, λ la longueur d'onde du faisceau, et n l'ordre de diffraction, un nombre entier. Il y a diffraction lorsque la relation de Bragg est satisfaite. Les familles de plans atomiques composant chaque phase cristalline sont orientées aux rayons X selon un large balayage angulaire 2θ . La longueur d'onde étant connue et n étant entier il est possible de déterminer la distance interréticulaire entre deux plans à partir de la distance angulaire [129]. Selon la loi de Bragg il est donc possible d'associer à chaque pic de diffraction un plan atomique (hkl) comme illustré Figure II.6b.

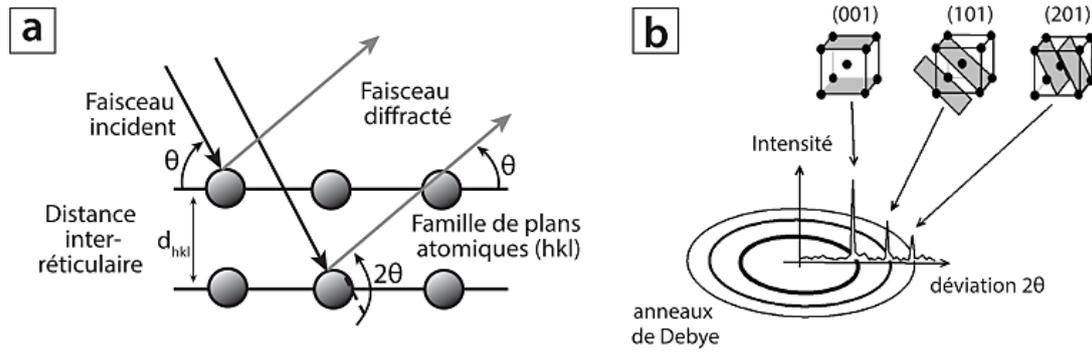


Figure II.6- Principe de diffraction des rayons X par un cristal. a) Schéma de diffraction des rayons X par une famille de plans réticulaires (hkl) illustrant la loi de Bragg. b) Indexation des pics d'un diffractogramme.

Les mesures de spectres de Diffraction de Rayons X est réalisée au niveau du laboratoire de Physique au sein de département de sciences et de la technologie à l'université de Biskra. Le diffractomètre utilisé pour les mesures de spectres caractéristiques du matériau étudié est de type D8 DISCOVER équipé d'une anticathode en cuivre délivrant un rayonnement d'une longueur d'onde $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$ (Figure II.7). Le traitement des données de spectres de DRX est effectué par le logiciel X'pert Highscore Plus qui permet notamment l'identification de phases à partir d'une base de données PDF.

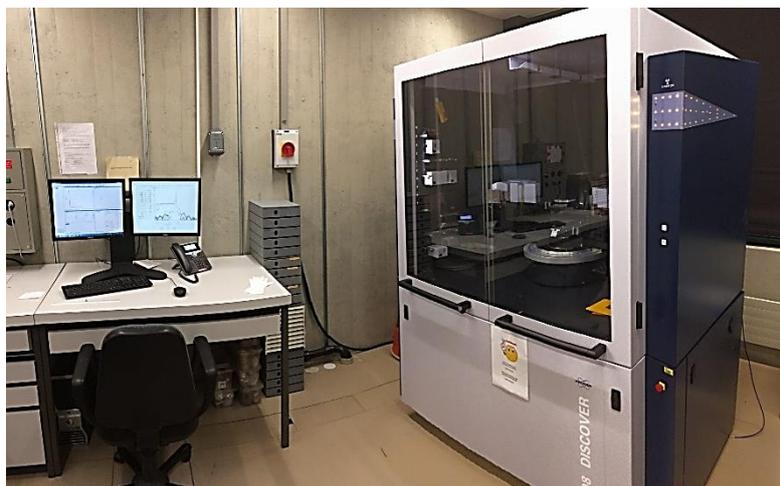


Figure II.7- Diffractomètre D8 DISCOVER.

2.2 Caractérisation de la texture cristallographique

2.2.1 EBSD (Electron Back Scattered Diffraction)

L'EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) est une technique basée sur l'exploitation des diagrammes de la diffraction des électrons rétrodiffusés par un matériau cristallin placé sous le faisceau électronique d'un microscope électronique à balayage (MEB). Elle permet d'acquérir une multitude de données et des informations microstructurales quantitatives à propos de la nature cristallographique : la morphologie des grains, la distribution des joints de grains, les gradients d'orientations intragranulaires, la texture cristallographique... Contrairement aux autres techniques de diffraction (Rayons X ou Neutrons), l'EBSD permet de corrélérer texture morphologique et cristallographique, c'est-à-dire la taille et la forme des grains, et la distribution des orientations cristallographiques associée [120],[130].

2.2.1.1 Principe de l'EBSD

La technique EBSD (Electron Back-Scattered Diffraction) permet de déterminer l'orientation cristallographique des grains dans le matériau, connaissant leur structure cristallographique. Il s'agit de focaliser un faisceau d'électrons sur la surface de l'échantillon, en un point où l'on souhaite en déterminer l'orientation. Les électrons incidents qui frappent l'échantillon sont diffusés dans un large domaine angulaire. Les électrons rétrodiffusés par le matériau sont en condition de Bragg pour une famille de plans cristallins $\{hkl\}$ donnée et forment deux cônes de diffraction appelés cônes de Kossel. L'intersection de ces cônes avec un écran de détection phosphorescent, placé devant l'échantillon, forme des hyperboles assimilables à des droites (lignes de Kikuchi). L'ensemble des droites superposées constitue un diagramme de Kikuchi comme illustré Figure II.8. L'indexation cohérente de l'ensemble des bandes de Kikuchi, en respectant les angles entre les plans cristallographiques et en déterminant leurs axes de zone, permet de déterminer l'orientation cristallographique du grain et le paramètre de maille du cristal par rapport au repère lié à l'échantillon [34],[103],[117],[120],[131].

Dans la pratique, l'échantillon est placé dans un Microscope Électronique à Balayage (MEB). Lors des mesures, l'échantillon doit être incliné de sorte que la normale à sa surface et le faisceau d'électrons forment un angle de 70° . C'est en effet à cette valeur d'inclinaison que l'on peut obtenir des diagrammes de diffraction se détachant nettement du fond continu, notamment du fait de l'optimum du coefficient de rétrodiffusion dans

cette position. Cette technique est généralement utilisée pour déterminer la distribution spatiale des orientations dans un échantillon et ainsi construire des cartes d'orientations. Une caméra numérique permet d'enregistrer en temps réel les diagrammes de Kikuchi obtenus. Le dispositif est complété par un logiciel d'indexation automatique des bandes de Kikuchi qui détermine l'orientation cristallographique correspondant [132],[133].

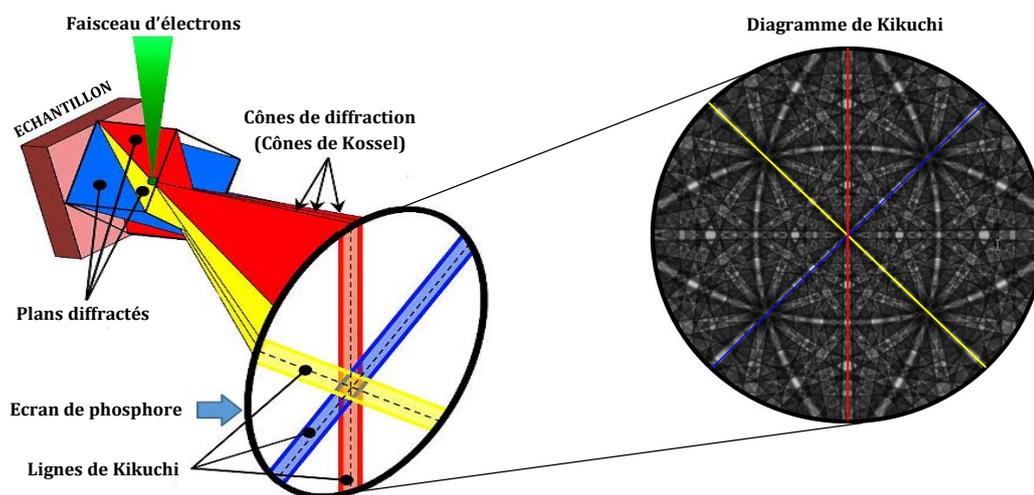


Figure II.8- Principe de formation de diagrammes Kikuchi par la technique EBSD.

Les mesures locales d'orientation ont été faites au Laboratoire SP2M, Institut de Chimie Moléculaire et des Matériaux d'Orsay (ICMMO) à l'université Paris-Sud sur un microscope SEM-EBSD Zeiss 940 (Figure II.9). L'appareil est couplé au système EBSD piloté par le logiciel OIM (Orientation Imaging Microscopy) de la compagnie TSL, qui indexe automatiquement les diagrammes de diffraction.



Figure II.9- Microscope électronique SEM-EBSD Zeiss 940 équipé d'un caméra EBSD.

2.2.2 Kernel Average Misorientation (KAM)

Les désorientations au sein des grains peuvent être quantifiées grâce au *KAM* (Kernel Average Misorientation). Ce paramètre permet de mesurer la désorientation moyenne entre le pixel considéré et ses voisins (Figure II.10), en excluant du calcul toutes les désorientations supérieures à la valeur de l'angle critique (θ_{JdG}), choisi pour définir un joint de grain. Il est égal à 10° dans notre cas. Le *KAM* s'exprime en degrés, et est associé à un pixel^[130].

$$KAM = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^n \theta_i \quad (26)$$

Avec N le nombre de pixel voisins, définissant le rayon du Kernel, et θ_i l'angle de désorientation entre le pixel considéré et son voisin i ($\theta_i < \theta_{JdG}$). Le *KAM* peut être directement corrélé à la densité de dislocations géométriquement nécessaires (*GND*) présentes dans le matériau déformé ^[134].

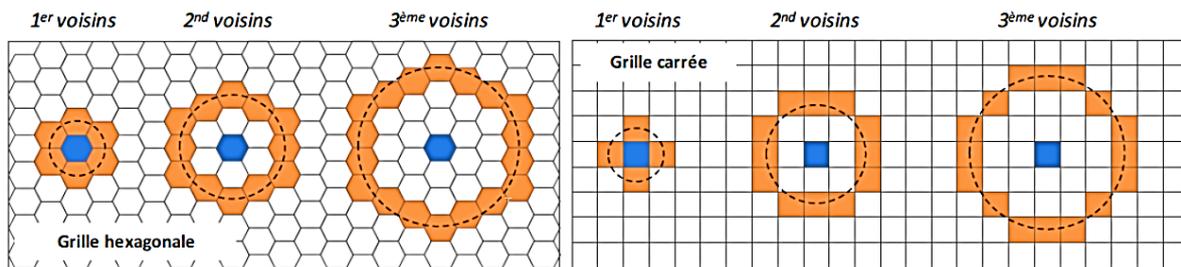


Figure II.10- Représentation du KAM, suivant le nombre de voisins choisi, en fonction du type de grille de la cartographie EBSD^[130].

2.2.3 Grain orientation spread (GOS)

Le paramètre GOS du logiciel OIM™ permet de calculer la dispersion d'orientations dans un grain. Donc, il dépend forcément de la définition d'un grain dans OIM™. Par défaut, un grain est défini par une zone qui contient au moins deux pixels et la désorientation entre deux pixels voisins est inférieure à 5° ^[104].

2.3 Caractérisation du Comportement Mécanique

2.3.1 Essai de traction

L'essai de traction est l'essai mécanique le plus fréquemment utilisé dans l'étude du comportement mécanique des métaux et alliages. Il permet de déterminer certaines caractéristiques mécaniques fondamentales des matériaux qui servent de critère de qualité des matériaux et qui sont utilisées dans le calcul des constructions, à savoir : la limite d'élasticité, la résistance à la traction, l'allongement à rupture. Il consiste à soumettre le fil d'acier à étudier à deux efforts F de tension de sens opposés et de même valeurs absolues. La ligne d'action étant confondue avec l'axe de symétrie ou de rotation de l'éprouvette. On mesure instantanément l'allongement Δl , correspondant.

Dans une machine d'essai de traction, L'éprouvette de traction, vissée ou enserrée entre des mors, selon sa géométrie, est amarrée à sa partie inférieure à la base de la machine et à sa partie supérieure à la traverse mobile. Le déplacement de la traverse vers le haut réalise la traction suivant l'axe géométrique de l'éprouvette de telle manière que la sollicitation soit répartie uniformément sur toute la largeur des extrémités. Les dispositifs expérimentaux sont généralement asservis et peuvent être pilotés à vitesse de montée en charge, à charge constante, à vitesse de déformation constante, etc.

Les essais de traction ont été réalisés au Laboratoire d'essais mécaniques à la société nationale de tréfilage et de fabrication des produits de soudage des fils (Trefisoud)-Algérie à l'aide d'une machine d'essais Zwick/Roell Z250 (Figure II.11) pilotée par le software test Xpert® II d'une capacité de 250 kN.

Ces essais ont été effectués à température ambiante avec une vitesse de déformation constante selon la norme ISO 6892-1 :2016.



Figure II.11- Machine de traction de type Zwick Roell Z250.

2.3.2 Microdureté Vickers

La dureté est une propriété mécanique dont la mesure correspond à la résistance à la déformation qu'oppose une surface du métal à la pénétration par un autre corps plus dur. La mesure de dureté Vickers se fait avec une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre les deux faces opposées égal à 136° .

Ce pénétrateur laissera une empreinte d'une forme du carré caractérisé par deux diagonales d_1 et d_2 , un oculaire associé au microduromètre permet de positionner l'empreinte et mesurer les deux diagonales. On obtient alors la valeur d la diagonale de l'empreinte en effectuant la moyenne de d_1 et d_2 . La microdureté Vickers peut être donc mesurer par la formule (27) suivante :

$$Hv = 0.189 \frac{F}{d^2} \quad (27) \quad \text{Avec :} \quad d = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad (28)$$

F : Force appliquée et d : Diagonale de l'empreinte.

Afin d'estimer les caractéristiques mécaniques et l'influence des différents paramètres du tréfilage sur l'évolution de la dureté, des mesures de dureté Vickers, sous une charge de 500 gf, sont réalisées sur un microduromètre de marque Zwick 3210. Une moyenne de mesure est calculé à partir de trois essais sur la coupe longitudinale de chaque échantillon selon le standard ASTM E384-11 (ASTM, 2012).

2.3.3 Essai de torsion

L'essai de torsion est utilisé dans la pratique métallurgique pour les matériaux durs et fragiles, qui se prêtent mal à l'essai de traction, ou bien pour déterminer l'aptitude de mise en forme des métaux. Notre intérêt à ce type d'essai s'explique par la nécessité de savoir comment un acier se comporte (élastiquement ou bien plastiquement) lors de la déformation par torsion sous différents angles. Les essais de torsion ont été effectués au sein de Laboratoire d'essais mécaniques à l'entreprise TREFISOUD.

CHAPITRE III

RESULTATS ET DISCUSSION

Ce chapitre est consacré à la présentation de l'ensemble des résultats obtenus et leurs interprétations. Les résultats expérimentaux sont examinés et interprétés sur la base d'articles scientifiques publiés, puis certaines corrélations entre les paramètres de travail et les propriétés obtenues sont déduites. S'il est possible, nos résultats expérimentaux sont comparés à ceux qui existaient dans des articles scientifiques pertinents.

Le chapitre trois s'articule en trois parties. La première présente l'évolution microstructurale d'un fil d'acier à haute résistance destiné à la fabrication des torons de l'état initiale à l'état final. La seconde partie, quant à elle, porte sur l'évolution de la texture cristallographique des fils au cours de tréfilage en terme de figure de pôles directes (PF), Fonction de distribution des orientations cristallines (FDOC) et de Distribution des désorientations intragranulaires (KAM). Finalement, la troisième partie présente l'influence de la déformation plastique à froid par tréfilage sur le comportement mécanique de ces fils.

1. EVOLUTION MICROSTRUCTURALE

1.1 Observation au microscope électronique à balayage MEB

1.1.1 Etat initiale (fil machine)

La Figure III.1 montre une micrographie MEB obtenue à partir de la section longitudinale des fil machine. La microstructure du fil initial est composée de colonies perlitiques avec différentes tailles de grains. De plus, les lamelles de cémentite dans les colonies perlitiques sont orientées aléatoirement et n'ont pas de forte tendance vers une direction préférentielle, au contraire, elle prend des chemins divers. Cette orientation aléatoire des lamelles de cémentite conduit à une microstructure globale hétérogène dans la section de fil.

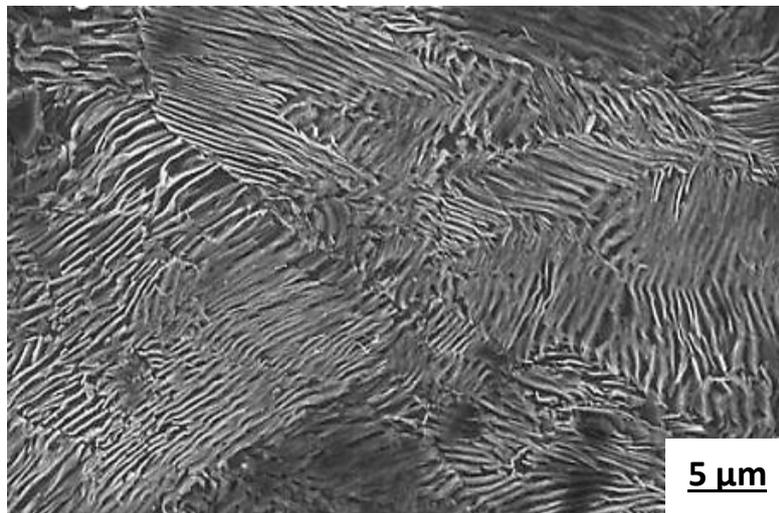


Figure III.1- Micrographie MEB de la section longitudinale de fil machine.

