



**HAL**  
open science

# Etude de la structure et des propriétés de l'acier à béton après déformations à froid

Kostiantyn Tabalaiev

► **To cite this version:**

Kostiantyn Tabalaiev. Etude de la structure et des propriétés de l'acier à béton après déformations à froid. Sciences de l'ingénieur [physics]. Ecole Centrale de Lyon, 2010. Français. NNT : 2010ECDL0020 . tel-00566878

**HAL Id: tel-00566878**

**<https://theses.hal.science/tel-00566878>**

Submitted on 17 Feb 2011

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

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

# THÈSE

Présentée devant  
**L'ÉCOLE CENTRALE DE LYON**

Pour obtenir  
le titre de **DOCTEUR**

Spécialité : **Génie Des Matériaux**  
École doctorale : **Matériaux de Lyon**

*Cotutelle internationale entre l'École Centrale de Lyon (France) et l'Académie Nationale de  
Métallurgie d'Ukraine (Ukraine)  
sous les directions de D.TREHEUX et O. IVCHENKO*

Par

**Kostiantyn TABALAIEV**

---

---

## ÉTUDE DE LA STRUCTURE ET DES PROPRIÉTÉS DE L'ACIER À BÉTON APRÈS DÉFORMATION À FROID

---

---

Soutenue le 10 septembre 2010 devant la Commission d'examen :

A. FRACZKIEWICZ	Directeur de recherches (SMS/MTT, PECM, ENSMSE)	Rapporteur
I. KLIUSHNYK	Maître de conférences HDR (ANMU, Ukraine)	Rapporteur
C. LANGLADE BOMBA	Professeur (LERMS, UTBM)	Examineur
V. MASSARDIER	Maître de conférences (MATEIS, INSA de Lyon)	Examineur
X. KLEBER	Professeur (MATEIS, INSA de Lyon)	Examineur
B. COQUILLET	Maître de conférences (LTDS, ECL)	Invité
C. ESNOUF	Professeur émérite (INSA de Lyon)	Invité
D. TREHEUX	Professeur émérite (ECL)	Directeur de thèse





**ECOLE CENTRALE DE LYON**  
**DIRECTION DE LA RECHERCHE**

Liste des personnes Habilitées à Diriger des Recherches en poste à l'Ecole Centrale de Lyon

Nom-Prénom	Corps grade	Laboratoire ou à défaut département ECL	Etablissement
AURIOL Philippe	professeur	AMPERE	ECL
BEROUAL Abderrahmane	professeur	AMPERE	ECL
BURET François	maître de conférences	AMPERE	ECL
JAFFREZIC-RENAULT Nicole	directeur de recherche	AMPERE	CNRS/ECL
KRÄHENBÜHL Laurent	directeur de recherche	AMPERE	CNRS/ECL
MARTELET Claude	professeur	AMPERE	ECL
NICOLAS Alain	professeur	AMPERE	ECL
NICOLAS Laurent	directeur de recherche	AMPERE	CNRS/ECL
SIMONET Pascal	chargé de recherche	AMPERE	CNRS/ECL
THOMAS Gérard	professeur	AMPERE	ECL
VOLLAIRE Christian	maître de conférences	AMPERE	ECL

Nbre Ampère 11

HELLOUIN Yves	maître de conférences	DER EEA	ECL
LE HELLEY Michel	professeur	DER EEA	ECL

Nbre DER EEA 2

GUIRALDENQ Pierre	professeur émérite	DER STMS	ECL
VINCENT Léo	professeur	DER STMS	ECL

Nbre DER STMS 2

LOHEAC Jean-Pierre	maître de conférences	ICJ	ECL
MAITRE Jean-François	professeur émérite	ICJ	ECL
MARION Martine	professeur	ICJ	ECL
MOUSSAOUI Mohand	professeur	ICJ	ECL
MUSY François	maître de conférences	ICJ	ECL
ROUY MIRONESCU Elisabeth	professeur	ICJ	ECL
ZINE Abdel-Malek	maître de conférences	ICJ	ECL

Nbre ICJ 7

DAVID Bertrand	professeur	ICTT	ECL
----------------	------------	------	-----

Nbre ICTT 1

CALLARD Anne-Ségolène	maître de conférences	INL	ECL
CLOAREC Jean-Pierre	maître de conférences	INL	ECL



GAFFIOT Frédéric	professeur	INL	ECL
GAGNAIRE Alain	maître de conférences	INL	ECL
GARRIGUES Michel	directeur de recherche	INL	CNRS/ECL
GENDRY Michel	directeur de recherche	INL	CNRS/ECL
GRENET Geneviève	directeur de recherche	INL	CNRS/ECL
HOLLINGER Guy	directeur de recherche	INL	CNRS/ECL
JOSEPH Jacques	professeur	INL	ECL
KRAWCZYK Stanislas	directeur de recherche	INL	CNRS/ECL
LETARTRE Xavier	chargé de recherche	INL	CNRS/ECL
MARTIN Jean-René	professeur émérite	INL	ECL
O'CONNOR Ian	maître de conférences	INL	ECL
PHANER-GOUTORBE Magali	professeur	INL	ECL
ROBACH Yves	professeur	INL	ECL
SAINT-GIRONS Guillaume	chargé de recherche	INL	CNRS/ECL
SEASSAL Christian	chargé de recherche	INL	CNRS/ECL
SOUTEYRAND Eliane	directeur de recherche	INL	CNRS/ECL
TARDY Jacques	directeur de recherche	INL	CNRS/ECL
VIKTOROVITCH Pierre	directeur de recherche	INL	CNRS/ECL

Nbre INL 20

CHEN Liming	professeur	LIRIS	ECL
-------------	------------	-------	-----

Nbre LIRIS 1

BAILLY Christophe	professeur	LMFA	ECL
BERTOGLIO Jean-Pierre	directeur de recherche	LMFA	CNRS/ECL
BLANC-BENON Philippe	directeur de recherche	LMFA	CNRS/ECL
BOGEY Christophe	chargé de recherche	LMFA	CNRS/ECL
CAMBON Claude	directeur de recherche	LMFA	CNRS/ECL
CARRIERE Philippe	chargé de recherche	LMFA	CNRS/ECL
CHAMPOUSSIN J-Claude	professeur émérite	LMFA	ECL
COMTE-BELLOT genevièvre	professeur émérite	LMFA	ECL
FERRAND Pascal	directeur de recherche	LMFA	CNRS/ECL
GALLAND Marie-Annick	maître de conférences	LMFA	ECL
GODEFERD Fabien	chargé de recherche	LMFA	CNRS/ECL
GOROKHOVSKI Mikhail	professeur	LMFA	ECL
HENRY Daniel	directeur de recherche	LMFA	CNRS/ECL
JEANDEL Denis	professeur	LMFA	ECL
JUVE Daniel	professeur	LMFA	ECL
LE RIBAUT Catherine	chargée de recherche	LMFA	CNRS/ECL
LEBOEUF Francis	professeur	LMFA	ECL
PERKINS Richard	professeur	LMFA	ECL
ROGER Michel	professeur	LMFA	ECL
SCOTT Julian	professeur	LMFA	ECL
SHAO Liang	chargé de recherche	LMFA	CNRS/ECL
SIMOENS Serge	chargé de recherche	LMFA	CNRS/ECL
TREBINJAC Isabelle	maître de conférences	LMFA	ECL

Nbre LMFA 23

BENAYOUN Stéphane	professeur	LTDS	ECL
CAMBOU Bernard	professeur	LTDS	ECL
COQUILLET Bernard	maître de conférences	LTDS	ECL

DANESCU Alexandre	maître de conférences	LTDS	ECL
FOUVRY Siegfried	chargé de recherche	LTDS	CNRS/ECL
GEORGES Jean-Marie	professeur émérite	LTDS	ECL
GUERRET Chrystelle	chargé de recherche	LTDS	CNRS/ECL
HERTZ Dominique	past	LTDS	ECL
ICHCHOU Mohamed	maître de conférences	LTDS	ECL
JEZEQUEL Louis	professeur	LTDS	ECL
JUVE Denyse	ingénieur de recherche	LTDS	ECL
KAPSA Philippe	directeur de recherche	LTDS	CNRS/ECL
LE BOT Alain	chargé de recherche	LTDS	CNRS/ECL
LOUBET Jean-Luc	directeur de recherche	LTDS	CNRS/ECL
MARTIN Jean-Michel	professeur	LTDS	ECL
MATHIA Thomas	directeur de recherche	LTDS	CNRS/ECL
MAZUYER Denis	professeur	LTDS	ECL
PERRET-LIAUDET Joël	maître de conférences	LTDS	ECL
SALVIA Michelle	maître de conférences	LTDS	ECL
SIDOROFF François	professeur	LTDS	ECL
SINOUE Jean-Jacques	maître de conférences	LTDS	ECL
STREMSDOERFER Guy	professeur	LTDS	ECL
THOUVEREZ Fabrice	professeur	LTDS	ECL
TREHEUX Daniel	professeur	LTDS	ECL
VANNES André-Bernard	professeur émérite	LTDS	ECL

Nbre LTDS 25

Total HdR ECL

91

## *Remerciements*

Ce travail a été réalisé en cotutelle entre le Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes « LTDS » de l'Ecole Centrale de Lyon et le Département de Traitement Thermique des Métaux « TTM » de l'Académie Nationale de Métallurgie d'Ukraine.

J'exprime tout d'abord toute ma gratitude et mes sincères remerciements à mes tuteurs qui ont encadré et soigneusement dirigé ce travail, qui m'ont soutenu et suivi tout au long de ma thèse. Merci pour vos conseils et pour l'enthousiasme constant porté à cette recherche. Ce sont Messieurs :

- Daniel TREHEUX, professeur émérite de l'Ecole Centrale de Lyon ;
- Oleksandr IVCHENKO, chargé de recherches à l'Académie Nationale de Métallurgie d'Ukraine.

J'adresse mes remerciements aux membres du jury qui ont consacré de leur temps à cette thèse et plus particulièrement à Madame Anna FRACZKIEWICZ, Directeur de recherches à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, et Monsieur Iurii KLIUSHNYK, Maître de conférences HDR à l'Académie Nationale de Métallurgie d'Ukraine, pour avoir accepté d'être les rapporteurs de ce travail ainsi qu'à Cécile LANGLADE BOMBA, Professeur à Université de technologie de Belfort-Montbéliard, pour avoir présidé ce jury.

Je remercie vivement Monsieur Claude ESNOUF, Professeur émérite à l'Institut National des Sciences Appliquées, pour son rôle très important de « parrain » de cette thèse ainsi que pour le temps qu'il m'a consacré, pour son aide et ses conseils en microscopie électronique en transmission.

Je souhaite témoigner toute ma gratitude à l'ensemble des membres de LTDS et du TTM, à tous ceux qui ont contribué à l'aboutissement de ce travail, à ceux que j'ai côtoyé pendant ces années de thèse. Un grand merci à tous les thésards ukrainiens, biélorusses, russes, polonais, algériens, tunisiens et permanents que j'ai croisés au cours de mes travaux de thèse. Merci pour votre soutien et votre participation important dans mon travail et ma vie quotidienne.

J'exprime ma profonde reconnaissance au Centre Franco-Ukrainien de Coopération Universitaire et Scientifique de l'ambassade de France en Ukraine pour m'a accordé une bourse du Gouvernement Français pendant la réalisation de mon travail de thèse.

Enfin, je dédie ce travail à mon épouse Inna et ma petite fille Maria ainsi que à ma mère Ludmila et mon père Valeri en témoignage de ma profonde affection et mon éternelle reconnaissance pour leur soutien pendant toutes mes études malgré mon éloignement fréquent. Sans vous rien de tout cela n'aurait été possible.



## Résumé

Les propriétés généralement demandées aux armatures pour béton armé doivent répondre à des exigences particulières précisées dans des normes nationales, européennes et internationales. Actuellement, dans la pratique de la production de l'acier à béton, on tend à substituer différentes nuances d'armature par une armature unifiée ayant une valeur de limite d'élasticité minimale de 500 MPa. Le remplacement des ronds à béton de nuance 400MPa par cette armature conduit à une économie de métal de l'ordre de 10-20 % d'après les estimations de différents spécialistes.

Il existe, généralement, plusieurs techniques de fabrication des armatures, dont la déformation à chaud suivie d'un refroidissement accéléré sous flux d'eau (traitement thermomécanique ou Thermomechanical Control Process – TMCP), ainsi que la déformation à froid (tréfilage à travers une filière conique et une filière à rouleaux, microlaminage...), qui se heurte cependant à l'impossibilité de satisfaire aux exigences des Normes vis-à-vis des propriétés de résistance ( $R_e \geq 500\text{MPa}$ ) et de plasticité.

Le présent travail a pour but le développement d'un procédé combiné de production d'acier à béton profitant des aspects positifs de deux types de déformation, à chaud ainsi qu'à froid, sous forme du traitement combiné mécano-thermomécanique (post déformations à froid après le TMCP), et d'étudier la possibilité de production d'aciers à béton de qualité 500 MPa (B(A)500), de petits diamètres, en couronne, répondant aux exigences des Normes modernes. L'objectif scientifique de ce travail est d'étudier les mécanismes microstructuraux qui se produisent lors de la déformation à froid de l'acier préalablement traité thermomécaniquement et leurs conséquences sur l'évolution des propriétés mécaniques.

Plusieurs nuances d'acier bas carbone de différents diamètres ont été étudiées. De nombreuses techniques de caractérisation macroscopique et microscopique de la structure de l'acier ont été utilisées: traction monotone, essais de microdureté, microscopie optique, microscopie électronique à balayage (MEB) et en transmission (MET), diffraction des rayons X, spectrométrie mécanique..

Les résultats des essais montrent qu'il est possible d'obtenir avec assurance l'armature de qualité B(A)500, possédant des propriétés mécaniques qui dépassent les exigences des normes, à l'aide d'une déformation par torsion avec un cisaillement maximal de 22% , pour des aciers à 0,15 -0,2 % C(en poids), faiblement alliés en Mn et Si et traités thermomécaniquement. La déformation par torsion provoque une augmentation de dureté en surface mais aussi au cœur de l'armature. Cette augmentation de dureté à cœur peut être amplifiée par le traitement thermique de vieillissement à 100°C correspondant à l'utilisation en Génie Civil. Cet effet, lié aux interactions dislocation-impuretés interstitielles, a été expliqué grâce à la MET et à l'étude du frottement intérieur.

**Mots clés** : béton armé, armature en acier, traitements thermomécaniques, déformation à froid, traitement mécano-thermomécanique, torsion, vieillissement.



## **Abstract**

Properties which are required from an armature for the reinforced concrete should satisfy the requirements of National, European and International standards. At the present time, in practice of armature production, there is a tendency of replacement of various classes of reinforcing steels by the unified armature with the minimum value of yield strength of 500 MPa. Replacement of the armature of the 400 MPa class by such reinforcing steel brings the economy of metal of an order of 10-20 % according to the estimations of various experts.

In general, a set of production technologies of the armature exists, including hot deformation with the subsequent accelerated cooling in water – Thermomechanical Control Process (TMCP), and also cold deformation (drawing in conic die block, drawing in roller die block, microrolling) which nevertheless face the impossibility to provide the required strength (yield strength  $\geq$  500MPa) and plastic properties.

The technological purpose of the given work is:

- development of the combined mechano-thermomechanical processing of armature's production which would combine positive aspects of hot and cold deformations (post deformation processing after TMCP);
- examination of possibility to manufacture the reinforcing steel of the class of 500MPa (B(A)500) of the small diameter, in coils, meeting the requirements of modern standards.

The scientific objective of the work is the analysis of change of the microstructure of reinforcing steels after the cold deformation which is preliminary subjected to thermomechanical processing, and, also, the examination of the influence of microstructural effect on change of mechanical properties of steels.

In the present study, a significant quantity of grades of low-carbon steels of various diameters has been investigated. Also, different techniques for macroscopical and microscopical characterization of the steel structures have been applied: tensile tests, micro-hardness test, optical microscopy, scanning electron microscopy (SEM), transmission electron microscopy (TEM), X-ray analysis and mechanical spectroscopy.

Results of tests show that it is possible to obtain, with assurance, the reinforcing steel of the strength class B(A)500, with a complex of the mechanical properties surpassing the requirements of standards. For this purpose it is proposed to use the deformation by cold torsion with the maximum relative shear of 22 %, after thermomechanical processing, for steels with carbon content of 0,15...0,25% and alloyed with Mn and Si. Deformation by torsion provides an increase of hardness not only on the surface, but also in the core of armature. The effect of hardness increase can be strengthened by means of thermal ageing at 100°C corresponding to the use in Civil Engineering. This effect, related to the dislocations- interstitial impurities interactions, was explained thanks to MET and internal friction effect.

**Key words:** reinforced concrete, reinforcing steel, thermomechanical control process, cold deformation, combined mechano-thermomechanical processing, torsion, thermal ageing.





**SOMMAIRE GENERAL**

## Sommaire général

## Sommaire général

INTRODUCTION GÉNÉRALE.....	1
PARTIE I ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	7
INTRODUCTION.....	9
CHAPITRE 1 ASPECTS MÉTALLURGIQUES DE LA PRODUCTION DE L'ACIER POUR BÉTON ARMÉ.....	11
1-1 Élaboration de l'acier.....	11
1-2 Coulée de l'acier.....	13
1-3 Mise en forme de l'acier.....	14
1-3.1 Laminage à chaud.....	15
1-3.1.1 Laminage contrôlé.....	15
1-3.1.1.1 Rôle des éléments d'addition.....	15
1-3.1.1.2 Rôle de la taille de grains.....	18
1-3.1.2 Technique de refroidissement après le laminage.....	19
1-3.1.3 Formation de la structure après le traitement thermomécanique.....	22
1-3.1.3.1 Formation de la structure après la déformation à chaud.....	22
1-3.1.3.2 Formation de la structure après le refroidissement.....	26
1-4 Problèmes de production de l'acier à béton par déformation à chaud.....	28
1-5 Conclusion.....	29
CHAPITRE 2 PRODUCTION DE L'ARMATURE POUR BÉTON PAR DÉFORMATION À FROID.....	31
2-1 Généralités sur la déformation à froid par tréfilage.....	31
2-2 Particularité de tréfilage classique.....	34
2-3 Particularité du microlaminage et du tréfilage à travers une filière à rouleaux.....	35
2-4 Problèmes de production de l'acier à béton par déformation à froid.....	37
2-5 Conclusion.....	39
CHAPITRE 3 NORMALISATION.....	41
3-1 Propriétés mécaniques.....	41
3-2 Composition chimique.....	46
3-3 Conclusion.....	48
CHAPITRE 4 AUTRES TYPES DE DÉFORMATION À FROID.....	49
4-1 Déformation par traction.....	49
4-2 Déformation par torsion.....	51
4-3 Déformation par flexion.....	55
4-4 Conclusion.....	57

## Sommaire général

POSITION DE NOTRE ÉTUDE.....	59
PARTIE II MATÉRIAUX ET TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES.....	61
INTRODUCTION.....	63
CHAPITRE 1 MATÉRIAUX UTILISÉS.....	65
1-1 Compositions chimiques des aciers utilisés.....	65
1-2 Paramètres de traitements utilisés.....	68
1-2.1 Paramètres de traitement thermomécanique.....	69
1-2.2 Paramètres de traitement d'écrouissage.....	69
1-2.3 Paramètres de traitement thermique de vieillissement.....	69
CHAPITRE 2 TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES.....	71
2-1 Essais mécaniques.....	71
2-1.1 Essais de traction.....	71
2-1.2 Essais de microdureté.....	72
2-1.3 Essais de torsion.....	74
2-2 Essais métallographiques.....	74
2-2.1 Microscopie optique.....	74
2-2.2 Microscopie électronique à balayage.....	75
2-3 Étude de sous-structure.....	77
2-3.1 Microscopie électronique en transmission (MET).....	78
2-3.1.1 Modes d'observation.....	79
2-3.2 Diffraction des rayons X (DRX).....	80
2-3.2.1 Généralités.....	80
2-3.2.2 Contraintes résiduelles après la déformation.....	82
2-3.2.2.1 Contraintes résiduelles du I <sup>er</sup> ordre.....	83
2-3.2.2.2 Contraintes résiduelles du II <sup>ème</sup> ordre.....	91
2-3.2.2.3 Description des diffractomètres utilisés.....	103
2-3.2.2.4 Préparation des échantillons.....	105
2-3.3 Frottement intérieur.....	106
2-3.3.1 Description de l'appareillage pour l'étude du frottement intérieur.....	109
CONCLUSION.....	111
PARTIE III RÉSULTATS OBTENUS ET LEUR DISCUSSION.....	113
INTRODUCTION.....	115
CHAPITRE 1 RÉSULTATS DES ESSAIS MÉCANIQUES.....	117

## Sommaire général

1-1 Essais de traction.....	117
1-1.1 Comparaison des différents types de déformation à froid.....	117
1-1.2 Combinaison des différents types de déformation.....	124
1-1.3 Influence de l'angle de torsion sur les propriétés mécaniques.....	128
1-1.4 Comparaison du régime de déformation proposé avec les exigences des normes anciennes.....	138
1-1.5 Traitement thermique de vieillissement de l'acier à béton après torsion.....	139
1-1.6 Caractérisation des diagrammes de traction après torsion.....	141
1-2 Essais de microdureté.....	144
1-3 Conclusion.....	153
CHAPITRE 2 CARACTÉRISATION MICROSTRUCTURALE.....	157
2-1 Microscopie optique.....	157
2-2 Microscopie électronique à balayage.....	165
2-3 Conclusion.....	168
CHAPITRE 3 CARACTÉRISATION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES.....	169
3-1 Contraintes résiduelles du I <sup>er</sup> ordre.....	169
3-2 Contraintes résiduelles du II <sup>ème</sup> ordre.....	177
3-3 Conclusion.....	186
CHAPITRE 4 CARACTÉRISATION DE LA SOUS-STRUCTURE D'ACIERS.....	189
4-1 Microscopie électronique en transmission.....	189
4.1.1 Comparaison avec les résultats de DRX.....	197
4-2 Frottement intérieur.....	198
4-2.1 Relaxation de Snoek.....	199
4-2.2 Relaxation de Snoek-Köster.....	201
4-2.3 Procédure expérimentale.....	202
4-2.4 Résultats expérimentaux et leur discussion.....	203
4.3 Conclusion.....	206
CONCLUSIONS GÉNÉRALES ET PERSPECTIVES.....	209
RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	217

## Sommaire général

# **INTRODUCTION GÉNÉRALE**





Le béton armé est un matériau complexe constitué par la réunion de deux matériaux « simples » : le béton et l'acier disposés de façon à utiliser d'une manière économique et rationnelle les résistances propres de chacun d'eux.

Le béton qui doit son nom au bitume du Moyen-Orient, est connu depuis plusieurs milliers d'années. Les romains l'employaient fréquemment pour le remplissage de maçonneries dont les coffrages étaient constitués par des murs de briques.

Depuis l'Antiquité jusqu'à une époque récente, c'était la chaux qui permettait de lier les granulats, afin d'obtenir un corps solide. La chaux, qui conduisait à des résistances fortes convenables, présentait cependant un grave inconvénient : elle était en effet soluble dans l'eau, ce qui conduisit à de graves déboires, notamment en matière de fondations fluviales. Le ciment apparut au 18<sup>ème</sup> siècle, et permit d'obtenir des bétons beaucoup plus résistants, et surtout plus durables [1].

Le béton aujourd'hui est le matériau le plus répandu et presque irremplaçable dans le domaine du génie civil. Il n'existe pas de matériau qui pourrait prendre le relais pour constituer la très grande majorité des pieux, semelles de fondations, murs de soutènement, parois et ossatures de bâtiments, ponts et autres ouvrages.

D'autre part, malgré une très longue histoire, le béton armé est un matériau qui est en train de se développer. De nombreuses recherches fondamentales ont révélé pour l'industrie des améliorations très sensibles de qualités et des conditions d'emploi du béton : bétons à haute résistance, bétons légers, bétons de fibres, bétons aux polymères [2].

Ce n'est qu'au milieu du 19<sup>ème</sup> siècle, avec l'avènement de l'ère industrielle, que fut inventé le béton armé : en 1855 Lambot présentait un bateau en ciment armé à l'Exposition de Paris. L'invention de Lambot fut rapidement suivie par l'ouverture de nombreux champs d'applications par Monier, Coignet, Hennebique sur le plan pratique, puis de Considère, Rabut, Mesnager sur le plan théorique [1].

Durant la deuxième moitié du 19<sup>ème</sup> siècle les fers plats utilisés à l'origine furent progressivement remplacés par des barres rondes en fer, puis en acier. Depuis cette époque, les améliorations de la qualité des matériaux ont été apportées surtout avec l'apparition des ronds d'acier lisses, puis des barres à haute adhérence (HA), et la mise au point de ciments de meilleure qualité, et de toute une gamme d'adjuvants.

Du point de vue mécanique (résistance des matériaux) le béton est un matériau qui résiste bien à la compression, mais très médiocrement à la traction, voilà pourquoi il s'agit de renforcer le béton par des armatures orientées autant que possible suivant la direction des isostatiques de traction.

À présent, le génie civil demande de l'acier pour béton armé avec des qualités de plus en plus élevées, souvent contradictoires : bonne résistance mécanique et bonne plasticité. Ce fait se fonde essentiellement sur deux circonstances. La première est la nécessité de garantir la sécurité et la solidité nécessaire des bâtiments, dont le nombre d'étages augmente en permanence allant jusqu'aux gratte-ciel. La deuxième est le facteur économique qui joue aussi un rôle : plus l'armature est résistante, plus la consommation en aciers est faible.

Les propriétés généralement demandées aux armatures doivent répondre à des exigences particulières précisées dans des normes. Actuellement, dans la pratique de la production de l'acier à béton, on tend à substituer différentes nuances d'armature par l'armature unifiée ayant la valeur de limite d'élasticité minimale de 500 MPa. Il existe, généralement, plusieurs techniques de fabrication, y compris la déformation à chaud suivie d'un refroidissement accéléré sous flux d'eau, ainsi que la déformation à froid.

Malgré un assez haut niveau de technologie et de techniques de production de l'acier à béton dans le monde, les difficultés considérables apparaissent lors de la production des armatures de petit diamètre, en couronnes, devant répondre aux critères de qualité imposés par des normes (limite d'élasticité, propriétés plastiques...).

Le présent travail a pour but le développement d'un procédé combiné de production d'acier à béton profitant des aspects positifs de deux types de déformation : à chaud ainsi qu'à froid, et d'étudier la possibilité de production d'aciers à béton de qualité B500, de petits diamètres, en couronne, répondant aux exigences des normes modernes.

De plus, l'objectif à terme de ce travail est de mettre en évidence le rapport entre la structure et les propriétés de l'acier bas carbone après déformation à froid spécifique par torsion à l'aide de différentes techniques expérimentales. Pour cela il faut maîtriser le comportement mécanique à partir de l'étude de micro- et sous-structures de l'acier et du champ des contraintes qui déterminent les propriétés finales du produit.

Cette thèse, réalisée en cotutelle entre l'Académie Nationale de Métallurgie d'Ukraine (Dnipropetrovsk, Ukraine) et l'École Centrale de Lyon, poursuit deux buts principaux :

- scientifique : l'étude du comportement des aciers bas carbone pendant la déformation à froid par torsion, l'examen du champ des contraintes émergentes, l'étude des structures formées à l'échelle micro- (microstructure des grains) et submicroscopique (sous-structure des dislocations), l'étude des effets de vieillissement thermique ;
- industriel : le développement du procédé de production de l'acier à béton de petit diamètre en couronnes de qualité B500 (limite d'élasticité supérieure ou égale à 500MPa) sur la base des résultats scientifiques obtenus.

La totalité des résultats de travail de thèse est présentée sous forme de 3 grandes parties.

La **partie I** est une introduction destinée à positionner notre étude. Elle est consacrée à la présentation de généralités de production de l'acier à béton. Les questions de la métallurgie générale de production de l'acier, des aspects positifs et des problèmes existants lors l'utilisation de deux types de déformation (déformation à chaud et à froid) font l'objet de la première partie. De plus, nous avons examiné dans cette partie certains types de déformation qui peuvent apparaître lors de la production et peuvent être utilisable pour la production de l'armature. Enfin, nous avons présenté les propriétés généralement demandées aux armatures par une analyse comparative des exigences des normes en vigueur internationales, françaises et ukrainiennes.

Les matériaux de l'étude, les modes de traitement ainsi que les théories et techniques expérimentales sont définis dans la **partie II**. Principalement, ces techniques sont de trois types :

- caractérisation mécanique (essais de traction, essais de microdureté) ;
- caractérisation microstructurale (microscopie optique) ;
- caractérisation submicroscopique des dislocations et des contraintes résiduelles (microscopie électronique en transmission, diffraction des rayons X, frottement intérieur).

La **partie III** est consacrée à la présentation de l'ensemble des résultats obtenus. Dans cette partie nous avons décrit l'influence de différentes compositions chimiques de l'acier, de différents types de déformation (traction, flexion, torsion) et de différents degrés de déformation par torsion sur la morphologie microstructurale, le champ des contraintes résiduelles et par conséquent sur la complexité des propriétés mécaniques de l'armature. Pour le procédé combiné de production de l'acier à béton de qualité 500 MPa nous avons choisi la déformation par torsion et déterminé le degré de déformation nécessaire, mettant en évidence les effets de post-traitements (y compris les effets d'adoucissement et de bake-hardening) lors des opérations du déroulement, le redressage et les travaux de ferrailage.

La fin de ce mémoire est réservée à la conclusion générale dans laquelle nous avons discuté l'intégralité des résultats obtenus, proposé le procédé combiné de production de l'acier à béton de qualité 500 MPa et dégagé quelques perspectives d'études futures.



**PARTIE I**  
**ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE**



## INTRODUCTION

Aujourd'hui les aciers sont des matériaux d'un grand intérêt industriel en raison de leur large gamme d'emploi. La métallurgie, l'industrie mécanique, l'industrie du bâtiment considèrent et utilisent différents aciers comme matériau de base.

La sidérurgie fournit aux différentes branches industrielles des aciers de toutes nuances sous forme de produits plats ou longs adaptés aux besoins des utilisateurs qui leur feront subir des transformations mécaniques et des traitements thermiques divers.

Malgré un développement considérable des matériaux dits nouveaux (polymères, composites, céramiques), les aciers restent le matériau le plus répandu et développé dont la production et la consommation augmentent constamment (voir figure 1-1 et figure 1-2). D'après Malay Mukherjee, membre du Groupe de la Direction de Management d'ArcelorMittal, le plus grand producteur de l'acier dans le monde, la production de l'acier a presque triplé à partir des années 80 : 1980 – 717 mmt et 2005 – 1132 mmt.

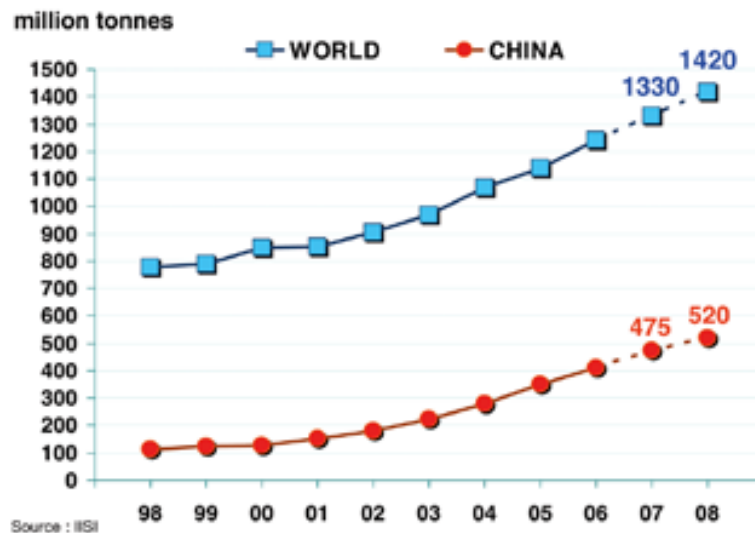


Figure I-1 Production de l'acier à l'état brut [3]

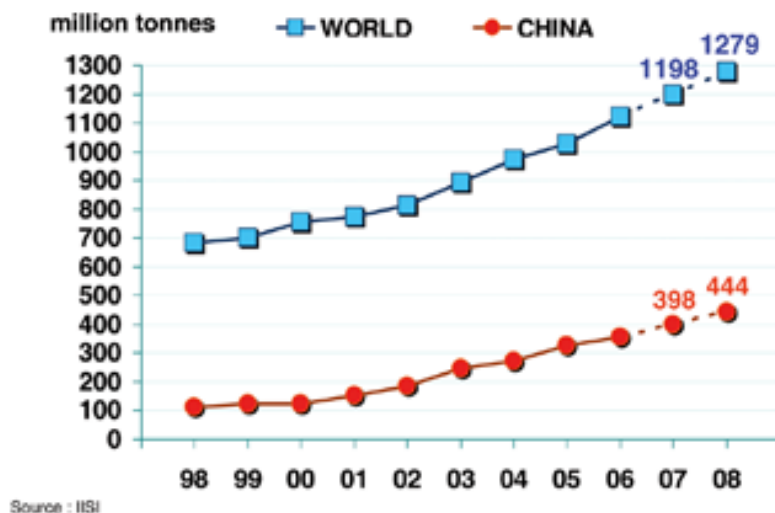


Figure I-2 Consommation des produits finis en acier [3]

Les questions de la production et de l'amélioration de qualité des aciers restent pointues à l'heure qu'il est, c'est pourquoi ce matériau fait l'objet d'un grand nombre de travaux consacrés à l'étude de différentes propriétés de l'acier (résistance, plasticité, formabilité, tenue en fatigue etc.)

Dans cette partie nous aborderons brièvement les stades de productions de l'acier. Le laminage de l'armature ainsi que son traitement thermique seront décrits d'une manière approfondie puisque notamment, à cette étape là, se déroulent les mécanismes prépondérants pour la réalisation des propriétés ainsi que des microstructures finales du produit. Nous donnerons ensuite les caractéristiques des composants microstructuraux des aciers considérés.

Différents types de déformation et leurs lignes de contraintes seront aussi examinés dans le contexte de l'application pour la production de l'acier à béton.

Nous présenterons les exigences de différentes normes sur la production de l'armature pour béton pour indiquer les propriétés repères vers lesquelles nous tendrons dans la partie de l'application industrielle de notre étude.



## CHAPITRE 1

### ASPECTS MÉTALLURGIQUES DE LA PRODUCTION DE L'ACIER POUR BÉTON ARMÉ

L'évolution des structures (sub)microscopiques et donc les propriétés mécaniques de l'armature dépendent de l'histoire métallurgique de la production de l'acier.

La formation de la microstructure et des propriétés mécanique commence sur le stade de la production de l'acier aux usines sidérurgiques.

La production de l'acier met en œuvre plusieurs filières selon les matières premières utilisées et le procédé employé. Cependant quel que soit le cas on met toujours en évidence trois opérations fondamentales :

- élaboration ;
- coulée ;
- mise en forme.

#### 1-1 Élaboration de l'acier [4]

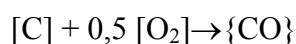
On peut déterminer l'opération d'élaboration comme la série de processus métallurgiques dont le dernier au moins a lieu en phase liquide et qui est destiné à aboutir à la nuance d'acier désirée. De plus, lors de l'élaboration on diminue la quantité des impuretés indésirables : O, S et P. Dans notre cas l'élaboration de l'acier se fait à partir de la fonte liquide (fonte d'affinage) dans un convertisseur à l'oxygène (voir figure 1-3).

L'élaboration comprend en général deux phases distinctes :

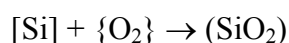
- phase d'oxydation : élimination de C, Si, Mn et du P avec action simultanée de CaO pour ce dernier;
- phase de réduction : la phase précédente conduit à un métal très oxydé (riche en FeO) qu'il faudra réduire. En présence de chaux CaO, il y aura simultanément désulfuration.

Le passage de la fonte liquide à l'acier nécessite une diminution des teneurs en C, Si, Mn, P, S. Les modes d'élimination des divers éléments sont suivants :

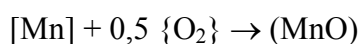
**Carbone** s'élimine à l'état de CO<sub>2</sub> et surtout de CO ; la turbulence créée favorise l'élimination de l'hydrogène et de l'azote présents dans le métal.



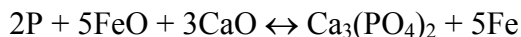
**Silicium** : son oxydation conduit au dioxyde de silicium SiO<sub>2</sub> : cet oxyde acide se combine aux oxydes basiques présents MnO, FeO et à l'oxyde de calcium CaO introduit en donnant une scorie liquide qui monte à la surface du bain.



**Manganèse** : son oxydation conduit à l'oxyde basique MnO qui se combine avec SiO<sub>2</sub>.



**Phosphore** : son oxyde  $P_2O_5$  est réductible par le carbone aux températures élevées réalisées. Cependant le phosphate de calcium est moins réductible par C que le pentoxyde. En présence de CaO et si on admet que FeO est le vecteur d'oxygène, la réaction s'écrira :



Le phosphate de calcium s'élimine dans la scorie. Donc une déphosphoration poussée exige un milieu très oxydant et très basique.

**Soufre** : l'oxydation des sulfures MnS ou FeS étant très endothermique elle est peu probable aux températures élevées de conversion. L'élimination du soufre aura lieu selon la réaction:



L'élimination sera favorisée par un milieu très réducteur (élimination de FeO) et très basique. Une élévation de température la favorisera également et fluidisera la scorie.

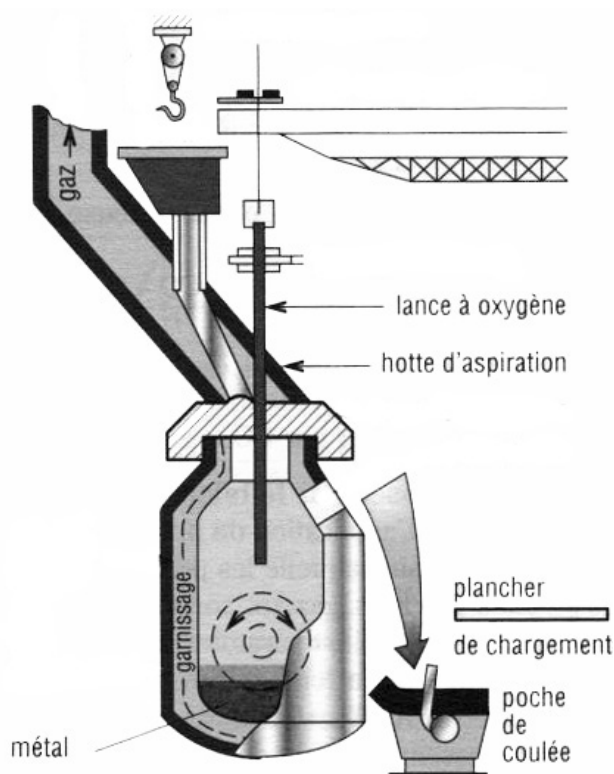
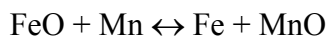


Figure I-3 Convertisseur de type LD/OLP

En ce qui concerne le FeO sa présence donne un produit inforgeable et un dégagement gazeux important de CO (réduction de FeO par C). Le produit final obtenu est l'acier « effervescent ».

La désoxydation du bain se fait essentiellement par le manganèse introduit surtout sous forme de ferro-manganèse et selon la réaction:



L'oxyde de manganèse est insoluble dans l'acier, l'oxygène n'est en fait pas éliminé du bain, mais il est sous forme d'inclusions de MnO beaucoup moins nocives que FeO.

L'emploi de ferro-silicium ou l'addition d'aluminium à la coulée conduit à des aciers calmés. En particulier l'addition d'aluminium remplace MnO par  $Al_2O_3$  parfaitement non réductible par le carbone : il ne peut donc y avoir dégagement gazeux lors du refroidissement.

Les procédés à l'oxygène permettent d'élaborer les nuances les plus variées d'acier non alliés et peu alliés. Ils ont de faibles teneurs en S, P (bonne ductilité à froid et à chaud) et surtout en azote N (résistance au vieillissement).

### **1-2 Coulée de l'acier**

La coulée de l'acier liquide s'opère selon deux techniques différentes :

- coulée en lingotières ;
- coulée continue.

La première technique dite classique a pratiquement disparu. La coulée continue est presque universellement adoptée en Europe. Néanmoins, dans des pays de l'ex URSS y compris l'Ukraine, on utilise encore largement la coulée en lingotières en mettant peu à peu en service l'installation de coulée continue. Une telle conversion (construction de nouvelles usines ou reconstruction des usines existantes) entraîne des dépenses importantes ce qui ralentit beaucoup le développement de cette technique plus innovante.

Les deux techniques ont des inconvénients ainsi que des avantages.

Les défauts principaux des lingots sont :

- les criques superficielles et les tapures internes dues à des anisotropies de retrait pouvant entraîner des dépassements locaux de la charge à la rupture ;

- l'hétérogénéité chimique inhérente au processus de solidification entraînant l'existence d'un phénomène de ségrégation important (à l'échelle du lingot) et qui concerne C, S, P, O. Néanmoins, le recuit d'homogénéisation lors du chauffage pour le laminage remédie partiellement à ce défaut ;

- la retassure due au retrait de l'acier au cours du refroidissement. Ce phénomène concerne essentiellement des aciers calmés, alors que les aciers effervescents en sont exempts. On peut y remédier en chutant la partie supérieure où est localisée la poche de retassure, ou par masselottage, ou par compression ;

- les soufflures : propres aux aciers effervescents, elles sont dues à des dégagements gazeux  $CO$ ,  $H_2$ ,  $N_2$ . Elles sont aplaties par le forgeage et le laminage mais leurs parois peuvent ne pas se souder.

L'emploi d'aciers semi-calmés permet de profiter des avantages des deux catégories (0,05 à 0,15 % Si).

En ce qui concerne la coulée continue, elle conduit à une augmentation des cadences de coulée, à l'absence du phénomène de retassure. De plus elle supprime la première étape du laminage en donnant directement des billettes, des blooms ou des brames. L'automatisation est concevable pour ces installations.

Normalement deux types de machines sont utilisés, comme le montre la figure 1-4, machines verticales et machines courbes avec cintrage à l'état solide ou partiellement solidifié.

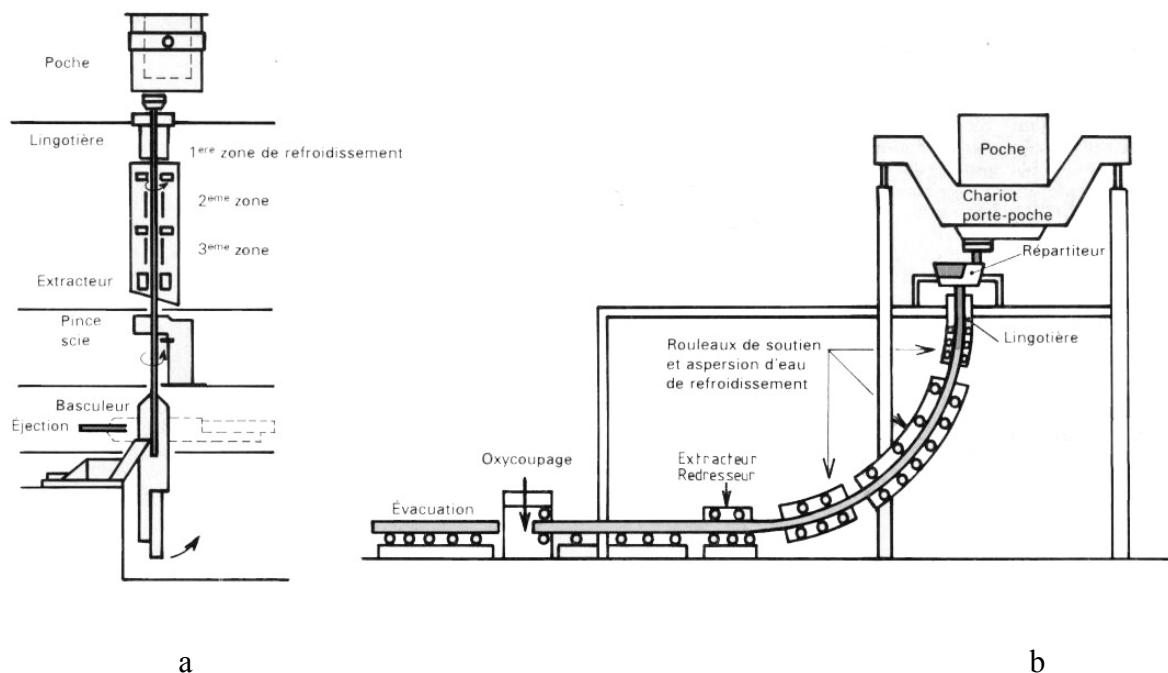


Figure 1-4 Divers types de machines de coulée continue

- a) machine vertical ;
- b) machine courbe.

Les machines verticales sont plus onéreuses et plus encombrantes. Mais elles sont préférées pour les aciers de haute qualité, car sur machines courbes a lieu une décantation des inclusions à la partie supérieure des produits.

Ainsi, l'utilisation des aciers semi-calmés pour notre étude (voire partie II) ainsi que le préchauffage (~1100°C) d'un lingot avant le laminage à chaud limite les inconvénients d'une coulée en lingotières utilisée en Ukraine et ne présente presque pas d'influence sur la qualité de l'armature obtenue par rapport à la coulée continue. Toutefois, les entreprises métallurgiques ukrainiennes sont en cours de réaménagement des fonderies et des ateliers de laminage en introduisant et utilisant de plus en plus la technique de la coulée continue.

De plus ce sont les conditions de laminage ainsi que le mode de refroidissement qui déterminent principalement le niveau des caractéristiques mécaniques de l'acier pour béton armé.

### 1-3 Mise en forme de l'acier

La mise en forme de l'acier se fait par laminage qui consiste en une série d'opérations transformant les blooms obtenus par coulée en produits longs, de formes et de dimensions déterminées. Un laminoir est composé de plusieurs cages comprenant des cylindres entre lesquels passe le métal qui y subit un écrasement progressif. Les cylindres tournent en sens inverses et sont groupés par paires. Ils sont normalement cannelés pour les produits sous formes des barres. Les vitesses de sortie peuvent atteindre 360 km/h pour les fils. La figure 1-5 donne un exemple d'un train à grande vitesse par le procédé Tempcore (Torsid) [5].

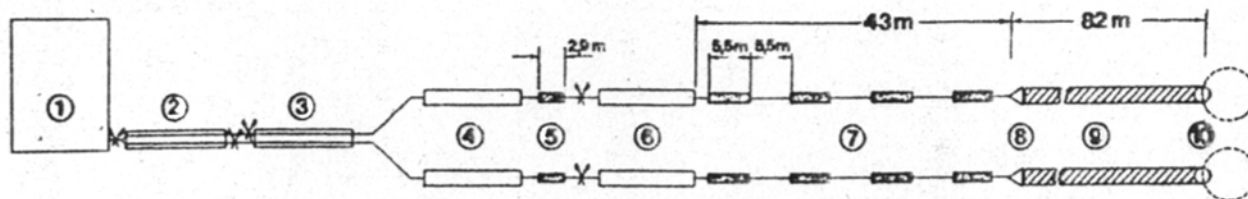


Figure 1-5 Disposition schématique du train à fil

- |                       |                                   |
|-----------------------|-----------------------------------|
| 1 Four de réchauffage | 6 Finisseur « no twist »          |
| 2 Dégrossisseur       | 7 Refroidissement eau             |
| 3 Intermédiaire I     | 8 Tête de dépose horizontale      |
| 4 Intermédiaire II    | 9 Convoyeur Stelmor               |
| 5 Refroidissement eau | 10 Station de collecte des spires |

### 1-3.1 Laminage à chaud

Avant le laminage les blooms doivent être réchauffés dans un four de réchauffage. Le laminage s'effectue à l'état austénitique particulièrement malléable. Le dégrossissage a lieu entre 1100 °C et 1200 °C et la finition peut se faire à des températures descendant jusqu'à 800 °C. Les fils de 6 à 12 mm de diamètre sont enroulés en bobines (en couronnes), les armatures de diamètre supérieur à 12mm sont livrés normalement sous forme des barres de longueur standard allant jusqu'à 12 m.

#### 1-3.1.1 Laminage contrôlé

L'objectif primaire du laminage à chaud est de réduire progressivement la section initiale de la pièce. Cependant, la production de plus en plus importante d'aciers microalliés a conduit au laminage contrôlé. Globalement, le laminage contrôlé comporte deux types de traitements :

- le laminage ou formage normalisant ;
- le laminage ou traitement thermomécanique, qui peut également inclure des procédés à vitesse de refroidissement accélérée.

Le procédé de laminage contrôlé ou bien TMCP (Thermo Mechanical Control Processing) peut s'appliquer de manière très variée [6]. Son application se fait suivant des séquences de temps et de températures déterminés qui comprennent des phases de déformation (laminage) à des températures spécifiques, entrecoupées par des périodes de refroidissement à l'air et se terminent par un refroidissement soit à l'air, soit à l'eau.

##### 1-3.1.1.1 Rôle des éléments d'addition

Le laminage contrôlé est bien connu maintenant. Son objectif est d'obtenir, à l'issue de la dernière passe du schéma de laminage, de l'austénite homogène, fine et écrouie qui se transformera en une ferrite fine et homogène. Ce sont les éléments d'alliage (éléments gammagènes), tels Mn, Ni, Co et, qui augmentent le domaine ( $\gamma$ ) en abaissant les points  $Ac_1$  et  $Ac_3$  et favorisent la stabilisation de l'austénite vers les températures de fin de laminage (figure 1-6).

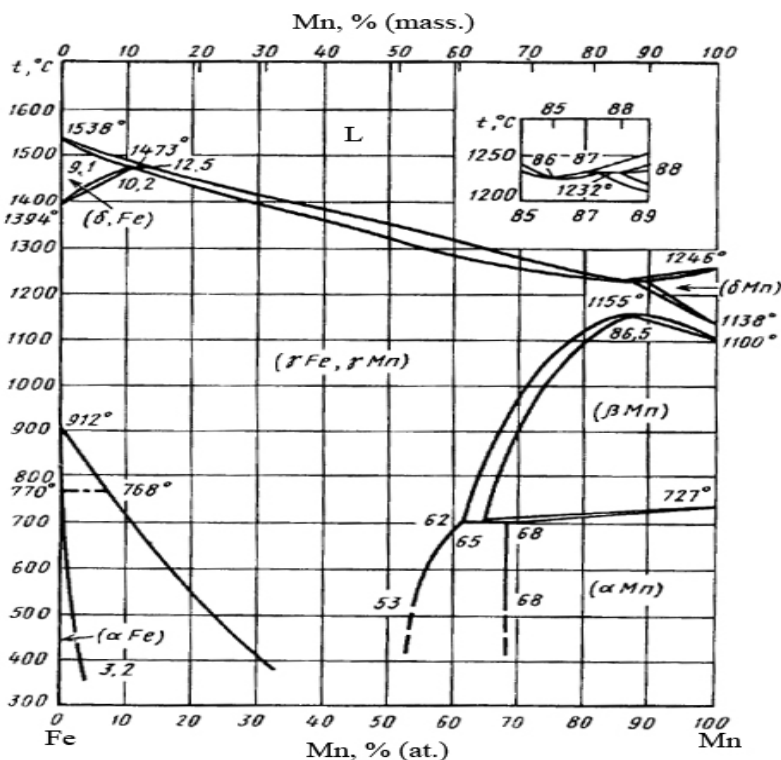


Figure 1-6 Exemple de la formation du domaine  $\gamma$  ouvert (d'après F. Wever) dans le système biphasé Fe-Mn [7]

Le rôle essentiel du manganèse, élément d'alliage principal pour l'acier à béton armé, est l'augmentation de la trempabilité (les courbes TRC sont repoussées vers la droite sans être déformées). Il abaisse le point de début de la transformation martensitique  $M_s$  ( $-33^\circ$  par % Mn dans un acier à 1% C) et ralentit la transformation de l'austénite à la trempe. On note également que le manganèse permet d'obtenir une meilleure ductilité. D'après la relation d'Andrews, le manganèse en solution dans l'austénite abaisse la température  $M_s$ . L'effet du Mn est trois fois plus important que celui du silicium.

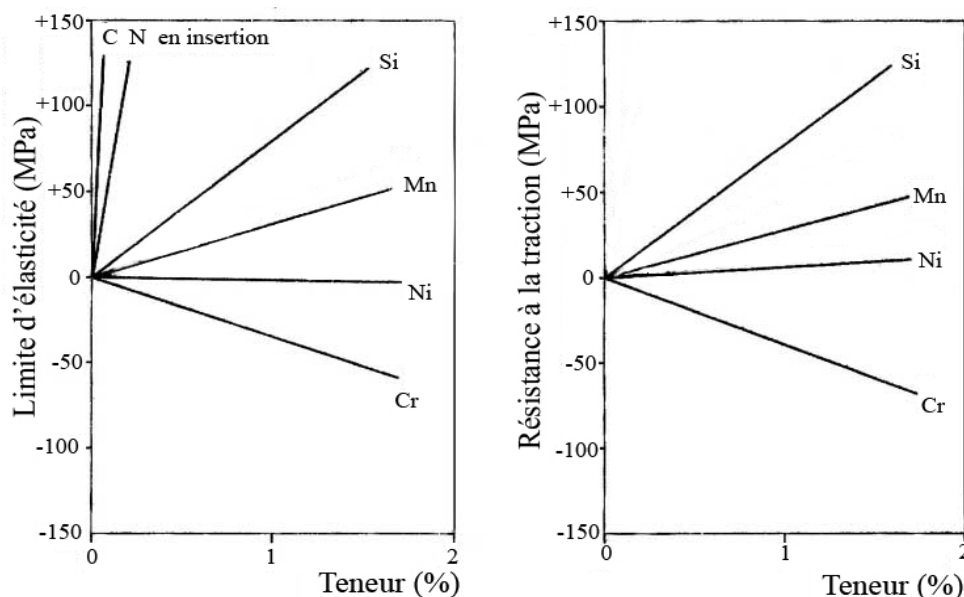


Figure I-7 Influence des éléments en solution solide sur les propriétés de la ferrite

Le manganèse développe aussi des carbures stables. Dans l'acier, il se substitue en partie au fer dans la cémentite sous forme de  $(Mn,Fe)_3C$  sans en modifier beaucoup les propriétés, en particulier, sa stabilité [8].

De plus, il a un effet durcissant en solution solide : l'effet global pour 1 % est de 40 à 60 MPa pour la limite d'élasticité et de 80 MPa pour la résistance (figure 1-7). Enfin, le manganèse a un effet très favorable sur la résistance à la rupture fragile (figure 1-8). On a donc intérêt à diminuer le carbone fragilisant et à le compenser par une addition de manganèse : un indice de qualité a longtemps été le rapport Mn/C, notion qui a conduit aux aciers carbone-manganèse modernes qui sont à bas carbone et fort manganèse [9].

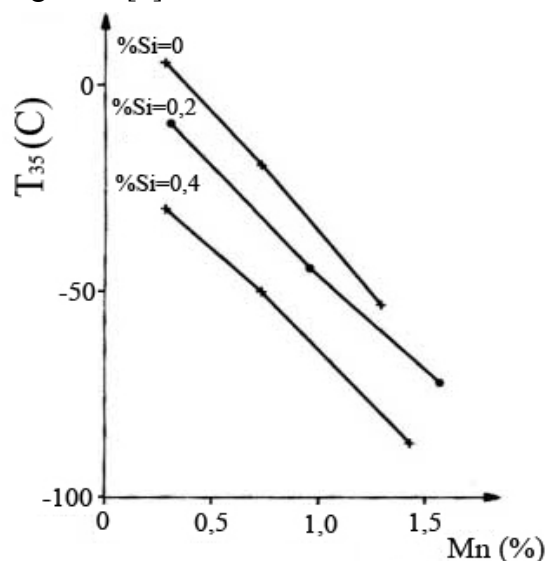


Figure 1-8 Influence du manganèse sur la température de transition de la résilience ( $T_{35}$  température de transition pour une résilience  $KCV=35 \text{ J/cm}^2$ )

On peut noter aussi dans l'évolution des procédés de laminage contrôlé une tendance à la diminution des teneurs en carbone afin d'améliorer la soudabilité (grâce à la diminution du carbone équivalent) et des températures de fin de laminage de plus en plus basses pour compenser cette diminution [10, 11].

Par exemple, dans le cas du laminage contrôlé de l'acier à 0,10-0,20 % de C contenant de 1,2 à 1,8 % de Mg et microalliés au Nb et B, l'abaissement de la température de fin de laminage contribue au changement significatif de la microstructure ainsi que des propriétés mécaniques du produit laminé [12]. L'austénite est recristallisée et équiaxe, après une fin de laminage à 950-1000°C, mais si le laminage s'est terminé à 800°C, la structure est allongée, ce qui correspond à la transformation partielle de l'austénite fortement écrouie après laminage. La transformation de l'austénite en ferrite proeutectoïde peut être provoquée par l'écrouissage. On constate que :

- après un laminage «normal» la transformation de l'austénite recristallisée conduit à une structure de type bainite à bas carbone, contenant très peu de ferrite libre (cette structure représente une résilience relativement faible  $KCU$  à  $20^\circ \text{C} \approx 3 \text{ daJ/cm}^2$  et  $Re = 450\text{-}500 \text{ MPa}$ );

- l'austénite fortement écrouie (grains très allongés) résultant du laminage «contrôlé» se transforme en ferrite proeutectoïde (jusqu'à 70 %), en bainite à plus fort carbone et en îlots de martensite (structure ferrite + bainite conduit à  $Re = 550-600$  MPa et  $KCU = 8$  à  $9$  daJ/cm<sup>2</sup>).

### 1-3.1.1.2 Rôle de la taille de grains

Plus la température de la fin de laminage est basse (quand on passe du domaine austénitique ( $\gamma$ ) vers le domaine biphasé austénito-ferritique ( $\gamma + \alpha$ )), plus l'affinement du grain est considérable permettant l'amélioration simultanée des propriétés de résistance (limite d'élasticité) ainsi que de résilience de l'acier conformément aux lois Petch-Cottrell et Hall-Petch (figure 1-9).

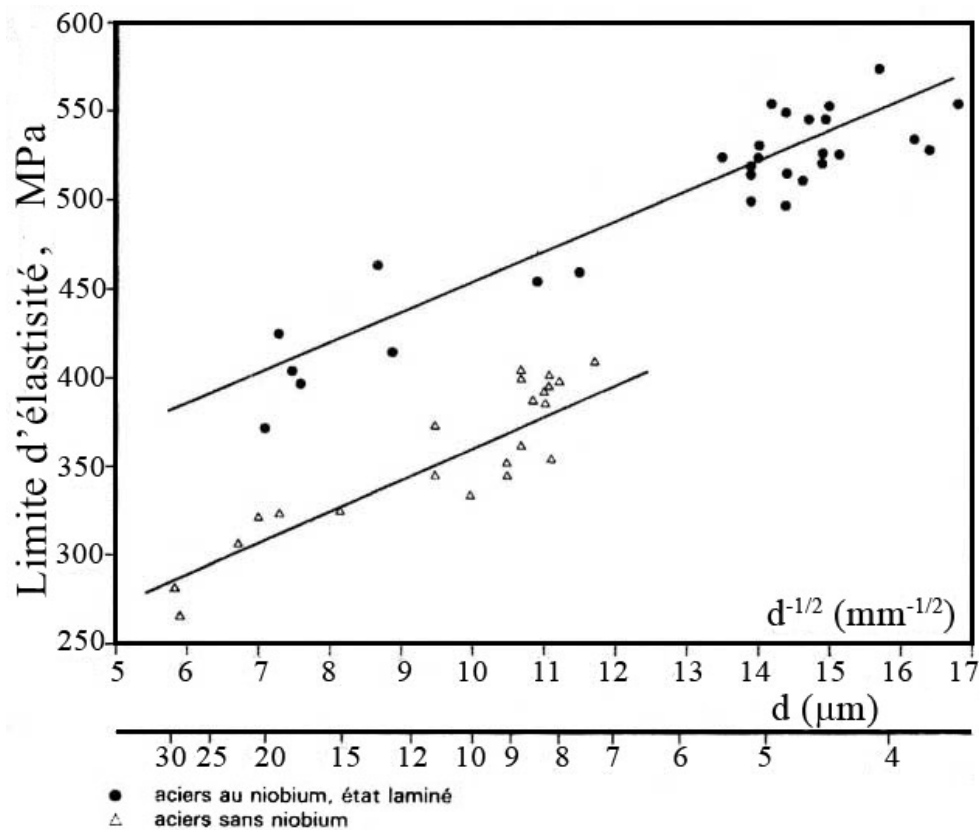


Figure 1-9 Loi de Hall-Petch pour des aciers au carbone-manganèse avec ou sans niobium [13]

Généralement, la taille du grain ferritique est le paramètre essentiel qui joue sur les propriétés des aciers à structure ferrite-perlite. Suivant les propriétés désirées, on cherche à fabriquer des aciers à grain le plus fin possible ou à grain contrôlé de taille moyenne. Le contrôle de la taille de grain est donc un objectif essentiel lors de la fabrication, il met en œuvre plusieurs mécanismes [14].

Le premier facteur résulte de la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$ : les grains  $\alpha$  se forment à l'intérieur des grains  $\gamma$ , généralement à partir des joints, ce qui entraîne de facto que les grains  $\alpha$  sont plus petits que les grains  $\gamma$ . Ce phénomène intervient chaque fois que le métal est réchauffé dans le domaine austénitique puis refroidi ; si le chauffage s'effectue à haute température, plus de  $1\ 200^\circ\text{C}$ , on a en général des gros grains  $\gamma$ , d'où un grain  $\alpha$  grossier et parfois une structure particulière dite de



Widmanstätten. Juste au-dessus du point  $A_{C3}$ , le grain  $\gamma$  est moins gros, d'où un grain  $\alpha$  plus fin que le précédent, toutes choses égales par ailleurs: c'est le principe de la normalisation qui affine un grain très grossier par le seul effet de la transformation.

Un autre moyen d'affiner le grain  $\gamma$  est l'écroutissage suivi d'une recristallisation, ce qui se produit au cours de la déformation à chaud soit en dynamique, soit le plus souvent en statique, c'est-à-dire entre les passes de laminage [15]. Le laminage permet donc de faire plusieurs recristallisations successives à des températures décroissantes, donc à taille de grain décroissante.

À taille de grain  $\gamma$  donnée, le nombre de grains  $\alpha$  formés est lié à la température et à la durée de la transformation: plus le refroidissement est rapide, plus les grains  $\alpha$  sont petits [16]. De plus, si les grains d'austénite sont écroutis, c'est-à-dire allongés, il y a naissance de grains  $\alpha$  en plus grand nombre, d'où un affinement supplémentaire.

### **1-3.1.2 Technique de refroidissement après le laminage**

Étant approprié largement à la fabrication des tôles, le laminage contrôlé du deuxième type se répand aujourd'hui dans la pratique de la production de l'armature HA en ce qui concerne en grande partie le refroidissement après le laminage à chaud.

Outre le schéma de laminage à chaud, primordial pour l'obtention des grains austénitiques désirés, le cycle de refroidissement après laminage est devenu une étape capitale grâce aux nouvelles technologies disponibles : refroidissement accéléré pour produits plats et produits longs.

Dans la pratique de production de l'acier à béton à haute résistance on utilise actuellement le refroidissement accéléré à l'eau (train à barres) ou bien le refroidissement combiné à l'eau et à l'air réunissant les processus de trempe interrompue avec autorevenu (procédés Torsid et Tempcore, train à fil) et trempe étagée (trempe isothermique). Le refroidissement à l'air calme est peu répandu maintenant, car l'obtention des propriétés élevées de résistance de l'armature dans ce cas exige l'utilisation des aciers alliés avec des éléments d'addition assez chers (Cr, V, Nb). Il faut prendre en considération aussi que l'augmentation de carbone équivalent, dans ce cas, a un effet négatif sur la soudabilité de l'acier. De plus, si après le laminage, le fil de l'armature doit être mis en couronne, le refroidissement à l'air de l'acier en couronne provoque la formation d'une grande quantité de la calamine 3 à 4 % en poids, ce que diminue considérablement l'efficacité économique de la production de l'armature [17]. Pour le fil doux seulement, où il faut avoir une ferrite très douce, le refroidissement rapide au début, à cause de la calamine et pour éviter la cémentite grossière, doit être ralenti à basse température pour faciliter la précipitation du carbone en solution et éviter le vieillissement.

Il existe plusieurs types et schémas de disposition de l'installation pour le refroidissement accéléré. Actuellement tous les trains pour la production de l'acier à béton sont équipés de l'installation de refroidissement après le finisseur et avant la bobineuse. Mais sur différents trains le refroidissement à l'eau supplémentaire peut être réalisé avant le finisseur (figure 1-5). Grâce à cela il est possible d'effectuer, dans ce cas, le laminage contrôlé dans le domaine intercritique  $\gamma+\alpha$ .

Les rampes de refroidissement se composent de plusieurs tubes et canons à eau (figure 1-10). Ils peuvent fonctionner en mode de co-courant ainsi que de contre-courant de l'eau par rapport

à la marche de fil de l'armature (figure 1-11). Même si le contre-courant de l'eau conduit à l'augmentation du pouvoir de refroidissement, le mode de « co-courant » est toutefois préférable, car la force de freinage dans les rampes, provoqué par l'eau, diminue.

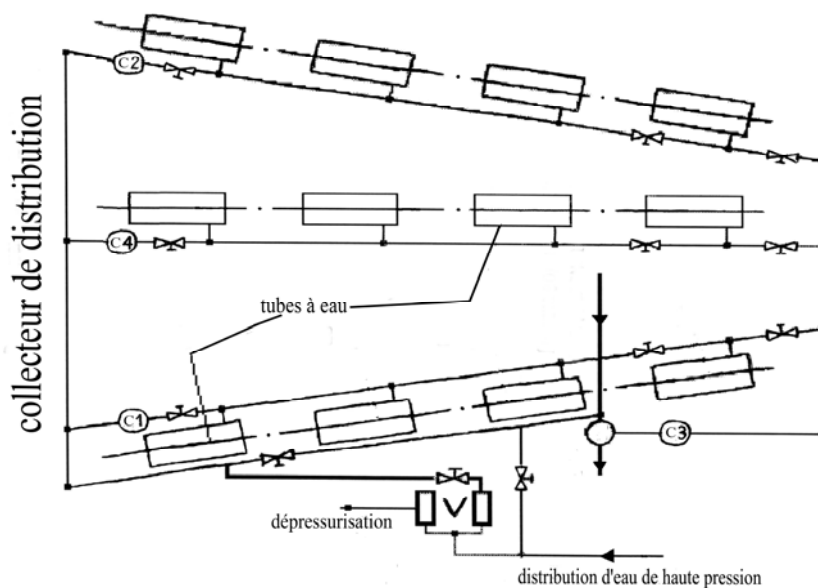


Figure 1-10 Schéma de système de refroidissement de train à bars type 250/150-6 d'ArcelorMittal Kryviy Rih

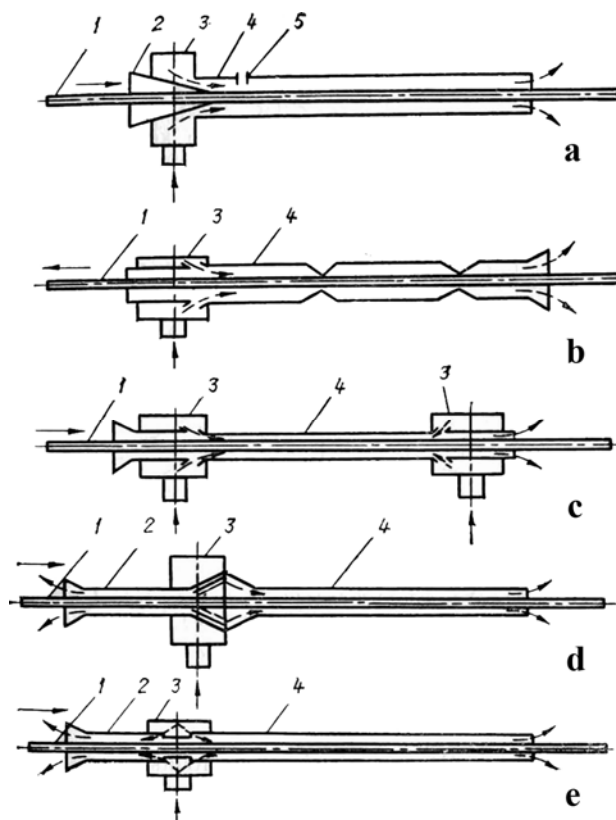


Figure 1-11 Schémas des tubes et des canons à eau de différents types [18]:  
 a) co-courant ; b) contre-courant ; c),d),e) type mixte ;  
 1 – fil d'acier ; 2 – trémie de réception ; 3 – canon à eau ; 4 – tube à eau ; 5 – rejet d'eau ;

Lors du refroidissement le fil de l'armature passe par des tubes à eau qui sont situés à une certaine distance l'un de l'autre. Ce refroidissement intermédiaire à l'air est destiné à l'égalisation du champ de températures entre le cœur et le bord de l'armature (figure 1-12).

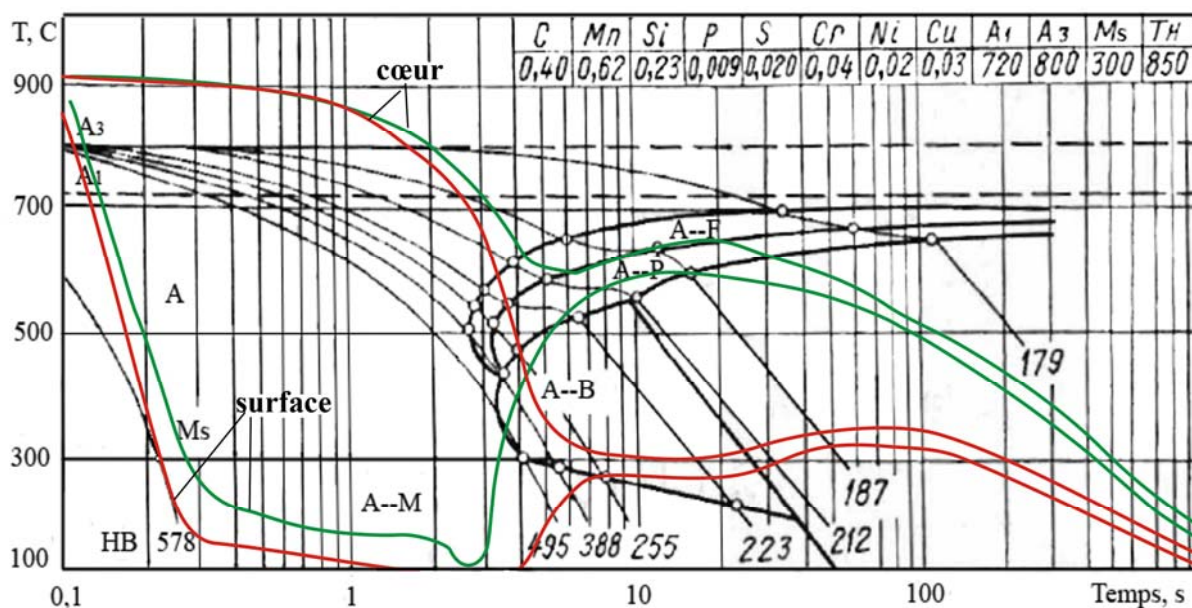


Figure 1-12 Diagramme TRC de l'acier à béton 35FC , Ø 16mm;

- refroidissement accéléré jusqu'à 625°C
- refroidissement accéléré jusqu'à 330°C

On peut réaliser de cette façon le traitement thermique de trempe superficielle par refroidissement à l'eau suivie d'un autorevenu par la chaleur conservée à cœur (procédés Torsid ou Tempcore).

Pour le refroidissement ultérieur plus régulier, il est possible de le contrôler en utilisant le procédé Stelmor. L'appareil Stelmor est composé d'un tunnel surmontant un tapis roulant perforé à travers lequel l'air peut être aspiré à un débit correspondant à la vitesse de refroidissement souhaitée. On peut ainsi assurer des traitements thermiques allant de la trempe à l'air jusqu'à l'auto-recuit.



Figure 1-13 Vue générale de la ligne de refroidissement contrôlé à l'air (procédé Stelmor)

Dans les deux cas, les spires aboutissent dans une fosse de bobinage dans lesquels sont formées les couronnes de fil

### 1-3.1.3 Formation de la structure après le traitement thermomécanique

Le traitement thermomécanique (TMCP) est un procédé complexe, qui réunit en soi deux techniques généralement, à savoir :

- déformation à chaud (le laminage) ;
- refroidissement après le laminage (traitement thermique).

La microstructure et les caractéristiques mécaniques (physiques, rhéologiques) finales du produit laminé, acier à béton, dans notre étude, dépendent donc de ces deux processus.

#### 1-3.1.3.1 Formation de la structure après la déformation à chaud

La particularité du processus de déformation à chaud est que la déformation se réalise à grande vitesse et à température élevée, proche de  $0,6 T_f$ , K ( $T_f$  – température de fusion Kelvin). Les caractéristiques mécaniques de résistance et de plasticité (fluage) dépendent essentiellement de la température et de la vitesse de déformation. Les déformations importantes à haute température ne s'accompagnent pas d'écrouissage (figure 1-14) [19]. Les phénomènes physiques concernés sont essentiellement la restauration et la recristallisation dynamiques.

