

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université Badji Mokhtar-ANNABA
جامعة باجي مختار - عنابة



FACULTE DES SCIENCES DE L'INGENIORAT
Département de Métallurgie et Génie des Matériaux

MEMOIRE DE MAGISTERE

Option : mise en forme des métaux

Thème

COMPORTEMENT MECANIQUE DE MATERIAUX HYPER-DEFORMES PAR EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING (ECAP) CAS D'UN ACIER A FAIBLE TENEUR EN CARBONE

Directeur de mémoire :
Pr. BOUASLA A/aziz

Présenté par :
Mr. SLIMANI Amar

Devant le jury :

Président	: Pr. MEBAREK A/MALEK	M.C.A. U. d'Annaba
Rapporteur	: Pr. BOUASLA A/aziz	Pr. Université d'Annaba.
Membres :	Pr. MERABTINE RACHID	Pr. EPST d'Annaba.
	Pr. BENABDESLEM MED	Pr. Université d'Annaba
	Pr. ZAHZOUH MOUSSA	Pr. Université d'Annaba

Soutenu le: 27/09/2016

Table des matières	2
Listes des tableaux et figures , symboles	5
Remerciement	11
Introduction générale	12

Chapitre I : Synthèse bibliographique.

I.1.1. Procédés de fabrication des grains ultra- fins.	14
I.1.2. Nanomatériaux: selon Siegel	16
I.1.3. Structure des nanomatériaux	17
I.1.3. 1. Cœur de grain	17
I.1.3. 2. Joints de grains	18
I.2. Affinage microstructural.....	18
I.2.1. Techniques de fabrication des grains ultra-fins	
a) Extrusion coudée à aire égale ECAE (ou Equal Channel Angular Pressing ECAP)	18
b) Procédé de laminage	20
c) Procédé de broyage haute énergie.....	22
d) Torsion sous forte pression (High Pressure Torsion – HPT).....	26
Références chapitre I.....	27

Chapitre II : ECAP PRINCIPE ET DEFORMATION EQUIVALENTE

II.1.1 Principe d'ECAP.....	30
II.1.2 Description des différents procédés d'ECAP.....	31
II.1.3 Facteurs Expérimentaux qui influencent l'ECAP	33
II.1.4 Influence de l'angle entre les canaux, ϕ	33
II.1.5 Influence de l'angle extérieur, ψ	34
II.1.6 Influence de l'angle de courbure intérieure, α	34
II.1.7 Influence de la vitesse d'extrusion	35
II.1.8 Influence de la température d'extrusion	35
II.1.9 Influence des chemins de déformation ou routes de déformation.....	36
II.1.10 Affinement des Grains par ECAP	37

CHAPITRE III: Calcul de la déformation équivalente

III. 1. Analyse de la déformation selon (IWAHASHI, SEGAL)	41
III. 1. Calcul de Merabtine, BOUASLA et al	52
III. 2. Modèle ALKORTA et SEVILLANO	52
Références bibliographiques du chapitre III	64

Chapitre IV. Méthodes expérimentales utilisées et techniques d'analyses

IV.1. Techniques d'analyses.....	67
IV.1.1. La microscopie optique	67
IV.1.2. Polissage des échantillons.....	67
IV.1.3. traitement thermique.....	68
IV.1.4. mesures des microdureté.....	68
IV.1.5. Essai Vickers.....	69
IV.1.6. La diffractométrie de rayons X (DRX)	70
IV.2. Les méthodes expérimentales	75
IV.2. 1. Attaque chimique pour observer les IF (attaque DINO)	75
IV.2.2. Procédure expérimentale.....	76
IV.3. Conception et réalisation	76
a) Matériau de réalisation	76
b) Angles d'extrusion, Φ et Ψ	76
c) Choix du piston	77
IV.5. Manipulation	77
IV.6. Matériaux de départ	78
IV.7. Essais.....	78

Chapitre V. Résultats et discussion

V.1. Résultats DRX	
V.1.1. Taille des cristallites.....	81
V.1.2. Spectres des Rayon X.....	83
V.2. Résultats et discussions	
V.2.1. micrographie de l'échantillon IF à l'état brut	86
V.2.2. micrographies de toles IF déformé en Route A , 2 passes sans recu	86
▪ Discussion de lingot IF selon la route A	90
V.2.3. Micrographie route A, recuit 3 heures , 550°C	92
V.2.4. Micrographie d'échantillon IF déformé en route A , 6 passes , recuit à 550° pendant 3 heures dureté vikcers.....	95
▪ Discussion	98
V.2.5. Micrographie d'échantillon déformé selon la route C , 2 passes à 115° recuit	

540° pendant 48 heures	99
▪ Discussion.....	101
V.2.6. Graphes de la micro dureté vickers	102
▪ Discussion	106
V.2.7. Influence des routes et nombres de passes.....	106
▪ Discussion	108
Conclusion générale	110

Listes des tableaux et figures, symboles

Liste tableau Chapitre V:

- **Tableau V.1.** Taille de cristallite par diffraction des Rayons X d'aciers IF, échantillon 2 passe route (A) 48 H 540°C
- **Tableau V.2.** Le pourcentage de déformation par diffraction des Rayons X d'aciers IF, échantillon 2 passe route (A) 48 H 540°C.
- **Tableau V.3.** Taille de cristallite par diffraction des Rayons X d'aciers IF, échantillon 6 passe route (A) 3 H 540°C zone 1.
- **Tableau V.4.** Taille de cristallite par diffraction des Rayons X d'aciers IF, échantillon 6 passe route (A) 3 H 540°C zone 2.
- **Tableau V.5** : mesures des microduretés 2 passes route (A) à 115° sans recuit au extrimités.

Liste figures Chapitre I:

- **Figure I.1:** Utilisation des approches bottom-up et top-down [5]
- **Figure I-2 :** Micrographies montrant un matériau conventionnel et un matériau nanocristallin [5].
- **Figure I-3 :** Différentes classes de nanomatériaux selon Siegel
- **Figure I.4:** structure des nanomatériaux [5]
- **Figure I- 5 :** image haute résolution du cœur de grain du nickel nanocristallin (Kumar et al., 2003)
- **Fig1.6 : Principe de l'Equal Channel Angular Pressing Selon Segal**
- **Figure I.7 :** Principe du laminage
- **Figure I.8 :** Principe de broyage ^[29]
- **Figure I. 9 :** schéma broyeur de type attriteur ^[31]
- **Figure I.10 :** Schéma de principe d'un broyeur à vibrations ^[31]
- **Figure I.11 :** Schéma de principe du broyeur planétaire P7 ^[30]
- **Figure I. 12 :** Représentation schématique du procédé de torsion sous pression intense (High Pressure Torsion –HPT).^[33]

Liste figures Chapitre II:

- **Figure II. 1 :** Principe d'ECAP d'après Segal
- **Figure. II.2 :** Schéma de principe des différents procédés D'ECAP ^[2]
 - **Figure II.3 :** Schéma de principe des 4 routes de déformation par ECAP [35].
- **Figure II.4:** Schémas d' illustration du cisaillement après différents passes en chaque route d'ECAP [3].
- **Figure II.5:** Structure de grains après une passe [5] (X, Y et Z représentent les normales planes système de coordonnées est le même que sur la figure 2.3).
- **Figure II.6:** Modèles de cisaillement associés à ECAP par les routes A, B et C, respectivement [5].

Liste figures Chapitre III:

- **Figure III.1.** Principe de ECAP (equal-channel angular pressing) où ϕ est l'angle d'intersection des deux canaux et Ψ est l'angle sous-tendu par l'arc de courbure au point d'intersection : (a) $\Psi = 0$, (b) $\Psi = \pi - \phi$, (c) Ψ liée entre $\Psi = 0$ et $\Psi = \pi - \phi$
- **Figure III.2.** Le modèle de déformation utilisé dans le procédé ECAE. Alkorta et Sevillano[25],
- **Figure III.3.** Discontinuités de vitesse sur les surfaces d'entrée (a) et de sortie (b).

Liste figures Chapitre IV:

- **Figure IV.1:** microscope optique NIKON ECLIPSE LV 150.
- **Figure IV.2:** Microscope optique LEICA DM LM.
- **Figure IV.3:** polisseuses Struers Planopol-V
- **Figure IV.4:** Four est VULCAN A-550.
- **Figure IV.5:** Indenteur et l'empreinte d'indentation.
- **Figure IV.6:** microduromètre INNOVATEST 412D.
- **Figure IV.7:** Configuration montage Bragg-Brentano θ - θ .
- **Figure IV.8:** Tube à rayon X
- **Figure I V.9:** Dureté Vickers d'un acier interstitiel free (IF) en fonction du nombre de passes pour ($\phi = 90^\circ$)

Liste figures Chapitre V:

- **Figure V.1.** Spectre de diffraction des Rayons X d'aciers IF, échantillon 2 passe route (C) 48 H 540°C.
- **Figure V.2.** Spectre de diffraction des Rayons X d'aciers IF, échantillon 2 passe route (A) 3 H 540°C
- **Figure V.3.** Spectre de diffraction des Rayons X d'aciers IF, échantillon 6 passe route (A) 3 H 540°C zone 1.
- **Figure V.4.** Spectre de diffraction des Rayons X d'aciers IF, échantillon 6 passe route (A) 3 H 540°C zone 2.
- **Figure V.5.** Spectre de diffraction des Rayons X d'aciers IF, brut .
- **Figure V.6 :** micrographie optique d'échantillon d'un acier IF brut.
- **Figure V.7 :** micrographie de l'extrémité d'éprouvette, 2 passes Route A sans recuit.
- **Figure V.8 :** micrographie optique de l'extrémité d'éprouvette d'un acier (IF) 2 passes Route A à $\phi = 115^\circ$ aperçu x200 recuit 3 heures 550°C.
- **Figure V.9 :** micrographie optique d'échantillon déformé 2 passes en route A aperçu x500 recuit 3 heures 550°C.
- **Figure V.10 :** micrographie optique d'échantillon extrudé d'un aciers (IF) 2 passes Route A à $\phi = 115^\circ$ aperçu x500 recuit 3 heures 550°C au centre.
- **Figure V.11 :** micrographie optique d'échantillon d'un aciers IF extrudé 2 passes Route A à $\phi = 115^\circ$ aperçu x1500 recuit 3 heures 550°C au centre.
- **Figure V.12 :** micrographie optique d'échantillon d'un acier IF extrudé 2 passes Route A à $\phi = 115^\circ$ aperçu x1500 recuit 3 heures 550°C au centre.

- **Figure V.13** : micrographie optique d'échantillon d'un acier IF extrudé 2 passes en route A à $\phi = 115^\circ$ aperçu x500 recuit 3 heures 550°C au centre.
- **Figure V.14** : micrographie optique d'échantillon d'un aciers IF extrudé 2 passes Route A à $\phi = 115^\circ$ aperçu x1500 recuit 3 heures 550°C au centre.
- **Figure V.16** : micrographie optique d'échantillon d'un lingot extrudé en route A recuit à 540° pendant 48 heures
- **Figure V.17** : micrographie optique d'échantillon extrudé d'un lingot extrudé en route A à $\phi = 115^\circ$ aperçu x1500 recuit à 540° pendant 48 heures
- **Figure IV.18** : micrographie optique d'un lingot extrudé en d'aciers IF 2 passes selon route A à $\phi = 115^\circ$ aperçu x500 recuit à 540° pendant 48 heures
- **Figure V.19** : dureté Vickers échantillon déformé 2 passe route (A) à 115° recuit à 540° pendant 48 heures
- **Figure V.20** : dureté Vickers échantillon déformé 2 passe route (A) à 115° recuit à 540° pendant 48 heures
- **Figure V.21** : micrographie d'un lingot extrudé 6 passes en route A d'un aciers IF aperçu x600 recuit 3 heures 550°C (centre de l'échantillon).
- **Figure V.22** : micrographie d'un lingot extrudé 6 passes en route A aciers IF Aperçu x1000 recuit 3 heures 550°C (l'extrémité de l'échantillon).
- **Figure V.23**: micrographie d'un lingot extrudé 6 passes en route A d'un acier ,aperçu x600 recuit 3 heures 550°C (l'extrémité de l'échantillon).
- **Figure V.24** : micrographie d'un lingot extrudé 6 passes en route A d'un aciers IF aperçu x100 recuit 3 heures 550°C (centre de l'échantillon).
- **Figure V.25**: dureté Vickers échantillon déformé 6 passes route (A) à 115° recuit à 540° pendant 3 heures l'extrémité de l'échantillon aperçu x 1000
- **Figure V.26**: dureté Vickers échantillon déformé 6 passes route (A) à 115° recuit à 540° pendant 3 heures.
- **Figure V.27**: micrographie d'un lingot extrudé 2 passes en route C d'acier IF aperçu x100 recuit à 540° pendant 48 heures.
- **Figure V.28**: micrographie d'un lingot extrudé 2 passes en route C d'acier IF aperçu x100 recuit à 540° pendant 48 heures.
- **Figure V.29**: micrographie d'un lingot extrudé 2 passes en route C d'acier IF recuit à 540° pendant 48 heures (centre de l'échantillon).
- **Figure V.30**: dureté Vickers échantillon déformé 2 passe route (C) à 115° recuit à 540° pendant 48 heures au centre d'échantillon aperçu x 1000.
- **Figure V.31**: dureté Vickers échantillon déformé 2 passe route (C) à 115° recuit à 540° pendant 48 heures à l'extrémité aperçu x 1000.
- **Figure V.32**: dureté Vickers échantillon déformé 2 passes route (A) à 115° sans recuit au extrimités .
- **Figure V.33**: dureté Vickers échantillon déformé 2 passe route (A) à 115° recuit à 540° pendant 3 heures Au centre.
- **Figure V.34** : dureté Vickers échantillon déformé 2 passe route (A) à 115° recuit à 540° pendant 48 heures Au centre.
- **Figure V.35**: dureté Vickers échantillon déformé 2 passe route (A) à 115° recuit à 540° pendant 48 heures Au extrémités.

- **Figure V.36:** dureté Vickers échantillon déformé 6 passes route (A) à 115° recuit à 540° pendant 3 heures aux extrémités.
- **Figure V.37:** ECAP : dureté Vickers échantillon déformé 6 passes route (A) à 115° recuit à 540° pendant 3 heures aux extrémités.
- **Figure V.38:** ECAP : dureté Vickers échantillon déformé 2 passe route (C) à 115° recuit à 540° pendant 48 heures au centre.
- **Figure V.39:** ECAP : dureté Vickers échantillon déformé 2 passe route (C) à 115° recuit à 540° pendant 48 heures au extrémité.
- **Figure V.40.** variation de la microdureté avec le nombre de passes dans L'aciers IF, 2 passe route (A) à 115° recuit à 540° pendant 48 heures et 2 passe route (C) à 115° recuit à 540° pendant 48 au centre.
- **Figure V.41.** variation de la microdureté avec le nombre de passes dans L'aciers IF, : 2 passe route (A) à 115° recuit à 540° pendant 48 heures et 2 passe route (C) à 115° recuit à 540° pendant 48 heures au extrémités.
- **Figure V.42.** variation de la microdureté avec le nombre de passes dans L'aciers IF, : 2 passe route (A) à 115° recuit à 540° pendant 3 h et 6 passes route (A) à 115° recuit à 540° pendant 3 heures au centre.
- **Figure V.43.** variation de la microdureté avec le nombre de passes d'aciers IF, : 2 passe route (A) à 115° recuit à 540° pendant 3 h et 6 passes route (A) à 115° recuit à 540° pendant 3 heures au centre.
- **Figure V.44.** variation de la microdureté avec le nombre de passes d'aciers IF, : 2 passe route (A) à 115° recuit à 540° pendant 3 h et 2 passes route (A) à 115° recuit à 540° pendant 48 heures au centre.

Symboles:

- ECAP: Equal Channel Angular Pressing.
- ECAE: Equal Channel Angular Extrusion.
- X, Y et Z: les plans X, Y et Z définissent trois plans mutuellement orthogonaux de coupe qui se trouvent perpendiculaires à l'axe longitudinal de l'échantillon pressé
- A,B,C,Ba,Bc: routes d'extrusion.
- L'angle ϕ : l'angle d'intersection entre les deux canaux.
- L'angle Ψ : l'arc de courbure au point d'intersection externe, s'appel aussi l'angle de coin externe de la courbe (zone de déformation) de la filière.
- les plans X, Y et Z : définissent trois plans mutuellement orthogonaux qui se trouvent perpendiculaires à l'axe longitudinal de l'échantillon pressé et parallèle aux deux faces latérales ou sur la face supérieure de l'échantillon au niveau du point de sortie de la filière, respectivement.
- γ : la déformation de cisaillement.
- ε_N : la déformation après N cycles.
- ε_{eq} : La déformation équivalente.
- un petit élément dans l'échantillon, initialement carré avec des dimensions données par $abcd$, se déforme par cisaillement sur le passage à travers la filière dans la configuration donnée par $a'b'c'd'$.
- Γ_i, Γ_0 : zones de déformation.
- (r, θ) : Coordonnées cylindriques.
- v_i ($i = r, \theta, z$): est les composantes du champ de vitesse.
- $|\mathcal{U}_i|$ est le vitesse discontinuité sur la surface d'entrée de la zone de déformation.
- $|\mathcal{U}_0|$ est le vitesse discontinuité de la surface de sortie de la zone de déformation.
- $m\tau_0$: La force de friction sur toutes les surfaces où le matériau est en contact avec la matrice est modélisé.
- τ_0 : est la limite d'élasticité de cisaillement.
- $\dot{\mathcal{E}}_r, \dot{\mathcal{E}}_{\theta\theta}, \dot{\mathcal{E}}_{zz}, \dot{\gamma}_{r\theta}, \dot{\mathcal{E}}_{r\theta}$: sont les composantes de la vitesse de déformation.
- $\bar{\mathcal{E}}$ est le taux de déformation effective.
- $\bar{\mathcal{E}}_{S(i)}$ et $\bar{\mathcal{E}}_{S(O)}$: les déformations sur les entrée et de sortie des surfaces de la zone de déformation.
- $\bar{\mathcal{E}}_d$: La déformation imposée dans la zone de déformation.
- t : est la durée de temps que chaque partie du matériau (selon la r et θ) a été sous déformation.
- S et v est la longueur courbée dans la zone de déformation par rapport à la vitesse et du rayon de matériau dans chacune des régions.
- a : est la largeur du canal d'extrusion.
- l : est la longueur de la partie de l'échantillon hors de la zone de déformation (à l'entrée et à la sortie canal, $l = l_i + l_0$)
- L : est la longueur totale de l'éprouvette.
- $\bar{\sigma}_0$: la limite d'élasticité moyenne.
- $\bar{\tau}$: la résistance au cisaillement moyenne.

- F: la force d'extrusion en kN .
- Aciers IF: interstitial free (aciers sans interstice).
- ULC: Ultra Low Carbon

Remerciement:

En premier, je voudrais remercier ma famille pour tout le soutien apporté pendant ces trois années et jusqu'ici. En second, je remercie tous ceux qui m'ont aidé pour achever cette thèse et que j'ai peut-être oublié de mentionner *ci-dessous.*

Ce travail a été réalisé, sous la direction du Pr Bouasla Abdelaziz , chef département sciences de la matière à l'université Badji Mokhtar Annaba, je remercie Mr Touhami chef de département de métallurgie et de génie des matériaux à l'université Badji Mokhtar Annaba, et le Dr MEBAREK A/MALEK M.C.A. U. d'Annaba ,et président du jury et les membres du jury le Pr. MERABTINE RACHID, EPST d'Annaba, le Pr BENABDESLEM MED ainsi que le Professeur. ZAHZOUH MOUSSA Enseignant au département de métallurgie de l'Université d'Annaba et aussi m^{lle} Sihem ingénieur de laboratoire, pour la préparation des échantillons. Les recuits thermiques de nos échantillons ont été effectués au niveau du laboratoire de notre département, et des et au niveau de l'école Ecole Nationale Supérieure des Mines et Métallurgie d'Annaba ENSMM . Je remercie m^{elle} SOMAYA et l'ingénieur Mr Nadir et le technicien Mr Hicham pour les mesures des microduretés et les images de microscope optique. La caractérisation DRX a été réalisée au centre de recherche nucléaire de Bérine (CRNB) , j'exprime ma profond reconnaissance aux les ingénieurs des recherche Mr.SARI Ali et SALMI noureddine ainsi que le maitre de recherche Mr KADOUMA mourad. Les échantillons utilisés dans ce travail ont été fournis par le C.E.C.M devitaycsuk SEINE.

Introduction générale

Le lien microstructure taille des grains des matériaux cristallins a suscité un intérêt accru de la communauté scientifique cette dernière décade ; en effet la diminution de la taille des grains conduit à l'augmentation de la résistance des matériaux. L'un des mécanismes qui nous permet de diminuer de manière conséquente la taille des grains est appelé déformation plastique sévère (DPS). Un nombre important de méthodes de déformation des métaux et alliages ont été développées ces dernières décennies, nous citons, parmi tant d'autres, le ball milling, l'extrusion coudée à section constante (ECAE) ou l'équal channel angular pressing (ECAP), appellation la plus usitée actuellement par les chercheurs, torsion sous haute pression (HTP) et Accumulated Roll Bonding (ARB). Les échantillons produits par le ball milling sont certes de quelques nanomètres mais sont poreux et de petites dimensions. En ce qui concerne la torsion sous haute pression, Accumulated Roll Bonding et l'extrusion directe la destruction des échantillons est inévitable. L'ECAP est semble-t-il la méthode la plus usitée actuellement par les scientifiques car en plus de la conservation des dimensions des lingots après déformation, le produit obtenu est massif et peut être utilisé à une échelle industrielle. Le but principal de ce travail d'initiation à la recherche est d'étudier les propriétés mécaniques ainsi que les évolutions microstructurales après recuit de recristallisation de toles d'aciers à faible teneur en carbone déformés par ECAP.

Le travail a été divisé en cinq chapitres.

Chapitre I : synthèse bibliographique.

Chapitre II : ECAP PRINCIPE ET DEFORMATION EQUIVALENTE

Chapitre III .Méthode de calcul de la déformation équivalente en EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING (ECAP)

Chapitre IV. Méthodes expérimentales utilisées et techniques d'analyses

Chapitre V. Résultats et discussion

Chapitre I

Synthèse bibliographique.

Le chapitre qui suit a pour objectif principal de donner un aperçu général sur les principales techniques de déformation plastique sévère

De nombreuses techniques sont utilisées pour améliorer les propriétés mécaniques et particulièrement la résistance mécanique des métaux purs et alliages, nous citons par exemple :

- 1- Rajout d'éléments d'alliages.
- 2- Déformation plastique sévère.

La déformation plastique veut dire déformation géométrique des matériaux, plus explicitement dès le mouvement de la première dislocation. Lorsqu'on déforme les métaux et alliages on diminue la taille des grains donc plus le procédé est compétitif plus la taille des grains est petite, on parle alors de grains-fins, si la taille est beaucoup plus petite nous sommes dans le domaine des nanomatériaux

I.1. Procédés de fabrication des grains ultra- fins:

L'augmentation de la limite d'élasticité entraîne la diminution de la taille de la taille des grains en vertu de la loi de Hall-Petch 1954 [1]. La déformation des matériaux entraîne la formation de grains ultra-fins, si leur taille est inférieure à 100 nm on les appelle par, convention, nanomatériaux, cette définition est basée sur une observation microstructurale, en dessous de cette taille le nombre d'atomes dans le joint de grains devient important, dans ce cas la fraction volumique élevée au niveau des joints de grains confère à ceux-ci des propriétés plus élevées que celles des matériaux massifs C.Suryanarayana 1995, S.C Tjong et al 2004 [2,3].une définition plus précise a été proposée par[C.Duhamel 2005 [4]], à partir de la définition de deux grandeurs, physique et structurale (λ et d), la grandeur λ , caractérise la propriété étudiée, la dimension structurale d caractérise la microstructure des matériaux ; si d est supérieure à λ les lois classiques sont appliquées mais si $d \leq \lambda$, les règles classiques ne sont plus valables, on est dans ce cas dans le domaine des nanomatériaux. de nombreux procédés sont actuellement utilisés pour élaborer les nanomatériaux. Les techniques d'élaboration ont été répertoriés et classés par ,The Royal Society and The Royal Academy of Engineering, suivant deux approches appelées top-down et bottom-up **Figure I.1** [5].

La méthode top-down (du haut en bas) une approche « destructive » qui consiste à diminuer la taille des grains par différentes techniques.

Dans la méthode bottom-up (du bas vers le haut) on réalise le processus inverse, la nanostructure est réalisée en partant du niveau moléculaire ou atomique.

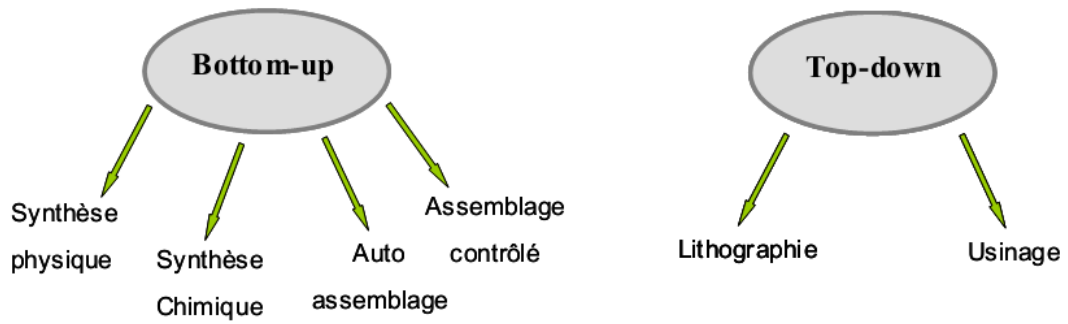


Figure I.1: Utilisation des approches bottom-up et top-down [5]

Les grains nanométriques ne peuvent être étudiés par les microscopes optiques car leur pouvoir de résolution est faible, on utilise pour les observer soit la microscopie à force atomique, ou la microscopie à transmission électronique.

Les micrographies suivantes indiquent ce qu'on peut observer et à la même échelle dans un matériau à gros grains et dans un nanomatériau [5].

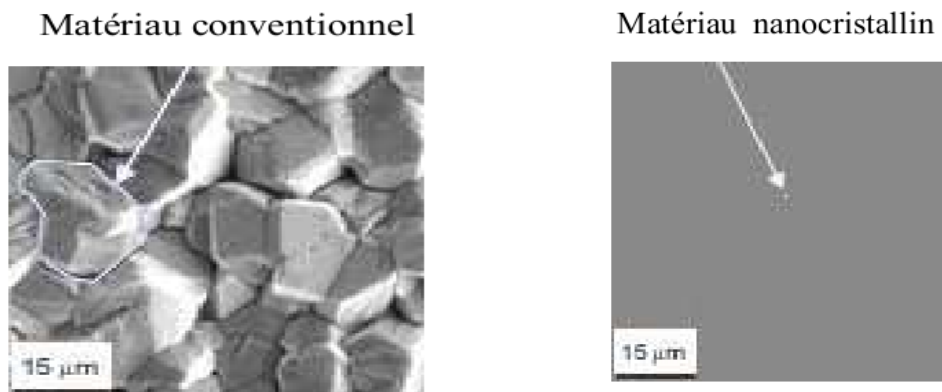


Figure I-2 : Micrographies montrant un matériau conventionnel et un matériau nanocristallin [5].

I.1.2. Nanomatériaux: selon Siegel

Plusieurs classifications des nanomatériaux sont proposées par la communauté scientifique, voir par exemple, les références [2,3] et K. Lu 1996 [6] ; nous présenterons à titre indicatif celle de Siegel 1993[7]. D'après ce dernier, les matériaux nanocristallins se présentent sous forme d'amas ou d'agrégats (clusters), de multicouches, de monocouches superficielles ou incluses ou encore sous forme de matériaux tridimensionnels.