1.1.2 Etat tréfilé (fil tréfilé)

L'évolution de la microstructure au cours de la déformation par le procédé de tréfilage est présenté sur les micrographies MEB des fils tréfilés sur la Figure III.2. Lors de tréfilage à froid, les colonies de perlite se sont étirées et alignées le long de l'axe de tréfilage et parallèlement à l'axe du fil, cet allongement est accompagné d'une diminution de l'espacement interlamellaire (voir la marque 'A' sur la Figure III.2b). Entre-temps, ces colonies de perlite ayant un petit angle avec la direction de l'étirage à froid (<30°) également étiré et tourné vers la direction de tréfilage (voir la marque 'B' sur la Figure III.2b). Pour la perlite formant un grand angle avec la direction de tréfilage, la structure lamellaire en perlite a été forcée de se plier (voir la marque 'C' la Figure III.2b).

Avec l'augmentation de taux de déformation, la plupart des colonies de perlite se sont réorientées et se sont allongées le long de la direction de tréfilage, ce qui a entraîné une réduction supplémentaire de l'espacement interlamellaire de la perlite. Ce phénomène conduit à une structure quelque peu fibreuse. Cependant, pour un petit nombre de colonies de perlite dont l'axe formait un angle assez grand avec la direction tréfilage, les lamelles de cémentite se sont fortement pliées et ont glissé les unes contre les autres (Phénomène de cisaillement).

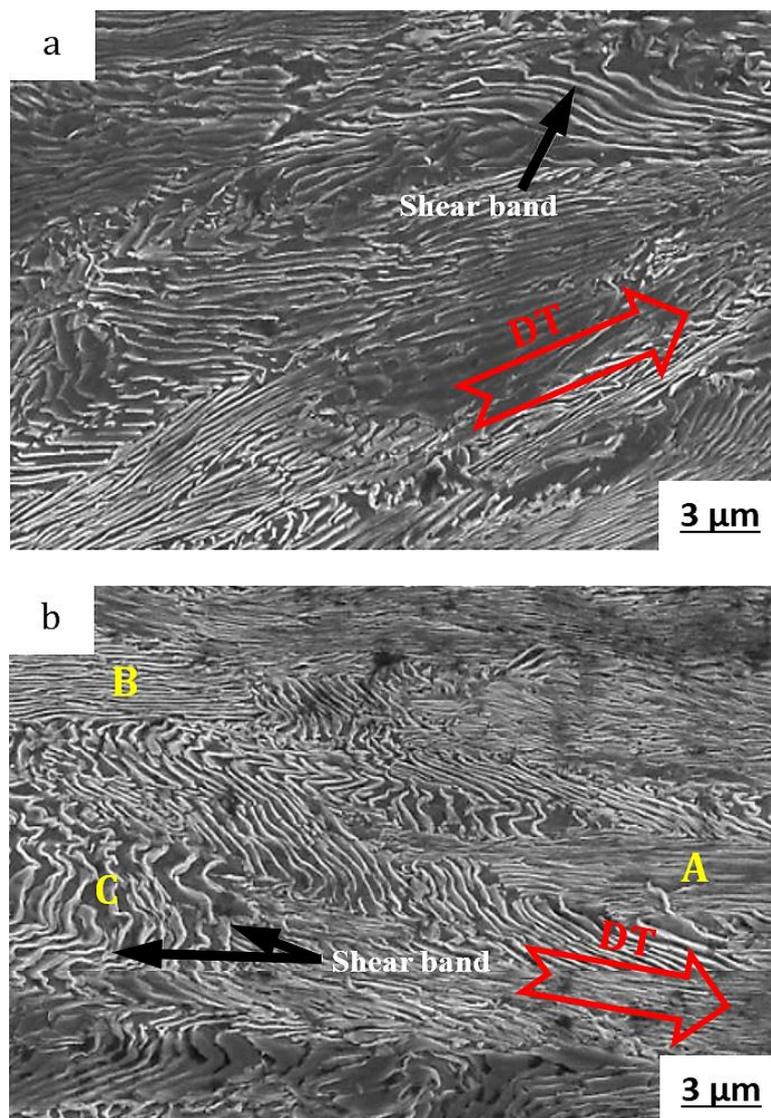
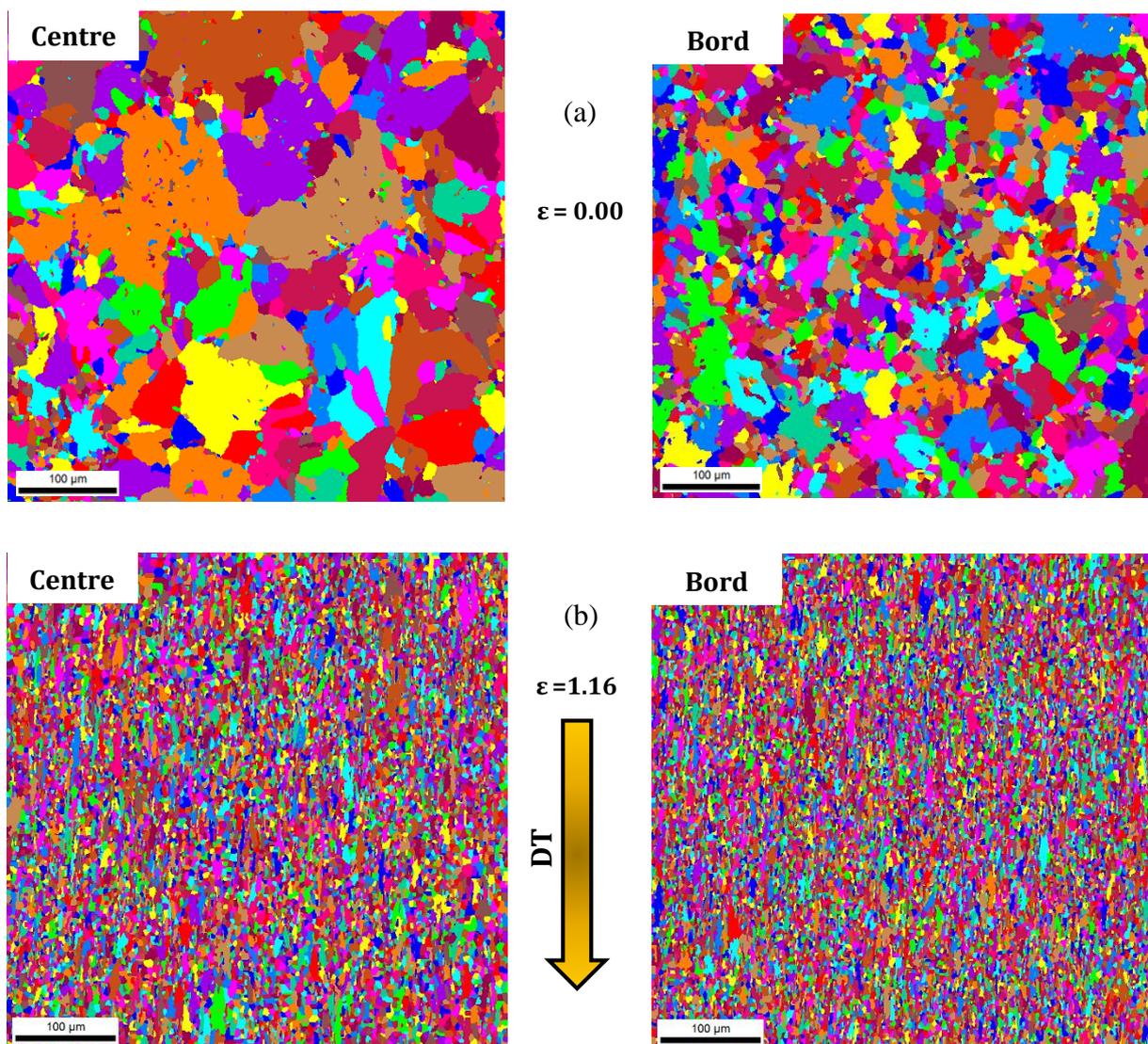


Figure III.2- Micrographies MEB de la section longitudinale des fils tréfilés. a) $\epsilon=1.16$ et b) $\epsilon=2.01$.

1.2 Analyse de la taille de grain par EBSD

L'évolution de la taille des grains des fils en terme des cartographies EBSD est illustrée sur la Figure III.3, la microstructure est prise par la technique EBSD. Les données EBSD ont ensuite été traitées avec le logiciel OIM Analysis. La Figure III.3a montre les cartographies des couleurs des grains du fil machine ($\epsilon = 0.00$) dans le deux régions étudiés (centre et bord), nous pouvons remarquer que tous les grains ont une distribution aléatoire et les grains ont une taille différente avec un diamètre différent dans la même région. De plus, on note que la région centre a une microstructure constituée essentiellement des grosses grains (en terme de diamètre) par rapport aux grains de la région bord. Cette différence de tailles de grains est due à la vitesse de refroidissement après la coulée continue des fils machine, qu'est lente aux centres par rapport aux bords des fils.



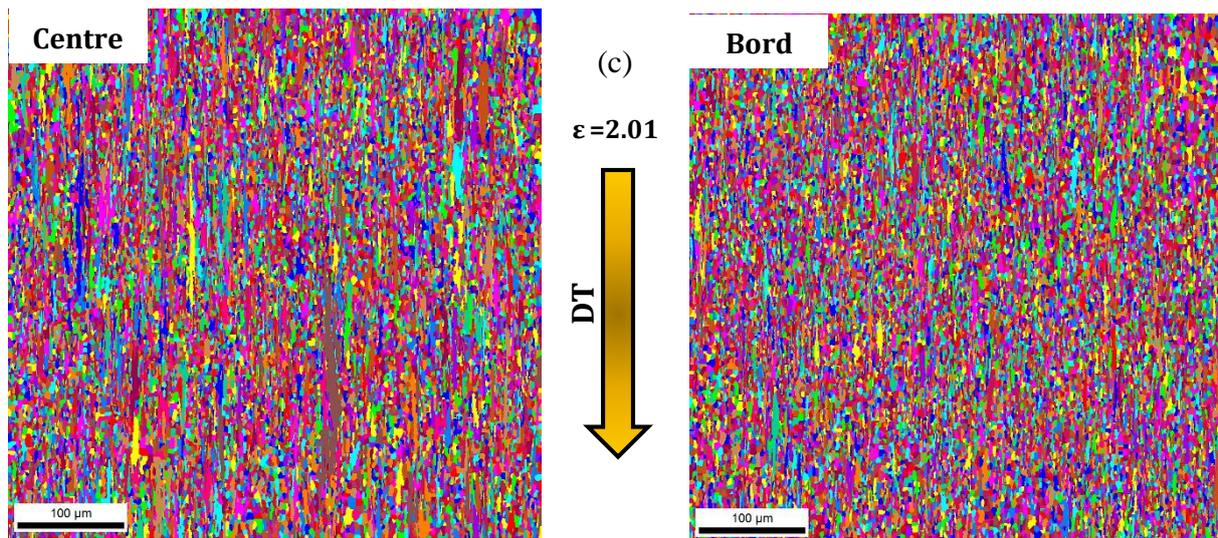


Figure III-3 Cartographies de microstructure construites par OIM des fils d'acier (fil machine et fils tréfilés) dans les deux régions.

Les Figures III.3b-c montrent les cartographies des couleurs des grains des fils déformés ($\epsilon = 1.16$ et $\epsilon = 2.01$). On voit bien qu'après tréfilage il y a une redistribution des grains selon la direction de tréfilage et la taille des grains s'affine et devient plus petite.

La Figure III.4 présente la courbe de granulométrie (diamètre) en fraction surfacique. Les résultats de la courbe renforcent l'observation précédente (Figure III.3). Alors que, on peut voir que pour le fil machine, 10 à 11 % de la fraction surfacique est occupé par des grains de diamètre variant entre 16,67 et 19,88 μm au centre de fil. Alors que, 11 à 12% de la fraction surfacique est occupé seulement par des grains de diamètre variant entre 10,71 et 12,30 μm au bord de fil. On peut dire donc que les grains dont la taille entre 10,71 et 19,88 μm constituent l'ensemble du tissu microstructural de fil machine.

Au cours de tréfilage, les plus grandes fractions surfaciques de fil déformé à $\epsilon = 1.16$ sont occupées par des grains de de diamètre variant entre 4,48 et 6,72 μm et 3,64 et 5,18 au centre et au bord de fil respectivement.

Après un taux de déformation de $\epsilon = 2.01$ les grains continuent à s'orienter et allonger avec la direction DT. On remarque une redistribution de la taille des grains proche la première déformation au centre (de 3,61- 4,68 μm) par rapport aux bord de fil (de 2,81- 3,62 μm). On peut dire donc, que l'augmentation du tréfilage s'accompagne certainement de la diminution de la taille des grains.

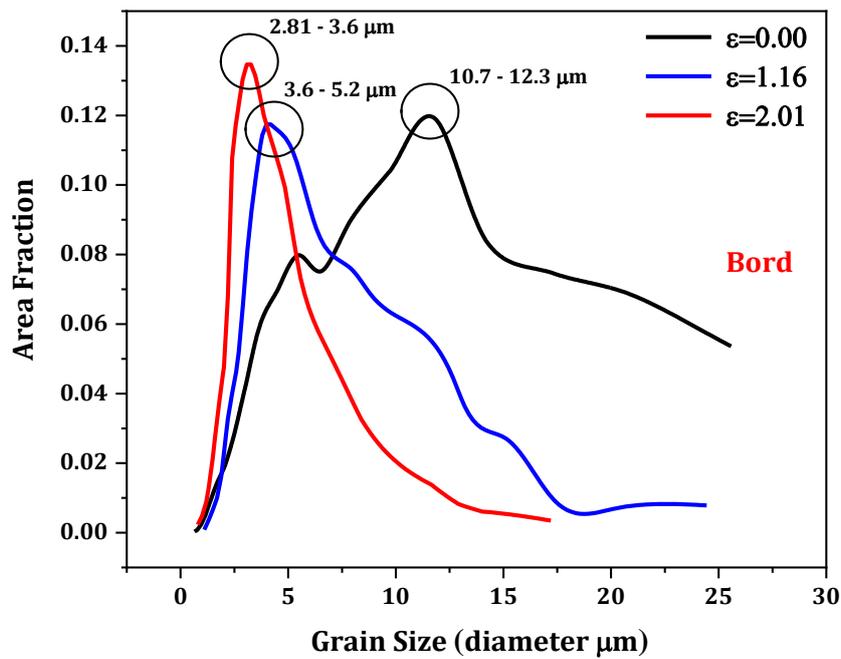
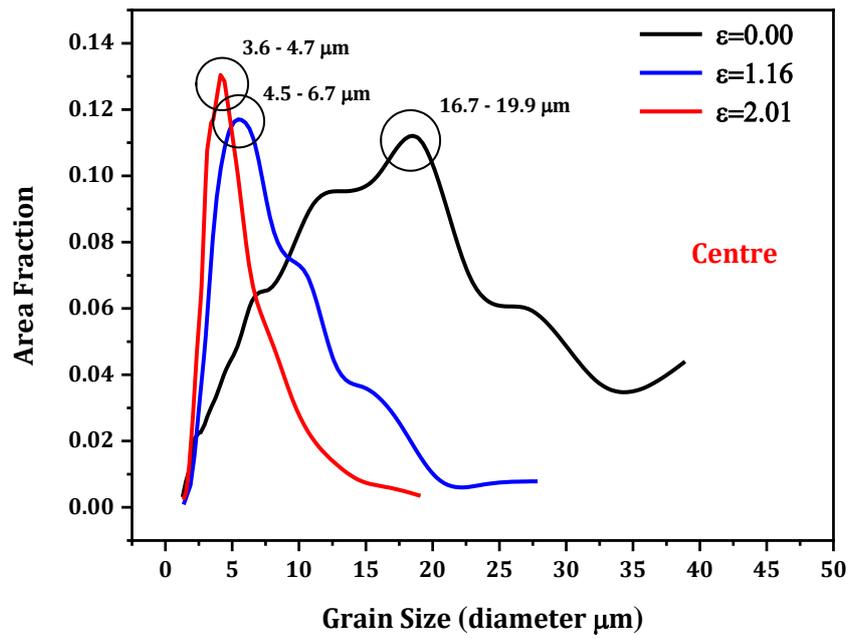
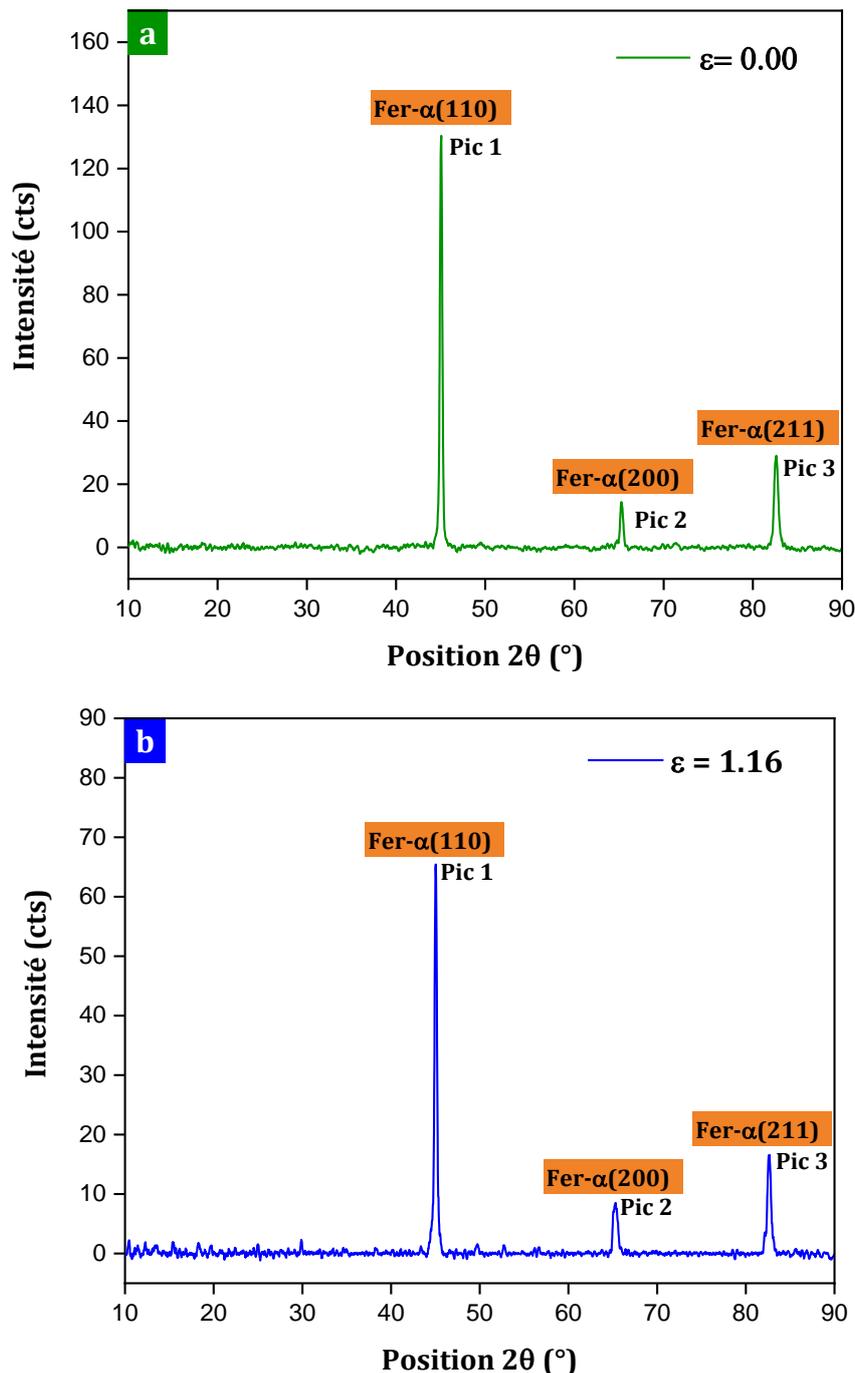