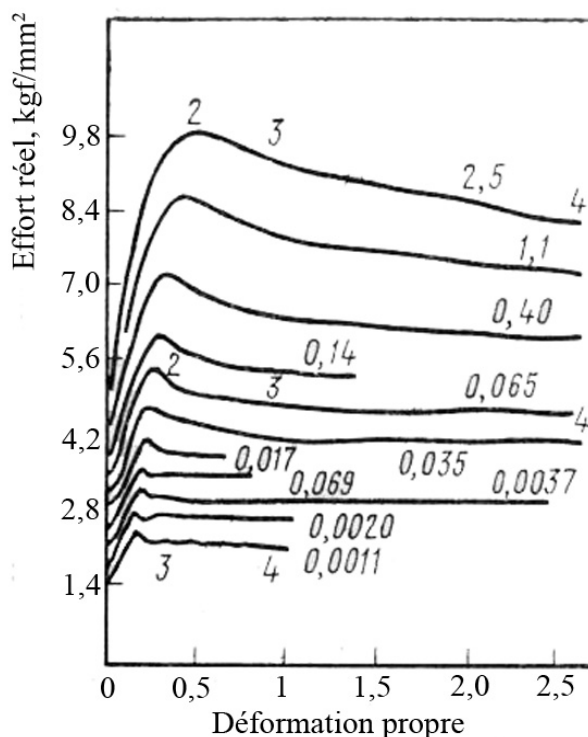


Figure 1-14 Courbes « contrainte-déformation » de l'acier bas carbone. Effet de la vitesse de déformation (chiffres près des courbes,  $s^{-1}$ )

Pendant la déformation à chaud, la restauration dynamique, c'est-à-dire les processus de réarrangement et d'annihilation des défauts cristallins par diffusion locale, limite l'accumulation de fortes densités de dislocations et donc l'érouissage. En fait, ces processus de création et d'annihilation des dislocations atteignent un état « d'équilibre » tel que le taux d'érouissage tend vers zéro. La contrainte d'écoulement sature à une valeur quasiment constante, fonction de la vitesse, de la température et des éléments d'alliage

On distingue deux grands groupes de métaux et d'alliages selon l'aptitude à la formation de telle ou telle micro- et sous-structure après la déformation à chaud :

- 1)  $\alpha$ -Fe, Al, Zn, alliages ferritiques. La formation de la sous-structure développée, pour ce groupe, s'observe après le refroidissement suite à des petites et grandes déformations ;
- 2) Cu, Fe+1.2%C, Ni+20%Fe, aciers inoxydables (Fe-Cr-Ni). Dans ce groupe, la formation de la sous-structure dans les grains primaires déformés à chaud a lieu après des petites déformations. Après grandes déformations, correspondant au régime stationnaire de déformations, apparaissent des grains (sous-grains) équiaxes, libre des dislocations à l'intérieur.

L'acier bas carbone se trouve lors de la déformation à chaud à l'état  $\gamma$  et appartient, probablement, au deuxième groupe. Toutefois, l'étude de la structure à haute température (processus de restauration et recristallisation dynamiques) dans le cas des aciers se complique par la transformation solide-solide  $\gamma \rightarrow \alpha$  pendant le refroidissement. Mais il est possible d'estimer l'évolution de la structure en utilisant les méthodes indirectes des essais mécaniques.

Généralement, la microstructure finale après la déformation à chaud dépend des conditions de déformation, telles que la température, vitesse, contrainte de déformation, pause après la déformation et avant le refroidissement.

Ainsi, la structure peut correspondre à :

- l'état de l'érouissage à chaud (tronçon 1-2 de la courbe contraintes-déformation, figure 1-14) avec une répartition de dislocations chaotique. Dans ce cas, après la trempe, la résistance mécanique augmente avec la diminution de résistance à la rupture fragile ;
- la phase de début de formation de sous-structure pendant la restauration dynamique (tronçon 2-3 de la courbe contraintes-déformation, figure 1-14). La résistance mécanique, la résilience, les propriétés plastiques ainsi que la résistance à la rupture fragile augmentent. Cette structure peut être optimale, du point de vue des propriétés finales, pour des aciers avec une forte tendance au durcissement, pour lesquels la recristallisation dynamique au stade de déformation stationnaire provoque un adoucissement considérable ;
- l'état de polygonisation dynamique, qui se forme au stade de la déformation stationnaire (tronçon 3-4 de la courbe contraintes-déformation, figure 1-14). Dans ce cas, la sous-structure formée est bien développée et stable et, par conséquent, l'ensemble des propriétés mécaniques est plus élevé ;

- l'état de recristallisation dynamique, qui détermine l'adoucissement au stade 3-4 de la déformation (figure 1-14), à condition qu'il y avait lieu l'écroutissage à chaud (degré et vitesse de déformation élevés, température abaissée, aciers prédisposés au durcissement à déformation).

De cette façon, le choix de bonnes conditions de déformation sur l'étape de déformation à chaud de traitement thermomécanique déterminent la création et le réarrangement des dislocations lors des processus de restauration, polygonisation et de recristallisation et prédéterminent donc l'ensemble de propriétés finales.

Il faut bien noter, que même après la recristallisation dynamique la structure obtenue ne provoque pas un adoucissement total de l'acier par rapport à la recristallisation statique, car il reste des dislocations qui ne sont pas supprimées par diffusion à haut température et que la déformation génère de nouvelles dislocations.

Autrement dit, il est indispensable de régler précisément la pause entre déformation et refroidissement ultérieur. Ce réglage permet prévenir la recristallisation statique et ainsi conserver l'effet du traitement thermomécanique (figure 1-15).

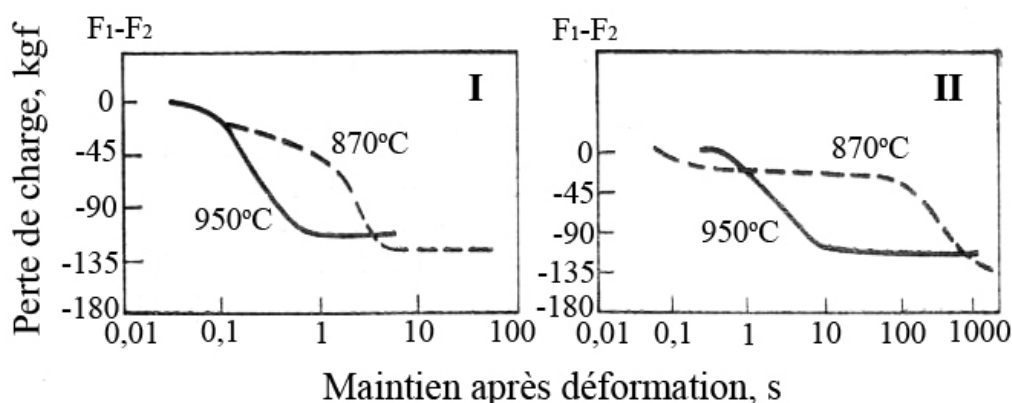


Figure 1-15 Adoucissement de l'acier AISI 1010 (I) et de l'acier de type 20ГБ allié au Nb (II) à chaud en fonction de la durée de maintien lors de déformation à chaud [19]

(AISI 1010 : 0,10% C ; 0,10% Si ; 0,72% Mn ;  
20ГБ : 0,20% C ; 1,2% Mn ; 0,10% Ni ; 0,02% Nb)

Pourtant, même si la recristallisation s'est produite, c'est-à-dire si la pause entre la déformation et le refroidissement à l'eau était suffisamment longue, les caractéristiques mécaniques de l'acier sont plus élevées qu'après le traitement thermique simple (figure 1-16, 1-17).

Comme conclusion il faut noter, que pour les aciers bas carbone pour armature à béton, le refroidissement après déformation à chaud doit se produire le plus vite possible pour obtenir les propriétés mécaniques les plus favorables.

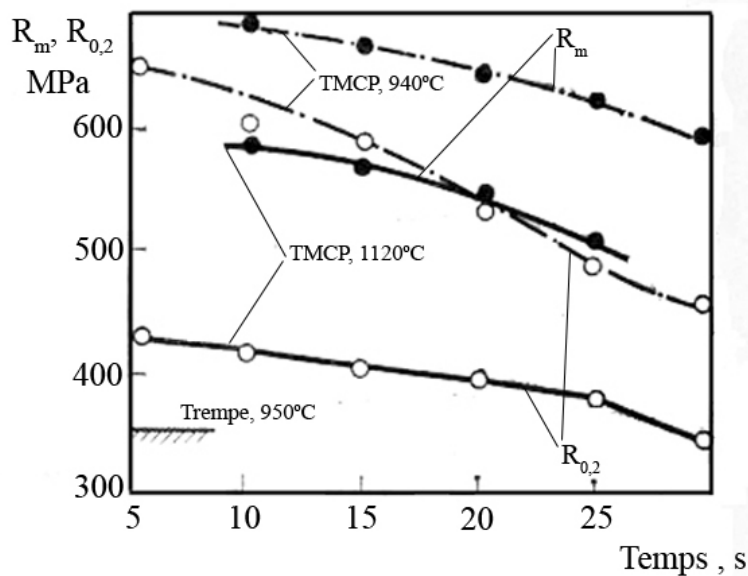


Figure 1-16 Caractéristiques mécaniques de l'acier Ct3 après les traitements thermomécaniques et la trempe en fonction de la pause entre déformation à chaud et refroidissement [19]  
(Ct 3 : 0,20% C ; 0,60% Mn ; 0,15% Si)

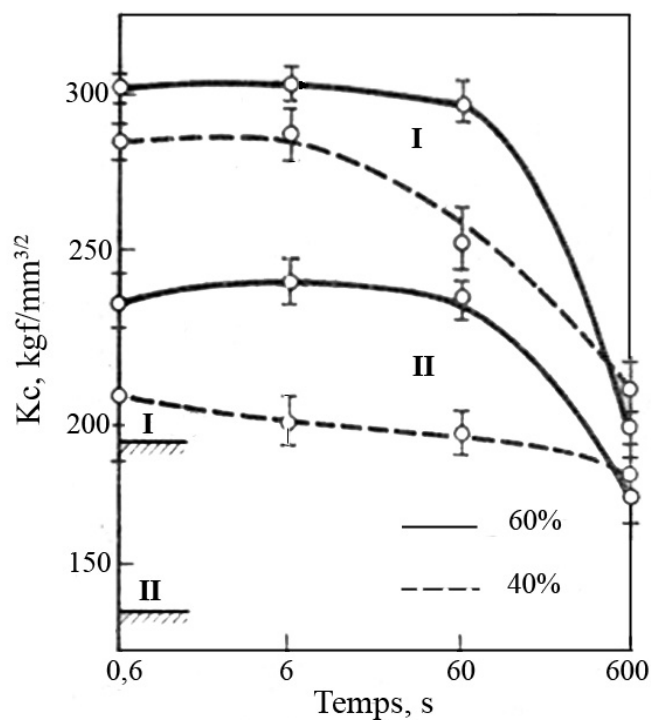


Figure 1-17 Facteur d'intensité de contrainte  $K_c$  après traitement thermomécanique (40 et 60% de déformation) en fonction de durée de maintien après déformation [19] :

I : acier 40C2X

II : acier 60C2X

### 1-3.1.3.2 Formation de la structure après le refroidissement

Le programme de laminage sur les trains modernes comprend une grande vitesse de laminage, qui atteint 100 m/s, par exemple, pour l'armature de 6 mm de diamètre. La pause minimale entre la déformation à chaud et le refroidissement en combinaison avec une grande vitesse de déformation provoque un gradient de température considérable dans la section droite de l'armature (figure 1-18).

Les conditions thermiques différentes lors du refroidissement sur la surface et dans le cœur du barreau de l'armature déterminent la formation de différentes microstructures. Comme nous avons déjà montré (figure 1-12), la température de surface s'abaisse rapidement jusqu'à 150-100°C et ensuite reste constante durant un certain temps. Dans ce cas, la répartition de la température dans la section des corps cylindriques est parabolique avec le maximum dans le cœur (figure 1-18). Après le refroidissement intensif, l'extraction de chaleur de la surface devient faible et en 3-4 s la température dans la section droite de l'armature s'égalise. Comme la ligne de refroidissement se compose de plusieurs tubes à eau, les processus de l'apparition de gradient de température et de l'égalisation de la température se répètent à plusieurs reprises (figure 1-19).

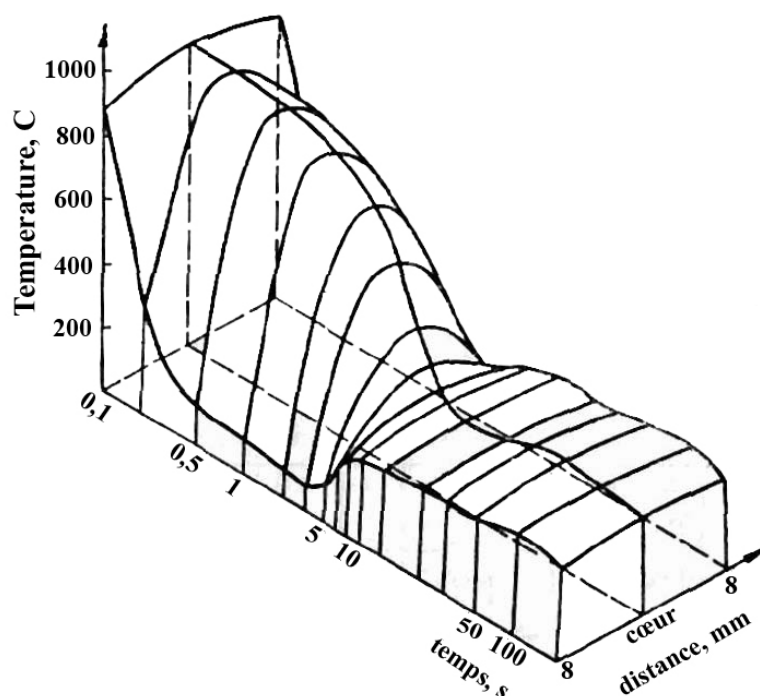


Figure 1-18 Changement de la température dans la section droite de l'armature de  $\varnothing$  16mm lors de refroidissement à l'eau pendant 3,2 s et le refroidissement à l'air



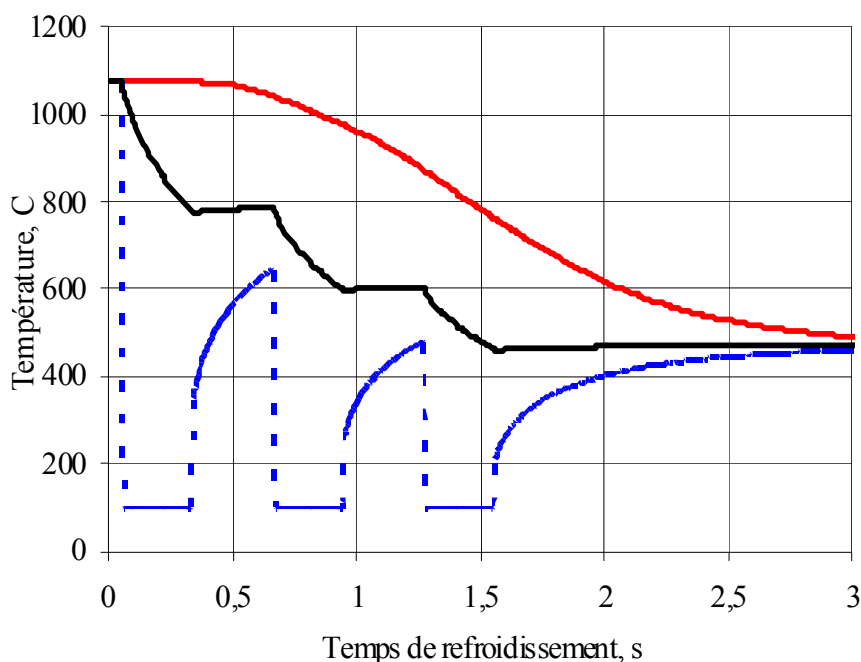
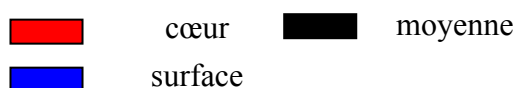


Figure 1-19 Refroidissement de l'armature de l'acier Ct3 dans le cas des conditions aux limites du 1<sup>er</sup> ordre (température de surface est constante) [20]



Ainsi, comme résultat, on obtient les structures de transformations sans diffusion ou bien partielle à la surface (martensite revenue, bainite inférieure) et les structures ferrito-perlitiques au cœur (figure 1-12 et 1-20). La sous-structure formée lors du laminage à chaud se conserve après le refroidissement rapide.

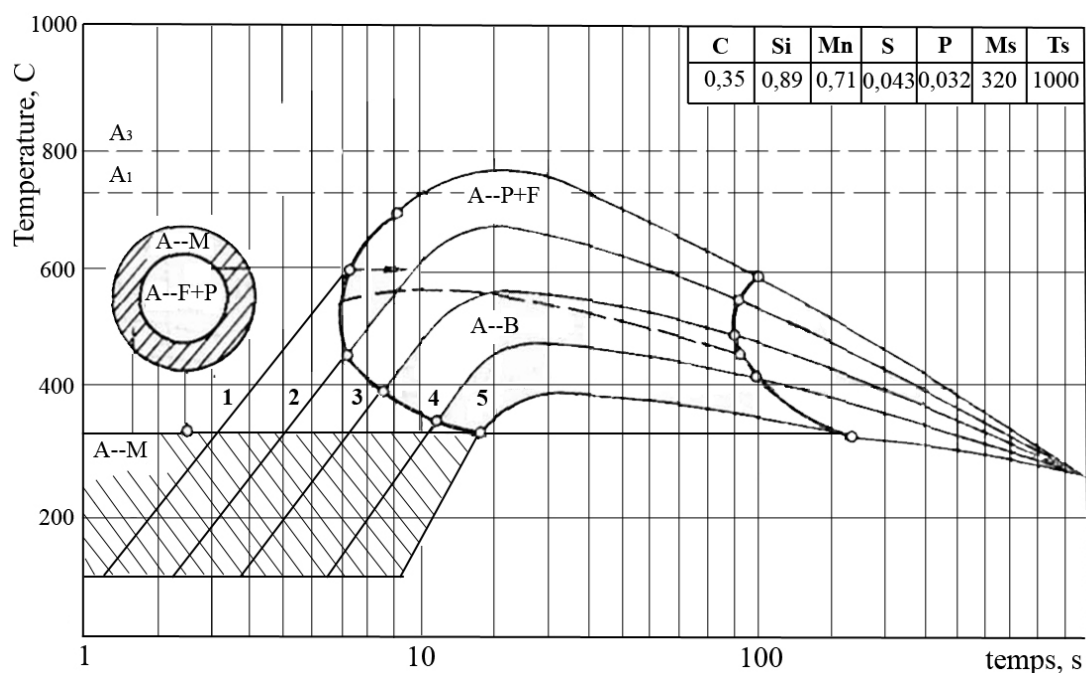


Figure 1-20 Diagramme de transformation de l'austénite de l'armature Ø 22 mm dans des couches superficielles en fonction du temps de refroidissement à l'eau :

1 – 0,9 s ; 2 – 1,7 s ; 3 – 3,2s ; 4 – 5,6 s ; 5 – 8,3 s

#### 1-4 Problèmes de production de l'acier à béton par déformation à chaud

Bien que la déformation à chaud et le traitement thermomécanique soient essentielles pour la production de l'armature pour béton armé, ce type de production a certaines limitations d'applicabilité pour l'armature de petit diamètre (6-12 mm) en couronnes et en acier bas carbone non allié. Ces problèmes sont liés à des aspects techniques ainsi qu'à des aspects technologiques.

Parmi les problèmes techniques il faut cerner les suivants :

- longueur limitée de la laminerie pour l'installation de la ligne de refroidissement à l'eau avant et après le finisseur et de la ligne de refroidissement à l'air Stelmor, qui peut atteindre 150m (dans le cas du réaménagement de la laminerie existante);
- vitesse élevée de laminage et longueur insuffisante de la ligne de refroidissement pour assurer le processus de refroidissement intensif de l'armature;
- dégradation considérable des cylindres de laminage (formation de calamine) aux températures élevées de laminage à chaud dans le cas de la diminution de la vitesse de laminage.

Les problèmes techniques ainsi que les particularités de la cinétique de transformation de l'austénite dans des aciers bas carbone déterminent les problèmes technologiques de la production de l'armature en couronne. La température élevée lors de l'enroulement de l'armature en couronne détermine la non-uniformité des processus de revenu et de transformation des phases selon la position du fil dans la couronne. Ainsi, les spires intérieures sont aux conditions presque isothermiques grâce à la chaleur accumulée dans le cœur du fil de l'armature (revenu à haute température), tandis que les spires extérieures de la couronne sont dans des conditions de refroidissement à l'air. De cette façon, les microstructures obtenues et donc les propriétés mécaniques ne sont pas les mêmes selon la longueur de l'armature couronnée (figure I-21). De plus, il est impossible d'obtenir l'acier à béton de qualité 500 MPa de limite d'élasticité conformément aux normes en vigueur. Plus le diamètre est petit, plus l'irrégularité des propriétés est considérable.

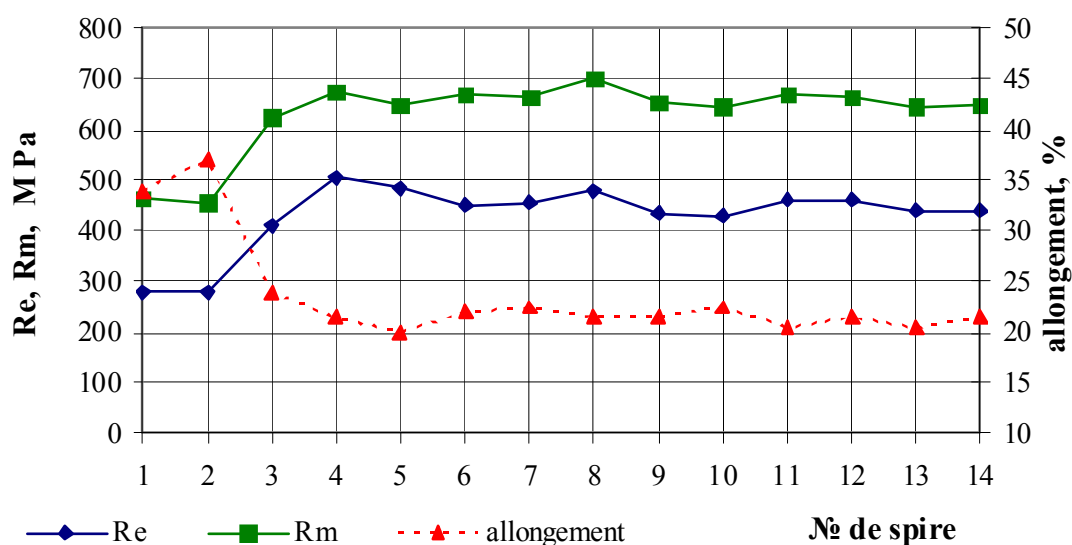


Figure 1-21 Propriétés mécaniques de l'armature  $\varnothing 16$  mm de l'acier Ct3 dans la couronne, température d'enroulement 560°C [20]

Ainsi, la production de l'acier à béton de petit diamètre se réalise actuellement à l'aide d'une déformation à froid.

### **1-5 Conclusion**

La production de l'acier à béton est un procédé complexe qui comporte plusieurs stades.

L'industrialisation du bâtiment et le coût de la main-d'œuvre ont conduit à utiliser des ronds à béton à caractéristiques élevées.

En ce qui concerne les ronds à béton soudables à haute adhérence, les nuances à 400 et 500 MPa de limite d'élasticité peuvent être obtenues par procédés suivants:

- en utilisant des aciers bas carbone et carbone-manganèse, ainsi qu'un refroidissement direct des barres ;
- addition de dispersoïdes ;
- traitement thermomécanique (TMCP), utilisant la trempe superficielle avec auto-revenu (procédés Torsid ou Tempcore ).

Ce dernier procédé est évidemment le plus économique et a pu être transposé à du fil machine. En utilisant le procédé de type Tempcore-Torsid il est possible de produire des nuances soudables sans préchauffage.

Les mécanismes de durcissement ainsi que de la microstructure finale de l'acier et par conséquent les propriétés mécaniques, dépendent des conditions de déformation à chaud (température, vitesse, degré de déformation), de la pause entre la déformation et le refroidissement et de la vitesse et type de refroidissement accéléré.



## CHAPITRE 2

### PRODUCTION DE L'ARMATURE POUR BÉTON PAR DÉFORMATION À FROID

La déformation à froid n'est pas classiquement considérée comme une activité sidérurgique. Cependant les usines métallurgiques pourraient tenir à s'en équiper car la déformation à froid est une opération mécanique qui permet de mettre en place des caractéristiques métallurgiques particulières et conduit donc à un élargissement de la gamme des produits livrables.

Classiquement pour un acier long de petit diamètre ça peut être (figure 2-1) :

- le tréfilage ;
  - o le tréfilage par passage à travers une filière monobloc (tréfilage classique);
  - o le tréfilage par passage à travers une filière à rouleaux;
- le « microlaminage » contrôlé à froid;

#### 2-1 Généralités sur la déformation à froid par tréfilage

Le procédé de tréfilage consiste en plusieurs opérations technologiques [21, 22]:

**1) Préparation de la surface.** Le fil machine, après laminage à chaud, est recouvert d'une couche d'oxydes métalliques. La dureté, l'absence de plasticité de ceux-ci imposent qu'ils soient éliminés de la surface du fil avant l'opération de tréfilage. Par ailleurs, les états de surface réguliers accroissent l'aptitude à la déformation:

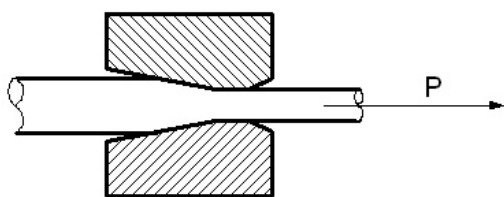
**a. Décalaminage mécanique.** Le décalaminage primaire se fait par flexion alternée directement sur la tréfileuse. L'enlèvement des écailles résiduelles est complété par :

- i. des vibrations;
- ii. le passage dans des boîtes garnies de paille de fer;
- iii. un broyage;
- iv. un ponçage

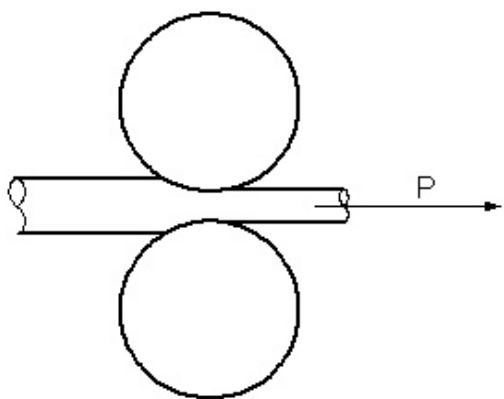
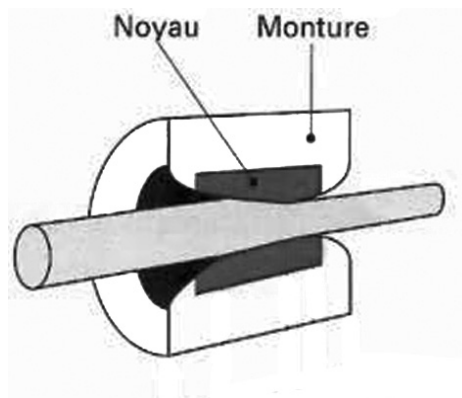
Avec ce procédé, pour obtenir un décalaminage total, il est nécessaire de disposer d'un fil machine parfaitement sec. Cette technique est améliorée en remplaçant les systèmes de broyage par un sablage à l'aide de la calamine décollée au cours des flexions et récupérée puis projetée violemment sur le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

**b. Décapage chimique.** Pour les aciers au carbone, on emploie généralement des solutions d'acides sulfurique ou chlorhydrique.

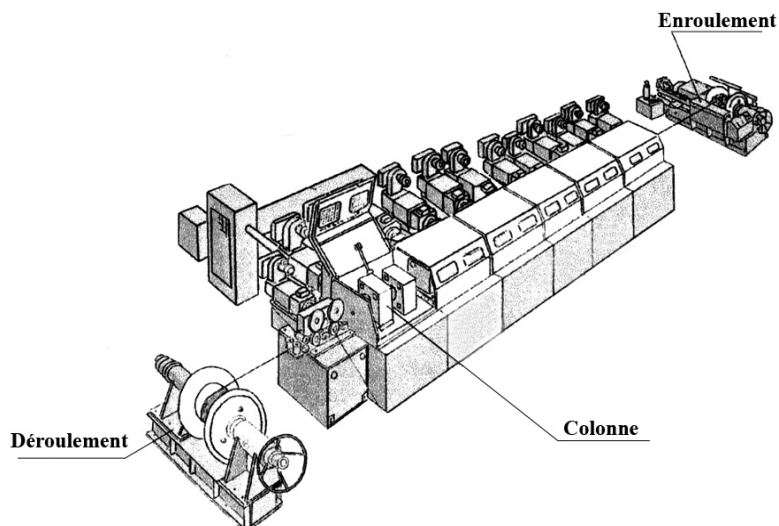
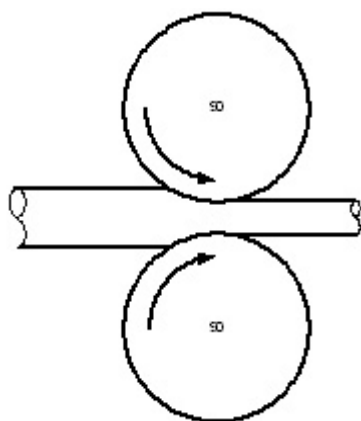
Après l'immersion dans le bain, les couronnes sont soigneusement rincées pour éliminer toute trace d'acide, de sels de fer, d'oxyde puis subissent un traitement de neutralisation qui, généralement, permet de déposer sur le fil une couche support du lubrifiant de tréfilage. Un séchage final permet d'avoir des fils secs et d'éliminer les traces éventuelles d'hydrogène occlus, qui fragilise l'acier lors de déformation.



a)



b)



c)

Figure 2-1 Moyens de déformation à froid de l'acier à béton :  
a) filière monobloc ; b) filière à rouleaux ; c) micro-laminage à froid

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

2) **Tréfilage proprement dit.** La déformation du fil au cours de l'étirage à travers la filière provoque une modification générale de ses propriétés et donc la variation des caractéristiques mécaniques par écrouissage: résistance, limite d'élasticité, allongement, striction (figure 2-2).

a. **Lubrification.** Les pressions extrêmement élevées qui se développent dans l'opération de tréfilage, de l'ordre de la contrainte d'écoulement du fil, nécessitent des lubrifiants particuliers qui doivent:

- i. résister aux fortes élévations de température;
- ii. réduire la force à exercer pour obtenir la déformation;
- iii. assurer un régime de lubrification stable;
- iv. supporter les opérations successives de tréfilage.

Les stéarates de chaux ou de soude à température de fusion élevée sont plus répandus en tant que **lubrifiants**. Leur échauffement croissant sensiblement comme la racine carrée de la vitesse. Ils sont utilisés en mélange avec des particules infusibles telles que la chaux ou le carbonate de calcium.

De tels lubrifiants laissent, à la surface du fil, un film épais qui permet des passages successifs, mais ils ont l'inconvénient de donner un produit ayant un aspect terne. On peut pallier à ces inconvénients par l'emploi de graisses en émulsions aqueuses ou d'huiles pleines.

Dans des cas particuliers, on utilise d'autres produits pour la lubrification: graphite; bisulfure de molybdène.

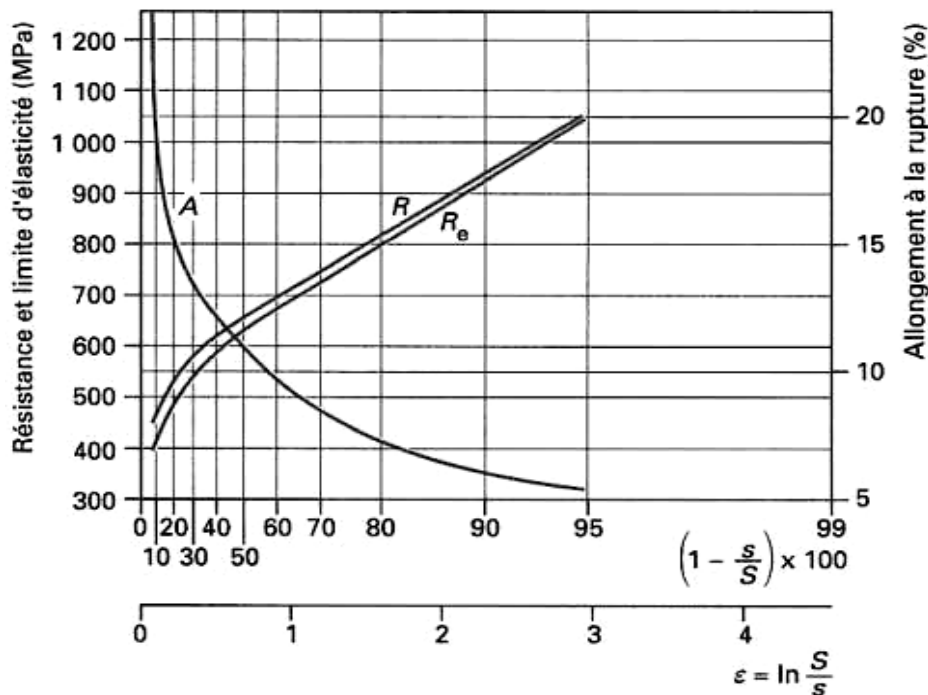


Figure 2-2 Évolution des propriétés mécaniques d'un fil d'acier à 0,06 % C, à partir de fil machine brut de laminage [21]

3) **Traitements thermiques des tréfilés.** Les traitements thermiques utilisés dans le tréfilage ont pour but :

- a. soit d'obtenir des fils machine ou des fils présentant une structure adaptée au tréfilage ou à la déformation ultérieure (recuit, patentage, hypertrempe);
- b. soit de communiquer au fil des caractéristiques particulières (trempe) ;
- c. soit de détruire l'effet de l'écrouissage et d'adoucir le fil (recuit).

### 2-2 Particularité de tréfilage classique

La différence entre les trois moyens de déformation à froid présentés ci-dessous consiste, en premier lieu, aux équipements utilisés pour la déformation ainsi que la fonction (active et passive) de l'outil de déformation. Par exemple, les modifications de forme et des dimensions géométriques dans le cas de tréfilage dans une filière à rouleaux se passent à l'aide de combinaison de rouleaux sans entraînement, tandis que lors du micro-laminage les rouleaux sont motorisés.

De fait, l'utilisation de tel ou tel procédé de déformation à froid se base sur des conditions de contraintes lors de la déformation, conditions de frottements dans la zone de déformation et conditions thermiques.

Le choix de l'équipement de déformation, ainsi que les propriétés mécaniques finales et l'état de surface des produits déformés dépendent, de la sorte, de trois conditions essentielles indiqués dans le paragraphe précédent.

Lors de l'étirage des fils à travers une filière, les contraintes influencent considérablement les conditions de travail. La déformation plastique intervient dans la filière sous l'effet combiné de la force de traction appliquée au fil et de la compression bilatérale qui apparaît le long des parois de la filière comme une force de réaction (figure 2-3)

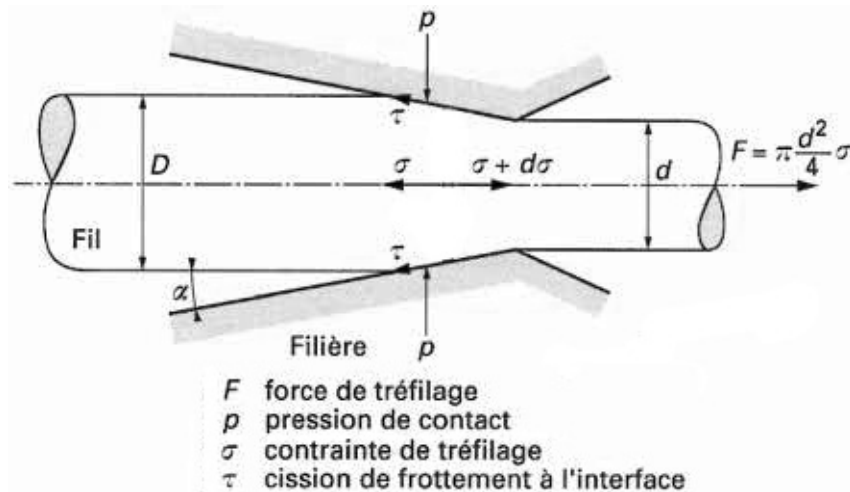


Figure 2-3 Décomposition des forces au cours de l'écoulement en filière

Il faut noter, que malgré toutes les opérations de la préparation de la surface, le rendement de tréfilage est limité. Le fait est que le travail des forces de frottement dans la filière et le travail des forces de tension de sens contraire (holdback tension) se transfèrent à l'énergie thermique. Le fil de l'armature s'échauffe grâce à ce transfert de chaleur: des mesures ont enregistré des températures atteignant 250°C [21]. L'augmentation de la température cause la destruction de la couche



lubrifiante ce qui rend irréalisable le déroulement du tréfilage. Le coefficient de frottement augmente et le fil peut se rompre lorsque la force unitaire de tréfilage atteint la résistance  $R_m$  du fil tréfilé :

$$F_u = \sigma_m \cdot \varepsilon \left( 1 + \frac{\mu}{\alpha} + \frac{2\alpha}{3\varepsilon} \right) \quad (I-1)$$

avec  $F_u$  – force unitaire de tréfilage,  
 $\sigma_m$  – contrainte moyenne d'écoulement,  
 $\varepsilon$  – déformation appliquée ( $\ln S/s$ ),  
 $\mu$  – coefficient de frottement,  
 $\alpha$  (rad) – demi-angle d'ouverture de la filière,

De plus, l'influence de ces températures sur le fil conduit à un processus de fragilisation, c'est-à-dire à la réduction de l'aptitude à la déformation. Cette perte de déformabilité est attribuée au vieillissement par écrouissage très rapide du fil d'acier aux températures élevées.

La présence des forces indiquées limite la vitesse de tréfilage : pour des diamètres de 3 à 12 mm la vitesse peut ne pas dépasser 7 m/s [23].

On peut encore tirer de la formule 2-1 la nécessité à limiter la déformation par passe à travers une filière. Ainsi, la valeur voulue finie de déformation se réalise par étirage multiple à travers les filières. Ceci détermine l'irrégularité de durcissement par écrouissage et provoque l'abaissement de productivité de tréfilage [24].

### **2-3 Particularité du microlaminage et du tréfilage à travers une filière à rouleaux**

Les procédés de microlaminage et de tréfilage à filière à rouleaux se distinguent par la présence d'entraînement des rouleaux.

Le schéma d'état de contraintes de microlaminage est la compression triaxiale (figure 2-4). La composante de traction du tenseur des déformations est absente, c'est pourquoi l'aptitude à la déformation est maximale lors du microlaminage. Néanmoins, le réglage de l'équipement est assez sophistiqué et son coût est assez élevé. Ainsi, on n'utilise ce type de production de l'armature que pour des aciers difficile à déformer.

Lors du tréfilage à rouleaux, le fil d'acier s'étire à travers une filière qui se compose de rouleaux, et c'est le fil qui fait tourner les rouleaux. De cette façon le tréfilage à travers une filière à rouleaux a une position intermédiaire entre le tréfilage classique et le microlaminage à froid du point de vue technologique ainsi que de point de vue d'état de contraintes.

Le tenseur des contraintes pour ce type de tréfilage présente une composante de traction, mais elle est beaucoup moins importante par rapport à celle du tréfilage classique. C'est le résultat de l'absence des forces de frottement considérables qui appartiennent au tréfilage au travers une filière monobloc.

La cinématique des processus présentés est aussi différente. Lors du tréfilage classique la filière reste fixe et le fil étant en mouvement « devance » la filière sur l'étendue de la zone de contact. Les forces de frottement de contact ont toujours de ce fait le sens contraire par rapport à la direction de tréfilage. L'utilisation d'une filière à rouleaux permet de rapprocher le tréfilage du laminage. Dans ce cas, la zone de contact se compose de deux composantes : zone de

« devancement » et de « retard ». Cependant, la zone de « devancement » prédomine pour la filière en rouleaux contrairement au processus de laminage. Les forces de frottement, accumulés dans la zone de contact, en l'occurrence, mettent en rotation les rouleaux de la filière.

Ainsi, le tréfilage à l'aide de filière à rouleaux est le procédé de type « intermédiaire » qui réunit en soi les qualités de tréfilage classique et de microlaminage.

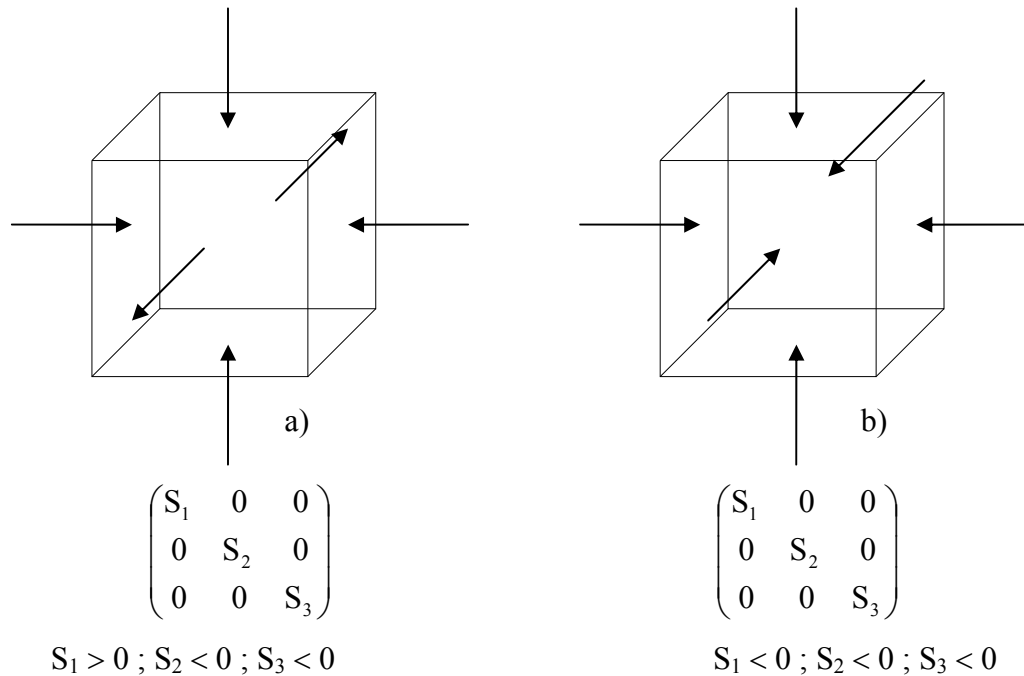


Figure 2-4 Schéma et tenseur de contraintes pour :  
a) tréfilage ; b) microlaminage à froid

Bien que le tréfilage classique donne la possibilité de produire une armature avec une très petite tolérance de diamètre et une ovalité minimale de fil [25], le tréfilage à l'aide de filière à rouleaux est la technique en progression. Elle a les avantages suivants:

- rendement élevé du processus de tréfilage avec garantie de qualité supérieure du produit tréfilé (figure 2-5); tenue à l'usure des rouleaux élevée par rapport à une filière conique ;

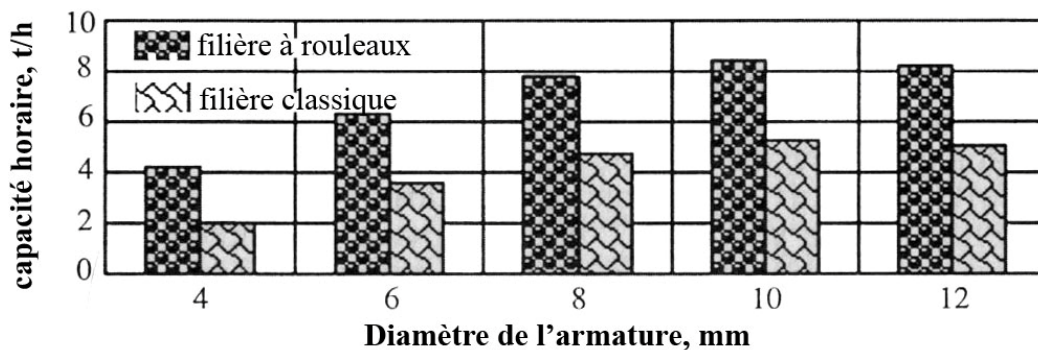


Figure 2-5 Capacité de tréfilage à l'aide des filières à rouleaux (machine LTP3/12S) et de tréfilage à l'aide des filières classique (machine LMT/DV) [23]

- déformation unitaire par passe élevée (jusqu'à 50%) ; ductilité de l'acier élevée lors de la déformation et, par conséquent, des efforts de tréfilage moins importants (figure 2-6);
- absence de l'opération spécifique de réparation de la surface ; il est possible de remplacer les lubrifiants coûteux par une émulsion d'agents antioxydes .

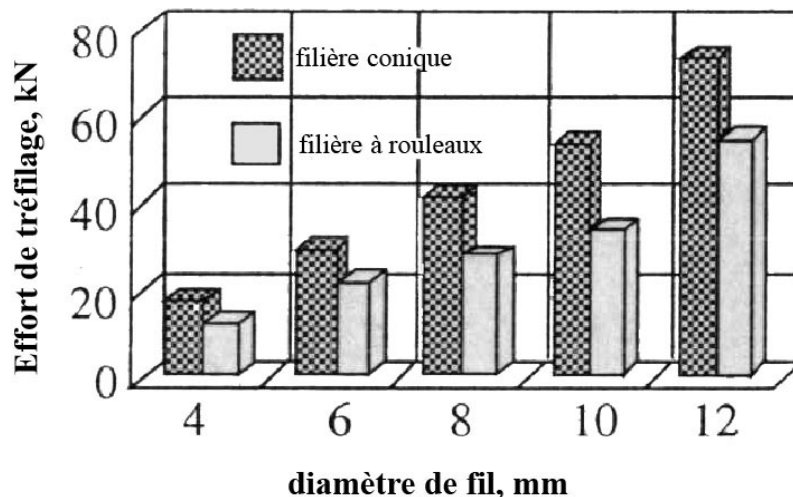


Figure 2-6 Comparaison des efforts de tréfilage dans la filière conique et filière à rouleaux [23]

#### 2-4 Problèmes de production de l'acier à béton par déformation à froid

Il faut signaler aussi les inconvénients de la technique de productions de l'acier à béton à l'aide de déformation à froid en général et notamment du tréfilage à travers une filière à rouleaux.

L'évolution de microstructure et des propriétés mécaniques de l'armature après la déformation à froid dépendent principalement du phénomène de l'écroutissage : formation des défauts cristallins ponctuels (lacunes), linéaires (dislocations), la perte de mobilité des dislocations qui entraîne un durcissement selon les modèles de *Taylor*, *Zeger*, *Hirsch*, *Mott*. Le durcissement se détermine par l'apparition de la texture de déformation selon certaines directions cristallographiques.

De cette façon, les différentes théories du tréfilage ne sont pas complètes et elles ne peuvent pas présager parfaitement des efforts de tréfilage et donc des propriétés mécaniques finales de tréfilé.

Un autre défaut considérable du procédé est la « nature » anisotrope de l'écroutissage. Le changement multiple de forme de tréfilé, et surtout en utilisant les filières à trois rouleaux - le schéma dit européen : rond→triangle ogival→rond (figure 2-7), mise en forme des crénelures sur la surface de produit tréfilé, provoquent les irrégularités de déformation et par conséquent la chute des propriétés plastiques de l'armature (tableau 2-1) [24, 26]. La plasticité de l'armature ne répond pas souvent aux exigences des normes en vigueur sur les produits pour le béton armé [27].

Pour améliorer le comportement plastique de l'acier à béton après la déformation à froid, on utilise différentes installations complémentaires, à savoir :

- machines de grenailage ;
- machines de flexion alternée.

Ceci peut aider à augmenter la plasticité de l'armature (figure 2-8), mais entraîne des coûts supplémentaires et détermine une perte du rendement de production.

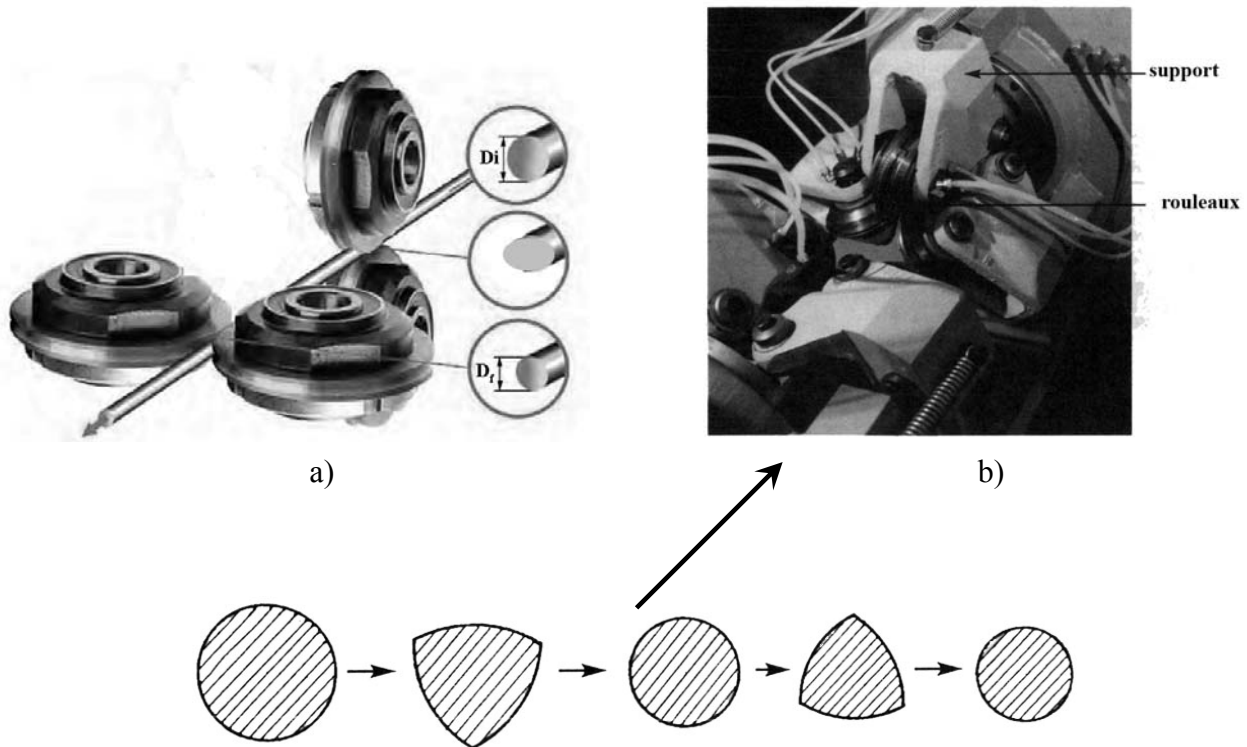


Figure 2-7 Formation de galbe de l'armature, tréfilé à l'aide de filière à rouleaux :  
a) schéma de filière à deux rouleaux ; b) à trois rouleaux (schéma européen)

N°	Ø, mm	N	Limite d'élasticité $\sigma_s$ , MPa				Résistance à la rupture $\sigma_B$ , MPa			
			$\bar{\sigma}_s$	$\Delta^*$	Min	Max	$\bar{\sigma}_B$	$\Delta^*$	Min	Max
1	5,0	16	584	17,4	543	620	625	16,9	589	656
2	6,0	17	607	18,7	559	664	644	17,3	601	700
3	7,0	14	575	7,1	554	582	606	9,0	586	620
4	8,0	18	570	19,3	503	651	602	20,1	533	690
5	10,0	15	617	40,7	542	797	649	38,8	572	824
6	12,0	17	581	19,5	551	639	612	19,9	576	676

N°	$\sigma_s/\sigma_s$				Allongement, $\lambda_{10}$ , %			
	$\bar{\sigma}_s/\bar{\sigma}_s$	$\Delta$	Min	Max	$\bar{\lambda}$	$\Delta$	Min	Max
1	1,07	0,013	1,04	1,10	9,7	0,83	8,4	11,4
2	1,06	0,011	1,04	1,09	10,0	0,85	8,5	12,2
3	1,05	0,008	1,04	1,07	11,6	0,83	9,8	12,6
4	1,05	0,009	1,02	1,08	11,3	0,94	7,5	13,5
5	1,05	0,017	1,02	1,11	10,5	0,86	8,4	14,5
6	1,05	0,011	1,02	1,09	10,9	0,67	9,2	12,4

$\Delta^*$  — variance de valeur

Tableau 2-1 Propriétés mécaniques de l'armature de l'acier Fe 41 (%C=0,03-0,12 ; %Mn=0,35-0,65 ; %Si=0,25 ;  $C_{eq}$ =0,45%) après le tréfilage dans la filière à rouleaux sur la ligne LTP (Ferriere Nord SpA) [23]

Après une analyse des propriétés, présentées dans le tableau 2-1, il faut noter, que l'allongement obtenu est plus faible par rapport aux exigences des normes pour l'acier de qualité 500MPa de limite d'élasticité – 14%. De plus, le rapport  $\sigma_B/\sigma_S$  ( $R_m/R_e$ ) ou bien la sécurité de l'armature dans la construction, se trouve à la limite inférieure possible (cf. chapitre 3).

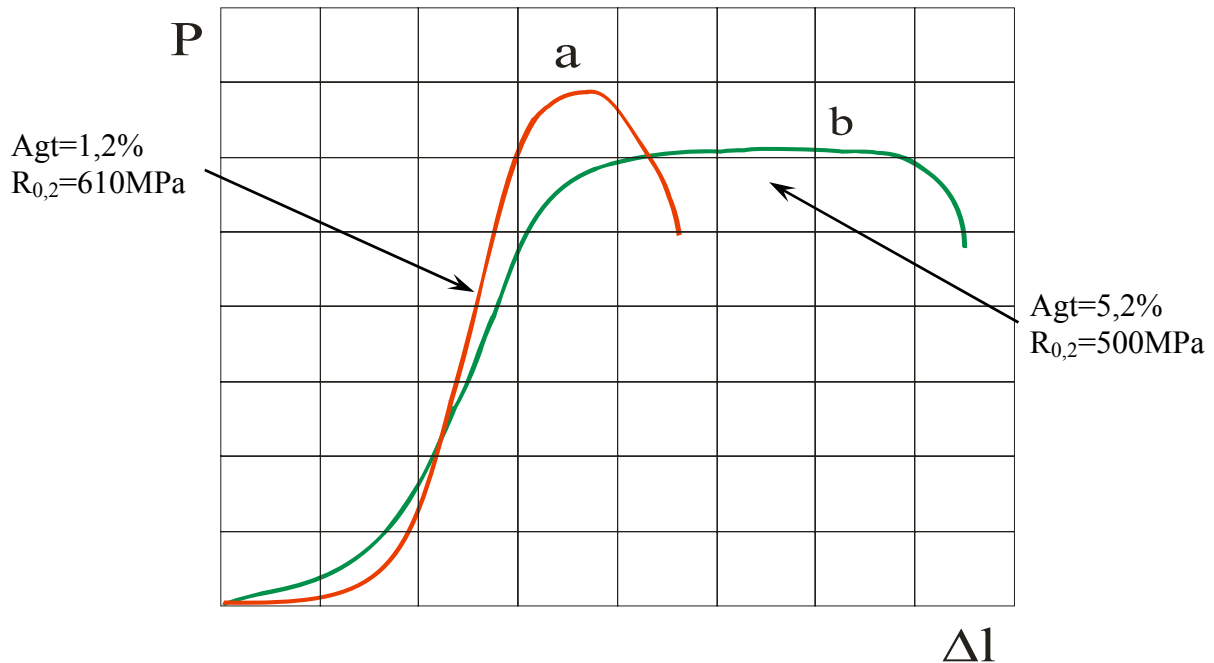


Figure 2-8 Allure de la courbe de traction de l'acier à béton Ø 8 mm [27] :

- a) après le tréfilage à froid ;
- b) après le traitement de flexion alternée

### 2-5 Conclusion

La production de l'armature de petits diamètres s'opère à l'aide d'une déformation à froid de tréfilage dans une filière conique (monobloc) ou dans une filière à rouleaux, à l'aide du microlaminage contrôlé.

Le moyen de production le plus en progrès est le tréfilage à travers une filière à rouleaux.

La déformation à froid détermine l'augmentation des propriétés de résistance et l'abaissement, souvent inadmissible, des propriétés plastiques de l'armature.

De plus, le changement de forme du fil rond → triangle ogival → rond, ainsi que la mise en forme des crénelures sur la surface du produit tréfilé provoquent des irrégularités de déformation et d'état de contraintes : phénomène de l'érouissage anisotrope.

Pour restaurer les propriétés plastiques de l'acier à béton, on utilise des installations et des techniques supplémentaires, ce que entraîne des surcoûts et cause une perte du rendement de production.



## CHAPITRE 3

### NORMALISATION

Les caractéristiques mécaniques, compositions chimiques et conditions générales de livraison de l'acier à béton sont définies dans des normes différentes.

La destination des normes et notamment des normes sur l'armature est polyvalente. Ce sont la réglementation des propriétés et par conséquent la garantie de sécurité des constructions en béton armé, ainsi que le moyen d'établissement des relations entre un producteur et un consommateur de l'acier de construction nationaux, transnationaux et internationaux.

L'augmentation de l'hauteur des bâtiments, le développement des techniques et des installations de production de l'armature, les facteurs économiques influencent le changement des exigences des normes.

De cette façon, actuellement, dans la pratique de la production des aciers pour béton sans précontrainte on tend à substituer différentes nuances de l'armature par une armature unifiée avec la valeur de la limite d'élasticité minimale de 500 MPa (tableau 3-1). De plus, les métallurgistes aspirent à produire l'armature de « haut adhérence » HA variant de 6-14 mm de diamètre, qui est plus répandue en génie civil, en forme des couronnes. Par exemple, le remplacement des ronds à béton de nuance 400MPa par cette armature conduit à une économie de métal de l'ordre de 10-20 % d'après les estimations de différents spécialistes [28].

#### 3-1 Propriétés mécaniques

La caractéristique principale de l'armature est sa limite d'élasticité apparente  $R_e$  ou conventionnelle  $R_{0,2}$ , déterminée à 0,2% d'allongement, car c'est elle qui est prise en considération dans les calculs de dimensionnement du génie civil (Eurocode 2) [29]. On peut la calculer comme le rapport entre la force à la limite d'élasticité (apparente ou conventionnelle) de l'armature et sa section nominale. De plus, les normes déterminent la valeur de la résistance à la rupture  $R_m$  ou bien le rapport  $R_m/R_e$ . Ce rapport caractérise la sécurité de l'armature dans la construction. Les valeurs  $R_e$  et  $R_m$  doivent être calculées en utilisant la section nominale de produit.

La section nominale d'une barre est égale à l'aire du cercle ayant pour diamètre le diamètre nominale.

Les armatures, outre leur aspect extérieur (lisse ou nervuré) sont qualifiées et désignées par leur diamètre nominal  $d_N$  – série des valeurs déterminées. Cependant, le diamètre nominal ne doit pas être confondu avec le diamètre réel des armatures  $d_R$  destinée à donner une information sur la section réelle. En effet, le diamètre réel est le diamètre d'un cylindre de révolution de même acier, ayant la même masse par mètre linéaire.

$$d_N = \sqrt{\frac{X \cdot 4}{\pi \cdot \rho}}, \quad (I-2)$$

avec  $X$  – masse par mètre linéaire ;

$\rho$  – masse volumique, pour l'acier 7,85 kg/dm<sup>3</sup>

Le diamètre réel ne doit différer du diamètre nominal que sur la valeur de tolérance maximale. Il faut toutefois noter que selon la Norme Européenne EN10080, qui spécifie les prescriptions générales et les définitions relatives aux caractéristiques de performance des aciers pour béton armé, il est possible de produire l'armature sous la forme de couronnes [30]. La série des diamètres nominaux, dans ce cas, peut comporter les valeurs fractionnaires et impaires :  **$d_N = 4,0; 4,5; 5...9,5; 10; 12; 14; 16$** .

Les mêmes valeurs de diamètre sont prévus dans des normes ДСТУ ENV 10080 :2005, ГОСТ P 52544-2006 suite à l'harmonisation avec EN 10080 :2005. Les diamètres fractionnaires sont aussi prévus par les normes françaises NF A35-016-2 et NF A35-019-2 et allemandes DIN 488-1 pour les treillis soudés.

Ainsi, on peut constater, que les tolérances sur les dimensions de l'armature doivent diminuer en conséquence de la diminution de l'écart entre les valeurs de série des diamètres nominaux. La différence entre le diamètre réel et le diamètre nominal comprenant la tolérance, dans ce cas, peut être très inférieure à l'erreur de mesure. C'est pourquoi existe, par exemple, la norme ГОСТ 12004 sur le territoire de l'Ukraine, la Russie, et la Biélorussie, qui autorise l'utilisation de diamètre réel dans les calculs des propriétés de résistance.

On peut subdiviser les normes existantes par la présence des autres classes techniques de l'armature hors de la classe de 500MPa de limite d'élasticité (tableau 3-1). Il existe au moins 2 classes de l'armature HA inférieur à 500MPa, à savoir 300MPa (ISO 6935) et 400MPa (NF A35-016 et NF A35-019, DIN 488, ДСТУ 3760) de limite d'élasticité.

Cependant, la classe de 300MPa ne s'utilise que pour les produits peu importants. En ce qui concerne la nuance de 400MPa, les normes modernes exigent les caractéristiques de résistance de l'armature de plus en plus élevées. Par exemple, au lieu de la nuance de 400MPa, la norme DIN 488 prévoit la production de l'acier à béton de nuance BSt 420 S ( $R_e = 420$  MPa), les normes NF A35-016 et NF A35-019 de l'année 2007 exigent la production des nuances B450B et B450C ( $R_e = 450$ MPa) au lieu de la nuance Fe E40 ( $R_e = 410$ MPa). Dans la norme BS 4449 de 2007 il n'existe que la classes B500 ( $R_e = 500$  MPa) alors que la classe 460 (A et B) avec  $R_e = 460$ MPa, qui était la principale dans BS 4449 de 1997, est absente. Concernant la norme ukrainienne ДСТУ 3760, la classe A500C ( $R_e = 500$  MPa) a été ajoutée dans la norme à l'égal des classes A400C ( $R_e = 400$  MPa) et A600C ( $R_e = 600$ MPa), qui existaient précédemment. Ceci peut être expliqué par l'harmonisation des normes avec des normes européennes qui n'est pas encore complète, et aussi par la présence de ces classes dans des règlements de construction.



*Partie I Étude bibliographique. Chapitre3 Normalisation*

Normes		Nuance	$d_N, \text{mm}^2$	Re (R <sub>0,2</sub> ), MPa	Rm,MPa	Rm/Re(R <sub>0,2</sub> )	A <sub>5</sub> (A <sub>10</sub> ), % min	A <sub>r</sub> , % min	Agt, % min
1		2	3	4	5	6	7	8	9
Ukrainiennes	ДСТУ ENV 10080 :2005 <sup>1)</sup>	B500A	5-16	500		1,05 (1,03 pour d=5,0 ; 5,5mm)			2,5 (2,0 pour d=5,0 ; 5,5mm)
		B500B	6-16	500		1,08			5
	ДСТУ 3760 :2006	A500C		500	600		14		5
Russes	ГОСТ Р 52544- 2006	A500C	6-14	500	600	1,08	14		
		B500C	4-12	500	550	1,05 (1,03 pour d ≤ 5,5mm)		2	2,5
Françaises	NF A35-016-1 NF A35-016-2 (2007)	B500A	5-16	500		1,05 (1,03 pour d=5,0mm)			2,5 (2,0 pour d=5,0 mm)
		B500B		500		1,08 (1,05 pour d=5,0mm)			5,0 (4,0 pour d=5,0 mm)
	NF A35-019-1 NF A35-019-2 (2007)	B450B	5-14	450		1,08 (1,05 pour d=5,0mm)			5,0 (4,0 pour d=5,0 mm)
		B450C		450		1,15...1,35			7,5
Britanniques	BS 4449 :2005	B500A	4-16	500		1,05 (1,02 pour d ≤ 8mm)			2,5 (1,0% pour d ≤ 8mm)
		B500B		500		1,08			5,0
		B500C		500		1,15 < Rm/Re < 1,35			7,5

Tableau 3-1 Caractéristiques mécaniques de traction de l'acier à béton HA soudable selon les différentes Normes [31, 32, 33, 34, 35, 36, 37]

*Partie I Étude bibliographique. Chapitre3 Normalisation*

	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Allemandes	<b>DIN 488-1 (1984)<sup>1)</sup></b>	BSt 500 S	6-28 (barres)	500	550		(10)		
		BSt 500 P	4-12	500	550		(8)		
Européennes	<b>ENV 10080 :1995<sup>3)</sup></b>	B500A	5-16	500		1,05			2,5
		B500B	6-16	500		1,08			5,0
Internationales	<b>ISO 6935-2 : 2007<sup>1)</sup></b>	B500AWR	6-50 (barres)	500		1,02	14		2
		B500BWR				1,08			5
		B500CWR				1,15			7
		B500DWR				1,25	13		8
<p>1) Norme défini encore les autres nuances et les classes techniques de l'armature.</p> <p>2) <math>d_N</math> – valeur de diamètre nominale en mm de l'armature livrée sous la forme de couronnes.</p> <p>3) Norme ENV 10080 :2005 est remplacé par EN 10080 :2005. Norme en vigueur EN 10080 :2005, adopté par le CEN le 21 avril 2005, ne définit pas les classes techniques.</p>									

Tableau 3-1 Caractéristiques mécaniques de traction de l'acier à béton HA soudable selon les différentes Normes (fin)

En ce qui concerne les propriétés plastiques et le rapport  $R_m/Re$ , ils étaient rapportés de la nuance de 400MPa à la nuance de 500MPa presque sans changement, excepté les normes ou la caractéristique de plasticité a changé. Ainsi, on utilise maintenant la caractéristique  $A_{gt}$  – l’allongement total sous force maximale, déterminé par la norme EN 10080, plus fréquemment par rapport à  $A_{5(10)}$  – l’allongement proportionnel correspondant à la longueur utile de calcul égale à 5d (10d) de l’éprouvette de traction (cf. tableau 3-1, figure 3-1).

Pour certaines normes (DCTY 3760) les deux caractéristiques sont spécifiées. Dans la norme DCTY 3760 est spécifié encore une valeur de l’allongement réparti –  $A_r$  ou  $A_g$ . La caractéristique  $A_{gt}$  comprend la composante élastique et la composante plastique de déformation et ne peut être mesurée que sur la courbe de traction (figure 3-1). La caractéristique  $A_{5(10)}$  est mesuré directement sur l’éprouvette après rupture sur le fût de l’éprouvette comprenant une zone de la striction ; le  $A_r$  peut être mesuré sur le fût de l’éprouvette en dehors de la striction, ainsi que sur le diagramme de traction (figure 3-2). Les allongements  $A_{5(10)}$  et  $A_r$  ne comprennent que la composante plastique de déformation.

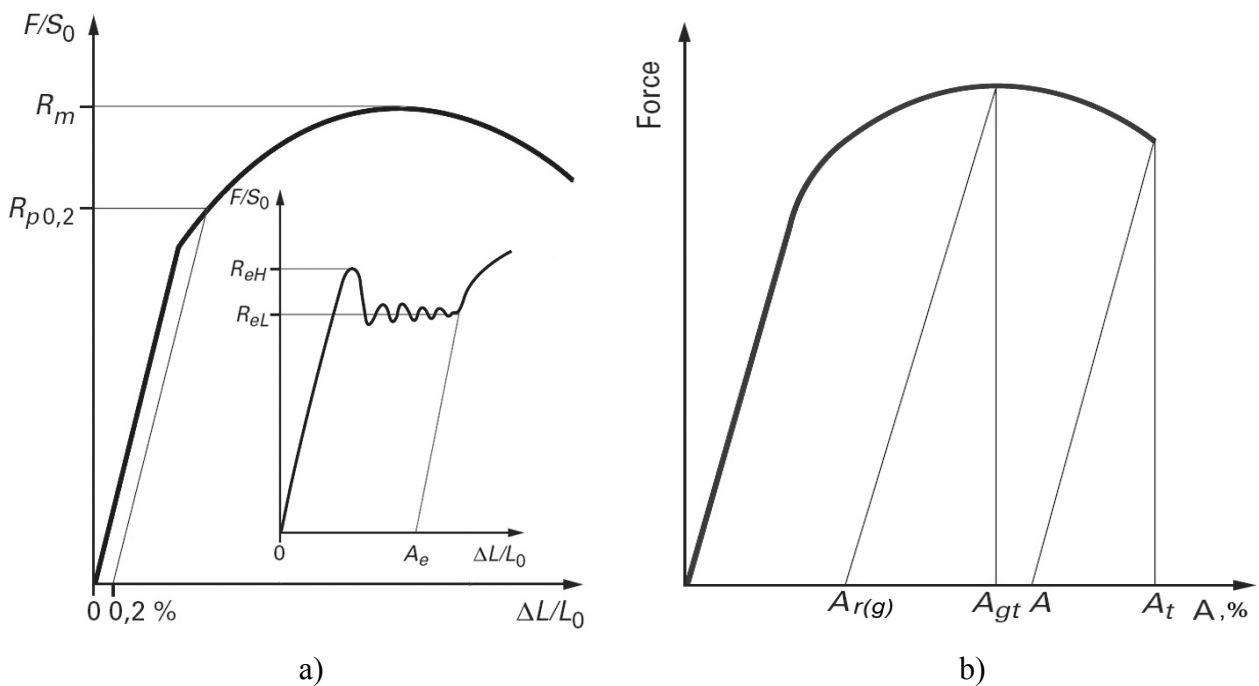


Figure 3-1 Définition de diverses notations pour :

a) les caractéristique de résistance;

( $Re_H$  – limite supérieure d’écoulement;  $Re_L$  – limite inférieure d’écoulement;)

b) les allongements.

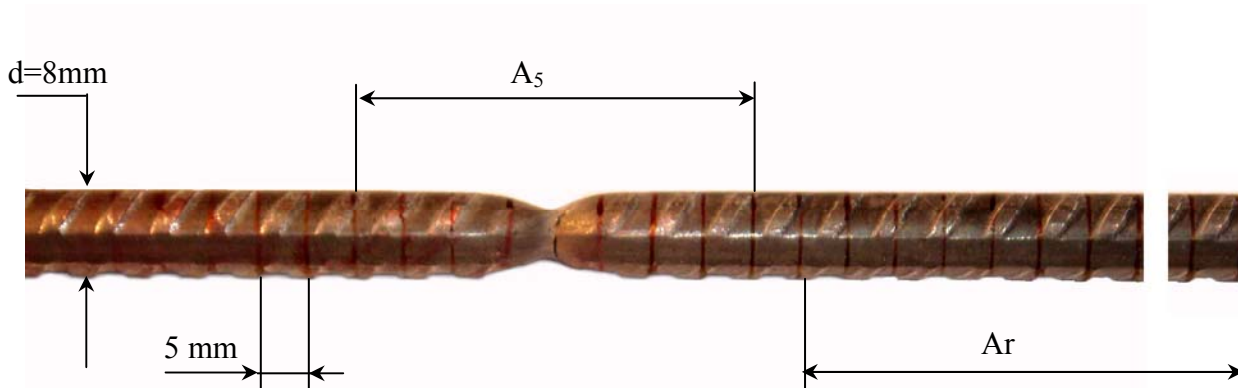


Figure 3-2 Détermination des allongements proportionnels  $A_{5(10,100)}$  et réparti  $A_r$

L'augmentation des exigences des normes envers les propriétés de résistance et la conservation des propriétés plastiques attestent la sévérité plus importante des normes modernes par rapport à celles antérieures.

Cependant, il existe quelques exceptions, qui concernent les armatures de petits diamètres. Ainsi, pour la classe de plasticité « A » (une lettre après les chiffres dans la dénomination de nuance) les limitations concernent les diamètres 5,0 ; 5,5 mm (NF A35-016 ; ДСТУ 3760 ; ГОСТ P 52544) et ceux inférieurs à 8,0 mm (BS 4449). La réduction maximale de plasticité a lieu pour la norme BS 4449, selon laquelle le  $A_{gt}$  est réduit jusqu'à 1,0% et le rapport  $R_m/R_e$  jusqu'à 1,2.

Ces restrictions concernent, probablement, en premier lieu les armatures, fabriquées par déformation à froid, car c'est la déformation à froid qui permet d'obtenir une qualité géométrique supérieure lors de production des armatures de petits diamètres. En d'autres termes, les exigences des normes se coordonnent avec les difficultés de production de l'armature par déformation à froid et confirment les problèmes liés avec ce moyen de production (voir le paragraphe 2-4).

Le fait que les différentes normes ne prévoient la production de l'acier à béton que sous la forme des barres après la déformation à chaud (ISO 6935, DIN 488), atteste indirectement les problèmes de production de l'armature à cause de non-uniformité de refroidissement de l'armature enroulé en couronne (voir le paragraphe 1-4).

De cette façon, sauf les exigences proprement dites envers les propriétés mécaniques, les normes peuvent contenir l'information indirecte sur le niveau de développement de la technologie de production de l'acier à béton.

### 3-2 Composition chimique

Une des propriétés principales de l'armature à béton est la soudabilité. On peut définir la soudabilité comme une propriété géométrique:

« La soudabilité d'un métal ou d'un alliage est l'aptitude de ce métal ou de cet alliage à être assemblé par fusion ou par tout autre procédé assurant la continuité de la matière » ;

ou bien comme une propriété métallurgique :

« La soudabilité est l'aptitude d'un matériau à être soudé par des techniques appropriées sans perte de résistance, ni dans la soudure, ni à son voisinage ».