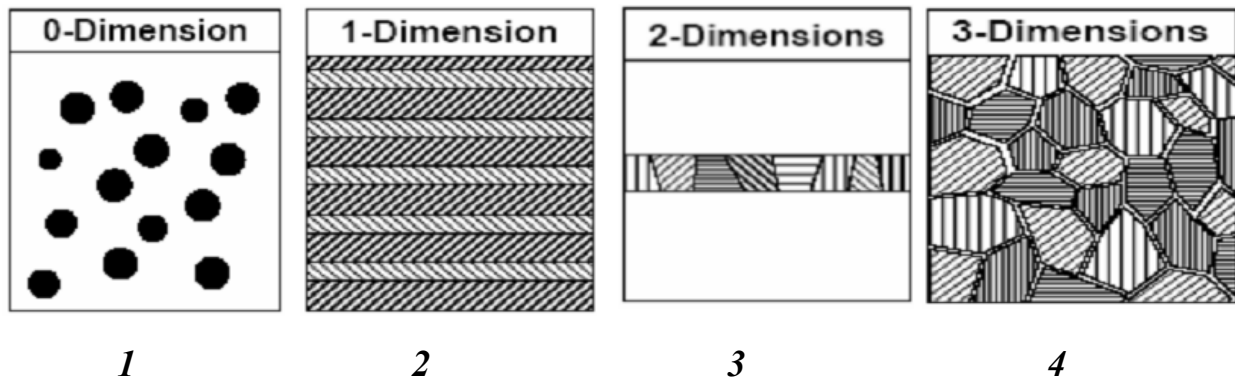


Figure I-3 : Différentes classes de nanomatériaux selon Siegel

- (1) nanoparticules ou amas d'atomes,
- (2) multicouches constituées de couche d'épaisseur nanométrique,
- (3) couches simples nanostructurées,
- (4) matériaux nanocristallins à 3D

Les amas ou clusters d'atomes (dimension 0) sont constitués de particules isolées contenant moins de 10^4 atomes ou molécules dilués dans une matrice solide ou en suspension dans un liquide. L'étude des clusters d'atomes est intéressante si on veut comprendre l'évolution de la matière vers l'état solide. Les matériaux nanocristallins à une dimension (1D) sont constitués d'empilements de couches monocristallines. Les matériaux nanocristallins à deux dimensions (2D) est constitué d'une monocouche polycristalline d'épaisseur nanométrique ou d'empilement de couches monocristallines ou d'alliages homogènes ces types nanomatériaux possèdent des propriétés particulières (magnétorésistance géante). Les matériaux nanostructurés à trois dimensions (3D) sont constitués de grains mono ou polyphasés dont la taille est inférieure ou approximativement de 50 nm, à cause de la taille des grains une fraction importante d'atomes est localisée au niveau des interfaces ce qui confère à ces types de matériaux des propriétés physiques et mécaniques plus intéressantes que celles des matériaux dits massifs.

I.1.3. Structure des nanomatériaux

La microstructure des matériaux à grains fins possède une influence directe sur le procédé qui contribue dans une large part à la transformation. On peut considérer en effet que la structure cristalline d'un nanomatériau est constituée de trois phases : le cœur de grain, le joint de grains et les lignes triples

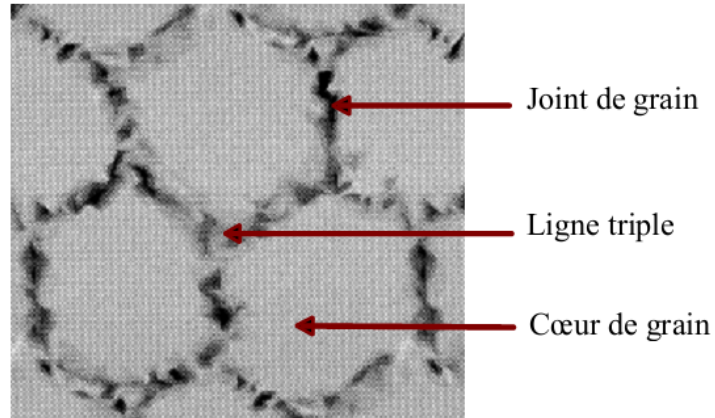


Figure I.4: structure des nanomatériaux [5]

I.1.3. 1. Cœur de grain:

D'après Kumar et al. 2003[8] la structure cristalline du cœur du grain s'étale jusqu'à la limite du joint de grains. Les images hautes résolutions de la figure I-4 obtenues par un microscope à transmission nous indiquent le cœur de grain du nickel nanocristallin.

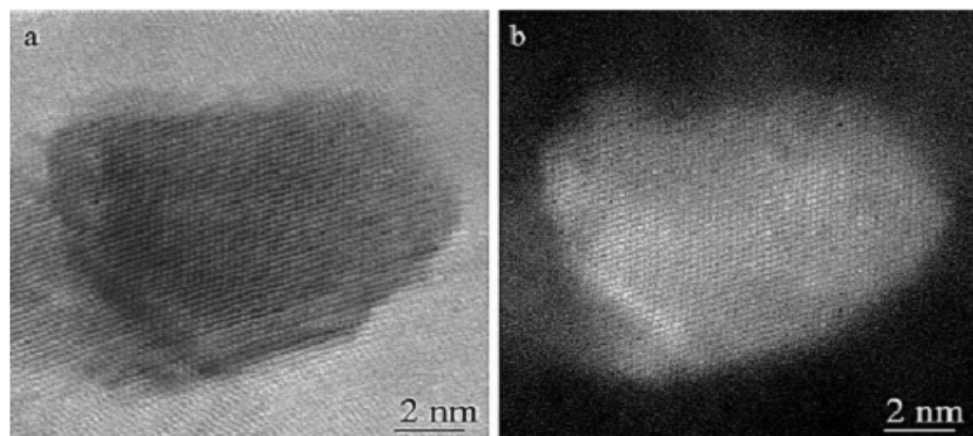


Figure I- 5 : image haute résolution du cœur de grain du nickel nanocristallin (Kumar et al., 2003)

I.1.3. 2. Joints de grains:

La surface de séparation de deux grains ou interface est appelée joint de grains. La région qui sépare deux grains n'est en réalité pas une surface car elle s'étend sur quelques Å.....[9] on parle de volume de formation (le joint étant constitué par le volume de formation et la désorientation). Les propriétés des nanomatériaux dépendent pour une grande part au nombre d'atomes qui se situent à l'intérieur du joint, la fraction volumique d'interface, donnée par Mutschele et Kirchheim (9) est $f_{gb} = \frac{3\Delta}{d}$ où Δ est l'épaisseur moyenne des joints de grains et d la taille moyenne des grains.

I.2. Affinage microstructural

Les précurseurs dans le domaine de la déformation plastique sévère sont Bridgman (1943)[10], et Cohen (1969) [11], leurs travaux réalisés sur des aciers ont permis un affinage important des structures, d'autres réalisés par Gil Sevillano 1980 Valiev 1997 ont montré que des matériaux polycristallins soumis à taux de déformation très élevé possèdent des tailles de grains très réduites par rapport aux matériaux initiaux mais les tailles des grains obtenues sont submicroniques ; par la suite les techniques se sont développées pour atteindre des grains nanométriques, c'est le cas de la mecanosynthèse développée par Gilman et Benjamin 1983 [12] voir thèse N. Boudinar 2010

I.2.1. Techniques de fabrication des grains ultra-fins

Un nombre important de méthodes ont été développées pour réduire d'une manière significative les tailles des grains. Techniques chimiques et thermomécaniques qui englobent les grandes déformations à différentes températures. Un grand nombre de méthodes ont été abandonnées en raison du coût (pour le rajout d'éléments d'alliages) ou la porosité pour d'autres, les techniques les plus utilisées actuellement sont, le ball milling, l'ARB, l'HPT, l'ECAP ou l'ECAE ou la combinaison de deux procédés ex (ball milling ECAP). Parmi ces techniques celle qui est en vogue actuellement et l'ECAP principalement à cause de la simplicité de la fabrication du dispositif.

Nous présenterons dans ce qui suit d'une manière succincte ces procédés d'après la littérature et nous étudierons d'une manière détaillée le procédé appelé ECAP dans le prochain chapitre.

a/ Extrusion coudée à aire égale (ou ECAP : Equal Channel Angular Pressing).

Principe:

La technique d'Equal Channel Angular Pressing a été créée par par V.M.Segal dans les années 1970 pour déformer des matériaux le premier article publié dans ce domaine par ce chercheur est en 1981[13] par la suite les articles produits par ce dernier [14,15] la même année que l'article d'Iwahashi 1995 [16] ont permis à la

communauté scientifique de comprendre les équations liées à cette méthode. Elle connaît actuellement un essor formidable qui se traduit par un nombre considérable de publications l'article revue de Valiev Langdon 2006 [17] décrit d'une manière détaillée le principe de L'ECAP ainsi que ses différentes applications. Les tailles des grains obtenues par le procédé ECAP sont rarement inférieures à 100 nm mais quelques auteurs ont réussi à obtenir des grains de quelques dizaines de nanomètres [18,19]

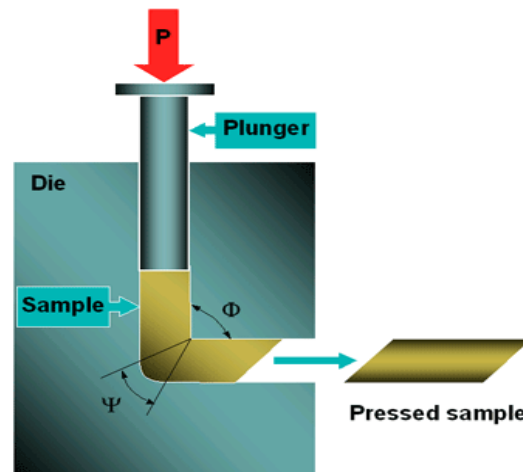


Fig1.6 : Principe de l'Equal Channel Angular Pressing Selon Segal

Le principal succès de cette méthode et la production de matériaux pour l'industrie (ex : automobile). La conservation des dimensions des éprouvettes lors des déformations nous permet d'obtenir un gain important en matériaux tests

L'ECAP, ou l'equal channel angular pressing, consiste à à appliquer un taux de déformation à un matériau de forme carré ou circulaire en l'introduisant dans un canal coudé en exerçant une force par l'intermédiaire d'un piston. Les forces appliquées sont considérables A. Bouasla et al 2008[20], après passage dans le dispositif, les lingots de matière sont éjectés avec pratiquement les mêmes dimensions.

b/Procédé de laminage

Le **laminage** est une technique de déformation plastique sévère des matériaux. Dans cette technique la section des éprouvettes est réduite pendant son passage entre deux cylindres tournant dans des sens opposés (laminoirs) figure .

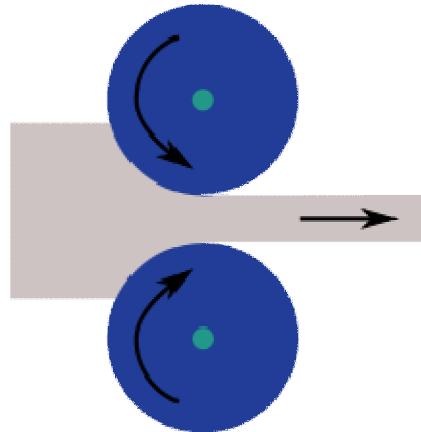


Figure I.7 : Principe du laminage

Les produits métallurgiques obtenus par laminage se classent en deux catégories :

Les produits plats : (tôles)

Les produits longs (barres, fils...)

Le laminage peut être réalisé :

1- A chaud

2- A froid

B.1.Laminoir à chaud

Le laminage à chaud a pour but de mettre en forme le matériau. Son principal avantage est l'amélioration des caractéristiques mécaniques dans le sens de l'étirement. La déformation plastique s'opère dans ce cas à une température supérieure à la température de recristallisation

B.2. Laminage des produits plats

Il y a de nombreux types de laminoirs dans l'industrie sidérurgique nous citerons deux exemples :

Laminoir à plaque pour des produits de quelques mètres de largeur et de longueur et de plusieurs centimètres d'épaisseur

Laminoir dégrossisseur pour la réduction d'épaisseur des pavés d'acier, transforme un produit issu de l'aciérie (la brame, sorte de pavé d'acier de 10 cm à 20 cm d'épaisseur) en bobine de métal enroulée à chaud) ayant une épaisseur de 2 cm.

Après passage dans un four de réchauffage qui porte les brames à plus de 1000 °C, le métal est acheminé sur des rouleaux motorisés. Progressivement, par un passage successif dans différentes cages équipées de cylindres refroidis à l'eau le métal perd en épaisseur et gagne en longueur après passage dans les cylindres les grains écrasés se recristallisent lorsque le laminoir ne comporte que deux cylindres c'est un duo, dans le cas où il comporte trois cylindres c'est un trio. Dans le cas où les cylindres ne tournent pas dans le même sens le laminage est asymétrique

Une cage de laminoir est composée de:

- Un jeu de cylindres de laminage
 - Une paire de cylindres dits 'de travail' entre lesquels le matériau est allongé
 - Une autre paire de cylindres dits 'de soutien' (un cylindre de chaque côté de la paire de cylindres de travail) pour réduire la déformation des cylindres de travail

- En fin de ligne le métal est enroulé sur des bobineuses.

Un laminoir composé d'une seule cage est souvent un **laminoir réversible**.

B.3. Laminage des produits longs

Les billettes issues de la coulée en lingots ou de la coulée continue sont transformées en poutrelles, profilés, rails, barres ou fils.

modèles de laminoirs à chaud les plus évolués présentent des dimensions sans équivalent dans le milieu industriel, la longueur est plusieurs centaines de mètres.

B.4. Laminaires à froid

Laminage à froid ou tiède (la température doit être suffisamment élevée pour conserver une bonne malléabilité) nous permet de modifier les caractéristiques mécaniques d'un métal.

En effet, l'écrouissage local (déformation plastique) augmente la zone de déformation élastique, la limite d'élasticité est repoussée, mais la résistance à la rupture est constante (il s'agit d'une propriété interne du matériau).

Le laminage à froid est généralement réservé aux produits plats (tôles d'acier). Il transforme un produit laminé à chaud en bobine de métal de fine épaisseur (moins de 3mm). Il existe principalement deux types de laminoirs à froid :

Le laminoir mono cage réversible (le plus simple, la bande passe plusieurs fois dans la même cage de laminoir).

Le laminoir à plusieurs cages (de 4 à 6) au travers desquelles la bande passe simultanément.

Le laminage à froid conduit à une augmentation de la compacité, la structure est profondément modifiée, les axes initiaux des grains s'orientent au cours de la déformation dans le sens d'écoulement.

Le laminage est un procédé de déformation plastique sévère qui nous permet d'améliorer la limite d'élasticité des matériaux, ce qui nous conduit à une réduction considérable de la taille des grains. La réduction de la section des produits ne nous permet pas de les utiliser plusieurs fois ce qui limite leurs applications comme c'est le cas de l'extrusion coudée à aire égale.

C/ Procédé de broyage haut énergie

Cette technique de déformation plastique intense appelée aussi Mechanical Alloying introduite par J.Benjamin dans les années 60 (thèse de Sophie Galdeano) permet l'élaboration de matériaux nano structurés. C'est un procédé de synthèse qui permet d'obtenir de grandes quantités de poudres amorphes et nanocristallines. Le principe de broyage, haute énergie consiste à agiter une poudre et des billes placées dans une jarre (Figure). Sous l'effet des chocs les grains de poudres sont alternativement déformés plastiquement, fracturés, ressoudés conduisant à un mélange

de constituants. Les poudres obtenues sont dans un état hors d'équilibre par accumulation d'énergie mécanique et par accélération du processus de diffusion le long des interfaces entre les particules des différents constituants. Lors des chocs successifs entre les différents constituants un problème de contamination pourrait se poser ; pour éviter cela il faudrait que les jarres, et poudres soient constituées de la même matière ce qui est compliqué à réaliser. Initialement limitée aux matériaux métalliques, le broyage haut énergie s'est depuis étendu aux matériaux, semi-conducteurs ^[28], céramiques et plus récemment aux matériaux organiques. Nous exposerons ci-dessous quelques types de broyeurs.

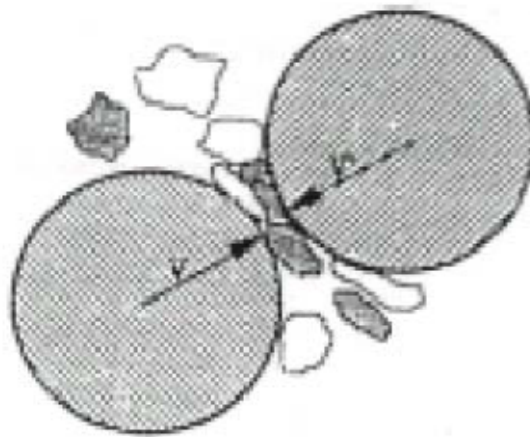


Figure I.8 : Principe de broyage ^[29]

C.1. exemples des types de broyeurs

C.1.1. Les broyeurs de type attriteur

Utilisés pour des applications industrielles pour produire de larges quantités de poudres (0.5 à 40 kg). Récemment ces broyeurs ont connu des développements permettant leur optimisation tant en ce qui concerne l'homogénéisation du produit, que l'efficacité des chocs mécaniques. Leur vitesse est beaucoup plus faible que les broyeurs planétaires et vibrants. Ces broyeurs, efficaces à l'échelle industrielle, sont nettement moins utilisés pour les études de recherche et développement. [30]

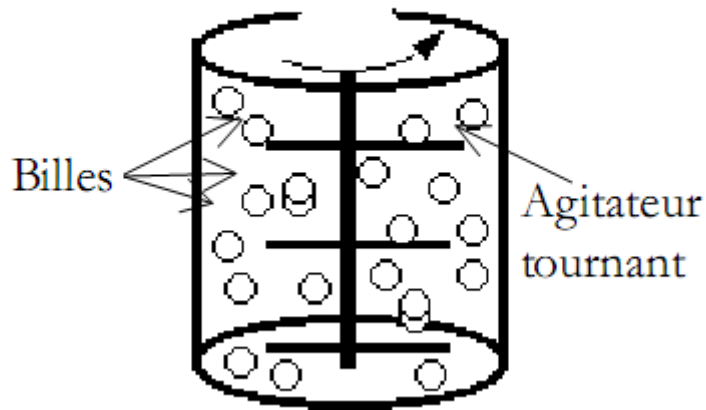


Figure I. 9 : schéma broyeur de type attriteur ^[31]

C.1.2. Les broyeurs à vibrations verticales (Spex 8000)

Ils sont de capacité plus faible (10 cm³) mais présentent l'avantage d'être relativement simple et limités par les performances en termes d'énergie de chocs. Pouvant contenir environ 10-20 grammes de poudre, ce broyeur est couramment utilisé en laboratoire pour produire des alliages, poudres nano structurées, Fabriqué par Spex, le Spex 8000 possède une seule jarre qui contient les billes. Son principe est basé sur un mouvement de vibration à haute fréquence d'un cylindre contenant la poudre à broyer et des billes dans trois directions orthogonales.

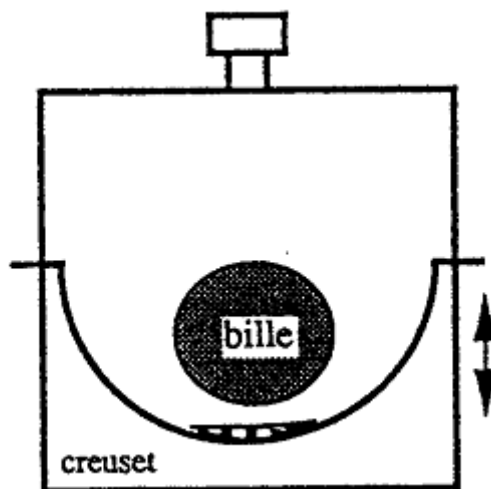


Figure I.10 : Schéma de principe d'un broyeur à vibrations ^[31]

C.1.3. Broyeur planétaire (P7)

C'est un broyeur constitué d'un plateau animé d'un mouvement de rotation sur lequel on dispose deux jarres tournant autour de leur axe dans le sens opposé au mouvement du plateau. Les forces centrifuges résultantes de ces mouvements agissent sur le contenu des jarres en produisant des effets à très haute énergie de chocs, de frottements des billes sur les parois des jarres. Ce procédé particulièrement efficace permet ainsi d'obtenir des poudres à tailles de grains nanométriques.



Figure I.11 : Schéma de principe du broyeur planétaire P7 [30]

L'énergie d'impact des billes lors du broyage dépend des paramètres d'opérations, spécialement de la vitesse de rotation des jarres et du plateau. Les broyeurs planétaires et des broyeurs vibrants verticaux ont connu au cours de ces dernières années des développements importants. Selon le type de broyeur utilisé, certains auteurs ont montré que la taille finale des grains diffère en fonction des paramètres intrinsèques des broyeurs (vitesse, énergie cinétique, fréquence des chocs.). Dans le tableau ci-dessous nous présentons les différentes caractéristiques des différents types de broyeurs.

Le broyage haute énergie met en jeu un grand nombre de variables (vitesse des billes, vitesse des jarres, type de broyeur, temps de broyage, température de broyage...). Si les tailles de grains obtenues par broyage haute énergie sont dans certains cas de quelques nanomètres les produits obtenus ne sont pas exploitables à l'échelle industrielle (petites quantités), après compactage les échantillons produits sont poreux. De plus, la contamination des poudres par les outils et par l'atmosphère de broyage pose un réel problème d'ordre pratique. La contamination par la matière des

jarres et des billes a été observée par microscopie électronique à transmission de très haute résolution au centre d'étude chimique des matériaux (CECM) de Vitry-Sur-Seine sur des poudres Fe,Cr).[30]

D. Torsion sous forte pression (High Pressure Torsion – HPT)

Ce procédé de déformation plastique sévère (Figure I.12) s'est développé d'une manière accrue cette dernière décennie pour étudier les mécanismes d'affinage microstructural dans de nombreux métaux ^[32].

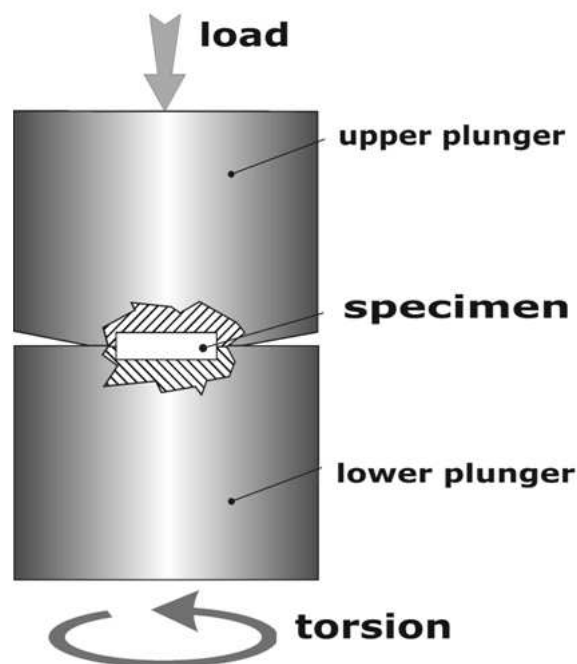


Figure I. 12 : Représentation schématique du procédé de torsion sous pression intense (High Pressure Torsion –HPT).^[33]

Cette technique nous permet de réduire les tailles des grains

l'inconvénient est qu'elle ne nous permet pas une production de matériaux à grande échelle.

Références:

- [1]. I.V. Alexandrov, Y. Zhu, T. Lowe, R.K. Islamgaliev and R.Z. Valiev. Metall. Mater. Trans. 29A, 1998, 2253.
- [2]. Irene J. Beyerlein, László S. Tóth, in press, Prog. in Mat. Sci., 54, 2009.
- [3] Gholinia A., Prangell P.B., Markushev V.M., Acta Mater., 48, 2000, 1115.
1139-1144.
- [4]. J. Y. Huang, Y. T. Zhu, H. Jiang and T. C. Lowe, Acta Mater., 49, 2001, 1497.
- [5]. M.Y.Huh, J.P.Lee, J.C.Lee, J.W.Park, Y.H.Chung, Mater. Sci. Forum, 396, 2002, 447.
- [6].X.D. LIU, F.H. YUAN, K. LU, W.D. WEI
Microstructure and mechanical property of nanocrystalline NiZr₂ intermetallic compound *Journal of Materials Science Technology*, **12** (1996) 409-412.
- [7]. Segal, V.M. (1995) Materials processing by simple shear.; Pages 157-164
- [8]. Kumar, A. et al., Eds., MRS, Warrendale, 2003, p. Y4.3.1.
- [9]. T. Mutschele and R. Kirchheim: Scr. Metall. 21 (1987) 1101–1104
- [10]. Bridgman, P.W. (1943). The stress distribution at the neck of a tension specimen
- [11]. M. S. COHEN and K. J. HARTE: Journ. Appl. Phys., 40, 3597 (1969).
- [12]. Gilman, and J S Benjamin. Annual Review of Materials Science Vol. 13 (1983) : 279 -300.
- [13]. R.Z. Valiev, T.G. Langdon, Prog. Mater. Sci. 51, 2006, 881-981.
- [14] . Zhu Y. T., Lowe T. C, Mat. Sci. Eng., A291, 2000, 46.
- [15] – Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji, T. Saikai, Acta Mater. 1999, 47, 579.
- [16] – Y Iwahashi, Z Horita. A197(2):157-164
- [17] R.Z. Valiev, T.G. Langdon, Prog. Mater. Sci. 51, 2006, 881-981.
- [20]- A. Bouasla,; R. Merabttine,; S. Guérin and; J. P. Chevalier. Engineering material Volume 10, Issue 8, pages 731–736, August, 2008
- [22] – V.M. Segal, V.I. Reznikov, A.E. Drobyshevskij, V.I. Kopylov, Metally 1981, 1, 115.

- [23] – R.Z. Valiev, A.V. Korznikov, R.R. Mulyukov, Mater. Sci. Eng. 1993, A168, 141.
- [24] – R.Z. Valiev, N.A. Krasilnikov, N.K. Tsenev, Mater. Sci. Eng. 1991, A137, 35.
- [25] – J. Richert, M. Richert, Aluminium 1986, 62, 604.
- [26] – M. Richert, H.P. Stüwe, M.J. Zehetbauer, J. Richert, R. Pippan, C. Motz, E. Schafner, Mater. Sci. Eng. 2003, A355, 180.
- [27] – Y. Beygelzimer, D. Orlov, V. Varyukhin, TMS Annual Meeting, 2002.
- [28] – D.V. Orlov, V.V. Stolyarov, H.S. Salimgareyev, E.P. Soshnikova, A.V. Reshetov, Y.Y. Beygelziraer, S.G. Synkov, V.N. Varyukhin, Ultra Grained Mater. III 2004.
- [29] – V.A. Zhorin, D.P. Shashkin, N.S. Yenikoponyan, DAN SSR 1984, 278, 144.
- [30] – A. Vorhauer, R. Pippan, Scripta Mater. 2004, 51, 921.
- [31] – V.M. Segal, V.I. Reznikov, V.I. Kopylov, D.A. Pavlik, V.F. Malyshev, Proc. of Plastic Transformation of Metals, Minsk, Navuka i Teknika, 1984, 295.
- [32] – N.H. Ahmadeev, R.Z. Valiev, V.I. Kopylov, R.R. Mulyukov, Russian Metally 1992, 5, 96.
- [33] – R.Z. Valiev, T.G. Langdon, Prog. Mater. Sci. 2006, 51 (7), 881.

Chapitre II

ECAP PRINCIPE ET DEFORMATION EQUIVALENTE

Procédé d'Equal Channel Angular Pressing (ECAP)

II.1.Principe d'ECAP

Comme nous l'avons expliqué au chapitre précédent, le procédé d'Equal Channel Angular Pressing (ECAP) figure II.1 développé par Segal a reçu ces dernières années un grand intérêt de la part de la communauté scientifique, à cause de son intérêt technologique. La simplicité du dispositif permet d'obtenir des grands taux de déformations sans changement des dimensions du matériau. La déformation par ECAP est obtenue en faisant passer une éprouvette de section carrée ou circulaire dans une filière coudée.

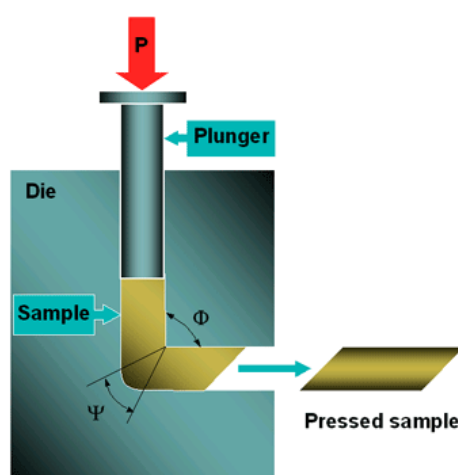


Figure II. 1 : Principe d'ECAP d'après Segal [1]

La géométrie du dispositif est telle qu'il se produit une déformation plastique par simple cisaillement quand l'éprouvette passe à travers le coude. Une déformation élevée peut être obtenue en multipliant les passages de l'éprouvette dans le coude. Le principal intérêt de l'ECAP est la possibilité d'appliquer un taux de déformation théoriquement infini à un lingot de matière à l'état solide sans en diminuer la section, ceci permet donc d'effectuer une caractérisation microstructurale et mécanique assez complète sur les matériaux hyper déformés.

II.2. Description des différents procédés d'ECAP

Les procédés d'ECAP sont classés en trois catégories:

1. Procédé d'extrusion sans rayon de courbure extérieur et intérieur Figure 3 (a)
2. Dispositif avec rayon de courbure extérieur Figure 3 (b)
3. Dispositif avec rayon de courbure intérieur et extérieur Figure 3 (c).