Figure III-4 Distributions des tailles de grains en diamètres, calculées par EBSD des fils d'acier (fil machine et fils tréfilés).

1.3 Diffraction des rayons X

Les spectres de diffraction de rayons X des trois fils (fil machine, fil moyennement déformé et fil fortement déformé) sont montrés sur la Figure III.5. On peut constater que les spectres de DRX révèlent l'apparition des pics ferritiques (fer- α) qui correspondent à une structure de type cubique centré (CC) selon ASTM. De plus, il est à remarquer que le pic du plan (110) est toujours le plus intense parmi les spectres des trois fils (Figure III.5a-c). Cela est expliqué par l'apparition d'une direction de fibre $\langle 110 \rangle$ lors de la déformation à froid par tréfilage.



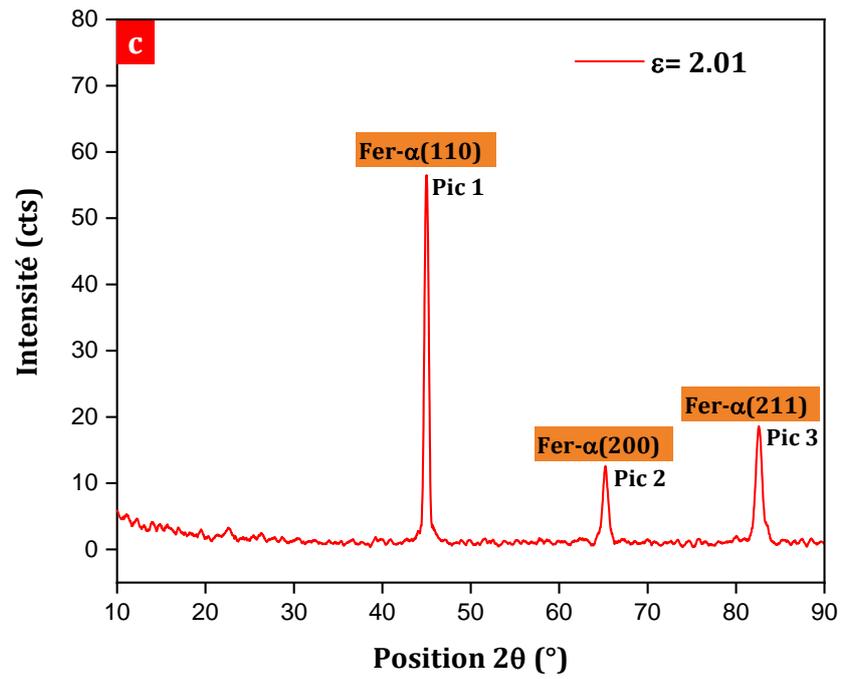
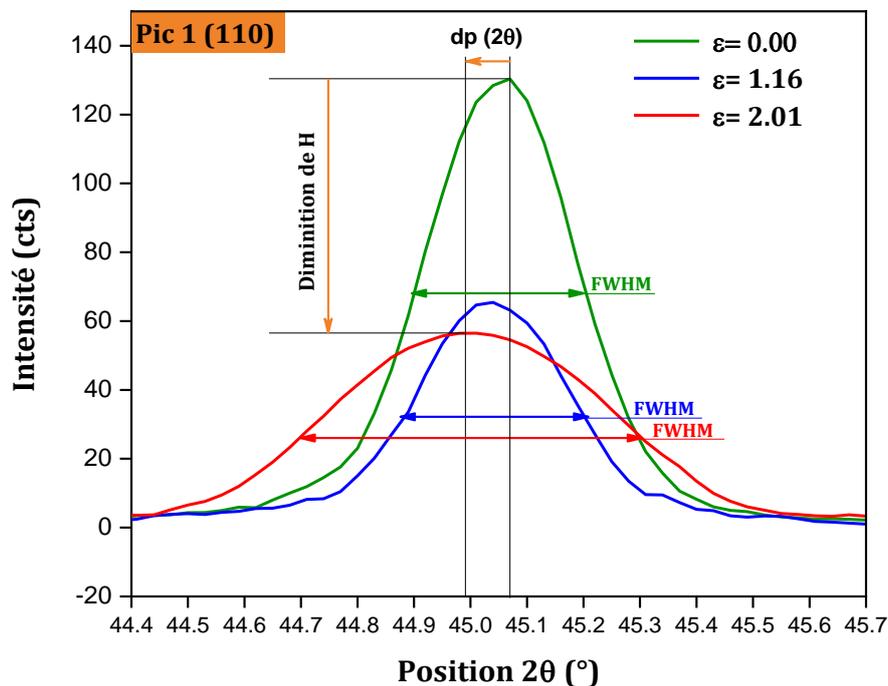


Figure III.5- Spectres de diffraction des rayons X des trois fils. A) $\epsilon = 0 \%$, b) $\epsilon = 1.16$ et c) $\epsilon = 2.01$.

La Figure III.6 montre la superposition de chaque pic pour les trois fils d'acier (fil machine, fils tréfilés). La comparaison des pics de fil machine et celui de fils tréfilés montre clairement la diminution notable dans l'intensité des pics des spectres de DRX, cette diminution de l'intensité est due principalement au changement d'orientation des plans cristallographiques des grains causés par l'augmentation de la densité de dislocation et les défauts d'empilements après déformation.

D'autre part, on a observé un phénomène d'élargissement des pics qu'est caractérisé par la largeur à mi-hauteur (FWHM) au cours de la déformation. Cet élargissement des pics est dû à l'augmentation des contraintes internes au niveau de la structure et l'affinement des grains après le procédé de tréfilage.

De plus, on doit noter le déplacement de la position des pics de diffraction vers des petite angle 2θ par rapport à leur position à l'état initiale. Ce déplacement est causé par les contraintes résiduelles provoquées par la déformation plastique qui engendrent des distorsions dans le réseau cristallin du matériau (modification du paramètre de maille).



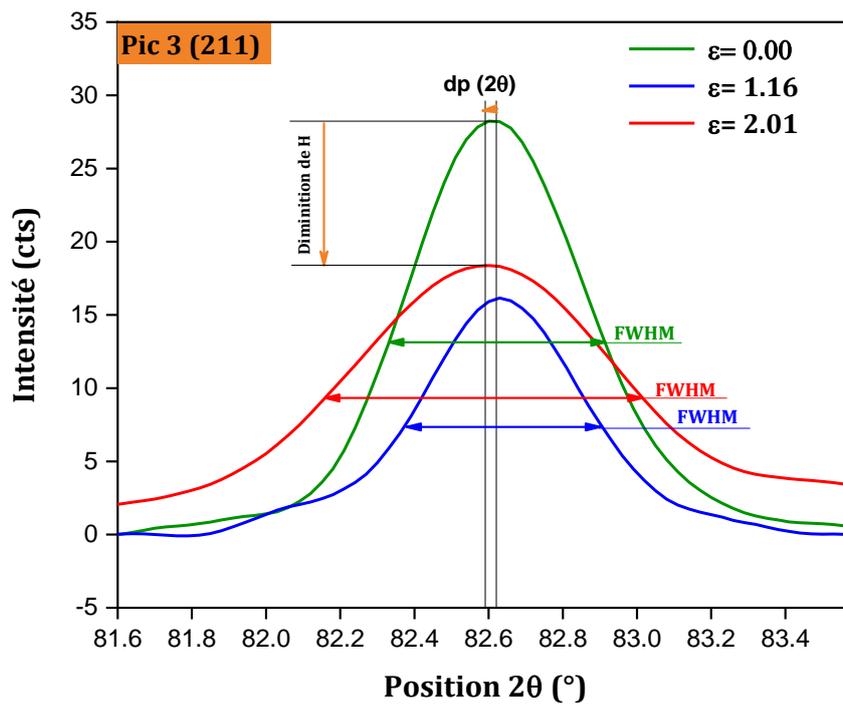
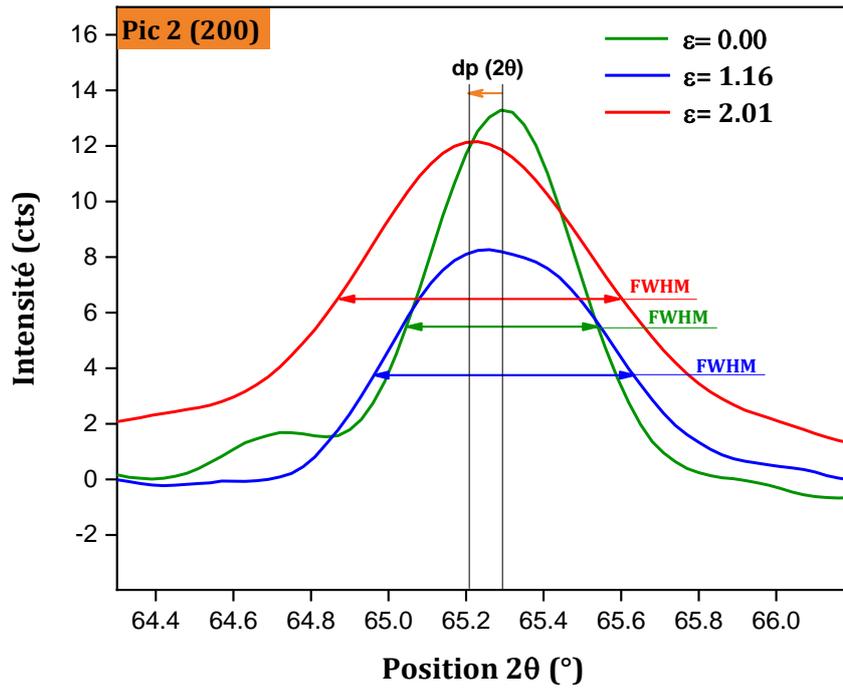


Figure III.6- Superposition de chaque pic des spectres de diffraction des rayons X des trois fils.

2. EVOLUTION TEXTURALE

2.1 Figure de pôles inverse (IPF)

La Figure III.7 montre les cartographies de coloration EBSD de la figure du pôle inverse des fils d'acier (fil machine et fils tréfilés) dans les deux régions. Les données EBSD ont été traitées avec le logiciel OIM™ Analysis. La procédure de nettoyage (Clean up) utilisée pour analyser les données était une dilatation des grains (une itération, taille minimale des grains = 5, angle de tolérance des grains = 5) suivie d'une standardisation des grains CI (mêmes paramètres). De plus, seuls les points avec un indice de confiance supérieur à 0,05 ont été pris en compte (Confidence Index >0.05).

Ces cartes de coloration nous ont permis de visualiser clairement l'évolution de la texture des fils sous tréfilage. On peut voir que le fil à l'état initial $\varepsilon=0.00$ avait d'une part, des grains de tailles équiaxes et homogène dans chaque région. D'autre part, les orientations sont aléatoires et la distribution des grains est homogène au centre et au bord du fil, cela conduisant à une structure isotropique. Au fur et à mesure et que le tréfilage progresse, une texture de fibre $\langle 110 \rangle$ (couleur majoritaire verte) de la phase ferrite commence à se développer progressivement au centre et au bord du fil avec une déformation dans le sens de tréfilage pour les deux taux de déformation (1.16 et 2.01). Cela transforme la structure isotropique à une autre dite anisotropique. De plus, on peut signaler que le contraste de la fibre $\langle 110 \rangle$ est plus prononcé au centre par rapport au bord à la dernière déformation $\varepsilon = 2.01$. Ces constats mettent en évidence l'effet de taux de déformation par tréfilage sur l'évolution texturale du fil.

Nombreuses études ^{[10],[14],[18],[136]} ont observé la même texture. Par exemple, Guo et al. ^[20] dans leur travaux ont étudiés l'évolution de la texture des fils d'acier perlitique tréfilés dans les trois régions comprenant le milieu, le centre et le surface (Bord) du fil. Leurs résultats indiquent le développement d'une texture de fibre $\alpha \langle 110 \rangle$ au centre de fil plus rapide que dans son milieu et sa surface à plus haute déformation.

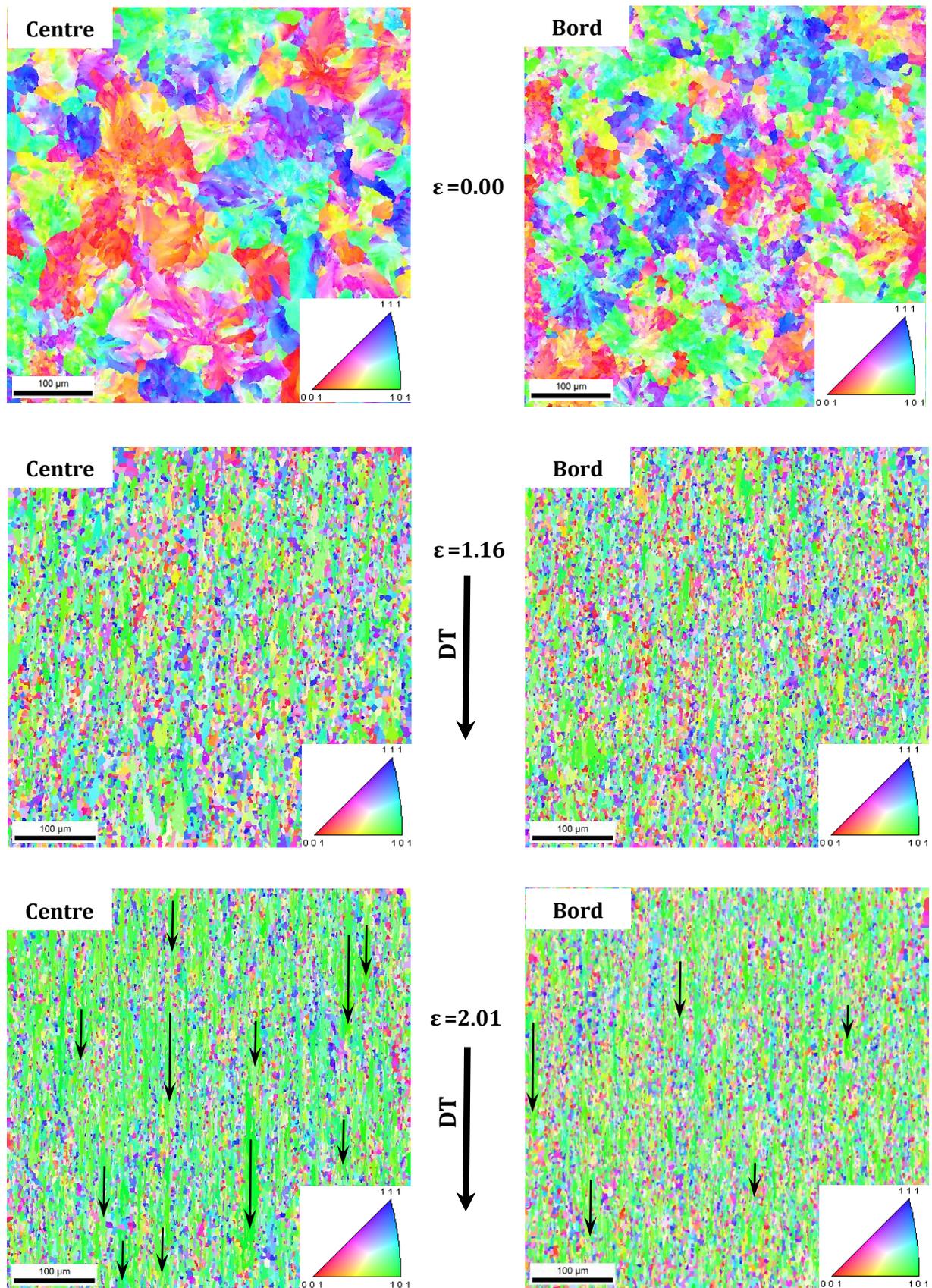


Figure III.7- Cartographies de coloration EBSD en figure du pôle inverse IPF des fils d'acier (fil machine et fils tréfilés) dans les deux régions.