Norme	Composition chimique, % masse									
	max									
	C	Si	Mn	S	P	N	Cu	As	Céq	Céq, équation
<b>ДСТУ ENV 10080</b>	0,24	—	—	0,055	0,055	0,013	—	—	0,52	$C_{eq} = C + \frac{Mn}{6} + \frac{(Cr + V + Mo)}{5} + \frac{(Cu + Ni)}{15}$
<b>ДСТУ 3760 :2006</b>	0,25	—	—	0,045	0,045	0,012	—	0,08	0,3-0,52	
<b>ГОСТ Р 52544-2006</b>	0,24	0,95	1,70	0,055	0,055	0,13	0,55	—	0,52	
<b>NF A35- 016(019)-1 (2)</b>	0,24	—	—	0,055	0,055	0,014	0,85	—	0,52	
<b>BS 4449 : 2005</b>	0,24	—	—	0,055	0,055	0,014	0,85	—	0,52	
<b>DIN 488-1: 1984</b>	0,24	—	—	0,055	0,055	0,013	—	—	—	
<b>EN 10080 : 2005</b>	0,24	—	—	0,055	0,055	0,014	0,85	—	0,52	
<b>ISO 6935-2 : 2007 a)</b>	<b>1</b>	0,22	0,60	1,60	0,050	0,050	0,012		0,50	
	<b>2</b>	0,32	0,55	1,50	0,040	0,040	0,012		0,61	
a) 1 : B500AWR, B500BWR, B500CWR ; 2 : B500DWR										

Tableau 3-2 Compositions chimiques de l'acier à béton HA soudable selon les Normes [31, 32, 33, 34, 35, 36, 37]

Car le soudage est le procédé accompagné d'une diffusion des éléments chimiques, la soudabilité est déterminée par deux caractéristiques (tableau 3-2):

- les limites relatives aux teneurs en certains éléments (éléments les plus influents) ;
- le carbone équivalent.

En analysant les données présentées dans le tableau 3-2, on peut constater, que les normes de différents États sont bien harmonisées selon la composition chimique et la valeur de carbone équivalent. Les aciers utilisés pour la production de l'armature de nuance 500MPa d'après toutes les normes sont de qualité ordinaire, bas carbone, peu chargés en éléments d'alliage et donc soudables. Toutefois, la valeur de carbone équivalent qui dépasse 0,50 (B500DWR selon ISO 6935-2) indique l'utilisation élevée de différents éléments d'alliage tels que Cr, V, Mo etc., qui compliquent la soudure mais permettent d'obtenir les caractéristiques de plasticité élevées ( $A_{gt}=8\%$  pour B500DWR). En outre, l'utilisation de ces éléments renchérit le produit fini.

Le fait que les aciers utilisés sont à bas carbone atteste la nécessité d'utiliser les traitements de durcissement pour obtenir la qualité de 500MPa, à savoir : le traitement thermomécanique (TMCP) ou bien la déformation à froid. Ainsi, le fait que l'acier doit être soudable prédétermine les difficultés au stade de production de l'armature qui sont décrits aux paragraphes 1-4 et 2-4 de chapitres 1 et 2 de la présente partie.

### **3-3 Conclusion**

Les normes contiennent les exigences envers les propriétés mécaniques de l'armature et parfois envers son moyen de production. Les normes peuvent aussi contenir une information indirecte à propos des difficultés de tel ou tel moyen de production de l'acier à béton. Ainsi, selon les normes différentes il est possible de produire des armatures de petit diamètre avec les propriétés de plasticité réduites ; l'armature ne doit être produite que sous la forme de barres.

D'autre part, les normes proposent le « compromis » aux producteurs de l'acier à béton. C'est pour cela qu'il existe différentes classes techniques de l'armature avec les exigences différentes de résistance, de plasticité et de forme de produit fini – les barres ou les couronnes.

## **CHAPITRE 4**

### **AUTRES TYPES DE DÉFORMATION À FROID**

L'armature, lors de son traitement dans des usines de génie civil (dressage etc.), subit une déformation complémentaire, outre les types de déformation décrits ci-dessus. Cette déformation en combinaison avec l'action de la température peuvent changer les propriétés de l'armature et déterminent donc les caractéristiques mécaniques finales de l'acier à béton.

Par exemple, l'armature peut subir les déformations complémentaires de traction (l'étirage), de flexion (le pliage) et de torsion (le tordage). Ces déformations sont inséparables des processus technologiques de déroulement de couronne et du dressage, mais peuvent être contrôlées et utilisées directement pour le changement de l'ensemble des propriétés mécaniques de l'armature.

L'applicabilité de tel ou tel moyen de déformation dépend, dans ces conditions, de plusieurs facteurs, tels que :

- la simplicité et la faisabilité technologique du chaque type de déformation ;
- la capacité d'augmenter les propriétés de résistance ;
- la capacité de maintenir le haut niveau des propriétés plastiques qui correspondraient aux exigences des normes ou bien les surpasseraient.

Nous présenteront brièvement dans ce chapitre les trois types de déformation indiqués. L'aspect mécanique de déformation par torsion sera étudié d'une manière détaillée dans des prochains chapitres.

#### **4-1 Déformation par traction**

Le moyen de déformation le plus répandu dans la pratique de production de l'armature et mieux maîtrisé dans les années 70-80 était la déformation de traction.

Lors de la traction, dans les sections droites de l'armature n'apparaissent que les efforts normaux, parallèles à l'axe de barreau. Toutes les autres forces intérieures, tels que les efforts tranchants, les couples de torsion et de flexion, sont égales au zéro.

L'état de contrainte est presque homogène et constant dans toute la zone hors la zone d'application des efforts conformément au principe de Saint-Venant. La loi de changement des contraintes normales qui apparaissent lors de traction peut être exprimée par la ligne de la contrainte présentée sur la figure 4-1.

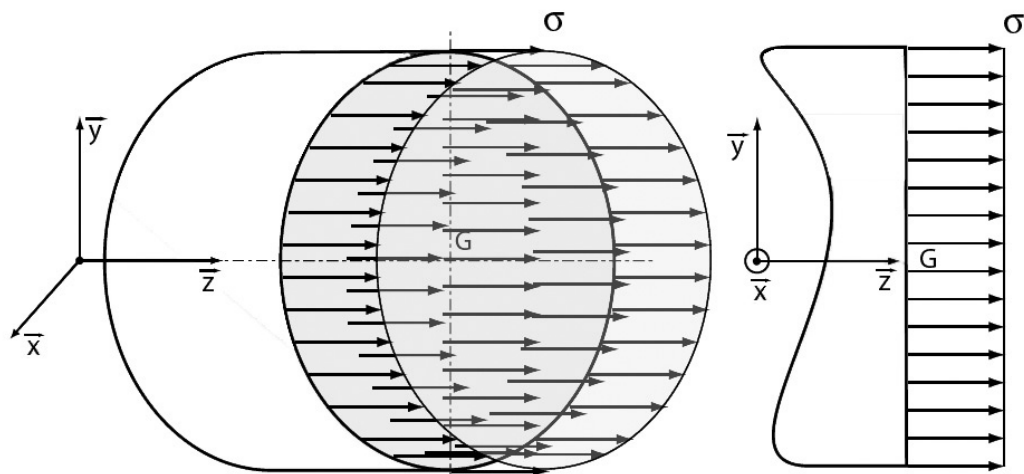


Figure 4-1 Répartition des contraintes dans l'armature en traction

Sur le territoire de l'Ukraine et de la Russie avait lieu la production de l'armature à béton durcis par l'étirage, à savoir A-IIIВ et A-IIВ [38]. Ici A – « armature », III (II) – catégorie de résistance (niveau de la limite d'élasticité), В – « durcissement par l'étirage ». Ce type de l'armature se produisait selon les règlements de construction СНиП I-В.4-62. Conformément à ces règlements, on utilisait l'armature laminée à chaud et refroidie à l'air calme sans traitement thermique pour la production de ces deux classes techniques de l'armature, A-IIIВ et A-IIВ. Lors de la déformation de traction la valeur des contraintes dépassait la valeur de la limite d'élasticité de l'armature. Autrement dit, la déformation appliquée était la déformation plastique et l'augmentation de la limite d'élasticité se réalisait grâce à l'écroutissage à froid.

On estimait qu'après l'étirage les allongements seraient inférieurs à ceux initiaux de la valeur de déformation de traction. Cependant, les allongements finaux peuvent se réduire encore de 1 à 5% à cause du vieillissement après déformation [39]. Dans certaines conditions de déformation, les allongements peuvent atteindre des valeurs inadmissibles, voisines de zéro. C'est pourquoi les régimes de l'étirage doivent prendre en considération les particularités de chaque type d'armature, telles que la composition chimique, la rigidité initiale etc. Ainsi, il est nécessaire de bien définir non seulement la charge (le niveau des contraintes) mais aussi les valeurs limites des allongements lors de déformation de traction.

De plus, le durcissement par étirage était utilisé pour l'armature des nuances A-III и A-II (selon la norme ГОСТ 5781-82), équivalent aux nuances A400 et A300 ( $R_e = 400$  et  $300$  MPa). Ce traitement permettait d'augmenter les limites d'élasticité des armatures indiquées de 40 à 50%. Pour ces deux classes de l'armature  $R_e = R_m - 50$  MPa. La valeur de  $R_e$  correspond aussi à la contrainte contrôlée de traction lors de l'étirage (tableau 4-1).

L'étirage de l'armature s'effectuait jusqu'à la valeur de contrainte demandée dans des conditions de contrôle des efforts et des allongements lors de déformation. Si l'allongement n'atteignait pas la valeur indiquée (tableau 4-1) l'étirage s'arrêtait. De cette façon, la spécificité ainsi que la complexité de durcissement par étirage est que le processus n'était pas continu et qu'il exigeait des opérations manuelles [40].



<b>Classe technique de l'armature</b>	<b>Régime de durcissement et la nuance de l'acier *</b>	<b>Re, MPa</b>	<b>Rm, MPa</b>	<b>A<sub>5</sub>, %</b>	<b>Diamètre des barres, mm</b>
<b>A-IIБ</b>	Jusqu'à la contrainte 450MPa l'allongement n'est pas plus que 5,5% (acier CТ5)	450	500	8	10-40
<b>A-IIIБ</b>	Jusqu'à la contrainte 550MPa l'allongement n'est pas plus que 3,5% (acier 25Г2С) et 4,5% (acier 35ГС)	550	600	8	10-40
* – les nuances de l'acier sont données conformément aux normes ukrainiennes (russes) CТ 5 : C=0,08-0,37 ; Mn= 0,5-0,8 ; Si= 0,15-0,30 ; équivalents : A 50-2 (NF A35-501), E295 (EN 10027-1) 25Г2С : C=0,20-0,29 ; Mn= 1,2-1,6 ; Si= 0,6-0,9 35ГС : C=0,30-0,37 ; Mn= 0,8-1,2 ; Si= 0,6-0,9					

Tableau 4-1 Propriétés mécaniques de l'armature après la déformation de l'étirage à froid

En France ainsi qu'en Europe en général la déformation par traction s'utilisait conjointement avec la déformation de torsion pour la production de l'armature de type Tentor.

Il faut bien noter, que les aciers utilisés pour l'étirage à froid étaient ceux à carbone moyen, chargés par certains éléments d'addition. Ceci déterminait les problèmes de soudage de l'acier et les valeurs réduites de l'allongement, qui étaient en dessous des exigences des normes. L'armature ne se livrait que sous la forme de barres. On estimait, que l'utilisation de l'étirage pour la production de l'armature était la mesure temporaire qui ne serait pas utilisable dans des conditions de liquidation du déficit des armatures de classes techniques 500MPa, produites à l'aide du traitement thermomécanique.

#### **4-2 Déformation par torsion**

La torsion est la sollicitation subie par un corps soumis à l'action d'un couple de forces opposées agissant dans des plans parallèles. Elle s'exprime sous la forme d'un moment de force. Lors de la torsion, dans les sections droites de l'armature n'apparaissent que le moment de torsion et toutes les autres forces intérieures sont presque égales à zéro. Les contraintes tangentielles et la déformation sont inhomogènes dans la section d'une barre pleine : le maximum est à la surface et le minimum est au centre d'un barreau de l'armature (figure 4-2). Ainsi, les différentes déformations dans la section d'une barre de l'armature déterminent le durcissement maximal près de la surface, qui diminue à mesure que l'on s'approche du centre de la section. De cette façon, le laminé, déformé par torsion cumule une bonne résistance en combinaison avec une plasticité suffisante.

Le moyen d'érouissage par torsion a été proposé avant le moyen d'étirage. Pourtant, ce type d'érouissage n'était pas répandu dans l'industrie de l'ex URSS et donc de l'Ukraine à cause

des différents problèmes technologiques, tels que l'inégalité de l'angle de torsion le long de barre-type de l'armature (6 m au minimum). De plus, la torsion n'assurait pas un rendement suffisant des processus de durcissement car il n'était pas continu et exigeait des opérations manuelles.

On utilisait pour la torsion des aciers ronds à bas carbone de qualité ordinaire, tels que Cт2, Cт3 и Cт4, dont les compositions chimiques sont présentées dans le tableau 4-2. De plus, on utilisait pour le traitement de torsion des barres laminées à chaud de la forme ovale, carré et aussi des feuillets [40].

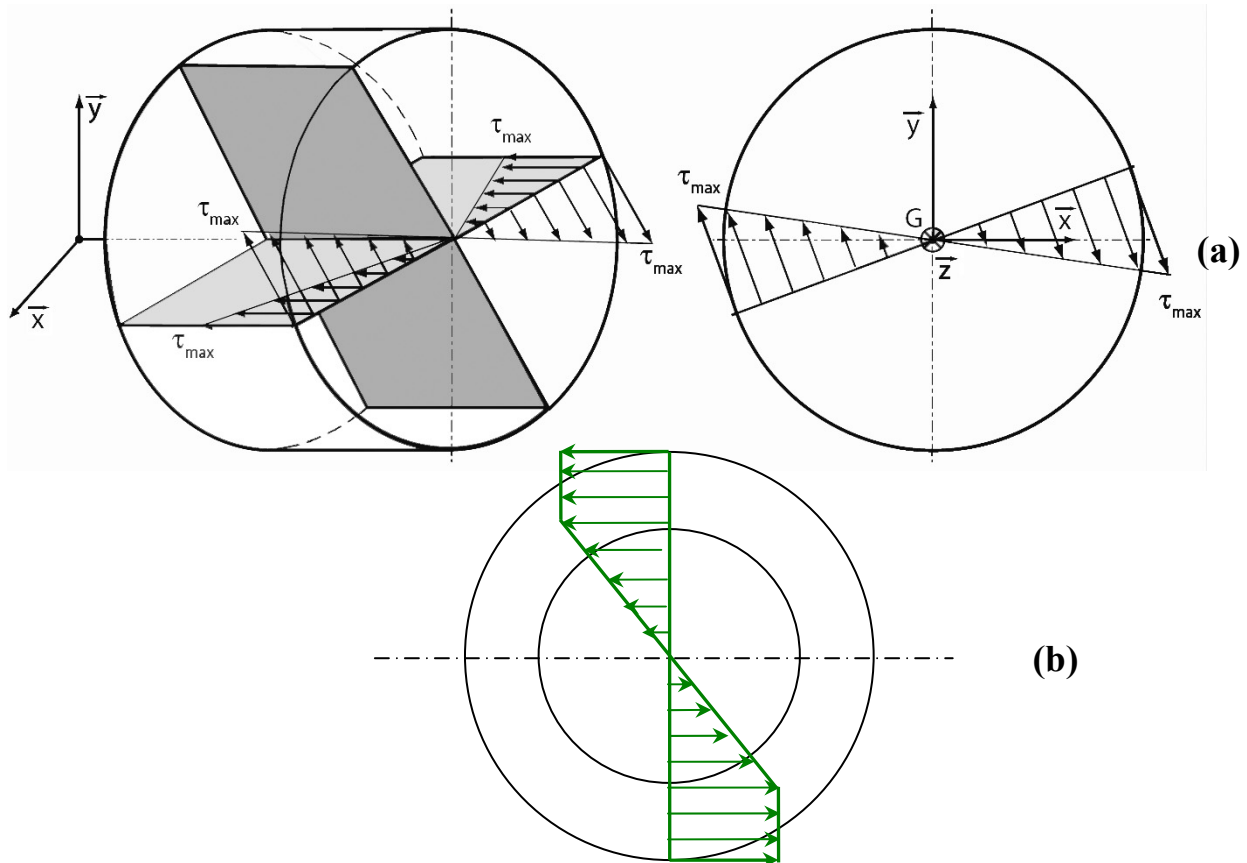


Figure 4-2 Répartition des contraintes dans l'armature en torsion  
a) cas de torsion élastique ; b) cas de torsion élasto-plastique

Nuance d'acier	Composition chimique, % masse					Equivalent, NF A35-501	Equivalent, EN10027-1 (EN10025)
	C	Si	Mn	S	P		
<b>Cт2</b>	0,09-0,15	0,15-0,3	0,25-0,5	≤0,05	≤0,04	A34-2	S235JR
<b>Cт3</b>	0,14-0,22	0,05-0,15	0,4-0,65	≤0,05	≤0,04	E24-2	S235JRG1
<b>Cт4</b>	0,18-0,27	0,05-0,15	0,4-0,7	≤0,05	≤0,04	E28-2	S275JR

Tableau 4-2 Compositions chimiques des aciers à béton destiné à la torsion

En ce qui concerne les pays européens et notamment la France, la torsion était plus répandue pour la production des armatures des nuances Tor, Tentor et Caron (figure 4-3). Pour le traitement on utilisait les aciers doux laminés à chaud avec une limite d'élasticité initiale de 250-300MPa. La nuance de l'acier Tor se présente sous la forme d'un rond pourvu de deux nervures hélicoïdales. Les diamètres supérieurs à 10 mm comportaient des verrous obliques de pentes différents de celle de nervures. La nuance Caron avait l'aspect d'un laminé carré à angles arrondis. La nuance Tentor est écrouie par l'action simultanée de la traction et de la torsion et se présente sous la forme d'un rond muni de deux nervures hélicoïdales entre lesquelles sont disposés des créneaux obliques.

Il faut noter, que l'hypothèse de répartition des contraintes, présentée sur la figure 4-2, n'est pas applicable pour la nuance de l'armature Caron.

Cette restriction est liée au fait que pour toute section qui n'est pas circulaire:

- les sections ne restent pas planes et se gauchissent,
- la contrainte de cisaillement qui est perpendiculaire au rayon vecteur, ne peut pas être tangente au contour non circulaire de la section.

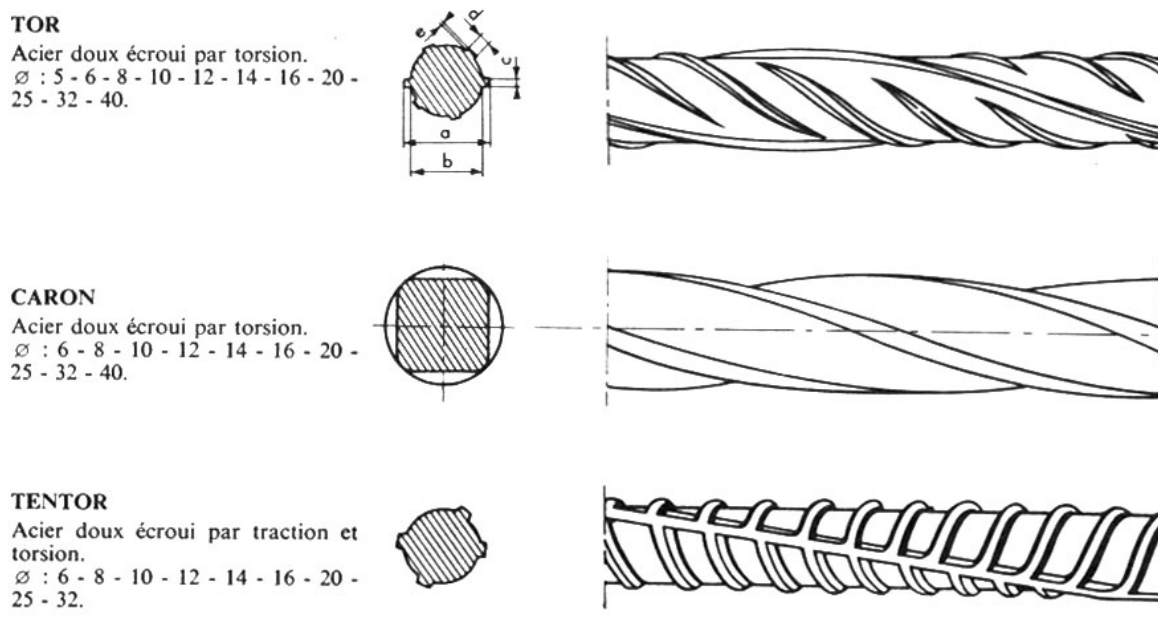


Figure 4-3 Barres à haute adhérence déformées par torsion [41]

Les propriétés mécaniques des armatures indiquées sont contradictoires selon les différents auteurs surtout pour une armature Tor. Cependant, la valeur moyenne de la limite d'élasticité correspond à la qualité de 400MPa – 450MPa ce qui ne concorde pas avec la plupart des normes modernes sur l'acier à béton. Les propriétés principales des armatures sont présentées dans le tableau 4-3. On peut encore constater, que l'augmentation des propriétés s'obtient par l'augmentation de teneur en carbone et de certains éléments d'alliage, tel que Mn. D'après [41] le pas de torsion passe de 60mm (pour le diamètre de 5 mm) à 168 (pour le diamètre de 14 mm) ce qui correspond à l'angle de torsion de  $30^\circ/d$ .

Nuance de l'armature	Composition chimique, % masse			d <sub>N</sub> , mm	Propriétés de traction, min		
	C	Mn	Si		Re, MPa	Rm, MPa	A <sub>5</sub> , %
[40]							
<b>Tor-40</b>	0,05-0,1	0,45	—	<18	420	500	8
				>18	400		
<b>Tor-60</b>	0,21-0,25	1,4-1,6	0,3-0,4	<20	600	750	12
<b>Tentor</b>	—	—	—	<9,5	490	560	12
				>9,5	420	490	16
[42]							
<b>Tor</b>	—	—	—	≤20	420-485	600	14
				≥25	400-460	500	
<b>Tentor</b>	—	—	—		450	580	21
<b>Caron</b>	—	—	—	≤20	420	485	14
				≥25	400	460	

Tableau 4-3 Propriétés mécaniques de différents aciers après torsion

L'étude bibliographique montre, que la déformation par torsion assure l'augmentation la plus significative de la limite d'élasticité par rapport à la traction. Les propriétés plastiques se trouvent aussi au plus haut niveau pour la déformation de torsion (tableau 4-4). Cependant, il est difficile de comparer ces deux types de déformation, car les natures des contraintes actives se différencient et la valeur des contraintes pour la déformation n'est pas présentée. Pour une telle comparaison il vaut mieux utiliser la contrainte équivalente (de Von-Mises par exemple).

Type de déformation de l'armature	Rm, MPa	Re, MPa	A <sub>5</sub> , %	Changement des caractéristiques mécaniques, %		
				Rm	Re	A <sub>5</sub>
nuance Cr 5						
Etat initial (laminage à chaud)	527	364	24,4	—	—	—
Torsion	547	473	18,5	+2,3	+42,0	-24,0
Traction (étirage jusqu'à $\sigma=450\text{MPa}$ )	525	454	13,8	≈ 0	+25,0	-40,0
nuance 25Г2С						
Etat initial (laminage à chaud)	663	445	30,0	—	—	—
Torsion	680	590	16,1	+2,6	+32	-47,0
Traction (étirage jusqu'à $\sigma=550\text{MPa}$ )	665	557	14,5	≈ 0	+27,0	-59,0

Tableau 4-4 Aptitude au durcissement des déformations de traction et de torsion [40]

Actuellement, les normes ne prévoient pas la production de l'armature écrouie par torsion. A partir des années 80, ce type d'acier à béton était de plus en plus rare sur le marché en raison de son prix de revient élevé : les opérations manuelles nécessaires pour l'écrouissage étaient onéreuses, et, dans des conditions d'emploi identiques, comme celles que prescrivaient les règles CCBA 68, par exemple, l'acier Tor n'était plus compétitif [1]. De plus, la répartition spécifique des contraintes, surtout pour la torsion élasto-plastique en combinaison avec des post-traitements, compliquait l'estimation des propriétés mécaniques finales de l'armature. Mais il faut noter, que le développement d'un nouvel outillage [43] assurant la continuité de déformation de torsion, ainsi que l'application d'une modélisation par éléments finis peuvent faciliter la résolution des problèmes indiqués.

### 4-3 Déformation par flexion

La sollicitation par flexion entraîne l'apparition d'un moment de fléchissement dans les sections droites d'une barre de l'armature. Si le moment fléchissant est le seul constituant du torseur des efforts intérieurs, la flexion appliquée est une flexion simple. Dans la plupart des cas des efforts tranchants apparaissent dans les sections droites: c'est le cas d'une flexion latérale [44]. L'axe d'une barre de l'armature en flexion ne reste pas droit ce qui distingue la flexion de traction et de torsion.

La flexion détermine la répartition non-uniforme des contraintes dans la section droite (figure 4-4). Les contraintes d'allongement normales  $\sigma_+$  se réduisent à partir de la surface et deviennent égales à zéro dans la fibre neutre G. Ensuite, ce sont les contraintes normales de compression  $\sigma_-$  qui commencent à s'accroître jusqu'à  $-\sigma_{\max}$ . Ainsi, l'acier se trouve simultanément sous l'action de la déformation de traction et celle de compression: les fibres situées au dessus de la fibre neutre s'allongent, tandis que les fibres situées sous la fibre neutre se raccourcissent. Les contraintes maximales agissent donc dans les points de section les plus éloignées de la fibre neutre (cf. figure 4-4) [45].

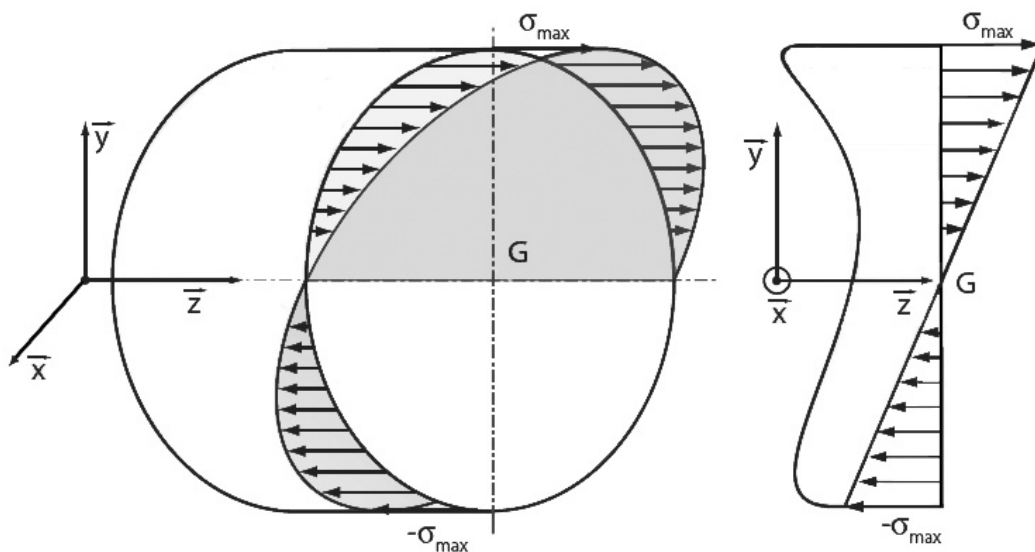


Figure 4-4 Répartition des contraintes dans l'armature en flexion

Dans le cas d'une flexion latérale des variations de longueur existent entre chaque fibre, ce qui induit l'apparition des contraintes tangentielles. On a à la fois des contraintes tangentielles longitudinales et des contraintes tangentielles transversales par la loi de réciprocité des contraintes tangentielles.

La répartition des contraintes lors de la flexion est encore plus complexe par rapport à la torsion et complique donc l'estimation des propriétés finales de l'armature. Dans la pratique technologique actuelle on utilise la flexion alternée [46, 47]. Lors de la déformation ont lieu les processus de durcissement et d'adoucissement suite à des contraintes opposées de traction et de compression qui changent sa direction. Ce phénomène est nommé l'effet Bauschinger : après déformation en traction, la limite d'élasticité en compression de l'acier à béton est inférieure (en valeur absolue) à la limite d'élasticité de l'armature n'ayant pas subi de prédéformation (figure 4-5). C'est une conséquence de l'hétérogénéité de la déformation qui implique le développement de zones subissant des contraintes de compression durant la traction. Ce sont ces zones qui se plastifient prématurément lors du renversement du sens de la contrainte. Du point de vue de la sous-structure cet effet est lié avec la réorganisation et l'annihilation des dislocations apparaissant continuellement lors de déformation.

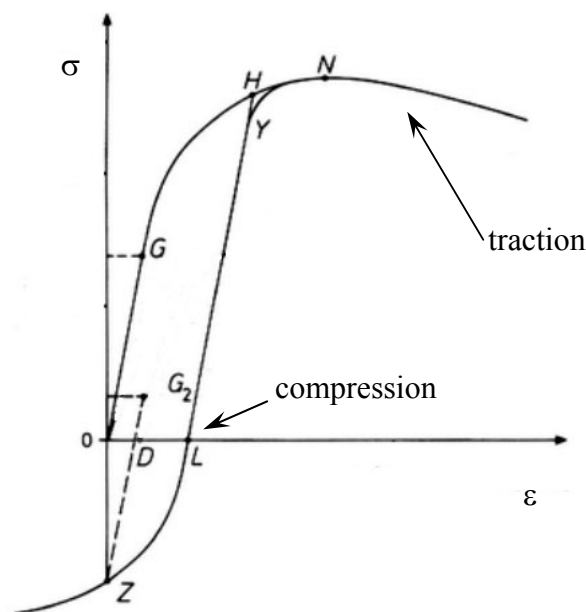


Figure 4-5 Illustration de l'effet Bauschinger

Ainsi, ce type de flexion est utilisé normalement pour l'augmentation athermique des propriétés plastiques de l'armature et pour la stabilisation de ces propriétés à un certain niveau [48]. De plus, ce traitement peut augmenter la plasticité technologique jusqu'à la valeur qui permet d'éviter un recuit de recristallisation [46].

Pour éviter l'effet Bauschinger, la déformation doit se produire dans un sens unidirectionnel. Technologiquement, ceci peut être réalisé en utilisant le système des rouleaux, dont les diamètres diminuent progressivement. Dans ce système l'armature destinée au pliage ne doit pas être tordue. Cependant, un tel regroupement des rouleaux provoque l'augmentation des efforts de tirage et peut causer la rupture du fil de l'armature. De plus, l'armature à béton devrait avoir une forte irrégularité

des contraintes résiduelles dans la section droite à la sortie d'un tel agrégat, ce qui détermine l'impossibilité ou même le danger d'utiliser ce type d'armature dans la construction.

#### **4-4 Conclusion**

Dans des conditions de haute demande pour l'armature pour le béton armé il faut préférer tel type de déformation et un tel traitement qui assurent le rendement élevé du processus de déformation en combinaison avec la stabilité des caractéristiques mécaniques obtenues.

L'un de moyen pour élever le rendement est l'utilisation des processus continus au lieu des processus discontinus. Les traitements utilisant les déformations par torsion et par flexion ont, dans ce cas, des avantages en comparaison de la déformation par traction. Le traitement d'étirage exige le contrôle des efforts de traction et des allongements ce que rend l'organisation de la continuité de processus plus difficile.

Parmi les déformations de flexion et de torsion, la dernière est préférable car elle assure la stabilité de propriétés et peut être utilisée pour l'armature dans les planchers et les murs en béton armé qui sont en sollicitation de traction-compression. L'armature traitée en flexion peut être affaiblie dans la construction à cause de l'hétérogénéité de la déformation et de l'effet Bauschinger. En général, la déformation par flexion (alternée) ne s'utilise, pour cette raison, que pour l'adoucissement de l'acier et pour la stabilisation des propriétés plastiques de l'armature après la déformation à froid (tréfilage).





## **POSITION DE NOTRE ÉTUDE**

Dans cette partie, nous avons passé en revue les principaux moyens de production de l'acier et notamment de l'acier pour béton armé. Ce sont des moyens qui comportent les différents types de déformation :

- à chaud (laminage) avec (traitement thermomécanique ou TMCP) et sans le refroidissement accéléré ;
- à froid

avec le changement de la forme de section droite du produit laminé :

- o microlaminage ;
- o tréfilage classique ;
- o tréfilage à travers une filière à rouleaux,

sans le changement de la forme de section droite du produit laminé :

- o déformation de traction ;
- o déformation de flexion ;
- o déformation de torsion.

Nous avons montré que chaque voie de fabrication de l'armature implique des mécanismes différents de durcissement de l'acier, ce que lié avec l'évolution de la microstructure et surtout de la sous-structure des dislocations de l'acier, ainsi que la répartition des contraintes internes. Nous avons présenté les avantages ainsi que les inconvénients de chaque technique et de chaque technologie de production de l'armature pour béton armé.

Le traitement thermomécanique comportant le laminage à chaud suivi d'un refroidissement accéléré permet d'assurer un assez haut niveau de propriétés mécaniques, plastiques et celles de résilience. La densité de dislocations élevée, l'affinement de la microstructure, l'optimisation des précipitations et le développement d'autres types des structures (cf. paragraphe 1-3.1.3.2) permettent de diminuer la teneur en carbone et en certains éléments d'alliage de l'acier. Cependant, la production de l'armature des petits diamètres de l'acier bas carbone est liée à des difficultés technologiques qui ne permettent pas d'obtenir la classe technique de l'armature de 500 MPa, surtout si l'acier à béton doit être livré en couronne.

Pour la production des armatures de petits diamètres, on utilise le tréfilage et le microlaminage à froid. Ces types de production sont très précis et ils déterminent encore l'augmentation des propriétés de résistance de l'acier jusqu'à un haut niveau par suite d'apparition d'une quantité élevée de défauts cristallins, tels que les dislocations et les lacunes, ainsi que leur réorganisation sous forme de la sous-structure cellulaire. Toutefois, la déformation à froid, liée avec le changement de forme de l'acier à béton, ainsi qu'avec la mise en forme des crénelures sur la surface du produit tréfilé, provoquent des irrégularités de déformation et d'état de contraintes internes (écrouissage anisotrope), abaissant considérablement les propriétés plastiques de l'armature.

La nécessité de l'optimisation et de l'intensification des processus de production de l'armature ont déterminé le passage des processus discontinus vers ceux continus. De cette façon,

les traitements d'écroutissage à froid de type discontinu, contenant les déformations par traction, par torsion ou par flexion, étaient reconnus comme non compétitifs. De plus, l'utilisation des aciers doux, déformés à chaud sans aucun traitement (thermique ou thermomécanique), pour l'écroutissage ne permettait pas d'obtenir les propriétés mécaniques envisagées par des normes modernes. De plus, certains types de déformation sont difficiles à utiliser en continu et leur utilisation n'est admissible que dans des conditions de coïncidence des directions de la sollicitation extérieure et des contraintes internes pour des armatures chargées en traction-compression pour des raisons d'hétérogénéité de la déformation et de l'effet Bauschinger. La déformation par torsion a certains avantages dans ces conditions.

Il est indéniable que des solutions plus économiques que les schémas utilisés d'une part et celles qui assurent un haut niveau stable des propriétés mécaniques, d'autre part, peuvent être proposées et qu'elles puissent être mises en œuvre à condition de disposer d'aciers bas carbone et à faible teneur en éléments d'alliage.

De cette façon, pour des applications à la fabrication de l'acier à béton de qualité 500MPa de limite d'élasticité, nous avons procédé aux caractérisations mécaniques ainsi que microstructurale d'un acier élaboré par le procédé combiné profitant des avantages du traitement thermomécanique et de la déformation à froid, qui peut permettre de ce fait un compromis des propriétés de résistance et des propriétés plastiques.

Ainsi, l'objectif de notre travail est de procéder à l'étude du comportement des aciers bas carbone pendant la déformation à froid, d'examiner le champ des contraintes émergentes, d'étudier les structures formées à l'échelle micro- (microstructure des grains) et submicroscopique (sous-structure des dislocations) et d'établir les liens entre les microstructures formées et les propriétés mécaniques.

**PARTIE II**

**MATÉRIAUX ET TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES**



## **INTRODUCTION**

Le choix des techniques expérimentales de différentes sensibilités est l'étape importante et assez délicate, car il détermine la possibilité d'établir les différents phénomènes qui assurent à chaque étape les propriétés finales du produit.

Le présent chapitre est consacré à la présentation des matériaux utilisés dans cette étude ainsi que des différents types de traitements qui leur ont été appliqués.

Les techniques expérimentales utilisées seront présentées pour appréhender le comportement de l'acier sous la sollicitation mécanique ainsi que l'action thermique, proches des conditions de production et d'emploi des aciers dans le béton.

Les différents modes d'observation et de caractérisation des structures à différentes échelles seront aussi présentés. Nous décrivons les techniques de microscopie optique et électronique utilisées pour la caractérisation des micro- et sous-structures, les techniques de diffraction X pour déterminer les phases et l'état des contraintes résiduelles du 1<sup>er</sup> et 2<sup>ème</sup> ordre, ainsi que celles de frottement intérieur pour caractériser l'état de l'acier après le vieillissement.



## **CHAPITRE 1**

### **MATÉRIAUX UTILISÉS**

Les matériaux utilisés pour cette étude sont les aciers le plus couramment employés pour la fabrication de l'armature à béton. Le choix de différentes compositions chimiques et de propriétés mécaniques initiales nous ont permis d'examiner leur influence sur l'ensemble des propriétés finales de l'acier à béton en combinaison avec les modes ainsi que les degrés différents de déformation à froid.

#### **1-1 Compositions chimiques des aciers utilisés**

Comme nous l'avons déjà indiqué, les aciers utilisés ont des compositions chimiques différentes et des diamètres différents, présentés dans le tableau 1-1. Ce sont des aciers bas carbone faiblement alliés avec des éléments d'additions. Tous les aciers sont soudables.

La plupart des armatures ont été fabriquées à l'entreprise métallurgique ArcelorMittal Kryviy Rih (Ukraine). Cette entreprise est un groupe d'usines combinées, comprenant des combinats miniers, deux fonderies de fonte, des fours pour aciers (fours Martin, convertisseurs), deux bloomings et trois lamineries avec plusieurs types de laminoirs (laminoirs à profilés ainsi que des laminoirs à fil). La technique de la coulée d'acier utilisée par ArcelorMittal Kryviy Rih est une coulée en lingotière. Les aciers produits en Ukraine, en utilisant une technique de coulée en lingotière, sont semi-calmés (lettres «nc» à la fin de nom de la nuance d'acier). L'utilisation de ce type d'aciers permet d'éviter deux défauts du lingot d'acier, à savoir : la retassure due au retrait de l'acier au cours du refroidissement ainsi que les soufflures.

De plus, nous avons aussi utilisé les aciers fabriqués à l'entreprise biélorusse RUE BMZ (Byelorussian Steel Works) qui ont été coulés en continu pour ainsi déterminer une influence des types de coulée sur les propriétés finales des armatures.

Les deux entreprises indiquées disposent de plusieurs certificats de qualité internationaux et peuvent produire des armatures pour béton selon les normes européennes (EN), anglaises (BS), allemandes (DIN), italiennes (D.M.) russes (ГОСТ P) etc.

De plus, nous avons pris en considération une nuance d'acier française en tant que référence. Il faut bien noter, que cette armature était tordue initialement et nous ne disposions pas des propriétés mécaniques à l'état laminé pour cette nuance.

Moins un acier est riche en carbone, plus il est difficile d'obtenir les propriétés mécaniques exigées après le traitement thermomécanique. Le fait est que le temps ou bien la vitesse de refroidissement dépendent de la dynamique de dissolution de l'austénite qui se décrit par des diagrammes de transformations en refroidissement continu (TRC). Les diagrammes TRC caractéristiques sont présentés sur la figure 1-1.

Pays	Nuance d'acier (coulé)	Diamètre, mm	Composition chimique, % masse										
			C	Mn	Si	S	P	Cr	Ni	Cu	Mo	V	C éq
Ukraine	Ст3пс (241760)	6	0,19	0,56	0,05	0,042	0,011	0,03	0,02	0,04	0,006	0,003	0,295
	Ст3пс (211613)	8	0,22	0,59	0,1	0,023	0,01	0,03	0,01	0,03	0,005	0,003	0,33
	Ст3пс (10-1276)	12	0,21	0,56	0,06	0,032	0,013	0,03	0,02	0,02	—	—	0,312
	20ГС (214753)	8 et 6,5	0,20	1,21	1,14	0,026	0,015	0,04	0,02	0,02	0,008	0,005	0,41
	08Г2С	6,5	0,07	2,12	0,98	0,011	0,021	0,04	0,02	—	—	—	0,43
	Ст 1кп	6,5	0,09	0,43	0,03	0,023	0,08	0,03	0,03	0,034	—	—	0,17
Biélorussie	Ст3сп (34369)	7	0,20	0,54	0,21	0,014	0,007	0,06	0,09	0,14	0,012	0,004	0,32
	25Г2С (24386)	5,5	0,23	1,25	0,66	0,026	0,016	0,13	0,11	0,17	0,030	0,010	0,49
France		12	0,15	0,52	0,01	0,037	0,057	0,03	0,05	0,02			0,25

Tableau 1-1 Compositions chimiques des aciers étudiés

Les diagrammes TRC présentés montrent que l'austénite sous-refroidie des aciers étudiés est instable dans le domaine des températures sous-critiques (au-dessous de la température  $A_3$ ) et se transforme en ferrite (ferrite+perlite ou bainite) après 1 s de maintien pour un acier bas carbone non-allié (a, b, c ; figure 1-1) et après 2,5 s environ de maintien pour un acier bas carbone peu allié en manganèse (d ; figure 1-1)

Ainsi, pour notre étude, nous avons choisi des nuances d'aciers, pour lesquels des limitations de compositions chimiques (carbones équivalents) rendent plus difficile l'obtention des propriétés mécaniques correspondant à une classe technique de 500MPa pour la limite d'élasticité après le traitement thermomécanique. De plus, le revenu des armatures enroulées en couronnes complique considérablement la possibilité d'atteindre le résultat visé. Pour résoudre ce problème nous proposons d'utiliser le traitement supplémentaire de déformation pour les aciers traités thermomécaniquement (voir le paragraphe 1-2)



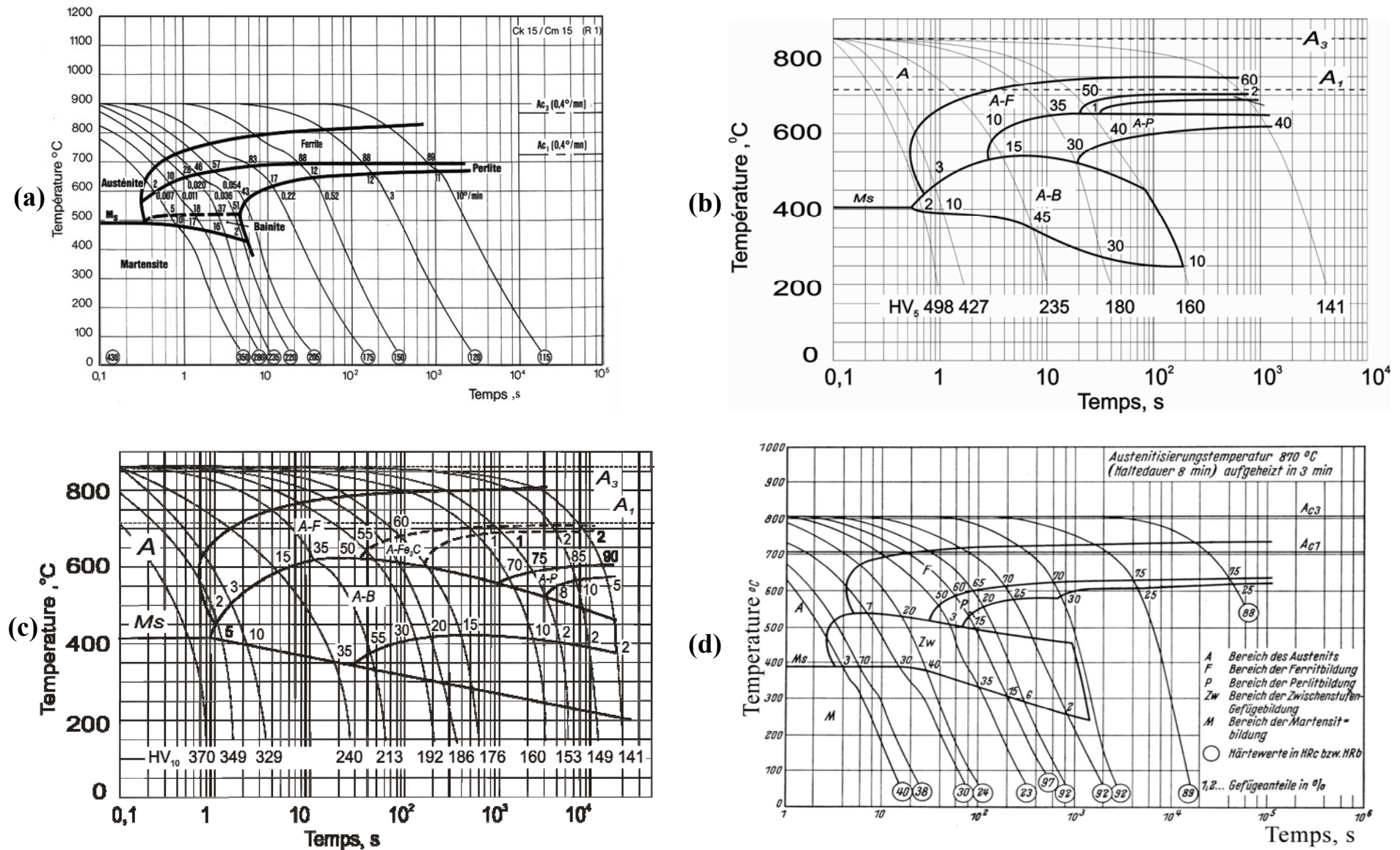


Figure 1-1 Diagrammes TRC des aciers étudiés

a) acier Cт1кп (XC15 AFNOR)[49]; b) acier Cт3пс [50]; c) acier 08Г2С [50] ; d) acier 25Г2С [51]

Pays	Nuance d'acier	Diamètre, mm		Caractéristiques mécaniques <sup>1)</sup>					
				R <sub>E</sub> , MPa	R <sub>M</sub> , MPa	R <sub>M</sub> / R <sub>E</sub>	A <sub>5</sub> , %	Ar, %	Agt, %
Ukraine	Ст3пс <sup>2)</sup>	6		523,4	667,03	1,28	24,97	8,3	
		8		581,0	704,1	1,21	20,4	8,3	
	Ст3пс	12 <sup>3)</sup>	σ↓	310	475	1,53	29		16,1
			σ↑	450	575	1,28	27		12,9
	20ГС	6,5		407,0	635,7	1,56	30,0	16,7	
		8		423,4	641,0	1,52	29,8	14,3	
	08Г2С	6,5		336,85	549,8	1,64	38,29	22,2	
Ст 1кп	6,5		228,25	346,53	1,52	41,4	30,27		
Biélorussie	Ст3сп	7		350,1	537,1	1,53	31,3	18,3	
	25Г2С	5,5		412,4	770,4	1,87	26,7	12,1	

1 – chaque caractéristique est une moyenne arithmétique de cinq mesures ;  
2 – armatures expérimentales, produites sous la forme de barres ;  
3 – σ↓ – niveau inférieur des propriétés ;  
σ↑ – niveau supérieur des propriétés

Tableau 1-2 Propriétés mécaniques des aciers étudiés à l'état initial

Les données, présentées dans le tableau 1-2, montrent que les propriétés mécaniques des armatures en couronne correspondent majoritairement à la classe technique de 400MPa (cf. tableau I-2). Parmi les ronds à béton de niveau 400MPa nous avons choisi d'étudier ceux de l'acier Ст1кп avec  $R_{E} \approx 230$  MPa, 08Г2С avec  $R_{E} \approx 340$  MPa ainsi que Ст3пс avec  $R_{E} = 310$  MPa et  $R_{E} = 520$  à 580MPa. Nous avons conservé ces nuances pour suivre l'influence des mêmes paramètres de traitement sur les propriétés mécaniques finales des différentes nuances.

### 1-2 Paramètres de traitements utilisés

Dans notre étude nous avons proposé d'utiliser les traitements combinés réunissant le traitement thermomécanique d'un côté et le traitement d'écrouissage par traction, flexion et torsion de l'autre dans les combinaisons suivantes :

- traitement thermomécanique+déformation par traction ;
- traitement thermomécanique+déformation par flexion ;
- traitement thermomécanique+déformation par torsion ;
- traitement thermomécanique+déformation par torsion + déformation par flexion ;
- traitement thermomécanique+déformation par traction + déformation par flexion ;
- traitement thermomécanique+déformation par torsion + traitement thermique de vieillissement ;
- traitement thermomécanique+déformation par torsion + déformation par flexion + traitement thermique de vieillissement.

### **1-2.1 Paramètres de traitement thermomécanique**

Les propriétés initiales de nos aciers sont étroitement liées aux paramètres du traitement thermomécanique. Ces paramètres étaient proposés par l'industrie, mais ils ont été corrigés dans la suite de notre étude compte tenu du traitement de déformation consécutif. Il faut, cependant, noter, que la production des armatures en couronnes se complique considérablement à cause de l'utilisation d'aciers bas carbone exigeant une pause minimale entre la fin de laminage et avant le refroidissement ainsi qu'une durée de refroidissement assez longue

### **1-2.2 Paramètres de traitement d'écroissage**

Les conditions de traitement de déformation à froid sont basées sur les informations présentées dans la partie I (chapitre 4). Ainsi, nous avons utilisé :

- l'étirage jusqu'à 3% pour la déformation par traction ;
- les 4 cycles de flexion autour d'un rouleau de 90 mm de diamètre. Il est nécessaire de noter que nous n'avons appliqué qu'un cycle de flexion (flexion+redressage) dans le cas de la combinaison de la flexion avec la traction ou bien la torsion, pour simuler les conditions spécifiques de déformation dans le dispositif proposé par Ivchenko A. et coll. [52] ainsi que pour simuler les opérations de déroulement et de redressage de l'armature aux usines de génie civil ;
- torsion de 0 à 30°/d. Pour comparer les déformations par torsion nous avons utilisé l'angle relatif de torsion se rapportant à une longueur égale au diamètre d'armature. Il est possible aussi d'utiliser comme une jauge de déformation une valeur de cisaillement relatif  $\gamma$  :

$$\gamma = \frac{\varphi \cdot D}{2 \cdot L} \times 100\% \quad [53] ; \quad (\text{II-1})$$

avec

$\varphi$  – angle de torsion, rad ;

D – diamètre d'un échantillon ;

L – longueur utile d'un échantillon.

### **1-2.3 Paramètres de traitement thermique de vieillissement**

L'utilisation d'un traitement thermique de vieillissement ainsi que ses paramètres sont conditionnés par les exigences des normes ainsi que par l'existence d'un traitement technologique à la vapeur du béton armé.

Selon les normes européennes EN 10080 toutes les armatures livrées en couronne ainsi que celles livrées déroulées, les armatures pour treillis soudés ou treillis raidisseurs doivent être traitées thermiquement après le déroulement d'une couronne pour prendre en considération le phénomène de vieillissement de l'acier. Ces restrictions concernent aussi les armatures déformées à froid.

Les paramètres de traitement de vieillissement sont :

- température de chauffage de l'éprouvette 100-120°C ;
- maintien à cette température 60±15 min ;
- refroidissement à l'air calme jusqu'à la température ambiante.

La détermination de susceptibilité au vieillissement utilise aussi les mêmes paramètres de traitement, selon les normes internationales ISO 10065 [54].

En ce qui concerne le chauffage à la vapeur du béton armé, ce traitement permet d'accélérer l'endurcissement de la pâte de béton. Lors de ce traitement les armatures à l'intérieur de béton se trouvent dans les conditions thermiques, proches des conditions indiquées ci-dessus.

Ainsi, nous avons pris la décision d'appliquer ce traitement avec les paramètres indiqués pour nos aciers et d'étudier son influence sur la structure et les propriétés d'armatures étudiées.

## **CHAPITRE 2**

### **TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES**

Les techniques expérimentales que nous avons utilisées, visent à appréhender le comportement du matériau sous sollicitation mécanique, en relation avec les microstructures.

Les essais mécaniques ont été menés principalement dans trois laboratoires, à savoir :

- Laboratoire Interdépartemental de Caractérisation Mécanique des Matériaux de l'Académie Nationale de Métallurgie d'Ukraine (Dnipropetrovsk, Ukraine) ;
- Laboratoire de Tribologie et Dynamique des Systèmes (LTDS) ; département STMS de l'Ecole Centrale de Lyon (Ecully, France) ;
- Laboratoire de l'Institut de recherche du béton armé, NIIZHB (Moscou, Russie).

Les investigations à caractère microstructurale et submicroscopique ont été effectuées au LTDS en partenariat avec le laboratoire GEMPPM de l'INSA de Lyon et avec le soutien technique et scientifique de son Centre d'Etudes et de Caractérisations Microstructurales lors des essais de microscopie électronique en transmission.

#### **2-1 Essais mécaniques**

Trois types d'essais mécaniques ont été retenus pour notre étude, à savoir :

- essais de traction ;
- essais de dureté ;
- essais de torsion

Les résultats de tous les essais mécaniques seront présentés dans la partie III du présent travail.

##### **2-1.1 Essais de traction**

Les essais de traction ont été effectués sur les échantillons des armatures, après la rectification dans les conditions classiques avec la détermination des caractéristiques mécaniques exigées dans les normes. Les essais de traction ont été effectués sur les échantillons d'armatures non-usinées (en état « as is ») car la microstructure de la martensite (à la surface) peut évoluer vers un mélange ferrite+perlite (au cœur de fil de l'armature). Un enlèvement de couches superficielles peut causer un changement considérable des propriétés mécaniques. Pour tracer les repères d'allongement nous avons utilisé les marques d'une peinture fines au lieu d'utiliser les rayures pour éviter une concentration de contraintes lors des essais de traction.

Cependant, les caractéristiques mécaniques nécessaires ont été déterminées selon les normes spécifiques, à savoir : EN 1992-1, NF EN 10002-1, NF A03-151 selon lesquelles la longueur active de calcul de l'éprouvette fait 5 fois son diamètre.

Des mesures de masse linéique (X) ont été réalisées sur chaque armature pour évaluer leur diamètre réel (dr) et leur section réelle (Sr).

Les essais de traction ont été effectués à l'aide de deux machines de type FU-10000EZ et FP-100 (de marque Heckert, Allemagne) à la température ambiante. Leur analyse sera présentée dans la partie III. Les deux machines utilisées sont de type électromécanique (figure 2-1).

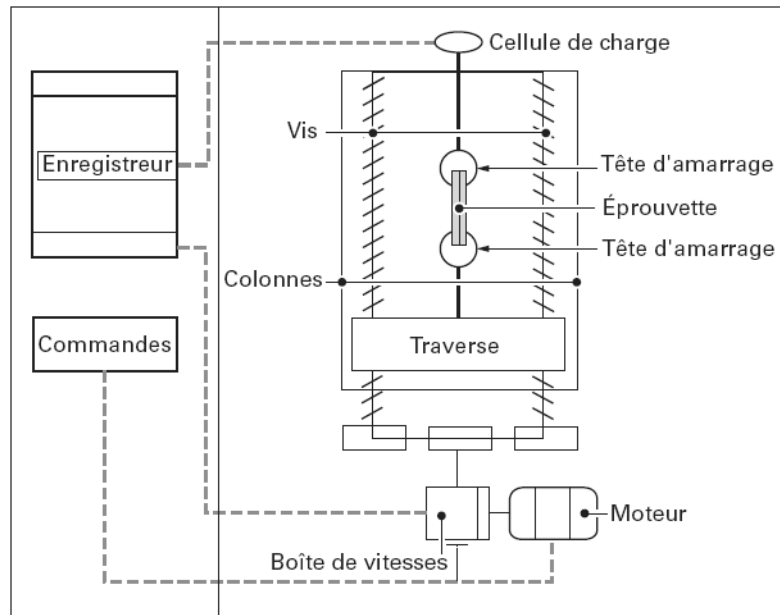


Figure 2-1 Schéma de la machine électromécanique

Un système de boîte de vitesses permet de choisir la vitesse de déplacement de la traverse dans une gamme élevée et de la changer instantanément. La mesure de la charge se fait sur ces machines à l'aide de cellules placées à la partie supérieure du bâti. Il s'agit d'anneaux ou de cylindres dynamométriques équipés de capteurs de déplacement à induction. Ces cellules fonctionnent dans une gamme de charge donnée de 1 à 10 kN. Le déplacement du papier enregistreur est lié à celui de la traverse. Les systèmes d'amplification procurent une grande souplesse d'enregistrement : on peut aisément choisir parmi les 4 échelles les mieux appropriées

### **2-1.2 Essais de microdureté**

La technique de microindentation que nous avons utilisée repose sur l'hypothèse d'après laquelle c'est principalement la ferrite qui se déforme dans le mélange ferrite+perlite.

Des essais de microdureté des grains de ferrite ont été réalisés à l'aide d'un microduromètre BUEHLER Micromet 5104 pour toutes les nuances de l'acier, après la plupart des traitements indiqués. L'appareil se compose de trois parties principales : une colonne d'indentation, un microscope optique et une table de déplacement permettant le transfert de l'échantillon entre l'indenteur et le microscope. Le microscope optique permet de sélectionner les zones à indenter. La position des indents se fait avec une précision de l'ordre  $\pm 2\mu\text{m}$ .

La dureté Vickers HV des échantillons est mesurée sous une charge de 25g. Cette charge a permis d'obtenir une empreinte proportionnée à la taille de grains de ferrite sans intersection des joints ferrite-perlite. La distance entre empreintes était de 2,5 fois leur diagonale, pour éviter la

superposition des champs des contraintes des empreintes voisines. Les résultats, présentés dans le chapitre 2 de la partie III, sont les moyennes de 5 séries des mesures (figure 2-2).

Les mesures ont été effectuées sur la surface polie et attaquée chimiquement au Nital sur une coupe longitudinale du fil d'armature.

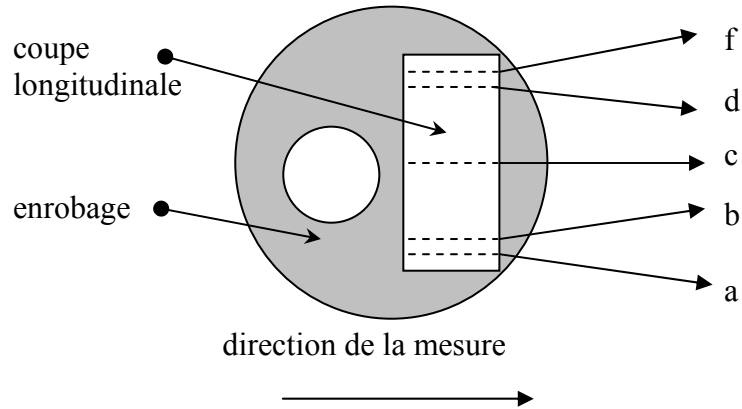


Figure 2-2 : Filiations de microdureté :

- a) 1 mm du bord bas ; b) 2 mm du bord bas ; c) milieu ; d) 2 mm du bord haut ; f) 1 mm du bord haut

Outre l'appareil BUEHLER Micromet nous avons utilisé un appareil de microindentations de construction dite classique – PMT-3 (figure 2-3). La construction de PMT-3 exige des mesures manuelles des diagonales d'une empreinte et le calcul de la dureté à l'aide de formule suivante [55, 56, 57]:

$$H_v = \frac{1,854 \cdot P}{d^2} \quad (\text{II-2})$$

avec P – charge, kg ;

d – longueur moyenne arithmétique des diagonales, mm



Figure 2-3 Microduromètre PMT-3

Pour certains échantillons nous avons utilisé une charge de 100 g. Cette charge garantit une pénétration plus importante et nous a permis donc de déterminer une valeur de dureté macroscopique de nos échantillons.

### **2-1.3 Essais de torsion**

L'essai de torsion est utilisé dans la pratique métallurgique pour les matériaux durs et fragiles, qui se prêtent mal à l'essai de traction, ou bien pour déterminer l'aptitude de mise en forme des métaux. Notre intérêt à ce type d'essai s'explique par la nécessité de savoir comment un acier se comporte (élastiquement ou bien plastiquement) lors de la déformation par torsion sous différents angles. Les essais de torsion ont été effectués dans le laboratoire de département D2S de l'ECL

### **2-2 Essais métallographiques**

La déformation en générale et surtout la déformation qui provoque une répartition non-uniforme des contraintes (torsion ou flexion) peut causer les changements au niveau de la microstructure

La connaissance des matériaux passe donc par l'évaluation de la forme, de la distribution, de la quantité et de l'identité des phases qui les composent. Les outils élémentaires d'auscultation sont essentiellement les rayonnements électromagnétiques et les particules de la matière, ce qui a donné naissance à deux méthodes principales: la microscopie optique et la microscopie électronique.

Les investigations microstructurales des aciers étudiés ont été réalisées à l'aide de ces deux techniques:

- technique de microscopie optique ;
- technique de microscopie électronique à balayage.

#### **2-2.1 Microscopie optique**

Nous avons utilisé une technique de microscopie optique dans notre étude pour caractériser le type, la morphologie de microstructure, sa santé (continuité du matériau), sa propreté (absence de matière étrangère nuisible, tels que sulfides) et son homogénéité. Les échantillons d'aciers ont été observés au microscope optique OLYMPUS en mode réflexion équipé de la caméra OLYMPUS DP 11 sous différents grossissements.

Les étapes de préparation des échantillons pour la caractérisation microstructurale sont classiques :

- découpage des échantillons en coupes transversales et longitudinales ;
- enrobage. Pour enrober nos échantillons nous avons choisi un enrobage à froid en utilisant la résine époxyde pour éviter un effet possible de vieillissement après une déformation à froid ;
- polissage au papier abrasif de 250 à 2000 suivi d'un polissage au diamant (1µm au final);
- attaque chimique au Nital (4% HNO<sub>3</sub> + méthanol). Le Nital est préférentiel dans les zones ferritiques, car elles apparaissent brillantes si elles sont d'étendue suffisante, c'est-



à-dire supérieures à la longueur d'onde lumineuse ( $\sim 0,6 \mu\text{m}$ ). Les zones de microstructure fine, comme les régions perlitiques, apparaissent sombres.

### 2-2.2 Microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique puissante d'observation qui fournit des images de la proche surface des échantillons. Cette technique utilise principalement la détection des électrons secondaires et, en complément, les autres interactions des électrons primaires avec l'échantillon: émergence des électrons rétrodiffusés, absorption des électrons primaires, ainsi que l'émission de photons X et parfois celle de photons proches du visible (figure 2-4). Chacune de ces interactions est souvent significative de la topographie et/ou de la composition de la surface.

Nous avons utilisé le MEB dans plusieurs modes :

- le mode spectroscopie des rayons X (mode EDS ou EDX – Energy X-ray Dispersion Spectroscopy) qui autorise la détermination de la composition chimique locale ;
- le mode d'imagerie par collection d'électrons rétrodiffusés (mode BSE – Backscattered Electron Imaging) qui permet une imagerie chimique globale;
- le mode d'imagerie par collection des électrons secondaires (mode SE – Secondary Electron Imaging) qui permet une analyse topographique des échantillons.

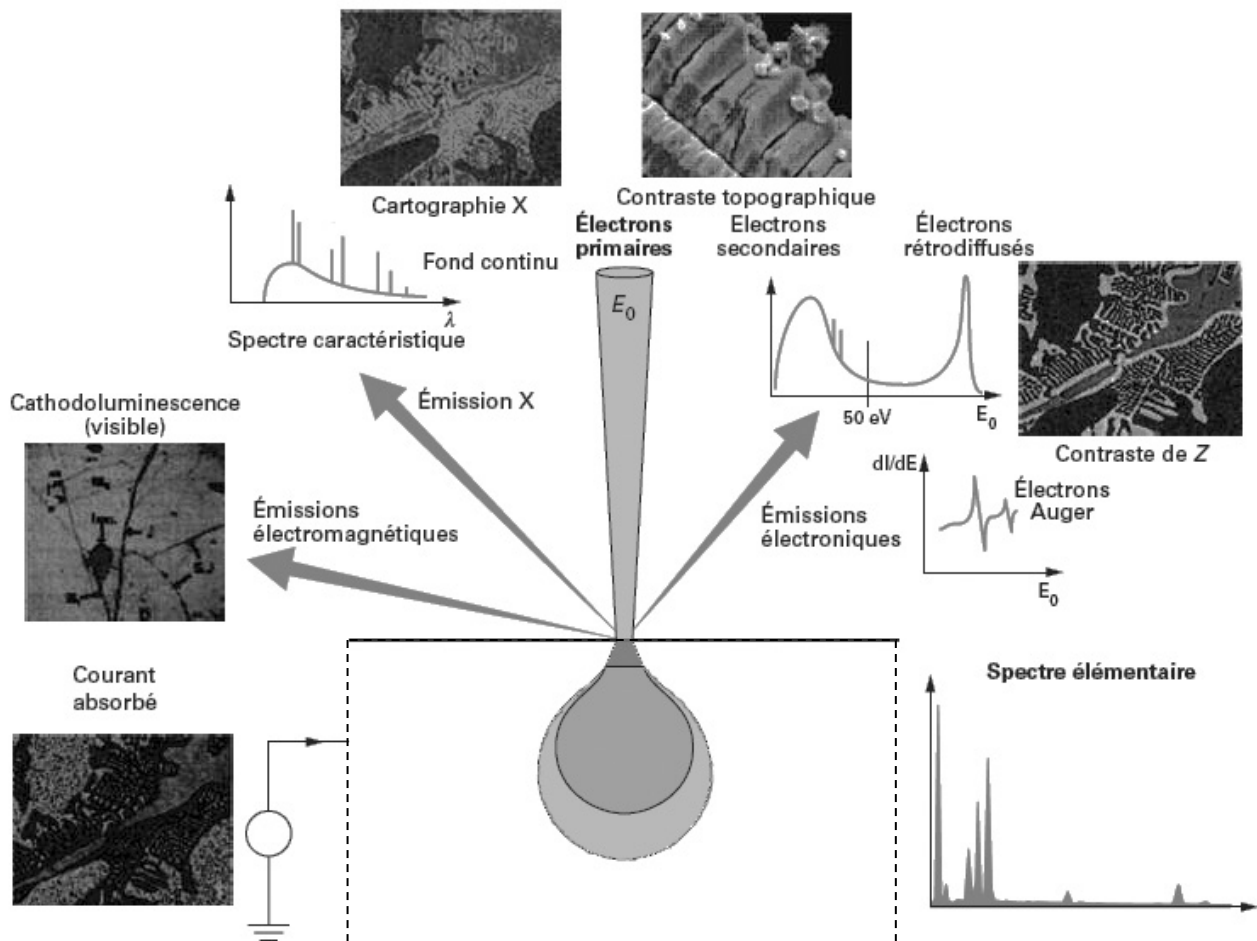


Figure 2-4 Principales émissions électroniques et électromagnétiques dues aux interactions d'un faisceau d'électrons avec un échantillon [58]

L'émission des rayons X dans le mode EDX est le fait de l'interaction inélastique entre les électrons primaires et les atomes de l'objet. Elle se traduit par l'excitation de leurs niveaux électroniques suivie d'une désexcitation radiative dont l'énergie (égale à la différence entre deux niveaux électroniques) est spécifique de chaque espèce atomique présente dans l'échantillon. Cela permet l'identification et le dosage des espèces.

La détection des photons X se fait individuellement. Elle consiste à transformer chaque photon en paires électron/trou dans un semi-conducteur et à les collecter à travers une jonction polarisée en inverse. Le courant produit est proportionnel à l'énergie du photon absorbé, sa mesure détermine la hauteur des signaux constitutifs du spectre EDX.

La production des photons X est étendue au volume de toute la poire d'interaction. De fait, le volume élémentaire d'analyse de l'ordre du  $\mu\text{m}^3$ .

D'autre part, la détection des éléments de basse concentration est difficile, surtout pour les éléments légers (O, N, S, P). Le dosage du carbone C est exclu dans la mesure où la contamination inévitable de la surface des échantillons, contribue majoritairement au signal X du carbone.

Dans le mode BSE, la résolution des images est limitée par la diffusion quasi-élastique des électrons (ils ont pratiquement l'énergie des électrons du faisceau primaire) au cours de leur pénétration dans l'échantillon. En raison de leur origine, les électrons rétrodiffusés proviennent d'une profondeur de l'ordre de 0,1 à 1  $\mu\text{m}$  selon les valeurs de l'énergie  $E_0$  des électrons incidents et de numéro atomique Z, pour un volume d'interaction associé de l'ordre de 0,5 à 1  $\mu\text{m}^3$ . La résolution est donc moins bonne qu'en mode SE (effet de poire). Elle est en fait meilleure dans les objets dotés d'éléments lourds (la poire d'interaction y est réduite).

Les zones composées d'atomes lourds apparaissent en clair, car le coefficient de rétrodiffusion croît avec le numéro atomique des espèces (figure 2-5). En fait, les images fournies sont essentiellement issues d'un contraste d'ordres topographique et chimique mélangés.

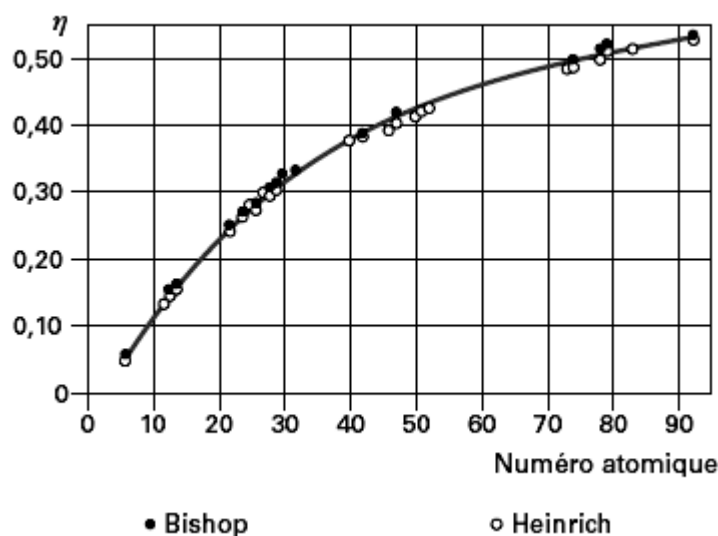


Figure 2-5 Variation du coefficient de rétrodiffusion en fonction du numéro atomique Z de l'échantillon [58]

Dans le mode SE, la distribution d'énergie des électrons secondaires émis est comprise entre 0 et environ 50 eV. Cette énergie est donc assez faible ce qui est à l'origine de certaines caractéristiques des électrons secondaires:

- leur profondeur d'échappement est faible (~5 nm), d'où une information contenue dans les images, significative de l'état de la proche surface ;
- la zone d'émission est de dimension quasi-identique à la zone d'impact du faisceau primaire, garantissant la conservation de la résolution spatiale définie par la taille sonde (3 nm à 30kV pour le microscope utilisé, à savoir le MEB Tescan Vega TS 5136XM) ;
- ils sont très sensibles aux irrégularités de surface, mêmes minimales et donc à la topographie de surface ;
- ils peuvent être déviés par un faible champ électrique extérieur.

Les images fournies sont donc essentiellement d'un contraste d'ordre topographique; les microfacettes inclinées vers le détecteur apparaissent en clair. Cependant, le contraste des images est aussi gouverné par des effets de charges électriques lorsque l'objet contient des zones isolantes. Ainsi, la perlite apparaît d'un contraste inversé en comparaison de celui, observé au microscope optique (en raison de la présence des lamelles de cémentite).

Nous avons utilisé le MEB pour estimer l'état « d'interface » entre la structure martensitique superficielle et le mélange ferrito-perlitique à l'intérieur de nos échantillons, car ces deux types de structures ont des propriétés mécaniques différentes et se déforment différemment, à savoir : si pour une charge donnée la martensite se comporte élastiquement, la structure ferrito-perlitique peut se trouver dans le domaine plastique de déformation.

De plus, l'utilisation de la technique de microscopie électronique à balayage nous a permis de déterminer une répartition d'éléments différents dans l'acier avant et après le vieillissement thermique (cartographie).

### **2-3 Étude de sous-structure**

Une étape essentielle de notre travail est l'étude de la sous-structure de l'acier déformé. Les changements les plus significatifs se passent notamment à ce niveau. Les constituants principaux des sous-structures sont des défauts cristallins tels que les atomes interstitiels, les lacunes, les dislocations.

L'étude de la répartition des éléments de la sous-structure des aciers examinés, de l'évolution de la sous-structure ainsi que l'étude des contraintes provoquées par la présence et l'interaction de défauts ont été réalisées à l'aide de différentes techniques expérimentales, à savoir :

- microscopie électronique en transmission ;
- diffraction des rayons X ;
- technique de frottement intérieur.

### **2-3.1 Microscopie électronique en transmission (MET)**

Une étape très délicate pour l'analyse de la microstructure en microscopie est l'élaboration des échantillons. Dans notre travail nous avons utilisé la technique des lames minces pour l'étude des composants microstructuraux ainsi que des sous-structures des aciers écrouis.

Les lames minces sont fabriquées à partir d'un barreau de 3 mm de diamètre prélevé sur le rond à béton suivant le schéma (figure 2-6). Le centre de la lame se trouve alors au  $\frac{1}{4}$  du diamètre du rond. Ensuite, le barreau a été découpé en pastilles d'épaisseur  $\sim 100\mu\text{m}$  à l'aide d'une scie à fil diamanté. Par polissage mécanique, l'épaisseur des pastilles a été réduite jusqu'à  $\sim 40\text{-}50\mu\text{m}$ . Enfin, la dernière étape est l'amincissement électrolytique. Il est réalisé au moyen de l'installation Tenupol II de Struers. La solution électrolytique utilisée est un mélange d'acide perchlorique (8%), éthanol (70%) et butylméthylèneglycol (22%). La tension est fixée à 30V, ce qui correspond à une intensité d'environ 0,5A.