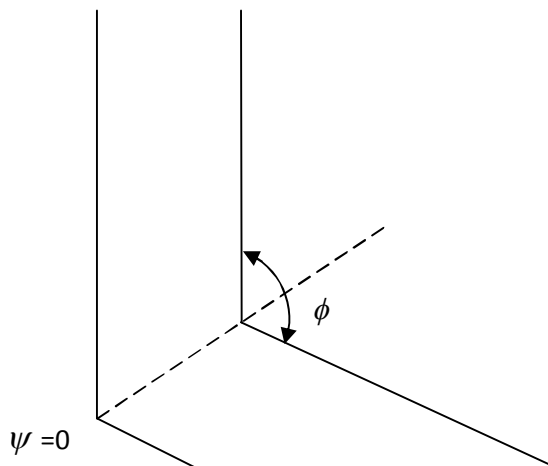


Fig. 3a

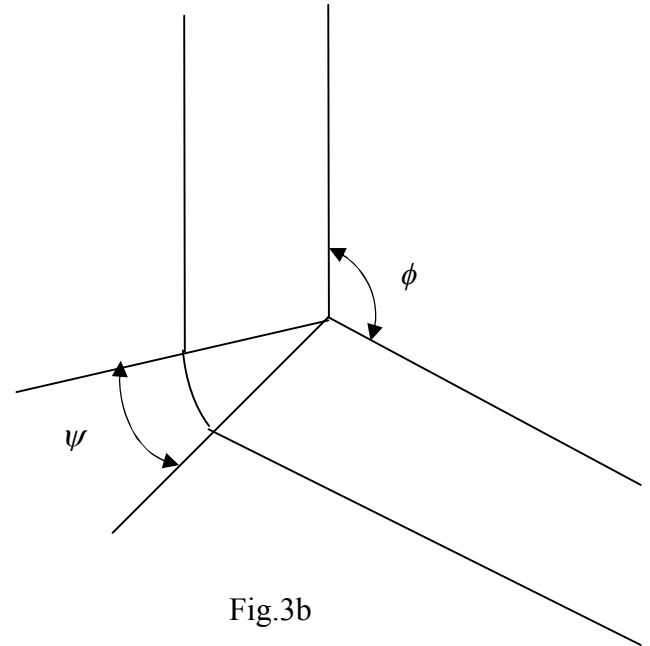


Fig.3b

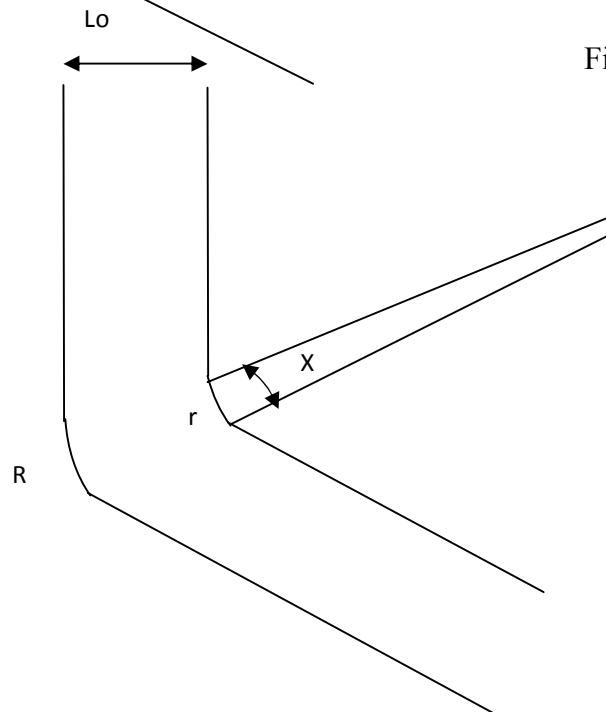


Fig. 3c

Figure. II.2 : Schéma de principe des différents procédés D'ECAP

L'analyse théorique accomplie par ^[3] a permis de déterminer la déformation de cisaillement dans le cas de la Figure 3 (a).

$$\gamma = 2 \cot \frac{\phi}{2} \quad (1)$$

L'équation (2) obtenue par Iwahashi et al ^[4], utilisant la géométrie de la Figure I.8 (b) est plus générale que l'équation (1)

$$\gamma = 2 \cot \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \operatorname{cosec} \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \quad (2)$$

Une autre configuration est proposée par Perez ^[2] Figure I.8 (c). En utilisant les mêmes conditions et notations que (Iwahashi). L'analyse de ^[2] a donné les équations (3) et (4).

$$\tan \left(\frac{x}{2} \right) = \frac{1}{2} \frac{(R - r) \sin(\phi)}{L_0 + (R - r) \cos^2 \left(\frac{\phi}{2} \right)} \quad (3)$$

$$\gamma = 2 \cot \left(\frac{\phi}{2} + \frac{x}{2} \right) + (\pi - \phi) \frac{\sin \frac{x}{2}}{\cos \frac{x}{2} \sin \left(\frac{\phi}{2} + \frac{x}{2} \right)} \quad (4)$$

L'équation .3 nous donne l'angle x, l'équation. 4 donne la déformation de cisaillement γ pour différentes configurations du coude, R, r, L₀ et Φ sont les variables du dispositif.

Les déformations équivalentes correspondantes sont respectivement égales à:

$$\varepsilon_{eq1} = \frac{\gamma_1}{\sqrt{3}} = 2 \cot \frac{\phi}{2} \frac{1}{\sqrt{3}} \quad (5)$$

$$\varepsilon_{eq2} = \frac{1}{\sqrt{3}} \left(2 \cot \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \operatorname{cosec} \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right) \quad (6)$$

$$\varepsilon_{eq3} = \frac{1}{\sqrt{3}} \left(2 \cot \left(\frac{\phi}{2} + \frac{x}{2} \right) + (\pi - \phi) \frac{\sin \frac{x}{2}}{\cos \frac{x}{2} \sin \left(\frac{\phi}{2} + \frac{x}{2} \right)} \right) \quad (7)$$

Les déformations s'accumulent après chaque passage dans l'extrudeuse, par conséquent la déformation équivalente obtenue après N cycles est:

$$\varepsilon_{eq_{totale}} = N\varepsilon_{eq} \quad (8)$$

Une autre expression de la déformation équivalente a été calculée par ^[5]

$$\varepsilon_{eq} = \frac{2}{\sqrt{3}} \cot\left(\frac{\phi + \psi}{2}\right) + \frac{\psi}{\sqrt{3}} \quad (9)$$

La déformation peut être donc estimée à partir du nombre de passages de l'éprouvette et des angles de l'extrudeuse ϕ, ψ et x

II.3. Facteurs expérimentaux influençant l'ECAP

La déformation induite par l'ECAP est influencée par l'angle entre les canaux, ϕ l'angle du coude, ψ la courbure intérieure; en fonction des équations développées par ^[2,6,7,8], ainsi que la vitesse et la température d'extrusion. Le taux de déformation équivalent est égal à 1.15 pour $\phi = 90^\circ$ et $\psi = 0^\circ$ et $x = 0^\circ$. Par conséquent avec cette géométrie, chaque passe par ECAP administre au lingot une déformation considérable.

II.4. Influence de l'angle entre les canaux, ϕ

De nombreuses études sur l'influence de l'angle entre les canaux sur la déformation, ainsi que sur la distribution des contraintes ont été réalisées par différents auteurs; travaux expérimentaux par ^[9, 10], modélisation et théorie des éléments finis par ^[10, 11]. Ces études faites pour une gamme d'angles, couplées aux équations théoriques ont montré que l'angle intérieur de l'extrudeuse contribue pour une grande part au taux de déformation équivalent, ainsi qu'à la distribution des contraintes. En ECAP la déformation imposée aux échantillons croît lorsque l'angle ϕ diminue, il est parfois avantageux de construire des extrudeuses avec des angles inférieurs à 90° ^[12]. Des microstructures fines avec des tailles de grains de grains de $1.1 \mu\text{m}$ ont été obtenus sur de l'aluminium pur par ^[13]. L'inconvénient dans ce type

d'extrudeuse, est que cela nécessite des grandes pressions pour éviter le craquage. Finalement, il est raisonnable de conclure que la configuration optimale pour les dispositifs d'extrusion est obtenue pour un angle intérieur de 90°.

II.5. Influence de l'angle extérieur, ψ

L'influence de l'angle extérieur sur la déformation a été aussi largement abordé par différents auteurs notamment ^[14,15] par des études expérimentales, théorie des éléments finis par ^[11,14] et modélisation par ^[16,17,18]. Cependant, la majorité de ces travaux se sont limité à l'influence de deux angles uniquement. Plus récemment encore les travaux de ^[19] réalisés sur une large gamme d'angles de coude (0, 22, 60 et 90°), montrent que les valeurs de dureté décroissent graduellement lorsque la valeur de l'angle extérieur augmente. Les travaux ont aussi montré que l'angle de coude joue un grand rôle dans l'inhomogénéité de la distribution de contraintes, cependant elle est moins marquée pour les angles (0° et 22°). L'écoulement ainsi que l'homogénéité de la distribution des contraintes et possible pour ces angles, on doit donc tenir compte de ce paramètre dans la procédure de construction des dispositifs d'ECAP.

II.6. Influence de l'angle de la courbure intérieure, x

Nonobstant, les équations de ^[2] aucun travail expérimental n'a été réalisé avec cette configuration à courbure intérieure; cela est du probablement à la difficulté de réaliser un dispositif d'extrusion présentant des courbures aux points d'intersection intérieur et extérieur de l'extrudeuse par conséquent, nous ne pouvons faire une approche expérimentale précise sur la contribution de l'angle, x à la déformation mécanique.

II.7. Influence de la vitesse d'extrusion

L'ECAP est habituellement conduite à l'aide de grandes pressions avec des vitesses relativement élevées, typiquement, les vitesses de pression sont dans la gamme de $1-20\text{mms}^{-1}$ néanmoins, la construction des dispositifs, pour l'usage dans des machines d'essai mécaniques conventionnelles, fournit les possibilités d'élargir la gamme des vitesses d'extrusion ou de pression. La première étude expérimentale détaillée sur la vitesse d'extrusion a été réalisée sur un alliage [Al-1%Mg] ^[20] avec une gamme de vitesses variant entre 10^{-2} à 10mm s^{-1} . Ces études ont montré que la gamme de vitesse d'extrusion choisie contribue peu à l'affinement de la taille des grains [VALIEV 2006] qui trace la limite d'élasticité en fonction de la vitesse d'extrusion, ce graphe nous indique que c'est le nombre de passes qui influe sur la limite d'élasticité et par conséquent sur la taille des grains. Une conclusion similaire est faite après extrusion de l'aluminium pur avec une gamme de vitesses de 0.18 à 18mms^{-1} , on constate, par contre un échauffement brutal des échantillons pour les grandes vitesses. Une autre étude faite par ^[21] pour le même type d'alliage pour des vitesses lentes, entre (1 et 5 mm/min), montre par contre que la vitesse d'extrusion influence sensiblement la formation des grains.

II.8. Influence de la température d'extrusion

La température d'extrusion est un facteur clé en ECAP pour la simple raison qu'on peut la contrôler facilement. Les premiers détails sur l'influence de la température sur le comportement mécanique et par conséquent sur l'évolution microstructurale ont été réalisées par ^[22] dans l'Al pur, Al-Mg3% et Al Mg3%-0.2% Sc pour des températures qui varient de la température ambiante jusqu'à 573°K . Les résultats expérimentaux révèlent deux faits importants.

- ✚ La taille des grains augmente avec l'augmentation de la température pour les trois types de matériaux (VALIEV 2006).
- ✚ La fraction des grains à faible angle de désorientation augmente avec l'augmentation de la température.

La tendance de la formation de gros grains aux hautes températures est confirmée par des travaux ultérieurs, notamment par ^[23,24]. Une autre analyse de ^[23, 24, 25,26] confirme la formation de grains à grands angles de désorientation aux faibles températures.

Nous pouvons finalement confirmer d'après les travaux réalisés précédemment que pour obtenir un affinage de grains raisonnable il faut travailler à basse température, notamment à la température ambiante avec des forces d'extrusion raisonnables pour éviter le craquage des lingots.

II.9. Influence des chemins de déformation ou routes de déformation

En ECAP l'éprouvette peut être réinjectée un grand nombre de fois dans le dispositif est obtenu ainsi un grand taux de déformation Segal [1999a, b] [21]. La façon de réintroduire le lingot dans la filière est appelée route ou chemin de déformation. Bien qu'on peut théoriquement définir de nombreuses routes pour des raisons pratiques quatre routes fondamentales sont exploitées par les chercheurs. Les plans de cisaillement varient en fonction du chemin de déformation [22].

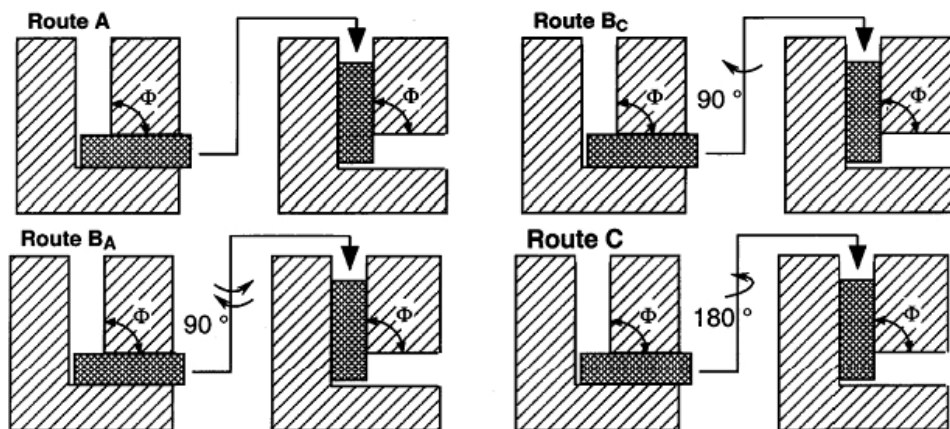


Figure II.3 : Schéma de principe des 4 routes de déformation par ECAP [35].

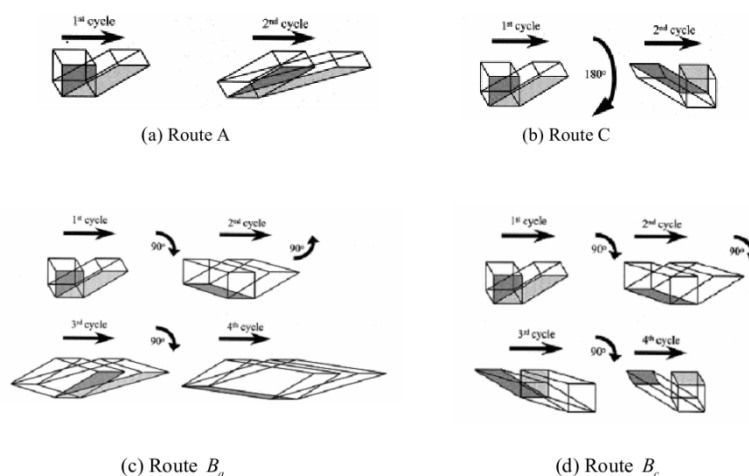


Figure II.4: Schémas d'illustration du cisaillement après différents passes en chaque route d'ECAP [3].

II.10. Affinement de Grain par ECAP:

Iwahashi le premier à faire une recherche détaillée et sur l'évolution de la microstructure pendant l'ECAP [7]. Des rapports antérieurs ont décrit l'utilisation de l'ECAP et la stabilité des grains ultra-fins produits en Al-Mg [11-12] et des alliages Al-Mg-Li-Zr [13]. Iwahashi et al. mené des expériences détaillées sur Al pur (99,99%) afin d'étudier l'évolution des tailles au cours de l' ECAP pour les itinéraires A et C.

Il a été démontré [7] que Al pur avec une taille de grain initiale de $\sim 1,0$ mm peut obtenir des structures de grain à l'échelle du micromètre ($\sim 4 \mu\text{m}$) après un seul passage à travers la filière avec une déformation introduite de $\sim 1,05$. La microstructure après le premier passage est constituée de bandes de sous-grains allongés.

La réduction importante initiale de la taille des grains est obtenue après le premier passage à travers la filière parce que les grains originaux se décomposent en bandes de sous grains. Ces sous-frontières évoluent, donnant finalement une microstructure équiaxe.

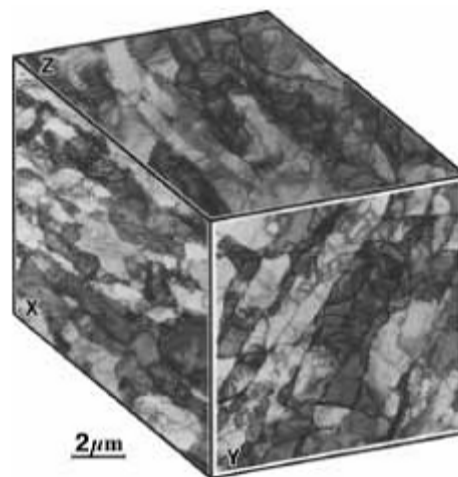


Figure II.5: Structure de grains après une passe [5] (X, Y et Z représentent les normaux plans systèmes de coordonnées est le même que sur la figure 2.3).

Pour comprendre la nature d'affinement des grains aux déformation associée à l' ECAP, et en particulier l'influence de la route de traitement, il est nécessaire d'étudier les processus des plans de cisaillement qui se développent dans chaque éprouvette lors des passages répétitifs à travers la filière. Ces modèles sont illustrés schématiquement, sous la forme des directions dominantes de cisaillement, pour les routes A, B et C. Il ressort que les motifs de cisaillement sont significativement différents entre les trois routes séparées Figure II.6.

Dans la route Bc, les deux directions de cisaillement se situent sur des plans qui se coupent à 120° . En revanche, la route A comporte deux plans de cisaillement qui se croisent à 90° et la route C répétés les plans de cisaillement se répétés.

Il est démontré que la dans une étude antérieure [7], que la route C est préférable pour la route A dans des grains à grandes d'angles.

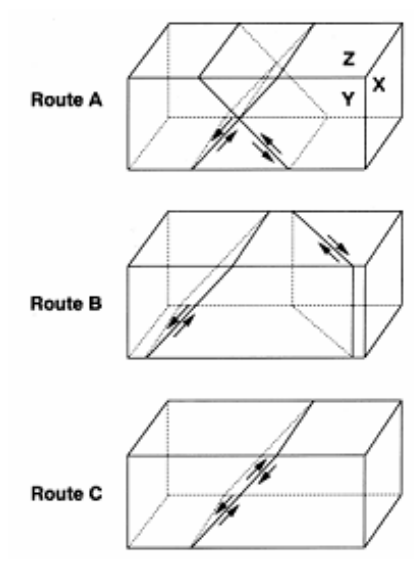


Figure II.6: Modèles de cisaillement associés à ECAP par les routes A, B et C, respectivement [5].

REFERENCES:

- [1] Segal V.M.: Patent of the USSR, No 575892, (1977),
- [2] Nadai A., Theory of Flow and Fracture . Mc-Graw-Hill.New York: (1950)
- [3] Segal V.M., Reznikov V.I., Drobyshevskiy A.E., Kopylov V.I.: Russian Metallurgy(engl Transl), (1981), 1, pp. 115.
- [4] Segal V.M.: Materials Science and Engineering A, (1995), 197, pp. 157-164.
- [5] Iwahashi Y., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G.: Acta Materialia, (1998), 46 , pp. 3317-3331.
- [6] Langdon T.G., Furukawa M., Iwahashi Y., Horita Z., Nemoto M.: Materials Science and Engineering A, (1998), 257, pp. 328-332.
- [7] Iwahashi Y., Horita Z., Nemoto M., Langdon T.G.: Acta Materialia, (1997), 45 , pp. 4733-4741.
- [8] Ferrasse S., Hartwig T., Goforth R.E., Segal V.M.: Metallurgical and Materials Transactions A, (1997), 28A , pp. 1047-1057.
- [9] Semiatin S.L., Delo D.P., Shell E.B.: Acta Materialia, (2000), 48 ,pp. 1841-1851.
- [10] Srinivasan R.: Scripta Materialia, (2001), 44 , pp. 91-96.
- [11] Wang J., Iwahashi Y., Horita Z., Furukawa M., Nemoto M., Valiev R.Z., Langdon T.G.: Acta Materialia, (1996), 44, pp. 2973-2982.
- [12] Furukawa M., Horita Z., Nemoto M., Valiev R.Z., Langdon T.G.: Acta Materialia, (1996), 44 , pp. 4619-4629.
- [13] Berbon P., Furukawa M., Horita Z., Nemoto M., Tsenev N.K., Valiev R.Z., Langdon T.G.: Materials Science Forum, vol 217-222, no 2, (1996), pp. 1013-1018.
- [14] Hansen N., Horsewell A., Leffers T., Lilholt H.: 2nd Riso International Symposium on Metallurgy and Materials Science, (1981), pp. 137.
- [21] Bay B., Hansen N., in: Hansen N., Juul Jensen D., Leffers T., Ralph B. (Eds), Annealing Processes, Risø National Laboratory, Roskilde, Denmark, (1986), pp. 215.

Chapitre III

Calcul de la déformation équivalente

III.Méthode de calcul de la déformation équivalente en ECAP (EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING) proposé par différents auteurs:

III. 1.méthode D'IWASHI, Segal

La méthode d'IWASHI et al est illustrée schématiquement sur la Fig III. 1, où les deux canaux de sections, transversales, égales, de croisent en un angle, ϕ . La pression peut être effectuée en utilisant une configuration carrée comme dans la figure. 1 (a) ou avec une courbure au niveau du point externe de contact entre les deux canaux comme sur les figures 1 (b) et (c). la définition de (Ψ) est l'angle par lequel on définit une courbure extérieure, les figures 1 (a) et (b) correspond une condition au limites de $\Psi = 0$ et $\Psi = \pi - \phi$, respectivement, et la Fig. 1 (c) et à une situation intermédiaire où Ψ se situe à un angle arbitraire entre $\Psi = 0$ et $\Psi = \pi - \phi$.

Dans la Fig. 1 (a) où $\Psi=0$, un petit élément dans l'échantillon, initialement carré ayant des dimensions données $abcd$, se déforme par cisaillement après passage à travers la filière dans la configuration donnée par $a'b'c'd'$. En utilisant la notation sur la figure. 1 (a), il en résulte que la déformation de cisaillement, γ , est donnée par $a'q/qd$, où $qd'=ad$ et $ab'=dc'=a'p=pq=adcot(\phi/2)$ de sorte que $a'q=2cot(\phi/2)$. Par conséquent, pour l'état où $\Psi=0$,

$$\gamma = 2 \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2}\right) \quad (1)$$

Dans la Fig. 1 (b) où $\Psi=\pi - \phi$, la déformation de cisaillement est donnée par $\gamma = rc'/rb$, où $rb' = da = (oa - od)$ et $ab' = dc' = oa \cdot \Psi = (rc' + od \cdot \Psi)$ de sorte que $rc' = (oa - od) \cdot \Psi$. Par conséquent, pour cette condition,

$$\gamma = \Psi \quad (2)$$

Enfin, la Fig. 1 (c) où Ψ représente une situation intermédiaire, la déformation de cisaillement est $\gamma = a'u/d'u$ où $d'u = ad$ et $a'u$ peuvent être obtenus à partir des relations $a'u = (a't + tu) = (rc' + as)$, $as = adcot(\phi/2 + \Psi/2)$, $ab' = dc' = (as + os \cdot \Psi) = rc' + od \cdot \Psi$ et $(os - od) = ad \cdot cosec(\phi/2 + \Psi/2)$, de sorte que $a'u = 2adcot(\phi/2 + \Psi/2) + ad \cdot \Psi \cdot cosec(\phi/2 + \Psi/2)$. Par conséquent, la déformation de cisaillement pour cet état intermédiaire est donnée par:

$$\gamma = 2 \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) + \Psi \cdot cosec\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\Psi}{2}\right) \quad (3)$$

L'équation (3) se réduit à l'équation (1), lorsque $\Psi=0$ et l'équation (2) lorsque

$$\Psi = \pi - \phi.$$

La déformation équivalente, ε_{eq} , est représenté par:

$$\varepsilon_{eq} = \left[\frac{2 \left[\varepsilon_x^2 + \varepsilon_y^2 + \varepsilon_z^2 + \frac{\gamma_{xy}^2 + \gamma_{xy}^2 + \gamma_{xy}^2}{2} \right]}{3} \right]^{1/2} \quad (4)$$

de sorte que la déformation, ε , après le 1er cycle est:

$$\varepsilon = \left[\frac{2 \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + \psi \cdot \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)}{\sqrt{3}} \right] \quad (5)$$

Puisque le même déformation est accumulée dans chaque passage à travers la filière, la déformation après N cycles, ε_N , est donc donnée par:

$$\varepsilon_N = N \left[\frac{2 \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + \psi \cdot \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)}{\sqrt{3}} \right] \quad (6)$$

Ainsi, la déformation peut être estimée à partir de l'équation (6) pour toutes les conditions de compression à condition que les angles ϕ et Ψ soient connus.

Fig a:

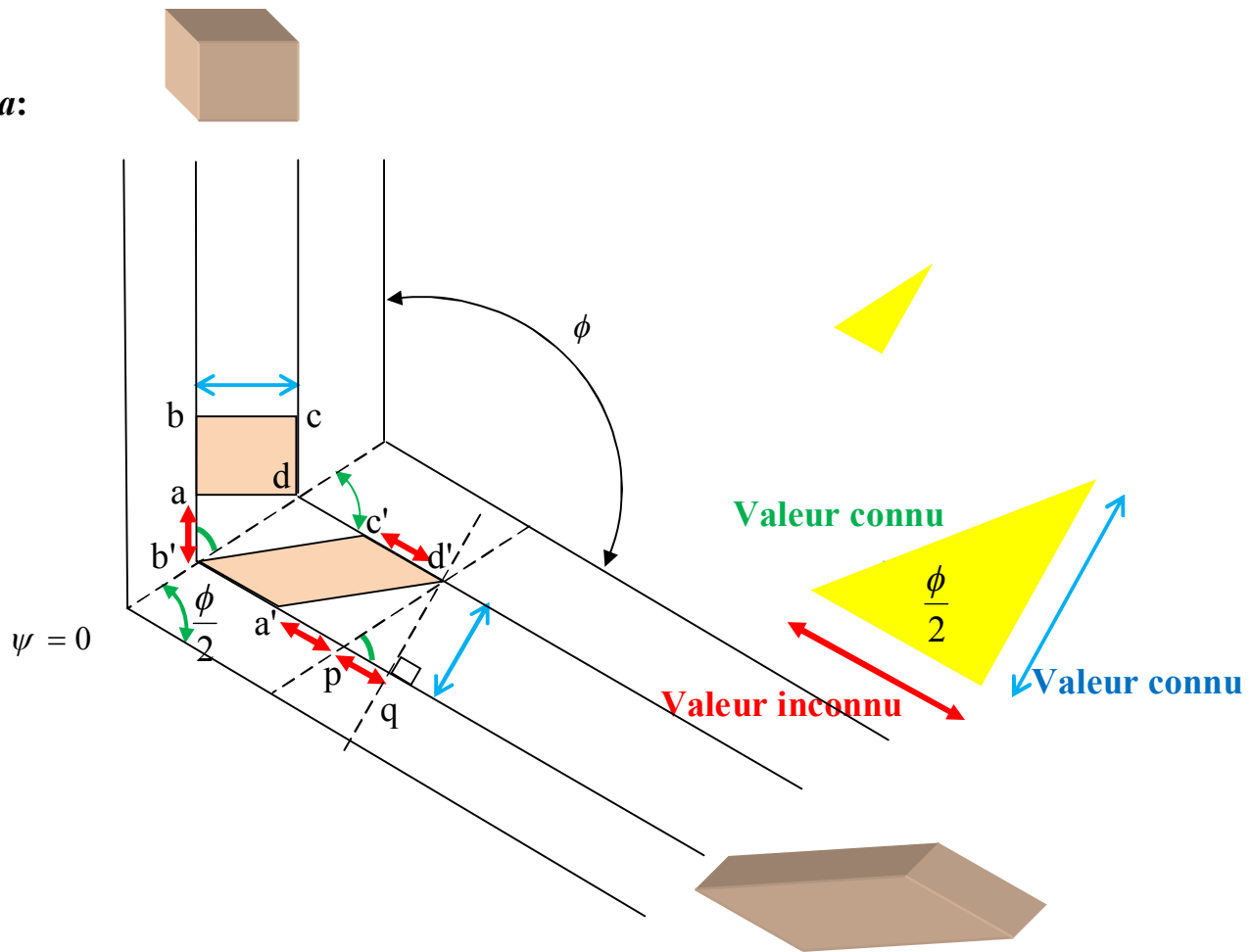


Fig b:

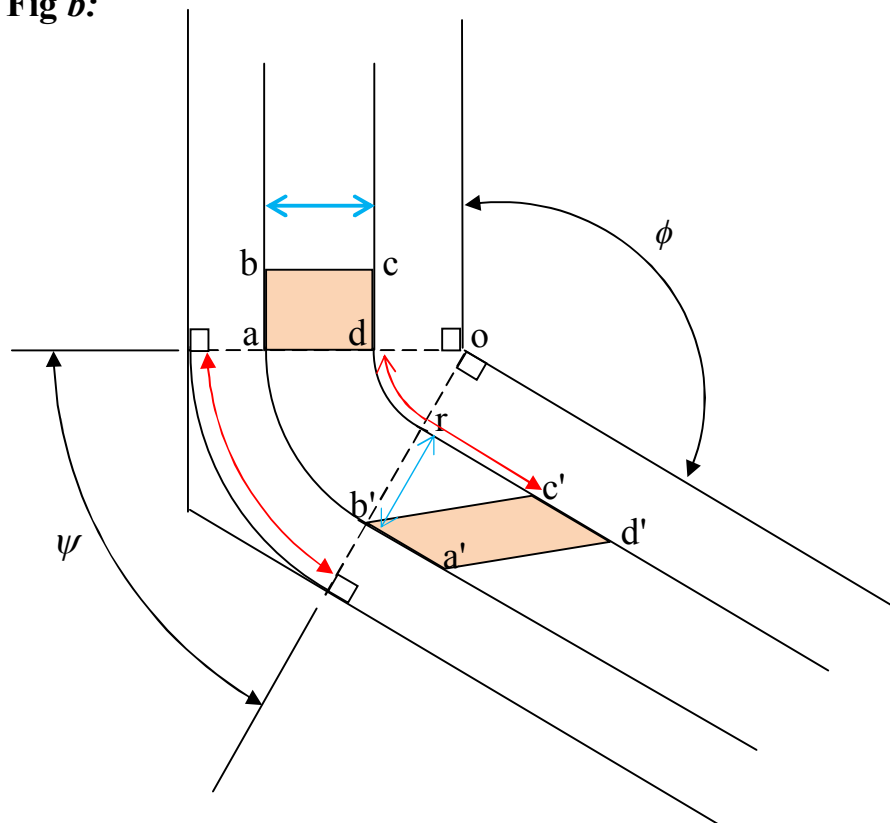


Fig c:

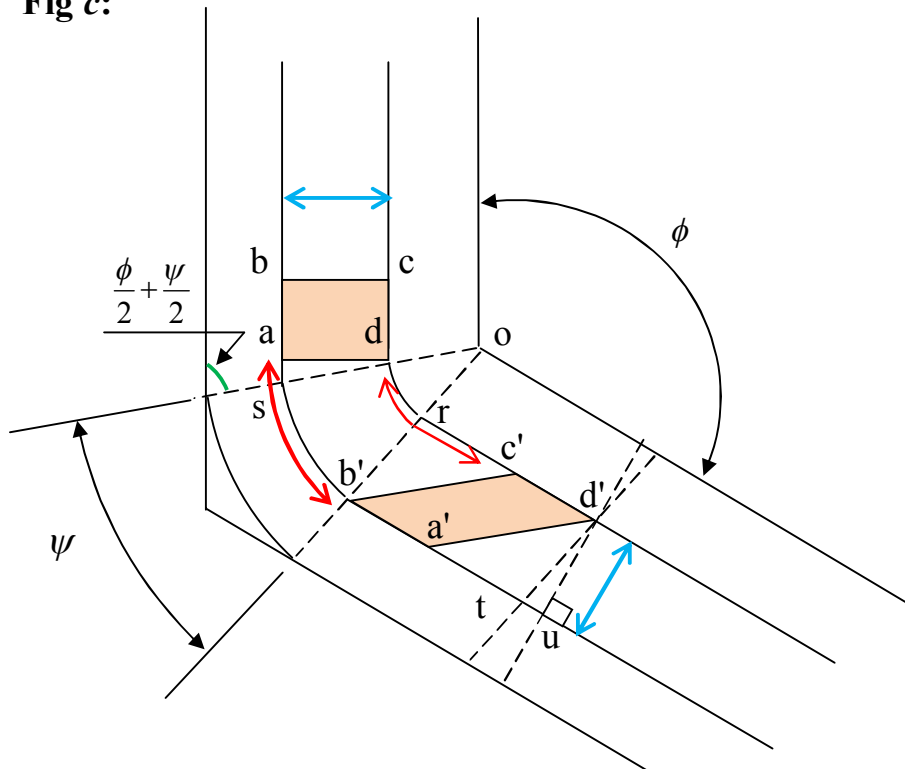


Figure III.1. Principe de ECAP (equal-channel angular pressing) où ϕ est l'angle d'intersection des deux canaux et Ψ est l'angle sous-tendu par l'arc de courbure au point d'intersection : (a) $\Psi = 0$, (b) $\Psi = \pi - \phi$, (c) Ψ liée entre $\Psi = 0$ et $\Psi = \pi - \phi$

$$\psi = 0$$

$$a'b'c'd'$$

$$\gamma = \frac{a'q}{qd'}$$

$$qd' = ad$$

$$ab' = dc' = a'p = pq$$

$$\sin\left(\frac{\phi}{2}\right) = \frac{qd'}{pd'}$$

$$qd' = \sin\left(\frac{\phi}{2}\right) \cdot pd'$$

$$\Rightarrow pd' = \frac{qd'}{\sin\left(\frac{\phi}{2}\right)} = qd' \cdot \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2}\right)$$

$$pd' = qd' \cdot \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2}\right)$$

$$\cos\left(\frac{\phi}{2}\right) = \frac{pq}{pd'}$$

$$\begin{aligned}
pq &= pd' \cdot \cos\left(\frac{\phi}{2}\right) \\
&= ad \cdot \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2}\right) \cdot \cos\left(\frac{\phi}{2}\right) \\
&= ad \cdot \frac{\cos\left(\frac{\phi}{2}\right)}{\sin\left(\frac{\phi}{2}\right)} \\
&= ad \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2}\right) \\
a'q &= a'p + pq \\
\text{avec : } a'p &= pq = ad \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2}\right) \\
a'q &= ad \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2}\right) \\
a'q &= 2ad \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2}\right) + ad \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2}\right) \\
a'q &= 2ad \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2}\right) \\
\gamma &= \frac{2ad \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2}\right)}{ad} = 2 \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2}\right) \\
\gamma &= 2 \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2}\right) \tag{1}
\end{aligned}$$

Cas 2:

$$\psi = \pi - \phi$$

$$\gamma = \frac{rc'}{rb'}$$

$$rb' = ad$$

$$ab' = da = (oa - od)$$

$$ab' = dc' = oa \cdot \psi$$

$$rc' = (oa - od) \cdot \psi$$

$$\gamma = \psi$$

$$\gamma = \frac{rc'}{rb'}$$

$$rb' = ad$$

$$rc' = ad$$

$$rc' = ad$$

$$rc' = (oa - od) \cdot \psi$$

$$\gamma = \frac{rc'}{rb'} = \frac{(oa - od) \cdot \psi}{oa - od} = \psi$$

$$rb' = oa - od = ob' - or$$

$$ab' = dc' = oa \cdot \psi$$

$$\gamma = \psi$$

(2)

Cas 3:

$$\gamma = \frac{a'u}{d'u}$$

$$du' = ad$$

$$a'u = (a't + tu) = (rc' + as)$$

$$ab' = dc' = (as + os.\psi) = rc' + od.\psi$$

$$ab' = dc' = (as + os.\psi) = rc' + od.\psi$$

$$od = os - sd$$

$$\sin\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) = \frac{ad}{sd}$$

$$sd = ad \cdot \frac{1}{\sin\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)}$$

$$sd = ad \cdot \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)$$

$$od = os - ad \cdot \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)$$

$$ab' = dc' = (as - os.\psi) = rc' + od.\psi$$

$$os = od + sd$$

$$as + os.\psi = rc' + od.\psi$$

$$as + (od + sd).\psi = rc' + od.\psi$$

$$as + od.\psi + sd.\psi = rc' + od.\psi$$

$$as = ?$$

$$\tan\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) = \frac{ad}{as} \Rightarrow as = \frac{ad}{\tan\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)} = ad \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)$$

$$as = ad \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)$$

donc équation 1 devient:

$$ad \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + ad \cdot \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) \cdot \psi = rc'$$

$$rc' = ad \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + ad \cdot \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) \cdot \psi$$

$$rb' = sd = ad \cdot \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)$$

$$a'u = a't + tu = rc' + as$$

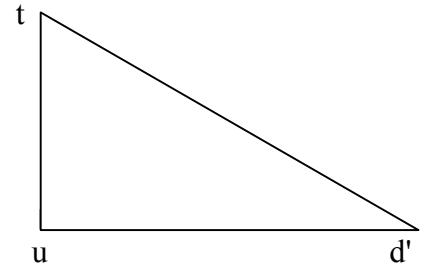
$$a't = rc' + as - tu$$

$$\sin\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) = \frac{ud'}{td'} = \frac{ad}{td'} \quad (1)$$

$$\cos\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) = \frac{tu}{td'} \quad (2)$$

$$(1) \Rightarrow ad = td' \cdot \sin\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)$$

$$td' = \frac{ad}{\sin\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)} \Rightarrow td' = ad \cdot \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)$$



$$(2) \Rightarrow tu = td' \cdot \cos\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)$$

$$tu = \cos\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) \cdot td'$$

$$= \cos\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) \cdot ad \cdot \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)$$

$$= \cos\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) \cdot ad \cdot \frac{1}{\sin\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)}$$

$$= ad \cdot \frac{\cos\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)}{\sin\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)}$$

$$= ad \cdot \frac{1}{\tan\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)}$$

$$tu = ad \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)$$

donc :

$$a'u = a't + tu = rc' + as$$

$$rc' = ad \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)$$

$$a'u = rc' + as$$

$$a'u = a't + tu = rc' + as \\ = rc' + as$$

$$= ad \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + ad \cdot \psi \cdot \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + ad \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)$$

$$a'u = 2ad \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + ad \cdot \psi \cdot \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)$$

sachant que :

$$\gamma = \frac{a'u}{d'u} = \frac{a'u}{ad}$$

donc :

$$\gamma = \frac{2ad \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + ad \cdot \psi \cdot \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)}{ad}$$

$$\gamma = 2 \cdot \cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + \psi \cdot \operatorname{cosec}\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) \quad (3)$$

Malgré l'erreur repérée par [Segal, 1999], Cette expression est utilisée par la majorité des auteurs pour étudier la déformation mécanique des matériaux après leurs passages dans le processus d'ECAP.

III. 2. Calcul de Merabtine, BOUASLA et al

Nous avons trouvé, avec la méthode de Green Lagrange en considérant que la déformation se fait en volume, la même formule que celle de Segal, Iwahashi (pour plus de détails voir l'article, Revue Technologie et développement, ANDRU, Volume II, 2011) qui donne le taux de déformation équivalent en fonction des caractéristiques intrinsèques du procédé d'extrusion, ψ l'angle de coude et ϕ l'angle de flexion.

Dans une nouvelle méthode en cours de vérification nous avons trouvé l'expression ε_{eq} qui est la même que celle trouvée par [Laurent. DUPY, 2000].

$$\varepsilon_{eq} = \frac{2}{3} \sqrt{4\cot^4 \frac{\phi}{2} + 3\cot^2 \frac{\phi}{2}} \quad (4)$$

III. 3. Modèle Alkorta et SEVILLANO

Dans cette étude que nous présentons en détail, afin de comparer les méthodes proposées. Dans ce modèle de déformation [25], la matrice est divisée en trois régions, comme indiqué sur la Fig. III.2. Dans la région I, le matériau se déplace vers le bas de manière rigide à une vitesse de V_0 . Région II, dite "zone de déformation", est l'endroit où la matière subit une déformation plastique permanente.

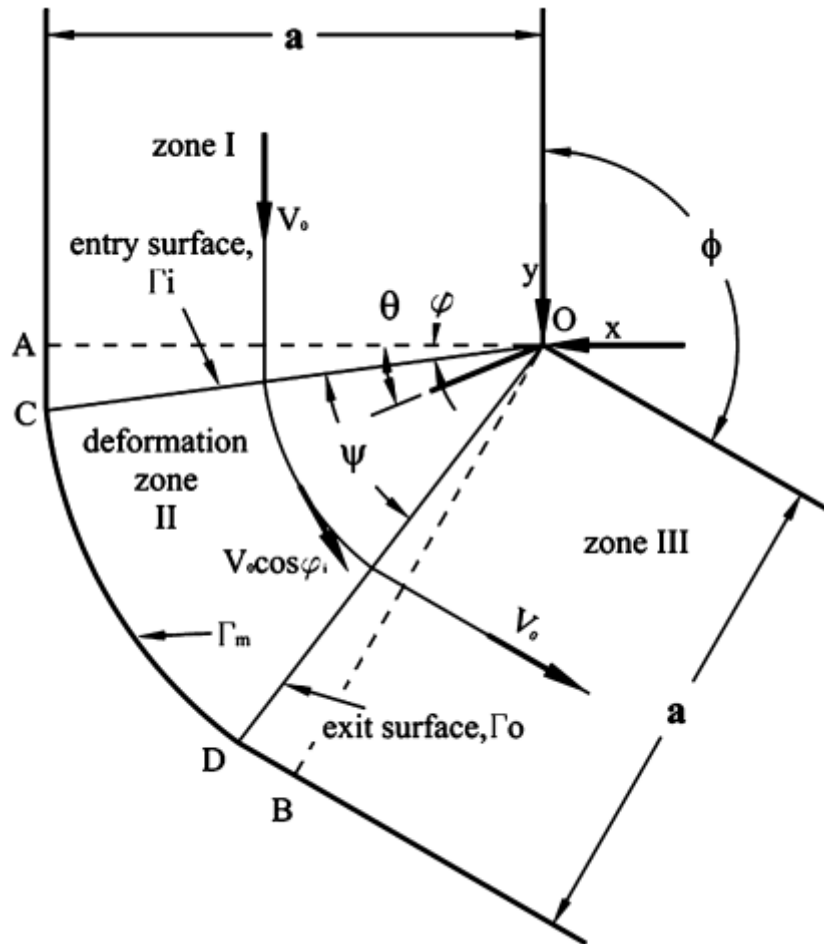


Figure III.2. Le modèle de déformation utilisé dans le procédé ECAE. Alkorta et Sevillano [25]

Dans cette région le matériau se déplace est supposé le long des cercles concentriques avec un centre en O . Considérant que, dans une partie quelconque de la filière, les conditions aux limites $\phi + \psi \leq \pi$, où ϕ est l'angle de la filière et ψ est l'angle de courbure extérieur de la filière. Dans la Région III, le matériau se déplace vers l'extérieur de la filière sans autre déformation. Région II est séparée de la région I par (la surface d'entrée) de la zone de déformation, Γ_i , et à partir de la région III de la surface de sortie de la zone de déformation Γ_o , l'origine du système de coordonnées rectangulaire est pris du point O comme c'est marqué représentées sur la Fig III. 1. L'axe x est pris positif vers la gauche, et l'axe y est positif vers le bas. Coordonnées cylindriques (r, θ) sont définis par l'origine O . Les angles entre la surface d'entrée et la vitesse dans la région I, et entre la surface de sortie et la vitesse de la Région III sont supposés être identiques et présenté par ϕ .

Le matériau dans la région II, la zone de déformation, se déplace avec une vitesse constante de $V_0 \cos \phi$. En utilisant les coordonnées cylindriques, le champ de vitesse dans cette région peut être exprimé comme:

$$v_r = \frac{du_r}{dt} = 0$$

$$v_\theta = \frac{du_\theta}{dt} = V_0 \cos \phi$$

$$v_z = \frac{du_z}{dt} = 0$$

$$v_r = 0, \quad v_\theta = V_0 \cos \phi, \quad v_z = 0 \quad (1)$$

où v_i ($i = r, \theta, z$) sont les composantes du champ de vitesse dans la zone de déformation (Région III) et z est l'axe du système de coordonnées cylindriques.

A l'entrée et de à la sortie la vitesse subit une discontinuité. Les relations cinématiques basées sur le principe de conservation de la masse présentent la discontinuité de vitesse sur ces surfaces comme:

$$|v_i| = |v_0| = V_0 \sin \phi \quad (2)$$

où $|v_i|$ est le vitesse discontinuité sur la surface d'entrée et $|v_0|$ est le vitesse discontinuité de la surface de sortie de la zone de déformation.

Les valeurs de vitesse discontinuité à l'entrée (Γ_i) et de sortie (Γ_o) surfaces sont montrés dans la Fig. 2 (a) et (b), respectivement.

La force de friction sur toutes les surfaces où le matériau est en contact avec la matrice est modélisé par $m\tau_0$, où m est le coefficient de frottement et τ_0 est la limite d'élasticité de cisaillement. Les composantes des vitesses de déformation dans la zone de déformation sont obtenues à partir du champ de vitesse [28,29] donné dans l'équation. (1) comme:

$$\begin{aligned}
\dot{\varepsilon}_{rr} &= \frac{\partial v_r}{\partial r} = 0 \\
\dot{\varepsilon}_{\theta\theta} &= \frac{v_r}{r} + \frac{\partial v_\theta}{r \partial \theta} = 0 + 0 = 0 \\
\dot{\varepsilon}_{zz} &= 0 \\
\dot{\gamma}_{r\theta} &= \frac{\partial v_r}{r \partial \theta} + \frac{\partial v_\theta}{\partial r} - \frac{v_\theta}{r} = 0 + 0 - \frac{V_0 \cos \varphi}{r} \\
\dot{\varepsilon}_{r\theta} &= \frac{1}{2} \dot{\gamma}_{r\theta} = -\frac{1}{2} \frac{V_0 \cos \varphi}{r} \\
\dot{\varepsilon}_{r\theta} &= -\frac{1}{2} \frac{V_0 \cos \theta}{r} \tag{3}
\end{aligned}$$

Dans cette équation $\dot{\varepsilon}_{r\theta}$ est la composante de la vitesse de déformation pas nulle dans la zone de déformation (Région III). Les autres composants de la vitesse de déformation sont égaux à zéro. Par conséquent, on peut facilement vérifier que le champ de vitesse satisfait aux conditions données par incompressibilité:

$$\dot{\varepsilon}_{rr} + \dot{\varepsilon}_{\theta\theta} + \dot{\varepsilon}_{zz} = 0 \tag{4}$$

où, dans cette équation $\dot{\varepsilon}_{ii}$ ($i = r, \theta, z$) sont les principales composantes de la vitesse de déformation.

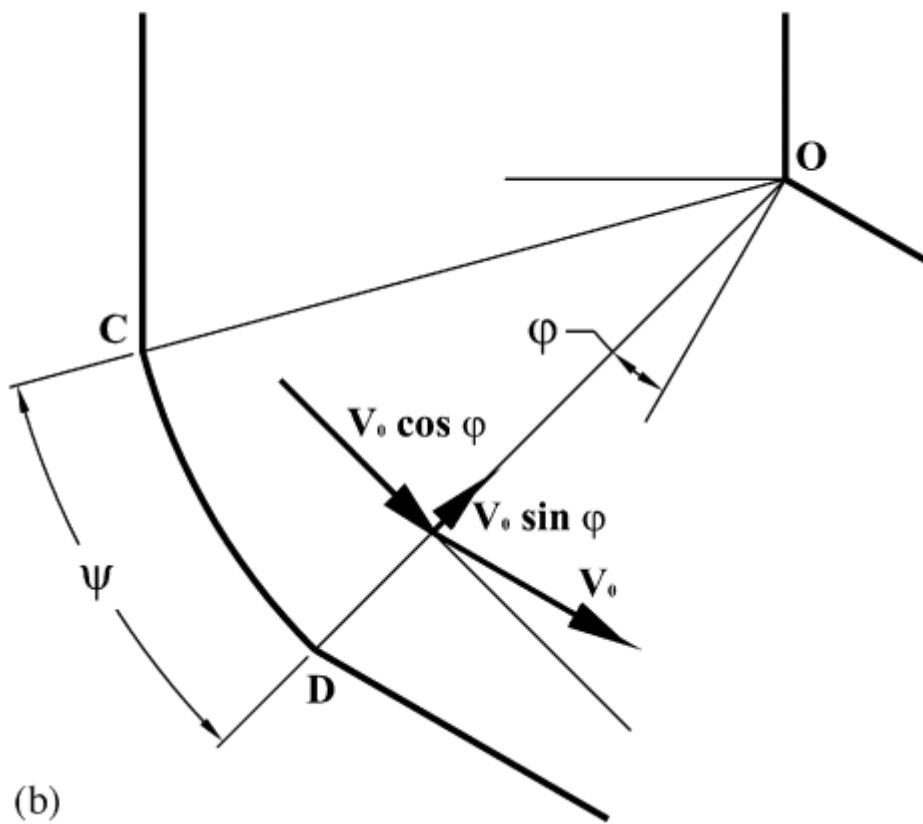
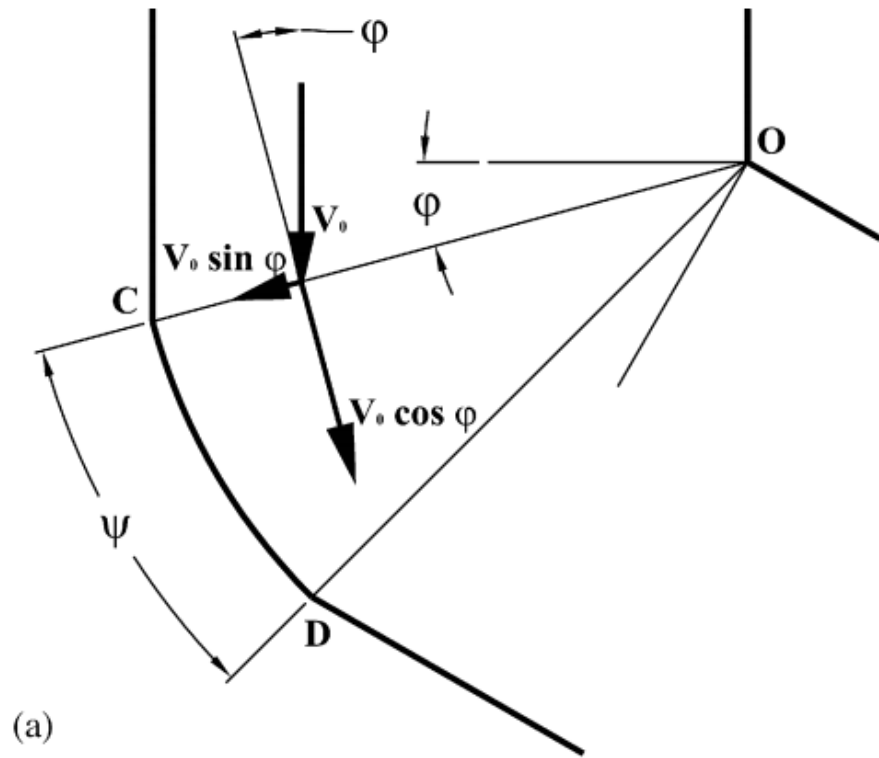


Figure III.3. Discontinuités de vitesse sur les surfaces d'entrée (a) et de sortie (b).

Le taux de déformation effective: Considérant les valeurs (de taux de déformation) à partir de l'équation. (3). La déformation équivalente est:

$$\bar{\dot{\epsilon}} = \frac{2}{\sqrt{3}} \sqrt{\frac{1}{2} \dot{\epsilon}_{ij} \dot{\epsilon}_{ij}} \quad (5)$$

où:

$$\dot{\epsilon}_{ij} \dot{\epsilon}_{ij} = 2\dot{\epsilon}_{r\theta}^2 \quad (6)$$

$$\bar{\dot{\epsilon}} = \frac{2}{\sqrt{3}} \sqrt{\frac{1}{2} 2\dot{\epsilon}_{r\theta}^2} = \frac{2}{\sqrt{3}} \sqrt{\dot{\epsilon}_{r\theta}^2} = \frac{2}{\sqrt{3}} \sqrt{\left(-\frac{1}{2} \frac{V_0 \cos \theta}{r}\right)^2} = \frac{1}{\sqrt{3}} \frac{V_0 \cos \theta}{r} \quad (7)$$

Dans la zone de déformation le taux de déformation effective est défini par:

$$\bar{\dot{\epsilon}} = \frac{1}{\sqrt{3}} \frac{V_0 \cos \theta}{r} \quad (8)$$

où $\bar{\dot{\epsilon}}$ est le taux de déformation effective est fonction de φ et r . La déformation totale est la somme des trois termes composés de la déformation imposée dans la zone de déformation, $\bar{\epsilon}_d$, et les déformations sur les entrée et de sortie des surfaces de la zone de déformation, $\bar{\epsilon}_{S(i)}$ et $\bar{\epsilon}_{S(o)}$. La déformation dans la zone de déformation est:

$$\epsilon_{\dot{\epsilon}q} = \left[\frac{2 \left[\epsilon_x^2 + \epsilon_y^2 + \epsilon_z^2 + \frac{\gamma_{xy}^2 + \gamma_{xy}^2 + \gamma_{xy}^2}{2} \right]}{3} \right]^{1/2} \quad (9)$$

(a) $\Psi = 0$

(b) $\Psi = \pi - \phi$

(c) Ψ liée entre $\Psi = 0$ et $\Psi = \pi - \phi$

$$\dot{\varepsilon}_{rr} = \frac{\partial v_r}{\partial r} = 0 \quad (10)$$

$$\dot{\varepsilon}_{\theta\theta} = \frac{v_r}{r} + \frac{\partial v_\theta}{rd\theta} = 0 + 0 = 0 \quad (11)$$

$$\dot{\gamma}_{r\theta} = \frac{\partial v_r}{rd\theta} + \frac{\partial v_\theta}{\partial r} - \frac{v_\theta}{r} = 0 + 0 - \frac{V_0 \cos \varphi}{r} \quad (12)$$

$$\dot{\varepsilon}_{r\theta} = \frac{1}{2} \dot{\gamma}_{r\theta} = -\frac{1}{2} \frac{V_0 \cos \varphi}{r} \quad (13)$$

Etant donné que le matériau se déplace sur les lignes concentriques avec constante r , la déformation imposée à la zone de déformation est calculée par intégration par rapport à θ , et parce que $\dot{\varepsilon} = d\varepsilon/dt$, la déformation imposée, $\bar{\varepsilon}_d$, peut être exprimée comme suit:

$$\bar{\varepsilon}_d = \int_{t=0}^t \dot{\varepsilon} dt \quad (14)$$

où t est le temps que chaque partie du matériau a été sous déformation. Etant donné que $dS = v dt$, où S est la distance d'une courbure dans la zone de déformation par rapport à la vitesse et de rayon de matériau dans chacune des régions, il résulte:

$$dt = \frac{ds}{v} = \frac{rd\theta}{V_0 \cos \varphi} \quad (15)$$

$$dt = \frac{ds}{v} = \frac{rd\theta}{V_0 \cos \varphi} \quad (16)$$

En substituant les équations:

$$\varepsilon_{rr} = \int_{t=0}^t \dot{\varepsilon}_{rr} dt \quad (17)$$

$$\varepsilon_{rr} = \int_{\varphi}^{\varphi+\psi} 0 \frac{rd\theta}{V_0 \cos \varphi} = 0 \quad (18)$$

$$\varepsilon_{\theta\theta} = \int_{t=0}^t \dot{\varepsilon}_{\theta\theta} dt = \int_{\varphi}^{\varphi+\psi} 0 \frac{rd\theta}{V_0 \cos\varphi} = 0 \quad (19)$$

$$\begin{aligned} \varepsilon_{r\theta} &= \int_{t=0}^t \dot{\varepsilon}_{r\theta} dt = \int_{\varphi}^{\varphi+\psi} -\frac{V_0 \cos\varphi}{2r} \frac{rd\theta}{V_0 \cos\varphi} = -\int_{\varphi}^{\varphi+\psi} \frac{d\theta}{2} = -\frac{1}{2} \int_{\varphi}^{\varphi+\psi} d\theta \\ &= -\frac{1}{2} [\theta]_{\varphi}^{\varphi+\psi} = -\frac{1}{2} [\varphi + \psi - \varphi] \\ &= -\frac{1}{2} \psi \quad (20) \end{aligned}$$

$$\dot{\gamma}_{r\theta} = \frac{\partial v_r}{r \partial \theta} + \frac{\partial v_{\theta}}{\partial r} - \frac{v_{\theta}}{r} = 0 + 0 - \frac{V_0 \cos\varphi}{r} = -\frac{V_0 \cos\varphi}{r}$$

$$\dot{\gamma}_{r\theta} = -\frac{V_0 \cos\varphi}{r} \quad (21)$$

$$\begin{aligned} \gamma_{r\theta} &= \int_{\varphi}^{\varphi+\psi} \dot{\gamma}_{r\theta} dt = -\int_{\varphi}^{\varphi+\psi} \frac{V_0 \cos\varphi}{r} \frac{rd\theta}{V_0 \cos\varphi} = -\int_{\varphi}^{\varphi+\psi} d\theta \\ &= -[\theta]_{\varphi}^{\varphi+\psi} = -[\varphi + \psi - \varphi] \\ &= -\psi \quad (22) \end{aligned}$$