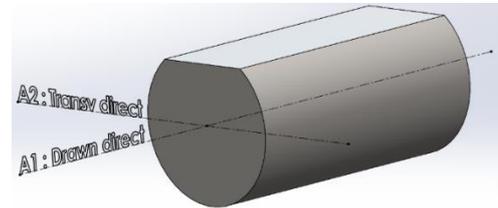
2.2 Figure de pôles directe (PF)

L'évolution de la texture dans la phase ferrite des fils perlitiques tréfilés avec différents taux de déformation a été quantifiés en termes de figure de pôle directe {110} (Figure III.8). Les analyses ont été faites sur une coupe longitudinale telle que :

A1 = Axe du fil

A2 = Direction radiale

A3 = Direction normale au plan (A1, A2)



Les textures sont tournées de 90° par rapport à A2 pour les décrire dans la section du fil. Pour le premier cas (cas de fil machine) où le niveau de déformation $\epsilon = 0.00$, On constate la présence de la texture de fibre $\langle 110 \rangle$ au centre et bord de de fil telle que les valeurs de l'intensité maximale sont 3.719 et 2.493 respectivement. Au cours de la déformation par tréfilage cette intensité s'est développé rapidement dès la première déformation au centre de fil (passe de la valeur de 3.719 à 8,268) par à rapport au bord de fil (passe de la valeur de 2.493 à 7,1). Ce renforcement d'intensité de la texture de fibre $\langle 110 \rangle$ a augmenté davantage pour une déformation plus élevée lorsque $\epsilon = 2.01$ et devien plus prononcé au centre (Max= 12,617) qu'au bord de fil (Max= 10,617) avant d'être saturé.

Les mêmes observations ont été rapportées par Nebbar et al. [137] pour les fils en acier mi-dur mais en leur enquête, l'intensité de la texture de fibre $\langle 110 \rangle$ a augmenté et a atteint une valeur de 5,2 et 6,6 pour des taux de déformation de 43,6% et 60%, respectivement. Par rapport à notre étude, l'intensité de $\langle 110 \rangle$ la texture des fibres était très remarquable pour le même taux de déformation

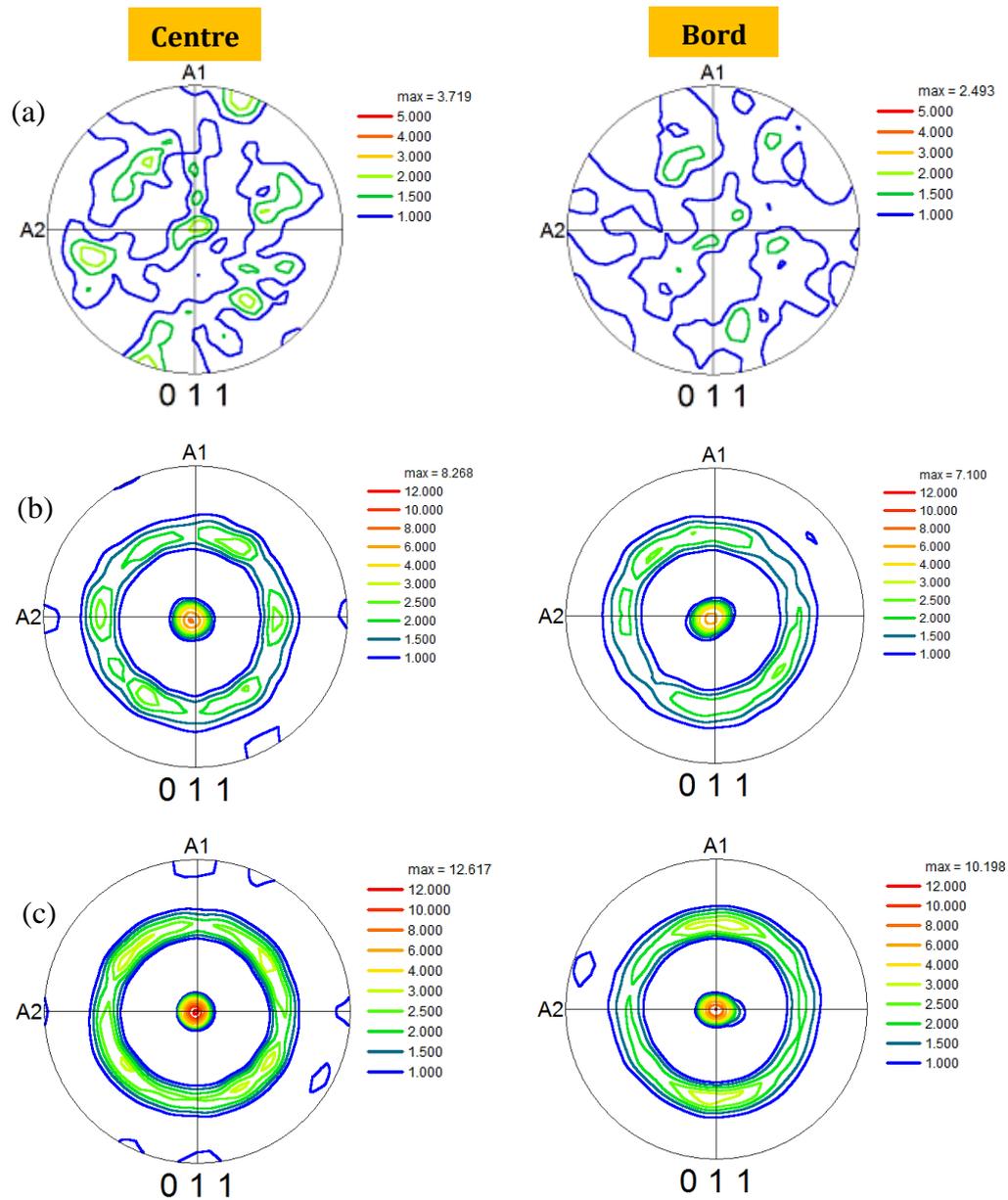


Figure III.8- Figure de pôles inverse $\{110\}$ des fils en acier à taux de déformation différent : a) $\varepsilon=0.00$, b) $\varepsilon=1.16$, c) $\varepsilon=2.01$.

2.3 Fonction de distribution des orientations cristallines (FDOC)

La Figure III.9 présente les coupes de la fonction de distributions des orientations cristallographiques FDOC (mesurée par EBSD) à $\varphi_2 = 90^\circ$ des fils d'acier avant et après tréfilage. Ainsi, la Positions des orientations idéales de la texture est illustré sur la Figure III.9d. l'intensité de la texture de la phase ferrite des fils d'acier tréfilé à froid ont été calculées et tracées dans la Figure III.10. Nous observons uniquement la présence de la fibre $\langle 110 \rangle // \text{DN}$ (majoritaire à l'état tréfilé) et la disparition des fibres $\langle 111 \rangle$ et $\langle 100 \rangle // \text{DN}$ (minoritaires) dans les deux régions (centre et bord). Cette Texture est plus

prononcée dans le centre de fil (intensité max =12.165) que dans le bord (intensité max =5.992) à l'état initial ou $\epsilon = 0.00$. Lorsque la déformation par tréfilage augmente, on remarque que l'intensité de cette fibre majoritaire augmente jusqu'à ce qu'elle tend à devenir complète au centre par rapport au bord du fil. Cette intensité représente des valeurs remarquables égale à 17.525 au centre et 13.556 au bord à la dernière déformation (2.01).

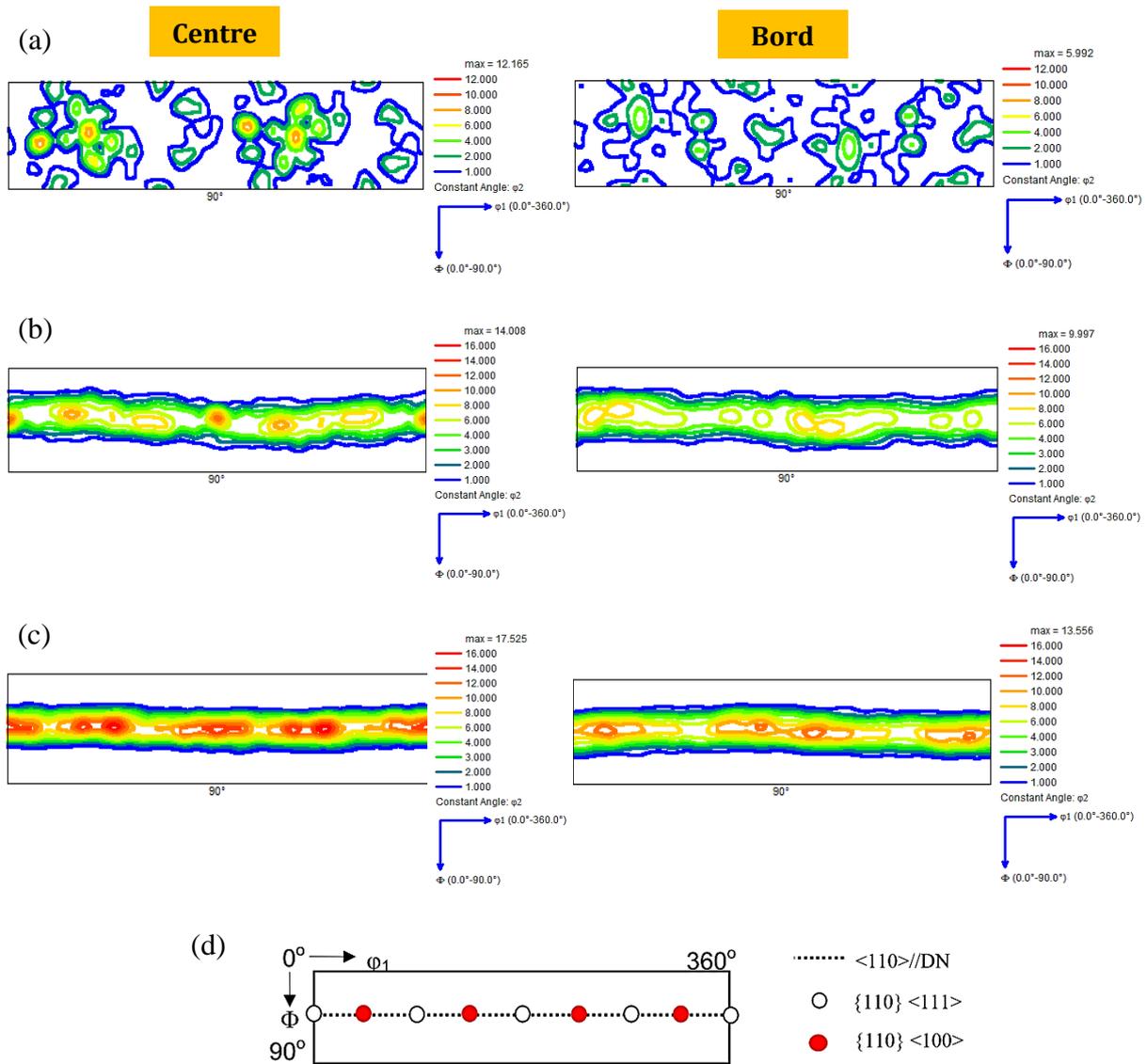


Figure III.9- FDOC en coupes à $\phi_2 = 90^\circ$ des fils à taux de déformation différent : a) $\epsilon=0.00$, b) $\epsilon=1.16$, c) $\epsilon=2.01$, d) Positions des orientations idéales de la texture.

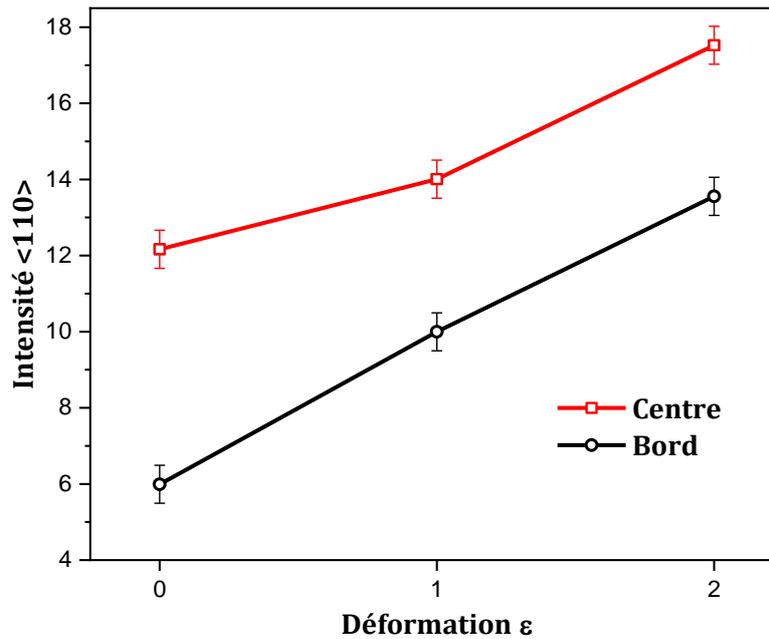


Figure III.10- Intensité de la texture de fibre $\langle 110 \rangle$ des fils en fonction de la déformation

2.4 Kernel Average Misorientation (KAM)

À l'aide du logiciel OIM™ (Orientation Image Microscopy), il est possible de quantifier les désorientations intragranulaires (au sein des grains) en considérant un angle critique pour définir un joint de grain, et un nombre de pixels voisins pris en compte. Dans cette étude, nous utilisons le terme KAM pour faire référence à ce paramètre. La Figure III.11 montre l'évolution de KAM dans les deux régions y compris le centre et le bord des fils déformés.

Pour l'ensemble les courbes du KAM présentent des niveaux de désorientations intragranulaires faibles pour les deux régions, le maximum ne se déplace pas et reste inférieur à 1.5° . Néanmoins, si on se focalise sur la plage $[1.5-5^\circ]$, on observe un élargissement de la distribution du KAM vers des valeurs plus élevées en passant de l'état initiale (fil machine) à l'état finale (fil fortement tréfilé). Cette observation peut être le signe de la création de parois de dislocations générant des désorientations intragranulaires plus importantes. Ces sous-joints, se créant au cours du tréfilage, vont voir leur désorientation augmenter avec la déformation.

Plus récemment, plusieurs auteurs [27],[87] ont suivi l'évolution de KAM au cours de tréfilage. Djimaoui et al. (2019) [87] ont observé dans ces études sur un acier doux destiné à la fabrication des électrodes de soudage que les niveaux du KAM ont déplacés vers les

valeurs plus élevées sur la plage [6-14.5°]. Cependant, Nebbar et al. (2020) [27] ont noté un déplacement du KAM vers des valeurs plus élevées sur une plage de [1-5°] dans ces études sur un acier mi-dur destiné à la fabrication des ressort matelas.