Il faut noter qu'à la sortie du polissage électrolytique les lames minces préparées avaient un aspect mat. Ceci rend irréalisable une observation des échantillons dans le microscope électronique à transmission. Ainsi, nous avons utilisé en supplément une technique de polissage ionique pour supprimer ce défaut. Ainsi, cette technique nous a permis obtenir des surfaces de lames bien brillantes.

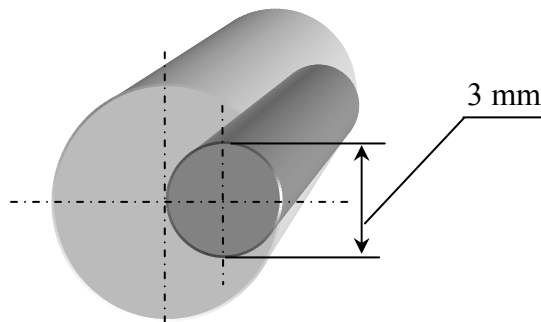


Figure 2-6 Schéma de découpage d'un barreau de  $\varnothing 3\text{mm}$

L'intérêt de la MET réside dans sa capacité à fournir des informations à l'échelle nanométrique, voire atomique, ce qui permet ainsi d'accéder, entre autres, à la sous-structure cristalline du matériau ou aux orientations cristallographiques des phases.

Si la tension d'accélération la plus courante est 200 kV, les meilleures résolution et pénétration sont obtenues pour des tensions plus élevées, de 400 kV à 1000 kV. Pour notre étude, nous avons utilisé un appareil de marque JEOL 200CX de tension 200 kV. Cet appareil est un microscope dit conventionnel dans la mesure où sa résolution, limitée à  $\sim 0,5\text{ nm}$  avec des possibilités importantes d'inclinaison de l'objet sur deux axes, ce que est utile pour les analyses à caractère cristallographique (tableau 2-1).

<b>Microscope</b>	<b>JEOL 200CX</b>
<b>Résolution ponctuelle</b>	0,4 nm
<b>Information limite</b>	0,4 nm
<b>Taille minimale de sonde</b>	-25 nm (STEM) -50 nm (TEM)
<b>Accessoires d'analyse</b>	EDX Tracor (fenêtre mince)
<b>Porte - objets</b>	Simple tilt $\pm 60^\circ$ - Tilt-Rotation ( $\pm 60^\circ - 360^\circ$ ) Double tilt ( $\pm 60^\circ - \pm 45^\circ$ )

Tableau 2-1 Caractéristiques de microscope utilisé

Sans décrire sa structure en détail, signalons que la lentille objective de MET est formée d'une lentille magnétique de courte distance focale qui permet de former une première image de l'objet. L'échantillon se situe alors au sein d'un champ magnétique intense. Cette disposition présente un inconvénient majeur lors de l'observation d'échantillons magnétiques, ce qui est notre cas. Ceci provoque une perturbation de la symétrie du faisceau d'électrons. Le magnétisme est alors responsable d'un fort astigmatisme préjudiciable à la qualité des images et à la facilité d'emploi de microscope. Les épaisseurs maximales couramment traversées varient de 0,1 à 0,5 $\mu$ m en mode conventionnel.

### **2-3.1.1 Modes d'observation**

#### ***Imagerie de deux ondes***

Dans notre étude nous avons utilisé le mode d'imagerie de « deux ondes ».

Pour l'observation des défauts cristallins, il faut incliner l'échantillon dans une position proche de l'angle de Bragg. Pour bien visualiser ces défauts, nous devons incliner notre échantillon dans une position plus favorable, dite condition à deux ondes. Dans la condition à deux ondes, un seul faisceau diffracté  $g_{hkl}$  et le faisceau transmis sont excités. Dans ce mode, l'orientation du cristal est telle, que parmi les ondes diffractées il n'y en a qu'une seule d'intensité notable. A l'aide d'un diaphragme de contraste ou bien à l'aide d'inclinaison du faisceau incident nous pouvons sélectionner soit le faisceau transmis, soit le faisceau diffracté en obtenant respectivement une image soit en champ clair, soit en champ sombre (figure 2-7).

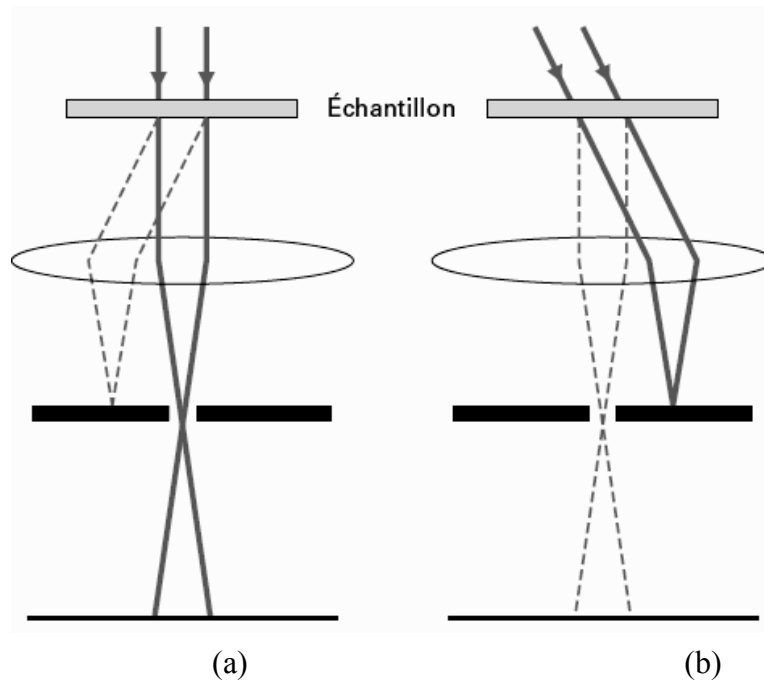


Figure 2-7 Schéma de formation d'image en condition à deux ondes

- a) image en champ clair ;
- b) image en champ sombre

L'intensité de l'onde transmise en champ clair globalement provient de tout le polycristal, excepté les cristaux en position exacte de Bragg. En champ sombre, l'intensité d'onde diffractée provient des cristaux en position exacte de diffraction. Ainsi, le champ sombre, utilisant chaque réflexion individuelle du cliché de diffraction, rend possible une corrélation directe des détails de l'image avec ceux du cliché de diffraction.

### ***Spectroscopie des rayons X***

Le principe de la spectroscopie des rayons X est identique de celui décrit au paragraphe 2-2.2. Les particularités consistent en ce que, lorsque cette technique est implantée dans le MET, une analyse se passe à très haute résolution spatiale. Avec un objet très mince il est possible d'analyser les détails de l'échelle nanométrique.

Nous avons utilisé cette technique pour déterminer la nature des précipités dans l'acier après le traitement thermique de vieillissement.

### **2-3.2 Diffraction des rayons X (DRX)**

Afin de révéler la présence de contraintes résiduelles de I<sup>er</sup> et de II<sup>ème</sup> ordre et de mesurer les dimensions des domaines cohérents de diffraction dans nos échantillons, nous avons utilisé quelques techniques de diffraction des rayons X.

#### **2-3.2.1 Généralités**

L'acier est un matériau polycristallin formé d'une multitude de grains, chacun d'entre eux étant en fait un monocristal constitué d'un empilement régulier d'atomes. Cet empilement peut être

décrit par des ensembles de plans cristallins définis par une distance  $d_{hkl}$  qui dépend des indices de MILLER  $h, k, l$ . Cette distance  $d_{hkl}$  est mesurable par la diffraction des rayons X grâce à la loi de BRAGG :

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (\text{II-3})$$

- avec  $\lambda$  – longueur d’onde du rayonnement X;  
 $n$  – ordre de diffraction;  
 $d_{hkl}$  – distance interréticulaire séparant deux plans de même famille  $\{hkl\}$ ;  
 $\theta$  – angle de diffraction.

Dans le cas d’un matériau polycristallin constitué d’un très grand nombre de grains par rapport à la dimension du faisceau incident, il y aura toujours une famille de plans  $\{hkl\}$  donnant lieu à une diffraction (figure 2-8).

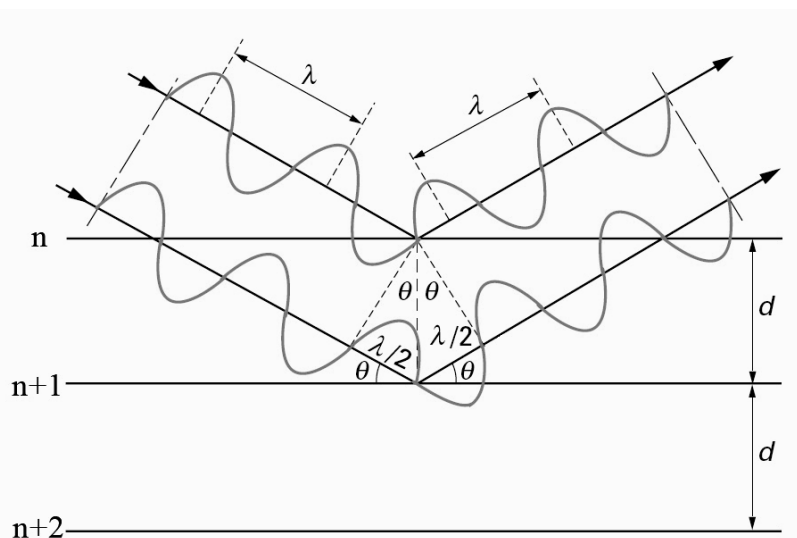


Figure 2-8 Illustration de la loi de BRAGG : principe de la diffraction des rayons X [59]

La diffraction des rayons X est une diffusion cohérente des photons X du faisceau incident sur les électrons des atomes du réseau périodique qui composent l’échantillon analysé. Chaque atome du matériau constitue alors une source secondaire de photons X en phase avec les photons primaires. En effet les pics de diffraction X représentent des figures d’interférence (cônes de diffraction) de ces sources photoniques enregistrés par un détecteur. C’est donc la structure atomique (sa position relative) du matériau qui est analysée par la technique DRX.

L’une des caractéristiques de la DRX est qu’il s’agit d’une technique non-destructive ne prenant en compte que les couches superficielles. La pénétration du faisceau est de l’ordre de quelques microns à quelques dizaines de microns pour des matériaux industriels polycristallins dans les conditions de laboratoire. La surface irradiée est généralement de l’ordre du  $\text{mm}^2$ . La technique de DRX est donc particulièrement intéressante pour l’investigation structurale des matériaux polycristallins [60].

### **2-3.2.2 Contraintes résiduelles après la déformation**

L'acier après le traitement thermomécanique et surtout après la déformation hétérogène (torsion, flexion) est un matériau hétérogène : il présente toujours des inhomogénéités telles que des joints de grain, des porosités ou des inclusions. A une échelle sub-microscopique existent encore des précipités, des dislocations, des lacunes.

A cause du caractère polycristallin et hétérogène des aciers étudiés, les sources de contraintes résiduelles peuvent provenir des déformations aux échelles macroscopiques, mésoscopiques (à l'échelle du grain) et microscopiques. Quelle que soit l'échelle à laquelle on considère le matériau, on peut mettre en évidence des contraintes résiduelles ayant pour origine des déformations élastiques irréversibles assurant la continuité du matériau.

La classification des contraintes résiduelles en trois ordres liés à l'échelle à laquelle on considère le matériau a été proposée par Macherauch [61].

Les contraintes résiduelles d'ordre I ( $\sigma_I$ ) – contraintes macroscopiques: elles sont homogènes sur un très grand nombre de domaines du matériau (plusieurs grains soit quelques dixièmes de millimètres à quelques millimètres). Les forces internes liées à ces contraintes sont en équilibre dans chaque section, et les moments liés à ces forces sont nuls autour de tout axe. Des variations dimensionnelles macroscopiques résultent toujours d'une modification de l'équilibre des forces et des moments liés à ces contraintes.

Les contraintes résiduelles d'ordre II ( $\sigma_{II}$ ) – contraintes mésoscopiques: elles sont homogènes sur de petits domaines du matériau (un grain ou une phase soit à une échelle de quelques dizaines de micromètres). Les forces internes et les moments liés à ces contraintes sont en équilibre dans un assez grand nombre de grains. Des variations dimensionnelles macroscopiques peuvent résulter d'une modification de cet équilibre.

Les contraintes résiduelles d'ordre III ( $\sigma_{III}$ ) – contraintes microscopiques: elles sont inhomogènes sur les plus petits domaines du matériau (quelques distances interatomiques, soit de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres). Les forces internes et les moments liés à ces contraintes sont en équilibre dans ces très petits domaines. Les modifications d'équilibre n'entraînent aucune variation dimensionnelle macroscopique.

Selon une autre classification des contraintes internes [62, 63, 64] :

1) Les contraintes résiduelles du I<sup>er</sup> ordre sont les macrocontraintes élastiques qui s'équilibrent dans tout le volume du matériau ou bien dans le volume de sa partie importante. La présence des macrocontraintes peut causer de la déformation (un cambrement, une fracturation) ou bien la décomposition d'un produit. La ruine du matériau se produit généralement sous l'action des contraintes de traction. Les contraintes de compression diminuent une susceptibilité à la concentration des contraintes et augmentent la résistance à la fatigue de matériau.

2) Les contraintes résiduelles du II<sup>ème</sup> ordre sont les microcontraintes qui s'équilibrent dans le volume des microcristaux (des grains) ou dans une partie des microcristaux (des blocs mosaïques, sous-grains). Elles peuvent être orientées et non-orientées dans le sens d'une charge qui produit une déformation plastique.



3) Les contraintes résiduelles du III<sup>ème</sup> ordre sont les contraintes qui s'équilibrent dans les limites des petits groupes d'atomes. Dans des métaux déformés ces distorsions statiques s'équilibrent dans des groupes d'atomes se trouvant près des joints des grains, des plans de glissement etc. Des telles distorsions peuvent être liées à la présence des dislocations. Les modifications d'équilibre des contraintes du III<sup>ème</sup> n'entraînent aucune variation dimensionnelle macroscopique.

Dans le cas de matériaux réels, l'état de contraintes est représenté par la contrainte résiduelle qui résulte de la superposition des contraintes d'ordre I, II et III. On peut donc écrire que la contrainte résiduelle en un point est égale à:

$$\sigma_{\Sigma} = \sigma_I + \sigma_{II} + \sigma_{III}$$

Cette définition est très théorique, néanmoins, elle a pour intérêt de montrer que toute hétérogénéité de déformation introduite à toutes les échelles dans la structure entraîne la création et/ou le changement de niveau de contraintes résiduelles.

La présence des contraintes résiduelles de différents types entraîne une modification des diffractogrammes et influence la forme des pics de diffraction. Dans ces conditions, les contraintes résiduelles peuvent être étudiées à l'aide des techniques de diffraction X.

#### **2-3.2.2.1 Contraintes résiduelles du I<sup>er</sup> ordre**

Il existe plusieurs paramètres qui servent à décrire un pic de DRX: la position angulaire du pic, la largeur du pic, la hauteur nette du pic, le bruit de fond.

Pour les macrocontraintes, on considère une déformation uniforme d'un ensemble de grains entraînant une déformation  $\varepsilon = \Delta d / d_0$  globale des distances interréticulaires inférieure à 0,2 %. Une raie de diffraction correspondant à une famille de plans cristallins subira dans ce cas un déplacement (figure 2-9).

De cette façon, la détermination de la position des pics de diffraction joue le rôle très important dans l'estimation des macro-contraintes. Une localisation erronée entraîne une fausse estimation des contraintes. Ainsi, différentes méthodes ont été développées avec leurs avantages et défauts. Parmi les plus utilisées, on retrouve les méthodes numériques qui consistent à appliquer des fonctions de lissage ou d'interpolation qui sont ajustables, ce qui leur confère une capacité importante à interpoler la majorité des pics. Le logiciel *StressDiff* que nous avons utilisé dans notre étude, nous a permis de lisser les profils des pics par différentes fonctions mathématiques (Voigt, pseudo-Voigt), soustraire le bruit de fond et déterminer la position des pics.

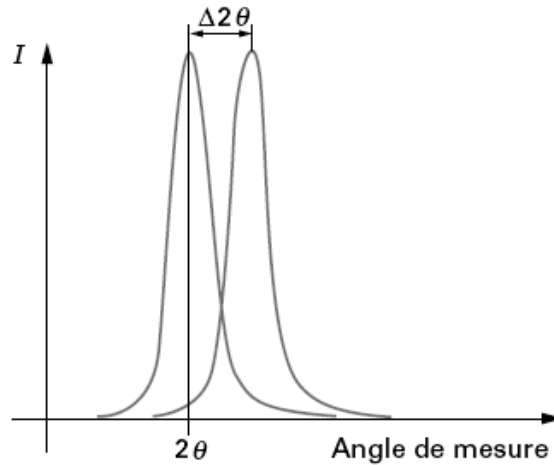


Figure 2-9 Influence des contraintes du I<sup>er</sup> ordre sur le pic de diffraction

Le principe de l'évaluation des contraintes du I<sup>er</sup> ordre consiste à utiliser la distance interréticulaire  $d_{hkl}$  d'une forme de plans  $\{hkl\}$  comme jauge de déformation. Cette distance  $d_{hkl}$  est liée à la position  $2\theta$  du pic de diffraction enregistré par la loi de BRAGG.

La valeur de  $d_{hkl}$  est l'intégrale correspondant à la superposition des pics élémentaires diffractés par chaque volume diffractant (grain-monocristal, domaine cohérent de diffraction – DCD).

La déformation moyenne  $\varepsilon_{\phi\psi}$  est donnée par la relation suivante :

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \frac{d_{\phi\psi} - d_0}{d_0} \quad (\text{II-4})$$

avec

$d_0$  – distance interréticulaire à l'état non déformé

$d_{\phi\psi}$  – distance interréticulaire après la déformation ;

$\phi$  et  $\psi$  – angles d'orientation des famille des plans  $(hkl)$  dans un échantillon (figure 2-10)

En différenciant la loi de Bragg on obtient :

$$2(d \cos \theta \partial \theta + \partial d \sin \theta) = \partial \lambda$$

Car le rayonnement est constant

$$\partial \lambda = 0 \Rightarrow d \cos \theta \partial \theta + \partial d \sin \theta = 0$$

$$\frac{\partial d}{d} = -\frac{\cos \theta \partial \theta}{\sin \theta} = -\cot \theta \partial \theta$$

ainsi

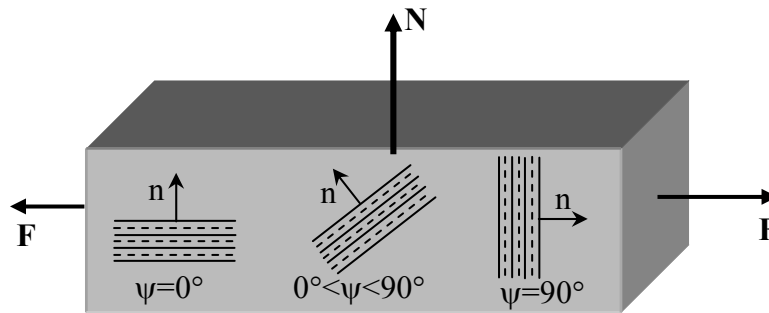
$$\varepsilon = -\cot \theta \Delta \theta \quad (\text{II-5})$$

La déformation élastique du cristal peut donc être obtenue par mesure de la position des pics de diffraction avant et après chargement

En déplacement angulaire de pic on obtient :

$$\Delta 2\theta = -2 \operatorname{tg} \theta \frac{\Delta d}{d_0}$$

Cette relation nous montre l'intérêt pratique de travailler à des angles de Bragg les plus élevés possibles, proches de  $90^\circ$ , ce qui permet d'augmenter la sensibilité des mesures, c'est-à-dire que les déplacements du pic  $\Delta 2\theta$  sont d'autant plus importants que les angles  $\Delta\theta$  de Bragg sont plus élevés [65, 66]. Le signe (–) montre, que si la déformation élastique est de traction, le déplacement se fait à gauche selon l'axe de  $2\theta$ . Pour la déformation en compression le déplacement de pic se fait à droite.



N – normale à la surface de l'échantillon ;

n – normale aux plans réticulaires ;

F – force appliquée

Figure 2-10 Exemple de l'orientation des plans dans l'échantillon

Sur la figure 2-10 une famille de plans (hkl) est représentée pour trois orientations différentes. Les plans sont repérés par un angle  $\psi = \angle(n, N)$ . Dans le cas d'acier, matériau polycristallin, toutes les orientations sont statistiquement possibles dans le cas où le matériau est non-texturé. On peut constater que les déformations du réseau cristallin sont différentes (traction ou compression) pour chaque grain et famille de plans. Elles dépendent de l'orientation  $\psi$ . La détermination des distances  $d_{hkl}$  en fonction de  $\psi$  de ces plans permet de calculer les contraintes macroscopiques si l'on connaît le module de Young E ainsi que le coefficient de Poisson  $\nu$  du matériau étudié.

### ***Loi des $\sin^2 \psi$ . Principe de la méthode***

Le principe de la méthode des  $\sin^2 \psi$  est d'amener successivement les plans (hkl) appartenant à des grains différents orientés différemment en modifiant l'inclinaison en  $\psi$  de l'échantillon par rapport au faisceau des rayons X.

Si le champ de contraintes est isotrope, deux positions de  $\psi$  suffisent pour déterminer une contrainte. Dans le cas de contraintes anisotropes à la surface de l'échantillon le calcul du tenseur est possible à l'aide de la loi des  $\sin^2 \psi$ , mais nécessite l'augmentation du nombre d'expositions en  $(\psi, \phi)$ . Ici  $\phi$  est l'angle de rotation de l'échantillon autour de la normale à la surface.

Deux montages géométriques peuvent être utilisés pour faire varier l'angle  $\psi$ . Dans le montage en mode  $\Psi$ , la rotation se fait suivant une direction normale à l'axe de rotation donnant l'angle  $\theta$ . Au contraire, dans le montage en mode  $\Omega$ , la rotation donnant l'angle  $\psi$ , se fait autour du même axe que celle donnant l'angle  $\theta$ .

Le montage en mode  $\Omega$  permet l'utilisation d'un dispositif de diffraction classique avec peu de modification du porte échantillon, mais l'inclinaison en  $\psi$  est limitée dans l'espace [67]. Nous avons utilisé dans notre travail le montage en mode  $\Psi$ , car il utilise un porte échantillon spécifique qui est avantageux, car il ne nécessite pas la focalisation du faisceau. En revanche, la hauteur du faisceau est limitée. La figure 2-11 décrit toutes les directions, inclinaisons et rotations du montage  $\Psi$ , utiles pour comprendre et utiliser la méthode de  $\sin^2\psi$ .

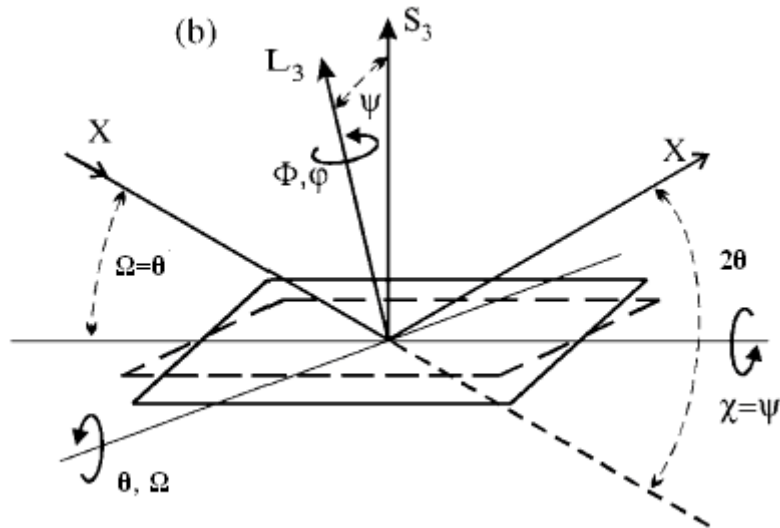


Figure 2-11 Description de montage en mode  $\Psi$

### Formalisme mathématique de la méthode

La figure 2-12 donne les définitions du système de coordonnées de l'échantillon ( $S_i$ ), des plans diffractants ( $L_i$ ) et les angles  $\psi$  et  $\phi$ . Il faut remarquer, que dans les notations suivantes, les quantités avec indice supérieur ( $S$ ) font références aux grandeurs exprimées dans le repère de l'échantillon, les quantités avec indice supérieur ( $L$ ) se réfèrent au repère des plans. Le changement de repère s'effectue par deux rotations d'angles  $\psi$  et  $\phi$ .

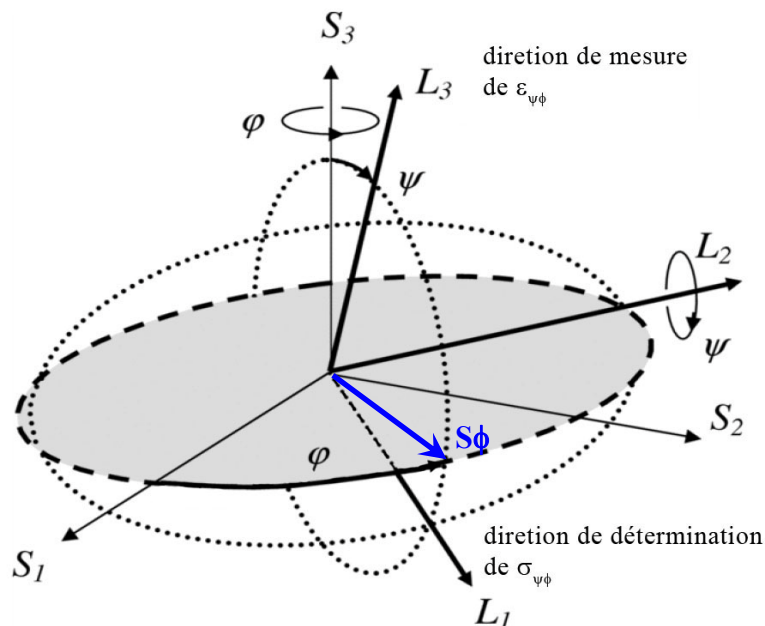


Figure 2-12 Direction de mesure en fonction des angles  $\phi$  et  $\psi$

Le tenseur des contraintes  $\sigma_{ij}$  est calculé à partir du tenseur des déformations  $\varepsilon_{ij}$ . Le tenseur de la déformation  $\varepsilon_{ij}^S$  est lié au tenseur de la déformation  $\varepsilon_{ij}^L$  par les coefficients de la matrice de changement de base A (cosinus directeurs) :

$$A = \begin{pmatrix} \cos \phi \cos \psi & \sin \phi \cos \psi & -\sin \psi \\ -\sin \phi & \cos \phi & 0 \\ \cos \phi \sin \psi & \sin \phi \sin \psi & \cos \psi \end{pmatrix}$$

Ainsi, la déformation cherchée suivant la direction  $L_3$   $\varepsilon_{33}^L$  s'exprime par la transformation tensorielle suivante :

$$\varepsilon_{33}^L = a_{3k} a_{3l} \varepsilon_{kl}^S \quad (\text{II-6})$$

avec

$k, l = 1, 2, 3$

En développant, on obtient la relation fondamentale de détermination de la déformation par DRX :

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\phi\psi}^L = \varepsilon_{33}^L = & \varepsilon_{11}^S \cos^2 \phi \sin^2 \psi + \varepsilon_{12}^S \sin 2\phi \sin^2 \psi + \varepsilon_{22}^S \sin^2 \phi \sin^2 \psi + \\ & + \varepsilon_{33}^S \cos^2 \phi + \varepsilon_{13}^S \cos \phi \sin 2\psi + \varepsilon_{23}^S \sin \phi \sin 2\psi \end{aligned} \quad (\text{II-7})$$

Nous considérons le volume irradié par des photons X de notre échantillon comme le milieu continu. Ainsi, l'agrégat polycristallin étudié est homogène et ses propriétés sont isotropes ou quasi-isotropes. Le tenseur des déformations  $\varepsilon_{ij}^S$  et le tenseur des contraintes  $\sigma_{ij}^S$  sont liés par la loi de Hooke généralisée, qui s'écrit :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1+\nu}{E} \cdot \sigma_{ij} - \delta_{ij} \cdot \frac{\nu}{E} \cdot \sigma_{kk} \quad (\text{II-8})$$

avec

$$\delta_{ij} \text{ - symbole de Kronecker } \delta_{ij} = \begin{cases} 1 & \Rightarrow i = j \\ 0 & \Rightarrow i \neq j \end{cases}; \text{ ou bien } \delta_{ij} = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix};$$

$\nu$  – coefficient de Poisson ;

$E$  – module de Young ;

$k$  représente tous les indices différents de  $i$  et  $j$

En remplaçant les termes  $\varepsilon_{ij}^S$  dans l'équation (II-7) par leur expression donnée par l'équation (II-8), on obtient l'écriture de l'équation générale de détermination des contraintes résiduelles (loi des  $\sin^2\psi$ ) [60]:

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\phi\psi}^L = \varepsilon_{33}^L = & \frac{1+\nu}{E} (\sigma_{11}^S \cos^2 \phi + \sigma_{12}^S \sin 2\phi + \sigma_{22}^S \sin^2 \phi - \sigma_{33}^S) \sin^2 \psi + \\ & + \frac{1+\nu}{E} (\sigma_{13}^S \cos \phi + \sigma_{23}^S \sin \phi) \sin 2\psi + \\ & + \frac{1+\nu}{E} (\sigma_{33}^S) - \frac{\nu}{E} (\sigma_{11}^S + \sigma_{22}^S + \sigma_{33}^S) \end{aligned} \quad (\text{II-9})$$

L'équation (II-9) est assez compliquée car le calcul des six membres  $\sigma_{ij}$  du tenseur des contraintes exige la résolution d'un système de équations avec six inconnues à partir de la mesure de  $\varepsilon_{ij}^L$  pour les angles différents  $\psi$  et  $\phi$ . A cause de la symétrie du tenseur des contraintes, un minimum de six mesures est requis pour avoir une solution.

L'application de la loi des  $\sin^2\psi$  est facilitée, lorsque l'on prend en considérations des cas particuliers et des hypothèses simplificatrices.

### ***Hypothèse de contrainte plane***

Si la profondeur de pénétration des rayons X est faible devant le gradient des contraintes, nous pouvons considérer que l'état de contrainte en surface est un état de contrainte plane. Dans ce cas on admet que la composante normale à la surface de l'échantillon  $\sigma_{33}^S = 0$ .

L'utilisation de cette hypothèse permet de s'affranchir de la détermination d'une vraie valeur  $d_0$  (distance interréticulaire dans le matériau sans contraintes internes), qui seule autorise le calcul de la valeur de  $\sigma_{33}^S$ . Nous pouvons prendre pour valeur de  $d_0$  la valeur de la distance interréticulaire pour  $\psi=0$ .

Dans le cas du champ de contraintes planes, le tenseur s'écrit :

$$\sigma_{ij}^S = \begin{bmatrix} \sigma_{11}^S & \sigma_{21}^S & 0 \\ \sigma_{12}^S & \sigma_{22}^S & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$

De cette façon, l'équation (II-9) est réduite à l'expression plus simple :

$$\varepsilon_{\phi\psi}^L = \varepsilon_{33}^L = \frac{1}{2} S_2 \sigma_{\phi} \sin^2 \psi + S_1 (\sigma_{11}^S + \sigma_{22}^S) \quad (\text{II-10})$$

avec

$$\frac{1}{2} S_2 = \frac{1+\nu}{E} ; S_1 = -\frac{\nu}{E} - \text{constantes d'élasticité}$$

$$\sigma_{\phi} = (\sigma_{11}^S \cos^2 \phi + \sigma_{12}^S \sin 2\phi + \sigma_{22}^S \sin^2 \phi)$$

Dans le cas de matériaux quasi-isotropes au lieu de  $S_1$  et  $1/2S_2$  il faut utiliser les CER (constantes élastiques radio-cristallographiques)  $S_1(hkl)$  et  $1/2S_2(hkl)$ , qui dépendent de la famille des plans  $\{hkl\}$ . Les CER peuvent être mesurées ou calculées en modélisant le comportement mécanique de l'agrégat polycristallin.

Par exemple, dans le cas des matériaux de symétrie cristalline cubique, comme les aciers étudiés, les CER  $1/2S_2(hkl)$  et  $S_1(hkl)$  peuvent être calculées d'après le modèle de Reuss à partir des  $S_{ij}$  du monocristal [60]:

$$\frac{1}{2}S_2(hkl) = \frac{1}{2}S_2[1 + 3(0,2 - \Gamma(hkl))\Delta] \quad (II-11)$$

$$S_1(hkl) = S_1 - \frac{1}{2}S_2[0,2 - \Gamma(hkl)]\Delta \quad (II-12)$$

$$\Gamma(hkl) = \frac{h^2k^2 + k^2l^2 + l^2h^2}{(h^2 + k^2 + l^2)^2} \quad (II-14)$$

$$\Delta = \frac{5(A_{RX} - 1)}{3 + 2A_{RX}} \quad (II-15)$$

$$A_{RX} = 2 \frac{S_{11} - S_{12}}{S_{14}} \quad (II-16)$$

avec

$\Gamma(hkl)$  – facteur d'orientation du plan  $\{hkl\}$

$A_{RX}$  – coefficient d'anisotropie radiocristallographique

$A_{RX}$  exprime l'anisotropie élastique du volume diffractant

Suite à l'anisotropie possible du matériau étudié, la différence entre les valeurs macroscopiques et radiocristallographiques peut être plus ou moins significative. Ainsi, pour le fer- $\alpha$  (aciers ferritiques), nous avons pour les plans  $\{200\}$ ,  $\{211\}$  et  $\{222\}$  respectivement +25%, -6% et -17% d'écart sur les valeurs de contraintes calculées en utilisant les CER au lieu des constantes macroscopiques [68]. Dans notre étude nous avons pris en considération les plans  $\{211\}$  donnant une meilleure précision et les valeurs suivantes de CER [69] :

$$\frac{1}{2}S_2(211) = 5,83 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$$

$$S_1(211) = -1,28 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$$

Ainsi, le tracé de  $\varepsilon_{\phi\psi}^L$  en fonction de  $\sin^2\psi$  est une droite de pente  $\frac{1}{2}S_2\sigma_{\phi}^S$  pour des angles  $\psi$  négatifs et positifs. Cette pente est proportionnelle à la contrainte  $\sigma_{\phi}^S$  ( $S_{\phi}$ ) si les constantes élastiques sont connues (figure 2-13 (a) et figure 2-12).

### ***Analyse triaxiale***

Dans ce type d'analyse et par rapport à l'analyse biaxiale (état de contrainte plane), la simplification de l'équation (II-9) ne concerne que l'annulation de terme  $\sigma_{33}^S$  de tenseur des contraintes :

$$\sigma_{ij}^S = \begin{bmatrix} \sigma_{11}^S & \sigma_{21}^S & \sigma_{31}^S \\ \sigma_{12}^S & \sigma_{22}^S & \sigma_{32}^S \\ \sigma_{13}^S & \sigma_{23}^S & 0 \end{bmatrix}$$

Le deuxième terme de l'équation (II-9) est pris en compte maintenant :

$$\frac{1+\nu}{E} (\sigma_{13}^S \cos \phi + \sigma_{23}^S \sin \phi) \sin 2\psi$$

On note, que ce terme dépend de  $\sin 2\psi$ . La fonction  $\sin 2\psi$  est impaire, ce qui signifie que pour des angles  $\psi$  négatifs et positifs les valeurs de  $\varepsilon_{\phi\psi}^L$  sont différentes. Le tracé de  $\varepsilon_{\phi\psi}^L$  en fonction de  $\sin^2\psi$  est dans ce cas une portion d'ellipse, dont l'ouverture est proportionnelle aux termes  $\sigma_{13}^S$  et  $\sigma_{23}^S$  (figure 2-13 (b)). La pente du grand axe d'ellipse permet le calcul des termes  $\sigma_{11}^S$ ,  $\sigma_{12}^S$  et  $\sigma_{22}^S$  [70].

### ***Limitations de la méthode***

Les limites de la méthode des  $\sin^2\psi$  sont liées à la fois aux principes de diffraction des rayons X et au non-respect des hypothèses de la mécanique des milieux continus.

#### ***a) gradient superficiel de contraintes***

La pénétration des rayons X varie avec l'angle  $\psi$ . Dans ce cas, les analyses décrites ci dessus ne sont plus valables lorsque le matériau étudié a un gradient important de concentration atomique ou de contrainte. Avec l'augmentation de l'angle  $\psi$  (il s'agit d'une valeur absolue) la profondeur analysée décroît ; les courbes en  $\sin^2\psi$  présentent une courbure uniforme qui traduit la variation important de  $d_{hkl}$  (figure 2-13 (c)).

#### ***b) texture cristallographique***

Si le matériau étudié est texturé, il présente une anisotropie de déformations et de contraintes. L'hypothèse d'isotropie n'est plus applicable et les constantes élastiques isotropes ne sont plus respectées. Les textures entraînent des déviations par rapport aux courbes théoriques en  $\sin^2\psi$ , d'où la dénomination de courbes en « serpent » (Figure 2-13 (d)).



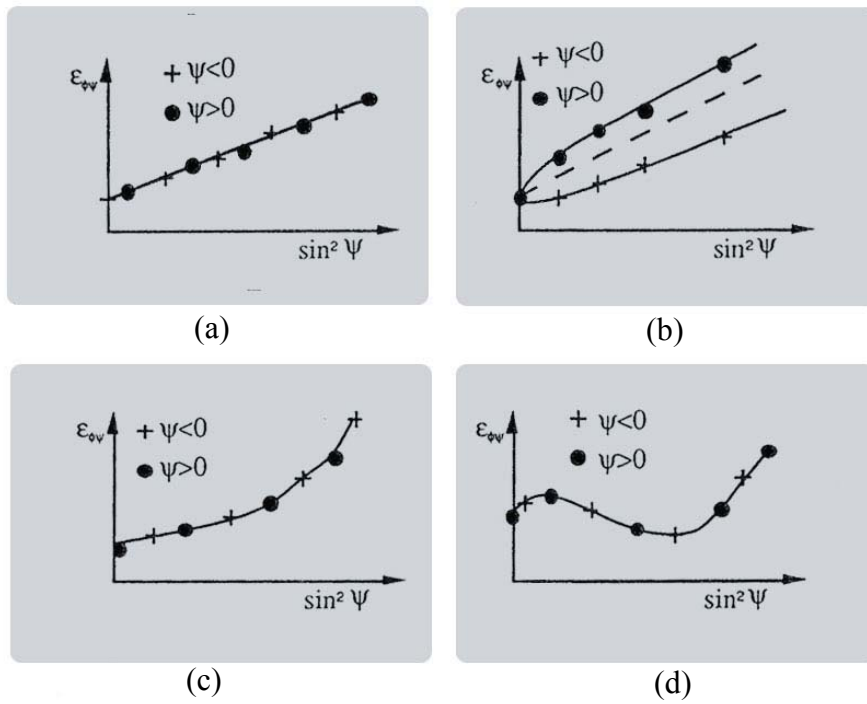


Figure 2-13 Exemple de courbes  $\varepsilon_{\phi\psi} = f(\sin^2 \psi)$

(a) analyse biaxial de contraintes ; (b) analyse triaxial de contraintes;  
 (c) matériau présentant un fort gradient de contraintes ; (d) matériau texturé

### 2-3.2.2.2 Contraintes résiduelles du II<sup>ème</sup> ordre

Les microdéformations de chaque grain ou de chaque domaine cohérent entraînent une variation locale de distance interréticulaire et déterminent l'apparition des (micro-)contraintes résiduelles du II<sup>ème</sup> ordre. La présence des microcontraintes provoque l'effet d'élargissement des pics de diffraction (figure 2-14).

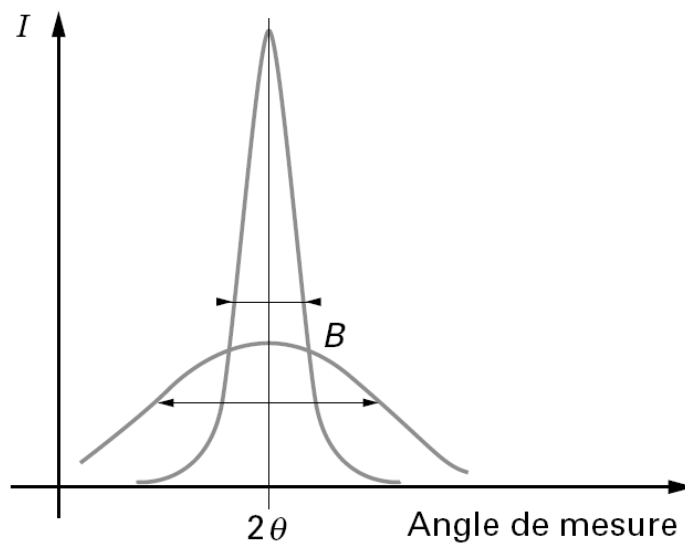


Figure 2-14 Influence des contraintes du II<sup>er</sup> ordre sur la forme de pic de diffraction

L'élargissement et la forme du pic sont en relation étroite avec la distribution de la déformation et les autres phénomènes microstructuraux (par les écarts à la régularité des arrangements atomiques) ainsi que instrumentaux :

- élargissement instrumental qui dépend de la géométrie du faisceau incident (taille du faisceau et divergence), de la forme des fentes de réception du détecteur et de la fonction spectrale de la source des rayons X ;
- taille des domaines cohérents de diffraction (blocs mosaïques) ;
- hétérogénéité des déformations élastiques internes qui sont caractérisées par une longueur moyenne des colonnes diffractantes  $D$  et leurs déformations élastiques internes (distorsion) [71].

Ces deux derniers aspects peuvent être analysés après avoir déconvolué l'effet instrumental sur des pics de diffraction enregistrés pour des matériaux supposés suffisamment homogènes et à grains  $>0,1 \mu\text{m}$ . Dans ce cas ils ne produisent pas d'élargissement de raie lié avec les aspects de microstructure.

D'une façon assez élémentaire, on peut utiliser deux modèles de structure schématiques pour expliquer l'élargissement des raies [72].

### ***Théorie de la fragmentation***

Si le cristal primitif a été brisé en très petits fragments (figure 2-15), les raies seront élargies par effet de taille du *domaine diffractant* (*domaine cohérent de diffraction*). La désorientation entre deux grains (ou bien domaines) contigus les rend parfaitement incohérents du point de vue de la diffraction et ils ont les mêmes effets que s'ils étaient séparés (cas de la poudre).

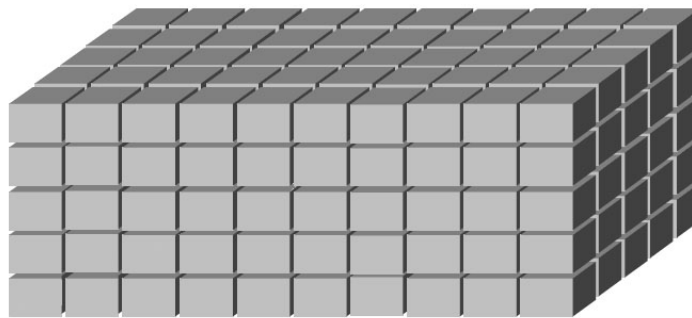


Figure 2-15 Modèle du cristal fragmenté

De la largeur à mi-hauteur  $\beta$  d'une raie on tire par la formule de Scherrer la taille apparente du cristal (domaine cohérent de diffraction). Pour le réseau cubique [73]:

$$\beta = \frac{k\lambda}{D \cdot \cos \theta} \quad (\text{II-17})$$

avec

$\beta$  – largeur à mi-hauteur en radians ;

$k$  – const ; pour le réseau cubique et les plans (110), (220)  $k \approx 1,0$  [74] ;

$\lambda$  – longueur d'onde ;

D – taille des domaines cohérents de diffraction dans la direction de normale aux plans diffractants.

Comme il n’y a pas de raison, en général, de supposer que les fragments cristallins aient des formes très anisotropes, toutes les raies devront donner des valeurs voisines pour D, qui caractérise la structure du métal écroui.

### ***Théorie des fluctuations de paramètre.***

On suppose que les fragments cristallins de taille suffisante pour ne pas produire d’élargissement de raie ( $>0.1\mu\text{m}$ ) conservent un réseau régulier, mais que, par suite, des tensions internes hétérogènes les uns sont en compression élastique et les autres en tensions. Ils ont donc des paramètres différents par rapport à la valeur moyenne du cristal en équilibre. L’angle de diffraction varie suivant la valeur du paramètre  $d_{hkl}$  selon la relation de Bragg

Dans le cas de l’acier dont le réseau est cubique

$$\frac{\Delta(d_{hkl})}{d_{hkl}} = \frac{\Delta a}{a},$$

avec

$\frac{\Delta a}{a}$  – variation de paramètre d’une maille cristalline (distorsion du réseau).

L’élargissement physique  $\beta$  d’une raie est donc relié à  $\Delta a$  par la formule [75] :

$$\beta = \frac{4\Delta a}{a} \cdot \text{tg}\theta = 4\epsilon \text{tg}\theta \quad (\text{II-18})$$

Ensuite, si la valeur de  $\frac{\Delta a}{a}$  est connue, il est possible d’estimer les contraintes normales du

II<sup>er</sup> ordre :

$$\sigma^{\text{II}} = \frac{\Delta a}{a} E = \frac{\beta}{4\text{tg}\theta} E \quad (\text{II-19})$$

La variation de  $\beta$  avec l’angle de diffraction  $\theta$  est différente selon les deux formules II-17 et II-18. Comme le montre la courbe sur la figure 2-16 il y a une différence significative entre les deux fonctions pour les faibles angles  $\theta$  ( $2\theta$ ). Ainsi, nous pouvons constater, que l’effet de taille des domaines cohérents se révèle sur des petits angles  $2\theta$ , alors que pour les réflexions qui s’observent aux plus grands angles l’élargissement dépend de deux effets qui se superposent : effet de présence des domaines cohérents ; effet de distorsion du réseau.

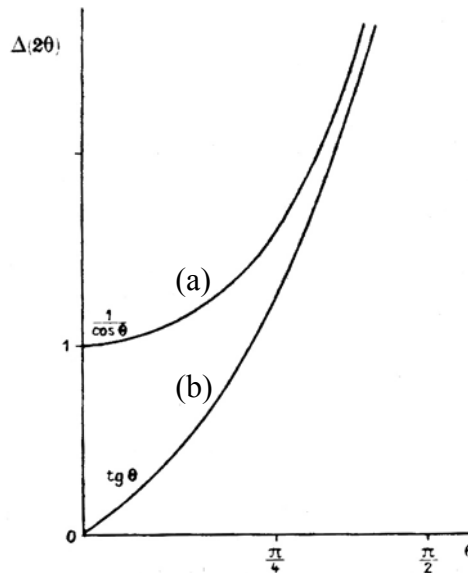


Figure 2-16 Variation de la largeur de raies avec l'angle de Bragg  $\theta$  [72] :

- a) élargissement dû à la petite taille des cristaux  $\beta \sim 1/\cos\theta$  ;
- b) élargissement dû au changement de paramètre  $\beta \sim \text{tg}\theta$  .

Cependant, dans la région des petits angles pour l'acier (fer- $\alpha$ ) il y a peu de raies et leur largeur est faible, peu supérieure à la largeur expérimentale des raies de cristaux parfaits.

On peut admettre, de cette façon, que les deux effets sont simultanés (figure 2-17) et agissent sur les largeurs observées comme la somme d'un effet de taille caractérisé par un paramètre D et un effet de distorsion caractérisé par un second paramètre  $\Delta a/a$ .

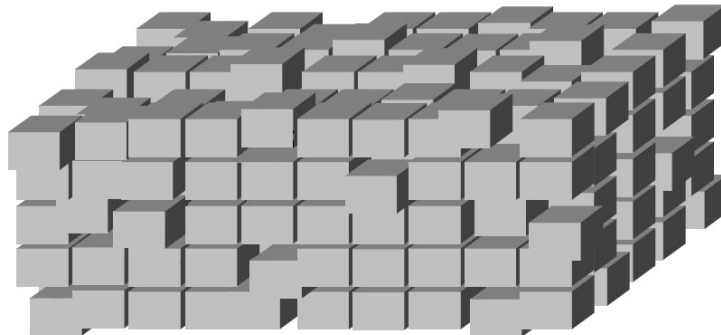


Figure 2-17 Modèle du cristal fragmenté possédant les distorsions

Ces deux effets peuvent être séparés en appliquant différents modèles, parmi lesquels :

- modèle de Williamson et Hall [76], qui considère que l'élargissement d'une raie dans l'espace direct est la somme d'un terme associé à la taille des cristaux ( $\sim 1/\cos\theta$ ) et d'un terme associé à la contrainte ( $\sim \tan \theta$ ). Ce modèle nécessite deux ordres de diffraction et reste assez difficile à interpréter dans le cas de cristaux anisotropes ;
- modèle de B.E. Warren et B.L. Averbach [77], qui nécessite au moins deux ordres de diffraction et l'utilisation de l'espace de Fourier. Il considère les domaines cohérents de diffraction comme un ensemble de colonnes de longueurs différentes soumises à leur

distorsion propre. Il permet d'obtenir la taille moyenne des colonnes  $D$  et leur distorsion quadratique moyenne  $\langle \varepsilon^2(D) \rangle$ .

- modèle d'approximation [63] qui utilise les différentes fonctions pour décrire le pic de diffraction. Ce modèle nécessite aussi des pics de deux ordres de diffraction

Dans notre étude nous avons utilisé le troisième modèle pour évaluer les effets des domaines cohérents et des distorsions du réseau.

### ***Estimation des effets des domaines cohérents et des distorsions du réseau par la méthode d'approximation***

Avant de commencer la séparation des effets de « domaines » et de distorsion il est nécessaire de supprimer l'influence de deux facteurs qui provoquent des erreurs lors de l'enregistrement des raies, à savoir :

- facteur d'élargissement instrumentales (la divergence du faisceau, les défauts de montage d'un échantillon etc.) ;
- facteur des composantes de doublet  $K\alpha_1, K\alpha_2$ .

Pour éliminer le premier il faut effectuer l'enregistrement des raies d'un échantillon étudié et d'un étalon, dans des conditions expérimentales aussi identiques que possible. L'étalon doit se composer de grains beaucoup plus grands que  $0.1 \mu\text{m}$  et ne pas posséder de distorsion de grains (état bien recristallisé). De cette façon, le diffractogramme présente des raies élargies uniquement à cause des facteurs géométriques.

Nous avons utilisé deux types des étalons (figure 2-18):

- une poudre de fer en grains assez gros ( $\sim 1...3 \mu\text{m}$ );
- une poudre de fer ( $\sim 3...5 \mu\text{m}$ ) agglomérée et bien recristallisée.

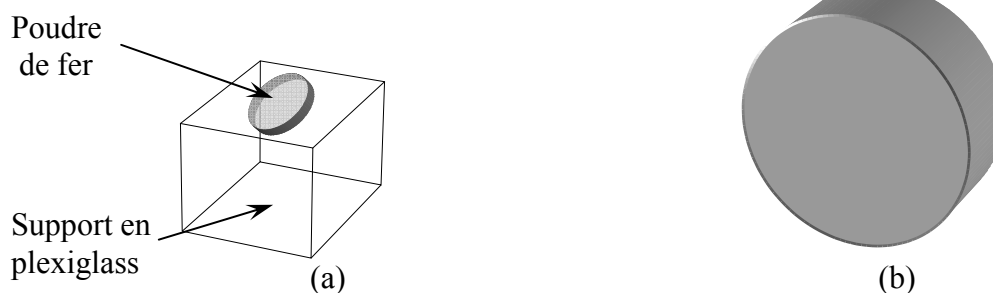


Figure 2-18 Deux types des étalons utilisés:

- a) poudre de fer sur un support en plexiglass ;
- b) poudre de fer agglomérée sous forme de platine.

Il faut bien noter, que le plexiglass est un corps amorphe, qui est la source de diffusions nuisibles.

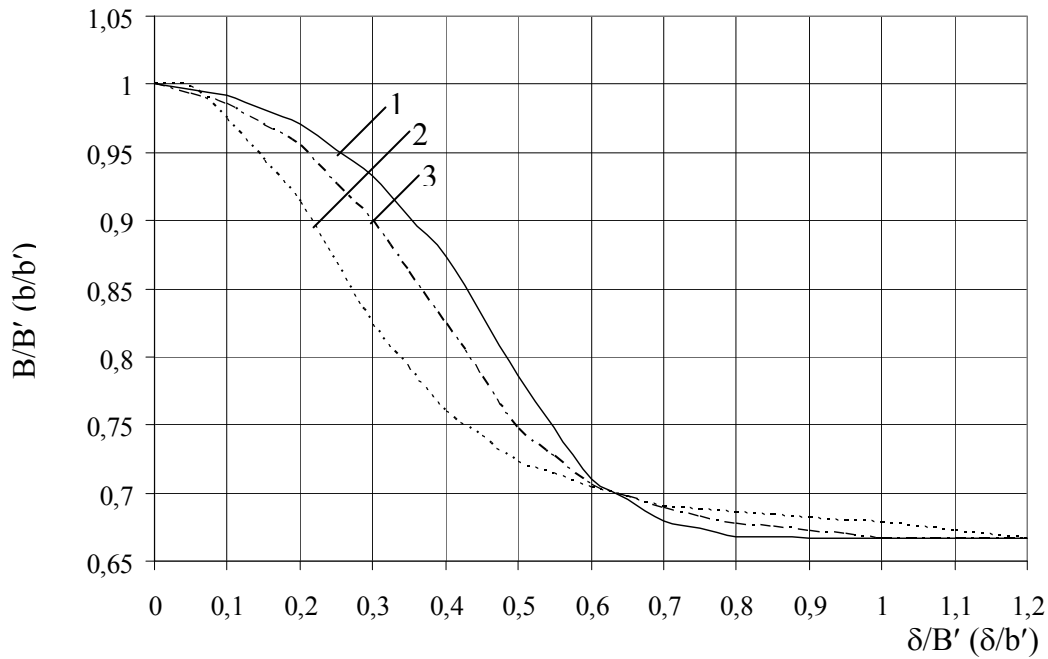


Figure 2-19 Diagramme de la correction des valeurs d'élargissement compte tenu le doublet du rayonnement X pour de différents types des fonctions d'approximation du profil d'une raie [78] :

$$1) e^{-\alpha \cdot x^2} ; 2) \frac{1}{1 + \alpha \cdot x^2} ; 3) \frac{1}{(1 + \alpha \cdot x^2)^2}$$

$\delta/B'$ ( $\delta/b'$ )	$B/B'$ ( $b/b'$ )		
	$e^{-\alpha \cdot x^2}$	$\frac{1}{(1 + \alpha \cdot x^2)^2}$	$\frac{1}{1 + \alpha \cdot x^2}$
0,05	0,996	0,993	0,998
0,10	0,992	0,986	0,975
0,15	0,981	0,970	0,944
0,20	0,971	0,955	0,914
0,25	0,952	0,927	0,869
0,30	0,933	0,900	0,824
0,35	0,903	0,862	0,792
0,40	0,874	0,824	0,760
0,45	0,830	0,785	0,742
0,50	0,786	0,747	0,723
0,55	0,748	0,727	0,714
0,60	0,710	0,706	0,704
0,65	0,695	0,698	0,697
0,70	0,680	0,689	0,690
0,75	0,674	0,683	0,688
0,80	0,668	0,677	0,686
0,85	0,668	0,675	0,684
0,90	0,667	0,672	0,682
0,95	0,667	0,670	0,680
1,00	0,667	0,667	0,678
1,10	0,667	0,667	0,672
1,20	0,667	0,667	0,667

Tableau 2-2 Correction du doublet du rayonnement X

Lors du dépouillement des résultats de diffraction X il faut prendre en considération la non-monochromaticité du rayonnement. Il est donc indispensable de séparer encore les deux composantes du rayonnement : le doublet  $K\alpha_1$ - $K\alpha_2$ . Pour cette correction il est possible d'utiliser plusieurs tableaux et diagrammes (tableau 2-2 ; figure 2-19)

avec  $B'$  – largeur totale expérimentale d'une raie d'un échantillon étudié;

$b'$  – largeur totale expérimentale d'une raie d'un étalon ;

$B$  – largeur totale nette (avec la correction du doublet) d'une raie de l'échantillon étudié ;

$b$  – idem pour étalon (élargissement net instrumental) ;

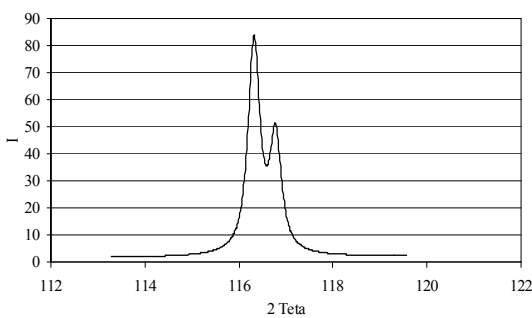
$\delta$  – distance angulaire entre deux composants du doublet.

$$\delta = \theta_{\alpha_2} - \theta_{\alpha_1} ; \delta = \frac{\lambda_{\alpha_2} - \lambda_{\alpha_1}}{\lambda_{\alpha_1}} \cdot \text{tg}\theta \text{ (en radians)} ; \delta_{110} = 0,12; \delta_{220} = 0,33 \text{ (pour Fe-}\alpha\text{)}.$$

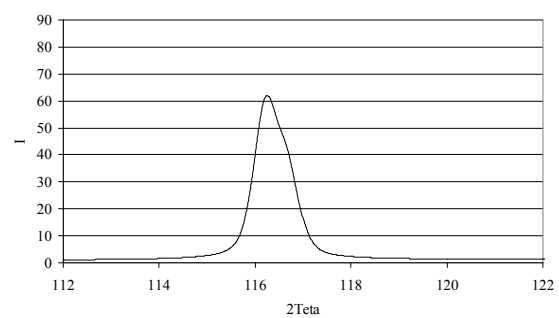
Comme nos échantillons sont à base de fer, les formes du profil des raies des échantillons étudiés et celle de l'étalon peuvent être décrites par une fonction de type  $\frac{1}{(1 + \alpha \cdot x^2)^2}$  [63].

Lors du dépouillement des raies nous avons déterminé trois types profils selon le degré de séparation du doublet et, par conséquent, nous avons utilisé trois méthodes différentes de correction du doublet  $K\alpha_1$ - $K\alpha_2$ :

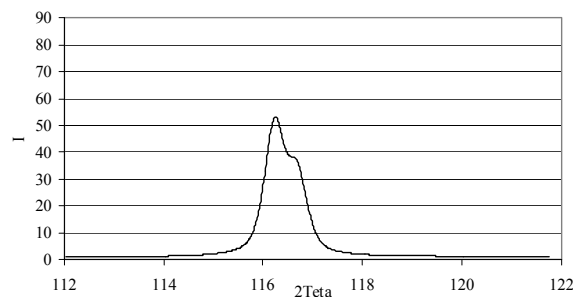
- type 1 – composantes du doublet bien séparées (figure 2-20 (a)) ;
- type 2 – superposition totale des composantes du doublet (figure 2-20 (b)) ;
- type 3 – type mixte (figure 2-20 (c)).



(a)



(b)



(c)

Figure 2-20 Différents types des raies de diffraction

Pour le traitement des pics nous avons utilisé le logiciel spécialisé WinPlotr (auteurs : T. Roisnel (Université de Rennes) ; J. Rodriguez-Carvajal (CEA-Saclay)).

Ce logiciel permet les procédures de « fitting » du profil: une correction du spectre expérimental tout en tenant compte des différents facteurs : facteur de forme, facteur de polarisation de Lorentz, angle de diffraction. Il permet la séparation des composantes du doublet et la détermination de l'intensité, de l'élargissement à mi-hauteur – FWHM (full width at half maximum) diffractée etc.

L'affinement du profil se réalise par la méthode de Rietveld, qui est basée sur le principe statistique des moindres carrés en minimisant la fonction suivante :

$$M = \sum_i w_i (y_{\text{obs}} - y_{\text{cal}})^2$$

avec

$y_{\text{obs}}$ , – intensité de pic de diffraction observée pour un angle de diffraction  $2\theta_i$  ;

$y_{\text{cal}}$  – intensité de pic de diffraction calculée pour un angle de diffraction  $2\theta_i$ .

La valeur de  $w_i$  est le poids statistique affecté à chaque point de mesure :

$$w_i = \frac{1}{\sigma^2(y_{\text{obs}})}$$

où  $\sigma^2(y_{\text{obs}})$  – variance statistique ;

$$y_{\text{cal}} = y_{\text{iFC}} + S \sum_h L_h F_h^2 \Omega(2\theta_i - 2\theta_h) A_h P_h$$

avec

$y_{\text{iFC}}$  – intensité du fond continu ;

S – facteur d'échelle ;

$L_h$  – correction de Lorentz - polarisation et multiplicité de la réflexion

$F_h$  – facteur de structure ;

$\Omega$  – fonction de profil pour la réflexion h tenant compte des paramètres structuraux et instrumentaux ;

$2\theta_i$  – angle de diffraction pour l'abscisse i ;

$2\theta_h$  – angle de diffraction pour la réflexion h

$A_h$  – fonction d'asymétrie de pic ;

$P_h$  – fonction décrivant éventuellement l'orientation préférentielle des grains.

Les résultats que l'on peut tirer du traitement des pics avec WinPlotr sont présentés sur les figures 2-21 et 2-22.



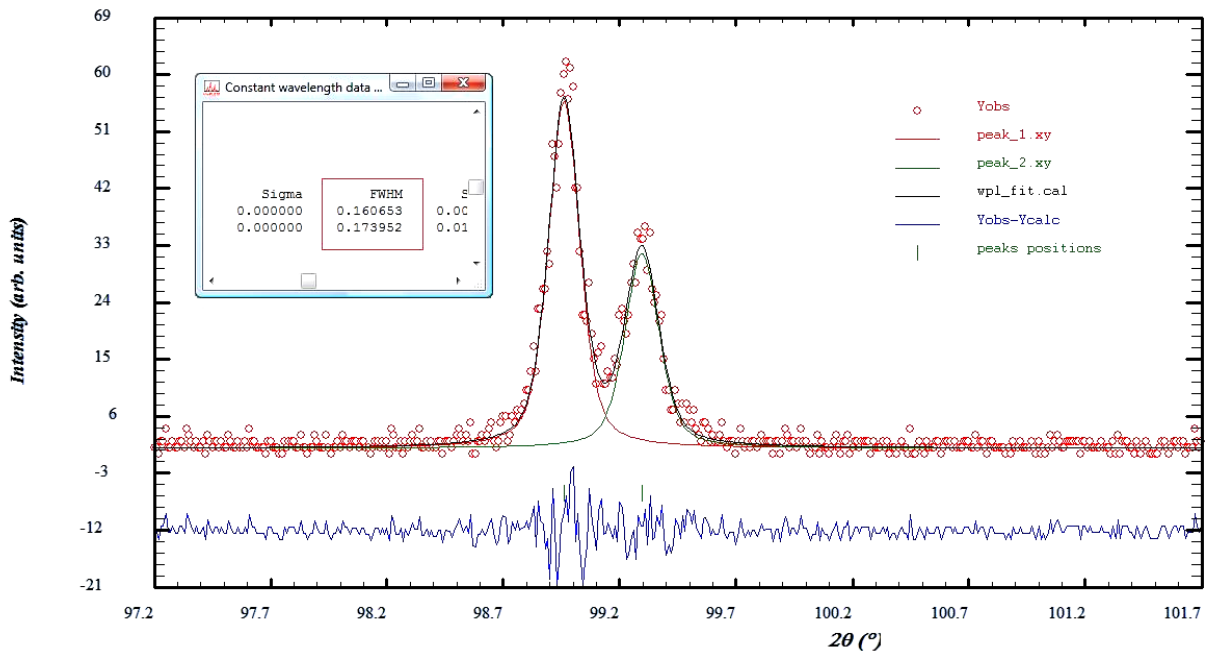


Figure 2-21 Exemple d'utilisation de la fonction «FIT» du logiciel WinPLOTR

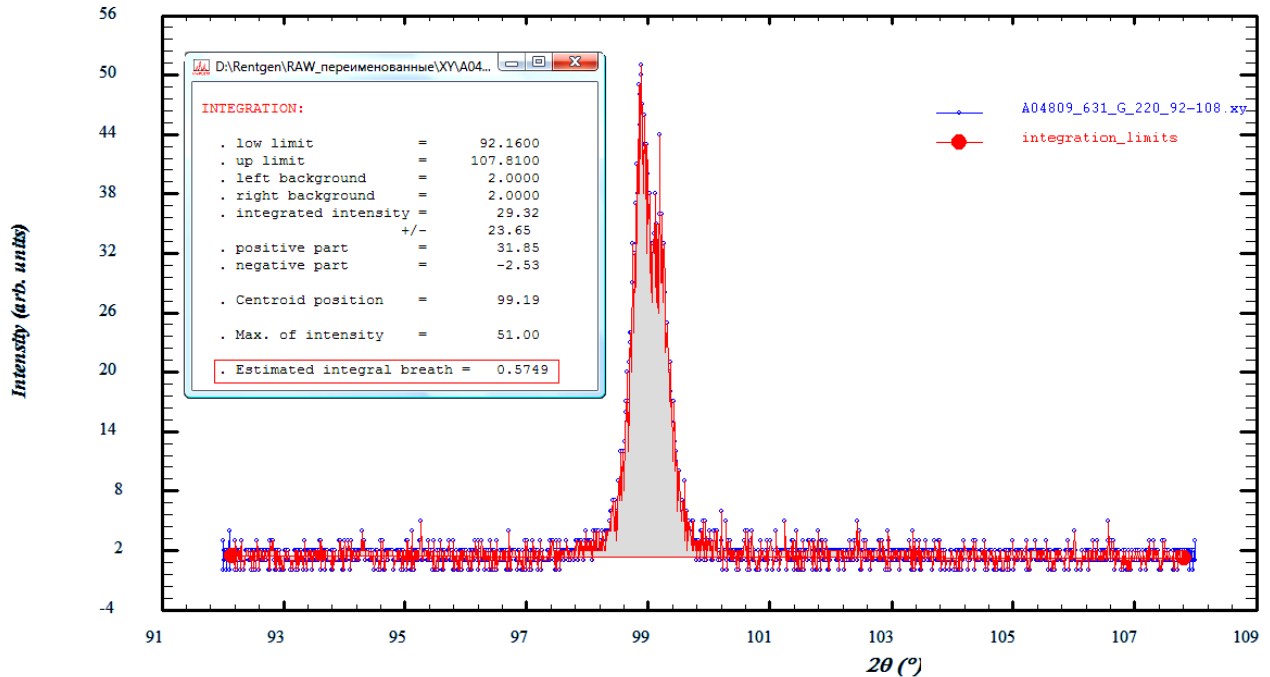


Figure 2-22 Exemple d'utilisation de la fonction «Integration» du logiciel WinPLOTR

En analysant la distribution d'intensité dans le pic de diffraction il est possible d'établir une liaison entre la valeur d'élargissement net total (B), la valeur d'élargissement net instrumental (b) et la valeur d'élargissement physique  $\beta$  par une formule suivante [79] :

$$B = \frac{\beta \cdot b}{\int g(x) \cdot f(x) dx} \quad (\text{II-20})$$

avec

$g(x)$  – fonction, qui décrit la répartition angulaire d'intensité du pic ne prenant en compte que les conditions géométriques (instrumentales) d'enregistrement ;

$f(x)$  – fonction, qui décrit la répartition angulaire d'intensité du pic ne prenant en compte que les phénomènes physiques de distorsions et de finesse des domaines cohérents.

Les fonctions  $g(x)$  et  $f(x)$  peuvent être exprimées par la fonction modifiée de Lorenz avec un degré d'approximation assez élevé dans les métaux et les alliages ayant le réseau cubique, y compris les aciers:

$$\frac{1}{(1 + \alpha \cdot x^2)^2}$$

L'approximation de l'expression (II-20) à l'aide de fonction modifiée de Lorenz indiquée ci-dessus donne la formule pour l'élargissement physique de pic de diffraction [79] :

$$\beta = \frac{1}{2} \left( B - b + \sqrt{B \cdot (B - b)} \right) \quad (\text{II-21})$$

La procédure suivante consiste à obtenir des profils de diffraction de deux familles de plans. Pour obtenir la même taille des domaines cohérents (taille mesurée dans la même direction cristallographique), il nous faut prendre en considération la même famille de plans mais de deux ordres de diffraction. Pour les aciers étudiés ce sont (110) et (220). Ensuite, il faut effectuer l'estimation qualitative d'influence des paramètres des microdéformations et des domaines cohérents sur un élargissement physique des pics de diffraction.

Effectivement, si les domaines cohérents sont suffisamment petits ( $< 0,1 \mu\text{m}$ ) et la distorsion du réseau est absente, on peut tirer de la formule (II-17) :

$$\frac{\beta_{220}}{\beta_{110}} = \frac{\cos \theta_{110}}{\cos \theta_{220}}$$

Si la taille des domaines diffractants dépasse  $0,1 \mu\text{m}$ , l'élargissement des pics de diffraction est lié uniquement avec la présence des microdéformations du réseau et on peut tirer de la formule (II-18), que :

$$\frac{\beta_{220}}{\beta_{110}} = \frac{\text{tg} \theta_{220}}{\text{tg} \theta_{110}}$$

Cependant, si l'élargissement des pics est le résultat de l'action simultanée de deux facteurs décrits ci-dessus, on obtient une inéquation suivante :

$$\frac{\cos \theta_{110}}{\cos \theta_{220}} < \frac{\beta_{220}}{\beta_{110}} < \frac{\text{tg} \theta_{220}}{\text{tg} \theta_{110}}$$

### ***Séparation des effets des microdéformations et des domaines cohérents de diffraction***

Par analogie à la formule (II-20) l'élargissement physique  $\beta$  est lié avec l'élargissement à cause des domaines ( $m$ ) et l'élargissement dû à des distorsions (microdéformations) du réseau cristallin( $n$ ) :

$$\beta = \frac{m \cdot n}{\int M(x) \cdot N(x) dx} \quad (\text{II-22})$$

avec

$M(x)$  – fonction qui exprime l'influence des domaines cohérents ;

$N(x)$  – fonction qui exprime l'influence des distorsions.

Il est possible en principe d'obtenir graphiquement les fonctions  $M(x)$  et  $N(x)$  en examinant le même matériau dans des différents états (après des différents traitements). L'intégration des ces fonctions donne les valeurs de  $(m)$  et de  $(n)$ , à partir desquels on peut déterminer  $D$  et  $\frac{\Delta a}{a}$ .

L'approche générale pour obtenir les fonctions est le développement en série de Fourier. Cependant, il est plus facile d'utiliser les fonctions bien déterminées pour s'approcher des fonctions  $M(x)$  et  $N(x)$ . Les expressions ci-dessous donnent une corrélation assez élevée dans un large domaine des valeurs d'argument ( $x$ ) :

$$M(x) = \frac{1}{1 + \gamma x^2} \quad (\text{distribution de Lorenz})$$

$$N(x) = \frac{1}{(1 + \delta x^2)^2} \quad (\text{distribution de Lorenz modifiée})$$

L'approximation par les fonctions indiquées ramène à l'expression suivante :

$$\beta = \frac{(m + 2n)^2}{m + 4n} \quad (\text{II-23})$$

On voit, que c'est une équation à deux inconnues, qui peut être résolue en prenant en compte deux pics de diffraction. Ainsi, nous obtenons les deux équations suivantes :

$$(110) \longrightarrow \beta_1 = \frac{(m_1 + 2n_1)^2}{m_1 + 4n_1} ; \quad (\text{II-23'})$$

$$(220) \longrightarrow \beta_2 = \frac{(m_2 + 2n_2)^2}{m_2 + 4n_2} \quad (\text{II-23''})$$

De plus, conformément aux équations (II-17) et (II-18) :

$$\frac{m_2}{m_1} = \frac{\cos \theta_{110}}{\cos \theta_{220}} ; \quad (\text{II-24})$$

$$\frac{n_2}{n_1} = \frac{\text{tg} \theta_{220}}{\text{tg} \theta_{110}} \quad (\text{II-25})$$

La résolution du système d'équations II-23'...II-25 nous donne :

$$\frac{m_1}{\beta_1} = \frac{1}{2} \left( 1 - 4 \frac{n_1}{\beta_1} + \sqrt{8 \frac{n_1}{\beta_1} + 1} \right) \quad (\text{II-26})$$

$$\frac{\beta_2}{\beta_1} = \frac{\left\{ \frac{1 \cos \theta_{110}}{2 \cos \theta_{220}} \left( 1 - 4 \frac{n_1}{\beta_1} + \sqrt{8 \frac{n_1}{\beta_1} + 1} \right) + 2 \frac{n_1 \operatorname{tg} \theta_{220}}{\beta_1 \operatorname{tg} \theta_{110}} \right\}^2}{\frac{1 \cos \theta_{110}}{2 \cos \theta_{220}} \left( 1 - 4 \frac{n_1}{\beta_1} + \sqrt{8 \frac{n_1}{\beta_1} + 1} \right) + 4 \frac{n_1 \operatorname{tg} \theta_{220}}{\beta_1 \operatorname{tg} \theta_{110}}} \quad (\text{II-27})$$

En traçant les fonctions  $\frac{m_1}{\beta_1} = f\left(\frac{\beta_2}{\beta_1}\right)$  et  $\frac{n_2}{\beta_2} = f\left(\frac{\beta_2}{\beta_1}\right)$  nous obtenons le nomogramme (figure

2-23), selon lequel il est possible de déterminer  $\frac{m_1}{\beta_1}$  et  $\frac{n_2}{\beta_2}$  et calculer ensuite

$$D = \frac{k\lambda}{m_1 \cos \theta_{110}} ;$$

$$\frac{\Delta a}{a} = \frac{n_2}{4 \operatorname{tg} \theta_{220}}$$

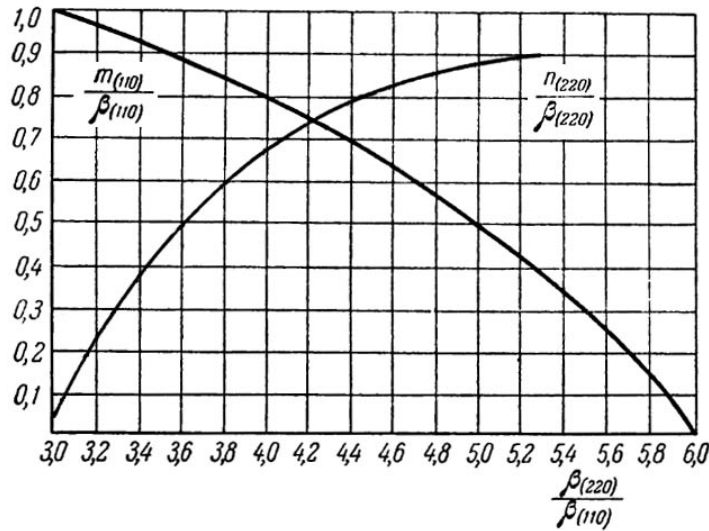


Figure 2-23 Exemple de nomogramme pour la séparation des effets des domaines cohérents et de distorsion du réseau (rayonnement Fe-K $\alpha$ ) [78]

Comme nous le voyons, la valeur de (m) est déterminée pour le pic au petit angle (plan avec des petits indices de Miller), tandis que (n) est déterminé pour le pic au grand angle. On peut l'expliquer si on divise, par exemple, (n) par (m) :

$$\begin{aligned} \frac{n}{m} &= 4 \operatorname{tg} \theta \frac{\Delta a}{a} \cdot \frac{D \cos \theta}{k\lambda} = \\ &= \frac{4 \Delta a D \sin \theta}{k a \lambda} \approx 2 \frac{\Delta a D}{a a} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \end{aligned}$$

Ainsi, plus les hkl sont grands, plus le (n) est significatif et vice-versa pour le (m).