Donc:

$$\varepsilon_{rr} = 0$$

$$\varepsilon_{\theta\theta} = 0$$

$$\varepsilon_{zz} = 0$$

$$\varepsilon_{r\theta} = -\frac{1}{2} \psi$$

$$\gamma_{r\theta} = -\psi \quad (23)$$

Substituant dans cette équation:

$$\varepsilon_{\dot{e}q} = \left[\frac{2 \left[\varepsilon_x^2 + \varepsilon_y^2 + \varepsilon_z^2 + \frac{\gamma_{xy}^2 + \gamma_{xy}^2 + \gamma_{xy}^2}{2} \right]}{3} \right]^{1/2} \quad (24)$$

$$\varepsilon_{\dot{e}q} = \left[\frac{2 \left[\varepsilon_{rr}^2 + \varepsilon_{\theta\theta}^2 + \varepsilon_{zz}^2 + \frac{\gamma_{r\theta}^2 + \gamma_{\theta z}^2 + \gamma_{rz}^2}{2} \right]}{3} \right]^{1/2} \quad (25)$$

$$\varepsilon_{\dot{e}q} = \sqrt{\frac{2}{3}} \left[\varepsilon_{rr}^2 + \varepsilon_{\theta\theta}^2 + \varepsilon_{zz}^2 + \frac{\gamma_{r\theta}^2 + \gamma_{\theta z}^2 + \gamma_{rz}^2}{2} \right]^{1/2}$$

$$\varepsilon_{\dot{e}q} = \sqrt{\frac{2}{3}} \left[\frac{2\varepsilon_{rr}^2 + 2\varepsilon_{\theta\theta}^2 + 2\varepsilon_{zz}^2 + \gamma_{r\theta}^2 + \gamma_{\theta z}^2 + \gamma_{rz}^2}{2} \right]^{1/2}$$

$$\varepsilon_{\dot{e}q} = \sqrt{\frac{2}{3}} \sqrt{\frac{1}{2}} \left[2\varepsilon_{rr}^2 + 2\varepsilon_{\theta\theta}^2 + 2\varepsilon_{zz}^2 + \gamma_{r\theta}^2 + \gamma_{\theta z}^2 + \gamma_{rz}^2 \right]^{1/2}$$

$$\varepsilon_{\dot{e}q} = \sqrt{\frac{1}{3}} \left[2\varepsilon_{rr}^2 + 2\varepsilon_{\theta\theta}^2 + 2\varepsilon_{zz}^2 + \gamma_{r\theta}^2 + \gamma_{\theta z}^2 + \gamma_{rz}^2 \right]^{1/2}$$

$$\varepsilon_{\dot{e}q} = \frac{1}{\sqrt{3}} \left[2\varepsilon_{rr}^2 + 2\varepsilon_{\theta\theta}^2 + 2\varepsilon_{zz}^2 + \gamma_{r\theta}^2 + \gamma_{\theta z}^2 + \gamma_{rz}^2 \right]^{1/2}$$

$$\varepsilon_{\dot{e}q} = \frac{1}{\sqrt{3}} \left[2(0)^2 + 2(0)^2 + 2(0)^2 + (-\psi)^2 + (0)^2 + (0)^2 \right]^{1/2}$$

$$\varepsilon_{\dot{e}q} = \frac{1}{\sqrt{3}} \left[(-\psi)^2 \right]^{1/2}$$

$$\varepsilon_{\dot{e}q} = \frac{\psi}{\sqrt{3}}$$

$$\bar{\varepsilon}_d = \frac{\psi}{\sqrt{3}} \quad (26)$$

En se référant à l'équation. (26) on peut conclure que la déformation effective dans la zone de déformation n'est pas une fonction de r et θ ou il a une valeur constante. Les déformations sur les surfaces d'entrée et de sortie, $\bar{\varepsilon}_{S(i)}$ et $\bar{\varepsilon}_{S(o)}$ peuvent être calculées par:

En utilisant la définition de la déformation de cisaillement sur les surfaces de vitesse discontinuité [27], la déformation de cisaillement est:

$$\gamma = \frac{\text{vitesse normale au plan de cisaillement}}{\text{vitesse parallèle au plan de cisaillement}}$$

Donc:

$$\gamma_i = \gamma_o = \tan \varphi = \cot \left(\frac{\phi + \psi}{2} \right)$$

$$\varepsilon_{\dot{e}q} = \left[\frac{2 \left[\varepsilon_x^2 + \varepsilon_y^2 + \varepsilon_z^2 + \frac{\gamma_{xy}^2 + \gamma_{xy}^2 + \gamma_{xy}^2}{2} \right]}{3} \right]^{1/2}$$

$$\varepsilon_{\dot{e}q} = \left[\frac{2 \left[(0)^2 + (0)^2 + (0)^2 + \frac{\left(\cot\left(\frac{\phi + \psi}{2}\right) \right)^2 + (0)^2 + (0)^2}{2} \right]}{3} \right]^{1/2}$$

$$\varepsilon_{\dot{e}q} = \frac{1}{\sqrt{3}} \left[\left(\cot\left(\frac{\phi + \psi}{2}\right) \right)^2 \right]^{1/2}$$

$$\varepsilon_{\dot{e}q} = \frac{1}{\sqrt{3}} \cot\left(\frac{\phi + \psi}{2}\right)$$

$$\bar{\varepsilon}_{S(i)} = \bar{\varepsilon}_{S(o)} = \frac{1}{\sqrt{3}} \cot\left(\frac{\phi + \psi}{2}\right) \quad (27)$$

La déformation totale, $\varepsilon_{\text{total}} = \bar{\varepsilon}_d + \bar{\varepsilon}_{S(i)} + \bar{\varepsilon}_{S(o)}$, en utilisant les équations. (26) et (27):

$$\bar{\varepsilon}_{S(i)} = \bar{\varepsilon}_{S(o)} = \frac{1}{\sqrt{3}} \cot\left(\frac{\phi + \psi}{2}\right)$$

$$\bar{\varepsilon}_d = \frac{\psi}{\sqrt{3}}$$

$$\varepsilon_{\text{total}} = \frac{\psi}{\sqrt{3}} + \frac{1}{\sqrt{3}} \cot\left(\frac{\phi + \psi}{2}\right) + \frac{1}{\sqrt{3}} \cot\left(\frac{\phi + \psi}{2}\right),$$

$$\varepsilon_{\text{total}} = \frac{1}{\sqrt{3}} \left[2 \cot\left(\frac{\phi + \psi}{2}\right) + \psi \right] \quad (29)$$

Cette partie est la presentation Presque dans sa totalité du modèle d'Alkorta Sevillano qui raisone nous l'avons explique en terme de vitesse de deformation et le lingot parcours trios zones distinct. La discontinuité de la vitesse ne peut etre expliquée car matière peut pas passer directemet d'un état non déformé à un état déformé.

References:

- [1]. H. Gleiter, in “Deformation of Polycrystals: Mechanisms and Microstructures” (N. Hansen, A. Horsewell, T. Leffers and H. Lilholt, eds), p. 15. Riser National Laboratory, Roskilde, Denmark (1981).
- [2] R. Birringer, H. Gleiter, H.P. Klein and P. Marquardt, Phys. Lett. A 102,365 (1984).
- [3]. R. Birringer, U. Herr and H. Gleiter, Trans. Japan Inst. Metals (Suppl.) 27,43 (1986).
- [4] H.E. Schaefer, R. Wthschurr, R. Birringer and H. Gleiter, J. Less-Common Metals 140, 161 (1988).
- [5] E. Hellstem, H.J. Fecht, Z. Fu and W.L. Johnson, J. Appl. Phys. 65,305 (1989).
- [6] C.C. Koch and Y.S. Cho, Nanostruct. Mater. 1,207 (1992).
- [7] D.A. Rigney, Ann. Rev. Mater. Sci. 18, 141 (1988).
- [8] N.A. Smimova, V.I. Levif V.I. Pilyugin, R.I. Kuznetsov, L.S. Davydova and V.A. Sazonova, Fiz. Met. Metalloved. 61, 1170 (1986).
- [9] R.B. Musalimov and R.Z. Valiev, Scripta Metall. Mater. 27, 1685 (1992).
- [10] R.Z. Valiev, A.V. Korznikov and R.R. Mulyukov, Mater. Sci. Eng. A168, 141 (1993).
- [11] J. Languillaume, F. Chmelik, G. Kapelski, F. Bordeaux, A.A. Nazarov, G. Canova, C. Esling, R.Z. Valiev and B. Baudalet, Acta Metall. Mater. 41,2953 (1993).
- [12] J. Wang, Z. Horita, M. Furukawa, M. Nemoto, N.K. Tsenev, R.Z. Valiev, Y. Ma and T.G. Langdon, I. Mater. Res. 8,2810 (1993).
- [13] J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto, M. Furukawa, R.Z. Vahev, Y. Ma and T.G. Langdon, Mater. Res. Sot. Symp. Proc. 3 19, 293 (1994).
- [14] Y. Ma, Z. Horita, M. Furukawa, M. Nemoto, R.Z. Valiev and T.G. Langdon, Mater. Lett. 23,283 (1995).
- [15] N.A. Akhmadeev, V.I. Kopylov, R.R. Mulyukov and R.Z. Vaiiev, Izvest. Akad. Nauk SSSR, Metally 5,96 (1992).
- [16] R.Z. Valiev and RSh. Musahmov, Phys. Metals Metallogr. 78,666 (1994).
- [17] V.M. Segal, V.I. Rexnikov, A.E. Drobyshvskiy and V.I. Kopylov, Metally, 1, 115 (1981) [English translation: Russian Metallurgy 1,99 (1981)].

- [18] N.A. Akhmadeev, N.P. Kobelev, R.R. Mulyukov, Ya.M. Soifer and R.Z. Valiev, *Acta Metall. Mater.* 41, 1041 (1993).
- [19] R.Z. Valiev, R.R. Mulyukov, V.V. Ovchinnikov and V.A. Shabashov, *Scripta Metall. Mater.* 25,841 (1991).
- [20] Kh.Ya. Mulyukov, S.B. Khaphizov and R.Z. Vaïiev, *Phys. Stat. Sol. (a)* 133,447 (1992).
- [21] V.M. Segal, in “Fit International Conference on Processing Materials for Properties” (II. Henein and T. Oki, eds), p. 947. The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, PA (1993).
- [22] V.M. Segal, *Mater. Sci. Eng. A*197, 157 (1995).
- [23] V.M. Segal, R.E. Gofortb and K.T. Hartwig, in “First International Conference on Processing Materials for Properties” (H. Henein and T. Oki, eds), p. 971. The Minerals, Metals and Materials Society, Warrendale, PA (1993).
- [24] S.L. Semiatin, V.M. Segal, R.L. Goetz, R.E. Goforth and T. Hartwig, *Scripta Metall. Mater.* 33, 535 (1995).
- [25] J. Alkorta, J.G. Sevillano, A comparison of FEM and upper-bound type analysis of equal-channel angular pressing (ECAP), *J. Mater. Proc. Technol.* 141 (2003) 313–318.
- [26] B.S. Altan, G. Purcek, I. Miskioglu, An upper bound analysis for equal channel angular extrusion, *J. Mater. Proc. Technol.* 167 (2005) 137–146.
- [27] D.N. Lee, An upper-bound solution of channel angular deformation, *Scr.Mater.* 43 (2000) 115–118.
- [28] B. Avitzur, *Metal Forming: Processes and Analysis*, 1st ed., McGraw-Hill, New York, 1968.
- [29] R. Hill, *The Mathematical Theory of Plasticity*, 1st ed, Oxford University Press, New York, 1967.
- [30] A. BOUASLA et al, article ANDRU journal technologie et developpement, volume 2011, 1967.

Chapitre IV

Méthodes expérimentales utilisées et techniques d'analyses

IV. Méthodes expérimentales utilisées et techniques d'analyses:

IV.1. Techniques d'analyses

IV.1.1. La microscopie optique:

La microscopie optique nous permet déterminer la microstructure d'un échantillon c'est-à-dire la taille des grains, ainsi que leur forme, les évolutions microstructurales des alliages ayant subi des traitements thermiques peuvent être utilisé. La structure peut être modifiée par tous les traitements thermo-mécaniques, et chimiques que subit le métal on dehors des transformations physico-chimiques qui peuvent décoller de ces traitements.

Les microscopes optiques métallographiques permettent l'observation par réflexion d'une surface métallique parfaitement plane, obtenue par polissage mécanique et ayant subi les traitements thermiques appropriés. On colore différemment les phases composant les alliages étudiés par un réactif.

Pour l'étude métallographique. Les échantillons sont observés avec un microscope optique LEICA DM LM et NIKON ECLIPSE LV 150 équipés d'une caméra photographique qui permet l'obtention d'un grand nombre des photos des différentes microstructures avec différents grossissements (Fig. III. 1).



Figure IV.1: NIKON ECLIPSE LV 150 [labo école national du métallurgie annaba]



Figure IV.2: Microscope optique LEICA DM LM [labo department métallurgie annaba]

IV.1.2. Polissage des échantillons :

Les échantillons subissent un polissage en utilisant un polisseuse Struers Planopol-V et des papiers émeri de granulométrie décroissante (du numéro 240 au numéro 1200), placés sur un disque rotatif. Le polissage de finition est un polissage à la pâte diamantée répartie à l'aide d'un lubrifiant sur le disque. Les granulométries utilisées sont 6 μm à 1/4 μm .

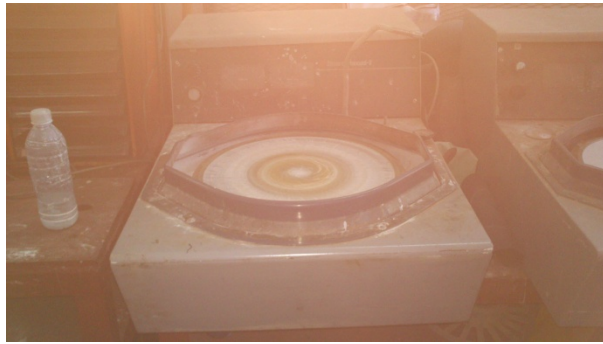


Figure IV.3: polisseuses Struers Planopol-V [labo department métallurgie annaba]

IV.1.3. traitement thermique:

Pour le traitement thermique , le type de four utilisé est VULCAN A-550



Figure IV.4: Four est VULCAN A-550 [labo department métallurgie annaba]

IV.1.4. mesure de la microdureté:

La dureté d'un matériau caractérise sa résistance à la pénétration : un pénétrateur est appliqué sur la surface du matériau à tester avec une force pendant un temps donné. Plus l'empreinte laissée est petite, plus le matériau est dur.

Bien que la dureté ne soit pas une propriété simple à définir, les essais de dureté sont très utilisés en raison de leur simplicité et de leur caractère. Les résultats donnent un aperçu synthétique des propriétés mécaniques du matériau testé.

Plusieurs types d'essais sont couramment utilisés, leur principe est le même, ils ne diffèrent que par la forme de pénétrateur utilisé : essai Brinell, essai Rockwell, essai Shore et l'essai Vickers. Nous avons utilisé la méthode Vickers.

IV.1.5. Essai Vickers:

La mesure de la microdureté est basée sur la détermination des dimensions d'empreintes produites dans le matériau par un pénétrateur de forme pyramide (Vickers), sous l'action d'une charge appliquée.

Le rapport de la force appliquée F à la surface S en cours de l'empreinte donne la dureté HV ($HV = F/S$).

Le microduromètre utilisé comporte une colonne de microscope optique en réflexion, qui permet de viser la zone souhaitée sur un échantillon poli; le pénétrateur Vickers est ensuite placé dans l'axe optique pour effectuer l'essai, puis le microscope permet de mesurer les diagonales de l'empreinte (de quelques microns à quelques dizaines de microns).

Pour suivre l'évolution de la microdureté durant les différents traitements thermiques appliqués, nous avons utilisé un microduromètre du type Controlab (Modèle VTD 12) à pénétration Vickers. Les empreintes ont été induites par une charge de mesure de 2,94 N avec un temps de maintien de la charge de 10 s. Les mesures de microdureté ont été réalisées au sein du centre de Recherche Nucléaire de Birine CRNB).

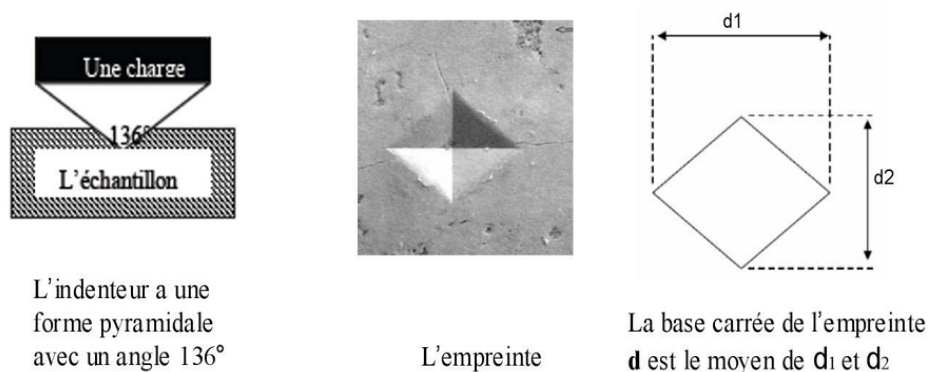


Figure IV.5: Indenteur et l'empreinte d'indentation.



Figure IV.6: microduromètre INNOVATEST 412D
[labo école national du métallurgie annaba]

IV.1.6. La diffractométrie de rayons X (DRX):

On utilise aussi souvent l'abréviation anglaise XRD pour X-Ray Diffraction) est une technique d'analyse fondée sur la diffraction des rayons X sur la matière. La diffraction n'ayant lieu que sur la matière cristalline, on parle aussi de radiocristallographie. Pour les matériaux non-cristallins, on parle de diffusion. La diffraction fait partie des méthodes de diffusion élastique.

L'appareil de mesure s'appelle un diffractomètre. Les données collectées forment le diagramme de diffraction ou diffractogramme (spectre).

IDENTIFICATION ET ANALYSE à l'aide logiciel HighScore Plus et base de données ICDD (International Centre for Diffraction Data. Fiches JCPDS PDF2 : Joint committee on powder diffraction standards, ex- comité E4 de l'ASTM), avec plus de 150 000 fiches (dont cependant de nombreuses redondances).

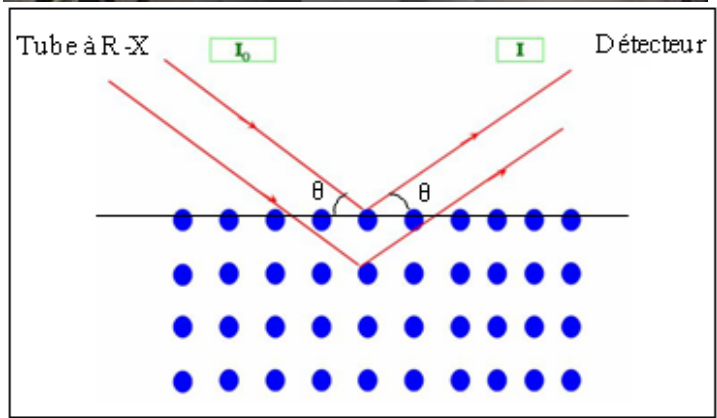


Figure IV.7: Configuration montage Bragg-Brentano θ - θ .

TECHNIQUE D'ANALYSE

Les analyses par diffraction à rayons X ont été réalisées avec un diffractomètre « X'PERT PRO MPD » de Philips en mode θ - θ (configuration Bragg-Brentano), équipé d'un goniomètre vertical de rayon 240 mm et muni d'un tube à rayons X à anticathode de cuivre. Le détecteur interfacé est de type à gaz xénon. L'analyse par diffraction X a été prise sur des échantillons massiques. Ajouter type de porte échantillons spinner, HTK1200, Flat sample et Multi-Purpose Sample Stage (MPSS).

PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT DE TUBE A RAYONS X

Le premier point à retenir est qu'un tube radiogène ne fonctionne pas tout seul, il doit être relié à un générateur de haute tension (environ 60 kV), à un générateur secondaire de basse tension et à un système de refroidissement.

1. Le tube radiogène est constitué d'une cathode et d'une anode entourée par des enveloppes de protection.
2. La cathode est la source des électrons. Il s'agit d'un filament en forme de spirale, composé généralement de tungstène, qui s'échauffe lors de la mise en route du tube pour laisser s'échapper les électrons.
3. Les électrons sont accélérés entre la cathode et l'anode par une forte différence de potentiel, délivré par le générateur.
4. L'anode est la cible des électrons et le lieu de production des rayons x (généralement en Cuivre (Cu)). La surface de bombardement des électrons sur l'anode s'appelle le foyer. La surface de l'anode est oblique par rapport à la direction du faisceau d'électron de manière à permettre à d'avantage de rayons x de pouvoir sortir du tube à partir d'une fenêtre en Béryllium (Be).
5. Le tube radiogène, mis sous vide, est entouré de plusieurs enveloppes de protection permettant d'assurer une protection thermique, électrique et mécanique.

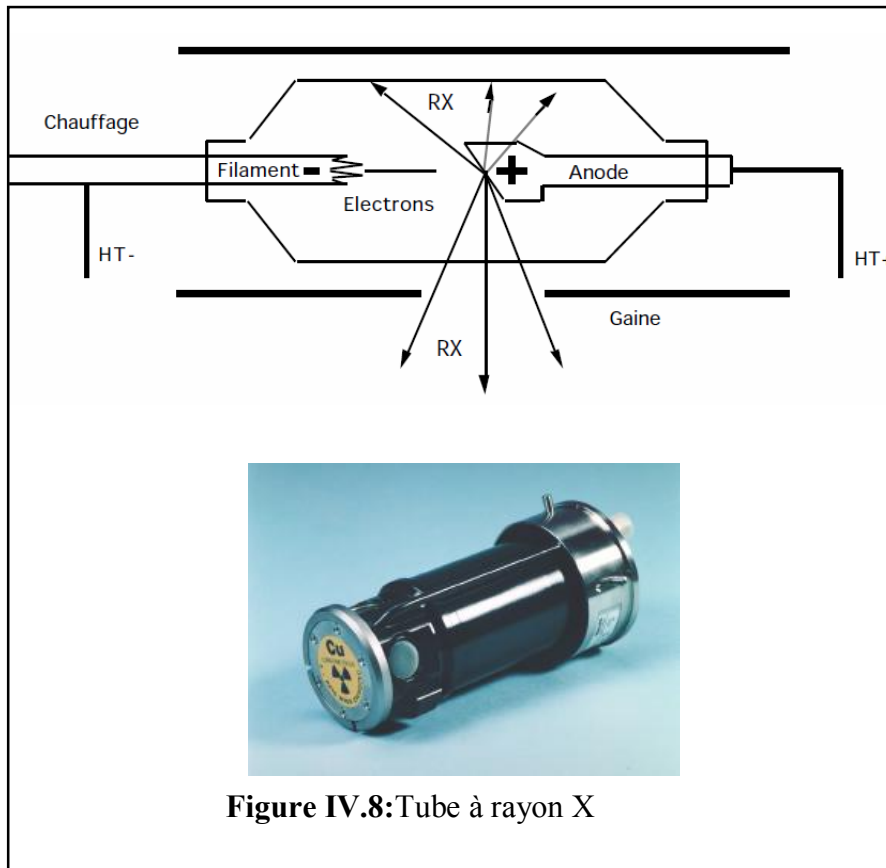
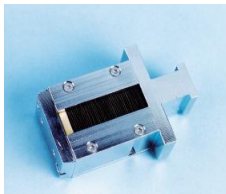


Figure IV.8: Tube à rayon X

Pour le faisceau incident : Nous avons joué sur les fentes suivantes : $\frac{1}{2}$, 1, 2, ...



Soller slits (0.04 rad)



Filtre de rayonnement β (en nickel si l'anode en cuivre)



Fentes : $\frac{1}{2}$, 1, 2, ...



Masques : 5, 10, ...

Pour le faisceau diffracté : l'utilisation de la fente antidiffusion avant de détecter le faisceau diffracté, est indispensable



Fente antidiffusion



Détecteur (avec gaz de xénon)

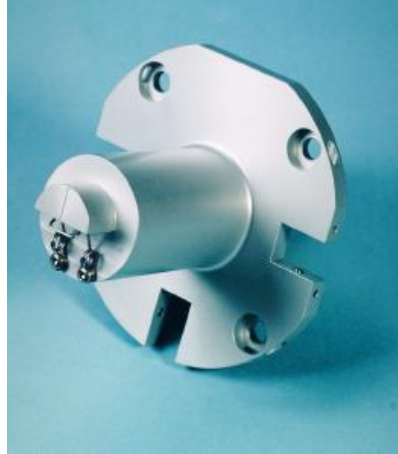
Portes échantillons :

Il existe quatre portes échantillons :

Spinner, Flat Sample, MPSS & HTK.



Spinner



Flat Sample



Multi-Purpose Sample Stage
(MPSS)



HTK

IV.2. Les méthodes expérimentales

Les mesures ont été effectuées sur des échantillons d'acier IF à faible teneur en carbone avec une composition de 0.03 C, 0.012 Mn, 0.05 Ti, 0.012 P . la billette a été découpé en pièces avec des dimensions est 5 mm x 5 mm et une longueur de 55 mm, la surface est polie en utilisant papier SiC de différentes granulométrie. Les échantillons ont été pressés à travers la filière avec des angles caractéristiques $\phi = 115^\circ$ et $\psi = 20^\circ$ à la température ambiante, utilisant les routes A et C. Le nombre maximum de passages est 7 passes avec une vitesse d'extrusion de (0.5 mm.min^{-1})

Pour l'examen métallographique les échantillons ont été montés dans de la résine et polies mécaniquement à l'aide des méthodes standard. La microdureté Vickers a été mesurée en utilisant un microduromètre LECO en appliquant une charge de 200 g pendant 10 s et une moyenne sur 10 mesures séparées. Le microscope optique et a été utilisé pour étudier la microstructure.

IV.2.1. Attaque pour les IF (attaque DINO):

1) Composition:

- 140 cc H₂O ()
- 4g H₂C₂O₄ (acide Oxalique)
- 100 cc H₂O₂ (peroxyde d'hydrogène ou appléé eau oxygénée)
- 2 cc H₂CSO₄ (Acide sulfurique)
- 1,5 cc HF (acide fluorhydrique)

2) Procédure:

- Après polissage, l'éprouvette est frotté avec un coton imbibé de réactif puis rincé très rapidement et abondamment
- Rince avec alcool et sèche
- Instantanément apparaissent des micro-bulles

Lorsqu'on verse les réactifs sur les échantillons instantanément apparaissent des micro-bulles on met directement sous microscope.

IV.2.2.Procédure expérimentale ECAP:

Le dispositif d'Equal Channel Angular Pressing que nous allons décrire a été conçu et réalisé au CECM-CNRS de Vtry-Sur-Seine en 2004 Il est adaptable sur une machine de compression.

Description du dispositif d'ECAP

- L'extrudeuse est composée d'une matrice et d'un capot.
- Le capot et la matrice ne devront pas s'écarter l'un de l'autre lors des essais mécaniques; ce qui impose un bon choix de l'assemblage.
- L'extudeuse ne doit pas se déformer sous l'effet de la compression.
- Le dispositif doit avoir une bonne résistance à l'usure (dureté superficielle importante).
- La matrice devra résister et avoir une ductilité appropriée au cœur.
- Le piston ne devra pas flamber lors de la compression.

Pour réaliser donc un dispositif d'extrusion efficace il est nécessaire de faire des compromis dans le choix des matériaux et les traitements thermochimiques à réaliser

IV.2.3.Conception et réalisation

A. Matériau de réalisation

Le matériau utilisé pour la réalisation de l'extrudeuse est un acier allié qui présente une bonne résistance à chaud et au revenu, une très bonne ténacité et une bonne trempabilité. La dureté superficielle est de 1200Hv.

B.Les angles d'extrusion, Φ et Ψ .

Le taux de déformation équivalent est estimé à partir de l'équation (4) du chapitre I, mais si l'on ne tient pas compte de la courbure intérieure car la construction de ce type d'extrudeuse est un peut surréaliste et surtout compliqué (la quasi-totalité des auteurs ont réalisé des dispositifs d'extrusion à courbure intérieure

nulle). La déformation équivalente est donc estimée à partir de l'équation (2) (Iwahashi 1996, Segal 1995, Segal 1999a et b).

$$\varepsilon_{eq2} = \frac{1}{\sqrt{3}} N \left(2 \cot \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \cos ec \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right)$$

N: Etant le nombre de passages du lingot dans la filière.

Donc je choisis des angles doit être appropriés pour obtenir une bonne déformation.

C .Choix du piston

Si le piston est assimilé à une poutre encastrée à ses deux extrémités. La force critique de flambage s'écrit de la manière suivante:

$$F_C = 4 \pi^2 E a^4 / L^2$$

Avec E: Le module de Young

a: Larguer du piston

L: La longueur du piston

D'après cette formule la force critique dépend de la longueur et de la section du piston. un bon compromis entre ces deux paramètres doit être réalisé pour que la force critique soit raisonnable par rapport aux capacités de la machine de compression.

IV.5.Manipulation

Le système piston/extrudeuse est placé sur une machine de compression de 100 KN, le piston étant placé sur le haut de l'extrudeuse.

La vitesse de traverse est égale à 0.5mm/s, une butée mécanique a été placée le long du parcours de la traverse pour que celle-ci s'arrête avant que le piston ne vienne heurter le fond de l'extrudeuse. La pression exercée sur le piston pousse l'éprouvette à passer dans le coude et à subir une déformation plastique par cisaillement.

IV.6. Matériau de départ

Dans cette étude, le principal matériau utilisé pour notre travail est un acier IF (Interstitial Free) fourni par le C.E.C.M devitry sarsens. La composition de ce matériau est de 0.03 C, 0.012 Mn, 0.05 Ti, 0.012 P.