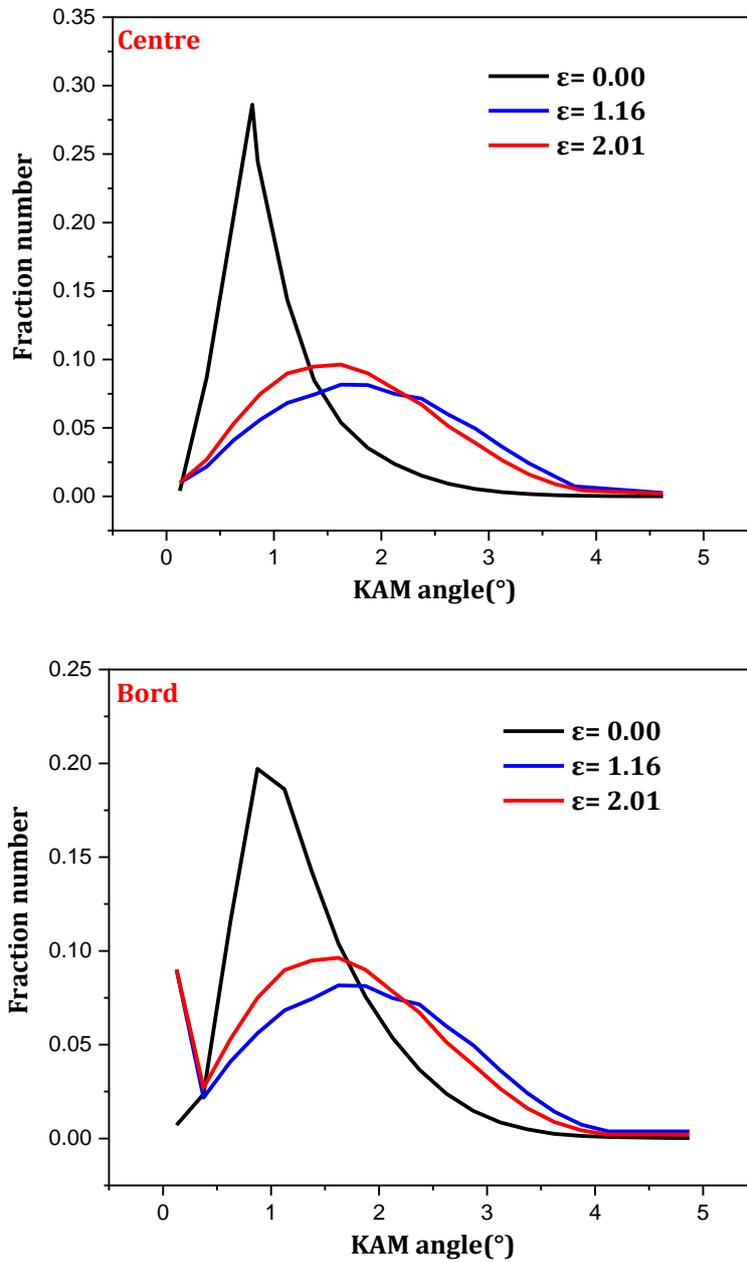


Figure III.11- Courbe d'évolution du KAM de deux régions (centre et bord) des fils tréfilés.

2.5 Grain orientation spread (GOS)

La Figure III.12 présente les Cartographies de Grain Orientation Spread (GOS) (a-b) et les diagrammes de la distribution de GOS en fonction de la déformation. Cette méthode (GOS) utilise les données EBSD pour estimer la désorientation intra-granulaire de chaque grain dans la microstructure.

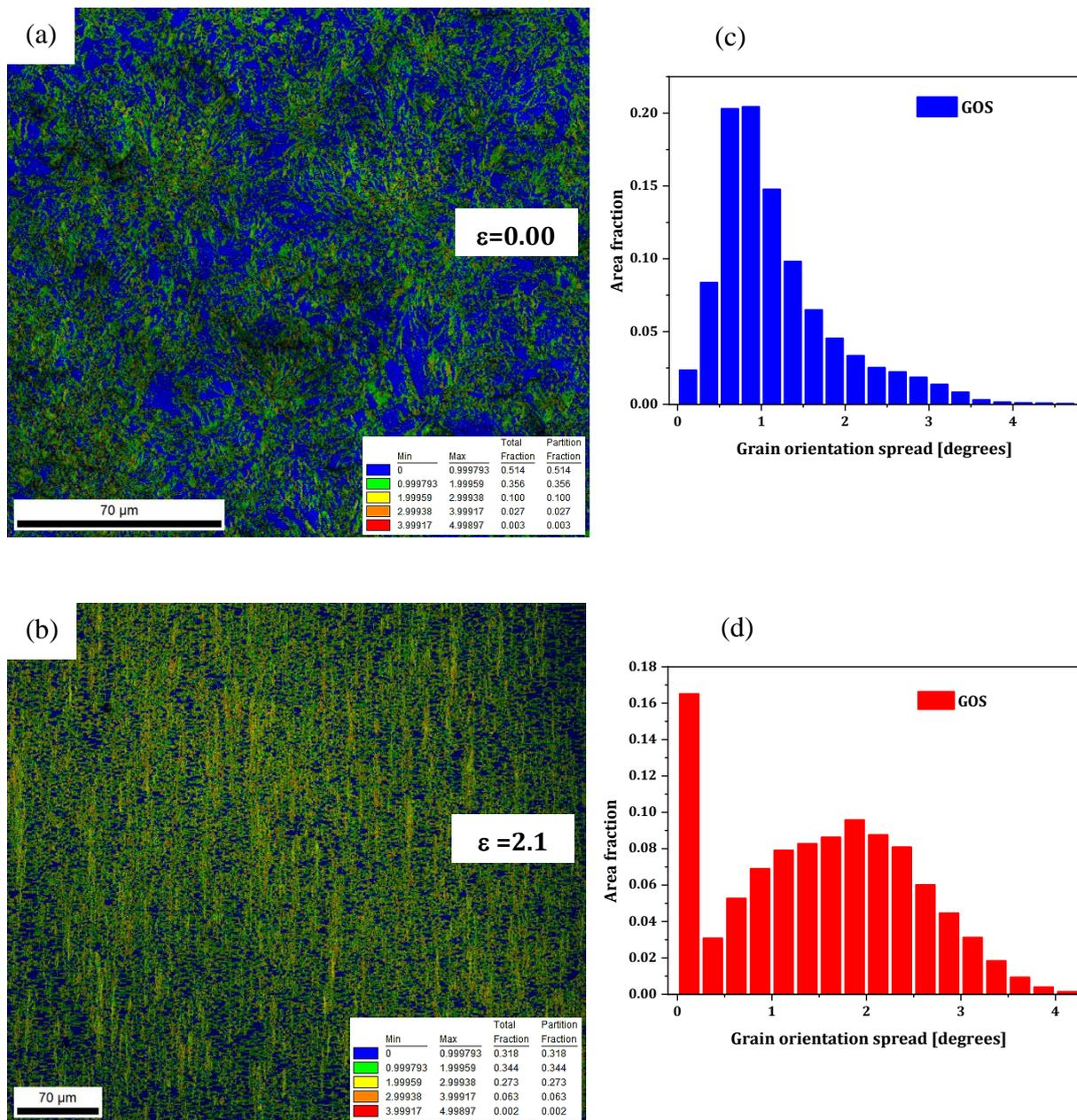


Figure III.12- Cartographies de Grain Orientation Spread (GOS) (a-b) et la distribution de GOS (fraction surfacique) en fonction de la déformation. c) Fil machine $\epsilon = 0.00$, d) Fil tréfilé $\epsilon = 2.1$. Les valeurs de code couleur sont situées sur le côté droit en bas de chaque carte.

Dans le premier cas (Figure III.12c) ou la déformation $\varepsilon = 0.00$ (cas fil machine), la plus grande fraction surfacique est occupée par des grains qui ont une désorientation GOS ($<1^\circ$). Mais certains ont un GOS important qui va jusqu'à (3°). Cette différence de paramètre GOS est due à la vitesse de refroidissement après la coulée continue de fil machine. Il s'agit donc de grains restaurés. Dans le deuxième cas (Figure III.12d), qui correspond à l'état fortement déformé $\varepsilon = 2.01$, pratiquement tous les grains ont un paramètre de GOS élevé par rapport à celui de la microstructure initiale. La valeur moyenne est de l'ordre de ($1-3^\circ$). Cette désorientation est due à la déformation plastique par tréfilage.

3. COMPORTEMENT MECANIQUE

3.1 Traction

Afin d'étudier l'influence du processus de tréfilage sur les propriétés mécaniques des fils d'acier perlitique, nous avons établi un essai de traction à température ambiante pour les échantillons avec une vitesse de déformation constante.

La Figure III.13 indique les courbes d'essai de traction conventionnelle du fil machine ainsi que les fils tréfilés à $\varepsilon=1.16$ et $\varepsilon=2.01$.

Il est à remarquer que la résistance à la traction augmente avec l'augmentation du taux de déformation des fils. En effet, la ductilité est réduite avec l'augmentation du taux de tréfilage. Il peut voir qu'il n'y a quasiment aucune déformation plastique au fil final (fil tréfilé à $\varepsilon=2.01$). Il est bien connu que le taux d'écroûissage dépend de la résistance à la traction et de la déformation, ce qui conduit certainement à l'augmentation du taux d'écroûissage en fonction de la déformation de tréfilage.

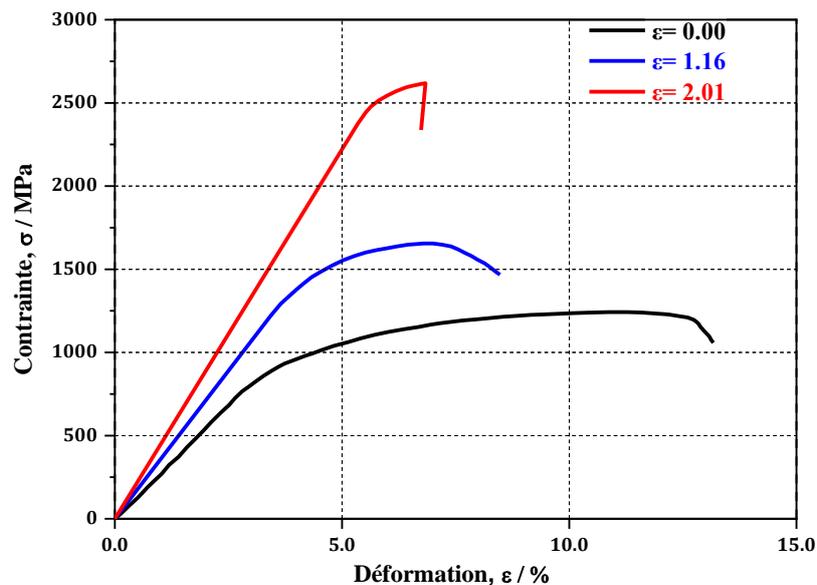


Figure III.13- Courbes de traction conventionnelles des fils en acier.

L'évolution des propriétés mécaniques des fils tréfilés est illustrée sous forme d'histogramme sur la Figure III.14. On observe que la résistance à la traction R_m du fil machine ($\varepsilon = 0.00$) a été d'environ 1240 MPa. Cette résistance R_m est augmentée largement et atteint une valeur élevée $R_m > 2600$ MPa après une forte déformation ($\varepsilon = 2.01$). Cependant, plus que cette dernière augmente, on remarque une chute considérable d'allongement vers des valeurs très faibles égale à 2% dans le cas de fil final tréfilé $\varepsilon=2.01$ comme indiqué sur la Figure III.14.

De plus, On peut constater que l'accroissement de la limite à la traction R_m est moins intense par rapport à celui de la limite élastique $Re_{(0.2\%)}$, ce qui est à la base de la diminution du rapport $R_m/Re_{(0.2\%)}$ jusqu'aux valeurs 1.02 pour la déformation de fil finale ($\varepsilon = 2.01$).

Ces observations sont en accord avec les travaux de Goto et al. (2007) [7], Zhang et al. (2011) [19], Guo et al. (2013) [20] et Fang et al. (2015) [21] concernant les acier perlitique fortement déformés par tréfilage. Ces auteurs ont rapporté que l'augmentation de la résistance pendant le tréfilage peut provenir de l'accumulation de la densité de dislocations dans la phase ferrite qui peut être considérée comme l'une des raisons du renforcement du fil, en raison de l'écroutissage.

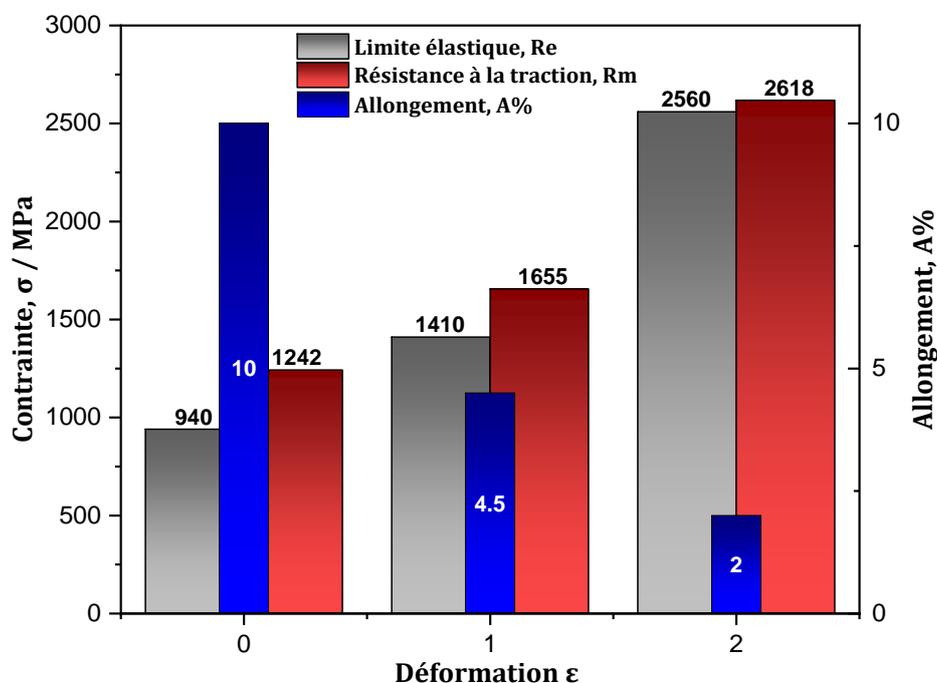


Figure III.14- Evolution des propriétés mécaniques au cours de déformation.

3.2 Microdureté

Afin d'estimer les caractéristiques mécaniques et l'influence des paramètres de tréfilage sur l'évolution de la microdureté. Des mesures de microdureté ont été réalisées après la préparation de la surface des échantillons. Une moyenne de mesure de trois indentations est déterminée sur la coupe longitudinale de chaque échantillon. L'évolution de la microdureté Vickers des fils tréfilés en fonction du taux de déformation par tréfilage est représentée sur la Figure III.15.

La courbe de microdureté en fonction du taux de déformation montre que le tréfilage affecte la microdureté. Les mesures montrent une augmentation très significative et progressive des valeurs de la microdureté qui passe de 350 à 480 HV avec l'augmentation du taux de déformation. Ceci est dû au phénomène de durcissement par écrouissage introduite lors de la déformation plastique. Ce phénomène provient d'une part, du développement de la densité de dislocations induite par la réorientation des lamelles de cémentite dans la direction de tréfilage et de la réduction de l'espacement interlamellaire des lamelles perlitiques. D'autre part de raffinement de la taille de grains au cours de déformation comme cela est démontré précédemment dans la courbe d'évolution de la taille de grain dans la Figure III.4.

Ce phénomène a été observé aussi par d'autres auteurs ^{[10],[18],[136],[137]}, dans ces études sur les aciers. Il est expliqué aussi par Callister et Rethwisch (2008) ^[98] comme une augmentation de la densité de dislocation qui à son tour augmente la contrainte nécessaire pour déformer le métal.

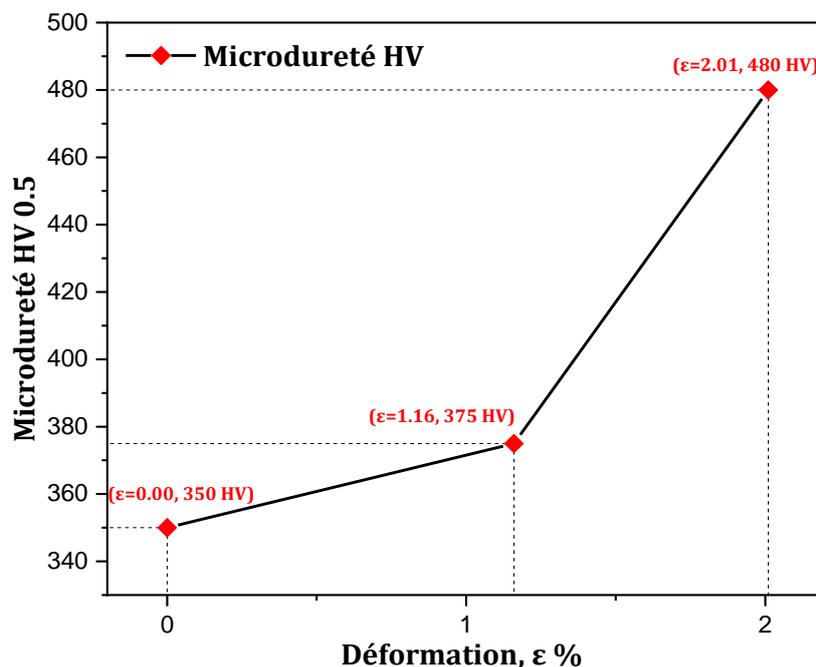


Figure III.15- Courbe d'évolution de la microdureté Vickers en fonction du taux de déformation.

3.3 Torsion

La Figure III.16 montre l'évolution de nombre de tours avant rupture N_{brt}/rup des fils d'aciers en fonction de la déformation. Nous pouvons remarquer que le N_{brt}/rup augmente progressivement avec la déformation si cette dernière est inférieure à 1, la valeur est de 20 tours avant la rupture pour $\varepsilon=0.72$. Si le taux de déformation dépasse la valeur de $\varepsilon=1$, nous observons la diminution de N_{brt}/rup (16 t/rup à $\varepsilon=1.16$) puis une diminution de 14 tours/rup à la dernière déformation $\varepsilon=2.01$. Cette diminution due à la perte de la ductilité causée de déformation par tréfilage.