### 2-3.2.2.3 Description des diffractomètres utilisés

L'appareil actuellement le plus utilisé est le diffractomètre à compteur, à focalisation Bragg-Brentano. Il permet d'obtenir des raies de diffraction très fines et de récupérer une intensité diffractée importante.

Dans la focalisation Bragg-Brentano, l'échantillon plan effectue une rotation avec un mouvement uniforme de vitesse angulaire  $\theta$ , tandis que le détecteur avec sa fente réceptrice placée sur le point de focalisation tourne autour de l'échantillon avec une vitesse  $2\theta$  (figure 2-24).

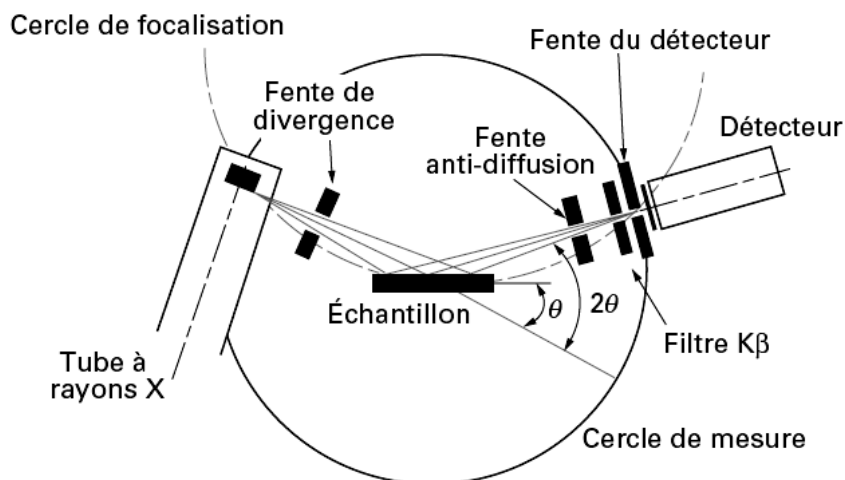


Figure 2-24 Schéma d'un diffractomètre à compteur avec la focalisation Bragg-Brentano

#### *Description de l'appareillage pour la détermination de contraintes résiduelles du 1<sup>er</sup> ordre*

Toutes les données de détermination des contraintes résiduelles du 1<sup>er</sup> ordre par diffraction de rayons X présentées dans ce mémoire sont issues des mesures effectuées avec le diffractomètre comportant le goniomètre Dosophatex du Département STMS de l'Ecole Centrale de Lyon. Ses caractéristiques sont les suivantes :

- Tube à rayons X avec anticathode de chrome. La tension et l'intensité de courant utilisées sont 30kV et 30 mA respectivement (figure 2-25 (1)). Les longueurs d'ondes du rayonnement de la série  $K\alpha$  du chrome sont  $\lambda_{K\alpha1} = 0.22896$  nm et  $\lambda_{K\alpha2} = 0.22935$  nm.
- Goniomètre de type Dosophatex comportant la couronne porte-berceau d'Euler et la couronne porte-détecteur (figure 2-25 (2)).
- Berceau d'Euler ouvert permettant à l'échantillon des inclinaisons suivant les directions  $\phi$  et  $\psi$  (figure 2-25 (3)).
- Filtre de vanadium permettant d'atténuer les raies  $K\beta$  (figure 2-25 (4)).
- Compteur linéaire (figure 2-25 (5)).

L'ensemble du dispositif tel qu'il est décrit ici autorise des acquisitions jusqu'à  $165^\circ$  de  $2\theta$ . Le système de dépouillement a été développé par la société INEL.

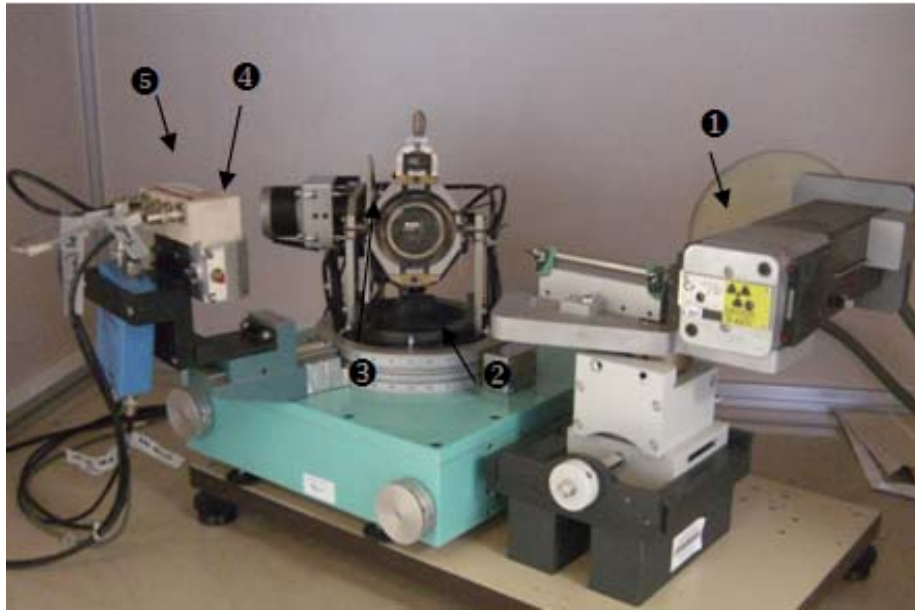


Figure 2-25 Diffractomètre utilisé pour la détermination de contraintes résiduelles du I<sup>er</sup> ordre

L'investigation des contraintes résiduelles du I<sup>er</sup> ordre est effectuée sur un échantillon qui présente la coupe transversale d'un fil d'armature. Les diamètres examinés sont 6,5 mm et 12 mm.

Les détails caractérisant le diffractomètre et les échantillons étudiés sont présentés dans le Tableau 2-3.

<b>Diffractomètre</b>	
<b>Type de montage</b>	Montage en $\psi$
<b>Rayonnement</b>	Tube haute brillance avec anticathode de Cr
<b>Collimation</b>	Collimateurs circulaire disponibles : 0,5 ; 0,8 ; 1 mm Collimateur utilisé : 0,8 mm
<b>Chaîne d'acquisition</b>	Détection à localisation linéaire (INEL) $2\theta_{\max} = 165^\circ$
<b>Echantillon</b>	
<b>Taille des éprouvettes</b>	Echantillons ronds de 6,5 mm et de 12,0 mm de diamètre
<b>Donnés requises</b>	Module de Young $E=2,1 \times 10^5$ MPa ; Coefficient de poisson $\nu=0,3$
<b>Résultats</b>	
<b>Modes d'analyse et présentation des résultats</b>	Loi des $\sin^2\psi$ : 1-Régression linéaire 2-Régression elliptique 3-Calcul du tenseur complet, Contraintes principales, contraintes selon von Mises.

Tableau 2-3 Données concernant le dispositif de mesure des contraintes résiduelles par diffraction X disponible à l'ECL

### **Description de l'appareillage pour la détermination des contraintes résiduelles du II<sup>ème</sup> ordre**

Nous avons utilisé pour ce type d'essais de diffraction X le diffractomètre Rigaku Geigerflex de l'INSA de Lyon avec des paramètres de tension d'accélération 40kV et un courant de 25mA. La vitesse d'enregistrement était de 25°/min pour un incrément angulaire d'enregistrement de 0,01. Le rayonnement monochromatique utilisé était CuK $\alpha$ . Le système des fentes utilisées était : source des rayons X → fente 1/2°ds → échantillon → fente 1/2°ss → fente 0,6 → monochromateur (graphite) → fente 0,6 → compteur.

Le diffractomètre utilisé est équipé d'un monochromateur en graphite – monocristal courbe dans le faisceau diffracté. Ce monochromateur de réflectivité élevée peut isoler le doublet K $\alpha$  en absorbant les raies K $\beta$  rendant plus précis le dépouillement des résultats obtenus.

De plus, nous avons mené des essais de DRX sur la base de l'Académie Nationale de Métallurgie d'Ukraine pour confirmer les résultats et les tendances obtenus à l'INSA de Lyon. Les paramètres des essais étaient alors les suivants : le diffractomètre ДРОН-3, anticathode en Cu, tension d'accélération 30kV, courant 10-12mA.

Le système des fentes utilisées était : source des rayons X → fente verticale 1mm → fente verticale 2mm → échantillon → fente verticale 2mm → fente horizontale 12 mm → monochromateur courbe (LiF) → fente horizontale 12 mm → fente verticale 2mm → compteur.

#### **2-3.2.2.4 Préparation des échantillons**

La déformation, entraînant une répartition non-uniforme des contraintes, exige un approche spécifique de préparation des échantillons. Sur les échantillons d'armatures utilisées dans l'étude des contraintes du II<sup>ème</sup> ordre nous avons réalisé deux facettes controlatérales : au centre ainsi que sur la surface d'un barreau d'armature (figure 2-26). Les facettes ont été réalisées par fraisage et rectification à froid ce que entraîne un écrouissage supplémentaire perturbant le champ des contraintes déjà existantes. Nous avons donc effectué un polissage au papier abrasif (jusqu'à la finesse 2000) et une attaque chimique à l'acide chlorhydrique concentré (30%) pour éliminer la couche écrouie.

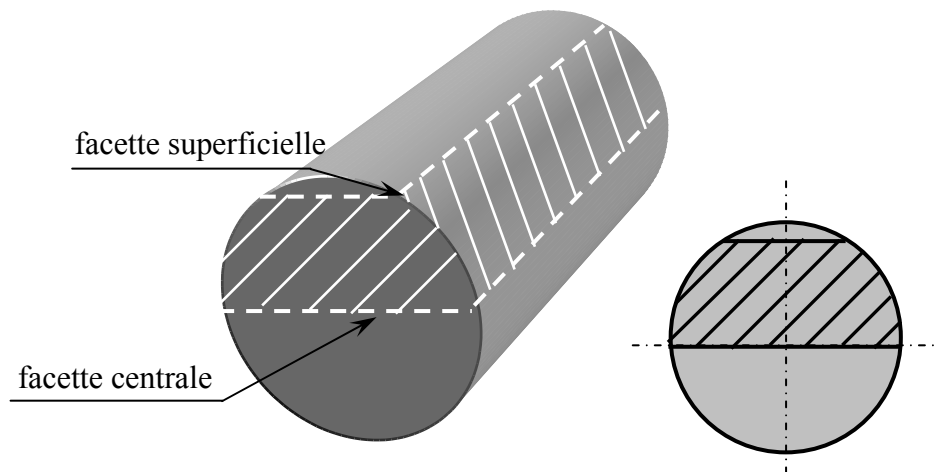
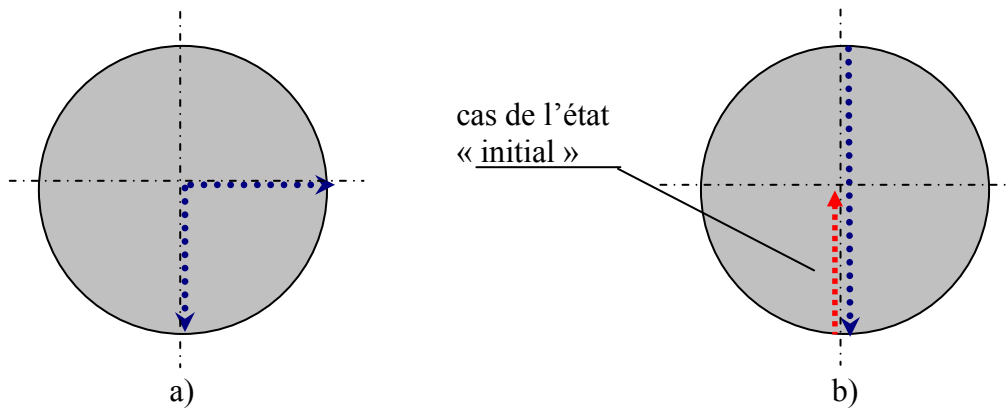


Figure 2-26 Schéma de découpage de l'échantillon pour la DRX (cas des contraintes du II<sup>ème</sup> ordre)

Dans l'étude des contraintes du I<sup>er</sup> ordre nous avons réalisé les coupes transversales des barreaux d'armatures. Le schéma de filiation des mesures est présenté sur la figure 2-27.



### 2-3.3 Frottement intérieur

L'utilisation d'un traitement thermique de vieillissement dans notre étude est conditionnée par les exigences des normes ainsi que par l'existence d'un traitement technologique à la vapeur du béton armé.

Selon les normes européennes EN 10080 toutes les armatures livrées en couronne ainsi que celles livrées déroulées, les armatures pour treillis soudés ou treillis raidisseurs doivent être traitées thermiquement après le déroulement d'une couronne pour prendre en considération le phénomène de vieillissement de l'acier.

Le vieillissement des aciers est un phénomène d'évolution des propriétés avec la température en relation avec la diffusion d'atomes interstitiels mobiles de carbone et d'azote sous certaines conditions.

Cette diffusion d'interstitiels dans les aciers ferritiques ne se produit qu'après un écart à l'équilibre provenant, dans notre cas, de la déformation plastique: c'est-à-dire un vieillissement après écrouissage. Les aciers étudiés semi-calmés à teneur assez faible en azote sont quasiment non vieillis à température ambiante mais le phénomène apparaît après un écrouissage suivi d'un vieillissement artificiel (thermique) par chauffage au-dessus de la température ambiante (100-120°C dans notre cas).

Au niveau de la sous-structure un effet du vieillissement se traduit par le blocage des dislocations par des interstitiels ce que provoque un durcissement quel que soit le modèle adopté [80] :

- arrachage des dislocations aux nuages d'atomes (nuage de Cottrell);
- multiplication de nouvelles dislocations.

Hormis que le vieillissement provoque un effet dit macro-mécanique de durcissement, les mouvements des atomes ainsi que leurs interactions avec les dislocations influencent les propriétés anélastiques du matériau.

Dans le cas de faibles contraintes, les dislocations peuvent rester bloquées sur d'autres défauts (sites d'ancrage fort, comme un précipité, un interstitiel avec un faible coefficient de



diffusion, une autre dislocation non-glissile) et voir ainsi leur mouvement limité à de faibles déplacements. La ligne de dislocation va donc s'arquer, ce qui génère une déformation anélastique du cristal. Dans le cas où la contrainte est relâchée, la dislocation revient à sa position d'équilibre sous l'effet de la tension de ligne afin de minimiser sa longueur. Ce mouvement est l'un des mécanismes responsables de l'anélasticité des métaux [81].

L'anélasticité de la déformation peut être exprimée par un effet élastique rémanent ou bien par une déformation réversible non-instantanée [82] (figure 2-28). L'échantillon sollicité ne se déforme élastiquement au début de la déformation que sur OC ; après il s'allonge plus lentement jusqu'au point K selon une loi très proche de la parabole. La décharge après le point K donne une suppression de la partie élastique de déformation, et l'échantillon après le point M jusqu'au N recouvre sa forme. Ainsi, on ne peut pas dire, que la déformation réversible soit proprement élastique.

Le mécanisme de l'effet élastique rémanent peut être lié à un mouvement de défauts ponctuels, une hétérogénéité structurale et chimique qui provoque en son lieu une microdéformation localisée. L'accroissement de l'hétérogénéité structurale, une anisotropie de déformation, une augmentation de la température augmentent l'effet élastique rémanent.

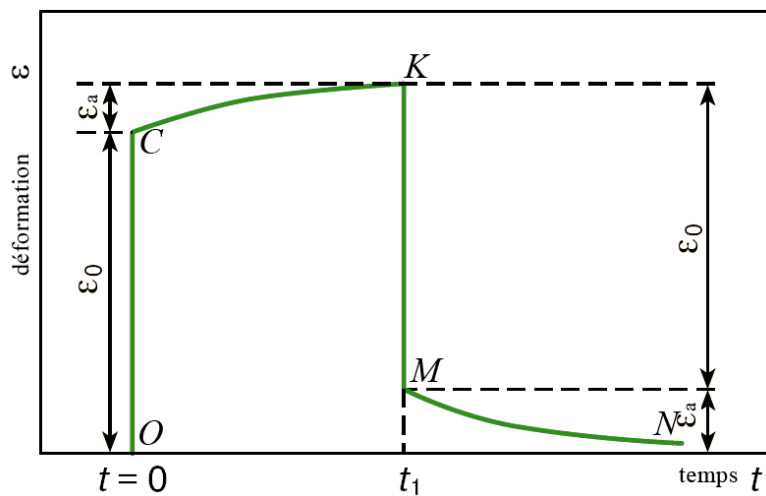


Figure 2-28 Schéma de l'effet de déformation réversible non-instantanée

De cette façon, l'anélasticité de déformation avant la déformation plastique est possible à cause du mouvement des dislocations, des défauts ponctuels, du déplacement des interstitiels près des joints des grains etc. Tous ces phénomènes d'anélasticité déterminent le *frottement intérieur*, qui caractérise une perte irréversible d'énergie (amortissement) dans le métal lors des oscillations mécaniques. Dans le cas d'une contrainte cyclique, l'interaction des interstitiels avec les dislocations et le mouvement des dislocations dissipent de l'énergie (travail des forces agissant sur la dislocation) et génèrent un déphasage entre la contrainte et la déformation [83] (figure 2-29).

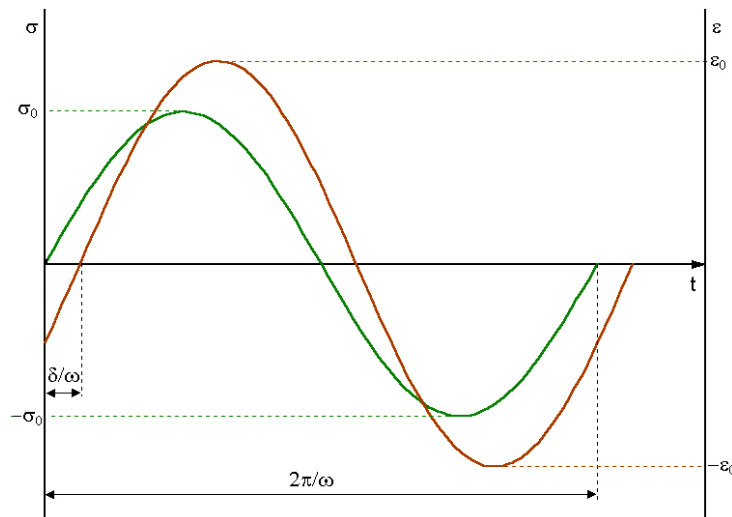


Figure 2-29 Déphasage entre contrainte et déformation

Le déphasage est lié aux propriétés anélastiques (viscoélastiques) du matériau. L'angle  $\delta$  est un angle de perte, la tangente duquel  $\text{tg}(\delta)$  est le facteur de perte du matériau. L'autre caractéristique est le rapport  $\frac{\Delta W}{2\pi W}$ , où  $\Delta W$  est l'énergie dissipée sur un cycle de déformation et  $W$  est l'énergie totale de déformation. Les deux caractéristiques représentent le frottement intérieur du matériau et dans le cas où l'angle de perte est relativement petit nous pouvons utiliser la relation suivante [84] :

$$\text{tg}\delta \approx \frac{\Delta W}{2\pi W} = Q^{-1} \quad (\text{II-28})$$

avec

$Q^{-1}$  – notation du frottement intérieur

L'équation (II-28) est généralement juste dans plusieurs cas réels si nous avons  $Q^{-1} < 0,1$ . Les caractéristiques du frottement intérieur (FI) présentées ci-dessus sont les variantes du FI de relaxation, le type qui est plus important pour des métaux. Ce type de FI est lié avec l'hystérésis dynamique qui apparaît dans des cas où il y a lieu des réorganisations différents (p. ex. des atomes) qui durent un certain temps. L'anélasticité provoquée par un effet élastique rémanent est l'exemple du phénomène de relaxation qui est typique pour des métaux.

La dépendance de la température et de la fréquence d'oscillations ainsi que l'indépendance de l'amplitude d'oscillations sont représentatives pour le FI de relaxation. La fonction  $Q^{-1} = f(T)$  est principale dans l'étude de sous-structure des métaux [85] :

$$Q^{-1} = Q_{\text{max}}^{-1} \text{sech} \left[ \frac{H}{\beta R} \left( \frac{1}{T} - \frac{1}{T_{\text{max}}} \right) \right] \quad (\text{II-29})$$

avec

$Q^{-1}$  et  $Q_{\text{max}}^{-1}$  – FI pour les températures  $T$  et  $T_{\text{max}}$  ;

$H$  – enthalpie d'activation ;

$\beta$  – coefficient.

Selon les données expérimentales la valeur de  $Q^{-1}$  croît d'une manière monotone de quelques degrés Kelvin à  $0,5 - 0,6 T_f$  ( $T_f$  – température de fusion). L'augmentation suivante de la température provoque l'accroissement exponentiel de FI. Les pics de nature différente se superposent souvent à la ligne de fond [86] (figure 2-30)

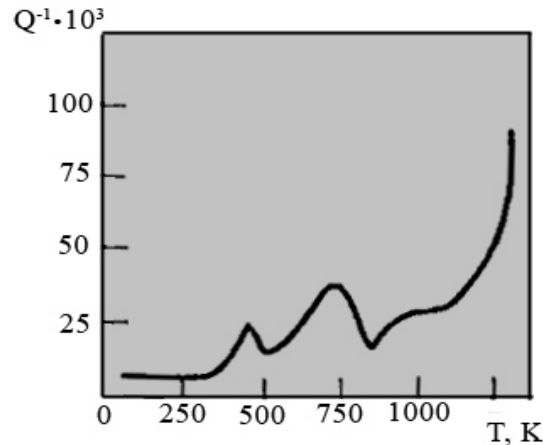


Figure 2-30 Profil du frottement intérieur de Ni

L'instrument classiquement utilisé pour l'obtention des caractéristiques du frottement intérieur est le pendule de torsion. Nous avons utilisé cependant dans notre étude un autre instrument, qui permet l'utilisation des échantillons plus volumineux – le DMA50

### **2-3.3.1 Description de l'appareillage pour l'étude du frottement intérieur**

Le DMA est un instrument de mesure qui sert à déterminer les caractéristiques dynamiques des matériaux. Il comprend un excitateur dynamique permettant d'imposer à un échantillon testé, des déformations et des contraintes en appliquant des efforts allant jusqu'à 50N (Modèle DMA50N). Il comprend également une enceinte thermique permettant d'effectuer des tests en température entre  $-150^{\circ}\text{C}$  et  $+450^{\circ}\text{C}$ .

Le viscoanalyseur DMA utilise le type de vibration forcée hors résonance. Il applique un déplacement oscillatoire (d'amplitude  $D_0$ ) à un échantillon du matériau à analyser. La force dynamique (d'amplitude  $F_0$ ) résultante transmise par celui-ci est mesurée. Les principes en viscoélasticité (anélasticité) linéaire ne sont applicables qu'aux faibles niveaux de déformation de l'échantillon.

Nous avons utilisé le logiciel de pilotage DYNATEST dans les modes de déplacements statique et dynamiques imposés. De plus, nous avons obtenu la réponse de FI en fonction de la fréquence et la température et tracé les courbes spécifiques pour des échantillons non-déformés, déformés et après le vieillissement thermique.

#### ***Plage de raideur valide***

Le dimensionnement de l'échantillon doit impérativement être effectué de telle sorte que sa raideur reste dans le domaine de raideur mesurable de l'instrument tout au long de l'essai, et ce

quelle que soit l'évolution des conditions de l'essai. La figure 2-31 donne la plage de raideur valide pour la machine DMA50N que nous avons utilisée :

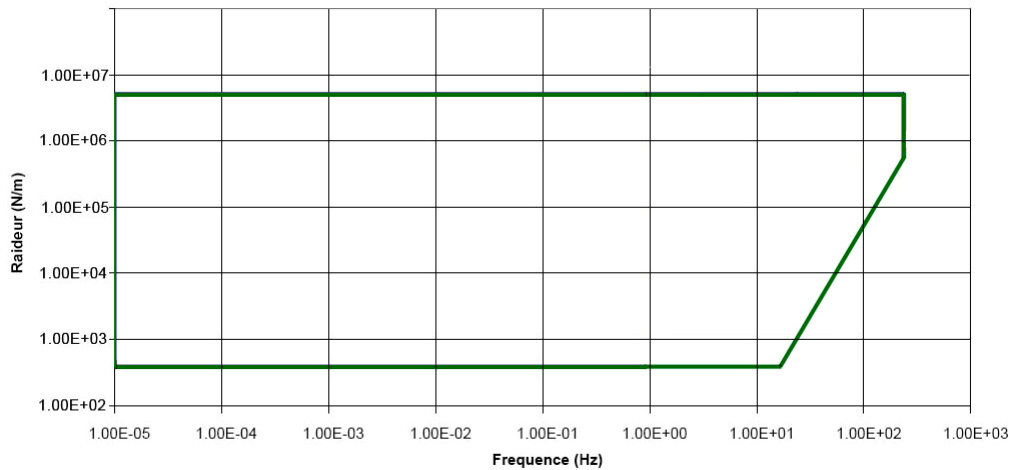


Figure 2-31 Plage fréquentielle valide pour le DMA50N

Le type d'essai approprié pour des matériaux métalliques pour le DMA est la flexion « trois point » (figure 2-32). Le dimensionnement de l'échantillon et les traitements des mesures dans le cas de flexion sont conformes à la norme ISO 6721.5 « Vibration en flexion-Méthode hors résonance ».

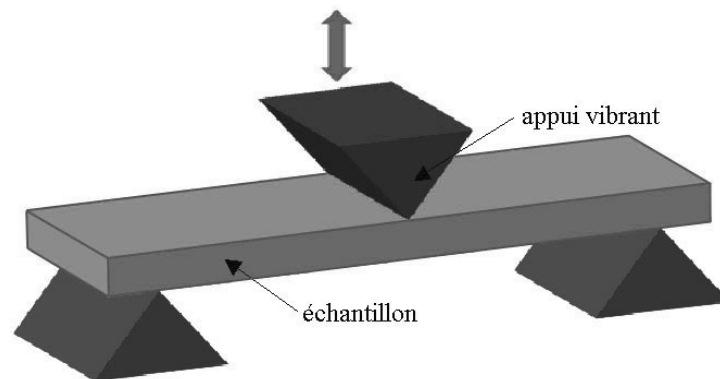


Figure 2-32 Exemples de géométrie schématisée pour la flexion 3 points avec appuis

Nous avons utilisé pour le calcul de raideur de nos échantillons l'équation suivante :

$$K = \frac{E \cdot b \cdot h^3}{L^3} \quad (\text{II-30})$$

avec

E – partie réelle du module de Young ;

b – largeur de l'échantillon ;

h – hauteur de l'échantillon ;

L – longueur de l'échantillon entre l'appui central et chacun des appuis extérieurs.

Le calcul pour un échantillon parallélépipédique étudié dont les dimensions sont : b=4mm, h= 2mm, L=20mm, donne la valeur de raideur suivante  $K=3,2 \times 10^6$ . Cette valeur est bien dans la plage des raideurs valides pour des fréquences allant jusqu'à 100Hz, ce que permet l'utilisation de la machine DMA50N dans notre étude.

## **CONCLUSION**

Nous avons présenté dans cette partie les conditions expérimentales avec lesquelles cette étude a été réalisée ainsi que les moyens mis en œuvre.

Dans le premier chapitre, nous avons présenté le matériau étudié : les aciers bas carbone plus et moins chargés en cet élément ainsi que aux autres tels que Mn et Si.

Les paramètres des différents traitements de déformation ainsi que traitement thermique ont également été décrits.

Le deuxième chapitre est consacré à la présentation des techniques expérimentales utilisées pour déterminer les propriétés mécaniques, à savoir la résistance mécanique, l'allongement à rupture, la microdureté.

Enfin, nous avons présenté les méthodes ainsi que les techniques mises en œuvre pour l'observation et la caractérisation des microstructures et des sous-structures à différentes échelles. Ce sont les techniques de microscopie optique, de microscopie électronique à balayage et en transmission, de diffraction des rayons X et de frottement intérieur.



**PARTIE III**

**RÉSULTATS OBTENUS ET LEUR DISCUSSION**





## **INTRODUCTION**

Nous allons présenter dans cette partie l'ensemble des résultats obtenus lors des essais mécaniques et au cours de nos observations des structures des aciers étudiés aux échelles microscopique ainsi que sub-microscopique.

Nous décrirons l'influence de différentes compositions chimiques de l'acier, de différents types de déformation (traction, flexion, torsion) et de différents degrés de déformation par torsion sur la morphologie microstructurale, le champ des contraintes résiduelles et par conséquent sur la complexité des propriétés mécaniques de l'armature.

Nous commencerons la description des états obtenus après le laminage, la déformation à froid et le vieillissement par les résultats des essais mécaniques de traction et de microdureté.

Nous aborderons la caractérisation microstructurale des aciers étudiés à l'aide de la microscopie optique, puis de la microscopie électronique à balayage.

La sous-structure obtenue sera étudiée ensuite à l'aide des techniques de diffraction des rayons X (DRX) et de microscopie électronique en transmission (MET). Nous terminerons la caractérisation de la sous-structure formée par des essais de frottement intérieur.



## **CHAPITRE 1**

### **RÉSULTATS DES ESSAIS MÉCANIQUES**

Les matériaux métalliques, y compris l'armature, subissent dans la plupart des cas des charges statiques dans les constructions en béton armé. Voilà pourquoi des essais mécaniques statiques prenant en considération différentes conditions de contraintes sont très utilisés pour ce type des matériaux. Les essais statiques principaux sont la traction, la compression, la torsion et la flexion.

#### **1-1 Essais de traction**

L'essai de traction est l'un des plus répandus et des plus pratiques. Il permet de déterminer certaines caractéristiques mécaniques fondamentales des matériaux qui servent de critère de qualité des matériaux et qui sont utilisées dans le calcul des constructions, à savoir: la limite d'élasticité, la résistance à la traction, l'allongement à rupture. Il consiste à réaliser un champ de contrainte uniforme et uniaxiale de traction dans une éprouvette et à enregistrer l'allongement résultant. L'essai de traction est régi par plusieurs normes : française NF EN 10002-1, ukrainienne et russes ГОСТ 1497 et ГОСТ 12004, internationales ISO 6892. De plus, on utilise les normes qui ont été présentées dans le chapitre 3 de la première partie. Il importe de s'y référer pour obtenir des résultats corrects non-contestables.

#### **1-1.1 Comparaison des différents types de déformation à froid**

Les résultats des essais de traction assurent la classification d'armatures pour béton armé. C'est une valeur de la limite d'élasticité qui détermine principalement une appartenance à un tel ou tel type d'armature

Pour estimer la possibilité d'utilisation des différents types de déformation à froid, décrites aux paragraphes 4-1 à 4-3 de la première partie, dans la production de l'armature de qualité 500 MPa, nous avons appliqué les régimes de déformation suivants:

- déformation plastique par traction de 3% à 5% pour l'étirage. La variation d'un taux de déformation est expliquée par la complexité du contrôle de valeurs de déformations relativement petites. La rigidité variable des échantillons pose aussi des problèmes lors de la décharge.
- déformation par pliage – 4 flexions répétées (2 cycle) autour d'un rouleau de 90mm de diamètre (simulation d'une déformation lors de décalaminage mécanique).
- déformation de torsion – angle relatif  $2\pi/20d$  ( $\sim 20^\circ/d$ ). Ici le numérateur est l'angle effectif de torsion ; le dénominateur est la base de torsion – la longueur active de torsion ; d – diamètre d'un échantillon. L'angle de torsion était choisi approximativement et conformément aux essais préliminaires. Cette valeur sera précisée dans la suite.

Les résultats des essais de traction pour certaines nuances d'aciers sont présentés dans le tableau 1-1 ainsi que sur les figures 1-1 à 1-7. Les numéros sur l'axe d'argument correspondent aux types de déformation appliquée :

- « 1 » – état initial ;
- « 2 » – déformation par flexion ;
- « 3 » – déformation par torsion ;
- « 4 » – déformation par traction (étirage).

Chaque essai était reproduit de 3 à 6 fois et chaque valeur dans le tableau est une moyenne arithmétique des résultats de ces essais.

<b>d, mm nuance d'acier</b>	<b>Type de déformation</b>	<b>R<sub>E(0,2)</sub>, MPa</b>	<b>R<sub>m</sub>, MPa</b>	<b>R<sub>m</sub>/R<sub>E</sub></b>	<b>A<sub>5</sub>, %</b>	<b>A<sub>gt</sub>, %</b>	<b>A<sub>r</sub>, %</b>	<b>E, MPa x 10<sup>5</sup></b>
<b>Ø5,5 25Г2С</b>	état initial	412	770	1,87	26,7	—	12,1	2,01
	flexion	491	760	1,55	21,1	—	8,7	2,02
	torsion	563	767	1,36	15,7	—	5,9	1,98
	étirage	668	776	1,16	20,93	—	9,3	1,98
<b>Ø6 Cr3nc</b>	état initial	523	667	1,28	24,97	8,7	8,3	1,96
	flexion	473	652	1,38	25,1	10,1	9,7	2,03
	torsion	577	674	1,17	23,9	6,7	6,3	1,97
	étirage	638	683	1,07	22,2	6	5,7	1,96
<b>Ø6,5 20ГС</b>	état initial	407	636	1,56	30,0	17	16,7	2,09
	flexion	489	659	1,35	26,7	10,4	9,3	2,09
	torsion	568	683	1,20	21,3	8,3	8	2,08
	étirage	545	654	1,20	27,5	12,3	11,3	2,08
<b>Ø7 Cr3nc</b>	état initial	350	537	1,53	31,3	—	18,3	1,95
	flexion	403	556	1,38	24,6	—	10,7	2,01
	torsion	454	576	1,27	20,0	—	8,7	1,96
	étirage	480	559	1,17	27,1	—	11,3	1,93
<b>Ø8 20ГС</b>	état initial	423	641	1,52	29,8	14,7	14,3	2,08
	flexion	491	660	1,34	26,9	11,3	11,7	1,92
	torsion	528	671	1,27	25,0	11,7	11,3	2,08
	étirage	584	664	1,14	26,7	11,4	11	1,95
<b>Ø8 Cr3nc</b>	état initial	581	704	1,21	20,4	8,3	8,3	1,89
	flexion	490	682	1,39	20,3	9,4	9	1,89
	torsion	591	705	1,19	21,3	8,3	7,7	1,93
	étirage	701,2	718,9	1,02	17,7	4,32	4,3	1,89

Tableau 1-1 Résultats des essais de traction pour des différents types de déformation à froid

Les figures présentées ci-dessous donnent une information sur les propriétés mécaniques d'armature suivantes :

- limite d'élasticité ;
- résistance maximale ;
- allongement proportionnel A<sub>5</sub> ;
- allongement réparti A<sub>r</sub>. Il faut noter, que les normes européennes, à la différence de certaines normes russes et ukrainiennes, n'exigent pas la détermination des allongements répartis. Néanmoins, l'allongement réparti déterminé sur l'éprouvette de traction (et non pas

sur la courbe de traction) est très proche de la valeur de  $A_{gt}$  (cf. tableau 1-1) exigée par les normes européennes et les normes modernes ukrainiennes et russes.

Le trait pointillé sur le diagramme repère le niveau minimal de la limite d'élasticité de l'acier à béton de qualité B(A)500. Les zones hachurées correspondent aux plages de valeurs normées d'allongement  $A_5$  et  $A_r$  ( $A_{gt}$ ).

**Niveau de la limite d'élasticité initiale  $\geq 300$  MPa**

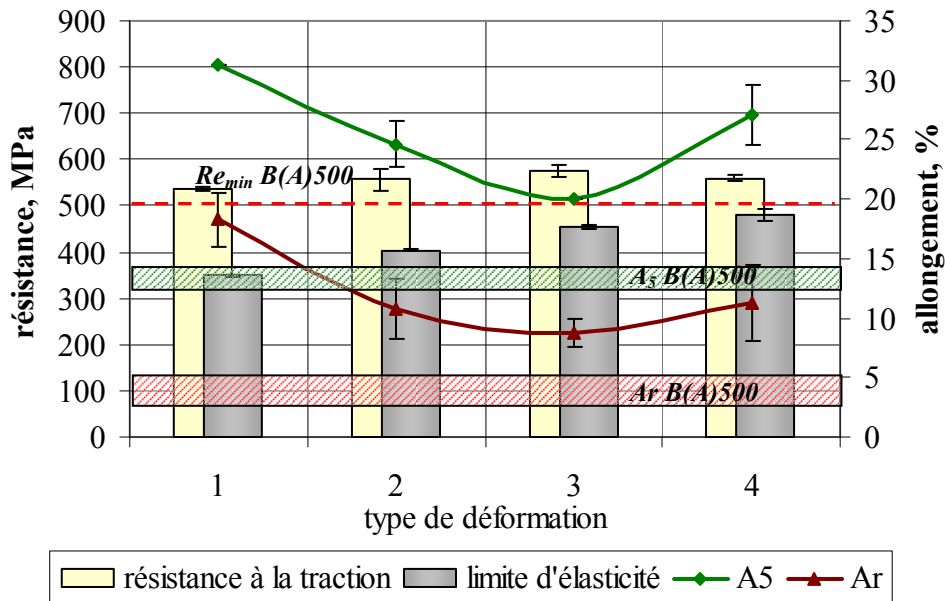


Figure 1-1 Résultats des essais de traction à l'état initial et après les différents types de déformation à froid pour la nuance d'acier Cт3пс, d=7mm

Les déformations utilisées n'ont pas permis dans ce cas d'atteindre une qualité d'armature B500 ou bien A500 selon la terminologie européenne et ukrainienne. Les trois types de déformation ont assuré l'obtention de qualité d'armature B(A)400 (420 et 450).

L'utilisation de l'étirage assure un accroissement maximal de la limite d'élasticité. Les valeurs obtenues d'allongement surpassent celles exigées par les normes. Ainsi, il reste une certaine réserve de plasticité qui permettrait la déformation avec un degré plus élevé. Mais ce degré est cependant limité par une valeur du rapport  $R_m/R_{E(0.2)}$  – sécurité de l'acier à béton dans la construction, et cette valeur diminue le plus activement dans le cas d'étirage.

La déformation par flexion nous donne un effet minimal de durcissement selon la limite d'élasticité.

La déformation par torsion est intermédiaire entre la déformation par flexion et celle par traction. Il faut toutefois noter que seule la déformation par torsion permet d'augmenter la résistance à la rupture et éviter donc la diminution inadmissible du rapport  $R_m/R_{E(0.2)}$ .

Les propriétés de plasticité après la torsion ainsi que la flexion surpassent aussi les exigences des normes.

Niveau de la limite d'élasticité initiale  $\geq 400$  MPa

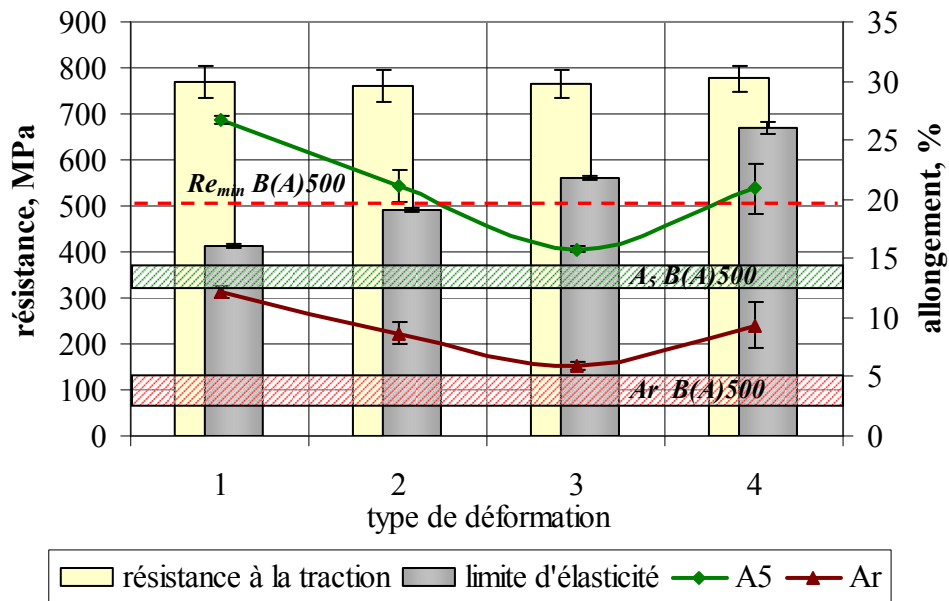


Figure 1-2 Résultats des essais de traction à l'état initial et après les différents types de déformation à froid pour la nuance d'acier 25Г2C, d=5,5 mm

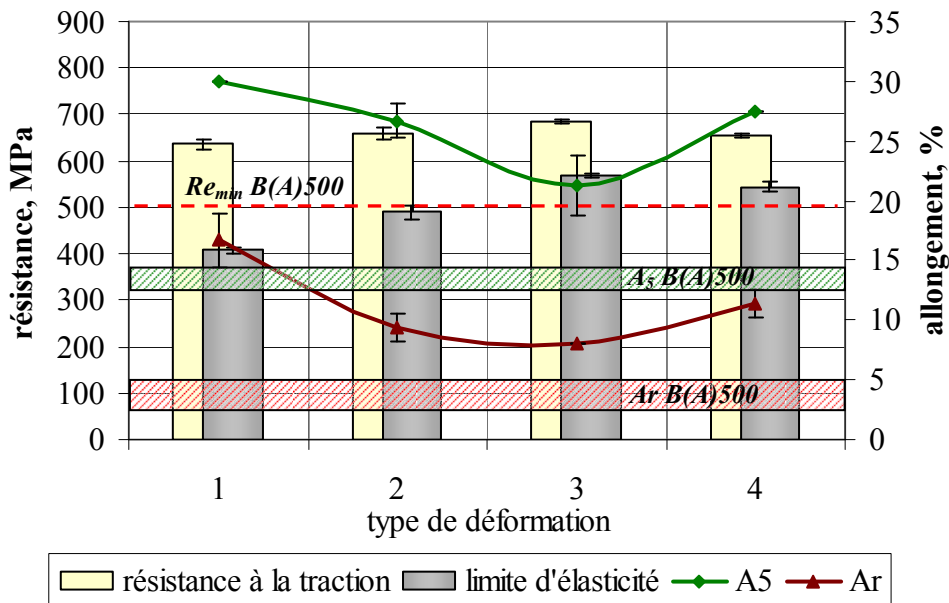


Figure 1-3 Résultats des essais de traction à l'état initial et après les différents types de déformation à froid pour la nuance d'acier 20ГC, d=6,5 mm

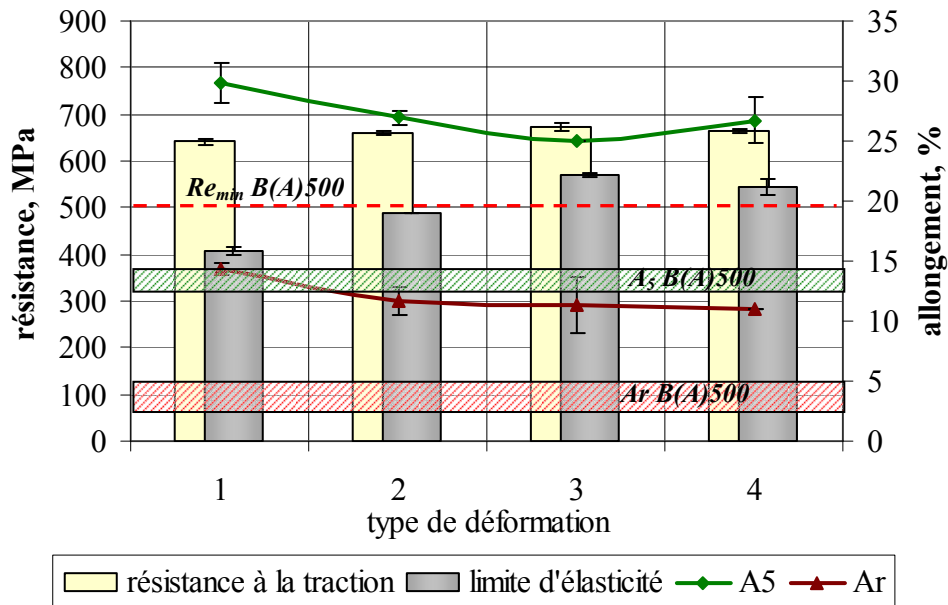


Figure 1-4 Résultats des essais de traction à l'état initial et après les différents types de déformation à froid pour la nuance d'acier 20ГC, d=8 mm

L'application des déformations par torsion ou par traction assurent une obtention stable de qualité B(A)500 d'armature en gardant un niveau élevé de la plasticité si les propriétés mécaniques des aciers correspondent à une qualité B(A)400 à l'état initial.

L'utilisation de l'étirage pour l'armature de nuance 25Г2C nous a permis d'atteindre les propriétés de résistance d'une qualité A600 (selon les normes russes et ukrainiennes) avec les propriétés plastiques qui dépassent les exigences des normes. Il faut cependant noter que cette évolution des propriétés est déterminée probablement par une quantité élevée d'éléments d'alliage (cf. tableau 1-1, chapitre 1, partie II) ainsi que par la microstructure spécifique de l'acier qui est soit de type Widmanstätten, soit bainitique (voir le chapitre 2 de cette partie).

De plus, ceci peut expliquer une valeur élevée de la résistance à la rupture  $R_m > 760$  MPa, qui reste pourtant presque invariable et détermine une valeur du rapport  $R_m/Re_{(0,2)}$  considérable, surtout à l'état initial.

L'augmentation du degré de déformation de traction jusqu'à 5% mène à un durcissement supplémentaire pour l'armature de l'acier 25Г2C. Les caractéristiques de plasticité restent satisfaisantes dans ces conditions, mais la sécurité de l'armature dans la construction ( $R_m/Re_{(0,2)}$ ) baisse au-dessous du niveau exigé dans des normes (figure 1-5). De plus, l'augmentation du taux de déformation n'est pas rationnel, car :

- l'acier de diamètre donné est utilisé dans le béton sans précontrainte et généralement sous forme d'armature dans des plafonds et des planchers en béton armé ;
- l'armature dans une construction en béton armé (plancher et plafond) subit la charge de flexion et donc les fibres situées sous la fibre neutre se raccourcissent (figure 4-4, chapitre 4, partie I) ; si l'armature est utilisée dans les constructions murales elle subit la charge de compression direct. Ainsi, la charge de compression peut provoquer l'effet Bauschinger.

L'étude de combinaison des différents types de déformation confirme cette hypothèse (voir paragraphe 1-1.2 du présent chapitre) ;

- parmi les types de déformation examinés seule la déformation par traction (étirage) provoque le changement du diamètre d'armature, ce qu'il faut en outre prendre en considération lors du calcul d'une construction de béton armé.

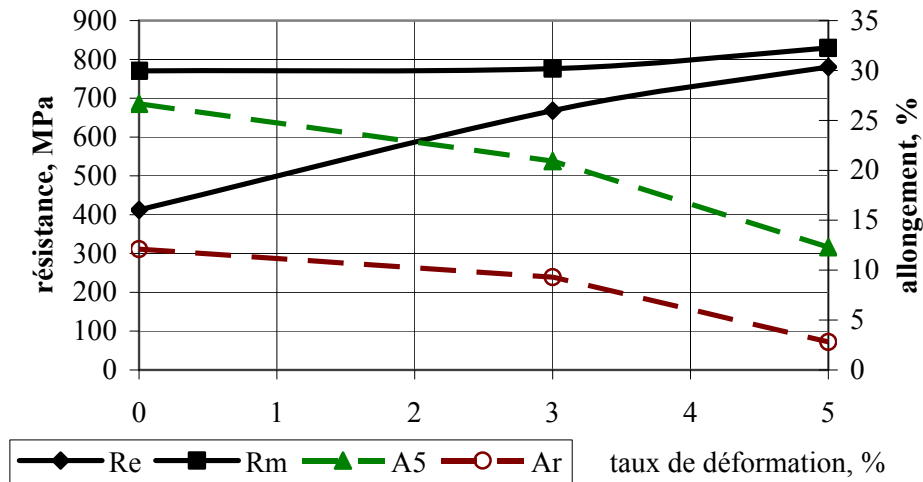


Figure 1-5 Influence du taux de déformation sur les propriétés mécaniques de l'acier 25F2C

L'accroissement maximal de la résistance assure la torsion dans le cas de l'acier de nuance 20FC (figures 1-3 et 1-4). La résistance à la traction augmente au maximum, ce qui influence favorablement la valeur du rapport  $R_m/Re_{(0,2)}$  et donc la sécurité de l'armature dans la construction. Les caractéristiques élevées de la résistance ainsi que les propriétés plastiques supérieures aux exigences des normes garantissent l'obtention de l'acier à béton de qualité B(A)500.

La déformation par flexion des aciers plus chargés en carbone et en éléments d'alliage tels que Mn et Si assure dans ce cas l'augmentation plus considérable des propriétés mécaniques, mais reste insuffisante pour obtenir la qualité d'armature visée.

#### ***Niveau de la limite d'élasticité initiale $\geq 500$ MPa***

L'armature de cette classe de résistance est le résultat des laminages expérimentaux effectués à l'usine ArcelorMittal Kryviy Rih. Les paramètres de la technologie n'étaient pas mis en fabrication à cause des complexités lors de la production des armatures des petits diamètres, présentés dans la partie I.

La déformation par traction fait passer l'armature considérée dans la classe de résistance plus élevée A600, mais le rapport  $R_m/Re_{(0,2)}$  diminue cependant jusqu'à un niveau inadmissible. De plus, nous avons obtenu les propriétés de plasticité minimales après l'étirage par rapport aux autres types de déformation. Il s'agit surtout de Ar qui est proche selon la valeur à  $A_{gt}$ , standardisée dans les normes européennes.



La particularité de la déformation par flexion, dans ce cas, est qu'elle entraîne l'adoucissement de l'armature et lui confère les propriétés mécaniques de la classe inférieure B(A)400. De plus, les caractéristiques de plasticité (Ar) s'accroissent faiblement.

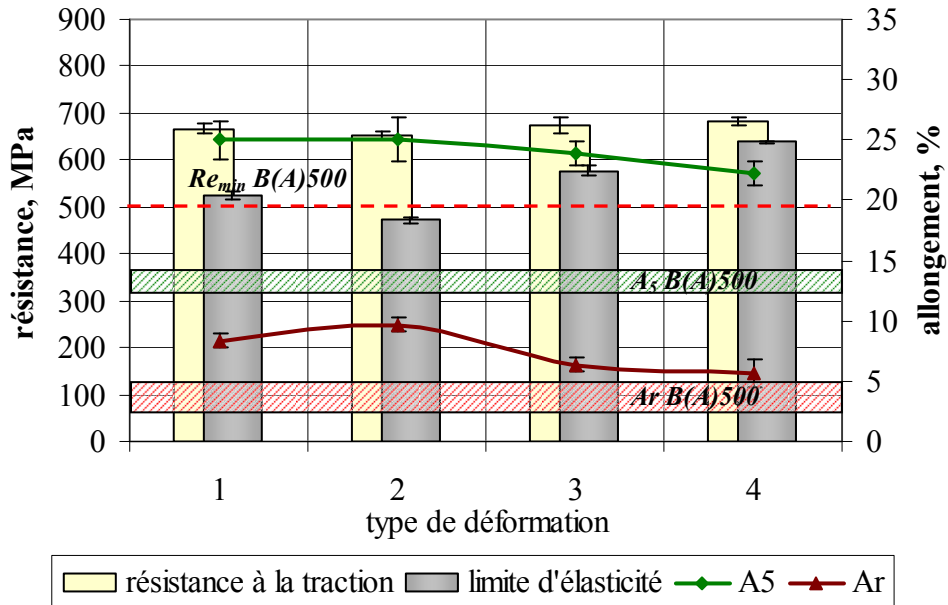


Figure 1-6 Résultats des essais de traction à l'état initial et après les différents types de déformation à froid pour la nuance d'acier Cr3nc, d=6 mm

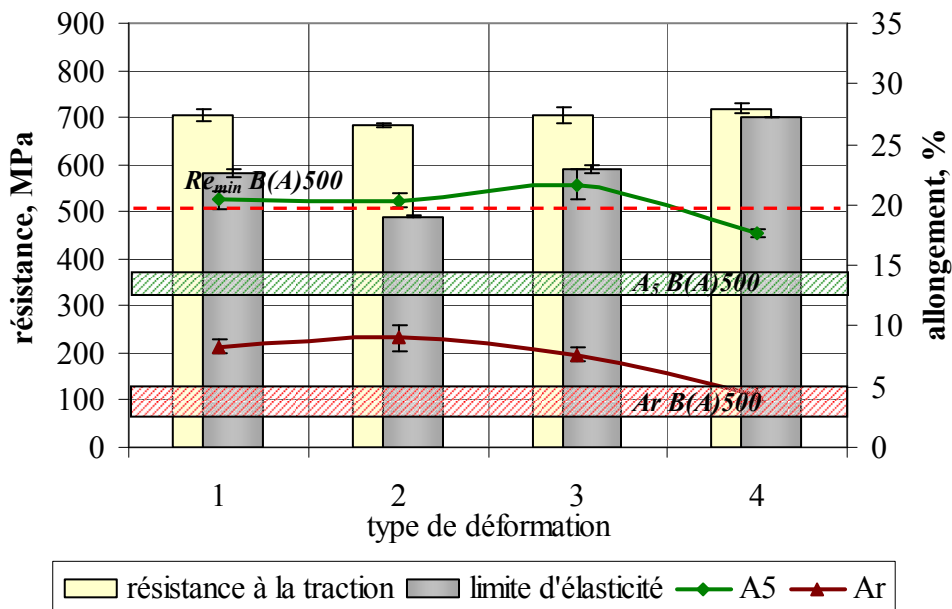


Figure 1-7 Résultats des essais de traction à l'état initial et après les différents types de déformation à froid pour la nuance d'acier Cr3nc, d=8 mm

La déformation par torsion génère une certaine hausse de résistance et donc crée une certaine marge de sécurité dans le cadre de qualité B(A)500 d'armature.

En ce qui concerne les propriétés plastiques, elles s'affaiblissent juste un peu (figure 1-6) ou bien augmentent (figure 1-7).

Ce comportement est plutôt un phénomène positif, car la déformation appliquée ne ramollira pas une armature et conservera aussi sa qualité en présence d'irrégularités des propriétés mécaniques dans la couronne d'armature.

Il est à remarquer que l'application des différents types de déformation à froid, utilisés pour atteindre le niveau de la limite d'élasticité de 500MPa, donne des valeurs de plasticité Ar (Agt) plus grandes par comparaison à celles obtenues après le traitement thermomécanique. Par exemple, la déformation par traction et par torsion de l'acier à béton 20ГC (figures 1-3 et 1-4) assure la plasticité Ar dans une gamme de 8 à 12 %, ce que dépasse les valeurs de plasticité Ar  $\approx$  8% de l'acier Ст3пс traité thermomécaniquement (figures 1-6 et 1-7), qui a une composition chimique proche de 20ГC (cf. tableau 1-1, chapitre 1, partie II). De cette façon, l'utilisation du traitement de déformation à froid dans le cas de l'acier faiblement allié, de petit diamètre et avec les propriétés de la classe B(A)400 à l'état initial est préférable pour l'obtention de l'armature de qualité B(A)500 par rapport au traitement thermomécanique.

### **1-1.2 Combinaison des différents types de déformation**

Au cours du déroulement d'une couronne d'armature en entreprises de génie civil, le fil de l'acier à béton peut subir une déformation supplémentaire. Le plus souvent c'est la déformation de flexion et de traction. En plus, le dispositif de torsion élaboré par le personnel du département du traitement thermique des métaux (Académie Nationale de Métallurgie d'Ukraine) apporte aussi la déformation par flexion conformément aux particularités de sa construction. Ainsi, nous avons estimé l'action commune de différents types de déformation (torsion, flexion et traction) en combinaisons variées.

Nous avons utilisé les combinaisons suivantes (les indications correspondent à celles du paragraphe 1-1.1) :

- « 1 » – sans traitement, état initial ;
- « 1+2 » – état initial + flexion (2) autour d'un rouleau de 90 mm de diamètre ;
- « 3 » – torsion  $25^\circ/d$  ;
- « 3+2 » – torsion + flexion ;
- « 4 » – traction (allongement relative de 3%) ;
- « 4+2 » – traction + flexion.

Pour cette étude nous avons utilisé l'armature de l'acier 25Г2С. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 1-2 et sur les figures 1-8 à 1-11.

Chaque essai était reproduit au-moins 3 fois et chaque valeur dans le tableau est une moyenne arithmétique des résultats obtenus.

Traitement	Re, MPa	Rm, MPa	Rm/Re	A <sub>5</sub> , %	Ar, %
1	423	758	1,79	26,7	12,1
1+2	489	747	1,53	23,3	10,6
3	635	796	1,25	17,3	5,3
3+2	609	780	1,28	17,1	9,5
4	668	776	1,16	20,9	9,3
4+2	570	768	1,35	22,4	10,4

Tableau 1-2 Résultats des essais de traction pour l'acier 25Γ2C après traitements combinés

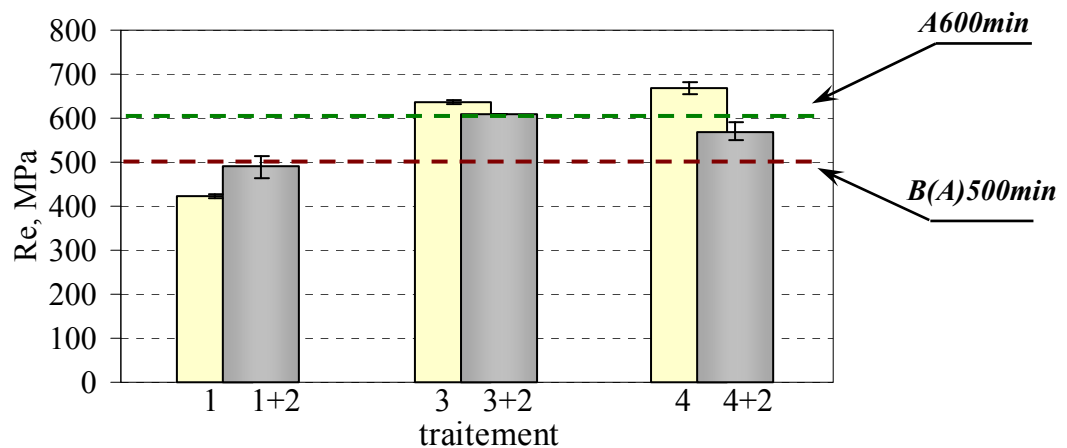


Figure 1-8: Limite d'élasticité de l'acier 25Γ2C après les différentes combinaisons de déformations

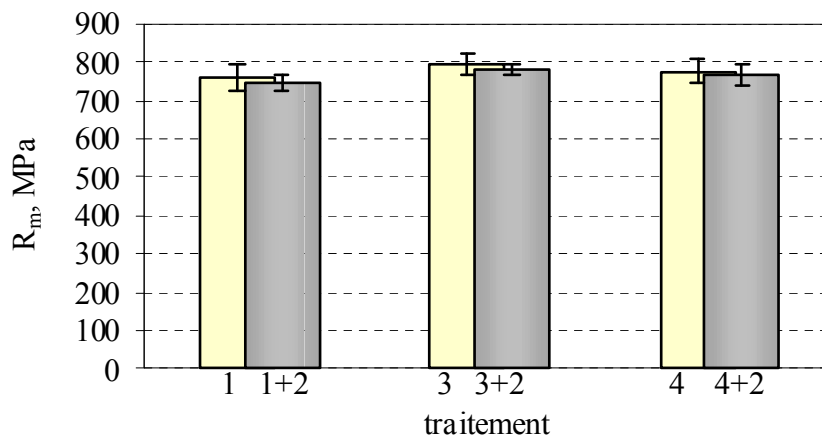


Figure 1-9 Résistance à la traction de l'acier 25Γ2C après les différentes combinaisons de déformations

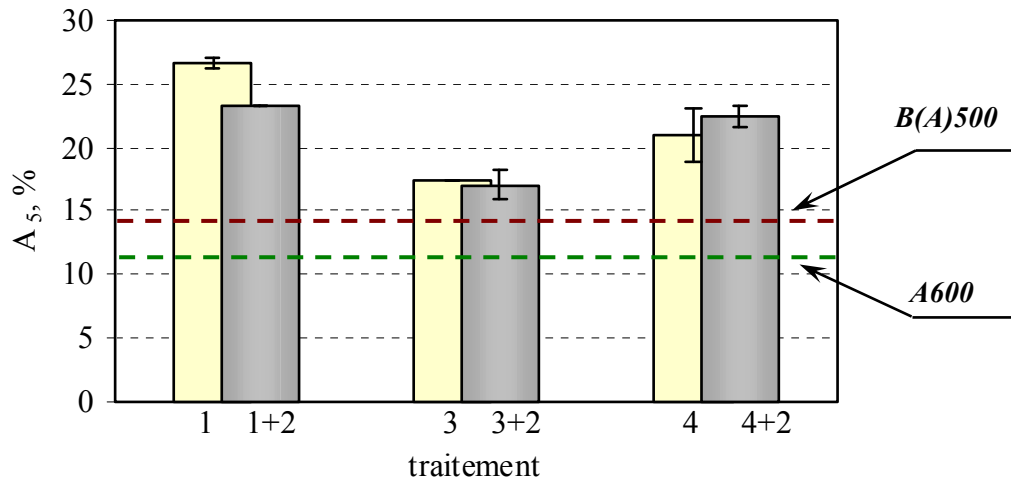


Figure 1-10 Allongement proportionnel de l'acier 25Γ2C après les différentes combinaisons de déformations

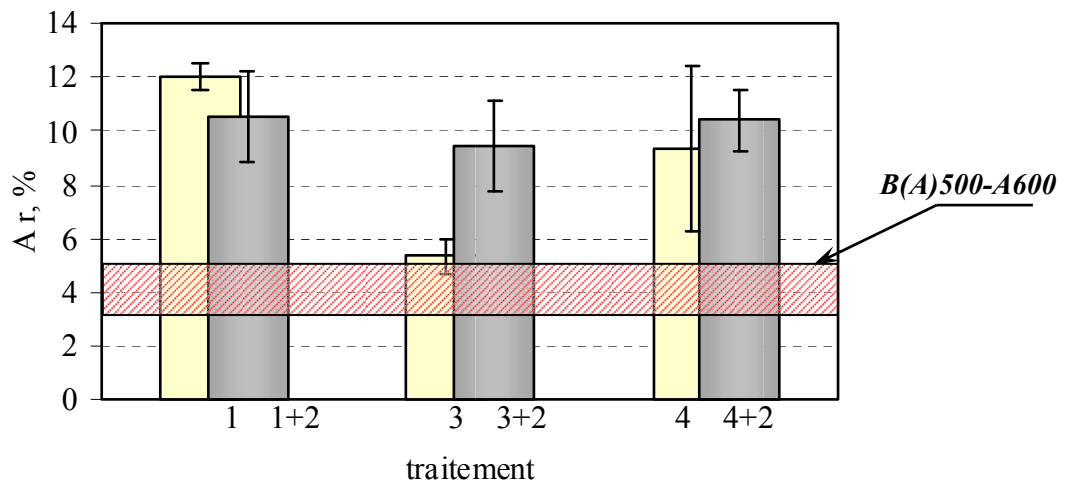


Figure 1-11 Allongement réparti de l'acier 25Γ2C après les différentes combinaisons de déformations

L'application de la déformation par flexion permet de stabiliser l'état déformé dans le cas des combinaisons étudiées.

Conformément à une règle pour le rapport  $R_m/R_{e(0,2)}$  décrite ci-dessus, la flexion durcit l'acier à béton par rapport à l'état initial, mais l'armature reste cependant dans des limites de la classe de résistance B(A)400.

Il faut faire attention à l'influence d'une flexion sur l'armature déformée préalablement par traction et par torsion, car dans ces conditions la déformation supplémentaire par flexion provoque un adoucissement d'armature.

Ainsi, si l'armature étudiée avait les caractéristiques mécaniques de la classe de résistance A600 après la déformation par traction, la déformation par flexion provoque alors la chute des propriétés de résistance jusqu'au niveau exigé dans des normes pour l'armature de qualité B(A)500 (figure 1-8). Il s'agit de la limite d'élasticité dans ce cas, car la résistance à la traction reste presque inchangée. Les caractéristiques de plasticité s'accroissent d'une valeur insignifiante.

Le degré de déformation de torsion plus élevée par rapport à celui, utilisé dans les essais préalables (paragraphe 1-1.1), assure désormais l'obtention de la classe A600 avec des propriétés de résistance analogues à celles obtenues après déformation par traction (figure 1-8). Ainsi, le degré de déformation par torsion utilisé correspond en ce sens au degré de déformation par traction. Cependant, l'application de flexion dans ce cas ne provoque pas un tel adoucissement, comme par exemple après la déformation par traction. De plus, la déformation par flexion favorise la restauration d'allongement reparti (figure 1-11) ce qui a une influence positive sur le comportement d'armature dans la construction en béton armé.

Ainsi, si l'armature est traitée par torsion, elle est moins sensible aux changements des propriétés mécaniques lors de l'utilisation de déformation anisotrope (telle que la flexion) par rapport à l'étirage. Le résultat utile de la restauration de plasticité ( $A_r$ ) est aussi plus significatif dans le cas de la torsion. Nous constatons que l'acier à béton déformé par torsion peut être déroulé et dresser dans les usines de génie civil sans avoir le risque de ne pas satisfaire les exigences de normes pour l'armature de type B(A)500 (ou bien A600).

**En résumé**, nous pouvons conclure, que c'est à l'aide d'une déformation par traction qu'il est possible d'obtenir le durcissement maximal. Les propriétés plastiques restent dans ces conditions à un niveau élevé, dépassant les exigences des normes. Mais dans ce cas le rapport  $R_m/Re_{(0,2)}$  diminue considérablement. De plus, le fait négatif est la diminution du diamètre d'armature après la déformation ainsi que la susceptibilité à l'effet Bauschinger lors d'utilisation de l'armature étirée dans des constructions chargées en compression et/ou bien à cause de changement de direction ou de signe de déformation lors des opérations de la gamme.

L'utilisation de la déformation par flexion n'a pas permis d'atteindre la qualité recherchée d'armature B(A)500. Dans certains cas, la déformation par flexion provoque l'adoucissement de l'armature laminée. Ce phénomène est lié avec aux particularités de flexion alternée, décrites dans le chapitre I. De plus, l'aptitude de flexion cyclique à durcir ou bien à adoucir l'acier dépend de la valeur  $R_m/Re_{(0,2)}$ . Selon Robert W. Smith [87] et Khetsberg [88] si  $R_m/Re_{(0,2)} \geq 1,4$ , nous aurons un durcissement après la déformation cyclique et si  $R_m/Re_{(0,2)} \leq 1,2$  l'acier sera adouci. Ces limites doivent être corrigées dans notre cas, car l'armature de l'acier Ст3пс (figure 1-6) s'adoucit déjà avec un rapport  $R_m/Re_{(0,2)} \approx 1,3$ .

L'application de la torsion permet d'augmenter de manière stable les propriétés de résistance et de maintenir les caractéristiques de plasticité à un niveau assez haut, dépassant les prescriptions réglementaires des normes. De plus, la déformation par torsion ne manifeste pas les traits distinctifs négatifs, propres à la déformation par traction ou par flexion. De ce point de vue, le traitement de déformation additionnel, qui utilise la torsion notamment, est prioritaire pour l'obtention de l'acier à béton de qualité B(A)500. Il faut cependant noter que cela exige un état initial spécifique ayant des propriétés mécaniques bien déterminées, c'est-à-dire qu'il faut proposer et corriger les paramètres du traitement thermomécanique. La déformation par torsion dans ce cas n'est plus un simple traitement supplémentaire d'écrouissage, mais la partie du traitement combiné mécano-thermomécanique.

Ainsi, nous avons décidé de nous concentrer dans notre travail sur l'étude de la déformation par torsion et sur les changements des propriétés et des microstructures qui sont appropriées à ce type de déformation conformément à la production de l'acier à béton HA.

### **1-1.3 Influence de l'angle de torsion sur les propriétés mécaniques**

Pour étudier l'influence de l'angle de torsion sur les propriétés mécaniques nous avons choisi des nuances d'aciers qui se distinguent par leurs compositions chimiques et leurs propriétés mécaniques à l'état initial : 20ГC, CТ3кп, CТ1кп (tableau 1-1 et 1-2, chapitre 1, partie II). Il est à noter, que les nuances d'acier 20ГC et CТ3кп étaient traitées thermomécaniquement tandis que la nuance CТ1кп était refroidie pour diminuer le calaminage. L'effet de durcissement est minimal après ce refroidissement et on ne peut pas le considérer comme un traitement thermomécanique (une pause entre la fin de laminage et le début de refroidissement dépassait la pause critique ; figure 1-1, chapitre 1, partie II). Nous avons cependant conservé cette nuance pour suivre l'influence de la déformation par torsion sur les propriétés mécaniques

Pour décrire la déformation par torsion nous avons pris comme jauge un angle relatif de torsion sur la longueur de l'échantillon, égale au diamètre de l'échantillon (angle/d). Cette approche permet de comparer aisément les taux de déformation des échantillons d'armature de différents diamètres et dans ce sens elle est préférable par rapport à l'utilisation du pas de torsion [41] ou par rapport à l'angle sur l'unité de longueur [89]. De plus, la notion « angle/d » est commode du point de vue de l'application technologique, mais il est indispensable d'utiliser la valeur de cisaillement dans des calculs physiques :

$$\gamma = \frac{\varphi \cdot D}{2 \cdot L} \times 100\%$$

Les changements des caractéristiques mécaniques principales en fonction de l'angle de torsion sont présentés sur les figures 1-12 à 1-19. Chaque point sur les diagrammes est une moyenne arithmétique des résultats obtenus pour 5 à 10 échantillons de l'acier à béton.

Le durcissement des différentes nuances d'acier en fonction de l'angle de torsion se traduit de manière différente. A savoir : plus un acier est résistant à l'état initial, plus la courbe de durcissement tend vers une fonction linéaire (figure 1-12 (a)). On peut distinguer deux zones de changement des caractéristiques mécaniques pour un acier moins résistant à l'état initial : le stade d'accroissement intensif de la résistance et le stade de stabilisation de la vitesse de durcissement. Il faut noter, que plus le niveau initial de résistance est bas, plus les stades de durcissement sont nets.

L'aptitude au durcissement lors de la torsion dépend aussi des compositions chimiques des aciers. Ainsi, la nuance d'acier contenant plus de carbone, allié avec Mn et Si (20ГC), durcit d'une manière plus intense par rapport à la nuance d'acier CТ1кп non-alliée, moins chargée en carbone (figure 1-12 (b)).

Ainsi, nous pouvons conclure, qu'il faut avoir une certaine balance entre la composition chimique de l'acier, son traitement préalable et son niveau des caractéristiques mécaniques initiales pour mieux contrôler le durcissement lors de la déformation à froid par torsion.