Les aciers IF contiennent du carbone en faible quantité (<0.005%), les interstitiels sont stabilisés par l'ajout du titane. Ce matériau est très utilisé dans l'industrie automobile pour son bon compromis entre emboutissabilité et résistance mécanique. Il est ainsi utilisé pour des pièces de structures facile. Sa mise en forme est due aux coefficients d'écroutissage et d'anisotropie élevés permettant un emboutissage appréciable.

Le matériau de notre travail peut être classifié selon sa composition chimique (dans la catégorie des aciers doux, cet acier est allié au titane(TI) qui est en ajouté pour empêcher la migration les atomes de carbone et d'azote (carbures et nitrures) pour augmenter la teneur à la corrosion cristalline et favoriser ainsi l'affinement des grains. La dureté Vickers du matériau brut est autour de 80 unités Vickers. C'est un acier ferritique α de structure cubique centrée. La microstructure de départ a été déterminée par microscopie. Elle est formée de grains équiaxes ayant des tailles variables comprises globalement entre 10 et 30 μ m. Les échantillons de départ ont été laminés puis subis un traitement d'homogénéisation. Ils se présentent sous forme de tôles de 45 mm de longueur, de 10mm de largeur et de 1.5mm d'épaisseur, pris en sandwichs entre deux plaques d'aluminium pure (99,999), d'épaisseur totale de 8.5mm.

IV.7. Essais

Pour nos expériences de déformation plastique sévère nous avons utilisé des lingots d'acier. Les lingots (45 mm de longueur) étaient constituées Acier (1.5mm)/Aluminium (8.5mm). Pour tous les essais le canal de l'extrudeuse ainsi que les échantillons ont été lubrifiés avec bi Sulfure de molybdène. Les chemins de déformation après la première passe sont la route A et C . Les éprouvettes au Maximum ont subi à sept passes successives. Les extrusions ont été réaliser précédemment par [BOUASLA et al] [1] .

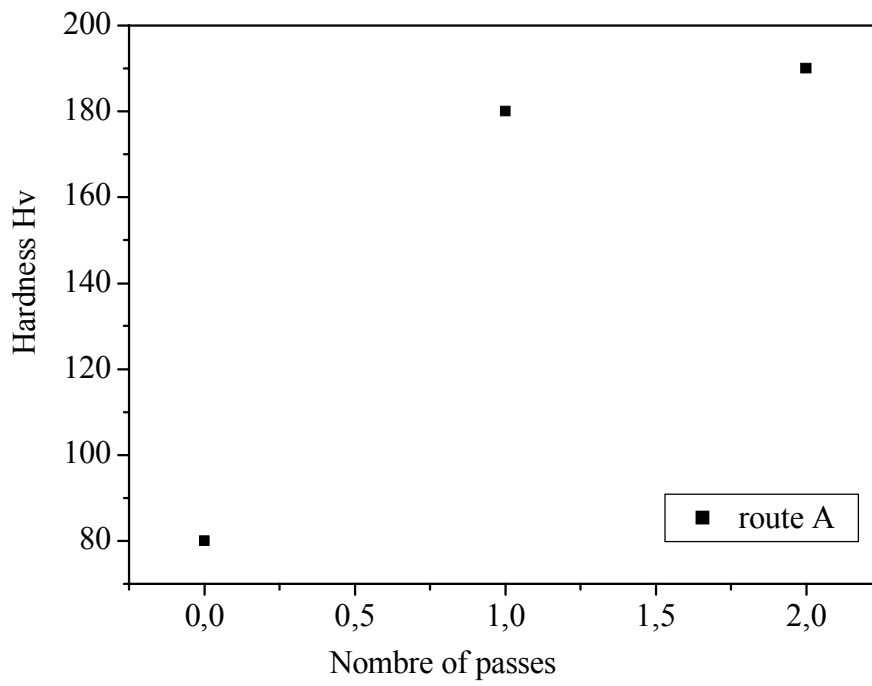


Figure I V.9: Dureté Vickers d'un acier interstitiel free (IF) en fonction du nombre de passes

[1] A.BOUASLA et al Advanced Engineering materials, 10,2,2008

Chapitre IV

Résultats et discussions

V.1.Résultats DRX:

L'utilisation de la DRX nous a donne les résultats suivants:

2 passes route (°C) 3 H 540°C:

No.	B obs.	B std.	Peak pos.	B struct.	Crystallite size [Å]
1	0.351	0.117	44.848	0.235	366
2	0.954	0.121	65.067	0.832	113
3	0.552	0.130	82.428	0.422	250
4	1.807	0.144	99.032	1.663	74
5	1.682	0.1619	116.286	1.520	99
6	1.231	0.190	136.853	1.041	208

Tableau V.1. Taille de cristallite par diffraction des Rayons X d'aciers IF, échantillon 2 passe route (C) 3 H 540°C:

2 passes route (A) 3 H 540°C:

No.	B obs.	B std.	Peak pos.	B struct.	Crystallite size [Å]
1	0.208	0.117	44.826	0.091	944
2	0.383	0.121	65.068	0.262	360
3	0.401	0.130	82.409	0.271	390
4	0.372	0.144	99.012	0.228	537
5	0.663	0.162	116.264	0.501	300
6	0.435	0.190	137.135	0.245	889

Tableau V.2. Taille de cristallite par diffraction des Rayons X d'aciers IF, échantillon 2 passe route (A) 3 H 540°C.

Les résultats 1 et 2 nous indiquent que les tailles des cristallites n'ont pas évolués pour les routes A et C , par conséquent nous pouvons conclure que la recristallisation ne s'est pas encore réalisée.

Crystallite size fn Ingot crystallized via route C and annealed 3H at 540°C and crystallize size fn Ingot annealed at 3H 540°C via route A.

Les mesures des tailles des cristallites en DRX après 6 passes selon la route A nous donnent les résultats suivants:

6 passes route (A) 3 H 540°C zone 1:

No.	B obs.	B std.	Peak pos.	B struct.	Crystallite size [Å]
1	0.203	0.117	44.895	0.086	999 zone 1
2	0.326	0.121	65.124	0.205	460
3	0.393	0.130	82.459	0.263	402
4	0.513	0.144	99.044	0.369	332
5	0.951	0.162	116.290	0.789	191
6	0.553	0.190	137.090	0.363	598

Tableau V.3. Taille de cristallite par diffraction des Rayons X d'aciers IF, échantillon 6 passe route (A) 3 H 540°C zone 1.

6 passes route (A) 3 H 540°C zone 2:

No.	B obs.	B std.	Peak pos.	B struct.	Crystallite size [Å]
1	0.207	0.117	44.690	0.090	954 zone 2
2	0.353	0.121	64.962	0.232	406
3	0.417	0.130	82.294	0.287	368
4	0.510	0.143	98.893	0.367	333
5	0.878	0.162	116.211	0.716	210
6	0.776	0.190	137.024	0.586	370

Tableau V.4. Taille de cristallite par diffraction des Rayons X d'aciers IF, échantillon 6 passe route (A) 3 H 540°C zone 2.

Après un recuit de 3 heures à 540°C on constate encore que le recristallisation ne s'est pas encore réalisé.

V.1.2/ Spectres des Rayon X:

48 H 540°C:

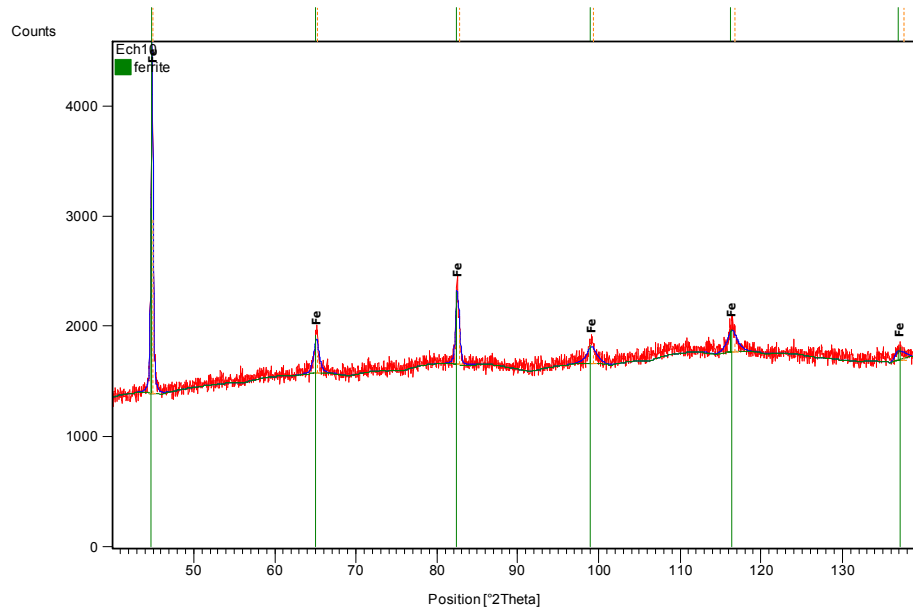


Figure V.1. Spectre de diffraction des Rayons X d'aciers IF, échantillon 2 passe route (C) 48 H 540°C

2 passes route (A) 3 H 540°C:

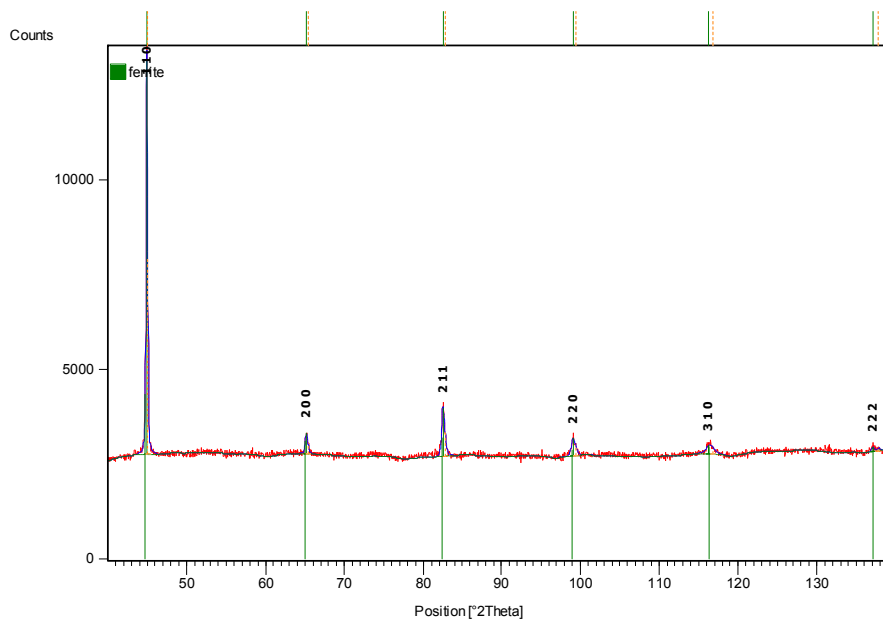


Figure V.2. Spectre de diffraction des Rayons X d'aciers IF, échantillon 2 passe route (A) 3 H 540°C

6 passes route (A) 3 H 540°C zone 1:

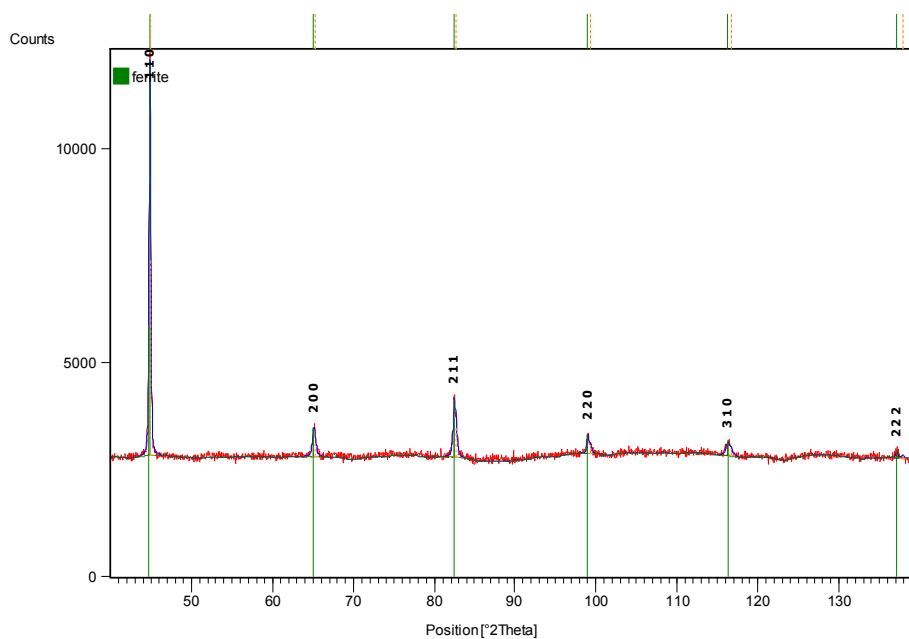


Figure V.3. Spectre de diffraction des Rayons X d'aciers IF, échantillon 6 passe route (A) 3 H 540°C zone 1.

6 passes route (A) 3 H 540°C zone 2:

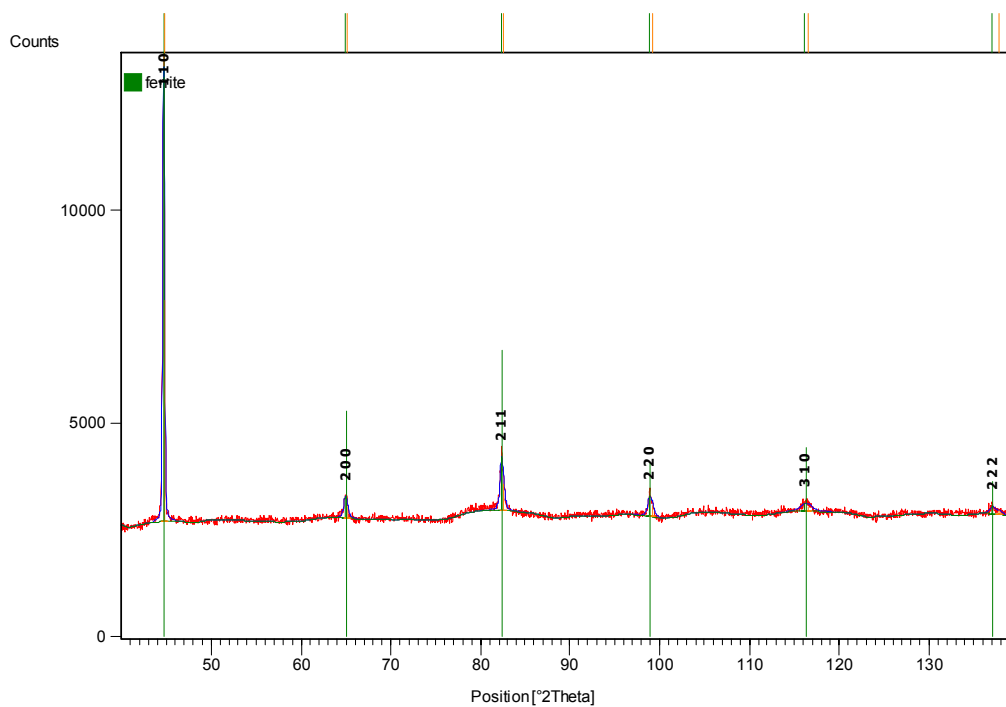


Figure V.4. Spectre de diffraction des Rayons X d'aciers IF, échantillon 6 passe route (A) 3 H 540°C zone 2.

Echantillon à l'état brut:

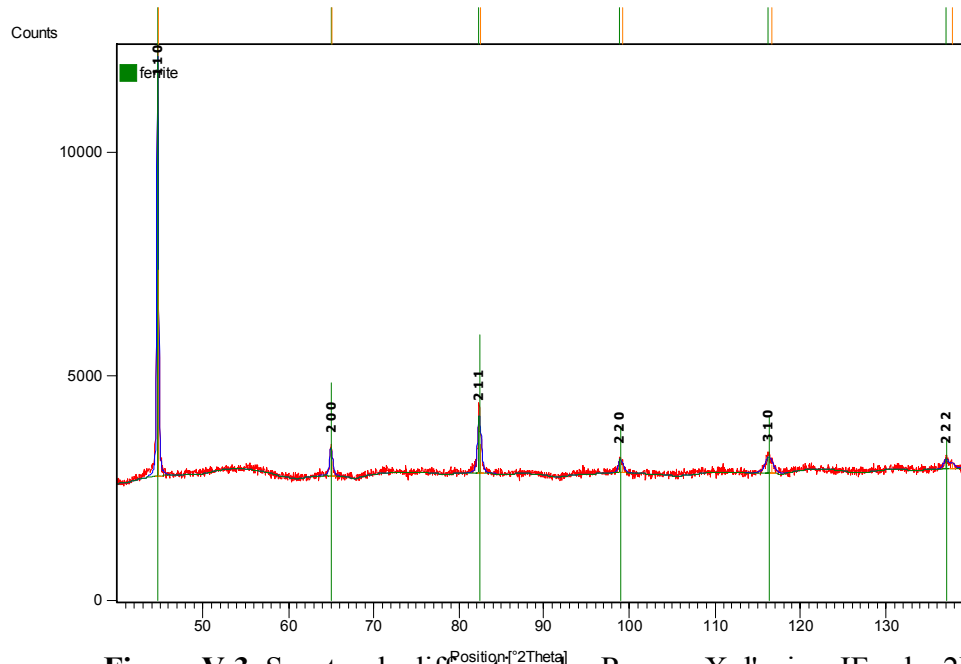


Figure V.3. Spectre de diffraction des Rayons X d'aciers IF,echa 2B

Figure V.5. Spectre de diffraction des Rayons X d'aciers IF, brut .

V.2. Résultats et discussions:

V.2.1. micrographie de l'échantillon IF à l'état brut:

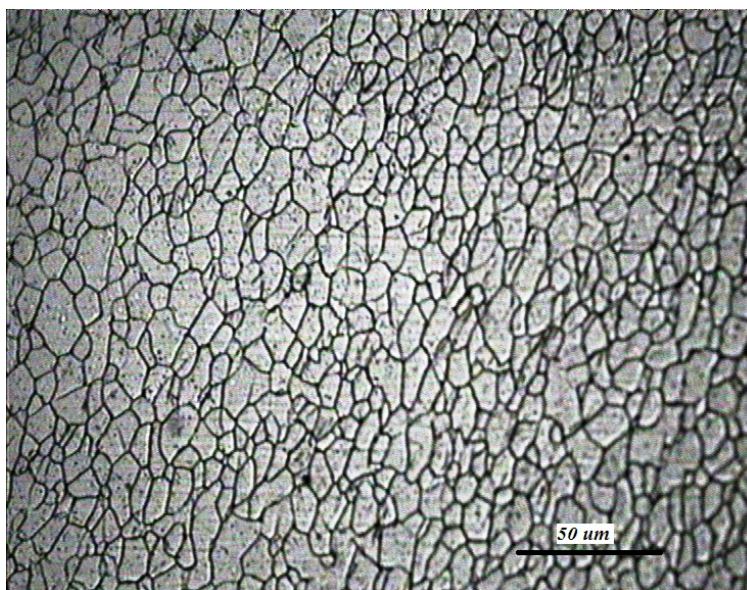


Figure V.6 : micrographie optique d'échantillon d'un acier IF brut.

Cette figure représente un lingot d'acier IF à l'état de réception

V.2.2. micrographies d'échantillon IF déformé en Route A , 2 passes sans recuit :

L'observation a été faite à l'extrémité de l'éprouvette

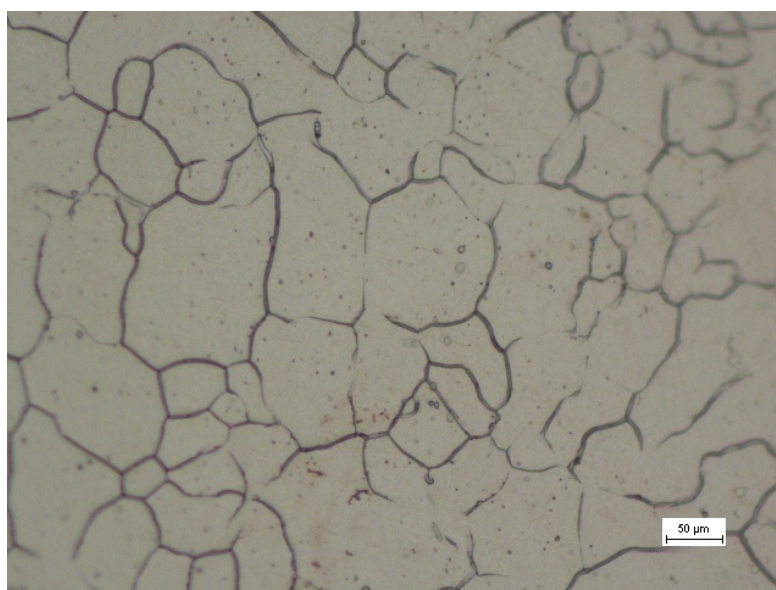


Figure V.7 : micrographie de l'extrémité d'éprouvette, 2 passes Route A sans recuit



Figure V.8 : micrographie optique de l'extrémité d'éprouvette d'un acier (IF) 2 passes
Route A à $\phi = 115^\circ$ aperçu x200 recuit 3 heures 540°C.

L'observation faite à l'extrémité de l'éprouvette

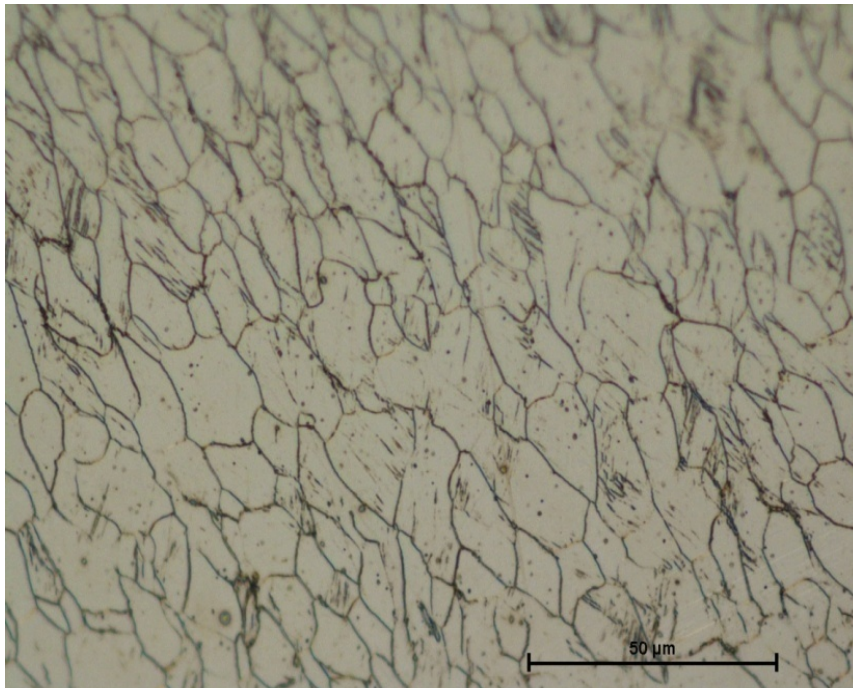


Figure V.9 : micrographie optique d'échantillon déformé 2 passes en route A aperçu x500
recuit 3 heures 540°C.

L'observation faite au centre de l'éprouvette

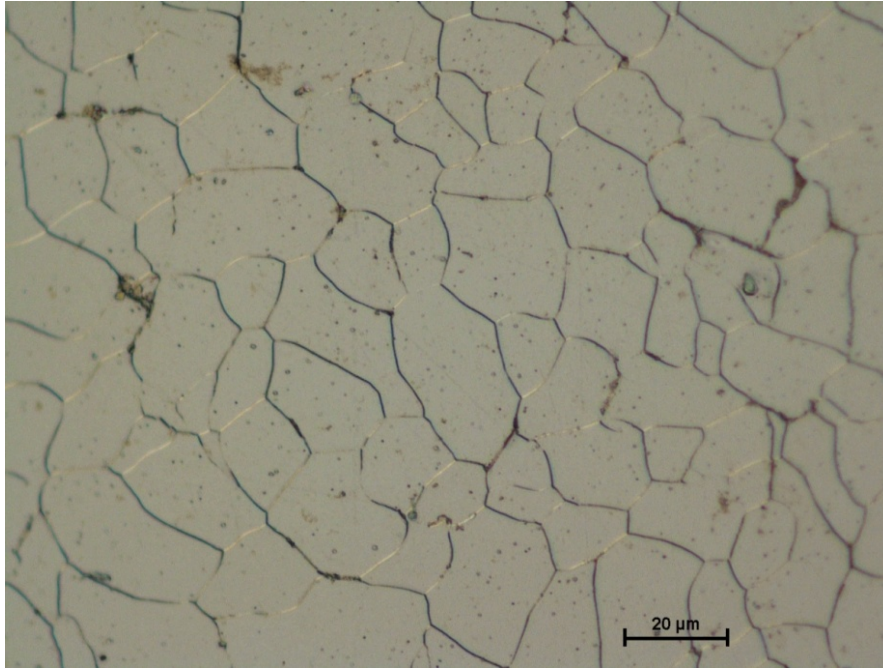


Figure V.10 : micrographie optique d'échantillon extrudé d'un aciers (IF) 2 passes Route A à $\phi = 115^\circ$ aperçu x500 recuit 3 heures 550°C au centre.

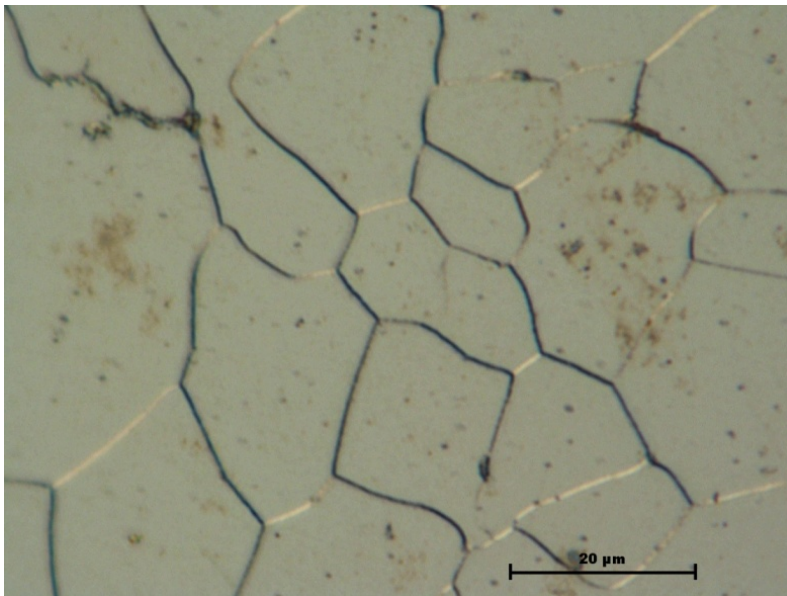


Figure V.11 : micrographie optique d'échantillon d'un aciers IF extrudé 2 passes Route A à $\phi = 115^\circ$ aperçu x1500 recuit 3 heures 550°C au centre.

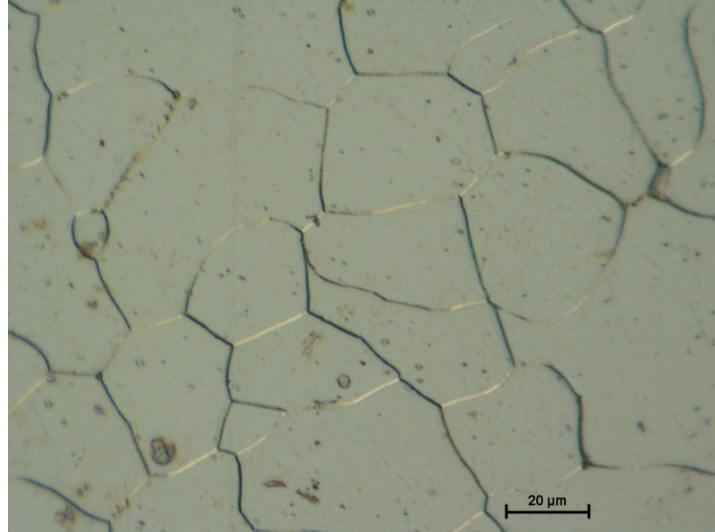


Figure V.12 : micrographie optique d'échantillon d'un acier IF extrudé 2 passes Route A à $\phi = 115^\circ$ aperçu x1500 recuit 3 heures 550°C au centre.