Zelin (2002) [14] a observé le même phénomène dans ces travaux, il a expliqué l'augmentation de nombre de torsion dans le premier cas peut être à la concentration de contraintes aux interfaces entre les colonies et la déformation d'accommodation lorsque les lamelles s'orientent le long de l'axe du tréfilage. Diminution de nombre de torsion dans le deuxième cas, peut être attribué à un certain nombre de facteurs, parmi lesquels les contraintes élastiques élevées aux interfaces lamellaires et des contraintes locales accompagnées des ruptures des lamelles de cémentite peuvent être les plus importantes.

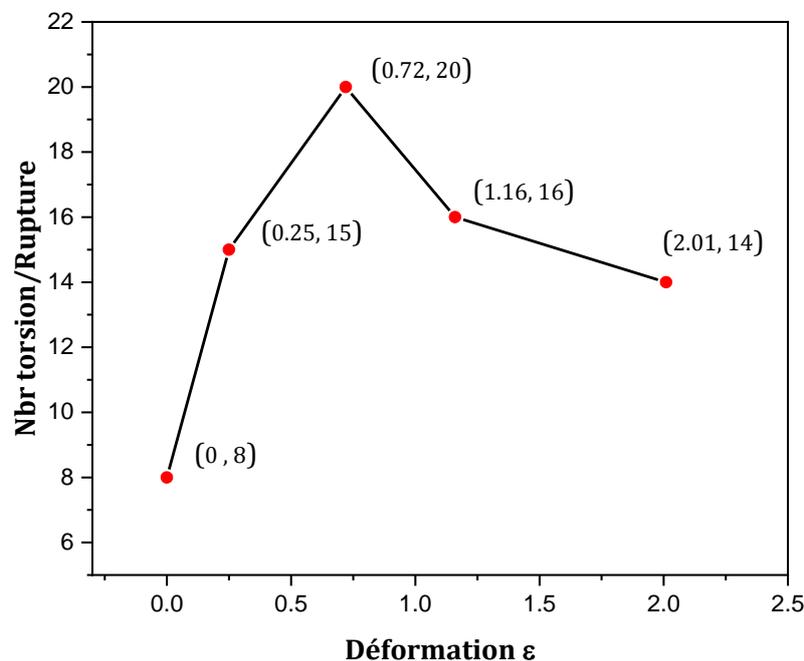


Figure III.16- Courbe d'évolution du nombre de torsion à la rupture en fonction du taux de déformation.

Conclusion Générale & Perspectives

L'objectif de ce travail de thèse était de contribuer à la compréhension des évolutions microstructurales, texturale et des propriétés mécaniques des fils d'acier perlitique destinés à la fabrication des torons mis en jeu à la fois au cours de la déformation plastique par tréfilage. Dans ce cadre, plusieurs techniques de caractérisation ont été utilisées telles que la microscopie électronique à balayage (MEB), la diffraction des rayons X, l'analyse par la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD), les mesures de la microdureté Vickers et les essais de traction.

À la base des différents résultats obtenus, les conclusions suivantes peuvent être déterminées :

- La microscopie électronique à balayage, nous a permis d'affiner l'analyse de la morphologie des grains tels que :
La microstructure du fil initial est composée de colonies perlitiques avec différentes tailles de grains. Les lamelles de cémentite dans les colonies perlitiques sont orientées aléatoirement ce qui conduit à une microstructure globale hétérogène dans la section de fil. Lors de tréfilage à froid, les colonies de perlite se sont étirées et alignées le long de l'axe de tréfilage et parallèlement à l'axe du fil, cet allongement est plus clair lorsque le taux de déformation augmente.
- L'analyse par DRX nous a montré que :
La diminution dans l'intensité des pics, cette diminution est due au changement d'orientation des plans cristallographiques des grains causés par l'augmentation de la densité de dislocation et les défauts d'empilements après déformation. D'autre part, nous avons observé un phénomène d'élargissement des pics due à l'augmentation des contraintes internes au niveau de la structure et l'affinement des grains après le procédé de tréfilage. De plus, un déplacement de la position des pics de diffraction vers des petite angle 2θ a été noté Ce déplacement est causé par les contraintes résiduelles provoquées par la déformation plastique qui engendrent des distorsions dans le réseau cristallin du matériau.

- L'analyse par la diffraction des électrons rétrodiffusés nous a montré que :
Le fil machine avait des textures presque aléatoires résultant en une structure isotrope dans les deux régions (centre et bord). Au cours de tréfilage, une texture de fibre $\langle 110 \rangle // ND$ se forme et commence à se développer progressivement avec la déformation, conduisant à une transformation de la structure d'isotrope à anisotrope. De plus, l'analyse quantitative a confirmé les résultats des microtexture et montre que l'intensité de cette fibre majoritaire augmente jusqu'à ce qu'elle tend à devenir complète au centre par rapport au bord du fil.
- Les essais mécaniques sur les fils d'acier tréfilés ont montré que :
Le tréfilage a une influence forte sur ces fils où la résistance à la traction, la limite d'élasticité à 0,2% augmentent considérablement avec le niveau de la déformation. Alors que cela a réduit l'allongement.
- Le tréfilage induit l'augmentation de la densité de dislocations, la réduction de l'espacement interlamellaire et l'affinement de la taille des grains ce qui conduit à un durcissement important des fils.

Perspectives

- Suivre La variation de l'énergie stockée en fonction du taux de déformation, en utilisant d'autres techniques de mesure, telles que : la diffraction en neutron qui donne une estimation globale de l'énergie.
- Suivre l'évolution de la microstructure et texture cristallographique au cours de torsion.
- Suivre l'évolutions de la microstructure de déformation par Microscopie électronique en transmission (MET) Pour essayer d'expliquer les différences observées entre la sous-structures de déformation de ces fils.
- Faire une étude surfacique sur l'effet de traitement de phosphatation sur le comportement au tréfilage de ces fils.

- Etudier le seuil de tréfilabilité, au-delà duquel le renforcement du fil par la diminution de sa section n'est plus possible pour éviter la fragilisation des fils ce qui conduit à la rupture prématurée.
- Le phénomène de corrosion des fils torons lors de leur mise en service et évidemment le passage par les tests des propriétés mécaniques et structurales est primordiale. Le challenge est donc de faire une étude complète sur la corrosion des fils toron avant, lors et après le tréfilage.
- Suivre l'évolutions microstructurales après des traitements thermomécaniques de stabilisation (traitement de patentage en particulier) et d'étudier les mécanismes de restauration, de recristallisations et le grossissement (coalescence) des grains.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Xiang, S. *et al.* (2018). Chloride-induced corrosion behavior of cold-drawn pearlitic steel wires. *Corros. Sci.* 141 pp. 221–229, doi: 10.1016/j.corsci.2018.07.015.
- [2] Borchers, C., Kirchheim, R. (2016). Cold-drawn pearlitic steel wires. *Prog. Mater. Sci.* 82 pp. 405–444, doi: 10.1016/j.pmatsci.2016.06.001.
- [3] Modi, O. P. *et al.* (2001). Effect of interlamellar spacing on the mechanical properties of 0.65% C steel. *Mater. Charact.* 46(5), pp. 347–352, doi: 10.1016/S1044-5803(00)00113-3.
- [4] Elwazri, A. M., Wanjara, P., Yue, S. (2005). The effect of microstructural characteristics of pearlite on the mechanical properties of hypereutectoid steel. *Mater. Sci. Eng. A* 404(1–2), pp. 91–98, doi: 10.1016/j.msea.2005.05.051.
- [5] Languillaume, J., Kapelski, G., Baudalet, B. (1997). Cementite Dissolution in Heavily Cold Drawn. *Acta Mater.* 45(3), pp. 1201–1212, .
- [6] Schmitt, C., Lipinski, P., Berveiller, M. (1997). Micromechanical modelling of the elastoplastic behavior of polycrystals containing precipitates - Application to hypo- and hyper-eutectoid steels. *Int. J. Plast.* 13(3), pp. 183–199, doi: 10.1016/S0749-6419(95)00007-0.
- [7] Goto, S., Kirchheim, R., Al-Kassab, T., Borchers, C. (2007). Application of cold drawn lamellar microstructure for developing ultra-high strength wires. *Trans. Nonferrous Met. SOC. China* 17(6), pp. 1129–1138, doi: 10.1016/S1003-6326(07)60238-6.
- [8] Sahay, S. S., Gautham, B. P. (2016). Pearlitic Steels: Wire Drawing. *Encycl. Iron, Steel, Their Alloy.* pp. 2501–2507, doi: 10.1081/E-EISA-120049242.
- [9] Zhou, L., Wang, L., Chen, H., Xie, Z., Fang, F. (2018). Effects of Chromium Additions upon Microstructure and Mechanical Properties of Cold Drawn Pearlitic Steel Wires. *J. Mater. Eng. Perform.* 27(7), pp. 3619–3628, doi: 10.1007/s11665-018-3464-x.
- [10] Zidani, M., Messaoudi, S., Baudin, T., Solas, D., Mathon, M. H. (2010). Deformation textures in wire drawn perlitic steel. *Int. J. Mater. Form.* 3(1), pp. 7–11, doi: 10.1007/s12289-009-0410-3.
- [11] Singh, S. K., Gautham, B. P., Goyal, S., Joshi, A., Gudadhe, D. (2007). Development of a virtual wire drawing tool for process analysis and optimization. *Wire J. Int.* 40(10), pp. 81–87, .
- [12] Zidani, M., Messaoudi, S., Dendouga, F., Baudin, T. (2013). Multi-scale analysis by SEM, EBSD and X-ray diffraction of deformation textures of a copper wire drawn industrially. *MATEC Web Conf.* 5 pp. 04004, doi: 10.1051/mateconf/20130504004.
- [13] Embrury, J., Fisher, R. (1966). The structure and properties of drawn pearlite. *Acta Metall.* 14 pp. 147–159, doi: 10.1016/0001-6160(66)90296-3.
- [14] Zelin, M. (2002). Microstructure evolution in pearlitic steels during wire drawing. *Acta Mater.* 50(17), pp. 4431–4447, doi: 10.1016/S1359-6454(02)00281-1.
- [15] Yang, Y. S., Bae, J. G., Park, C. G. (2009). Nanostructure and mechanical properties of heavily cold-drawn steel wires. *Mater. Sci. Eng. A* 508(1–2), pp. 148–155, doi: 10.1016/j.msea.2008.12.036.
- [16] Nam, W. J. (2002). Effect of carbon content on the Hall-Petch parameter in cold drawn pearlitic steel wires. *J. Mater. Sci.* 37 pp. 2243–2249, doi: 10.1023/A:1015361031384.

- [17] Toribio, J. (2020). Identification of a new microstructural unit in cold drawn pearlitic steel: The pearlitic pseudocolony. *Procedia Struct. Integr.* 26 pp. 360–367, doi: 10.1016/j.prostr.2020.06.046.
- [18] Kumar, P., Gurao, N. P., Haldar, A., Suwas, S. (2011). Progressive Changes in the Microstructure and Texture in Pearlitic Steel during Wire Drawing. *Evolution (N. Y)*. 51(4), pp. 679–684, doi: 10.2355/isijinternational.51.679.
- [19] Zhang, X., Godfrey, A., Huang, X., Hansen, N., Liu, Q. (2011). Microstructure and strengthening mechanisms in cold-drawn pearlitic steel wire. *Acta Mater.* 59(9), pp. 3422–3430, doi: 10.1016/j.actamat.2011.02.017.
- [20] Guo, N., Luan, B., Wang, B., Liu, Q. (2013). Microstructure and texture evolution in fully pearlitic steel during wire drawing. *Sci. China Technol. Sci.* 56(5), pp. 1139–1146, doi: 10.1007/s11431-013-5184-7.
- [21] Fang, F. *et al.* (2015). Microstructure and mechanical properties of cold-drawn pearlitic wires affect by inherited texture. *Mater. Des.* 79 pp. 60–67, doi: 10.1016/j.matdes.2015.04.036.
- [22] Kistrane-Bouzidi, A. *et al.* (2020). Mechanical Properties and Texture Evolution of High-Carbon Steel Wires during Wire Drawing : Strand Manufacturing. *Int. J. Eng. Res. Africa.* 49 pp. 130–138, doi: 10.4028/www.scientific.net/JERA.49.130.
- [23] Nebbar, M. C., Zidani, M., Messaoudi, S., Abid, T., Kistrane-bouzidi, A. (2021). wire drawing effect on Microstructural and textural evolution in Medium carbon steel wires. *Defect Diffus. Forum* 406 pp. 505–510, doi: 10.4028/www.scientific.net/DDF.406.505.
- [24] Murry, G. (2010). Aide Mémoire - Métallurgie. *2eme édit, Dunod, Paris* pp. 336p, .
- [25] Hurd, C. . (1975). Electrons in metals. *New York John Wiley Sons* pp. 331p, .
- [26] Werner, T., Hans, B. (2008). *Nonferrous materials. Zairyo to Kankyo/ Corrosion Engineering* doi: 10.3323/jcorr1991.53.178.
- [27] Nebbar, M. C. (2020). Etude de l'évolution microstructurale , texturale et de comportement mécanique des fils en acier mi-dur tréfilés industriellement. Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider - Biskra.
- [28] Bozinski, Z., Hume-Rottery, W., Sutton, A. . (1955). The lattice expansion of iron. *Proc. R. Soc.* 229 pp. 459–467, .
- [29] Hantcherli, M. (2010). Influence d'éléments d'addition sur les transformations de la martensite revenue dans les aciers faiblement alliés. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne.
- [30] Guetaz, V. (2002). Caractérisation de l'état d'engagement de l'azote au cours du process de transformation d'aciers calmés à l'aluminium - Conséquences sur les propriétés d'emboutissabilité après recuit continu. Thèse de doctorat, L'institut national des sciences appliquées.
- [31] Caballero, F. G., Capdevila, C. (2001). Influence of Pearlite Morphology and Heating Rate on the Kinetics of Continuously Heated Austenite Formation in a Eutectoid Steel.
- [32] Howell, P. R. (1998). The pearlite reaction in steels: mechanisms and crystallography. *Mater. Charact.* 40(98), pp. 227–260, doi: 10.1016/S1044-5803(98)00024-2.

- [33] Ben Fredj, E. (2019). Évolution de la microstructure des aciers à haute résistance mécanique durant le traitement thermique de trempe. Thèse de doctorat, École de technologie supérieure université du Québec.
- [34] Boucard, É. (2014). Étude de l'influence de l'état métallurgique de l'austénite sur la microstructure de transformation de phase dans les aciers bas carbone. Thèse de doctorat, Université de Lorraine.
- [35] Lubin, S. (2009). Etude des mécanismes de la transformation de phase bainitique dans les aciers bas carbone. Thèse de doctorat, École nationale supérieure des mines de Paris.
- [36] FORFERT, B. (2007). Etude expérimentale de la torsion directe et inverse de fils d'acier. Thèse de doctorat, Université Paul Verlaine de Metz.
- [37] Schmitt, J. H. (2004). Durcissement par seconde phase dans les aciers. *Mécanique Ind.* 5 pp. 451-459, doi: 10.1051/meca.
- [38] Verhoeven, J. D. (2005). Metallurgy of steel for bladesmiths & others who heat treat and forge steel. *Blue Moon Press*.
- [39] Lamontagne, A. (2014). Etude des mécanismes physiques responsables des évolutions microstructurales des aciers perlitiques au cours du tréfilage et du vieillissement post-tréfilage. Thèse de doctorat, INSA de Lyon.
- [40] Hyzak, J. M., Bernstein, I. M. (1976). The role of microstructure on the strength and toughness of fully pearlitic steels. *Metall. Trans. A* 7(8), pp. 1217-1224, doi: 10.1007/BF02656606.
- [41] Kazeminezhad, M., Karimi Taheri, A. (2003). The effect of controlled cooling after hot rolling on the mechanical properties of a commercial high carbon steel wire rod. *Mater. Des.* 24(6), pp. 415-421, doi: 10.1016/S0261-3069(03)00095-5.
- [42] Langford, G. (1977). Deformation of pearlite. *Met. Trans A* 8 pp. 861-875, doi: 10.1007/BF02661567.
- [43] Lei, C., Masahide, G., Yoshiaki, H., Yukio, H. (2007). Effect of microstructure of cementite on interphase stress state in carbon steel. *J. Iron Steel Res. Int.* 14(4), pp. 31-38, doi: 10.1016/S1006-706X(07)60054-5.
- [44] Yahiaoui, H. (2013). Influence of scale parameters of pearlite on the kinetics of anisothermal pearlite-to austenite transformation in a eutectoid steel. Thèse de doctorat, ParisTech.
- [45] Pellissier, G. E., Hawkes, M. F., Johnson, W. A., Mehl, R. F. (1942). The interlamellar spacing of pearlite. *Trans. ASM* 30 pp. 1049-1086, .
- [46] Krummeich, R. (2001). Contribution micromécanique comportement multi-échelles d'un matériau composite élastoplastique lamellaire Application à l'étude des effets du recyclage sur la tréfilabilité d'un acier perlitique industriel. Thèse de doctorat, Université de Metz.
- [47] Saltykov, S. . (1974). *Stereometric metallography. Metallurgiya.*
- [48] Lakhdar, B. (2017). Etude et caractérisation de la réaction de recristallisation des fils d'aluminium tréfilés. Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider - Biskra.
- [49] Vega, G. (2009). Optimisation de la mise en forme par tréfilage: approche expérimentale, modélisation et simulation numérique. Thèse de doctorat, Université de Lille 1.