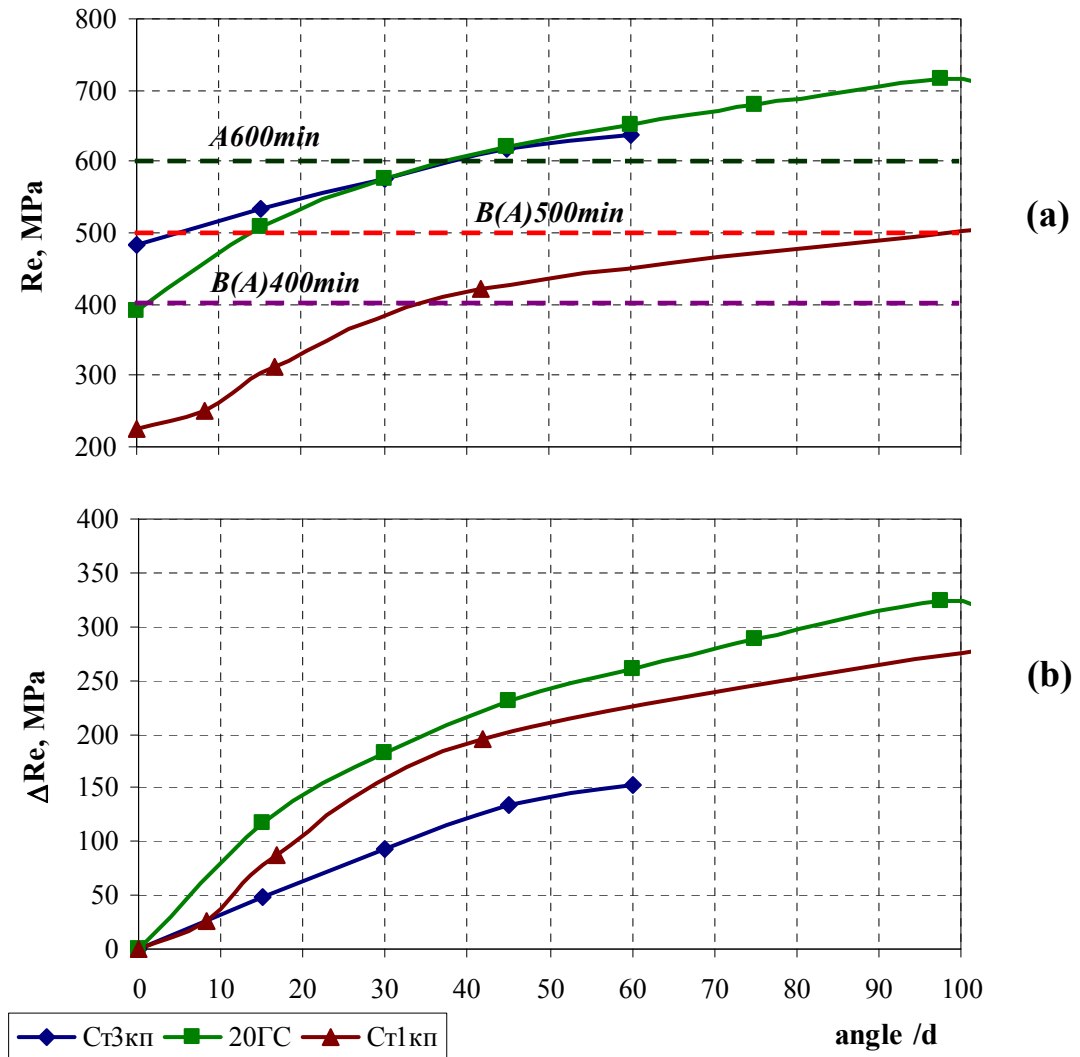


Figure 1-12 Limite d'élasticité (a) et accroissement de la limite d'élasticité (b) en fonction de l'angle de torsion

En ce qui concerne le changement des caractéristiques de plasticité, il faut faire attention à la chute considérable d'allongement lors de la torsion pour l'acier CT1KP peu chargé en carbone, non-allié (figure 1-15 (b)). L'augmentation de la teneur en carbone permet de réduire la sensibilité de la plasticité à la déformation par torsion. De plus, si un acier contient plus d'éléments d'alliage (cf. CT3KP et 20GC), les valeurs absolues de plasticité sont plus grandes pour le même niveau de résistance.

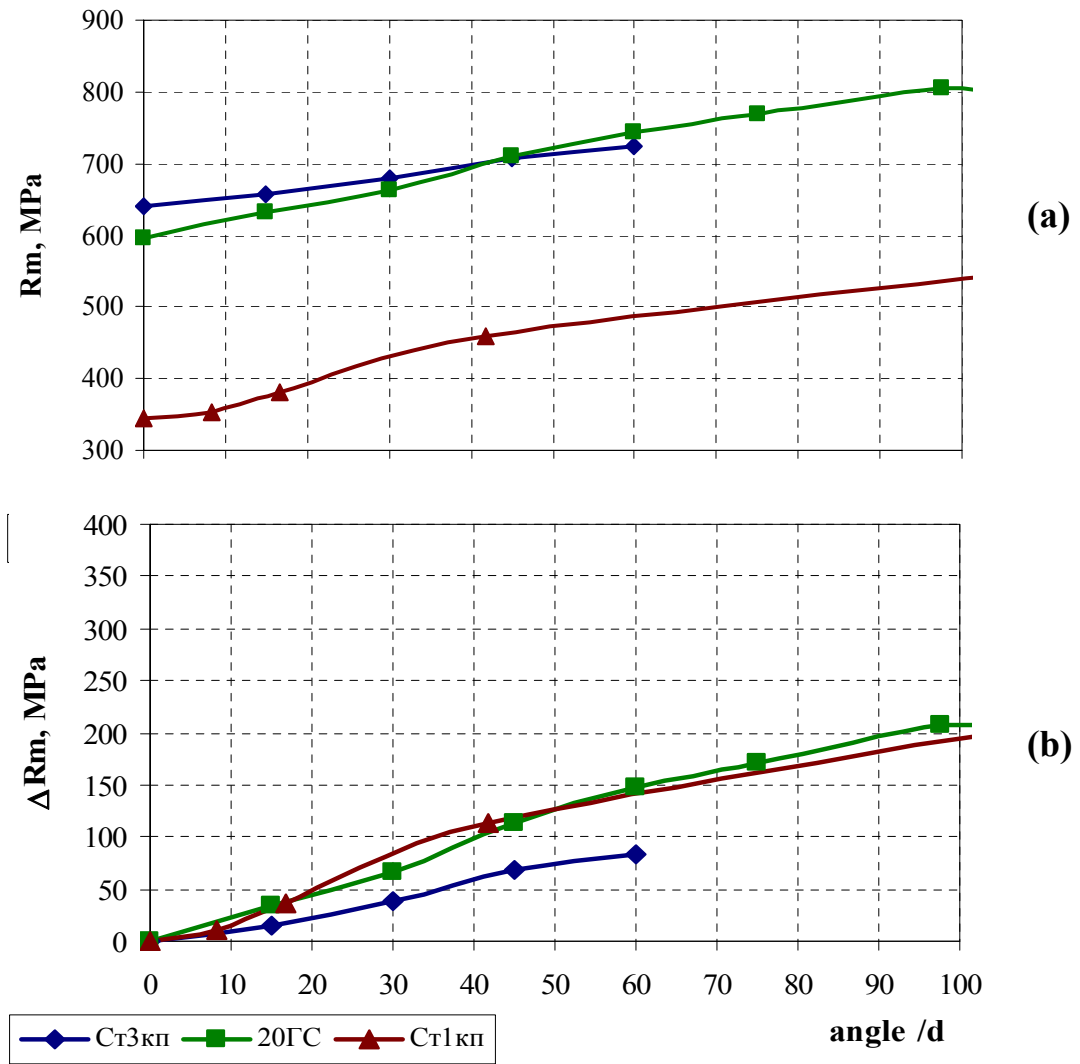


Figure 1-13 Résistance à la traction (a) et accroissement de la résistance à la rupture (b) en fonction de l'angle de torsion

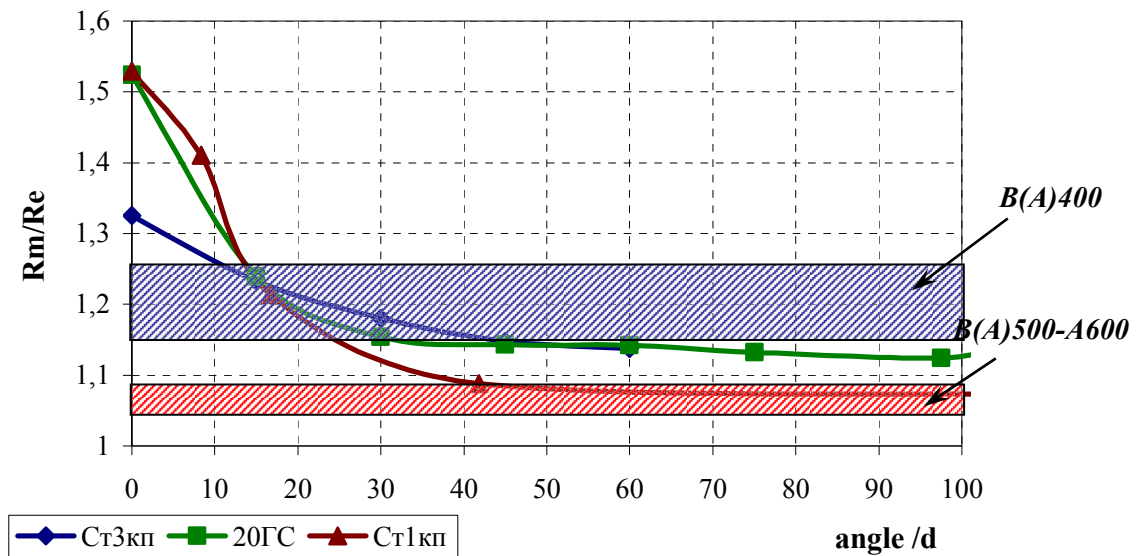


Figure 1-14 Sécurité de l'armature dans la construction  $R_m/Re$  en fonction de l'angle de torsion



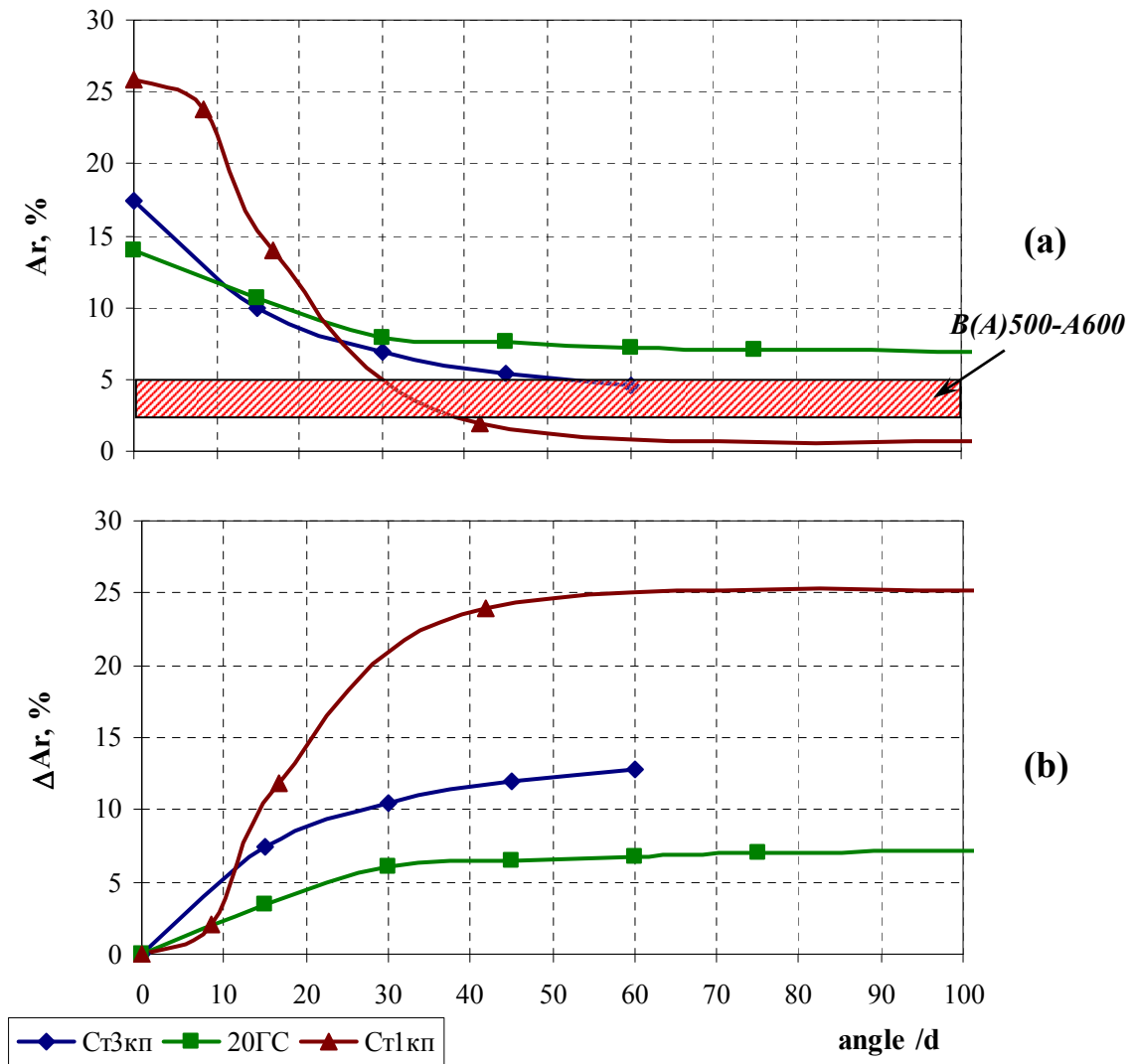


Figure 1-15 Allongement reparti (a) et l'abaissement d'allongement reparti par rapport à l'état initial (b) en fonction de l'angle de torsion

La déformation par torsion avec le degré moyen de 25°/d peut être proposée en tant que traitement qui permet l'obtention de la classe de résistance visée B(A)500. La déformation 25°/d assure pour les nuances d'acier 20ГC et Ct3кп traitées thermomécaniquement les caractéristiques de résistance et de plasticité qui dépassent les exigences des normes correspondantes. La même déformation peut faire passer l'acier de nuance Ct1кп dans une classe de résistance élevée par rapport à l'état initial.

La déformation par torsion avec le degré de 40°/d peut permettre l'obtention de l'acier à béton de qualité B(A)400 (selon la limite d'élasticité), qui est appliqué encore au génie civil, à partir de l'acier Ct1кп (figure 1-12). Cependant, cette déformation 40°/d conditionne la chute du rapport  $R_m/R_e$  et de la plasticité qui sont inadmissibles pour la classe de résistance B(A)400. Il faut noter, que la plasticité devient pratiquement nulle ce qui indique une fragilisation complète de l'acier Ct1кп.

L'application de la déformation par torsion de 40°/d pour les nuances d'acier 20ГC et CтЗкп, suivie d'un traitement thermomécanique, permet d'obtenir la classe de résistance A600. Dans ces conditions, les propriétés de résistance et de plasticité dépassent les exigences des normes concernées. De plus, l'acier 20ГC, contenant plus d'éléments d'alliage, tels que Mn et Si, est plus susceptible de garder la plasticité par rapport à l'acier CтЗкп, dont la teneur en ces éléments est plus faible.

L'influence de la déformation par torsion sur les caractéristiques mécaniques dans le cas de la même composition chimique d'acier a été étudiée pour l'acier 20ГC, possédant la résistance différente à l'état initial. Nous avons choisi pour cette étude l'armature refroidie jusqu'aux différentes températures d'enroulement, à savoir 700° C et 800°C. De plus, nous avons pris en considération l'armature 20ГC à l'état brut de laminage à chaud sans le refroidissement ultérieur à l'eau (S/R). Les caractéristiques mécaniques de l'acier étudié 20ГC en fonction du degré de déformation par torsion sont présentées dans le tableau 1-3.

L'allure des courbes de durcissement pour les trois états initiaux de l'acier 20ГC représente aussi deux stades : le stade de croissance intensive de la limite d'élasticité s'étend jusqu'au degré de déformation 50°/d, ensuite la vitesse de croissance de Re diminue (figure 1-16 (a)). De plus, les valeurs de la limite d'élasticité pour différents états initiaux deviennent pratiquement égales après la déformation 50°/d (figure 1-16(a)). Ainsi, l'armature moins résistante à l'état initial se durcit d'une manière plus intense que l'armature plus résistante. Il faut cependant noter, que l'acier 20ГC plus résistant à l'état initial (température d'enroulement 700°C) possède des valeurs absolues de limite d'élasticité plus élevées.

<b>Température d'enroulement</b>	<b>angle/d</b>	<b>Re, MPa</b>	<b>Rm, MPa</b>	<b>Rm/Re</b>	<b>A<sub>100</sub>, %</b>
<b>700°C</b>	0	448	629	1,40	21,3
	15	529	643	1,22	17
	30	600	682	1,14	13
	45	629	718	1,14	9,7
	75	695	774	1,11	7,2
	105	703	795	1,13	5,7
<b>800°C</b>	0	392	597	1,52	22,5
	15	509	631	1,24	17,3
	30	575	664	1,15	12,8
	45	622	711	1,14	10,7
	60	652	745	1,14	8,5
	75	679	769	1,13	7,5
	105	703	800	1,14	6
<b>S/R</b>	0	381	592	1,55	18
	15	510	622	1,22	16,5
	30	585	670	1,15	13,5
	45	622	712	1,15	10
	60	656	747	1,14	7,5
	75	686	761	1,11	7,5
	105	672	717	1,07	3

Tableau 1-3 Influence de la déformation par torsion sur les propriétés mécaniques de l'acier 20ГC

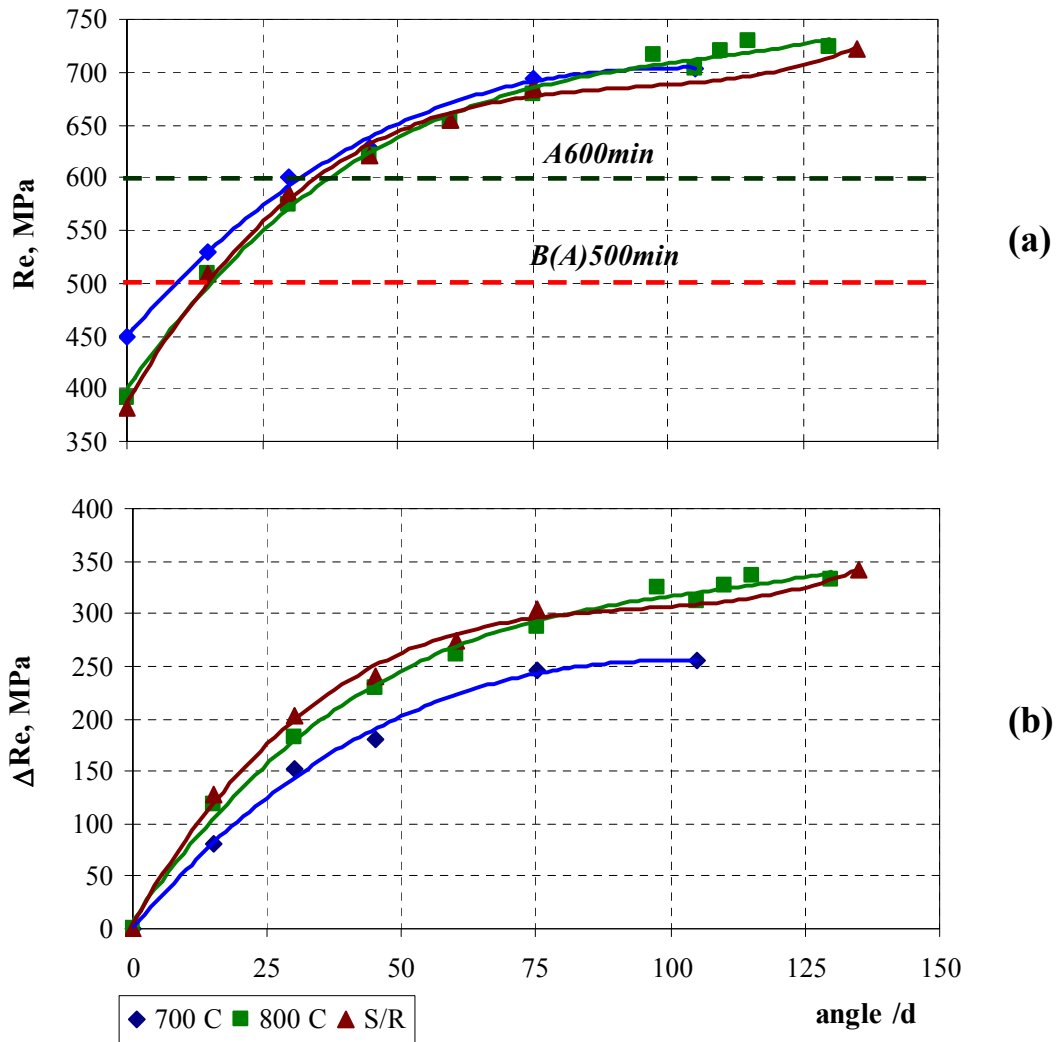


Figure 1-16 Limite d'élasticité (a) et accroissement de la limite d'élasticité (b) de l'acier 20ΓC en fonction de l'angle de torsion

On peut constater, que l'accroissement de la limite à la traction est moins intense par rapport à celui de la limite d'élasticité (figure 1-17), ce qui est à la base de la diminution du rapport  $R_m/Re$  jusqu'aux valeurs 1,15...1,1 pour la déformation avec le degré  $\sim 25^\circ/d$  (figure 1-18). Ensuite, le rapport  $R_m/Re$  se stabilise pratiquement sur le niveau indiqué ci-dessus, ce qui dépasse les exigences des normes et les règlements de construction envers les classes de résistance de l'armature B(A)500 et A600.

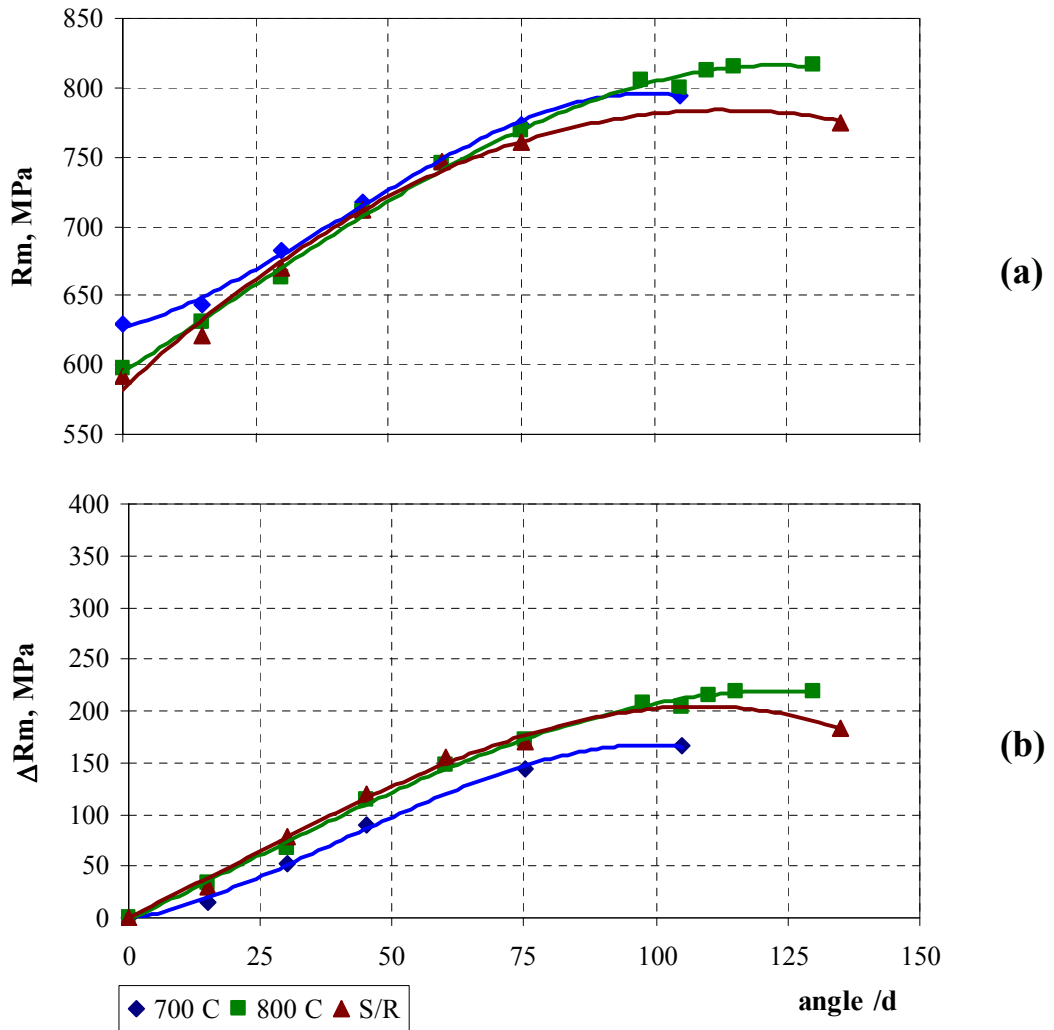


Figure 1-17 Résistance à la traction (a) et accroissement de la résistance à la traction (b) de l'acier 20ΓC en fonction de l'angle de torsion

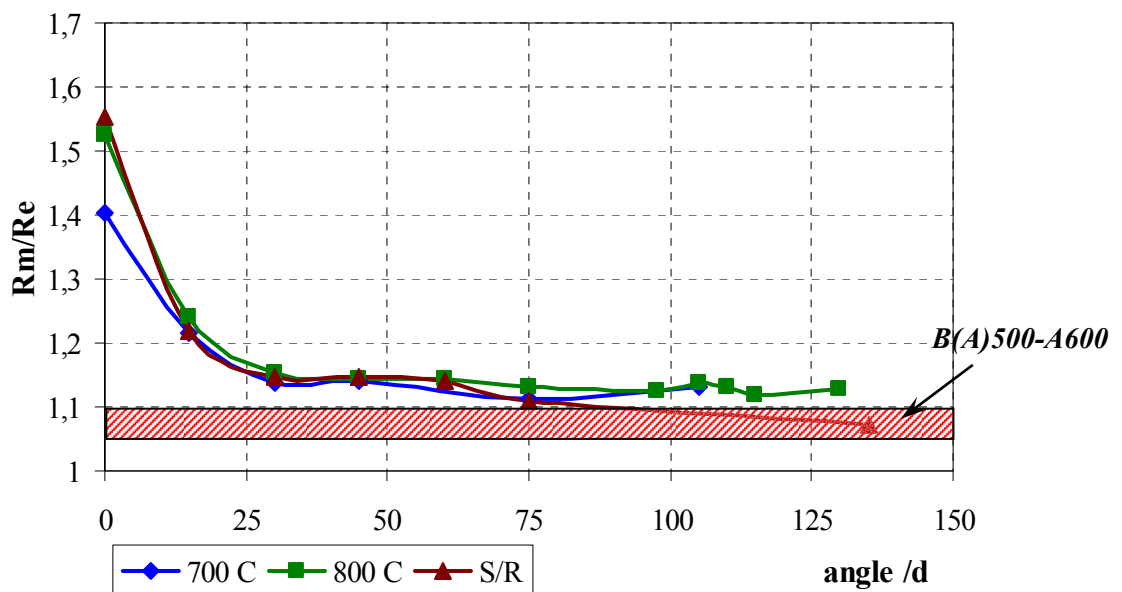


Figure 1-18 Sécurité de l'armature dans la construction  $R_m/Re$  en fonction de l'angle de torsion pour l'acier 20ΓC

La plasticité de l'acier à béton 20ΓC après le traitement thermomécanique est plus grande par rapport à l'armature à l'état non-traité (figure 1-19 (a)). Cependant, la diminution moins significative de l'allongement de l'acier 20ΓC à l'état S/R (figure 1-19 (b)) mène à l'égalisation des propriétés plastiques après la déformation par torsion de 25°/d. Il faut noter, que le terme « non-traité » ou « sans refroidissement S/R » est lié à un accident sur le laminoir lors du laminage expérimental de l'acier 20ΓC, qui n'a pas permis de refroidir une armature à l'eau. Cependant, l'enroulement de l'armature en couronne n'a pas été réalisé et elle a subi un refroidissement assez intense à l'air ce qui détermine les propriétés mécaniques assez élevées.

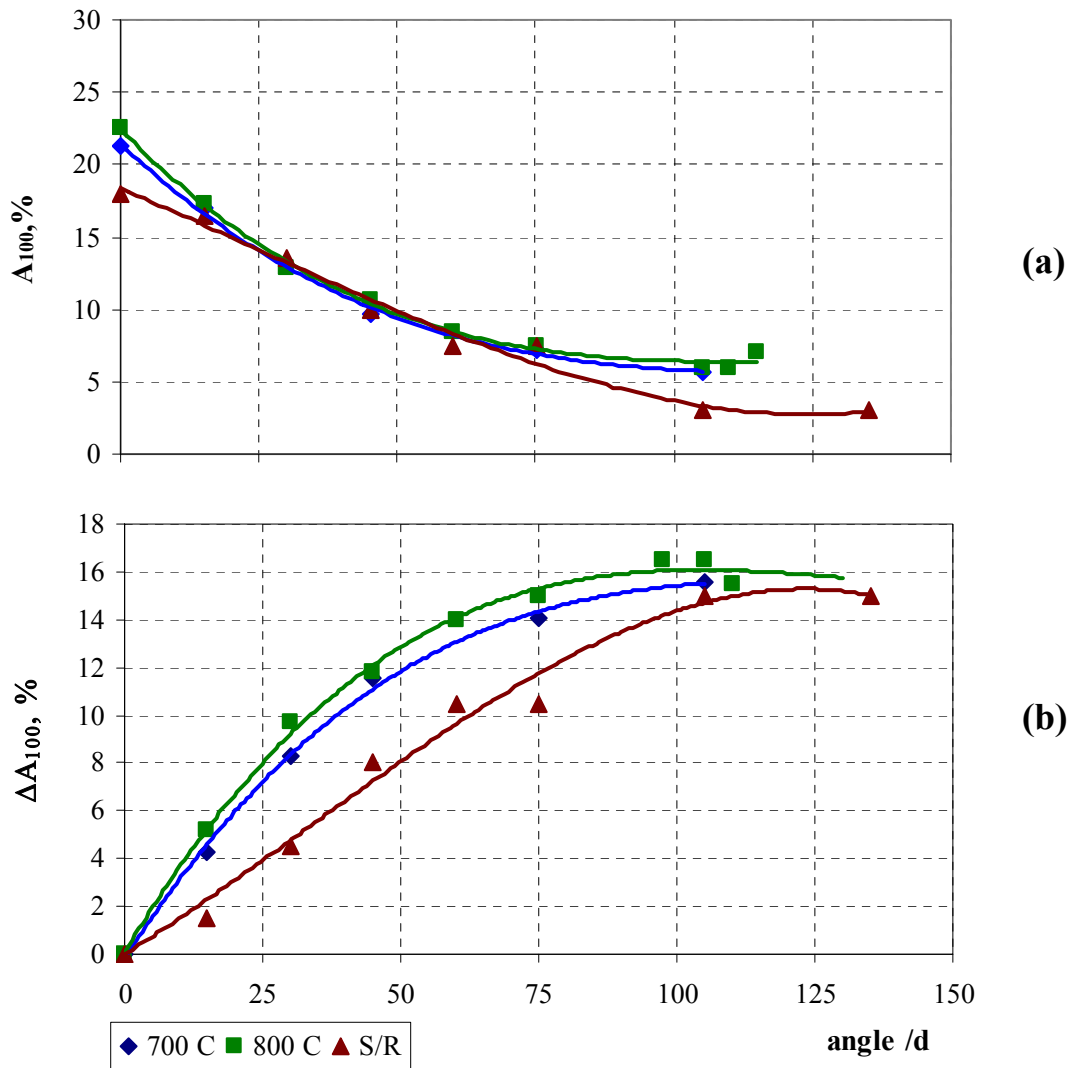


Figure 1-19 Allongement proportionnel  $A_{100}$ (a) et abaissement d'allongement  $A_{100}$  par rapport à l'état initial (b) en fonction de l'angle de torsion

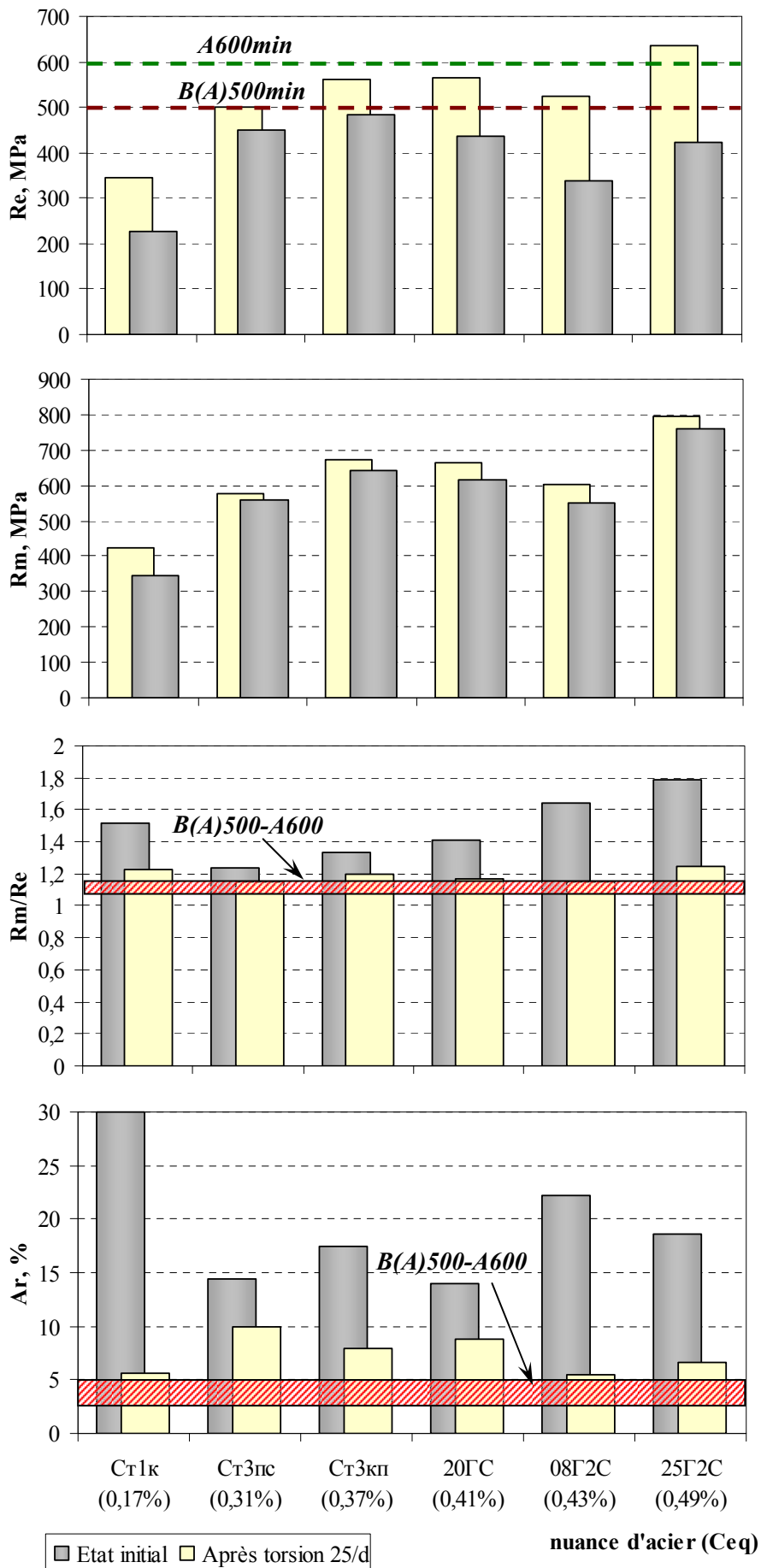


Figure 1-20 Influence de la torsion 25°/d sur les propriétés mécaniques des aciers étudiés

En conclusion, on voit qu'il est possible d'obtenir avec assurance l'armature de qualité B(A)500, possédant des propriétés mécaniques qui dépassent les exigences des normes, à l'aide de la déformation par torsion avec le taux de déformation 25°/d (cisaillement ~ 22%)

De plus, la non-uniformité des caractéristiques mécaniques le long du fil de l'armature en couronne (cf. figure 1-21, chapitre 1, partie I) peut être éliminée grâce à la déformation 25°/d, ce que rend une armature plus homogène.

Nous présentons sur la figure 1-20 les résultats comparatifs de déformation à froid par torsion selon le régime 25°/d pour différentes nuances d'acier afin de tirer une conclusion finale de l'influence de la torsion sur le complexe des propriétés mécaniques.

L'analyse des données obtenues permet de tirer les conclusions suivantes :

- plus le taux de dopage de l'acier est élevé (plus le carbone équivalent est grand), plus l'aptitude de l'acier à la déformation est considérable. De plus, la plasticité d'armature devient moins sensible à l'écroutissage. Il faut cependant noter que l'acier déformé doit contenir au-moins 0,18...0,22% de carbone pour prévenir la chute importante des propriétés plastiques ;
- l'aptitude au durcissement est plus élevée pour des aciers ayant des propriétés de résistance moins grandes, malgré une la similitude de compositions chimiques. De plus, la sensibilité à la diminution de plasticité à cause de l'écroutissage diminue pour ces aciers ;
- les valeurs absolues de la résistance et de la plasticité sont plus hautes pour des aciers ayant subi le traitement thermomécanique par rapport aux aciers non-traités. Néanmoins, il faut éviter le durcissement excessif après le traitement thermomécanique pour ne pas provoquer la diminution inadmissible des propriétés plastiques de l'acier, surtout des aciers faiblement alliés.

La susceptibilité au durcissement des aciers contenant plus de carbone et des éléments d'alliage (ceux qui ne forment ni carbures, ni nitrures) est déterminé apparemment par le durcissement par solution solide, c'est-à-dire par les atomes interstitiels dans le réseau cristallin du fer- $\alpha$ , empêchant le mouvement de dislocations lors de la déformation plastique. Le traitement thermomécanique favorise une concentration élevée des atomes interstitiels et détermine ainsi l'accroissement de l'aptitude au durcissement

Les propriétés plastiques évoluent selon des lois beaucoup plus complexes. Généralement, on peut estimer la diminution de la plasticité provoquée par l'écroutissage comme le phénomène classique. Il faut toutefois noter, que les aciers TMCP avec une teneur en carbone de 0,18 à 0,22%, allié avec Mn et Si, conservent principalement un haut niveau de la plasticité. Le carbone équivalent, dans ces conditions, varie entre 0,3 et 0,4%, ce qui garantit à l'acier une bonne soudabilité.

En outre, il est indispensable d'avoir un niveau de propriétés mécaniques bien déterminé. L'acier ne doit pas être trop durci avant la déformation par torsion. La valeur optimale de la limite d'élasticité selon nos études est de 380 à 430 MPa. Il faut noter, que les valeurs absolues de la résistance ( $R_e$ ) et de la plasticité ( $A_r$  ou  $A_{gt}$ ) dépassent à l'état déformé les exigences des normes pour la classe de résistance de 500MPa.

**En résumé**, nous pouvons conclure, qu'il est nécessaire que l'acier possède une combinaison bien déterminée de composition chimique et de propriétés mécaniques pour avoir la possibilité d'obtenir la qualité visée de l'armature B(A)500.

Pour notre étude ce sont les aciers TMCP des nuances C $\tau$ 3 et 20ГC, possédant à l'état initial une limite d'élasticité d'ordre 400-430 MPa. La déformation par torsion de taux 25°/d, dans ce cas, assure l'obtention de la classe B(A)500 de manière stable.

De plus, il est possible aussi d'utiliser la nuance d'acier 08Г2C, mais il faut tenir compte de son aptitude prononcée à la diminution des caractéristiques plastiques lors de la déformation selon le régime proposé (figure 1-20).

La nuance d'acier 25Г2C possède le carbone équivalent le plus élevé (0,49%) parmi tous les aciers étudiés, ce qui donne la possibilité d'augmenter la résistance de cet acier plus significativement (figure 1-20). Il est possible d'atteindre le niveau de la classe de résistance A600 (limite d'élasticité dans ce cas  $\geq 600$ MPa).

#### **1-1.4 Comparaison du régime de déformation proposé avec les exigences des normes anciennes**

L'acier tordu de type TOR était utilisé en génie civil dans années 1980-90's. Mais, comme nous l'avons déjà indiqué au paragraphe 4-2 (chapitre 4, partie I), ce type d'acier à béton était reconnu comme n'étant plus compétitif.

Cependant, la déformation par torsion selon nos études est bien adaptée pour produire l'armature de petit diamètre de qualité B(A)500 et même une armature plus résistante A600. L'application de la torsion permet d'éviter les problèmes de production des armatures par déformation à chaud et permet d'économiser des éléments d'addition qui sont normalement assez chers.

L'utilisation des aciers TMCP avec un niveau initial de limite d'élasticité 380-420MPa permet d'utiliser un degré de déformation par torsion moins grand par rapport à certaines normes anciennes. Les résultats des études, selon lesquels nous avons proposé un certain niveau des propriétés mécaniques ainsi que de compositions chimiques spécifiques, ont été utilisés dans l'élaboration des clauses techniques TY Y 27.1-24432974-007:2005 de l'entreprise d'ArcelorMittal Kryviy Rih [90]. Ces clauses techniques contiennent les prescriptions des opérations technologiques telles que la température de laminage à chaud, la vitesse de laminage, la température de refroidissement, la configuration du système de refroidissement etc.

Les normes ISO 6935-2 et DIN 488-2 exigeaient une torsion avec un pas (10-12)d $_N$ , ce qui correspond à l'angle de torsion relatif 36-30°/d. Cette valeur dépasse considérablement le taux de



déformation proposé 20...25°/d. De plus, le degré de déformation proposé par les normes n'assurait pas l'obtention de qualité B(A)500 à cause de l'utilisation d'aciers à bas carbone non-alliés sans traitement thermomécanique. Par exemple, l'acier de référence français (tableau 1-1, chapitre 1, partie II) tordu au degré moyen 38°/d n'a que 460 MPa de limite d'élasticité et donc ne satisfait pas, de cette façon, aux normes modernes.

Ainsi, les propriétés initiales de « semi-produit » et le régime de torsion ont été à la base du brevet ukrainien de modèle industriel № 33074 [91].

### **1-1.5 Traitement thermique de vieillissement de l'acier à béton après torsion**

Comme nous l'avons déjà indiqué au paragraphe 1-2.3 (chapitre 1, partie II), l'acier à béton déformé à froid doit subir le traitement thermique de vieillissement [92] selon le régime suivant :

- température de chauffage de l'éprouvette 100-120°C ;
- maintien à cette température 60±15 min ;
- refroidissement à l'air calme jusqu'à la température ambiante.

De plus, le traitement du béton armé à la vapeur [93, 94] assure les mêmes conditions thermiques pour les armatures en son sein.

L'influence du traitement thermique sur les propriétés mécaniques macroscopiques a été étudiée pour deux nuances d'acier :

- acier doux non-allié CТ1кп ;
- acier allié avec Mn et Si 08Г2С.

Le traitement thermique (TT), selon les paramètres indiqués ci-dessus, a été effectué pour deux états : état initial, état déformé. Les résultats des essais de traction sont présentés dans le tableau 1-4 et sur la figure 1-21.

Nuance d'acier	État de l'armature	Indication	Re, MPa	Rm, MPa	Rm/Re	A <sub>5</sub> , %	Ar, %
<b>CT1кп</b>	initial	1	228	347	1,52	41,4	30,3
	Initial+TT	1+TT	228	347	1,47	41	28,4
	déformé	3	345	424	1,23	18,8	5,7
	déformé+TT	3+TT	352	435	1,24	21,7	7,6
<b>08Г2С</b>	initial	1	337	550	1,64	38,3	22,2
	Initial+TT	1+TT	338	543	1,61	38,2	21,5
	déformé	3	526	603	1,15	26,3	5,4
	déformé+TT	3+TT	540	625	1,16	22,9	5

Tableau 1-4 Résultats des essais de traction pour des aciers après le traitement thermique de vieillissement

Nous pouvons constater, que l'effet du traitement thermique sur les aciers à l'état initial est pratiquement absent. Le macro-effet du traitement thermique de vieillissement pour les aciers déformés est minimal. L'augmentation de la limite d'élasticité après le traitement thermique est de

6 à 7 MPa pour l'acier Cr1кп et plus significative pour l'acier 08Г2С – 14 à 15MPa. Les propriétés de plasticité changent un peu, mais, dans ce cas, elles restent plus hautes par rapport aux exigences des normes en vigueur.

Le traitement thermique de vieillissement a, cependant, une influence sur l'échelle micro, ce qui rend l'acier plus homogène du point de vue des propriétés mécaniques dans la section transversale du fil d'armature. Nous montrerons cet effet dans le paragraphe 1-2 du présent chapitre en prenant l'exemple du changement de microdureté.

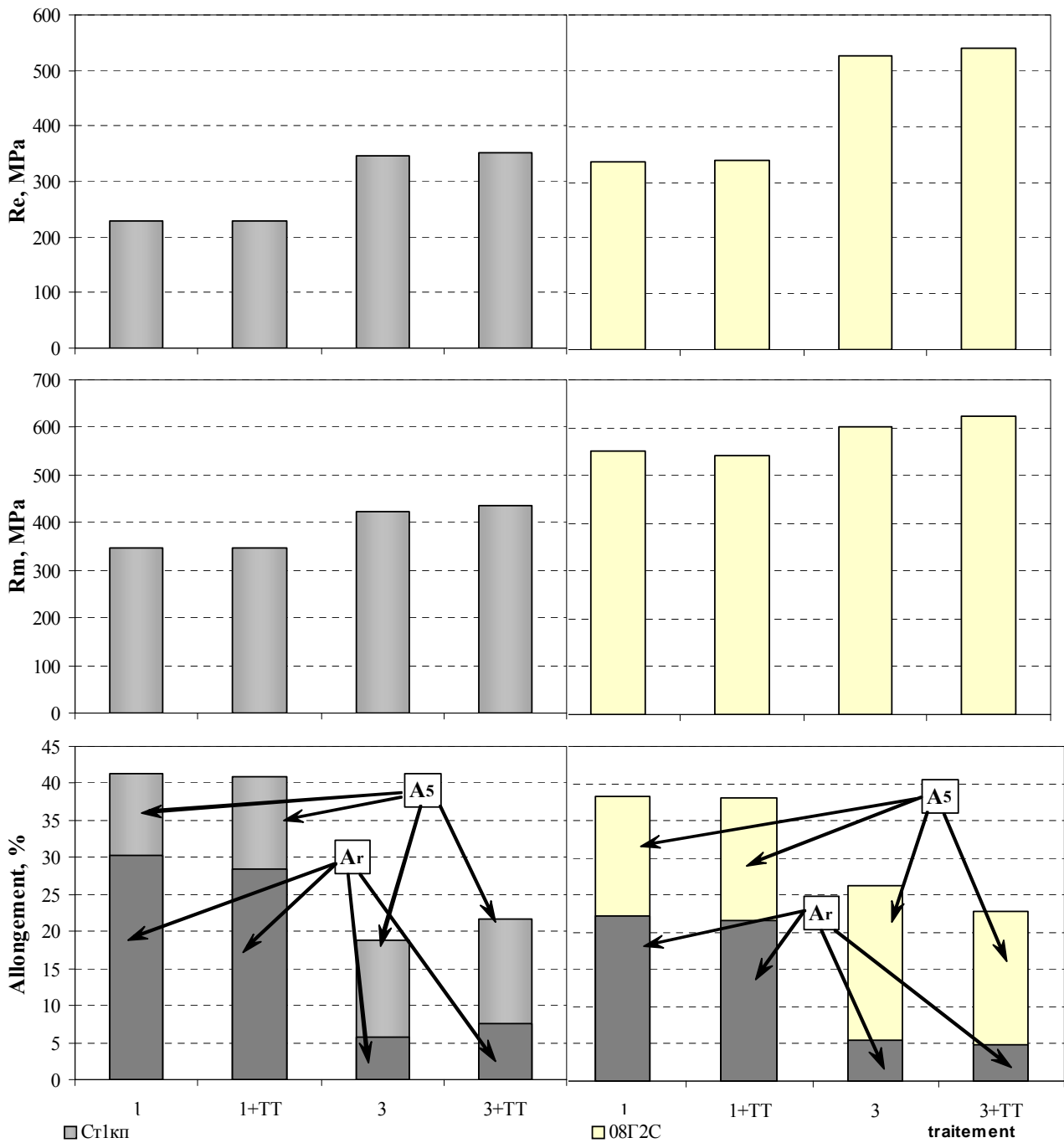


Figure 1-21 Changement des propriétés mécaniques des aciers Cr1кп et 08Г2С après le traitement de vieillissement

### 1-1.6 Caractérisation des diagrammes de traction après torsion.

Les diagrammes de traction, typiques pour des aciers étudiés, en fonction du degré de déformation de torsion sont présentés sur les figures 1-22 et 1-23.

Les courbes de traction des aciers étudiés présentent un palier de limite d'élasticité à l'état initial (figure 1-22). Cependant, sa longueur est beaucoup plus grande pour l'acier Ст1кп, moins résistant et non-traité thermomécaniquement par rapport à l'acier Ст3пс à l'état post-traitement thermomécanique. Ce phénomène est lié à la concentration élevée de dislocations causée par le TMCP qui jouent le rôle d'obstacles qui bloquent la propagation du front de déformation avant le cisaillement plastique (bandes de Piobert-Lüders) [95]. De plus, la densité élevée de dislocations détermine, dans ce cas, le glissement non-conservatif lors de la déformation plastique (glissement dans des systèmes différents « plan + direction de glissement) [96] et provoque le durcissement par écrouissage précoce.

La disparition du palier ainsi que l'augmentation de la limite d'élasticité sont aussi liés à l'effet d'écrouissage à froid.

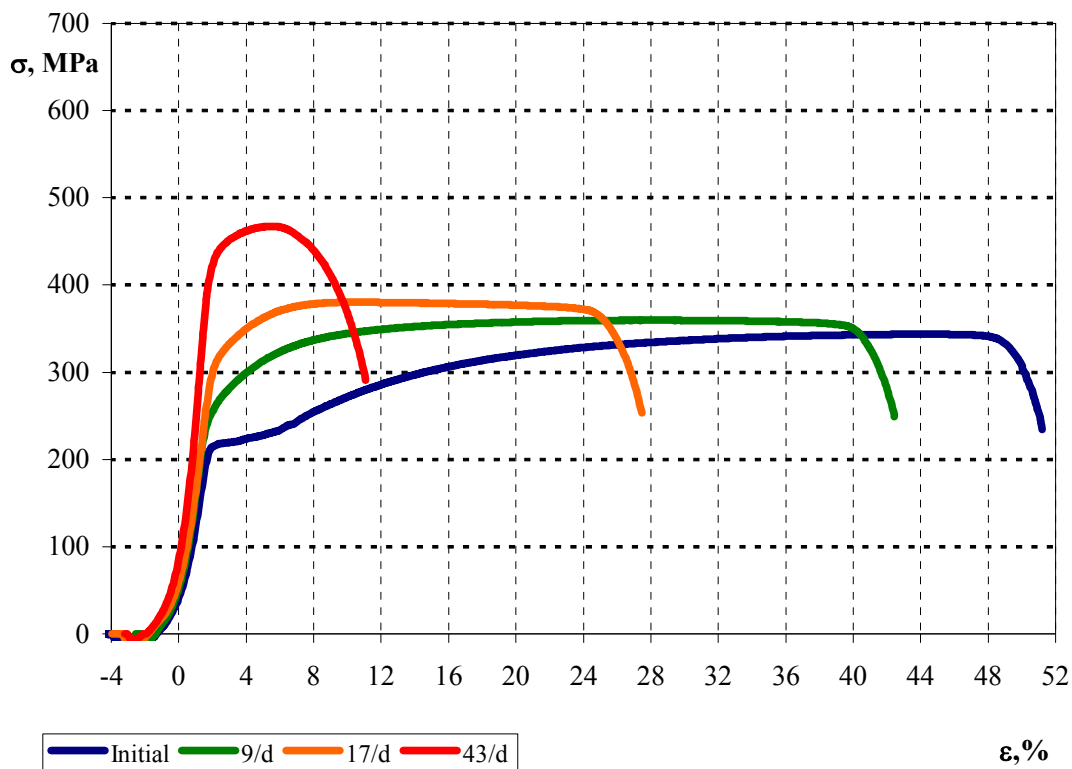


Figure 1-22 Courbes de traction après la déformation par torsion pour l'acier Ст1кп

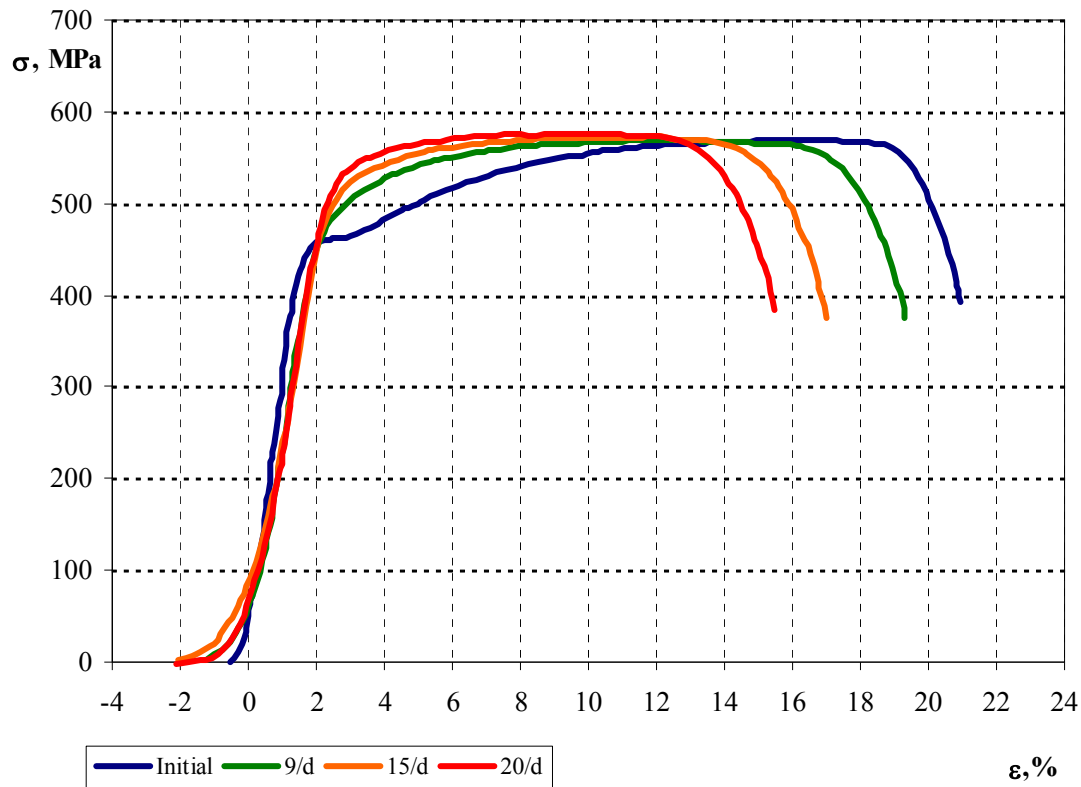


Figure 1-23 Courbes de traction après la déformation par torsion pour l'acier Ct3nc

Ainsi, on peut constater, que le taux de torsion 9°/d assure déjà la déformation plastique des aciers ce qui est confirmé aussi par les essais de torsion (figure 1-24).

Les courbes de traction des aciers déformés à 25°/d ne comportent pas de palier de plasticité et c'est la limite conventionnelle d'élasticité qui caractérise le début de la déformation plastique. L'absence du palier ne peut pas être considérée comme un fait négatif de différents points de vue.

Des travaux [97, 98, 99] on montré, que l'acier déformé à froid, ayant une courbe de traction sans palier peut être utilisé de manière plus efficace dans une large gamme d'armaturage des constructions en béton armé. Il faut noter que l'état de contrainte ainsi que les propriétés mécaniques et technologiques de l'armature n'ont été étudiés que dans des travaux considérant le co-fonctionnement du béton et des armatures dans des constructions en béton armé, ce qui permet de choisir l'armature sans palier sur la courbe de traction.

D'un autre point de vue, ce type de diagramme de traction, ne contenant pas de palier de plasticité, est plus adapté pour les calculs des constructions en béton armé. Dans ces calculs on ne prend pas normalement en considération le palier selon les règles du code EUROCODE 2 (figure 1-25).

La limite d'élasticité est une caractéristique primordiale de l'armature à béton, à l'aide de laquelle on estime la résistance statique de l'ouvrage en béton armé. Voilà pourquoi c'est la valeur de la limite d'élasticité qui définit la qualité et la classe de résistance de l'acier à béton.

L'armature dans un ouvrage en béton ne doit pas se déformer plastiquement, c'est-à-dire la charge extérieure ne doit pas excéder la limite d'élasticité de l'acier. Cependant, si une charge statique constante, pour une raison ou pour une autre, atteint la limite d'élasticité de l'armature dans le béton, l'acier à béton, possédant le palier d'élasticité, peut s'allonger et entraîner alors une fissuration du béton et peut provoquer par conséquent la perte de stabilité de l'ouvrage en béton armé. En revanche, si le palier d'élasticité est absent sur la courbe de traction de l'acier, la déformation de cet acier ne se produira que dans le cas de l'accroissement permanent de la charge active. Voilà pourquoi l'utilisation de l'armature ne possédant pas de palier sur une courbe de traction est plus appropriée, car elle assure un comportement mieux prévisible de l'armature, dans des ouvrages en béton armé, toutes choses étant égales par ailleurs.

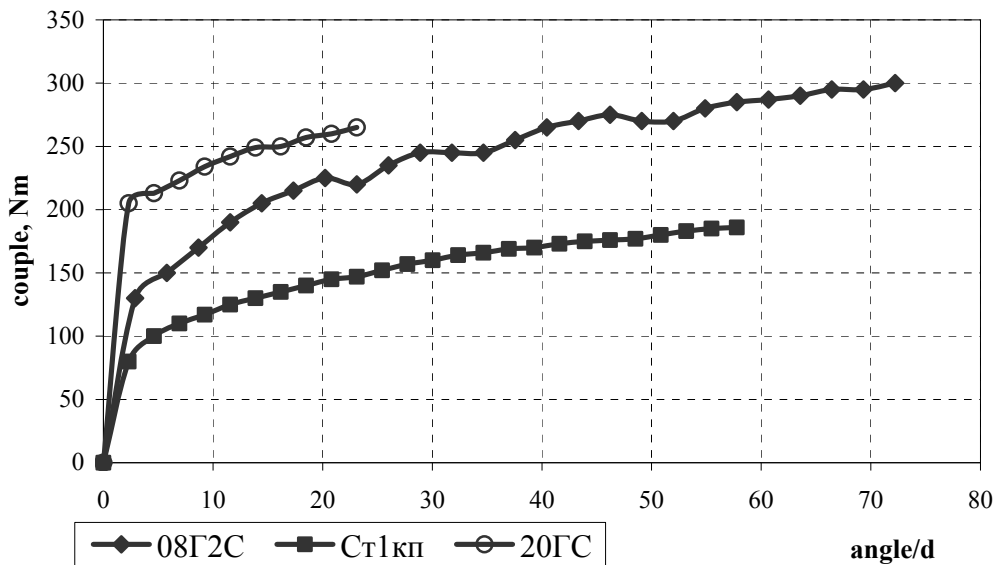


Figure 1-24 Courbes de torsion pour différentes nuances d'acier

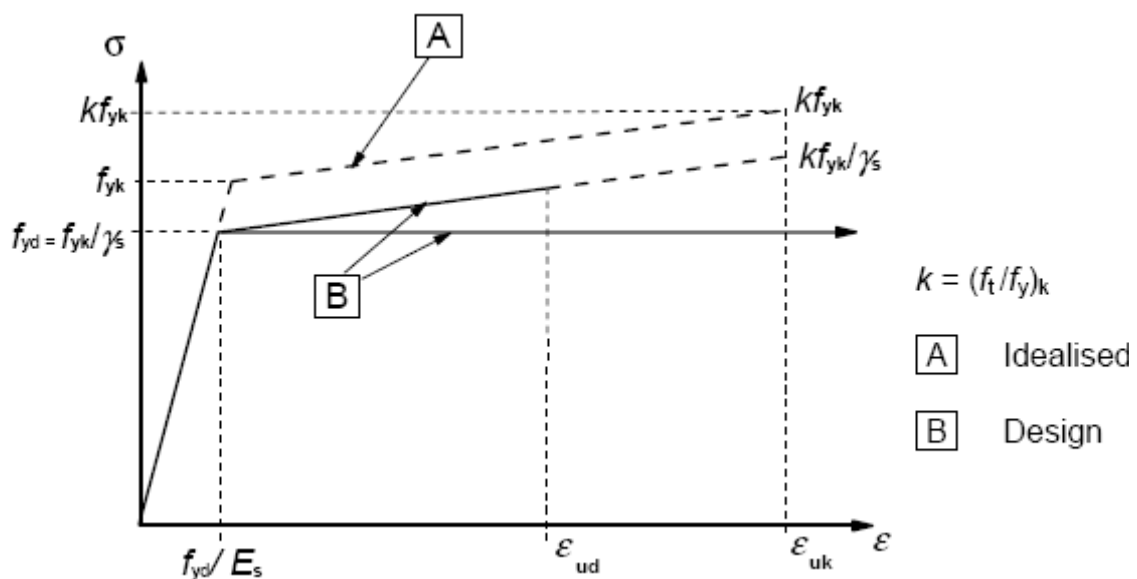


Figure 1-25 Courbe spécifiée de traction selon Eurocode 2

**En résumé**, l'acier déformé à froid par torsion peut être utilisé dans des constructions en béton armé après un certain échauffement. Le phénomène de vieillissement assure un faible changement des propriétés mécaniques de l'acier déformé à l'échelle macro. La forme de la courbe de traction rend possible l'utilisation plus efficace de l'acier déformé à condition de prendre en considération l'interaction de l'armature avec le béton dans des ouvrages en béton armé.

### **1-2 Essais de microdureté**

La notion de dureté est l'une des plus intuitives, car sa mesure correspond en pratique à celle de la résistance à la pénétration locale du matériau. La mesure de la microdureté permet donc d'évaluer qualitativement et très souvent quantitativement l'écrouissage local et, par conséquent, l'état de contraintes dans l'acier écroui [100].

Ce dernier devient très important dans le cas d'une répartition spécifique de contraintes après torsion (cf. figure 4-2, chapitre 4, partie I). Nous rappelons que les échantillons de torsion présentent un gradient de déformation et ils doivent avoir une valeur maximale de déformation en périphérie de l'échantillon selon le diamètre et nulle au niveau de l'axe de révolution de l'éprouvette.

Les échantillons d'aciers à béton considérés ont été étudiés dans les états suivants :

- 0 – initial ; c'est-à-dire après laminage, refroidissement à l'eau, déroulement en couronne et refroidissement à l'air ambiant ;
- 1 – après déformation à froid par torsion uniaxe et unidirectionnelle  $25^\circ/d$ ;
- 2 – après déformation par torsion et traitement thermique de vieillissement immédiat (maintien à la température  $100^\circ\text{C}$  pendant 1 heure) ;
- 3 – après déformation par torsion, vieillissement à l'air pendant 4 mois et vieillissement thermique ( $100^\circ\text{C}$  pendant 1 heure).

Les résultats des filiations de dureté réalisées sur les différents aciers sont présentés sur les figures 1-26 à 1-29.