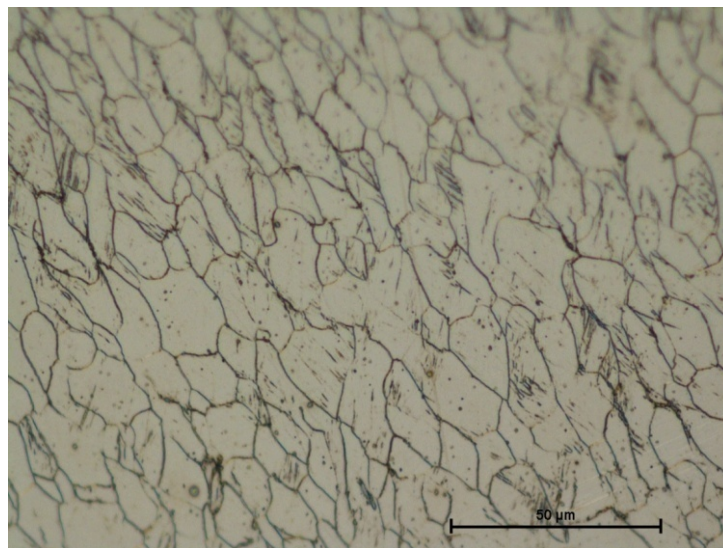


Figure V.13 : micrographie optique d'échantillon d'un acier IF extrudé 2 passes en route A à $\phi = 115^\circ$ aperçu x500 recuit 3 heures 550°C au centre.

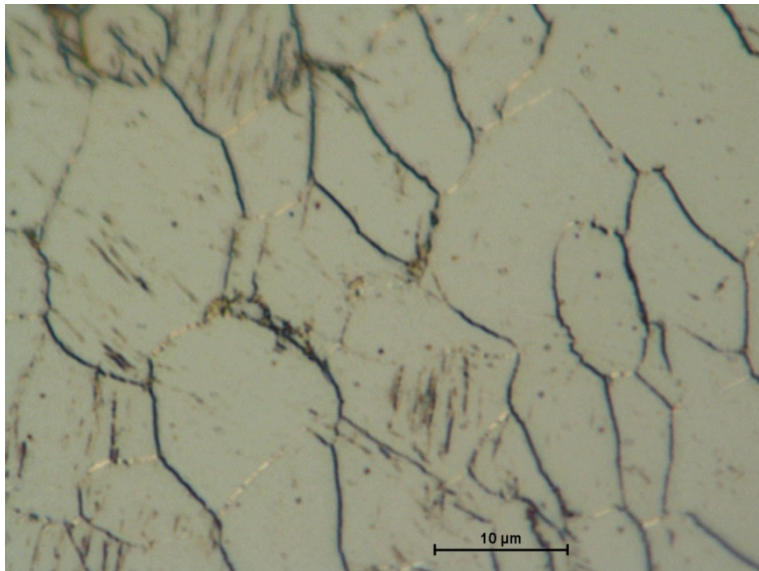


Figure V.14 : micrographie optique d'échantillon d'un aciers IF extrudé 2 passes Route A à $\phi = 115^\circ$ aperçu x1500 recuit 3 heures 550°C au centre.

N°	HV
1	141.70
2	149.50
3	157.30
4	178.40
5	168.70
6	161.7
7	172.2
8	162.00
9	172.9
10	154.80
HV moyenne	161.92

Tableau V.5 : dureté Vickers, échantillon déformé 2 passes en route (A) à 115° sans recuit au extrémités

Discussion :

- L'état initial de l'acier IF avant la déformation est caractérisé par une microstructure homogène, formé par des grains équiaxes avec une taille globale de 20 μm .
- **Figure V.7:** représente un micrographie optique d'un acier (IF) 2 passes Route A à 115 °, on observe des gros et petits grains avec des tailles, donc les tailles des grains ne sont pas les mêmes et un microstructure inhomogène , on observe aussi des grains équiaxes. Et des grains qui montrent un léger allongement. la valeur est HV moyenne = 99.00
- **Figure V.8:** représente un micrographie optique aperçu x200 recuit 3 heures 550°C au extrémités de l'échantillon, et l'image est prise a parti des cotés gauche et droit de l'échantillon où la déformation n'est pas homogène, on observe les tailles des grains varient entre 5 et 30 μm et un microstructure n'est pas homogène , une partie des grains sont équiaxes. HV moyenne = 141.70 Vickers
- **Figures (V.9) , (V.13), (V.14) :** micrographie au centre de l'éprouvette après 2 passes selon route A à $\phi = 115^\circ$ aperçu x500 recuit 3 heures 550°C , l'image est pris à partir de la zone centre de l'échantillon les tailles des grains entre 3 et 25 μm , ils sont allongés la microdureté Vickers moyenne est de l'ordre de 161.92.

V.2.3. micrographie route A grossissement x 100 , recuit 3 heures , 550°C
image prise à l'extrémité :

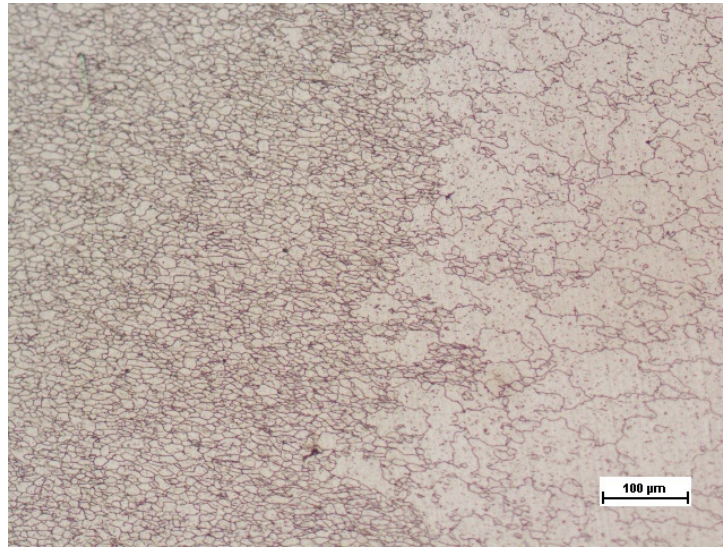


Figure V.15 : micrographie d'un lingot extrudé en 2 passes Route A recuit à 540° pendant 48 heures

Une partie de l'échantillon présente une structure équiaxe tandis que l'autre présente une structure lamellaire, une étude similaire a été réalisée sur un acier IF par [Kristian Mathis et al, journal of alloys and compounds, 509,3522-2011] selon la route BC après un récent la structure obtenue est équiaxe, sur une étude d'un IF réalisée par [Sujoys. Hazrer et al , Acta Materialia, 59,2011 4015-4029] après un recuit de 525°C pendant 72 heures, la structure par EBSD est équiaxe.

Par contre sur un alliage d'Al [Al_3Sc] l'étude réalisée par [A.Bommareddy en 2012, Journal of alloys and compounds ,527, 2012, 145,151] après un bref recuit à 450°C la structure obtenue est: un partie de l'échantillon gros grain , l'autre partie présente des grains fins (structure similaire à la notre).

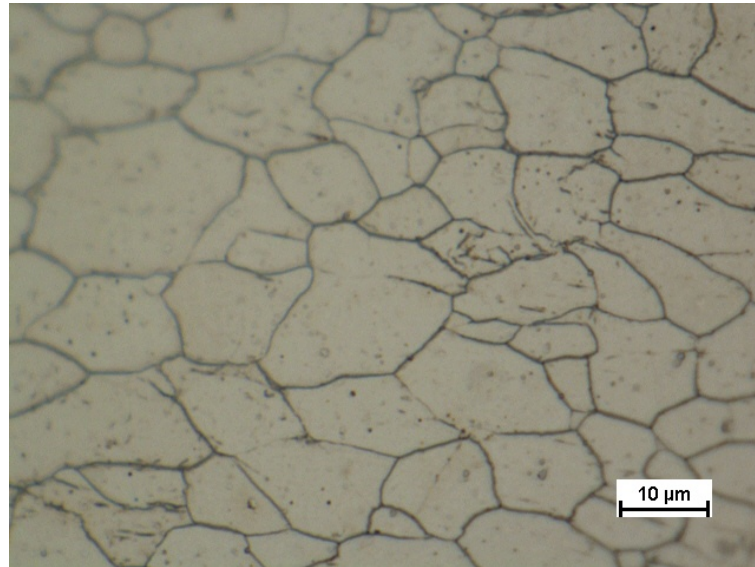


Figure V.16 : micrographie optique d'échantillon d'un lingot extrudé en route A recuit à 540° pendant 48 heures

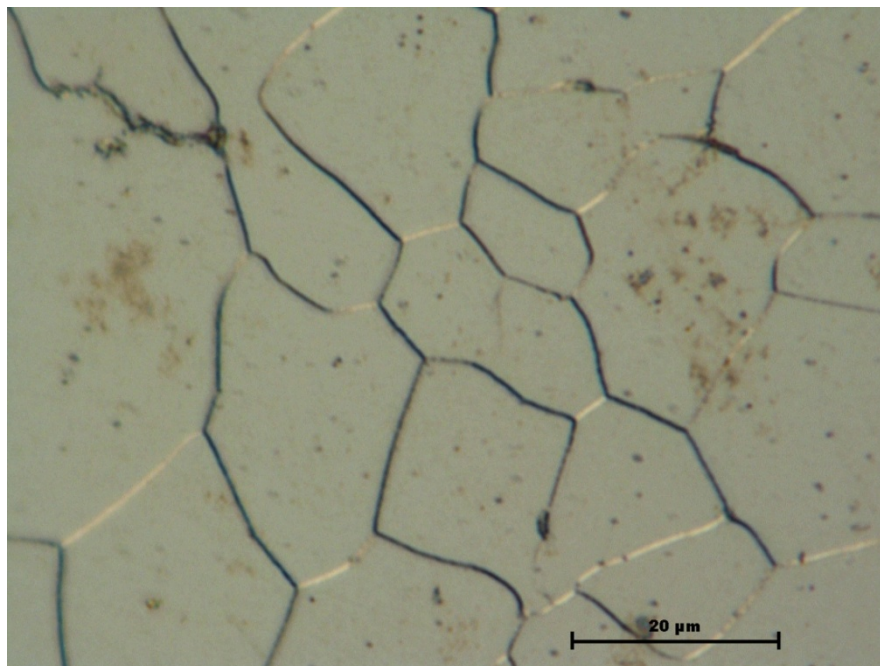


Figure V.17 : micrographie optique d'échantillon extrudé d'un lingot extrudé en route A à $\phi = 115^\circ$ aperçu x1500 recuit à 540° pendant 48 heures

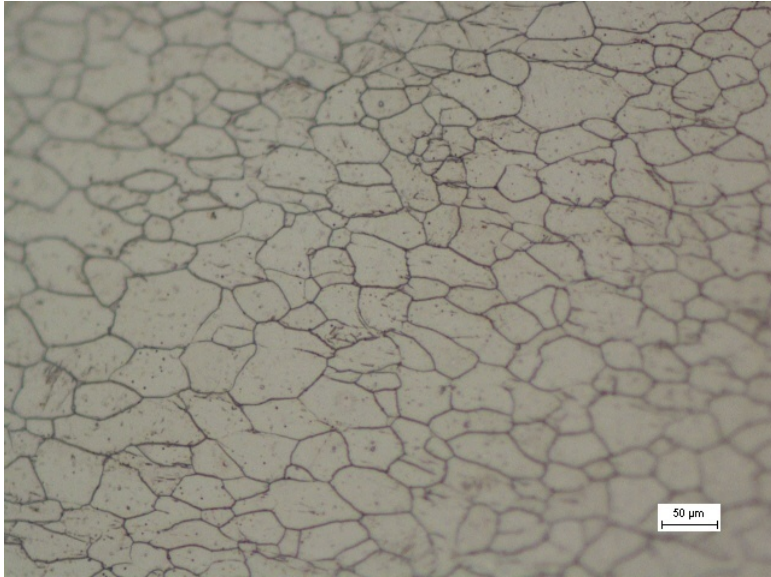
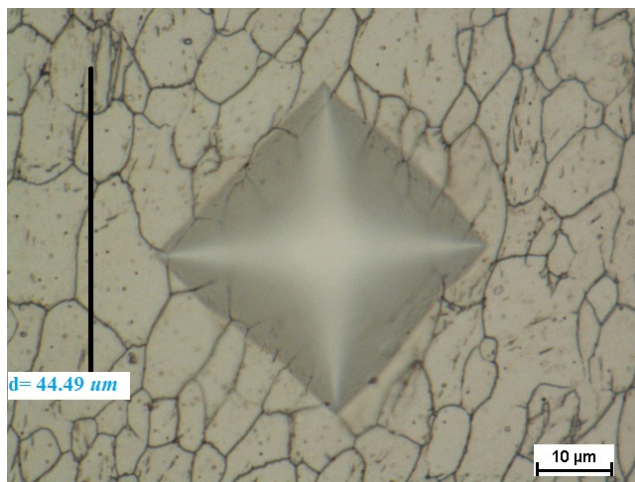


Figure IV.18 : micrographie optique d'un lingot extrudé en d'aciers IF 2 passes selon route A à $\phi = 115^\circ$ aperçu x500 recuit à 540° pendant 48 heures



N°	HV
1	226.8
2	218.4
3	216.4
4	193.3
5	189.2
6	181.2
7	211.0
8	182.0
9	186.7
10	199.4
HV moyenne	200.44

Figure V.19 : dureté Vickers échantillon déformé 2 passe route (A) à 115° recuit à 540° pendant 48 heures

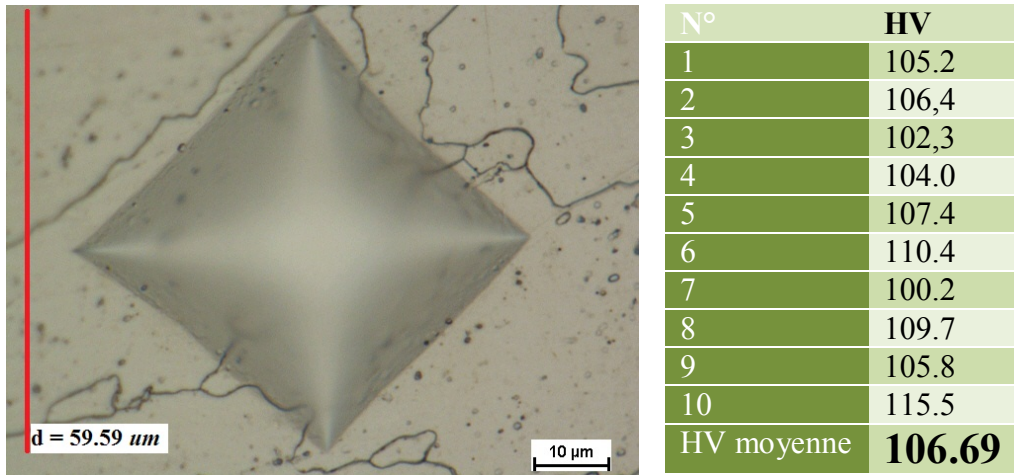


Figure V.20 : dureté Vickers échantillon déformé 2 passe route (A) à 115° recuit à 540° pendant 48 heures

Discussion:

- la **Figure (V.19)** zone entre la déformation est homogène, HV= 200,4
 la **Figure (V.20)** l'image est prise à partir de l'extrémité la dureté Vickers est de l'ordre de 106, 69 unités elle n'est pas éloignée de l'échantillon brut.

V.2.4. Micrographies d'échantillon IF déformé en route A , 6 passes à 115° recuit à 550° pendant 3 heures à l'extrémités dureté de vikcers: charge 200 gf; temps; 10 second :

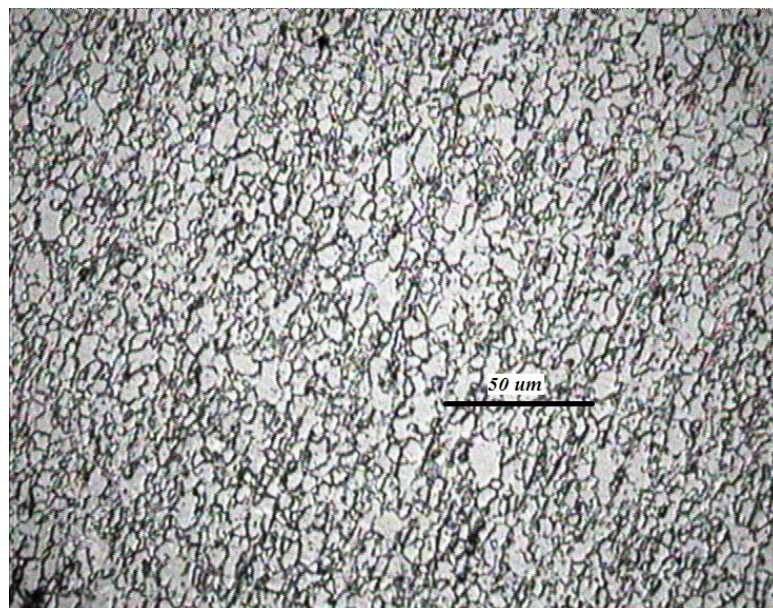


Figure V.21 : micrographie d'un lingot extrudé 6 passes en route A d'un aciers IF aperçu x600 recuit 3 heures 550°C (centre de l'échantillon).

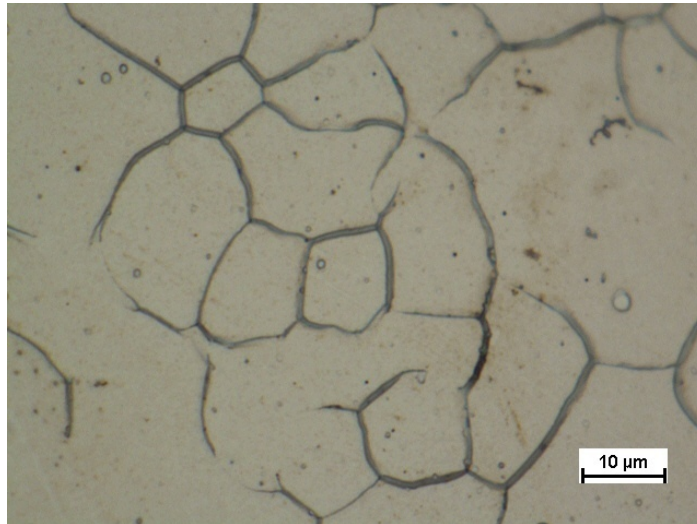


Figure V.22 : micrographie d'un lingot extrudé 6 passes en route A aciers IF
Aperçu x1000 recuit 3 heures 550°C (l'extrémité de l'échantillon).

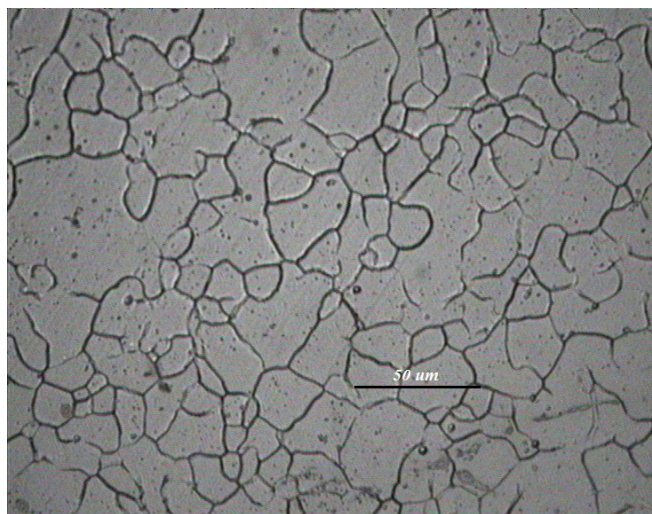


Figure V.23: micrographie d'un lingot extrudé 6 passes en route A d'un acier ,aperçu x600
recuit 3 heures 550°C (l'extrémité de l'échantillon).

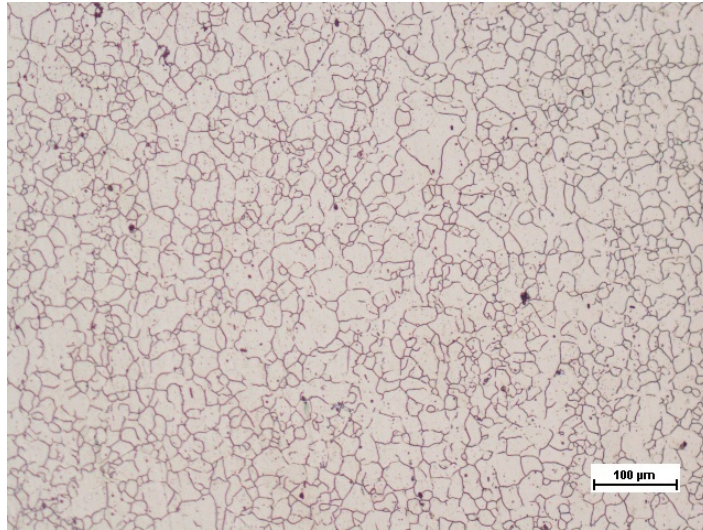


Figure V.24 : micrographie d'un lingot extrudé 6 passes en route A d'un aciers IF aperçu x100 recuit 3 heures 550°C (centre de l'échantillon).

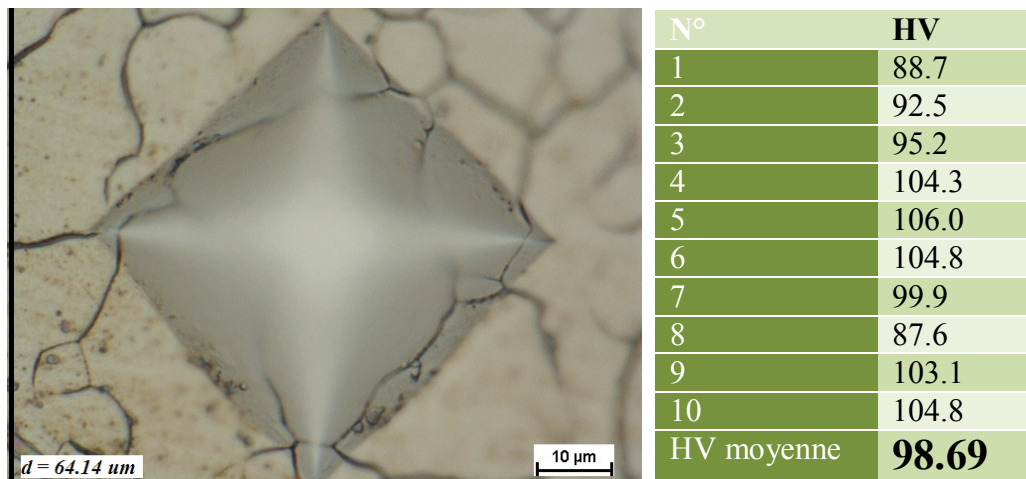
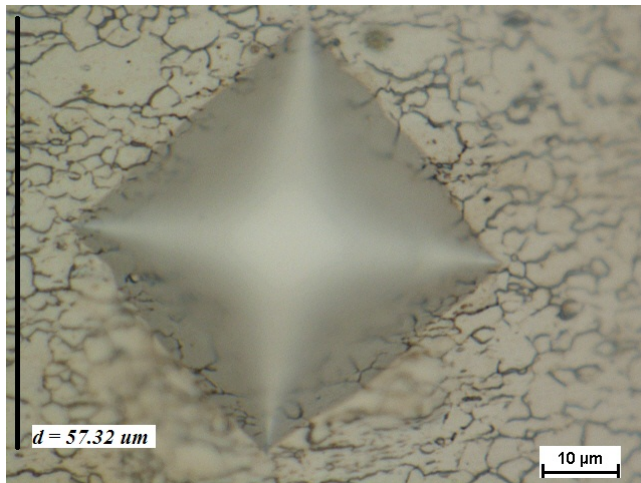


Figure V.25: dureté Vickers échantillon déformé 6 passes route (A) à 115° recuit à 540° pendant 3 heures l'extrémité de l'échantillon aperçu x 1000



N°	HV
1	112.9
2	104.8
3	105.5
4	107.6
5	107.2
6	119.2
7	113.0
8	116.1
9	128.2
10	110.6
HV moyenne	112.51

Figure V.26: dureté Vickers échantillon déformé 6 passes route (A) à 115° recuit à 540° pendant 3 heures

Discussion:

- **Figures (V.22), (V.23), (V.25)** : représente un micrographie optique d'échantillon d'acier (IF) déformé 6 passes en Route A recuit à 540° pendant 3 heures, la déformation n'est pas homogène, l'image est pris à partir de la zone à l'extrémités de l'échantillon, on observe des gros grains avec des tailles entre 20 et 30 µm, les tailles des grains ne sont pas les mêmes et la microstructure n'est pas homogène , on observe aussi des grains équiaxes qui montrent un léger allongement. la microdureté moyenne on constate que la sa valeur est HV moyenne = 98.69.
- **Figures (V.21), (V.24), (V.26):** représente un micrographie optique d'échantillon d'acier (IF) déformé est 6 passes Route A à recuit à 540° pendant 3 heures, la déformation homogène, l'image est pris à partir de la zone centre de l'échantillon, on observe des grains avec des tailles entre 2 et 20 µm, les tailles des grains ne sont pas les mêmes et la microstructure n'est pas homogène , on observe aussi des grains équiaxes. HV = 112.51.

Au centre de l'échantillon la microdureté est plus élevée que celle mesurée à l'extrémité de l'échantillon. Cela veut dire que les extrémités des échantillon se déforment moins que le centre. La dureté de notre éprouvette est de l'ordre de 80 , la déformation au extrémité n'est pas donc très éloignée de celle du départ. L'amplitude de la déformation au centre est plus élevée.

V.2.5. Micrographies d'échantillon IF déformé en route C , 2 passes à 115° recuit à 540° pendant 48 heures à l'extrémités dureté de vikcers: charge 200 gf; temps; 10 second :

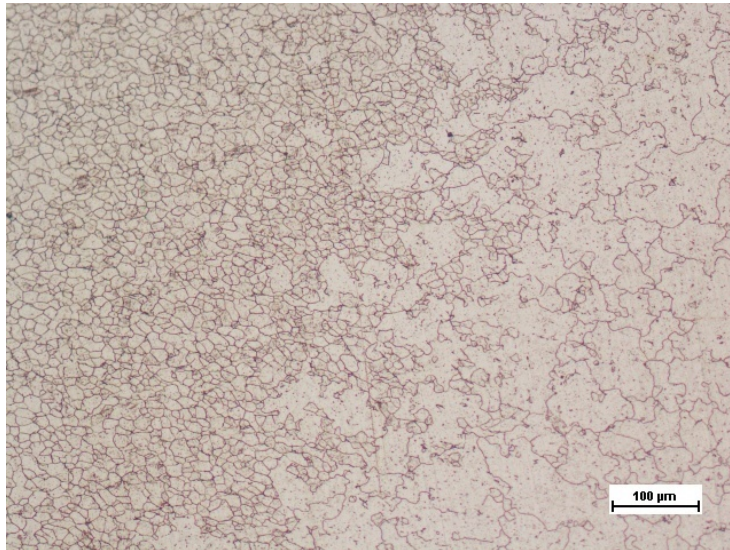


Figure V.27: micrographie d'un lingot extrudé 2 passes en route C d'acier IF aperçu x100 recuit à 540° pendant 48 heures

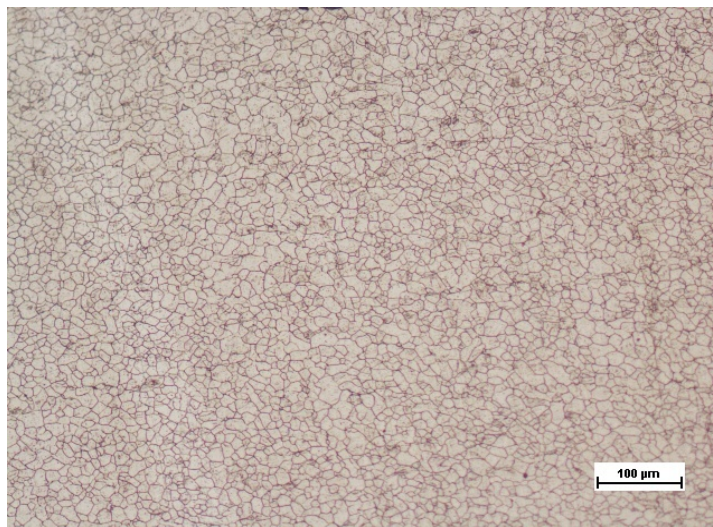


Figure V.28: micrographie d'un lingot extrudé 2 passes en route C d'acier IF aperçu x100 recuit à 540° pendant 48 heures

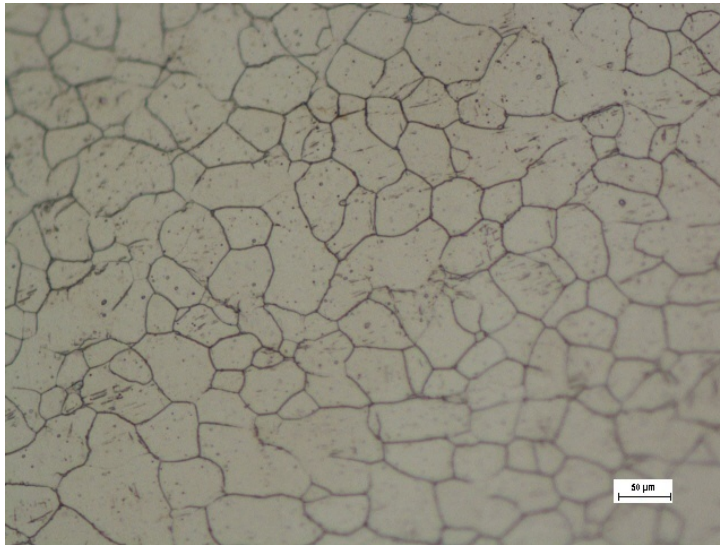
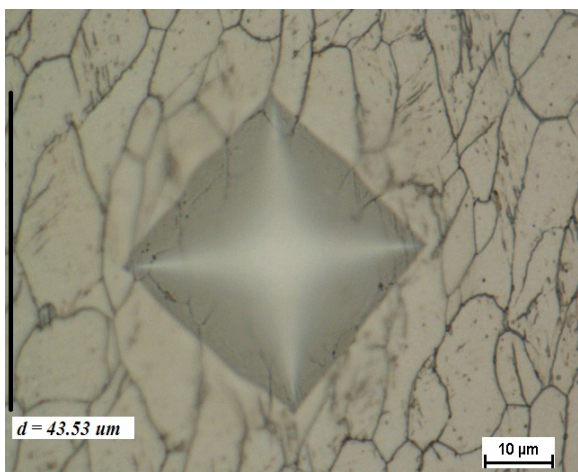
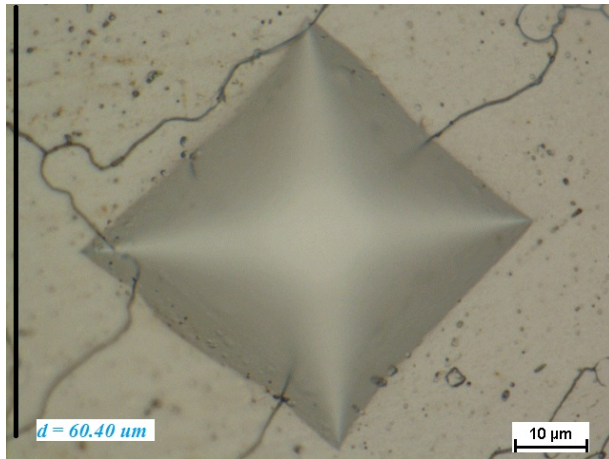


Figure V.29: micrographie d'un lingot extrudé 2 passes en route C d'acier IF recuit à 540° pendant 48 heures (centre de l'échantillon).