- [50] Massé, T. (2010). Study and optimization of high carbon steel flat wires. Thèse de doctorat, École nationale supérieure des mines de Paris.
- [51] Genin, C. (2007). Optimisation de systèmes colloïdaux en phase aqueuse pour la lubrification en conditions extrêmes : application au tréfilage. Thèse de doctorat, L'école centrale de Lyon.
- [52] Montesin, T. (1991). Influence des conditions de tréfilage sur la texture cristallographique et sur les propriétés mécaniques des fils fins: application au steelcord. Thèse de doctorat, Université de Metz.
- [53] Levrau, C. (2006). Compréhension et modélisation des mécanismes de lubrification lors du tréfilage des aciers inoxydables avec des savons secs. pp. 188, .
- [54] CAR/PP. (2005). Prévention de la pollution dans le sous-secteur de l'usinage des métaux. *Espagne, Ministère l'Environnement, Cent. d'activités régionales pour la Prod. propre.*
- [55] Levrau, C. (2006). Compréhension et modélisation des mécanismes de lubrification lors du tréfilage des aciers inoxydables avec des savons secs. Thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure des mines de Paris.
- [56] AIT OUARABI, M. (2009). Utilisation de la vitesse ultrasonore pour évaluer le phénomène de recristallisation dans un acier doux tréfilé à froid. Thèse de doctorat, Université de l'USTHB.
- [57] Fellah, L. (2015). l'effet de tréfilage et de recuit sur les fils électrique de cuivre. Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider - Biskra.
- [58] Pops, H. (2008). Processing of wire from antiquity to the future. *Wire J. Int.* 41 pp. 58–66, .
- [59] Bouré, P. (1999). Lubrification et usure du contact fil/outil en tréfilage humide. Thèse de doctorat, Ecole centrale de Lyon.
- [60] El-Domiaty, A., Kassab, S. (1998). Temperature rise in wire drawing. *J. Mater. proceeding Technol.* 83 pp. 72–83, doi: 10.1016/S0924-0136(98)00045-4.
- [61] Avitzur, B. (1979). Metal Forming: Processes and analysis, McGraw-Hill Series, Krieger.
- [62] Fay, H. (2010). Films Lubrifiants Supramoléculaires Organisés : de la Microstructure aux Propriétés Tribologiques. Thèse de doctorat, Université Bordeaux 1.
- [63] Wilson, W. R. . (1979). Friction and lubrication in bulk metalforming processes. *J. Appl. Met. Work.* 1(1), pp. 7–19, .
- [64] Vogelpohl, G. (1942). Hydrodynamische Theorie und halbflüssige Reibung. *Oel und Kohle* 12 pp. 943–947, .
- [65] Montmitonnet, P. (2000). Modelisation du contact lubrifié - exemple de la mise en forme des métaux. *Mec. Ind.* 1 pp. 621–637, .
- [66] Schey, J. A. (1983). Tribology in metalworking: Friction, lubrication and wear. *Ed Am. Soc. Met.* pp. 736p, .
- [67] Levrau, C., Felder, E., Mantel, M., Dinh, N. T. (2011). Une méthode d'identification de la rhéologie du métal et du lubrifiant lors du tréfilage. in *40ème colloque annuel du Groupe Français de Rhéologie* pp. 1–4, .

- [68] Guerin, C. (2012). Les lubrifiants secs pour le tréfilage. *OCL - Ol. Corps Gras Lipides* 19(1), pp. 51–53, doi: 10.1684/ocl.2012.0429.
- [69] Vega, G., Haddi, A., Imad, A. (2007). Modélisation numérique de mise en forme par tréfilage. *18ème Congrès Français de Mécanique* pp. 27–31, .
- [70] Sachs, G., Lubahan, J. D., Tracey, D. P. (1944). Drawing of Thin Walled Tubes. *J. Appl. Mech.* 24 pp. 169–199, .
- [71] Baque, P., Felder, E., Hyafil, J., Descatha, Y. (1973). *Mise en forme des métaux, Calcul par la plasticité, 2eme Ed. Dunod.*
- [72] Siebel, E. (1947). Stahl u. Eisen. *Stahl u. Eisen* 66(67), pp. 171, .
- [73] Wistreich, J. . (1955). Investigation of the mechanics of wire drawing. *Proc. Inst. Mech. Eng* 169 pp. 654–678, .
- [74] Wistreich, J. G. (1958). The fundamentals of Wire Drawing. *Metall. Rev.* 3(10), pp. 97–142, .
- [75] Avitzur, B. (1971). Study of flow through conical converging dies. *Met. Form. Interrelat. Between Theory Pract. Springer, Boston, MA.* 3(1), pp. 1–46, doi: 10.1007/978-1-4615-1757-3_1.
- [76] Avitzur, B. (1983). Flow Characteristics Through Conical Converging Dies. *Jr. Eng. Ind., Trans. ASME, Ser. B* 88 pp. 410–420, .
- [77] Avitzur, B. (1994). Wet fine Wire drawing with slip. *Wire J. Int.* pp. 46–55, .
- [78] Avitzur, B. (1995). Wire drawing- theoretical considerations. *Nonferrous wire Handb.* Chapt1.
- [79] Felder, E. (1976). Evaluation of the influence of redundant work and friction in wire drawing. *Ann. CIRP* 25(1), pp. 147–151, .
- [80] Luis, C. ., Leon, J., Luri, R. (2005). Comparison between finite element method and analytical methods for studying wire drawing processes. *J. Mater. Process. Technol.* 164–165 pp. 1218–1225, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2005.02.138.
- [81] Barrau, O. (2004). Étude du frottement et de l'usure d'acier à outils de travail à chaud. Thèse de doctorat, Institut national polytechnique de Toulouse.
- [82] Baque, P., Fernier, P. (1975). Les notes techniques du CETIM 12.
- [83] Laverroux, M. (1993). Mise en forme des aciers inoxydables par tréfilage. *La Rev. métallurgie CIT* pp. 1293–1302, .
- [84] Tabalaiev, K. (2010). Etude de la structure et des propriétés de l'acier à béton après déformations à froid. Thèse de doctorat, Ecole centrale de Lyon.
- [85] Jakani, S. (2004). Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé. Thèse de doctorat, Université Paris Sud - Paris XI.
- [86] Benchabane, G. (2009). Les mécanismes de recristallisation et de croissance des grains dans les métaux et alliages métalliques légers. Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider - Biskra.

- [87] Djimaoui, T. (2019). Etude du comportement structural et mécanique des fils tréfilés en acier doux destinés à la fabrication des électrodes de soudure à TREFISOUD. Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider - Biskra.
- [88] Richeton, T. (2006). Dynamique et Complexité de la Déformation Plastique : Étude Par Émission Acoustique, Thèse de Doctorat, Institut national polytechnique de Grenoble-France.
- [89] Zidani, M. (2006). Texture et recristallisation lors de recuits du fil d'acier doux (0,06% c) tréfile à froid. Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider - Biskra.
- [90] Gravina, R. (2016). Durabilité de faisceaux électriques - approche multi-échelle des phénomènes de corrosion associés aux connexions entre câbles en alliage d'aluminium 1370 et éléments de connectique en cuivre. Thèse de Doctorat, Université de Toulouse.
- [91] Nickel, D. (2015). Effect of Strain Localization on Pitting Corrosion of an AlMgSi 0.5 Alloy. *Metals (Basel)*. 5 pp. 172–191, doi: 10.3390/met5010172.
- [92] Mathon, M. H. (2008). Caractérisation des textures par diffraction neutronique. 9 pp. 49–64, doi: 10.1051/sfn:2008005.
- [93] Suwas, S., Ray, R. K. (2014). Crystallographic Texture of Materials. *Eng. Mater. Process. London Springer-Verlag* pp. 95–141, doi: 10.1007/978-1-4471-6314-5_5.
- [94] Engler, O., Randle, V. (2010). Introduction to texture analysis; Macrotecture, Microtexture and Orientation Mapping. *2nd Ed. Taylor Fr. Gr.* pp. 480p, .
- [95] Humphreys, F. J., Htherly, M. (2004). Recrystallization and related annealing phenomena. *2nd Ed. Pergamon Publ.*
- [96] Schwartz, A. , Kumar, M., Adams, B. , Field, D. . (2009). . *Electron backscatter Diffr. Mater. Sci.* 53(9), pp. 1689–1699, doi: 10.1007/978-0-387-88136-2.
- [97] Lodini, A., Baudin, T. (2012). Rayonnement synchrotron, rayons X et neutrons au service des matériaux. *Anal. des contraintes des textures, Eds, EDP Sci.* pp. 278–302, .
- [98] Callister, W., Rethwisch, D. (2018). Fundamentals of materials science and engineering: an integrated approach, 5th Edition. *Hoboken, NJ John Wiley Sons* pp. 960p, .
- [99] Azzeddine, H. (2012). Contribution à l'étude de quelques propriétés physico-métallurgiques des alliages à base de Mg : Microstructure et Texture Cristallographique. Thèse de doctorat. Université d'USTHB.
- [100] Bunge, H. . (1982). Texture analysis in materials science. *Butterworths, London.*
- [101] Hansen, J., Pospiech, J., Lücke, K. (1978). Tables for Textures Analysis of Cubic Metals. *Springer Verlag Berlin, New-York.*
- [102] Cabus, C. (2005). Etude et modélisation des textures de transformations de phases dans les aciers destinés à l'emboutissage. Thèse de doctorat, Université Paris.
- [103] Baudin, T., Chateigner, D., Esling, C., Lutterotti, L., Morales, M. (2015). Analyse des textures cristallographiques et des microstructures. *Reflète la Phys.* 44–45(1), pp. 80–85, doi: 10.1051/refdp/20154445080.
- [104] Wang, W., Wang, W. (2014). Etude des mécanismes de recristallisation de nouveaux alliages base de Ni To cite this version. Thèse de doctorat, Université Paris Sud - Paris XI.

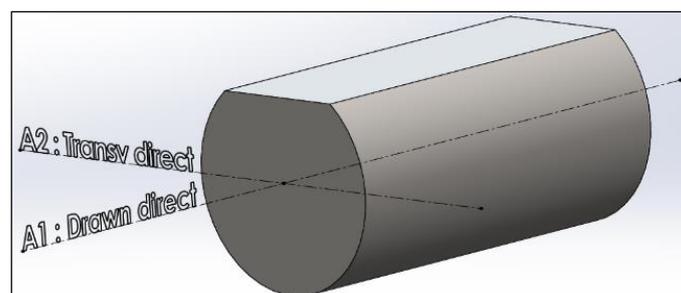
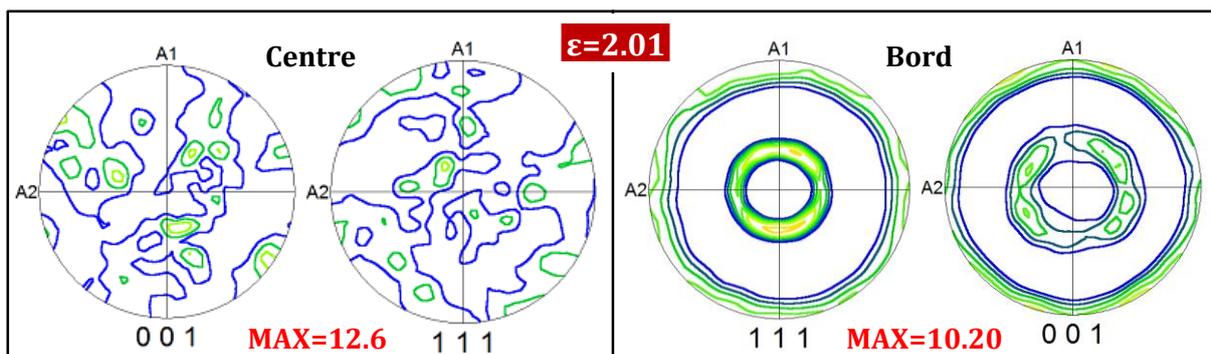
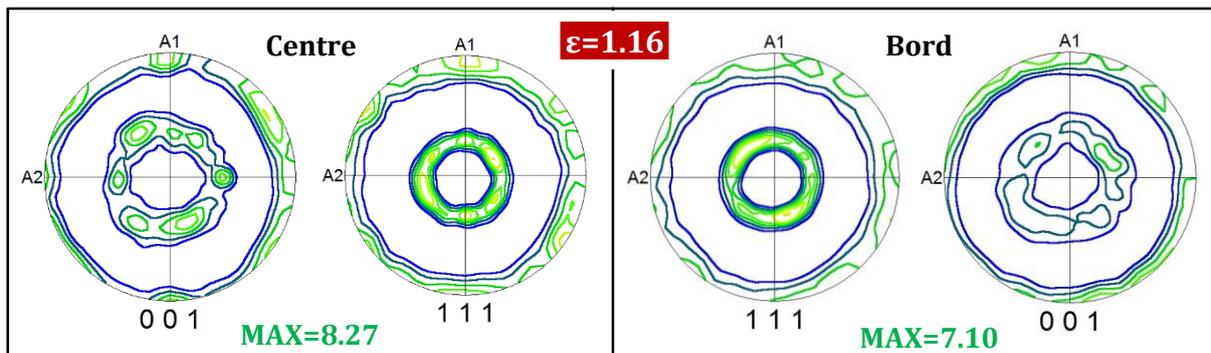
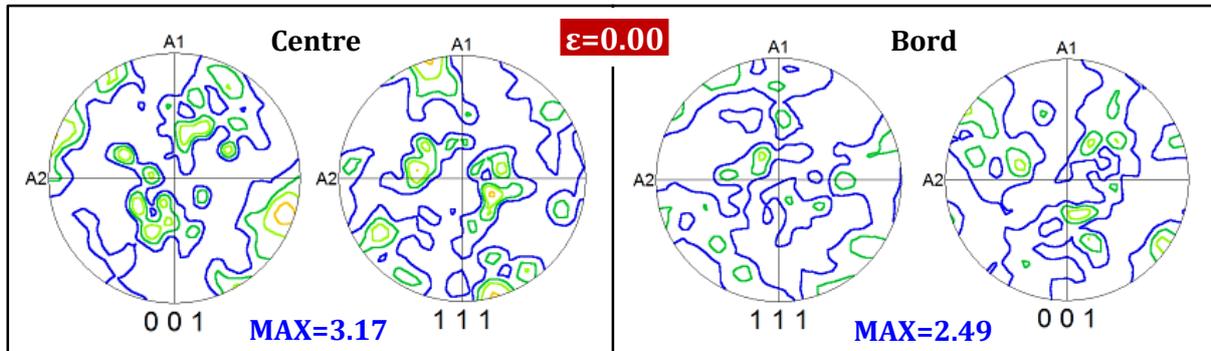
- [105] Morais, W. A. De, Vasques, M. T., Nobre, R. D. M., José, F., Landgraf, G. (2020). Proposal of a Procedure to Estimate the Stiffness in Textured Metals through EBSD Data Analysis. *Unisantia Sci. Technol.* 9 pp. 38–49, .
- [106] BOUREZG, Y. I. (2017). Contribution à l'étude d'alliages Mg-RE (magnésium-Terres rares) après hyper déformation; analyse de la texture et microstructure. Thèse de doctorat, Université d'USTHB.
- [107] Bunge, J. . (1970). Mathematische Methoden der Texturanalyse. *Cryst. Res. Technol.* 5 pp. n.pag, doi: 10.1002/CRAT.19700050319.
- [108] Roe, R. J. (1965). Description of crystallite orientation in polycrystalline materials. III. General solution to pole figure inversion. *J. Appl. Phys.* 36 pp. 2024–2031, doi: 10.1063/1.1714396.
- [109] Williams, R. O. (1986). Analytical methods for representing complex textures by biaxial pole figures. *J. Appl. Phys.* 39 pp. 4329–4335, doi: 10.1063/1.1656969.
- [110] Ruer, D., Baro, R. (1977). A new method for the determination of the texture of materials of cubic structure from incomplete reflection pole figures. *Adv. X-ray Anal.* 20 pp. 187–200, doi: 10.1154/S0376030800011812.
- [111] Vadon, A. Généralisation et optimisation de la méthode vectorielle d'analyse de la texture. Thèse de doctorat, Université de Metz. 1981.
- [112] Kocks, U. F., Tomé, C. N., Wenk, H. R. (1998). Texture and Anisotropy. *Cambridge Univ. Press* pp. 676p, .
- [113] Bunge, H. J., Esling, C., Muller, J. (1981). The influence of crystal and sample symmetries on the orientation distribution function of the crystallites in polycrystalline materials. *Acta Cryst. A*, 37(6) pp. 889–899, doi: 10.1107/S0567739481001915.
- [114] Hirsch, J., Lucke, K. (1988). Mechanism of deformation and development of rolling textures in polycrystalline f.c.c. metals-I. Description of rolling texture development in homogeneous CuZn alloys. *Acta Met.* 36(11) pp. 2863–2882, doi: 10.1016/0001-6160(88)90172-1.
- [115] Matthies, S., Helming, K., Kunze., K. (1990). On the Representation of Orientation Distributions in Texture Analysis by sigma-Sections. I. General Properties of sigma-Sections. *Phys. Status Solidi B* 157 (1) pp. 71–83, doi: 10.1002/PSSB.2221570105.
- [116] Matthies, S., K. Helming, Kunze., K. (1990). On the Representation of Orientation Distributions in Texture Analysis by sigma-Sections. II. Consideration of Crystal and Sample Symmetry, Examples. *Phys. Status Solidi B* 157 (2) pp. 489–507, doi: 10.1002/pssb.2221570202.
- [117] Quey, R. (2009). Suivi de microtextures dans l'aluminium en grande déformation à chaud. Thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure des mines de Saint-Etienne.
- [118] Coulomb, P. (1982). Les Textures dans les Métaux de Réseaux Cubiques. *Dunod, Paris* pp. 217, .
- [119] Abdellaoui, A. (1995). Etude de la texture cristallographique de fils d'acier perlitique en fonction des conditions de tréfilage. Influence sur les propriétés mécaniques. Thèse de doctorat, Université de Metz.