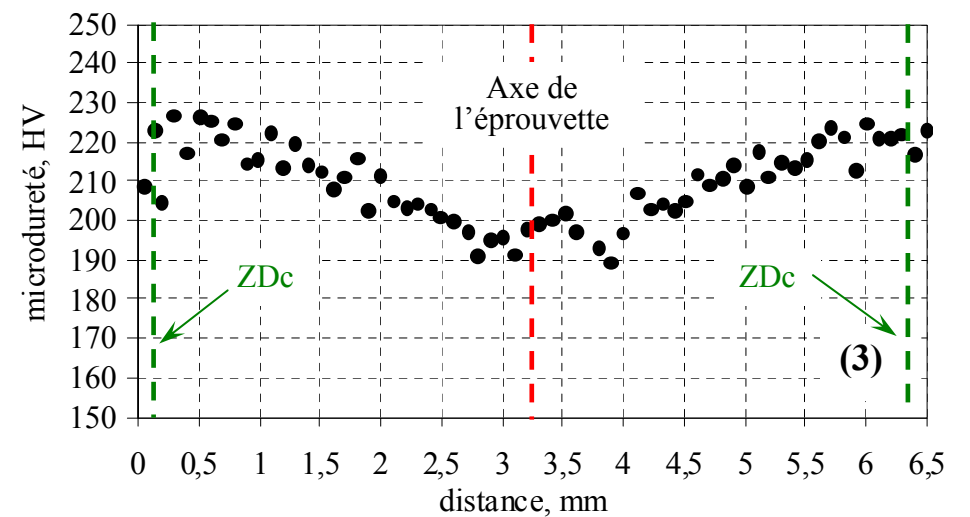
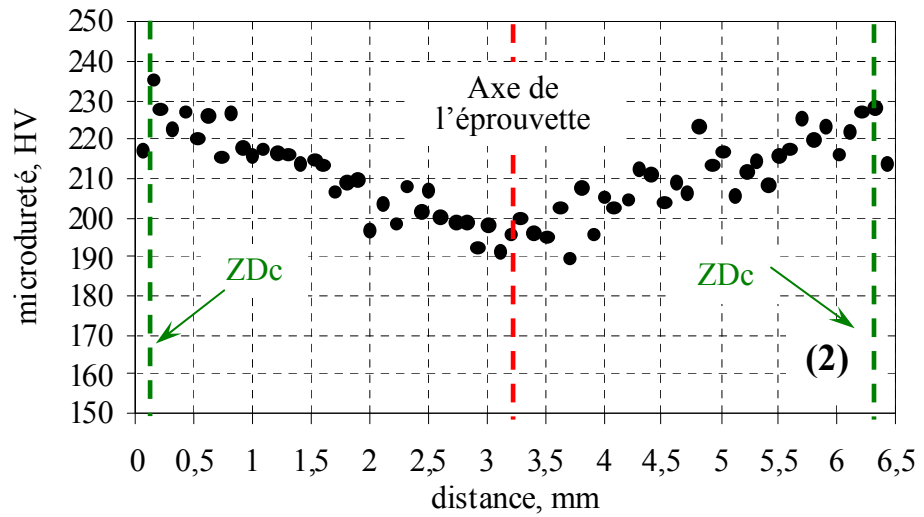
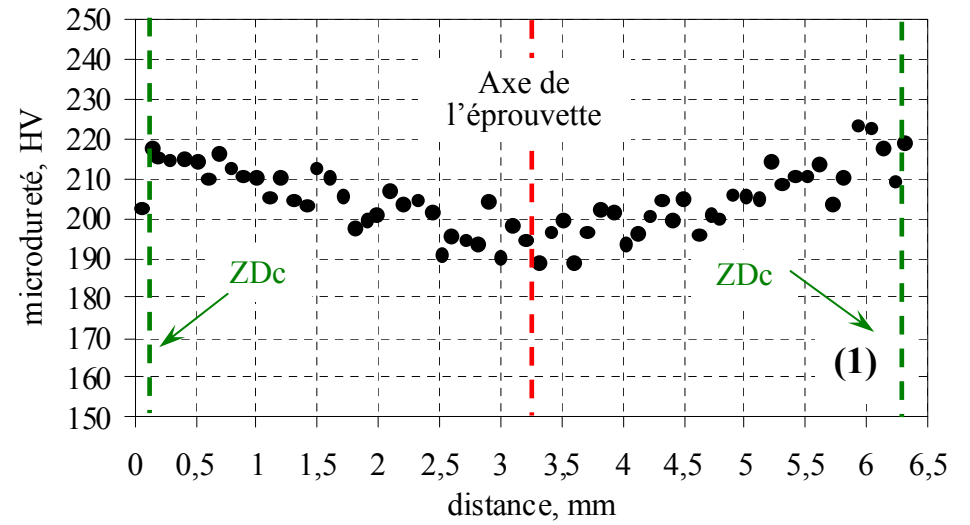
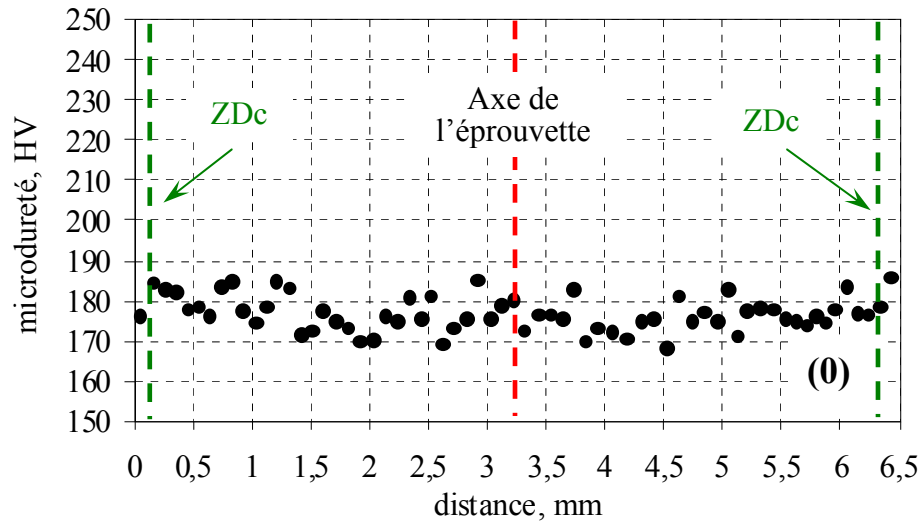


Figure 1-26 Profil de microdureté ( $HV_{0,025}$ ) moyen de l'acier 08G2S dans des états différents

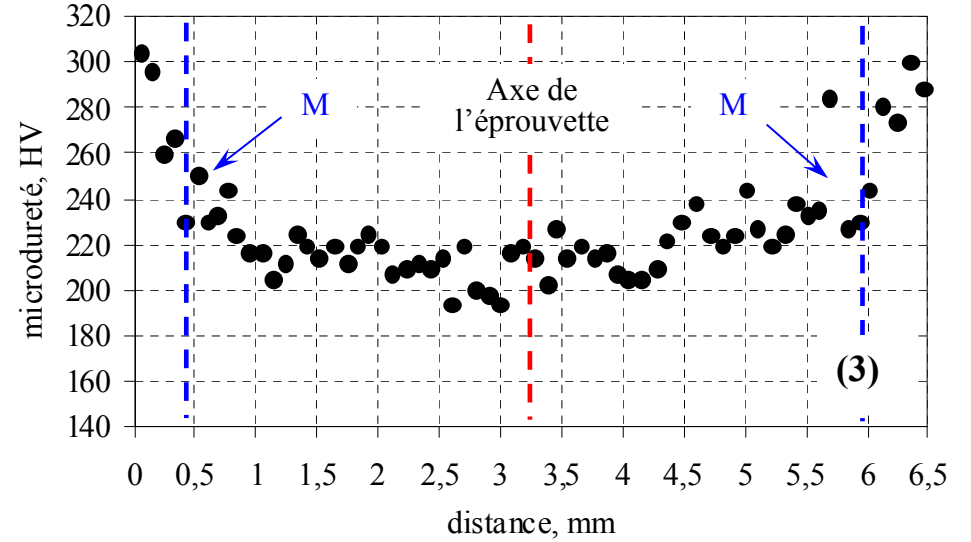
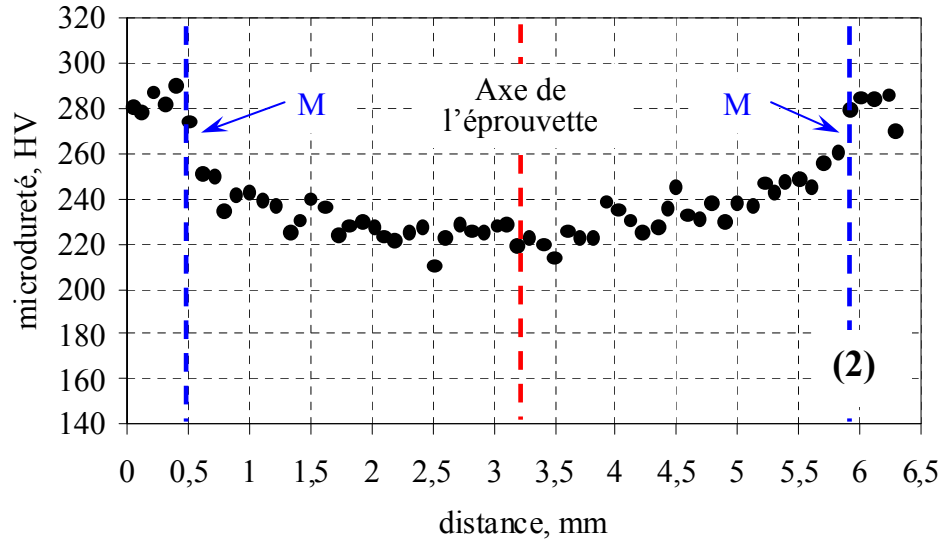
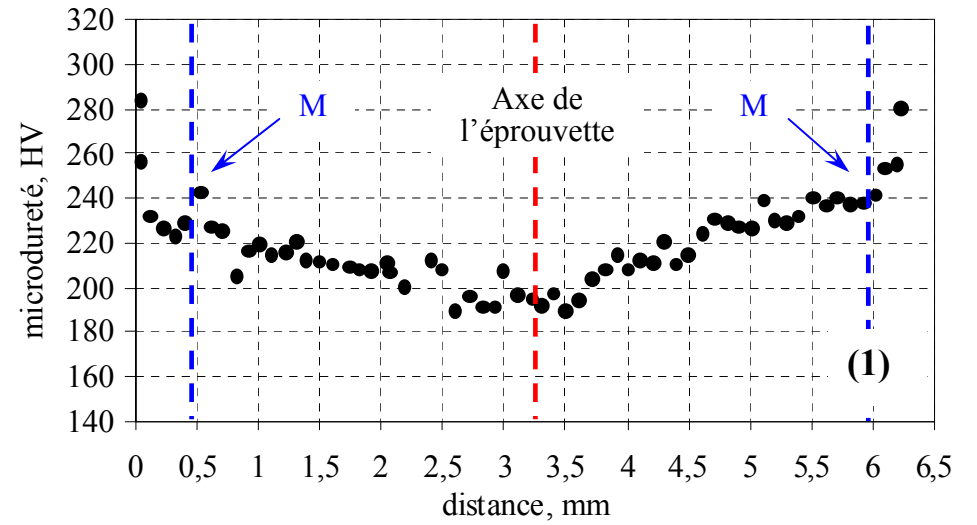
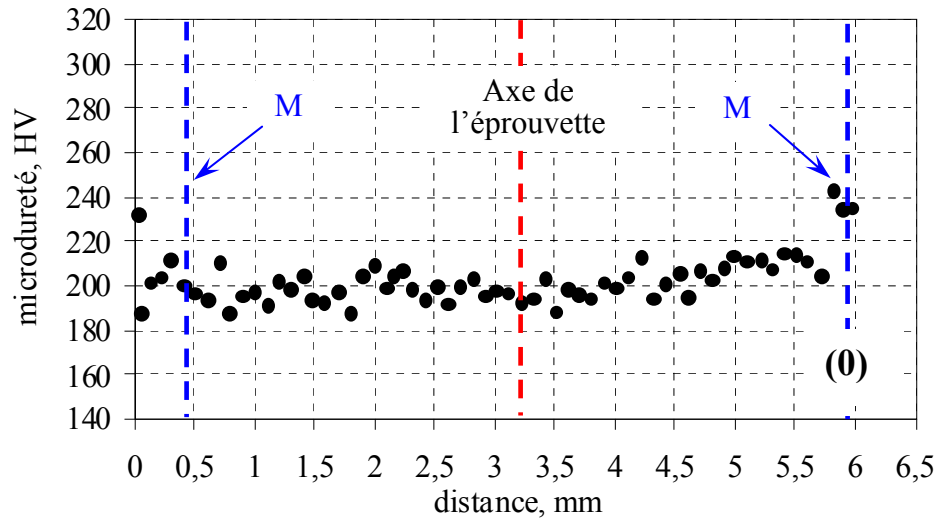


Figure 1-27 Profil de microdureté ( $HV_{0,025}$ ) moyen de l'acier 20ΓC dans des états différents



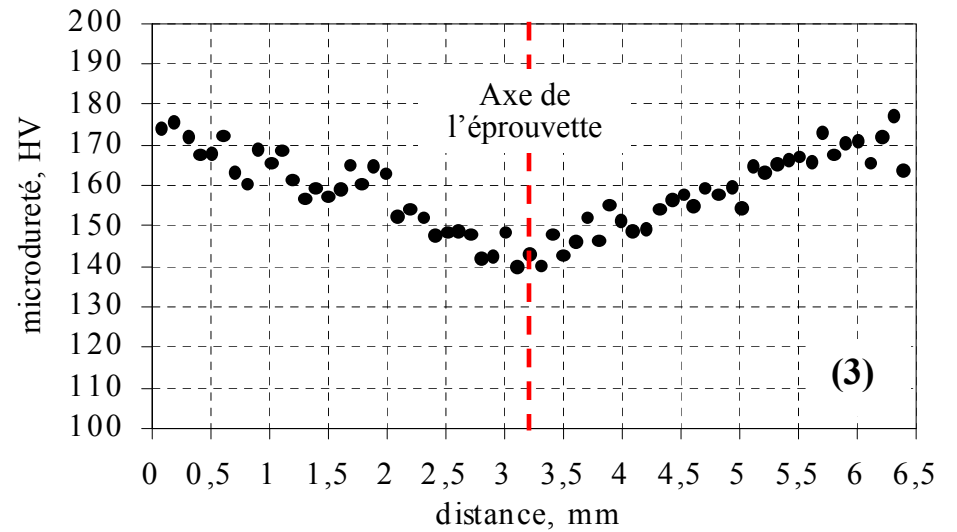
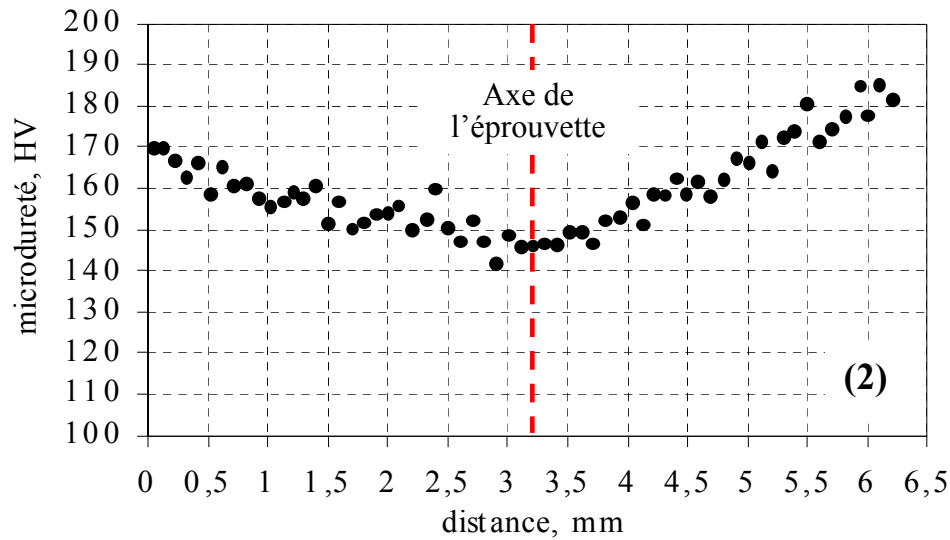
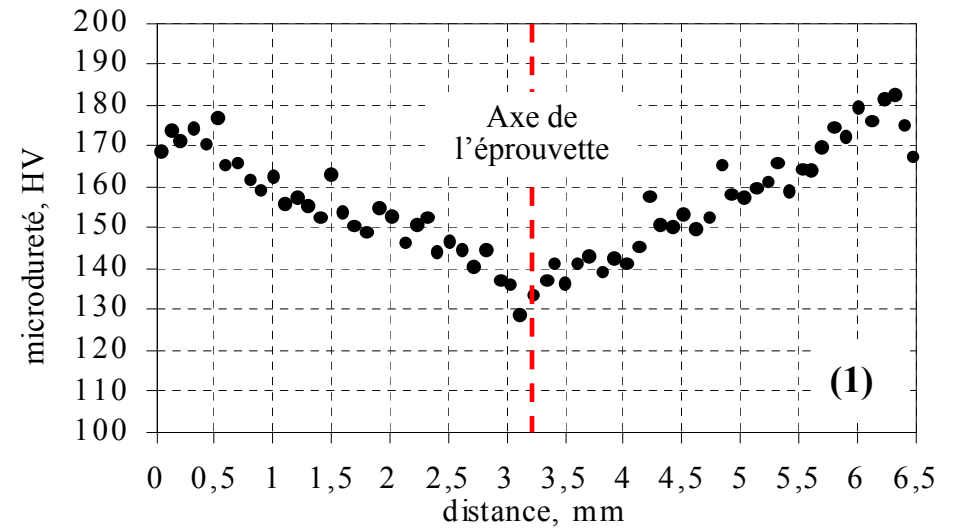
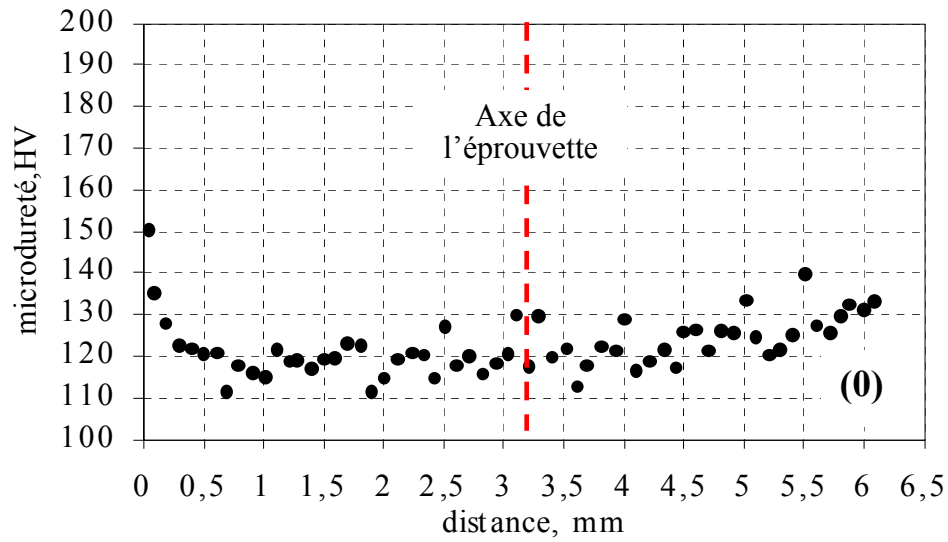


Figure 1-28 Profil de microdureté ( $HV_{0,025}$ ) moyen de l'acier Ct1кп dans des états différents

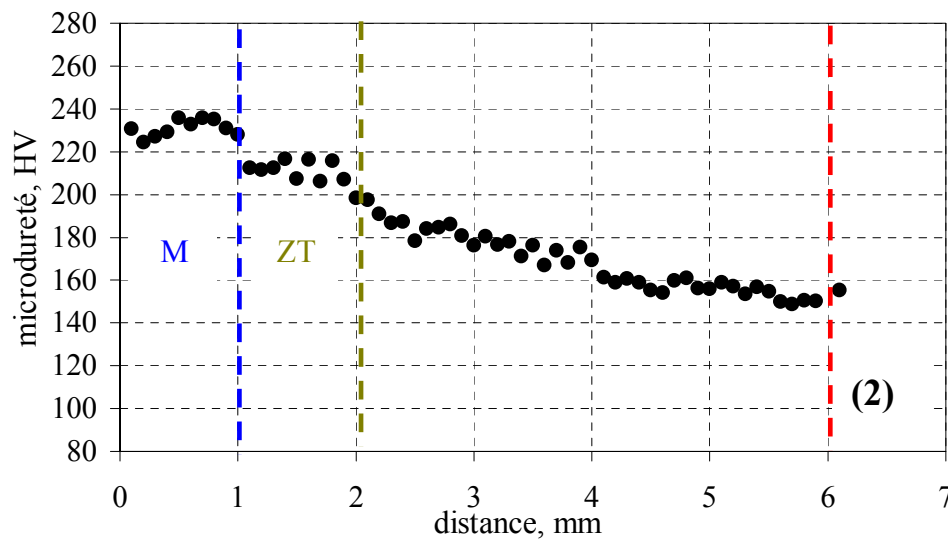
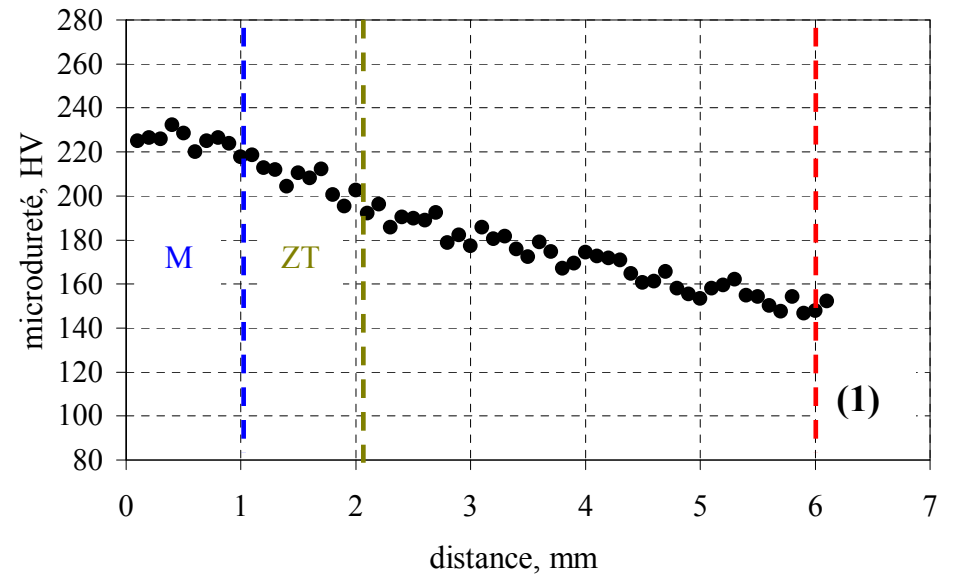
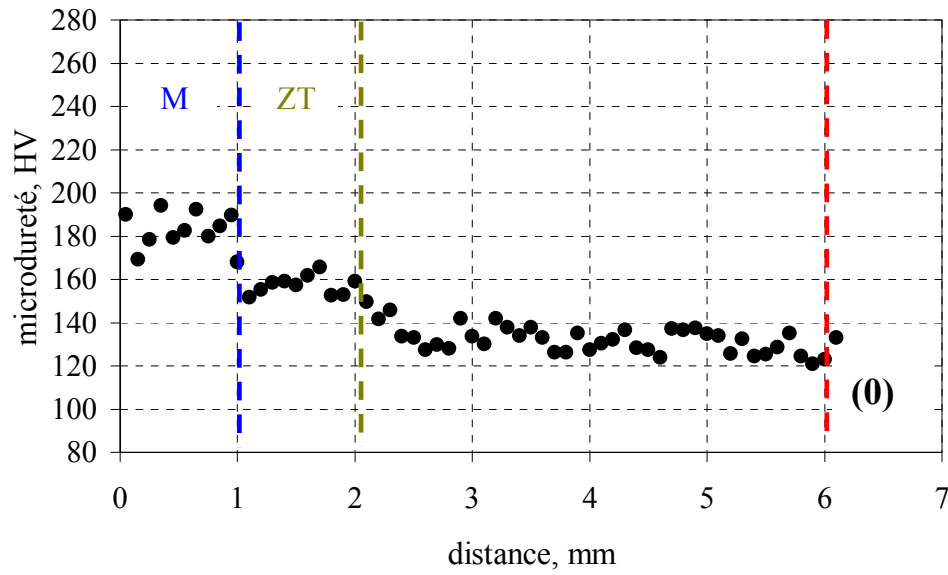


Figure 1-29 Profil de microdureté ( $HV_{0,025}$ ) moyen de l'acier Cт3пc dans des états différents

Il faut tout d'abord noter, qu'outre l'effet de l'érouissage les résultats de microdureté sont indissolublement liés à l'état microstructural des aciers étudiés. Voilà pourquoi ils doivent être examinés conjointement avec les résultats, présentés ci-dessous dans le chapitre 2.

Les microstructures des aciers étudiés peuvent être considérées en première approximation comme le mélange de deux constituants, à savoir : ferrite et perlite.

Cependant, la haute température du laminage a entraîné, dans certains cas, la décarburation de la surface. Les zones décarburées (ZDc) superficielles ont des valeurs moins grandes de microdureté par rapport aux couches subsurfaciques (figure 1-26).

Par ailleurs, le traitement thermomécanique conditionne la structure superficielle spécifique de l'armature qui se compose de la martensite revenue (M) (figure 1-27) ainsi que de la martensite et de la zone transitoire (ZT) (figure 1-29) qui représente le mélange ferrito-bainitique : les composantes polyédriques et aciculaires respectivement.

Ainsi, la répartition initiale de microdureté le long du diamètre de l'éprouvette reste homogène hors zone décarburée et celle de transformation sans diffusion. L'application de la déformation par torsion provoque l'inhomogénéité et fait croître la microdureté en périphérie, qui diminue lorsqu'on se rapproche du cœur de l'éprouvette ce qui est en accord qualitatif avec la théorie de torsion [101, 102, 103].

Cependant, si la répartition des contraintes, présentée sur la figure 4-2 (chapitre 4, partie I), est correcte, nous devrions avoir l'état élastique des contraintes de cisaillement au cœur (dans l'axe) de nos échantillons, qui reviennent au zéro après le déchargement. En réalité, nous observons une augmentation de microdureté qui reste plus importante que celle obtenue à l'état initial pour des régions proches de l'axe des échantillons. Ce phénomène a été trouvé aussi par d'autres auteurs [104]. De cette façon, on peut constater, que des conclusions de la théorie de torsion, proposés par A. Nadai [101] ne sont plus valides pour des grands angles de torsion et qu'un système de contraintes de cisaillement doit être complété par des contraintes normales axiales et peut-être radiales et circonférentielles.

L'effet axial a été étudié pour la première fois dans le travail de J. H. Pointing [105]. L'auteur a exécuté une série d'expériences de torsion sur des fils en métal (cordes à piano) et a observé l'allongement de ces fils sans aucune force axiale appliquée dans le domaine élastique. Il s'est trouvé que cet allongement était proportionnel à l'angle de torsion relatif élevé au carré. L'étude de l'effet axial a été poursuivie dans des travaux de H. W. Swift [106] et de R. Hermite [107]. Swift H. W. a présenté des données expérimentales de différents matériaux, sur des échantillons pleins ou creux déformés en torsion dans le domaine plastique (figure 1-30).

La théorie de l'écoulement anisotrope lors de la torsion, développée par R. Hill [108], a permis d'expliquer le phénomène d'élongation, décrit dans des travaux de Swift et de Hermite.

Le développement ultérieur de la théorie de torsion a permis d'établir que la cause déterminante de l'effet axial est la texture cristallographique des matériaux tordus [109, 110]. Il faut noter, que l'effet axial ne se limite qu'à l'extension, mais dépend aussi de l'orientation initiale de la texture cristallographique par rapport à l'axe de torsion d'un échantillon (figure 1-31).

De plus, les conditions thermiques ainsi que la géométrie des échantillons influencent la « direction » des contraintes normales axiales provoquant soit l'extension, soit la contraction des échantillons. Dans [111], par exemple, il est constaté que l'effet axial augmente dans les tubes à parois minces par rapport aux échantillons cylindriques pleines.

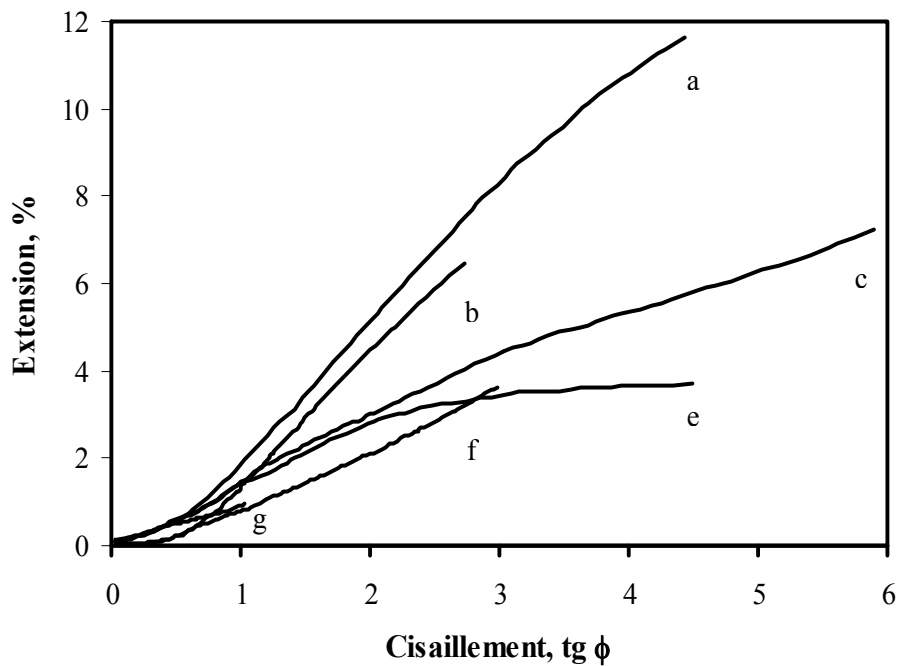


Figure 1-30 Extension des échantillons en fonction du cisaillement d'une barre en torsion avec extrémités libres. a – laiton 70-30, b – acier inoxydable, c – aluminium, e – cuivre, f – acier doux, g – acier avec 0,5% de carbone

Par ailleurs, des auteurs [112] ont montré que l'élévation de la température de torsion assure une déformation axiale plus prononcée (figure 1-32)

On peut encore remarquer, qu'après le traitement thermique, l'augmentation de la microdureté au cœur de l'armature est plus forte par rapport à celle de la surface. Finalement, la courbe de microdureté devient moins arquée et l'armature est plus homogène (cf. figures 1-27.1 et 1-27.2). Généralement, plus la teneur en carbone est grande, plus le traitement de vieillissement influence la microdureté dans l'intégralité de la section droite de l'armature. Mais on peut constater, que plus localement, au cœur de l'échantillon, la cinétique de croissance de la microdureté dépend peu de la teneur en carbone. On voit le même effet de croissance de microdureté dans les régions proches de l'axe des échantillons de l'acier  $\text{Ct1}\kappa\pi$ , très peu chargé en carbone (figure 1-28.2).

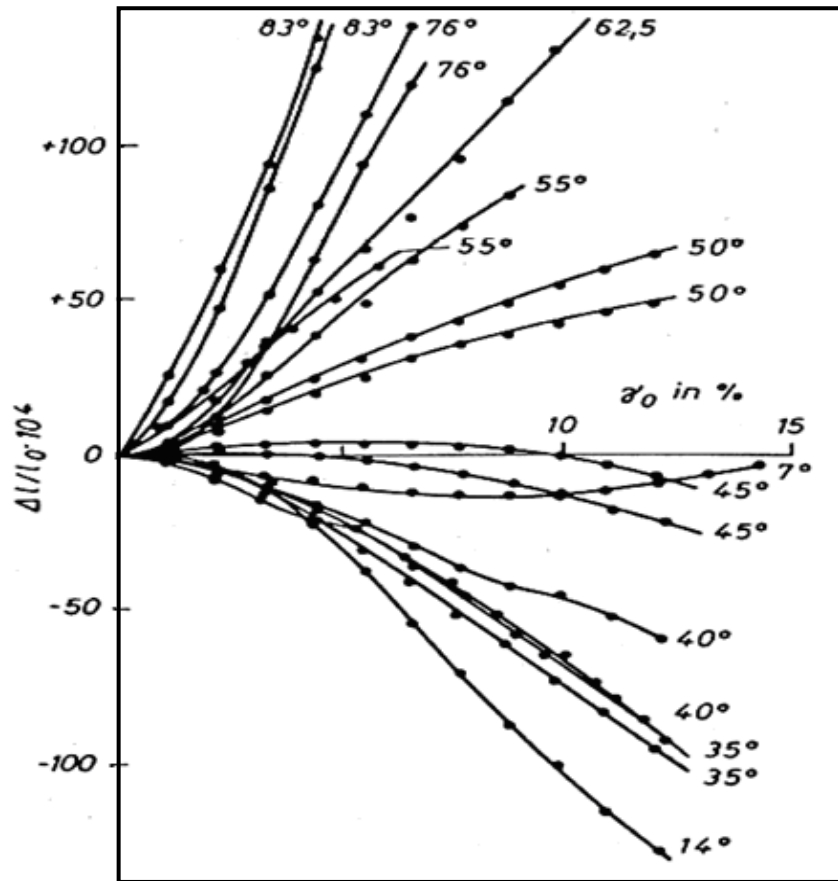


Figure 1-31 Courbes de changement de longueur mesurées sur un tube en torsion avec une texture cube orientée initialement à différent angle par rapport à l'axe de torsion [109]

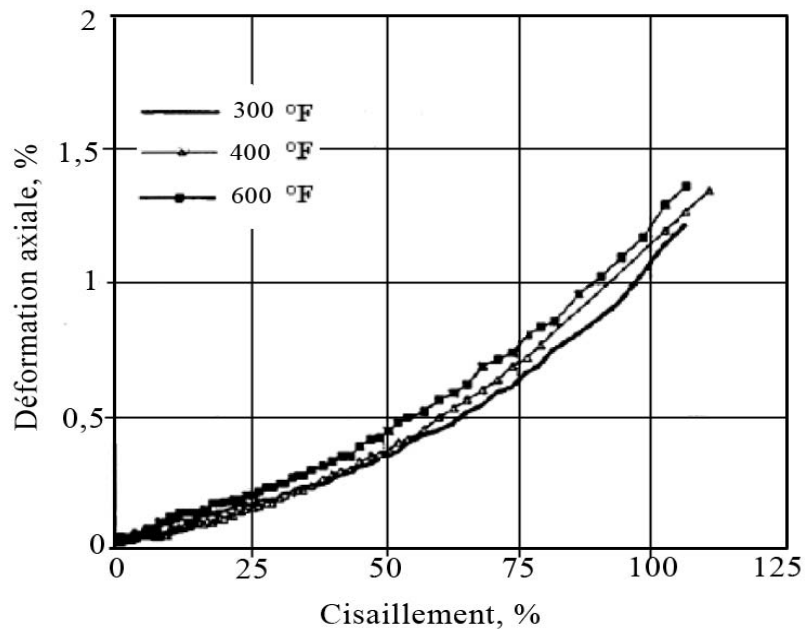


Figure 1-32 Déformation axiale provoquée par torsion à extrémités libres pour une fonte d'aluminium aux températures élevées

Pour expliquer ce phénomène on peut prendre les hypothèses suivantes à examiner :

- le phénomène de croissance de la microdureté est lié essentiellement à l'influence du refroidissement accéléré lors de traitement thermomécanique ;
- la cause d'augmentation de microdureté au cœur de l'armature est l'effet axial qui provoque le vieillissement après la déformation à froid.

Si on admet, que le traitement thermomécanique apporte des perturbations à l'état de contraintes au cœur de l'armature, cela ne peut pas expliquer pourquoi nous avons une augmentation de microdureté pour l'acier Ст1кп, qui n'a subi le refroidissement accéléré que pour réduire le calaminage à la surface de l'armature. Si on suppose, toutefois, que si même ce type de refroidissement peut causer un état spécifique des contraintes, favorisant l'accroissement de microdureté, le traitement thermique de l'acier Ст1кп à l'état non-déformé « 0+TT » (état initial + traitement thermique) devrait aussi changer la microdureté au cœur de l'armature. Pourtant, ce n'est pas le cas (cf. figures 1-33 et 1-28-0). Il faut noter, que les particularités de la construction de microduromètre PMT-3, que nous avons utilisé pour cette mesure concrète, ainsi que l'absence d'automatisation des mesures de microdureté ont causé des valeurs plus élevées de microdureté ainsi qu'une certaine dispersion des valeurs obtenues.

Par ailleurs, le changement de microdureté de l'acier 20ГC à l'état « 0+TT » (figure 1-34) montre l'absence d'un effet de vieillissement. De plus, le traitement thermique de vieillissement conduit à une diminution du niveau de microdureté de l'acier à cause des processus de restauration. La microdureté de la couche martensitique reste pratiquement inchangée.

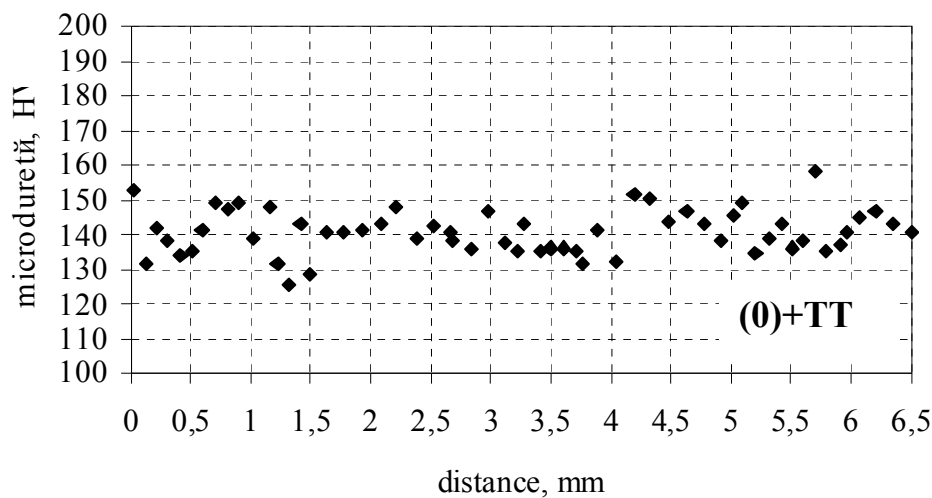


Figure 1-33 Profil de microdureté moyen de l'acier Ст1кп à l'état « 0 + traitement thermique » (0+TT)

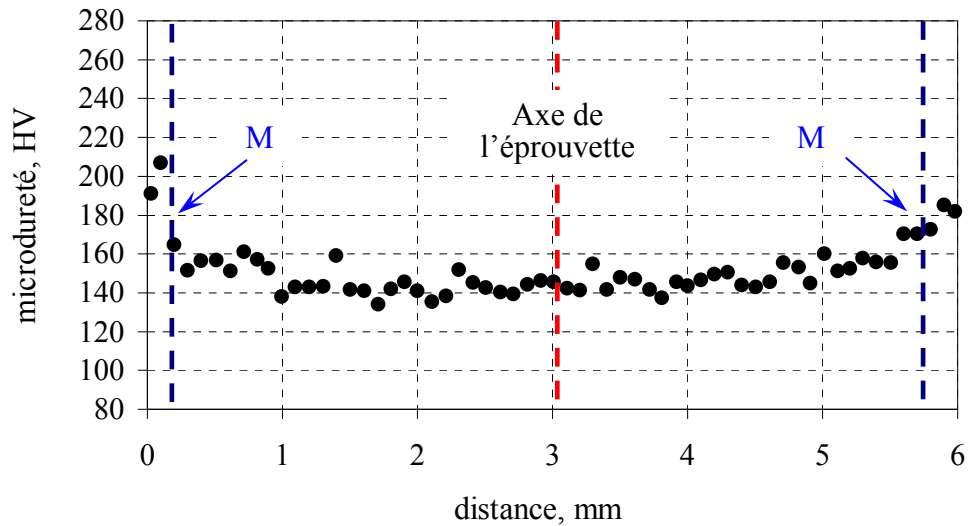


Figure 1-34 Profil de microdureté moyen de l'acier 20ΓC à l'état « 0 + traitement thermique » (0+TT)

Le traitement de vieillissement réalisé avec la pause de 5 mois entre la déformation et le traitement thermique sur les échantillons déformés, ne permet pas d'obtenir le même effet de croissance axiale de microdureté (figure 1-27.3 et 1-28.3). Ce comportement peut être probablement lié aux processus de restauration de l'acier et de la stabilisation de l'état déformé, qui pourraient se dérouler pendant ce temps considérable. Ainsi, pour garder l'effet de « l'égalisation » de microdureté le long de diamètre de l'armature, les opérations technologiques d'implantation de l'armature dans le béton doivent se passer directement après la déformation par torsion ou bien avec une pause minimale.

La vérification de la deuxième hypothèse exige cependant les essais microstructuraux ainsi que les essais du frottement intérieur, qui seront présentés dans des chapitres qui suivent. De plus, l'état spécifique des contraintes doit être étudié scrupuleusement avec les techniques appropriées (DRX) et ces résultats seront présentés dans des chapitres concernés.

### 1-3 Conclusion

Les points marquants que nous pouvons relever à la suite de l'étude des propriétés mécaniques des aciers considérés à l'aide des essais de traction et de microdureté sont les suivants.

Le durcissement maximal de l'acier à béton assure la déformation par traction. Les propriétés mécaniques restent dans ce cas à un niveau élevé, dépassant les exigences des normes en vigueur. Dans certaines conditions on peut obtenir non seulement la classe de résistance de l'acier B(A)500, mais aussi la classe plus résistante A600. Le problème considérable pour ce type de déformation à froid est lié à la diminution inadmissible du rapport  $R_m/Re_{(0,2)}$ , qui garantit la sécurité de l'armature dans l'ouvrage en béton armé. De plus, le point négatif est l'amincissement de l'armature après la déformation ainsi que la susceptibilité à l'effet Bauschinger lors d'utilisation de l'armature étirée dans des constructions chargées en compression ou bien en flexion.

La déformation par flexion ne permet pas d'atteindre la qualité recherchée d'armature B(A)500. Ce type de déformation à froid, dans certains cas, peut être utilisé comme traitement supplémentaire de stabilisation de l'état déformé et révèle cette propriété lors de combinaisons des déformations, à savoir « traction+flexion » et « torsion+flexion ». Les limites de durcissement/adoucissement selon le rapport  $R_m/Re_{(0,2)}$ , proposées par R. W. Smith et R. V. Khetsberg doivent être corrigées. La valeur du rapport  $R_m/Re_{(0,2)} \approx 1,3$  doit être prise comme un seuil, à partir duquel l'acier commence s'adoucir après flexion, au lieu de  $R_m/Re_{(0,2)} = 1,2$ .

L'application de la torsion permet d'obtenir la qualité visée de l'acier à béton B(A)500, grâce à l'augmentation stable des propriétés de résistance. L'application de la déformation par torsion permet de garder les caractéristiques de plasticité à un haut niveau, dépassant les prescriptions réglementaires des normes en vigueur. De plus, la déformation par torsion ne présente pas les points négatifs, propres à la déformation par traction ou par flexion. L'acier déformé à froid par torsion résiste bien au changement des directions de contraintes appliquées lors du changement de type de la sollicitation. Il faut noter, que cela exige un état initial spécifique des propriétés mécaniques, c'est-à-dire qu'il faut proposer et corriger les paramètres du traitement thermomécanique préliminaire. La déformation par torsion dans ce cas devient la composante du traitement combiné mécano-thermomécanique.

Il est nécessaire, dans cette optique, que l'acier possède une combinaison bien déterminée de composition chimique et de propriétés mécaniques pour avoir la possibilité d'obtenir la qualité de l'armature B(A)500. Nous avons proposé dans notre étude d'utiliser les aciers TMCP des nuances Ct3 et 20ГC, ayant une teneur en carbone au niveau 0,18 à 0,22 %, ainsi que des éléments d'alliage qui ne sont pas coûteux,  $Mn = 0,8 - 1,2\%$  et  $Si \leq 1,1\%$ , et possédant à l'état initial une limite d'élasticité de l'ordre 400-430 MPa. De plus, nous avons proposé d'utiliser la déformation par torsion avec un taux moyen de 20 à 25°/d, qui assure l'obtention de la classe B(A)500 de manière stable. La valeur de taux de torsion dans le cas d'utilisation des aciers TMCP est considérablement moins grande par rapport à celle utilisée antérieurement dans la pratique de fabrication de l'armature à béton. Ce fait, agissant en combinaison avec le développement d'automatisation du processus de torsion, rend l'utilisation de torsion rentable pour la production de l'acier à béton de qualité B(A)500 et, dans certains cas, A600.

Les essais de microdureté nous ont permis de révéler un écart par rapport à la théorie de torsion, proposé par A. Nadai. Ils se caractérisent, dans notre cas, par une augmentation de la microdureté au cœur des échantillons tordus et peut être expliqué par l'effet axial (nommé l'effet de Swift) de l'extension ou de la contraction.

Le traitement thermique supplémentaire, exigé par certaines normes et conformément aux particularités du processus de fabrication du béton (traitement à la vapeur du béton lors de son durcissement), conditionne le durcissement additionnel de l'acier, exprimé par l'augmentation de microdureté. Nous avons remarqué qu'après le traitement thermique l'augmentation de la microdureté au cœur de l'armature est plus forte par rapport à celle de la surface

Nous avons conclu, que l'augmentation de microdureté après le traitement thermique est liée à l'effet de vieillissement après la déformation par torsion, conditionné a priori par deux types



d'atomes : atomes de carbone et d'azote. L'augmentation de la microdureté après le vieillissement est plus significative pour les aciers plus riches en carbone (ayant un carbone équivalent plus grand).

Par ailleurs, le vieillissement plus important au cœur des échantillons d'armatures est lié probablement à l'effet axial de Swift.

Pour confirmer ces conclusions, les investigations de l'état microstructural ainsi que de l'état des contraintes seront présentées dans les chapitres qui suivent.



## CHAPITRE 2

### CARACTÉRISATION MICROSTRUCTURALE

Nous allons exposer dans ce chapitre l'ensemble des résultats obtenus au cours des observations microstructurales aux différentes échelles. Nous aborderons la caractérisation de la microstructure des aciers étudiés à l'état initial et après les différents traitements décrits dans le chapitre précédent sous l'angle de la microscopie optique, puis de la microscopie électronique à balayage.

#### 2-1 Microscopie optique

Les échantillons étudiés dans tous les états « 0 », « 1 », « 2 », « 3 » (cf. paragraphe 1-2) ont été observés au microscope optique OLYMPUS équipé de la caméra OLYMPUS DP 11 et avec différents grossissements.

Comme nous l'avons déjà indiqué ci-dessus, la microstructure des aciers étudiés est typique pour un acier peu chargé en carbone et représente grosso modo le mélange de ferrite et de perlite. Par ailleurs, la microstructure des différents échantillons n'est pas uniforme du cœur à la périphérie, car c'est le traitement thermomécanique qui provoque la formation des phases de transformation sans diffusion à la surface des armatures traitées.

Parmi les micrographies des microstructures, présentées ci-dessous sur les figures 2-1 à 2-7 nous n'avons pas présenté celles, après le traitement de vieillissement retardé, car l'état structural après ce traitement reste inchangé au niveau microscopique par rapport au vieillissement immédiat.

Les micrographies de la microstructure des coupes transversales ne sont pas présentées au profit des micrographies des coupes longitudinales, car ces dernières sont plus représentatives et donnent plus d'information sur l'influence de la déformation par torsion sur l'état microstructural des aciers étudiés.

#### *Acier Cm1kn*

La microstructure de l'acier Cm1kn est présentée sur la figure 2-1. Elle est formée de ferrite (grains clairs) et de perlite (grains noirs) plus ou moins polyédriques, constituants caractéristiques de l'état recuit dans les aciers hypoeutectoïdes. Les grains de ferrite apparaissent en gamme de couleurs de blanc à gris causée par des particularités de la caméra et par une aptitude différente à l'attaque chimique des grains (les grains sombres sont plus attaqués). La proportion de ferrite dépasse considérablement celle de perlite ce qu'est en accord avec la teneur faible en carbone de cette nuance d'acier.

On peut distinguer la zone décarburée près de la surface de l'armature, ce qui est lié avec la température élevée du laminage à chaud, ainsi qu'avec la faible teneur en carbone de l'acier.

On peut conclure, que ni la déformation à froid par torsion, ni le traitement de vieillissement ne provoquent le changement de la forme et de la taille des grains.

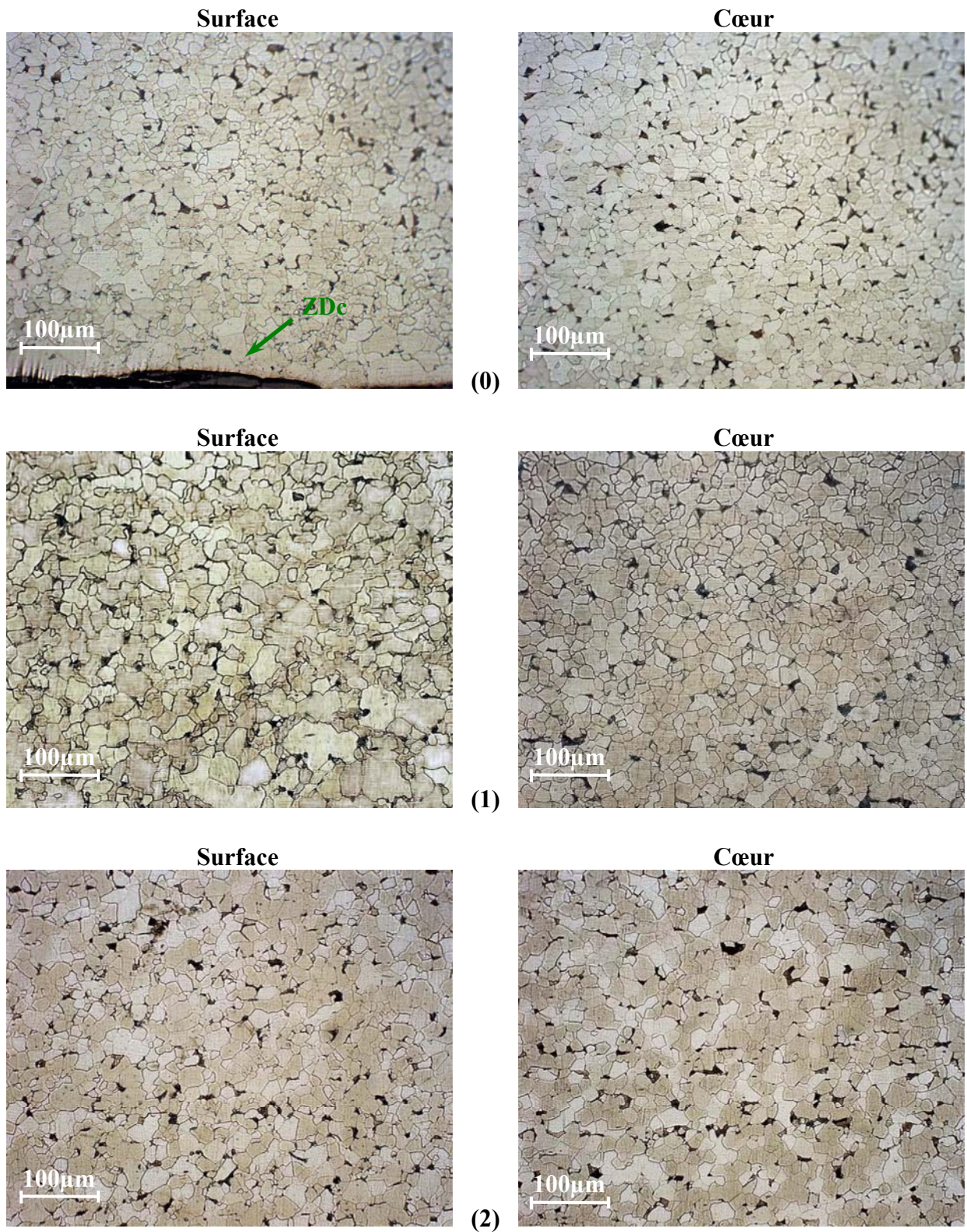


Figure 2-1 Microstructure de l'acier Ct1kn après différents traitements, d = 6,5 mm

### **Acier 08Г2С**

La microstructure de l'acier 08Г2С est présentée sur la figure 2-2.

Quant à l'armature de l'acier 08Г2С, elle a une structure aussi ferrito-perlitique mais elle est fortement hétérogène et texturée, caractérisée par des alignements de grains de perlite et de ferrite (on dit « structure en bandes ») à l'état « 0 »: les grains clairs de ferrite forment le fond et les amas de grains de ferrite sont allongés parallèlement à la direction de laminage.

D'après [113, 114, 115], il se peut, bien que dans l'ensemble les inclusions soient peu nombreuses, que la ségrégation du phosphore soit suffisante pour qu'existent des bandes décarburées dans l'acier corroyé, éventuellement centrées sur de minces filets de sulfures et résultant de l'allongement des régions interdendritiques du lingot de l'acier coulé.

Lorsque la ségrégation du phosphore n'est pas encore assez forte pour faire apparaître la texture rubanée par simple traversée du domaine  $A_3 - A_1$  du diagramme Fe-C, il est possible cependant que cette texture prenne naissance sous l'effet d'un laminage opéré dans ce domaine. Dans ce cas, la compression triaxiale, due au laminage, tend à redissoudre la ferrite dans l'austénite, la faisant momentanément disparaître des seules régions où elle est en moindre abondance, si bien que l'effet propre de la ségrégation s'en trouve accusé.

Les autres éléments ségrégés peuvent également entraîner l'apparition de la texture rubanée. Par exemple, d'après [113], neuf éléments d'alliage, parmi lesquels Mn et Si, ont tendance à la formation de la texture rubanée. Cette tendance est moindre quand la décomposition de l'austénite se fait en condition isotherme plutôt qu'en refroidissement continu.

En refroidissement continu dans le cas du traitement thermomécanique, la ferrite se trouve dans les bandes les moins riches en Mn, Cr et Ni. C'est le manganèse qui se montre le plus actif parmi ces trois éléments. Pour le silicium la disposition est inverse, mais il faut noter, que cet élément est très peu actif. De son côté, le soufre n'agit qu'en présence de Mn en appauvrissant localement la matrice de notre acier par suite de la formation du sulfure MnS.

La structure en bandes (texture rubanée) est indésirable parce qu'elle entraîne la non-équivalence des propriétés en long et en travers du produit laminé anisotrope. Elle provoque aussi un abaissement des caractéristiques mécaniques associées à la rupture ductile. Le recuit à haute température peut éliminer la texture rubanée et la température de transition fragile/ductile à l'essai de résilience reste pratiquement inchangée, quelle que soit la direction considérée [116].

Le côté positif est que la déformation par torsion, grâce à son état spécifique des contraintes, a pu parceller ces amas à la surface des échantillons et les a fait moins étendus au cœur des échantillons de l'acier 08Г2С. La microstructure des échantillons est devenue donc plus homogène.

De l'autre côté, il faut penser que certaines précautions sont nécessaires dans le cas de la coexistence de structures très différentes vis-à-vis des propriétés mécaniques (ferrite – perlite, ferrite – martensite), ayant une surface de contact très étendue.

Ce problème sera étudié ci-dessous sur les aciers 20ГС et Ст3пс.



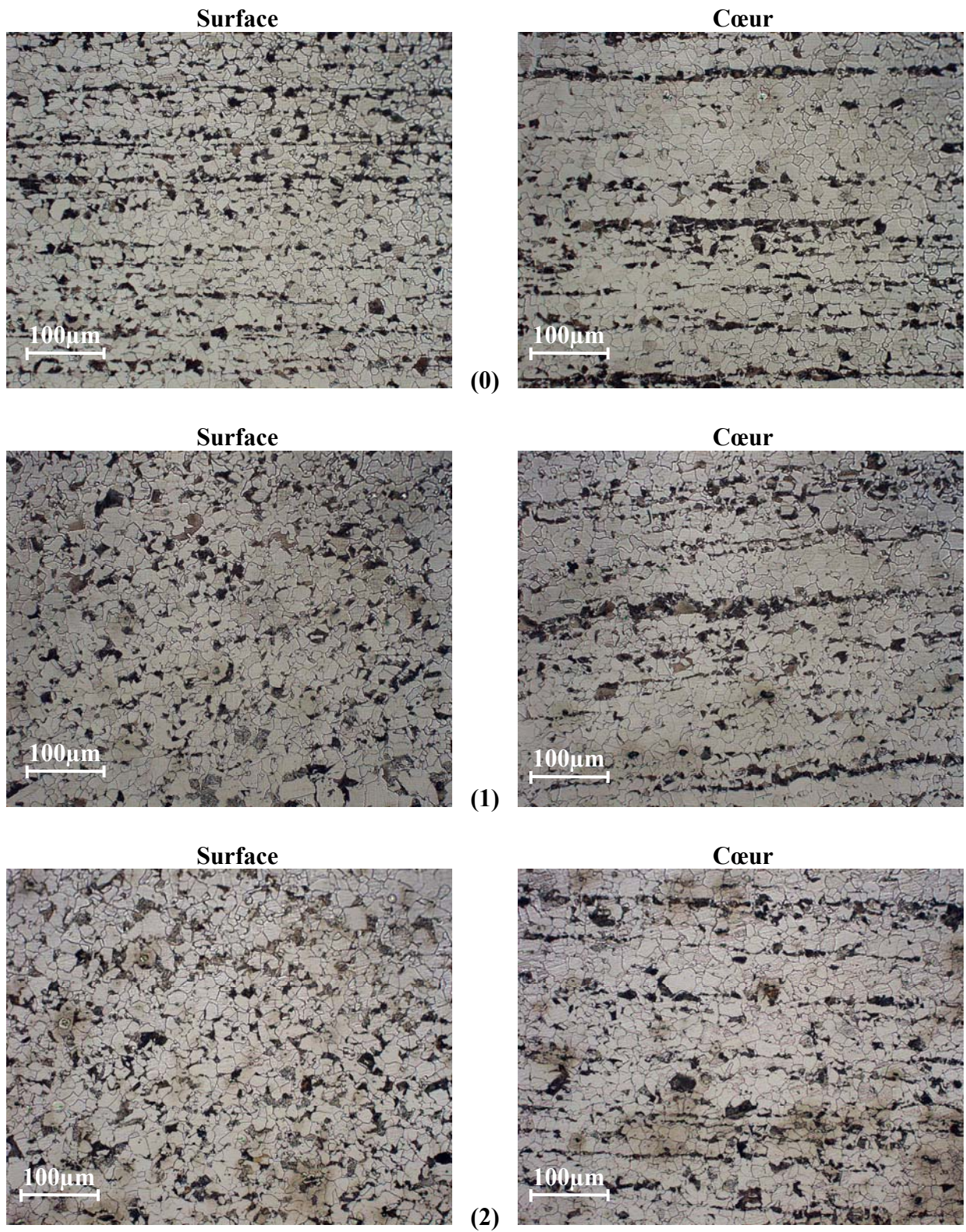


Figure 2-2 Microstructure de l'acier 08Γ2C après différents traitements, d = 6,5 mm

### **Acier 20ГC**

L'acier 20ГC est plus chargé en carbone et donc en perlite par rapport aux aciers précédents. Les grains ont une forme polyédrique qui ne change pas au cours de la déformation et du traitement thermique.

La surface des échantillons étudiés en acier 20ГC contient la martensite (M), mais il faut noter que sa répartition n'est pas uniforme et le profil des structures martensitiques superficielles est en forme de « faucille » à cause de l'hétérogénéité de refroidissement à l'eau (figure 2-3). Ce fait démontre une fois de plus les difficultés à bien refroidir une armature de petit diamètre après le laminage à chaud.

On peut noter encore, que la déformation par torsion, amenant les contraintes maximales à la surface, n'a pas entraîné cependant la formation de fissures dans la phase martensitique, ni à l'interface entre la ferrite et la martensite (figures 2-4 et 2-6).

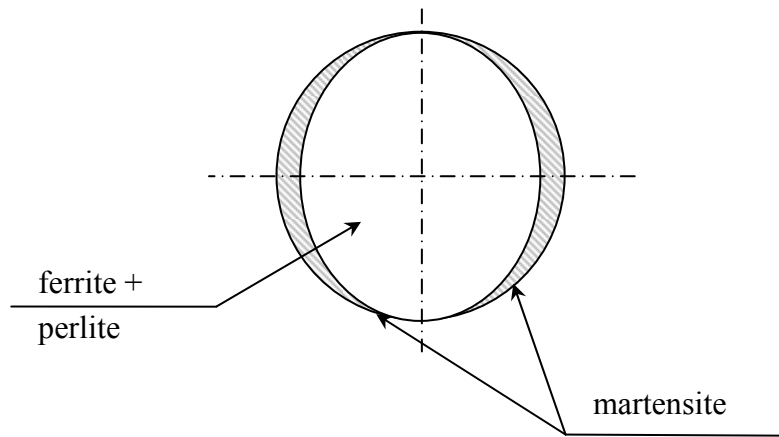


Figure 2-3 Schéma de la coupe transversale de l'acier 20GS avec le profil de martensite en forme de faucille

### **Acier Cт3nc**

Le diamètre plus considérable de l'acier Cт3nc a permis d'obtenir la microstructure la plus complexe et inhomogène par rapport aux aciers analysés ci-dessus (figure 2-5).

Les particularités de refroidissement (gradient de température selon le rayon de l'armature) lors de traitement thermomécanique provoquent la formation d'un ensemble de structures différentes de la surface au cœur de l'armature de cette nuance d'acier, à savoir :

- martensite revenue à la surface ;
- zone transitoire (ZT), se composant de la bainite supérieure en mélange avec les colonies perlitiques ;
- ferrite + perlite dans une couche, qui suit directement après la ZT (ZT+1). Cette couche se caractérise par les grains fins et allongés aléatoirement ;
- ferrite + perlite de la zone, la moins affectée par le refroidissement accéléré : les grains sont plus gros et moins allongés.

Les trois microstructures différentes restent bien liées l'une à l'autre après la déformation par torsion. De plus, la martensite à la surface de l'armature reste stable et ne contient pas de fissures après l'action des contraintes de cisaillement maximales.



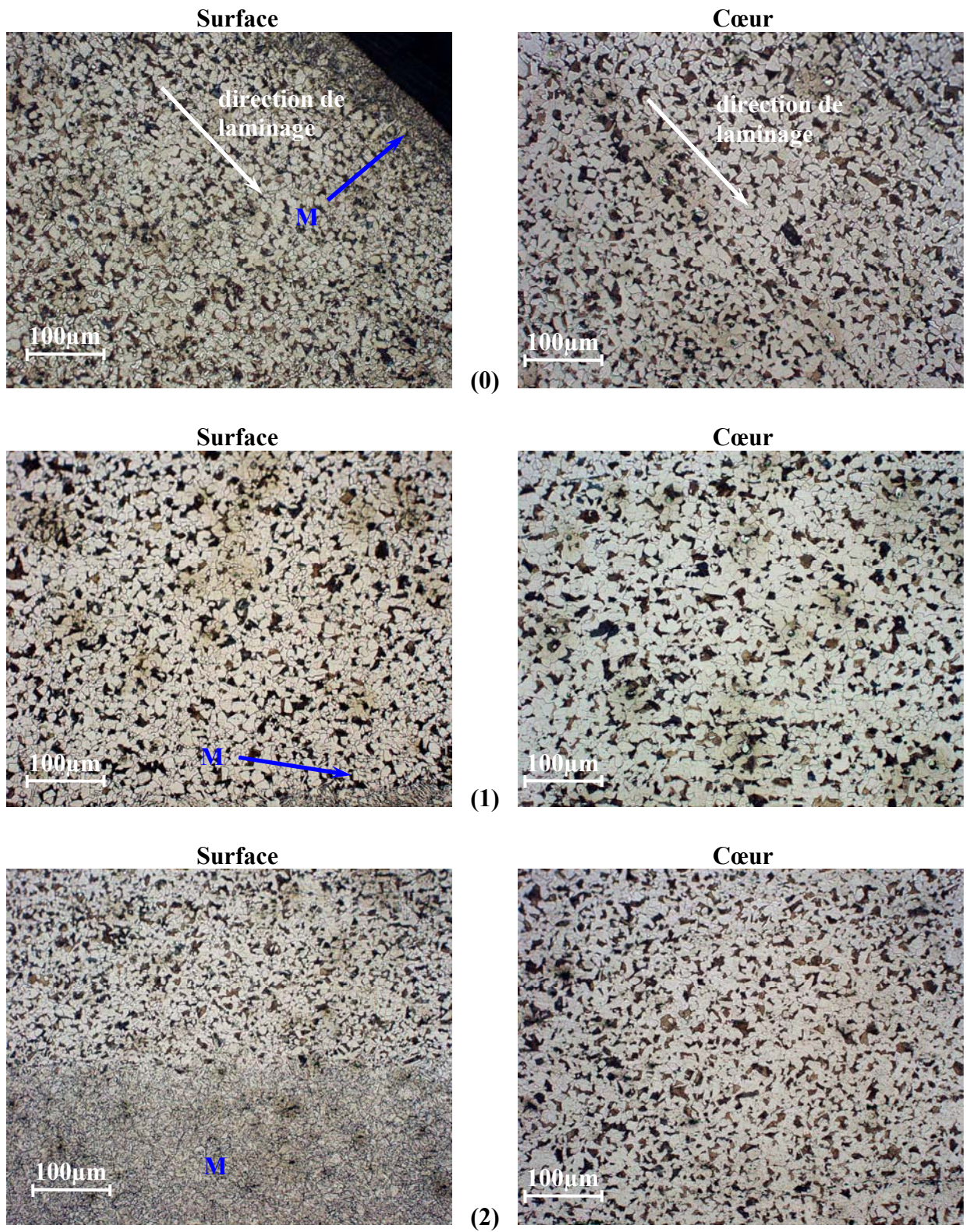


Figure 2-4 Microstructure de l'acier 20Cr après différents traitements, d = 6,5 mm



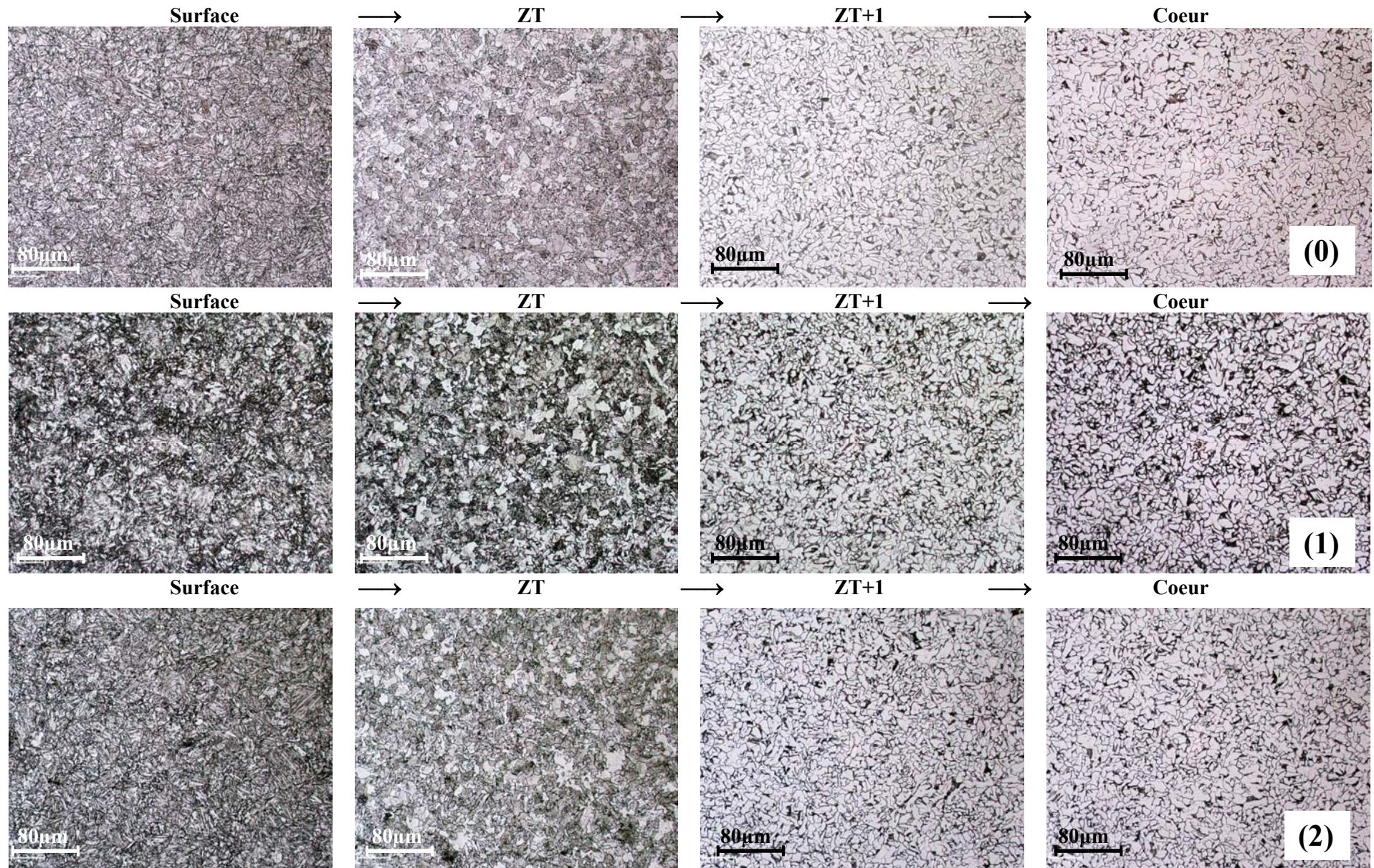


Figure 2-5 Microstructure de l'acier Cr3nc après différents traitements, d = 12 mm



Le grossissement plus important ne révèle pas aussi des défauts de discontinuité, tels que les fissures, les déchirures etc. (figure 2-6) aux surfaces des armatures d'aciers 20ГC et Cт3пс.

Ainsi, la déformation par torsion est utilisable en tant que traitement de durcissement même en présence de structures de la transformation sans diffusion (martensite, bainite) et ne génère pas de défauts incorrigibles tels que la décohésion ainsi que la fissuration de la surface de l'armature. Les essais de microscopie électronique à balayage confirment cette conclusion (voir paragraphe 2-2)

Par ailleurs, comme nous l'avons indiqué pour l'acier Cт1кп, la déformation à froid par torsion ainsi que le traitement de vieillissement ne provoquent pas le changement de la forme ni de la taille des grains des armatures des nuances d'aciers 20ГC et Cт3пс.

### ***Acier 25Г2C***

Le petit diamètre ainsi que la stabilité élevée de l'austénite sous-refroidie ont permis d'atteindre une vitesse de refroidissement très élevée pour l'armature d'acier 25Г2C (cf. figure 1-1 d, chapitre 1, partie II).

La microstructure de l'acier 25Г2C qui se forme est probablement ferrito-perlitique, mais les grains ne sont pas équiaxes (figure 2-7). Ceci peut s'expliquer par l'utilisation de vitesses de refroidissement plus élevées dans l'usine métallurgique et par conséquent à cause de l'écroissage thermique. C'est à cause de cette microstructure, que nous avons pu d'obtenir la classe de résistance plus élevée d'armature A600.

Il faut noter, que la forme spécifique ainsi que la taille transversale très petite des grains aciculaires de cette nuance d'acier n'a pas cependant permis de réaliser les filiations de microdureté, car la taille d'une empreinte d'indenteur Vickers sous la charge choisie de 25 g concernait plus qu'un constituant micrographique.

Comme dans les cas précédents, ni la déformation par torsion, ni le traitement de vieillissement ne provoquent des changements observables de la microstructure de l'acier 25Г2C.

En ce qui concerne la taille des grains des aciers étudiés, l'acier Cт1кп le moins résistant et le moins chargé en carbone, possède la taille maximale des grains, tandis que les aciers traités thermomécaniquement ont les grains plus fins. Les grains de l'acier le plus résistant 25Г2C sont les plus fins parmi tous les aciers étudiés, ce qu'est en accord qualitatif avec la loi de Hall-Petch.

Il faut encore noter, que la taille des grains change avec le gradient de la température dans la section droite des armatures, provoqué par le refroidissement accéléré, à savoir : la taille des grains est minimale près de la surface et maximale au cœur des échantillons. Ce fait est lié à l'augmentation de la vitesse de germination des nouveaux grains de ferrite et de perlite avec l'accroissement de la vitesse de refroidissement par rapport à celle de croissance des grains.

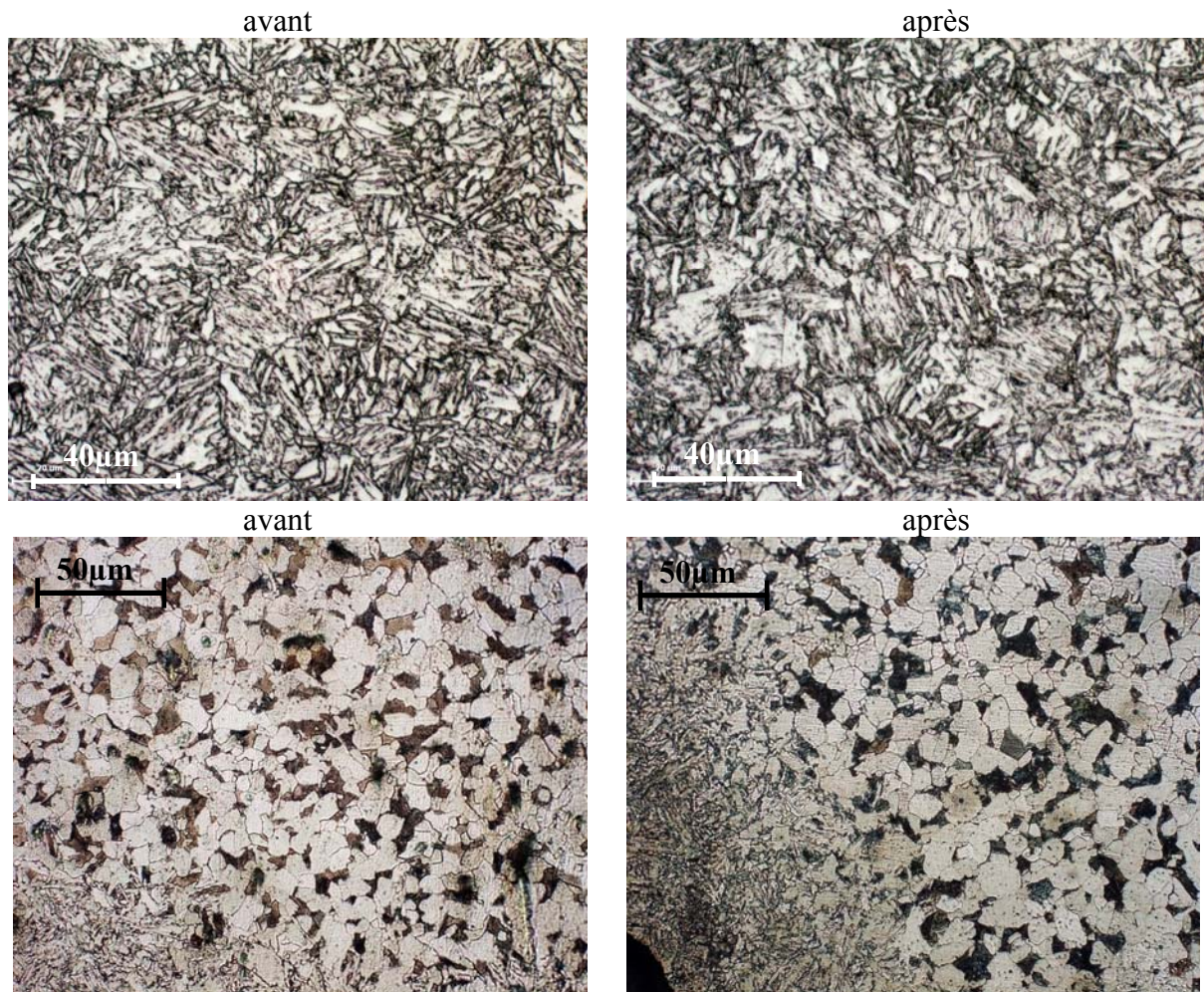


Figure 2-6 État de surface avant et après la déformation à froid par torsion :

- a) acier Cr3nc ;
- b) 20 ГС

## **2-2 Microscopie électronique à balayage**

La technique de microscopie électronique à balayage permet d'estimer plus précisément l'état de surface des échantillons étudiés avec la meilleure résolution.

### ***Imagerie par des électrons secondaires (SE)***

Nous avons utilisé ce mode pour essayer de trouver les défauts possibles, provoqués par la déformation par torsion, avec un grossissement plus important. De plus, la technique de SE nous a permis d'estimer la topographie des phases, composant la surface des échantillons traités thermomécaniquement.

Les résultats de microscopie en mode SE après attaque métallographique au nital 4% sont présentés sur les figures 2-8 et 2-9.



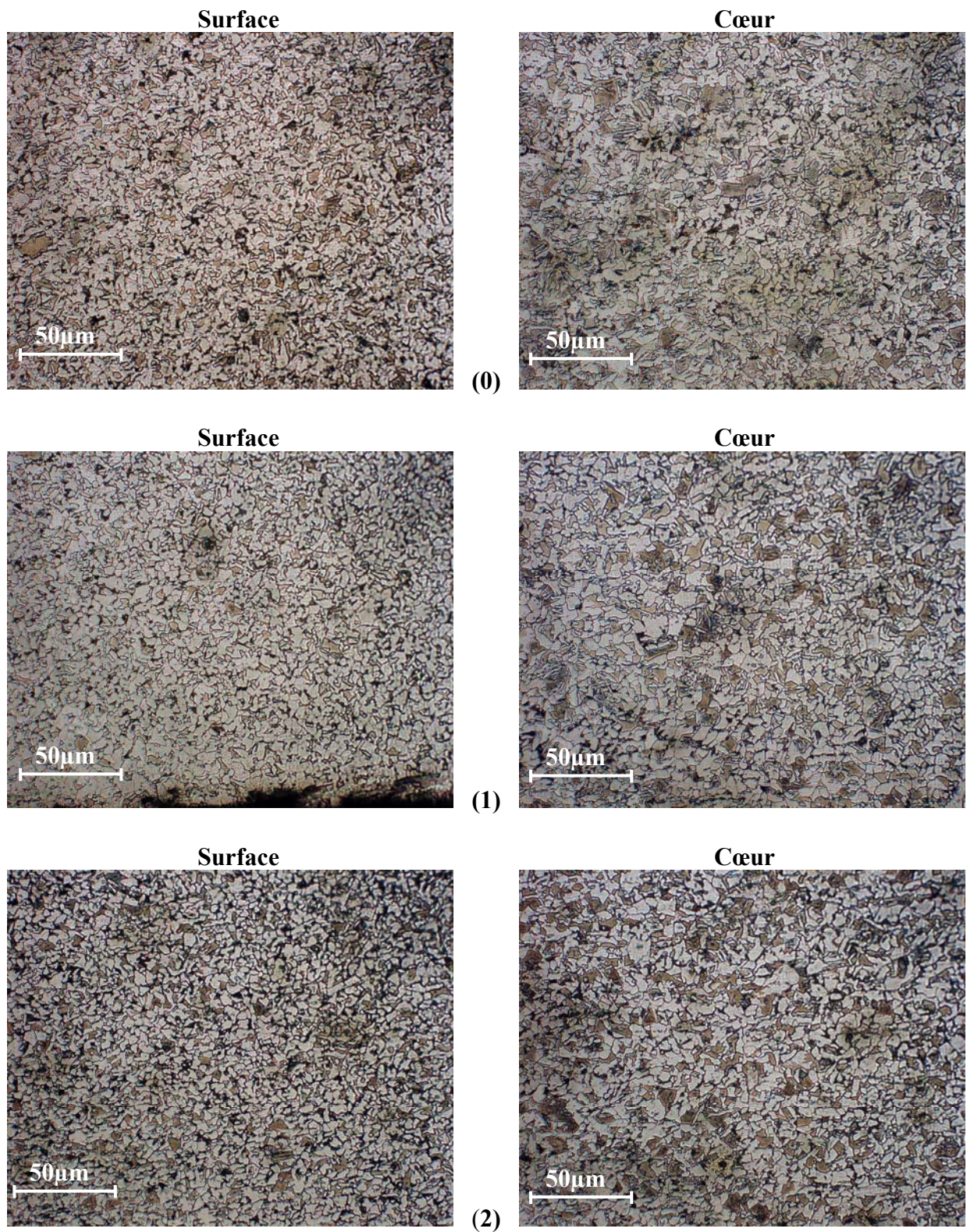


Figure 2-7 Microstructure de l'acier 25Γ2C après différents traitements, d = 5,5 mm



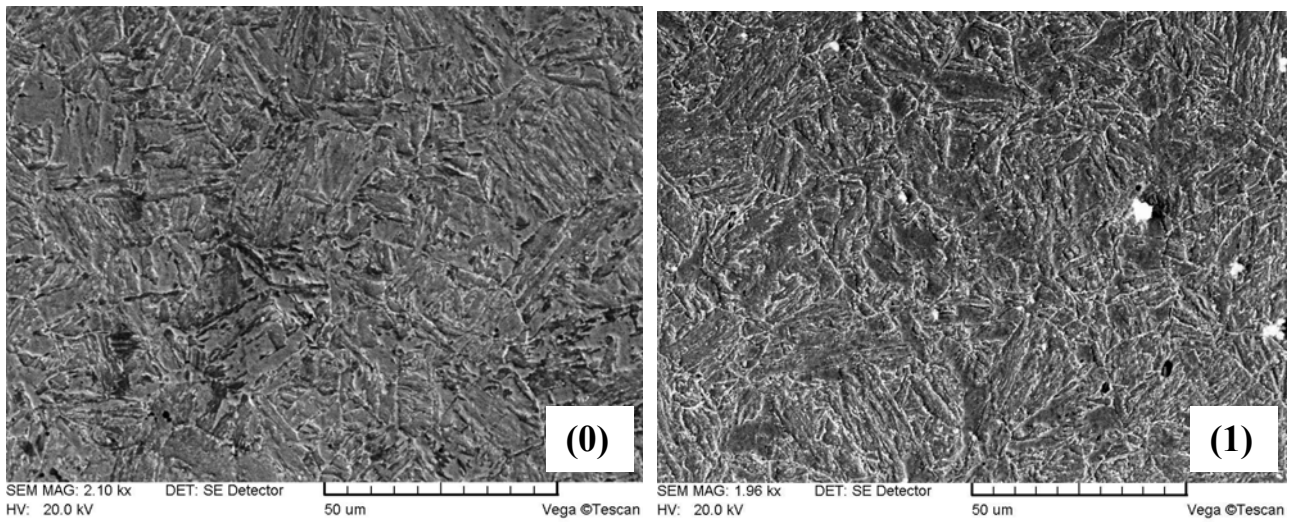


Figure 2-8 État de la surface de l'acier CТ3пс en mode SE (après attaque au nital) à l'état initial (0) et après la déformation par torsion (1)

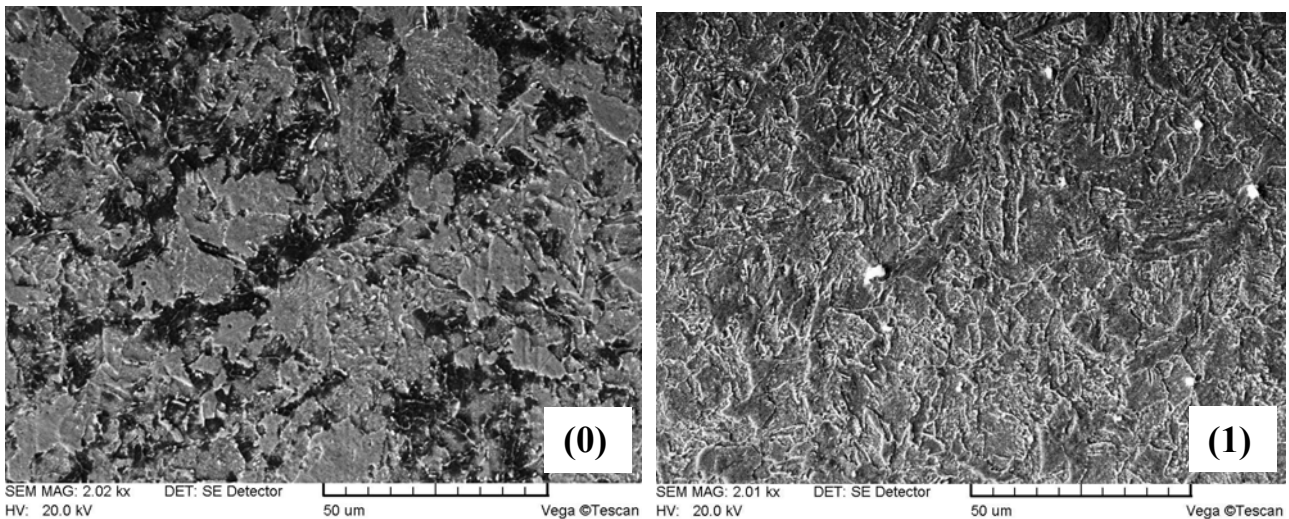


Figure 2-9 État de la zone transitoire de l'acier CТ3пс en mode SE (après attaque au nital) à l'état initial (0) et après la déformation par torsion (1)

Ainsi, la technique de MEB nous montre, que la déformation à froid par torsion ne provoque pas réellement la formation de défauts même à la surface des échantillons, où les contraintes sont maximales et donc sont plus dangereuses. De plus, nous n'observons pas des perturbations de la continuité au niveau de la zone transitoire, qui se compose vraiment de deux constituants différents, ce qui est attesté par l'aptitude différente des constituants à l'attaque chimique (profondeur différente d'emplacement de chaque constituant) ainsi que par les micrographies de cette zone en mode d'électrons rétrodiffusés (mode BSE) (figure 2-10).