N°	HV
1	169.9
2	184.4
3	216.9
4	199.9
5	172.0
6	195.0
7	189.6
8	176.3
9	218.4
10	185.5
HV moyenne	190.79

Figure V.30: dureté Vickers échantillon déformé 2 passe route (C) à 115° recuit à 540° pendant 48 heures au centre d'échantillon aperçu x 1000



N°	HV
1	95.2
2	113.6
3	99.5
4	111.4
5	101.2
6	107.9
7	113.0
8	108.6
9	104.0
10	106.0
HV moyenne	106.04

Figure V.31: dureté Vickers échantillon déformé 2 passe route (C) à 115° recuit à 540° pendant 48 heures à l'extrémité aperçu x 1000

Discussion:

- **Figures (V.28) et (V.29)** : représente un micrographie optique d'échantillon d'acier (IF) est déformé est 2 passes Route C à recuit à 540° pendant 48 heures, la déformation homogène, l'image est pris à partir de la zone centre de l'échantillon, on observe des grains avec des tailles moyennes de 10 μm, les tailles des grains sont presque les mêmes et la microstructure est homogène , on observe aussi des grains équiaxes . Et une partie de l'échantillon présente des grains qui montrent un léger allongement. HV moyenne = 190.79

D'une part, étant donné que la structure n'est pas entièrement recristallisé selon la route C .

V.2.6. Les graphes de la micro dureté vickers et l'homogénéité :

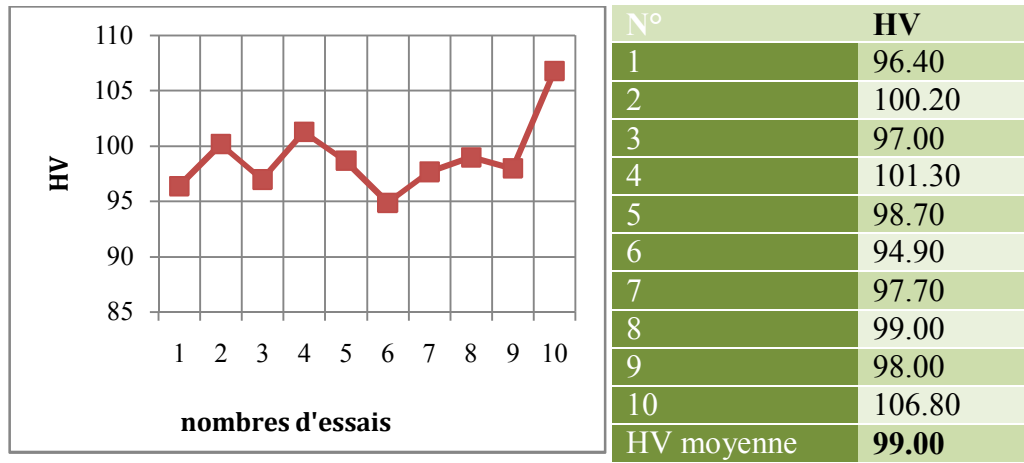


Figure VI.32: dureté Vickers échantillon déformé 2 passes route (A) à 115° sans recuit au extrimités .

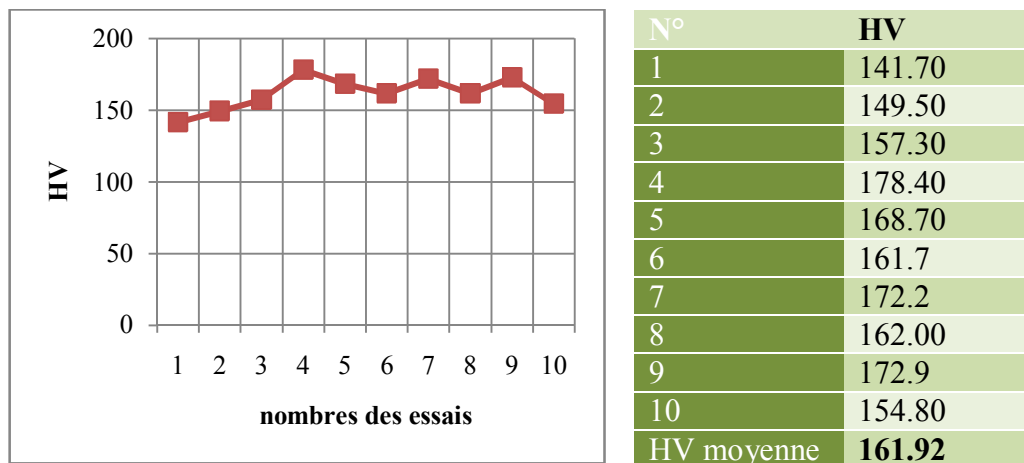
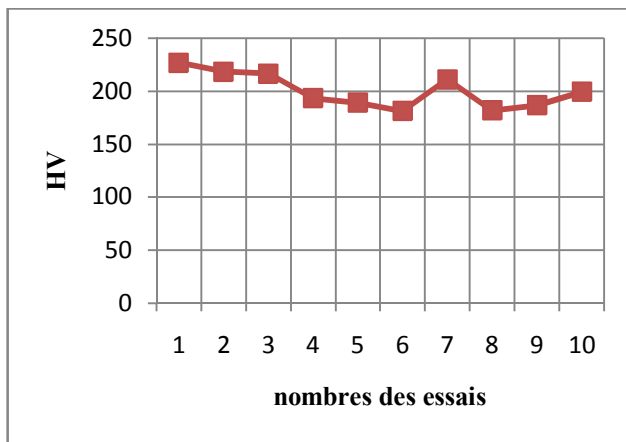
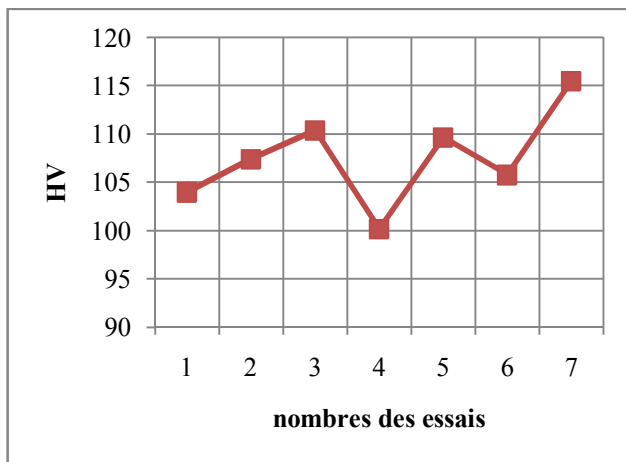


Figure V.33: dureté Vickers échantillon déformé 2 passe route (A) à 115° recuit à 540° pendant 3 heures Au centre.



N°	HV
1	226.8
2	218.4
3	216.4
4	193.3
5	189.2
6	181.2
7	211.0
8	182.0
9	186.7
10	199.4
HV moyenne	200.44

Figure V.34 : dureté Vickers échantillon déformé 2 passe route (A) à 115° recuit à 540° pendant 48 heures Au centre.



N°	HV
1	105.2
2	106,4
3	102,3
4	104.0
5	107.4
6	110.4
7	115.5
HV moyenne	106.69

Figure V.35: dureté Vickers échantillon déformé 2 passe route (A) à 115° recuit à 540° pendant 48 heures Au extrémités

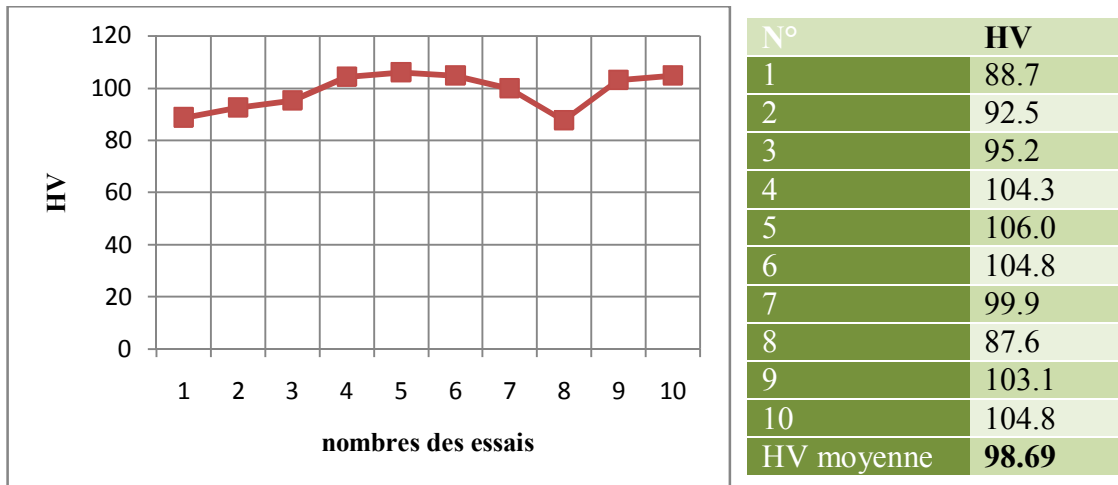


Figure V.36: dureté Vickers échantillon déformé 6 passes route (A) à 115° recuit à 540° pendant 3 heures au extrémités

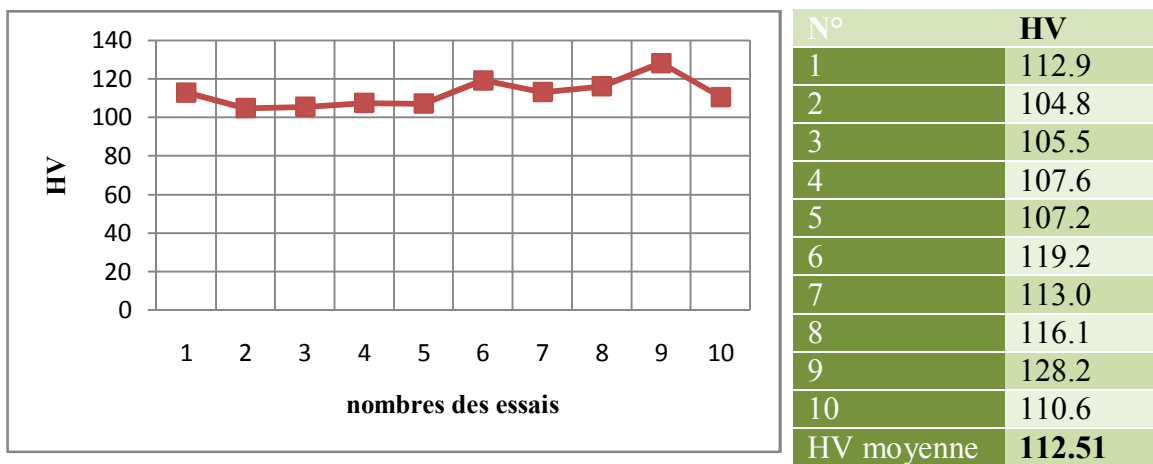
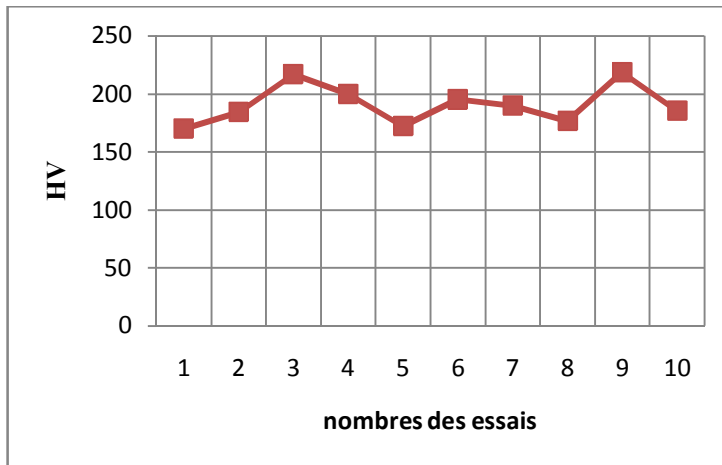
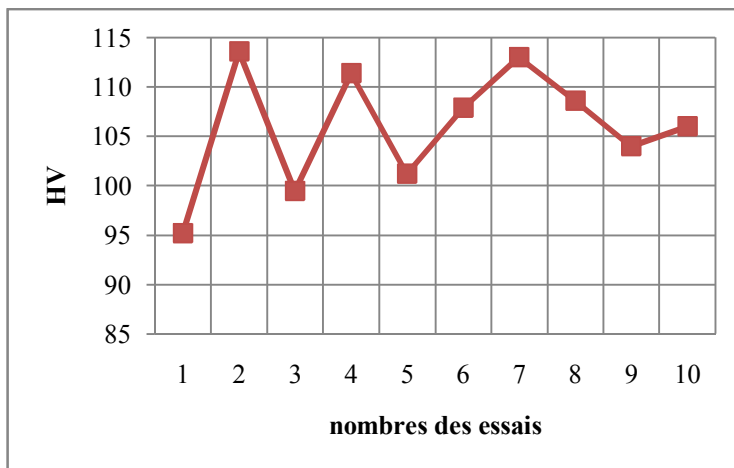


Figure V.37: ECAP : dureté Vickers échantillon déformé 6 passes route (A) à 115° recuit à 540° pendant 3 heures aux extrémités



N°	HV
1	169.9
2	184.4
3	216.9
4	199.9
5	172.0
6	195.0
7	189.6
8	176.3
9	218.4
10	185.5
HV moyenne	190.79

Figure V.38: ECAP : dureté Vickers échantillon déformé 2 passe route (C) à 115° recuit à 540° pendant 48 heures au centre



N°	HV
1	95.2
2	113.6
3	99.5
4	111.4
5	101.2
6	107.9
7	113.0
8	108.6
9	104.0
10	106.0
HV moyenne	106.04

Figure V.39: ECAP : dureté Vickers échantillon déformé 2 passe route (C) à 115° recuit à 540° pendant 48 heures au extrémité

Discussion:

Figure V.31: sur cette figure la différence entre les points Vickers n'est très marquée (12 points); Il en résulte une déformation presque homogène.

Figure V.32, Figure V.33 : sur ces figures la différence entre les points Vickers n'est très marquée (45 points); Il en résulte une déformation est inhomogène.

Figure V.36, Figure V.37: il en même

Figure V.38: la différence est marquée sur cette figure.

Sur les figures V.39 et V.38 il apparaît que la déformation est plus homogène.

V.2.7. Influence de route et nombre de passes:

La figure présente la variation de la microdureté Vickers avec l'augmentation de passes et différent routes.

Nombre de passes au centre	La microdureté HV
2 passe route (A) 48 H 540°C	200.44
2 passe route (C) 48 H 540°C	190.79

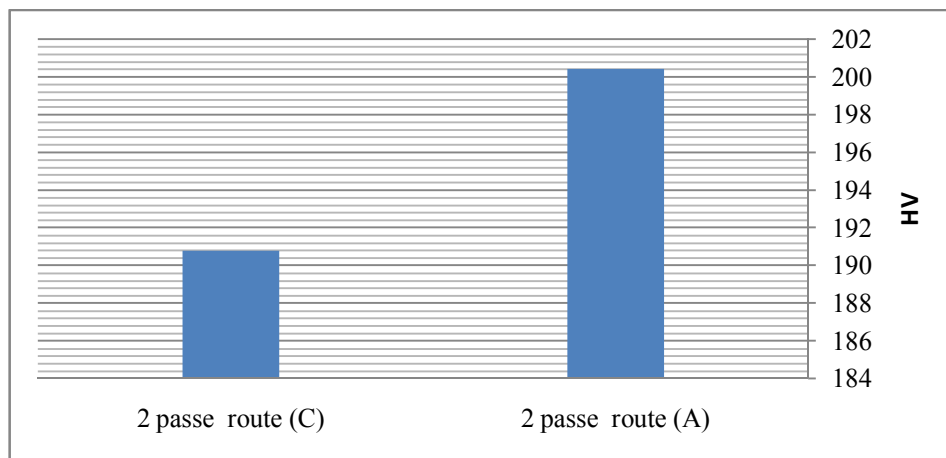


Figure V.40. Variation de la microdureté avec le nombre de passes dans L'aciers IF, 2 passe route (A) à 115° recuit à 540° pendant 48 heures et 2 passe route (C) à 115° recuit à 540° pendant 48 au centre.

Nombre de passes aux extrémités	La microdureté HV
2 passe route (A) 48 H 540°C	106.69
2 passe route (C) 48 H 540°C	106.04

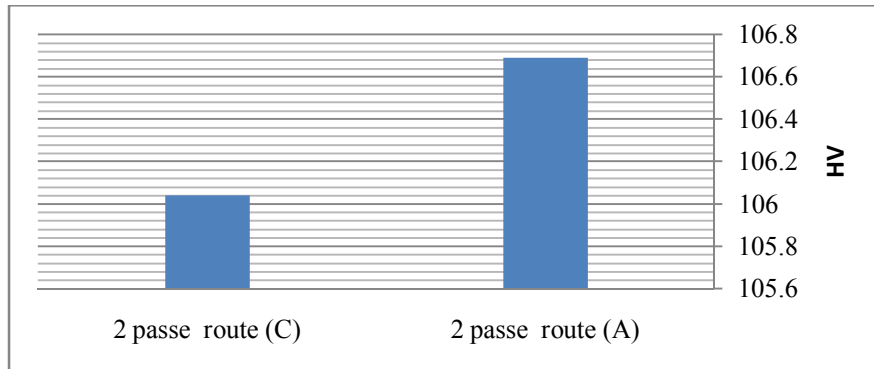


Figure V.41. Variation de la microdureté avec le nombre de passes dans L'aciers IF, : 2 passe route (A) à 115° recuit à 540° pendant 48 heures et 2 passe route (C) à 115° recuit à 540° pendant 48 heures au extrémités.

Nombre de passes au centre	La microdureté HV
2 passe route (A) 3 H 540°C	161.92
6 passe route (A) 3 H 540°C	112.51

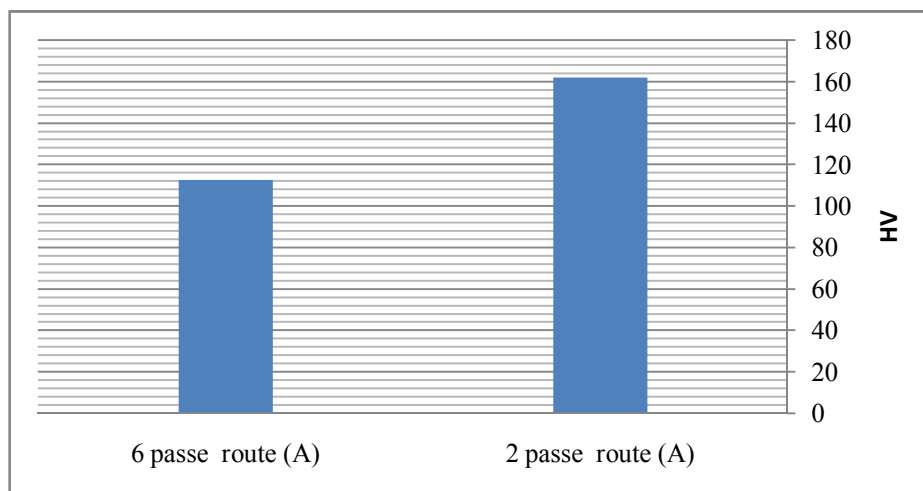


Figure V.42. variation de la microdureté avec le nombre de passes dans L'aciers IF, : 2 passe route (A) à 115° recuit à 540° pendant 3 h et 6 passes route (A) à 115° recuit à 540° pendant 3 heures au centre.

Nombre de passes au centre	La microdureté HV
2 passe route (A) 3 H 540°C	99.00
6 passe route (A) 3 H 540°C	98.69

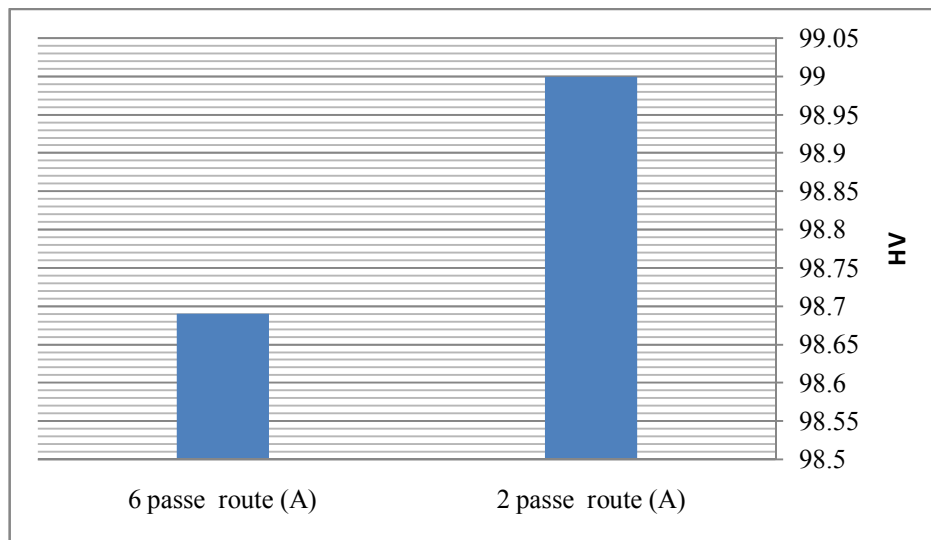


Figure V.43. variation de la microdureté avec le nombre de passes d'aciers IF, : 2 passe route (A) à 115° recuit à 540° pendant 3 h et 6 passes route (A) à 115° recuit à 540° pendant 3 heures au centre.

Nombre de passes au centre	La microdureté HV
2 passe route (A) 48 H 540°C	200.44
2 passe route (A) 3 H 540°C	99.00

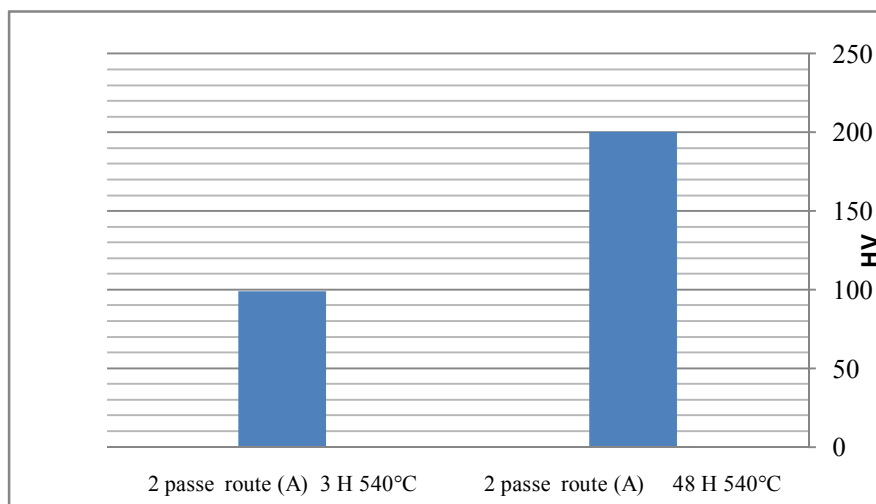


Figure V.44. Variation de la microdureté avec le nombre de passes d'aciers IF, : 2 passe route (A) à 115° recuit à 540° pendant 3 h et 2 passes route (A) à 115° recuit à 540° pendant 48 heures au centre.

Discussion:

- Les **Figure V.39 et V.40** représente la variation de la dureté selon le nombre de passe dans L'aciers IF, 2 passe route (A) recuit à 540° pendant 48 heures et 2 passe route (C) recuit à 540° pendant 48 centre d'échantillon.
En route C il y a ramollissement de notre éprouvette.
- Les **Figure V.41 et Figure V.42** représente la variation de la dureté avec le nombre de passes dans L'aciers IF, : 2 passe route (A) recuit à 540° pendant 3 h et 6 passes route (A) à 115° recuit à 540° pendant 3 heures au centre. on le nombre de passes ainsi que température de recuit et l'angle d'extrusion sont les mêmes, mais la route est différente le résultat donne que 2 passes route A est plus efficace que 6 passe route A pour donner une structure plus dure.
- La **Figure V.42** représente la variation de la dureté avec le nombre de passes d'aciers IF: où on trouve une différence claire entre la déformation de 2 passe route (A) recuit à 540° pendant 3 h et la transformation de 2 passes route (A).
La différence est marquée par la différence des microduretés HV=99,00 et HV=200,44

Conclusion générale:

Dans ce travail d'initiation à la recherche , nous avons étudié les microstructures et les propriétés mécaniques d'un acier à faible teneur en carbone Interstitiel Free en réalisant des recuits de recristallisation ainsi que des mesures de microdureté Vickers sur des éprouvettes déformées par Equal Channel Angular Pressing (ECAP) appelée aussi Extrusion Coudée à Aires Egales (ECAE).

Il a été observé que l'ECAP a un impact significatif sur l'évolution de la microstructure et les propriétés mécaniques.

A l'état brut c'est-à-dire avant la déformation l'acier IF est caractérisé par une microstructure homogène, formée par des grains équiaxes avec globalement la même taille entre 10 et 30 μm .

Une microstructure inhomogène, aux extrémités des échantillons ou la déformation n'est pas homogène

Après les observations microscopiques on remarque que les structures des échantillons déformés par ECAP sont différentes, on trouve deux types de structure une structure équiaxe et l'autre lamellaire, la structure équiaxe est obtenue d'après nos expérience selon la route A (2passes) à un recuit de 3 heures à 540°C, et via la route A (6passes) à 540°C et 48 heures sur la plupart de la zone de déformation, et suivant la route A (2passes) à 540°C et 48 heures sur la moitié de la zone de déformée.

Mais la structure lamellaire se trouve sur la moitié de la zone de déformation de la route A (2passes) à 540°C et 48 heures de recuit, et sur la plupart de la de la zone de déformation en route C (2passe) à 540°C et 48 heures.

Les résultats nous indiquent de recuit à 540°C influe d'une manière importante sur la taille des grains obtenus, et on confirme ce fait cette réalité par les essais de micro dureté, on remarque si l'on augmente le temps de traitement thermique de 3 heures au 48 heures pour une température fixe, on a remarque que la taille de grain augmente et la dureté diminue, selon le principe de la loi de hall-Petch.

On constate aussi que si l'on augmente le nombre de passes la dureté varie d'une manière brutale des la première passe et reste constante pour les passes consecutives, ce fait est vérifie par les travaux précédents notamment Bouasla et al Advanced Engineering Materials. 2008.2.10

Nous travaux confirment l'affinage structurel après des recuits de recristallisation certes, il n'est pas significatif (la taille des grains est encore grossière) mais c'est une première tentative car la recristallisation contrôlée a été peu étudié selon les travaux précédents car elle est difficile à maîtriser elle demande beaucoup de temps de matériel et matière (échantillons), le principe est lancé nous envisageons pour des études ultérieures d'obtenir des tailles de grains très fines en contrôlant mieux la recristallisation.