- [120] Badji, R. (2008). Influence des traitements thermiques à haute température sur l'évolution de la texture et de la microstructure des soudures d'acier inoxydable duplex. Thèse de doctorat, Université Paris Nord.
- [121] Schuman, C. (1994). Étude de l'évolution de la texture cristallographique d'aciers extra-doux au cours du tréfilage et d'une opération particulière de laminage. Détermination des contraintes internes. Thèse de doctorat, Université de Metz.
- [122] Tóth, L., Jonas, J., Daniel, D., Ray, R. (1990). Development of ferrite rolling textures in low-carbon and extra low-carbon steels. *Met. Mater Trans A* 21 pp. 2985–3000, doi: 10.1007/BF02647219.
- [123] Leber, S. (1961). . *Trans. ASM* 53 pp. 687–713, .
- [124] Shin, H. ., Jeong, H. ., Lee, D. N. (2000). Deformation and annealing textures of silver wire. *Mater. Sci. Eng A* 279 pp. 244, doi: 10.1016/S0921-5093(99)00535-3.
- [125] Schuman, C., Esling, C., Philippe, M. J. (1994). Texture evolution during the drawing of low carbon steel. *Texture, Stress. Microstruct.* 22 pp. 261–278, doi: 10.1155/TSM.22.261.
- [126] Zenlyanskov, V. A., Zlatouatovskiy, D. M., Nemkina, D. M. (1977). . *Fiz. Met. Met.* 44 pp. 365–372, .
- [127] Gangli, P., Szpunar, J. A., Sugondo. (1991). The compound influence of texture and micro structure on the mechanical properties of low-c steel wires. *Texture, Stress. Microstruct.* 13 pp. 243–260, doi: doi.org/10.1155/TSM.13.243.
- [128] Kanetsuki, Y., Ogawa, R. (1991). Influence of wire, rod diameter on mechanical properties of high carbon steel wire during patenting. *Tech. Bull. 116 Kobelco Steel, Japan.*
- [129] Masci, L. (2019). Cristallographie du fer dans les chlorites métamorphiques : approche analytique multiéchelle , expérimentale , et implications pétrologiques. Thèse de doctorat, Sorbonne Université.
- [130] Karch, A. (2014). Etude transformation à chaud d'aciers ferritiques renforcées par dispersion d'oxydes Abdellatif. Thèse de doctorat, École nationale supérieure des mines de Paris.
- [131] Hadid, D. (2017). Etude et caractérisation de la microstructure et la texture d'un fil d'aluminium (tréfilé/recuit). Thèse de doctorat, Université Mohamed Khider - Biskra.
- [132] Barbier, D. (2010). Analyse de microstructures par la technique EBSD. in *MECAMAT*.
- [133] Pougis, A. (2018). Affinement de microstructures de métaux par des déformations plastiques extrêmes. Thèse de doctorat, Université de Lorraine.
- [134] Kubin, L. P., Mortensen, A. (2003). Geometrically necessary dislocations and strain-gradient plasticity: a few critical issues. *Scr. Mater.* 48 pp. 119–125, doi: 10.1016/S1359-6462(02)00335-4.
- [135] Wei, D., Li, L., Min, X., Fang, F. (2019). Microstructure and mechanical properties of heavily cold drawn pearlitic steel wires: Effects of low temperature annealing. *Mater. Charact.* 153(May), pp. 108–114, doi: 10.1016/j.matchar.2019.05.003.
- [136] Djimaoui, T., Zidani, M., Nebbar, M. C., Abid, T. (2018). Study of microstructural and mechanical behavior of mild steel wires cold drawn at TREFISOUD. *Int. J. Eng. Res. Africa* 36 pp. 53–59, doi: 10.4028/www.scientific.net/JERA.36.53.

- [137] Nebbar, M. C., Zidani, M., Djimaoui, T., Abid, T. (2019). Microstructural Evolutions and Mechanical Properties of Drawn Medium Carbon Steel Wire. *Int. J. Eng. Res. Africa* 41 pp. 1-7, doi: 10.4028/www.scientific.net/JERA.41.1.

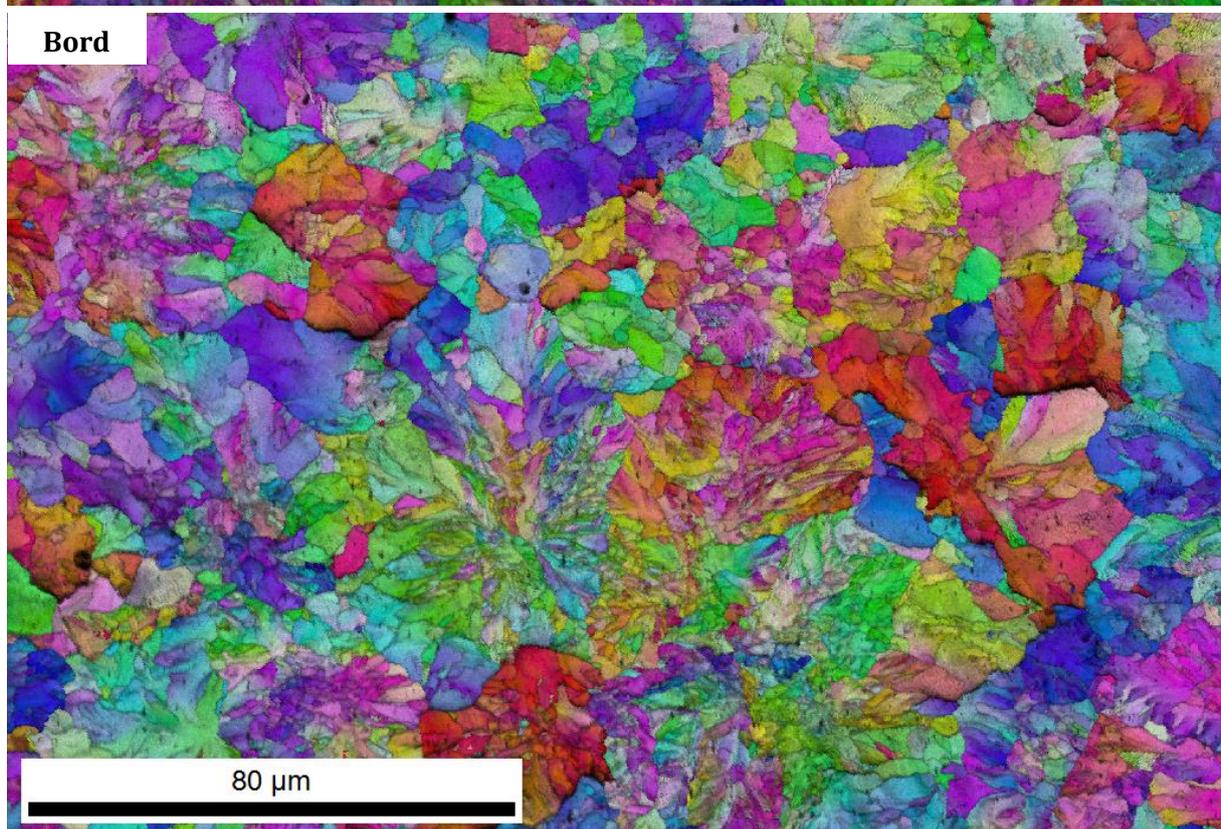
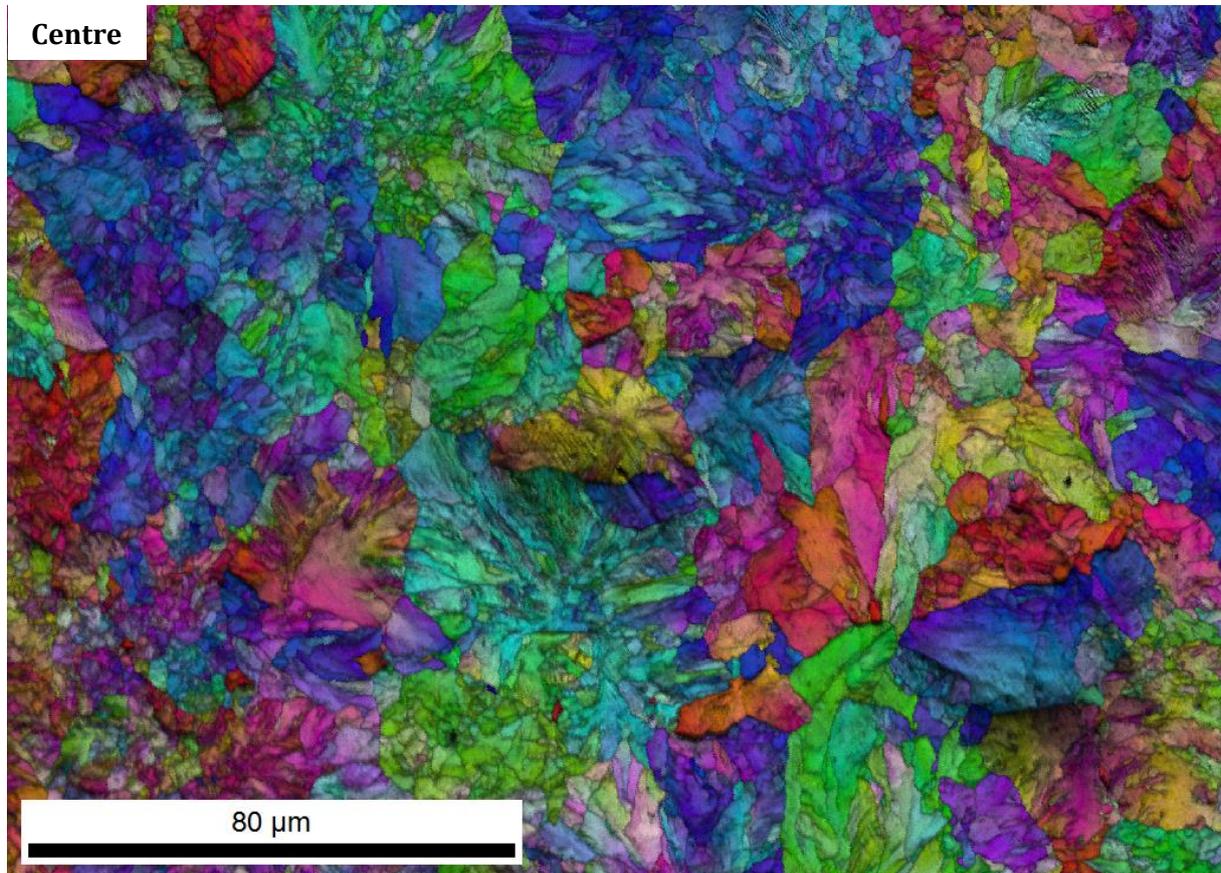
ANNEXES

Annexe A

Figure de pôles directes (PF) $\{100\}$ et $\{111\}$ 

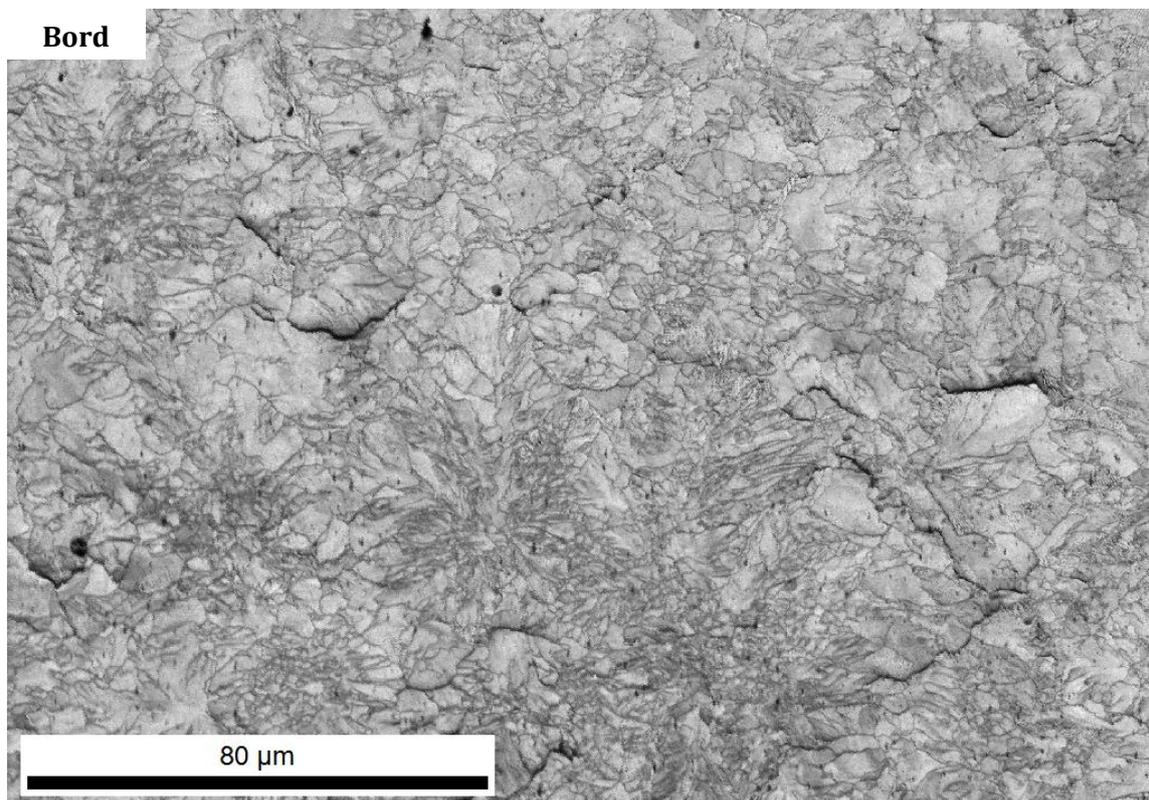
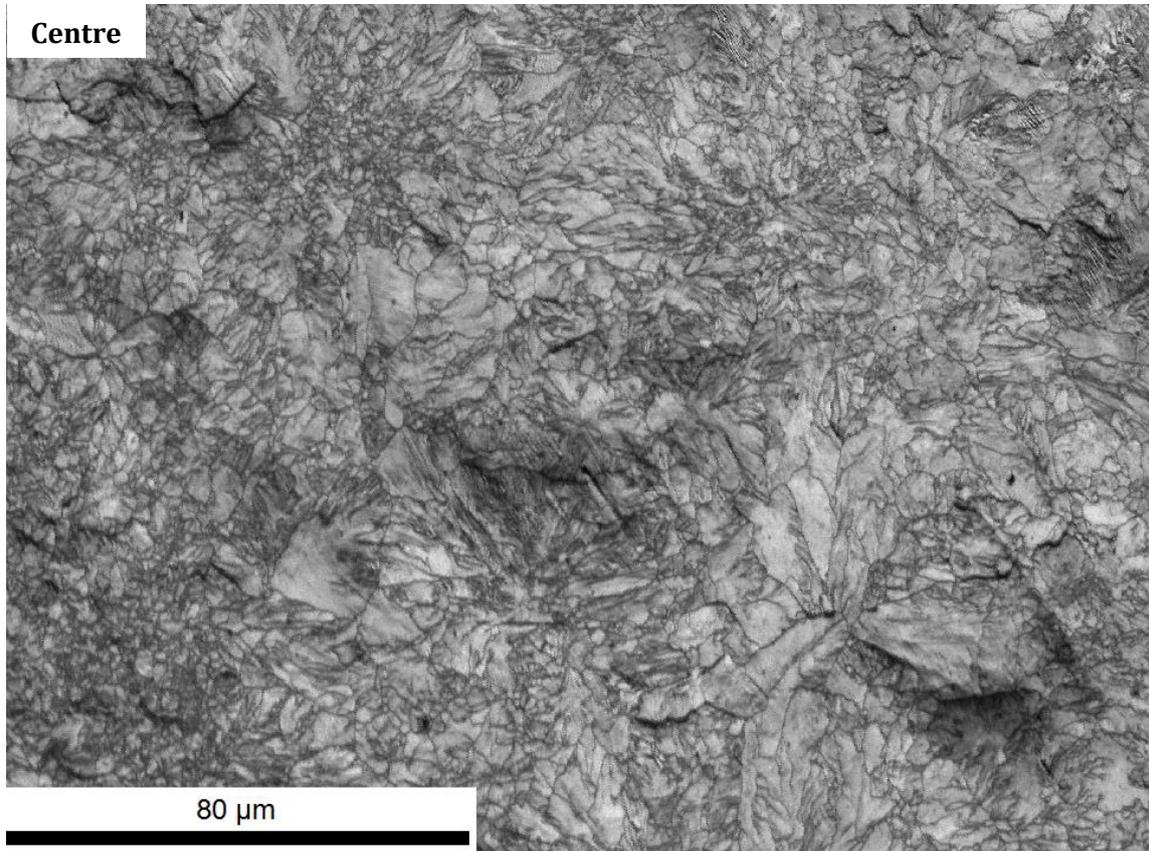
Annexe B

Cartographies EBSD en 'IPF+IQ' des fils machine



Annexe C

Cartographies EBSD en 'band contraste' des fils machine



Annexe D

Morphologie des joints de grains dans les microstructures
des fils machine ($\epsilon=0.00$)