### ***Imagerie par des électrons rétrodiffusés (BSE)***

Le mode d'imagerie par collection d'électrons rétrodiffusés permet une imagerie chimique globale d'une surface considérée. Les zones composées d'atomes lourds apparaissent en clair, car le coefficient de rétrodiffusion croît avec le numéro atomique des espèces, et en sombre pour les zones composées d'atomes légers.

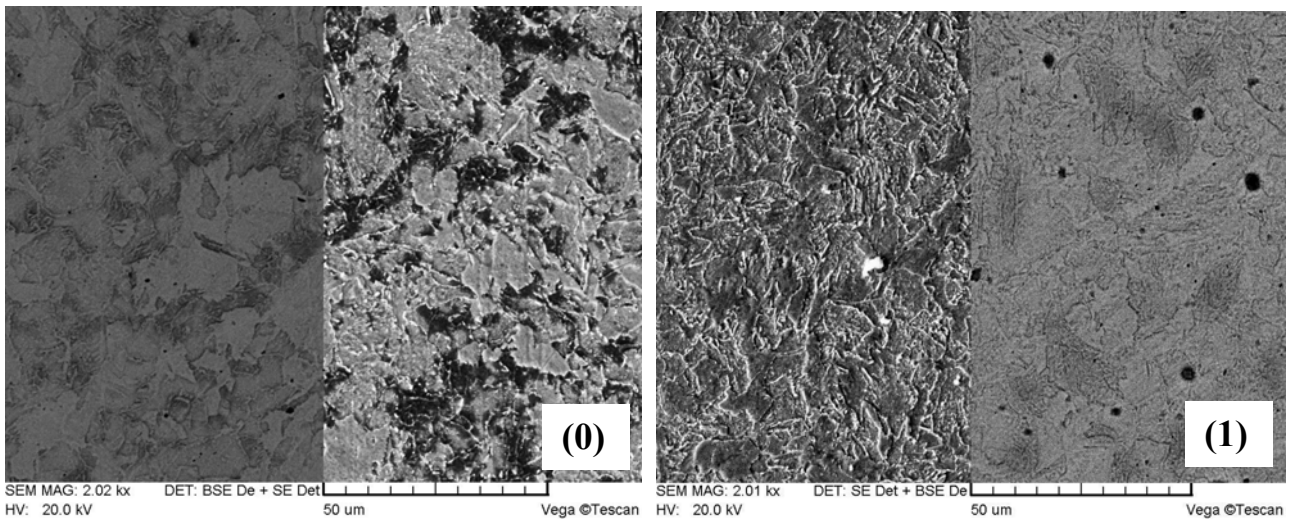


Figure 2-10 État de la zone transitoire de l'acier C73nc en mode BSE (après attaque au nital) à l'état initial (0) et après la déformation par torsion (1)

### **2-3 Conclusion**

Nous pouvons conclure que les techniques de microscopie optique et de microscopie électronique à balayage ne permettent pas de tirer une conclusion définitive sur l'influence de la déformation par torsion (à part pour l'acier 08Γ2C) ainsi que du traitement thermique de vieillissement sur les microstructures des nuances d'aciers étudiées. Elle doit être complétée donc par une analyse plus profonde à l'échelle de sous-structure de l'acier.

Toutefois, les investigations microstructurales montrent, que la déformation par torsion peut être utilisée pour rendre la microstructure plus homogène dans le cas de l'acier 08Γ2C, grâce à sa possibilité de casser la texture rubanée à la surface et de la rendre moins étendue au cœur des échantillons d'armature.

Par ailleurs, la déformation par torsion selon le régime proposé 20 – 25°/d ne provoque pas des défauts de continuité des microstructures (aciers 20ΓC et C73nc), tels que les fissures à l'interface de phases, la décohésion de la couche superficielle et peut donc être utilisée sans précautions, particulièrement pour les aciers TMCP.

## CHAPITRE 3

### CARACTÉRISATION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES

L'estimation des contraintes résiduelles au sein de l'acier est une tâche importante, car l'état des contraintes résiduelles détermine en grande partie les propriétés mécaniques de l'acier ainsi que les propriétés rhéologiques de l'armature dans l'ouvrage en béton armé. Par exemple, les contraintes négatives (de compression) assurent une résistance à la fatigue élevée des armatures, les rend moins sensibles aux charges dangereuses de traction et par conséquent permettent un fonctionnement plus long de la construction en béton armé sans perte de stabilité ou bien sans provoquer sa ruine.

Nous présenterons dans ce chapitre les résultats des mesures des contraintes résiduelles. Nous commencerons par la description des macro-contraintes du I<sup>er</sup> ordre et ensuite nous poursuivrons par la présentation des micro-contraintes du II<sup>ème</sup> ordre.

#### 3-1 Contraintes résiduelles du I<sup>er</sup> ordre

Deux nuances d'acier 20ГC et Cт3пс dans différents états (état initial, après la déformation par torsion et après l'action cumulée de la déformation et du traitement de vieillissement) ont été choisies pour suivre le changement des contraintes résiduelles du I<sup>er</sup> ordre. Il faut noter, que certaines difficultés n'ont pas permis d'estimer l'état de contraintes résiduelles après la déformation pour l'acier 20ГC. Voilà pourquoi nous ne présenterons les résultats de mesures des contraintes que dans 2 états (initial et après la déformation et le traitement de vieillissement) pour cette nuance d'acier.

Les contraintes résiduelles sont déterminées dans la phase  $\alpha$  (ferrite) des aciers étudiés, car cette phase est majoritaire dans nos aciers ce qui a été montré par les essais microstructuraux (chapitre 2). Nous avons réalisé une série d'enregistrements des pics de diffractions pour la famille de plans (211) pour différents angles  $\psi$  qui varient de  $50^\circ$  à  $-50^\circ$  avec un pas de  $5^\circ$ . Le temps de comptage pour chaque pic de diffraction était de 200 s, ce qui rend la technique d'estimation des contraintes du I<sup>er</sup> ordre très longue et constitue l'un des inconvénients majeur de cette technique.

Les courbes en  $\sin^2\psi$  pour différentes nuances d'acier sont présentées sur les figures 3-1 à 3-2 et 3-4 à 3-6. Les chiffres sur les miniatures des courbes sont les numéros de mesure qui situent la distance de la surface des échantillons : pour l'acier 20ГC – l'indice 5 correspond au centre de l'échantillon, l'indice 1 correspond à une région voisine de la surface que l'on peut estimer à 1 mm environ ; pour l'acier Cт3пс – l'indice 1 correspond au centre de l'échantillon, l'indice 9 correspond à une région voisine de la surface de l'échantillon (cf. figures 3-3 et 3-7). De cette façon, en s'appuyant sur la forme des courbes en  $\sin^2\psi$  nous pouvons conclure que l'acier 20ГC possède un état irrégulier des contraintes, à l'état initial (après le traitement thermomécanique). La pente négative des grands axes des ellipses en  $\sin^2\psi$  obtenues montre que les contraintes résiduelles du I<sup>er</sup> ordre sont des contraintes de compression. Les couches superficielles se caractérisent par la présence d'une texture, ce qui est attesté par l'aspect « en serpent » des courbes en  $\sin^2\psi$  (figure 3-1, miniatures 1 à 3).

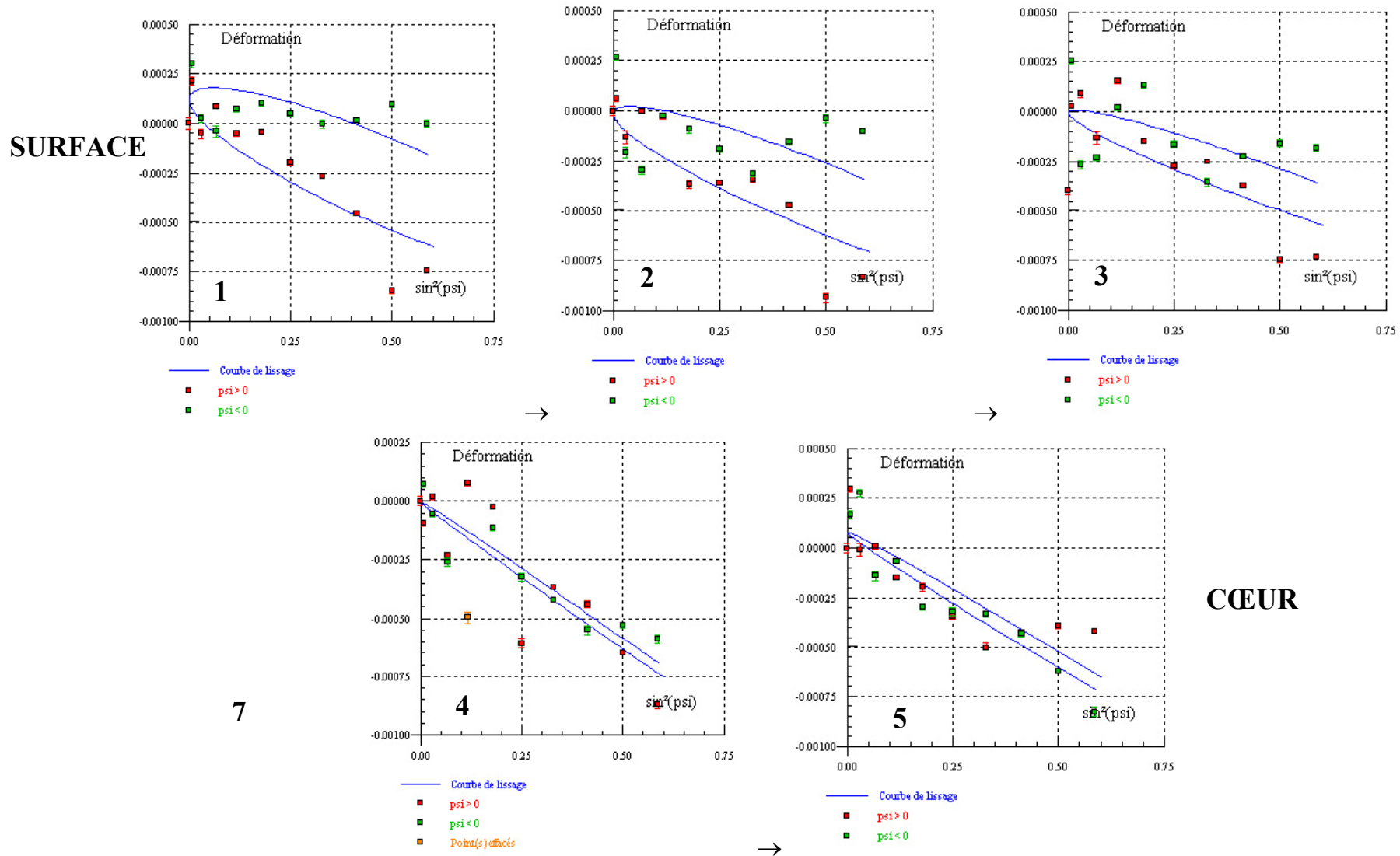


Figure 3-1 Allure des courbes (ellipses) en  $\sin^2\psi$  pour l'acier 20FC à l'état initial (0)



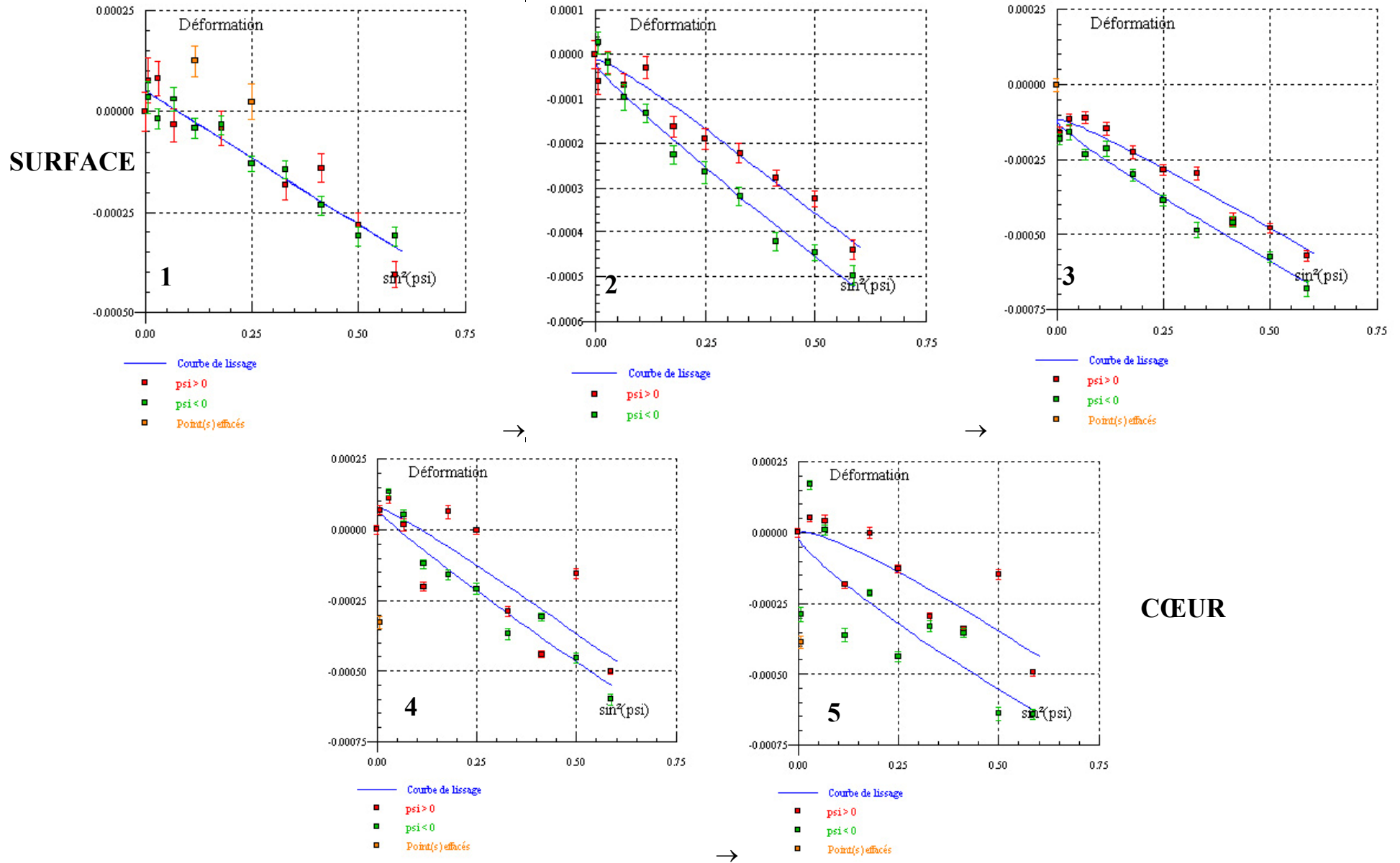


Figure 3-2 Allure des courbes (ellipses) en  $\sin^2\psi$  pour l'acier 20ΓC après déformation et traitement de vieillissement (2)

Ce comportement peut être lié aux particularités du refroidissement accéléré de l'armature de l'acier 20ΓC, qui détermine une répartition non-uniforme des produits de la transformation d'austénite sans diffusion (ou avec diffusion partielle) dans les couches superficielles.

Ensuite, en se rapprochant de l'axe de l'armature, l'état de l'acier peut être considéré comme plus homogène et macroscopiquement isotrope pour les valeurs des contraintes du 1<sup>er</sup> ordre (figure 3-1, miniatures 4 et 5).

La déformation par torsion et le traitement de vieillissement ultérieur assurent le changement d'une texture spécifique à la surface de l'armature de l'acier 20ΓC. La texture devient moins prononcée ce qui provoque le changement de forme des courbes en  $\sin^2\psi$  : l'allure des courbes se rapproche d'une ellipse ouverte idéale (figure 3-2, miniatures 1 à 3), ce qui témoigne d'une certaine homogénéisation de l'armature.

Par ailleurs, la déformation par torsion provoque l'apparition d'une texture spécifique au cœur de l'armature, car l'allure régulière des courbes en  $\sin^2\psi$  devient perturbée et la forme des courbes prend l'aspect serpenté (figure 3-2, miniatures 4 et 5).

Le traitement thermomécanique précédent assure un niveau assez élevé des contraintes négatives qui sont en hausse de la surface vers le cœur de l'armature. Cette répartition des contraintes est logique, car la transformation martensitique se produit avec augmentation de volume [117] et provoque ainsi l'apparition des contraintes de compression au cœur de l'armature de l'acier 20ΓC traitée thermomécaniquement.

La déformation par torsion et le traitement de vieillissement ultérieur sont évidemment à l'origine de contraintes de traction (contraintes positives), ce qui conduit à l'abaissement des contraintes de compression (contraintes négatives) à la surface ainsi qu'au cœur de l'armature. Toutefois, les contraintes résiduelles restent négatives ce qui est favorable pour une armature au sein d'un ouvrage réel en béton armé.

Il faut noter, que les valeurs des contraintes calculées par le logiciel (figures 3-3 et 3-7) sont à considérer avec précautions quantitativement, compte tenu de la forme en serpent des courbes en  $\sin^2\psi$ , et que d'autre part, nous n'avons pas été en mesure d'estimer les contraintes sous la surface qui ne peuvent être que de traction, de façon à équilibrer les contraintes de compression du cœur.

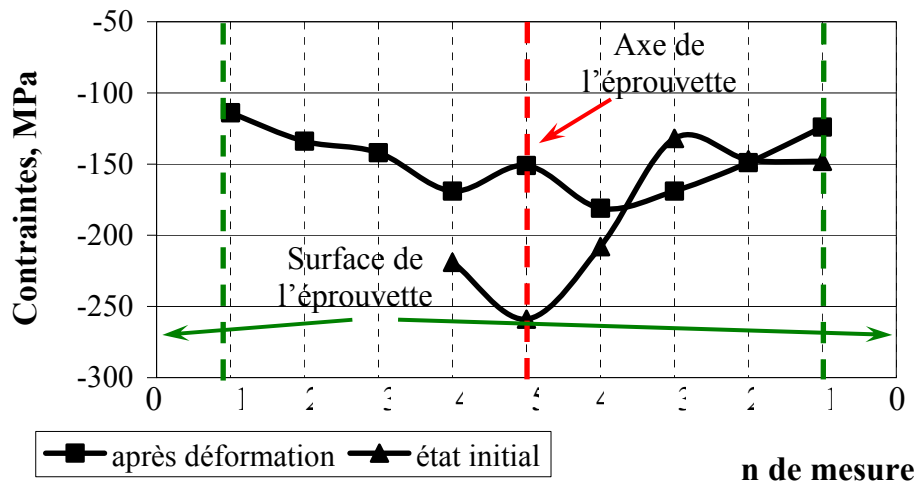


Figure 3-3 État de contraintes de l'acier 20ΓC à l'état initial et après la déformation par torsion

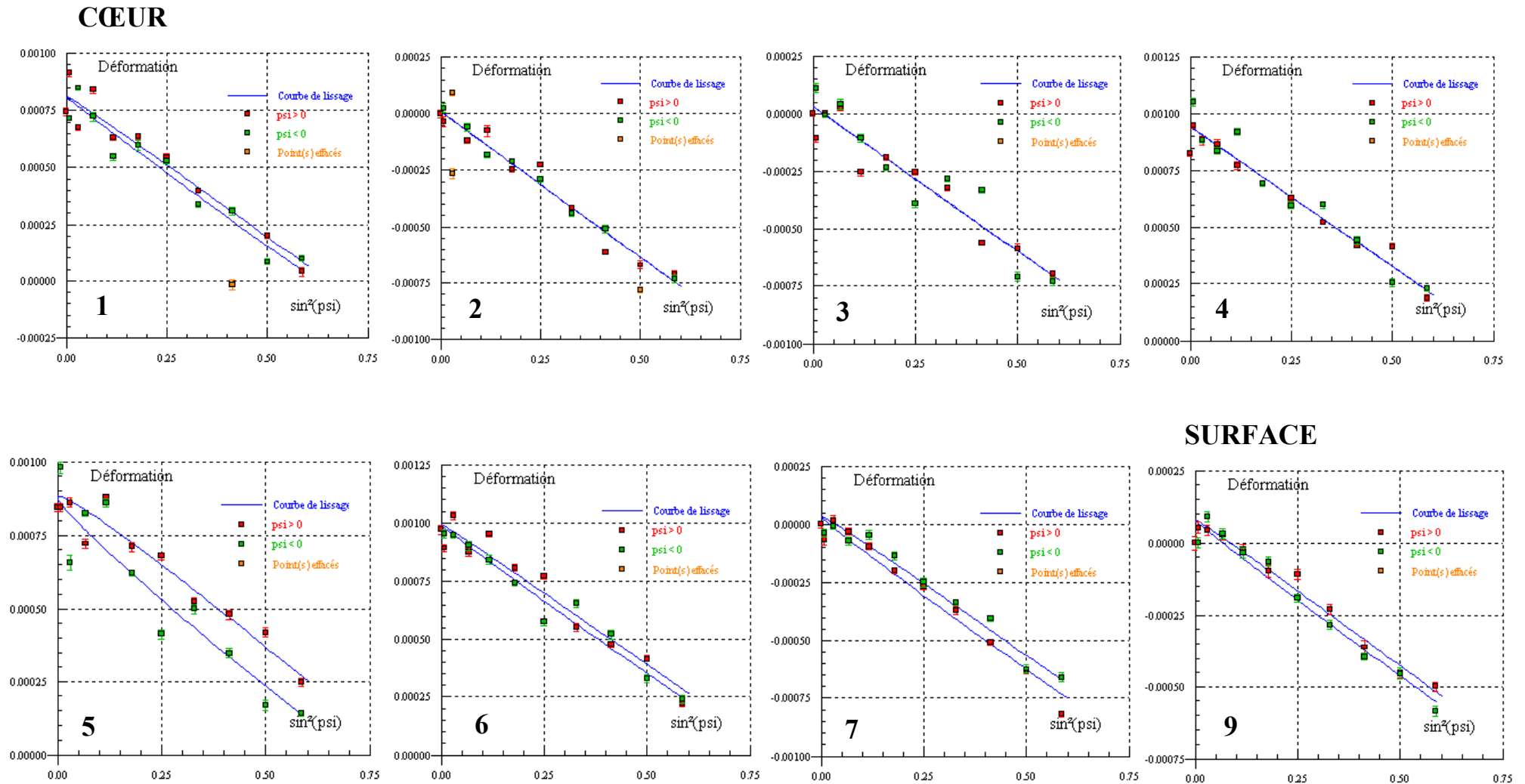


Figure 3-4 Allure des courbes (ellipses) en  $\sin^2\psi$  pour l'acier Cr3nc à l'état initial (0)

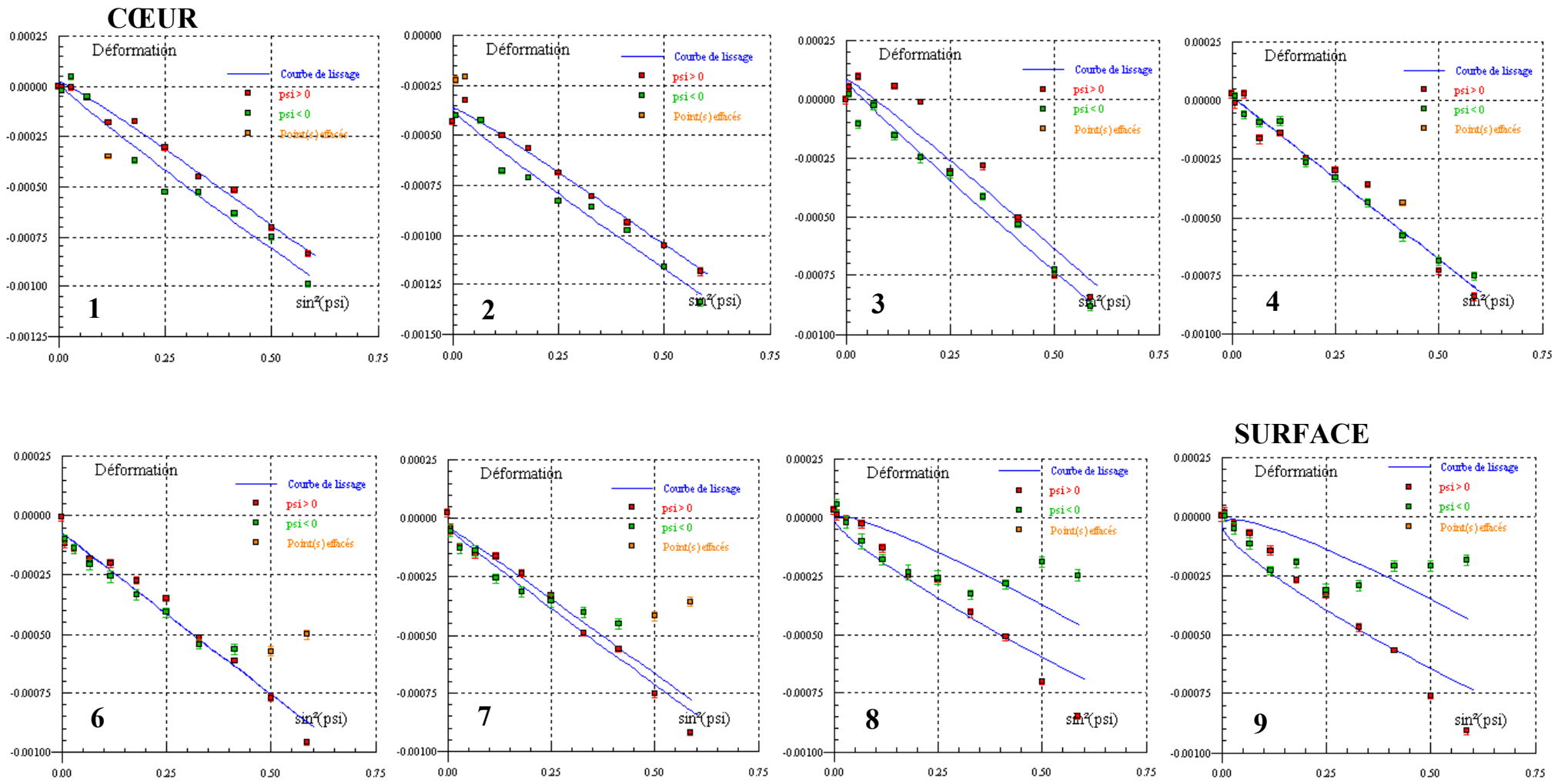


Figure 3-5 Allure des courbes (ellipses) en  $\sin^2\psi$  pour l'acier Ct3pc après déformation par torsion (1)

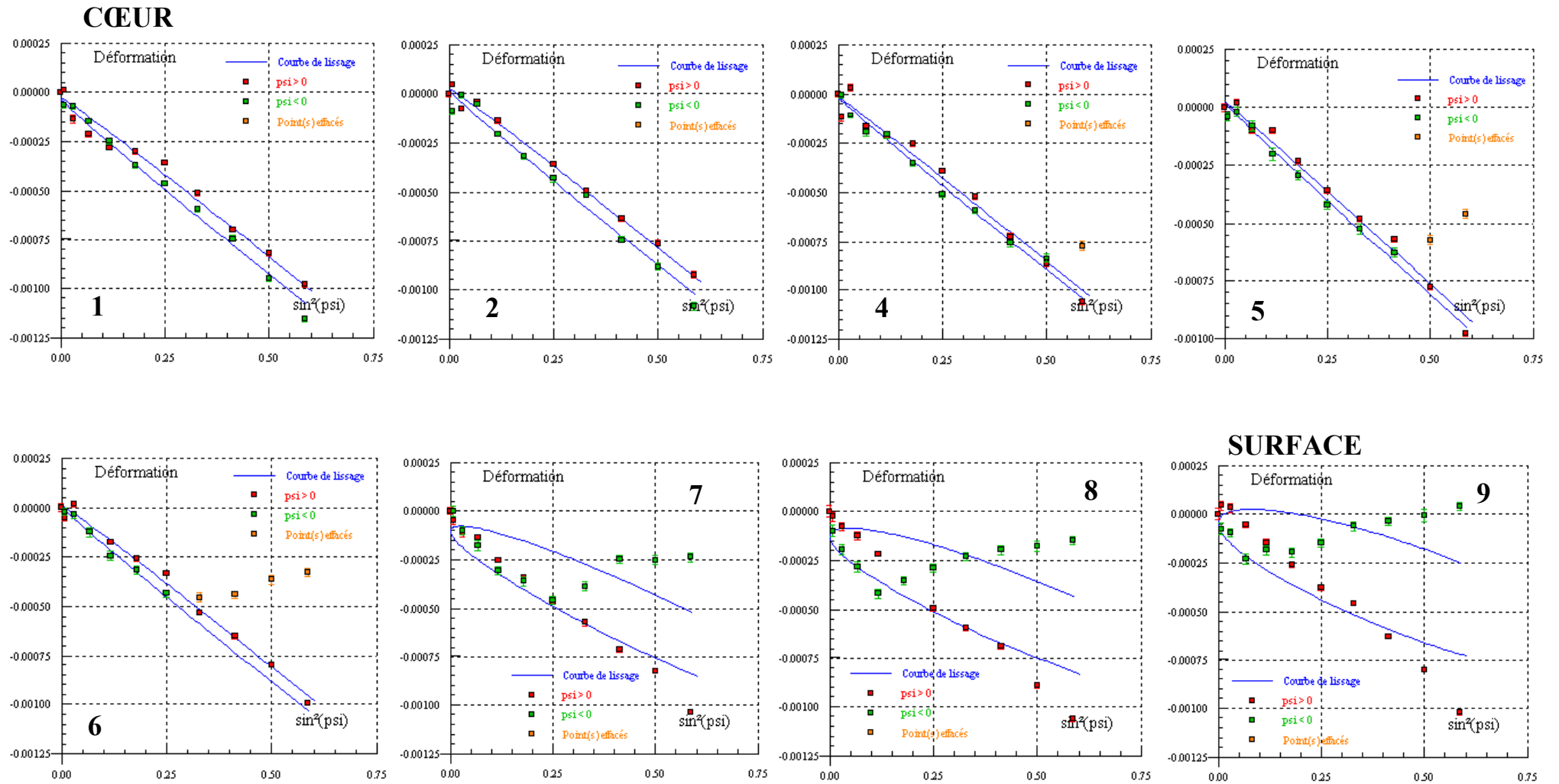


Figure 3-6 Allure des courbes (ellipses) en  $\sin^2\psi$  pour l'acier Cт3пс après déformation et traitement de vieillissement (2)

Ainsi, les contraintes résiduelles du I<sup>er</sup> ordre sont sensibles au changement d'état des contraintes et de la texture dans l'échantillon étudié et elles peuvent donc être utilisées pour mettre en évidence l'effet axial dans le cas de l'acier 20ГC.

De plus, il faut noter, que la déformation par torsion selon le régime 20-25°/d combiné avec le traitement de vieillissement rendent l'armature de l'acier 20ГC plus homogène selon les valeurs des contraintes résiduelles du I<sup>er</sup> ordre, comme c'était déjà le cas lors de l'étude en microdureté.

L'état microstructural spécifique de l'armature de l'acier CТ3пс (voir chapitre 2), lié à la vitesse élevée de refroidissement lors du traitement thermomécanique, ainsi que le diamètre plus grand par rapport à celui de l'acier 20ГC assurent l'état des contraintes résiduelles du I<sup>er</sup> ordre différent de l'acier 20ГC.

Ainsi, l'armature de l'acier CТ3пс se caractérise par la répartition homogène des contraintes à l'état initial conformément à la forme des courbes en  $\sin^2\psi$  (figure 3-4). Cela peut être confirmé aussi par les résultats du calcul des contraintes résiduelles, présentés sur la figure 3-7.

Il faut, cependant, noter que les valeurs absolues des contraintes résiduelles au cœur de l'éprouvette sont plus grandes par rapport à celles de surface, ce qu'est en accord avec l'acier 20ГC. La différence des valeurs des contraintes résiduelles entre la surface et les couches axiales est pourtant moins importante, ce qui peut être expliqué par la valeur du diamètre plus élevé de l'acier CТ3пс ( $d_{(C\tau 3пс)} = 12$  mm contre  $d_{(20ГC)} = 6,5$ mm) et, par conséquent, par la dissipation des contraintes de compression provoquée par la transformation martensitique. De plus, la zone transitoire peut jouer le rôle d'un « tampon » qui absorbe les contraintes négatives issues de la transformation martensitique dans la surface de l'armature.

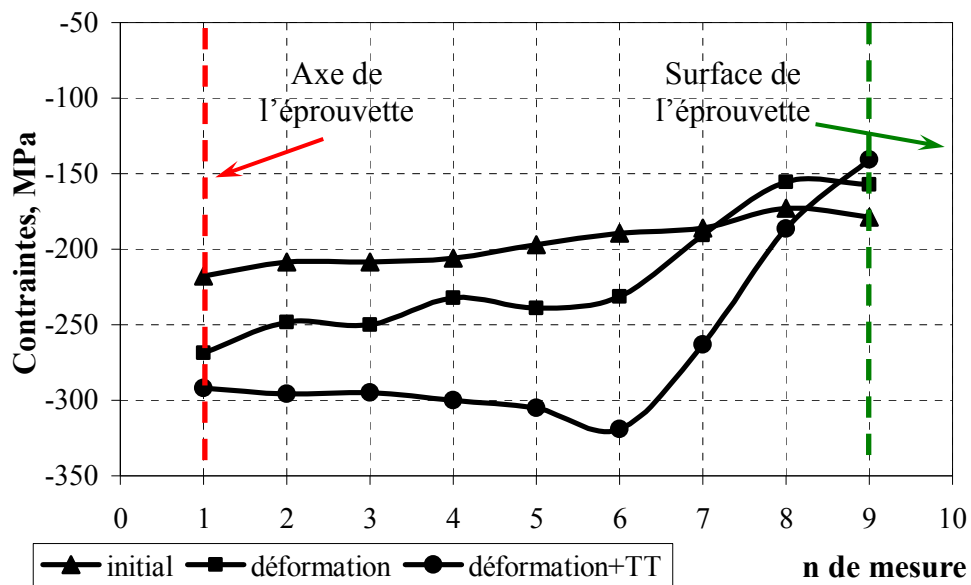


Figure 3-7 Etat de contraintes de l'acier CТ3пс à l'état initial, après déformation par torsion et après déformation suivie du traitement de vieillissement

La déformation par torsion selon le régime proposé ne provoque pas la détérioration de l'état isotrope des contraintes au cœur de l'armature (figure 3-5, miniatures 1 à 6), mais la présence des structures formées sans diffusion tout autour ainsi que les contraintes de cisaillement actives

maximales à la surface déterminent une perturbation « en marche » des courbes en  $\sin^2\psi$ , surtout pour les valeurs négatives de  $\psi$  (figure 3-5, miniatures 7 à 9).

De cette façon, l'armature après déformation se caractérise par un fort gradient des contraintes en profondeur d'une phase martensitique. L'allure d'une courbe de répartition des contraintes résiduelles après la mesure 6 confirme cette observation (figure 3-6).

Le traitement thermique de vieillissement fait accroître le gradient des contraintes près de la surface de l'armature, les branches d'ellipses s'éloignent plus l'un de l'autre (figure 3-6, miniatures 7 à 9). Ce fait est aussi confirmé sur la figure 3-7.

Le calcul des contraintes résiduelles du I<sup>er</sup> ordre pour une armature en acier Cт3пс montre que les contraintes restent négatives pour les trois états considérés (figure 3-7), ce qui rend l'armature plus stable au sein d'un ouvrage en béton armé. Néanmoins, la déformation par torsion suivi d'un traitement de vieillissement renforce les contraintes de compression. L'accroissement des contraintes négatives est maximal dans les régions proches de l'axe de l'armature et il s'abaisse se rapprochant de sa surface. Par ailleurs, la déformation par torsion fait apparaître des contraintes de traction dans les couches superficielles, ce qui provoque la diminution des contraintes de compression par analogie avec l'acier 20ГC.

Ainsi, la présence d'un effet axial est confirmée pour l'armature de l'acier Cт3пс.

**En résumé**, nous pouvons noter, que les résultats des mesures des contraintes résiduelles du I<sup>er</sup> ordre permettent de tirer les conclusions suivantes :

- les aciers étudiés se caractérisent par la présence de contraintes résiduelles majoritairement de compression à l'état initial ainsi qu'après la déformation par torsion et le traitement de vieillissement ;
- la déformation par torsion crée des contraintes actives de traction qui déterminent l'augmentation du niveau des contraintes résiduelles à la surface des armatures ;
- la déformation par torsion et le traitement de vieillissement ultérieur provoquent un effet axial, la direction d'action duquel dépend de l'état microstructural ainsi que de la texture spécifique, existant dans l'armature avant et après le traitement de déformation.

### **3-2 Contraintes résiduelles du II<sup>ème</sup> ordre**

Les résultats d'estimation des contraintes résiduelles du I<sup>er</sup> ordre doivent être complétés par l'étude des microdéformations (distorsions) du réseau cristallin, provoquées par les contraintes du II<sup>ème</sup> ordre pour avoir une vision intégrale sur l'état des contraintes agissant au sein de l'armature.

Nous avons choisi pour cette étude deux nuances d'acier : 20ГC et Cт3пс. Pour l'interprétation plus facile des résultats obtenus, nous avons décidé d'exclure de l'examen les phases de transformation martensitique et bainitique. Ce type de phases (composantes martensitique et bainitique) forme un anneau fermé tout autour de la partie ferrito-perlitiques d'échantillon d'acier Cт3пс, voilà pourquoi nous avons préparé des échantillons de même nuance d'acier qui avait à la surface une structure ferrito-perlitique. Ce fait a conditionné les valeurs plus faibles de la limite d'élasticité (de l'ordre de 450 MPa) après déformation, mais il a permis d'estimer l'influence de la

déformation par torsion sur le niveau des microcontraintes pour cette nuance d'acier (cette composition chimique).

L'enregistrement et la détermination des paramètres de profils des raies 110 et 220 ont été effectués à l'aide de deux diffractomètres : Rigaku Geigerflex et ДРОН-3. L'utilisation d'appareils différents pour les mêmes échantillons (il s'agit de l'acier 20ГC), des erreurs de diffractométrie et de mesure des élargissements des raies d'étalon et des échantillons étudiés (surtout pour une raie 110), ainsi que les différentes valeurs des constantes utilisées dans le calcul d'après différents auteurs sont à l'origine de la dispersion quantitative des résultats obtenus. Ainsi, certaines précautions doivent être prises lors de l'estimation des résultats de diffraction X, par suite il faut donc mieux les considérer du point de vue qualitatif.

Il faut noter que nous avons refusé l'utilisation des étalons de type (a) (figure 2-18, chapitre 2, partie II), pour la poudre de fer sur un support en plexiglass lors d'étalonnage de nos essais. L'utilisation de plexiglass, qui est un matériau amorphe, a conduit à l'augmentation considérable du bruit de fond pour des petits angles  $\theta$  et par conséquent à des imprécisions plus importantes lors de mesure des élargissements des raies 110. Nous avons donc décidé d'utiliser, en tant qu'étalon, une poudre de fer après agglomération et recuit de longue durée sous vide, ce qui nous a permis d'éliminer toutes les contraintes possibles au sein d'échantillon et d'augmenter au maximum la taille des domaines cohérents de diffraction (DCD). Cette procédure et ce type d'étalon nous ont permis d'atteindre des élargissements minimaux qui ne sont liés qu'aux facteurs instrumentaux (figure 3-8, étalon numéro 7)

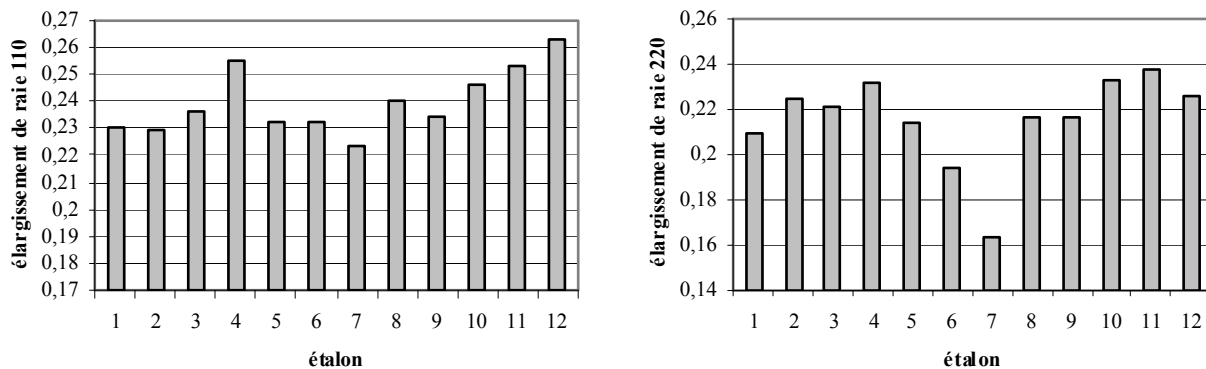


Figure 3-8 Élargissements des raies 110 et 220 des échantillons-étalon

Pour notre étude nous avons choisi les échantillons après les traitements différents, à savoir :

- état initial (après le TMCP) (0);
- déformation par torsion selon le régime proposé (1);
- torsion et le traitement de vieillissement (2);
- combinaison de la torsion et de la flexion (1+F);
- combinaison de la torsion, la flexion et le traitement de vieillissement (1+FF+TT).

Les résultats de mesure des élargissements des raies 110 et 220 ainsi que les résultats de calcul des élargissements physiques des raies, des tailles de DCD et des distorsions du réseau



cristallin, selon la méthode décrite dans le paragraphe 2-3.2.2.2 (chapitre 2, partie II), sont présentés dans les tableaux 3-1 à 3-3.

Les résultats obtenus seront présentés séparément pour chaque diffractomètre utilisé.

### ***Acier 20ГC (Rigaku Geigerflex)***

Nous avons utilisé les valeurs suivantes des élargissements des raies 110 et 220 d'échantillon-étalon après l'introduction de la correction de non-monochromaticité du rayonnement :  $b_{110} = 0,1630$ ;  $b_{220} = 0,1677$ . Ensuite, nous avons calculé les valeurs d'élargissement physique  $\beta$  pour les raies 110 et 220, en utilisant la formule II-21, à l'aide de laquelle nous avons estimé la contribution des distorsions du réseau cristallin  $\Delta a/a$  et des DCD à l'élargissement

conformément à l'inéquation 
$$\frac{\cos \theta_{110}}{\cos \theta_{220}} < \frac{\beta_{220}}{\beta_{110}} < \frac{\text{tg} \theta_{220}}{\text{tg} \theta_{110}}.$$

Les résultats du calcul des rapports  $\beta_{220}/\beta_{110}$  dépassent la limite supérieure de l'inéquation présentée ci-dessus ( $\text{tg}_{220}/\text{tg}_{110} = 2,847$ ), ce qui indique, que l'élargissement des raies de diffraction ne dépend pas de la petite taille des DCD pour tous les types de traitements appliqués. Ainsi, nous pouvons reconnaître que, dans le cas considéré, les élargissements des raies 110 et 220 ne sont liés qu'aux distorsions du réseau cristallin et, par conséquent, aux contraintes résiduelles du II<sup>ème</sup> ordre. Il faut cependant noter, que le dépassement considérable du rapport  $\text{tg}_{220}/\text{tg}_{110}$  entraîne une surestimation des microdéformations du réseau (micro-contraintes) et réduit donc la précision de la méthode d'approximation. Le dépassement des limites de changement  $\beta_{220}/\beta_{110}$  est lié en premier lieu au degré de précision instrumental insuffisant pour les raies de faibles indices de Miller (110 dans notre cas), car l'élargissement intégral FWHM de l'échantillon diffère peu de l'élargissement de l'étalon.

Cette conclusion peut être prouvée par les résultats, obtenus à l'aide du diffractomètre ДРОН-3, selon lesquels les DCD influencent désormais les élargissements des raies de diffraction en combinaison avec les distorsions du réseau.

Le changement de  $\Delta a/a$  en fonction du traitement appliqué pour l'acier 20ГC est présenté sur la figure 3-9. Il faut noter, que certaines difficultés techniques n'ont pas permis d'enregistrer les diffractogrammes de la surface des échantillons après les traitements 1+F и 1+F+TT.

Traite ment	FWHM, degrés				β, rad				β220/β110		m1, rad		n2, rad		Δa/a		D, A	
	110		220		110		220											
	surface	cœur	surface	cœur	surface	cœur	surface	cœur	surface	cœur	surface	cœur	surface	cœur	surface	cœur	surface	cœur
<b>0</b>	3,25E-01	3,07E-01	3,54E-01	2,96E-01	1,66E-03	1,26E-03	3,47E-03	2,39E-03	2,097	1,904	1,04E-03	9,56E-04	2,31E-03	1,30E-03	4,94E-04	2,78E-04	1,50E+03	1,64E+03
<b>1</b>	2,84E-01	2,79E-01	4,50E-01	3,29E-01	6,83E-04	5,37E-04	5,19E-03	3,01E-03	7,590	5,604					1,11E-03	6,43E-04		
<b>2</b>	3,91E-01	2,91E-01	5,51E-01	2,71E-01	2,96E-03	8,88E-04	6,98E-03	1,93E-03	2,356	2,176	1,27E-03	5,07E-04	5,58E-03	1,37E-03	1,19E-03	2,93E-04	1,23E+03	3,09E+03
<b>1+F</b>	2,71E-01	2,86E-01	4,14E-01	3,31E-01	2,00E-04	7,43E-04	4,54E-03	3,04E-03	22,726	4,088					9,71E-04	6,49E-04		
<b>1+F+TT</b>	2,97E-01	2,77E-01	4,83E-01	3,29E-01	1,03E-03	4,86E-04	5,78E-03	3,01E-03	5,614	6,189					1,23E-03	6,42E-04		

Tableau 3-1 Récapitulatif d'analyse des microdéformations du réseau cristallin et de la taille des DCD de l'acier 20ГC en fonction de traitement (ДРОН-3)

Traitement	FWHM, degrés				β, rad				β220/β110		Δa/a	
	110		220		110		220					
	surface	cœur	surface	cœur	surface	cœur	surface	cœur	surface	cœur	surface	cœur
<b>0</b>	1,87E-01	1,85E-01	2,70E-01	2,64E-01	7,91E-04	7,51E-04	2,34E-03	2,23E-03	2,954	2,973	4,99E-04	4,77E-04
<b>1</b>	2,01E-01	2,23E-01	4,84E-01	4,49E-01	1,10E-03	1,54E-03	6,17E-03	5,56E-03	5,610	3,615	1,32E-03	1,19E-03
<b>2</b>	2,24E-01	1,82E-01	5,08E-01	2,52E-01	1,55E-03	6,71E-04	6,61E-03	2,01E-03	4,260	3,001	1,41E-03	4,31E-04
<b>1+F</b>		2,04E-01		3,35E-01		1,16E-03		3,53E-03		3,043		7,54E-04
<b>1+F+TT</b>		1,78E-01		2,57E-01		5,75E-04		2,10E-03		3,655		4,49E-04

Tableau 3-2 Récapitulatif d'analyse des microdéformations du réseau cristallin et de la taille des DCD de l'acier 20ГC en fonction de traitement (Rigaku)

Traite ment	FWHM, degrés				β, rad				β220/β110		m1, rad		n2, rad		Δa/a		D, A
	110		220		110		220										
	surface	cœur	surface	cœur	surface	cœur	surface	cœur	surface	cœur	surface	cœur	surface	cœur	surface	cœur	
<b>0</b>	1,91E-01	1,97E-01	3,08E-01	3,18E-01	8,78E-04	1,02E-03	3,03E-03	3,22E-03	3,452	3,166					6,48E-04	6,89E-04	
<b>1</b>	2,24E-01	2,10E-01	4,44E-01	3,33E-01	1,55E-03	1,28E-03	5,46E-03	3,50E-03	3,525	2,724	1,46E-04	3,34E-03	1,17E-03	7,14E-04	1,07E+04		
<b>2</b>	1,79E-01	1,69E-01	3,49E-01	2,40E-01	5,94E-04	3,32E-04	3,78E-03	1,79E-03	6,364	5,390					8,08E-04	3,82E-04	
<b>1+F</b>	1,80E-01	1,71E-01	3,66E-01	2,23E-01	6,35E-04	3,90E-04	4,07E-03	1,45E-03	6,416	3,702					8,71E-04	3,09E-04	
<b>1+F+TT</b>	1,75E-01	1,80E-01	2,97E-01	2,41E-01	5,13E-04	6,28E-04	2,84E-03	1,79E-03	5,541	2,851					6,07E-04	3,83E-04	

Tableau 3-3 Récapitulatif d'analyse des microdéformations du réseau cristallin et de la taille des DCD de l'acier Cr3Mn en fonction de traitement (Rigaku)

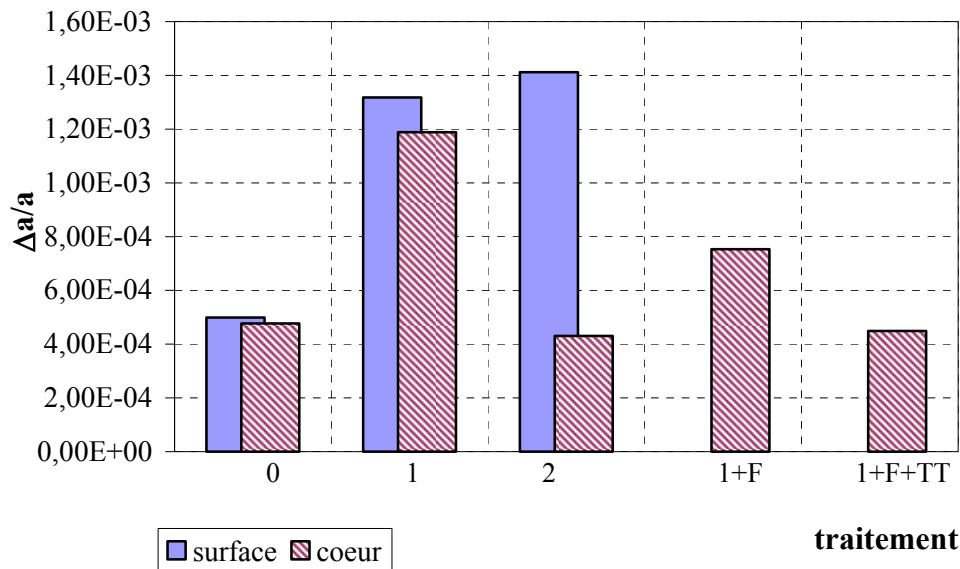


Figure 3-9 Changement de microdéformation du réseau cristallin à la surface et au cœur d'armature de l'acier 20ГC en fonction du traitement appliqué (diffractomètre Rigaku Geigerflex)

Ainsi, on peut remarquer que les contraintes du II<sup>ème</sup> ordre déterminant les distorsions du réseau cristallin des échantillons étudiés ne sont pas nulles à l'état initial (après le traitement thermomécanique). Les valeurs de  $\Delta a/a$  pour la surface et le cœur de l'armature sont presque identiques et donc l'état des contraintes de l'armature peut être considéré comme homogène.

La déformation par torsion (1) selon le régime établi provoque la hausse des distorsions du réseau à la surface, ainsi qu'au cœur des éprouvettes : les valeurs de  $\Delta a/a$  pour la surface et le cœur de l'armature se retrouvent dans ce cas pratiquement sur le même niveau.

Le traitement thermique de vieillissement (2) détermine le changement multidirectionnel des distorsions, à savoir : les distorsions à la surface de l'armature augmentent légèrement, mais dans les couches axiales elles sont en baisse considérable. Ce comportement au cœur de l'armature peut être caractérisé par le déroulement d'un certain processus de relaxation dans les grains d'acier tel que l'interaction entre les atomes interstitiels de carbone et d'azote et les dislocations (phénomène de vieillissement après la déformation).

La combinaison de la déformation par torsion à celle de flexion (1+F) provoque la diminution du niveau des distorsions du réseau cristallin, ce qui est en accord avec les résultats des essais mécaniques de traction, présentés dans le paragraphe 1-1.2 et peut être expliqué par le phénomène d'anisotropie de déformation lors du changement de la direction de déformation.

### Acier 20ГC (ДРОН-3)

L'utilisation du diffractomètre ДРОН-3 nous a permis de compléter l'étude des microdéformations par les résultats manquants pour les traitements 1+F et 1+F+TT (figure 3-10). Pour ce modèle de diffractomètre nous avons utilisé les valeurs suivantes des élargissements des raies 110 et 220 d'échantillon-étalon :  $b_{110} = 0,2693$ ;  $b_{220} = 0,1946$ . Les tendances des résultats de mesure des distorsions obtenus à l'aide de différents diffractomètres coïncident bien comme le

montre la figure 3-14. Cependant, les valeurs des distorsions au cœur de l'armature après la déformation par torsion pour le diffractomètre Rigaku Geigerflex dépassent considérablement les valeurs de  $\Delta a/a$  obtenues avec le ДРОН-3.

Les vraies valeurs de distorsions du réseau cristallin sont probablement les moyennes entre celles obtenues avec le Rigaku Geigerflex et le ДРОН-3, car il est logique, d'avoir les microcontraintes plus grande à la surface et plus faibles au cœur de l'armature et pour qu'elles ne soient pas trop proches l'une à l'autre comme dans le cas de Rigaku Geigerflex (figure 3-9) suite à une répartition non-uniforme des contraintes de cisaillement lors de la déformation par torsion.

L'évolution de valeurs moyennes de  $\Delta a/a$  est présentée sur la figure 3-11.

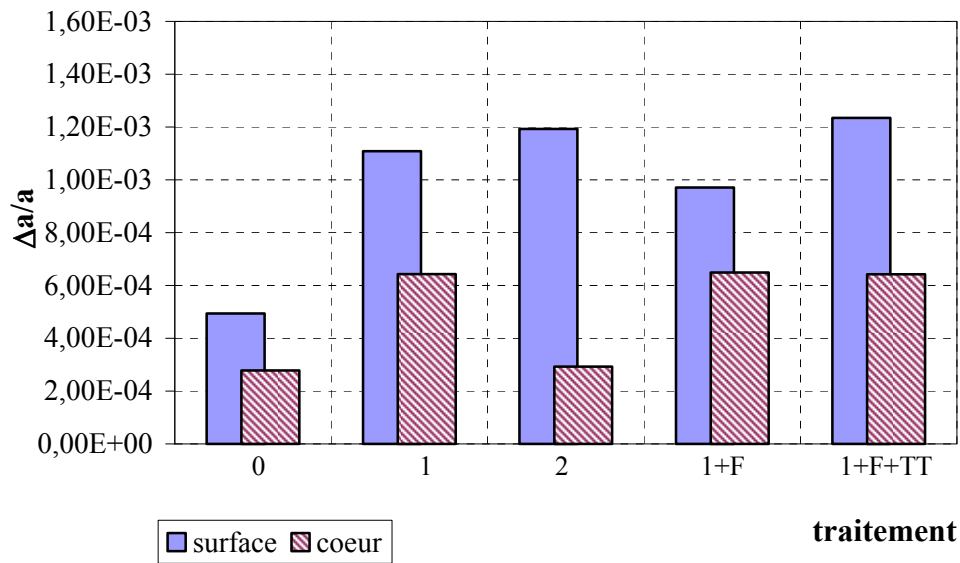


Figure 3-10 Changement de microdéformation du réseau cristallin à la surface et au cœur d'armature de l'acier 20ГC en fonction du traitement appliqué (diffractomètre ДРОН-3)

Le traitement thermique de vieillissement (2), comme c'était dans le cas pour le diffractomètre Rigaku Geigerflex, provoque une évolution différente de  $\Delta a/a$  pour la surface et le cœur de l'armature, à savoir : les distorsions du réseau cristallin à la surface augmentent légèrement, tandis que les distorsions au cœur diminuent jusqu'au niveau de l'état initial. La nature différente (différentes directions d'action) des contraintes actives agissant au cœur et à la surface de l'armature en combinaison avec les orientations cristallographiques (textures) différentes peuvent être à l'origine de ce comportement des microdéformations (microcontraintes).

La combinaison de la déformation par torsion avec la déformation par flexion (1+F) assure l'abaissement non-équivalent des distorsions à la surface et au cœur des éprouvettes vis-à-vis le traitement (1) : les distorsions à la surface diminuent plus considérablement par rapport à la surface, ce qui entraîne une égalisation des états des contraintes selon les distorsions ou bien les contraintes résiduelles du II<sup>ème</sup> ordre.

Le traitement thermique de vieillissement après combinaison de la torsion et de la flexion (1+F+TT) provoque l'augmentation de  $\Delta a/a$  à la surface et la diminution de cette caractéristique au cœur de l'échantillon. L'état de contraintes devient moins homogène dans la section droite de

l'armature, mais la différence entre la surface et les régions axiales est moins grande dans ce cas par rapport à l'état après déformation par torsion.

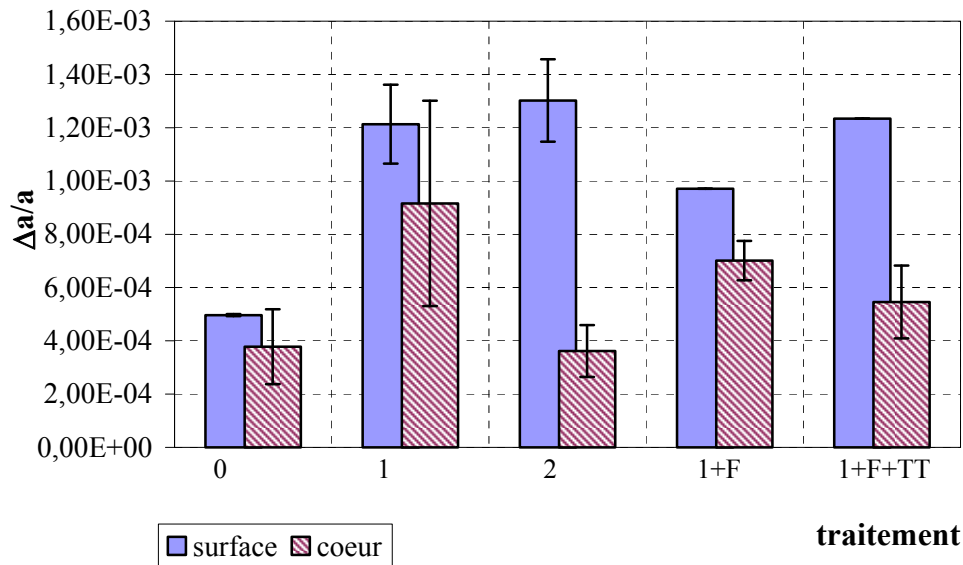


Figure 3-11 Changement de microdéformation du réseau cristallin à la surface et au cœur d'armature en acier 20ΓC en fonction du traitement appliqué, moyenne pour les diffractomètres ДРОН-3 et Rigaku Geigerflex

L'utilisation du diffractomètre ДРОН-3 a permis d'établir le fait que, mise à part l'influence des distorsions du réseau cristallin, les élargissements des raies dépendent aussi des DCD (tableau 3-1). Ainsi, nous avons pu séparer ces deux effets et déterminer les tailles de DCD pour les cas des traitements (0) et (2) (figure 3-12). Les valeurs de taille des DCD sont en accord avec les distorsions du réseau cristallin pour ces traitements, à savoir : la taille des DCD à la surface diminue avec l'augmentation des distorsions (avec l'augmentation des contraintes) et que la taille des DCD est en hausse quand les  $\Delta a/a$  diminuent.

On voit bien, que la présence des domaines cohérents de diffraction ainsi que leur taille sont liées au niveau des distorsions du réseau cristallin. Ainsi, il serait raisonnable d'admettre que les DCD existent aussi pour les autres types de traitements. C'est-à-dire, si, par exemple, les DCD représentent les blocs de mosaïque [72] ou bien les cellules de sous-structure de l'acier [46] ils doivent influencer les élargissements des raies de diffraction aussi pour les traitements «1» et «1+F», car après ces traitements on observe la formation d'une structure cellulaire dans l'acier (voir le chapitre 4, paragraphe 4.1).

Comme nous l'avons déjà indiqué ci-dessus, une erreur instrumentale de mesures des élargissements de raies 110 ne permet pas, cependant, de révéler l'influence possible des DCD sur les élargissements des raies de diffraction.

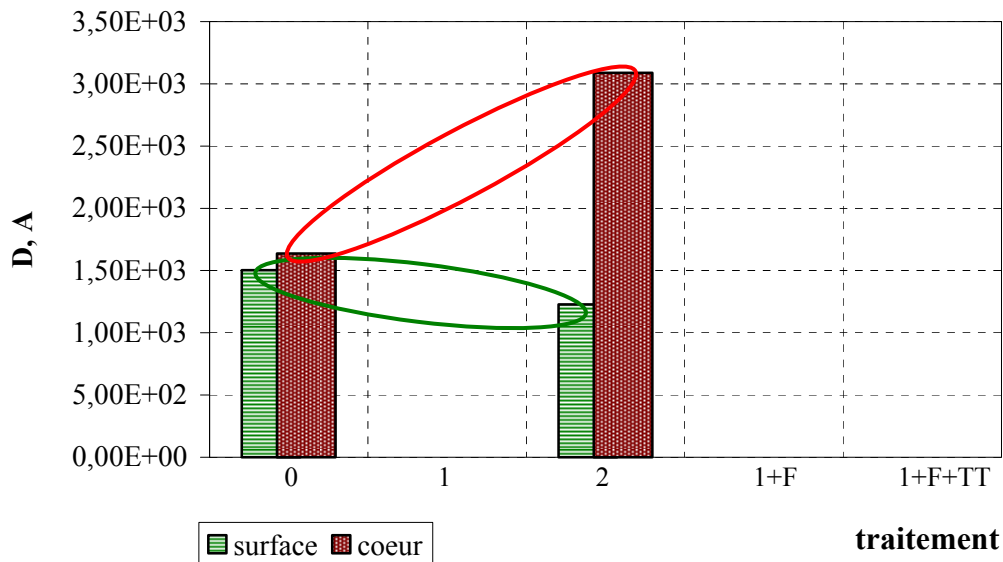


Figure 3-12 Changement de taille des domaines cohérents de diffraction à la surface et au cœur d'armature en acier 20ГC en fonction du traitement appliqué (diffractomètre ДРОН-3)

Pour conclure, on peut noter, que la mesure des distorsions du réseau cristallin met en évidence la présence de l'effet axial après l'action de la déformation par torsion. On a montré, que le traitement thermique de vieillissement provoque l'abaissement considérable au cœur de l'armature. La combinaison de la déformation par torsion avec la déformation par flexion détermine la diminution de niveau des distorsions en raison du phénomène d'anisotropie de déformation, par suite, la déformation par flexion est capable de stabiliser l'état des contraintes résiduelles du II<sup>ème</sup> ordre de l'armature déformé préalablement par torsion.

#### **Acier Cm3nc (Rigaku Geigerflex)**

L'évolution des distorsions du réseau cristallin en fonction des traitements appliqués pour l'acier Cт3пс (figure 3-13) diffère de l'acier 20ГC comme c'était le cas pour les contraintes résiduelles du I<sup>er</sup> ordre.

Tout d'abord, l'acier Cт3пс se caractérise par des valeurs plus élevées de distorsions du réseau et par conséquent de contraintes résiduelles du II<sup>ème</sup> ordre à l'état initial à la surface ainsi que au cœur de l'armature. Ce fait s'explique par la présence de contraintes thermiques, dues à la nécessité d'appliquer une surfusion importante à l'acier Cт3пс, peu chargé en carbone et peu allié, lors du traitement thermomécanique pour atteindre les propriétés de résistance recherchés.

Les valeurs élevées de distorsions du réseau à l'état initial sont en grande partie à l'origine du comportement spécifique et d'évolution de  $\Delta a/a$  de l'acier Cт3пс après différents traitements.

La déformation par torsion (1) est à l'origine d'une augmentation de distorsions du réseau jusqu'au même niveau avec l'acier 20ГC, bien que les  $\Delta a/a$  changent assez peu au cœur de l'armature.

Le traitement thermique de vieillissement (2) provoque, cependant, une diminution assez importante de distorsions du réseau cristallin au cœur ainsi qu'à la surface de l'éprouvette d'armature.

L'application de la déformation par flexion après la torsion (1+F) mène à l'abaissement de  $\Delta a/a$ , et par conséquent, à l'homogénéisation de l'état de contraintes dans la section droite de l'armature par rapport à l'état après déformation par torsion, ce qui est en accord avec le cas de l'acier 20ГC.

Le traitement de vieillissement après la déformation combinée (1+F+TT) assure la diminution de distorsions du réseau cristallin dans les couches superficielles, tandis que les  $\Delta a/a$  au cœur de l'armature restent presque inchangées ou augmentent en peu. Au total, l'armature devient pratiquement homogène en contraintes résiduelles du II<sup>ème</sup> ordre.

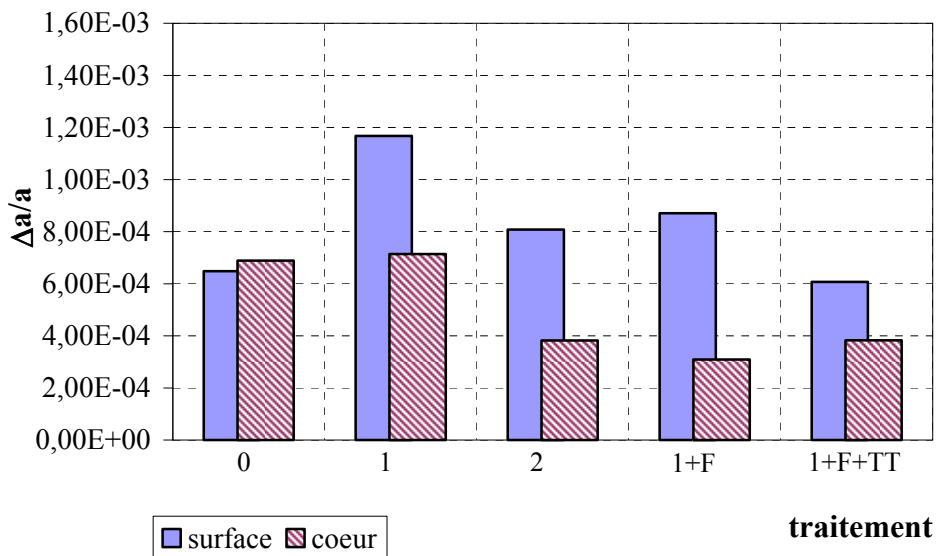


Figure 3-13 Changement de microdéformation du réseau cristallin à la surface et au cœur de l'armature de l'acier Cт3пс en fonction du traitement appliqué (diffractomètre Rigaku Geigerflex)

Ainsi, les inégalités des compositions chimiques entre les aciers 20ГC et Cт3пс et, par conséquent, les différences entre les régimes de traitements thermomécaniques (en ce qui concerne surtout le degré de surrefroidissement de l'austénite et la vitesse de refroidissement) déterminent une répartition spécifique des distorsions du réseau cristallin (contraintes résiduelle du II<sup>ème</sup> ordre) dans les couches proches de la surface de l'acier Cт3пс. De ce fait, le traitement thermique de vieillissement après la déformation par torsion simple (2) ainsi qu'en combinaison avec la déformation par flexion (1+F+TT) mène à la diminution des valeurs de  $\Delta a/a$  à la surface de l'armature.

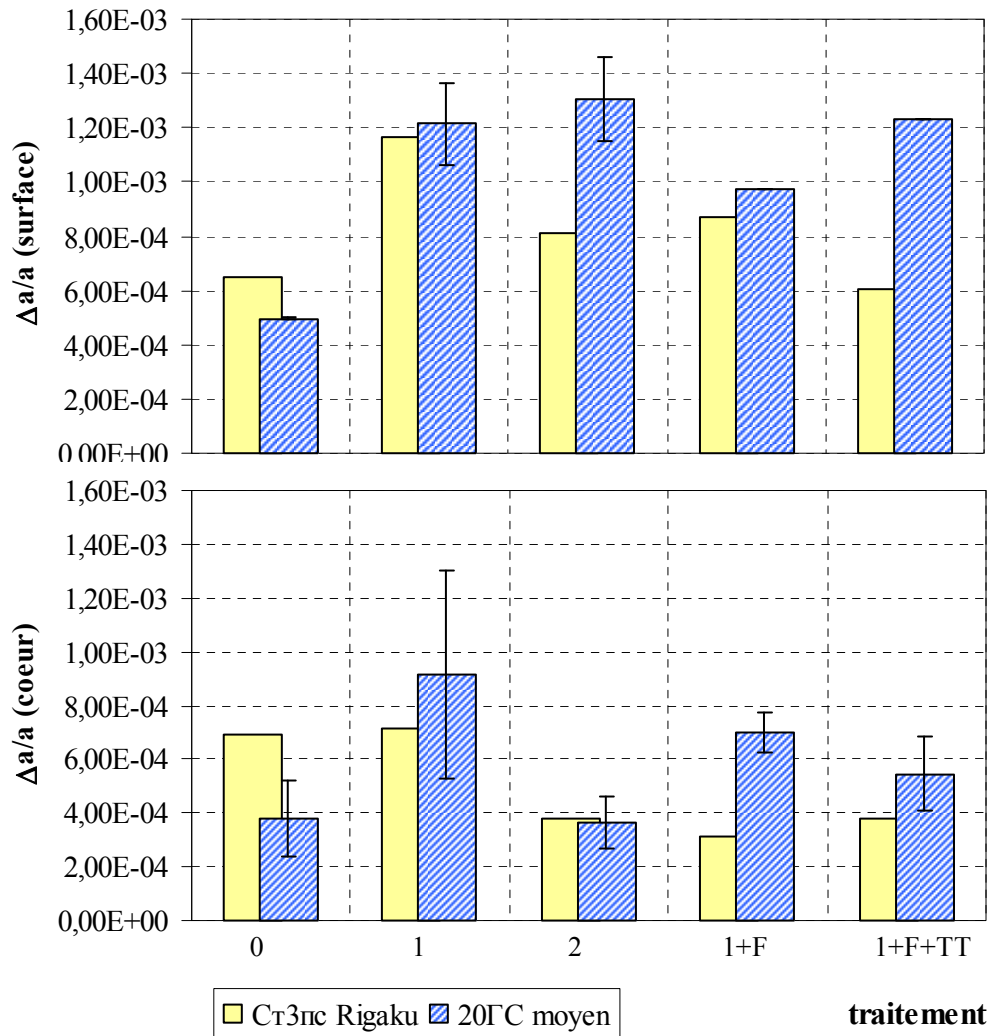


Figure 3-14 Comparaison d'allures des courbes  $\Delta a/a$  en fonction du traitement pour des différents aciers

La manifestation de l'effet axial a été révélée aussi pour l'acier Ct3nc, dont l'influence maximale est liée aussi au vieillissement après la déformation.

### 3-3 Conclusion

Les résultats d'estimation des contraintes résiduelles nous ont permis de tirer les conclusions suivantes.

La déformation par torsion à froid se caractérise par une répartition non-uniforme des contraintes actives dans la section droite de l'armature ce qui est après tout à l'origine d'une répartition spécifique des contraintes résiduelles dans l'armature.

Nous avons examiné dans ce chapitre le changement des contraintes résiduelles du I<sup>er</sup> et de II<sup>ème</sup> ordre dans la section droite des échantillons en fonction de traitements différents, qui peuvent être appliqués à l'armature dans les usines de génie civil lors de différentes opérations technologiques (déroulement, traitement à la vapeur).



Les contraintes du 1<sup>er</sup> ordre ont été estimées à l'aide de la méthode  $\sin^2\psi$  (voir paragraphe 2-3.2.2.1, chapitre 2, partie II). La modification de la forme d'ellipses en  $\sin^2\psi$  met en évidence la présence de la texture cristallographique dans les échantillons des armatures étudiées ainsi que le changement de cette texture pendant la déformation. Il faut noter, que les figures de pôles pour différents points de la section droite de l'armature devraient être faites pour mieux comprendre et estimer ce changement de la texture cristallographique.

Nous avons établi, que l'état initial (après TMCP) de l'armature des aciers 20ГC et Cт3пc se caractérise par la présence de contraintes résiduelles de compression. La déformation active de torsion crée probablement des contraintes de traction à la surface, qui provoquent la diminution des contraintes de compression.

Le changement des contraintes du I<sup>er</sup> ordre nous a permis de confirmer la présence de l'effet axial, provoqué par l'application de la déformation par torsion à froid. Cependant, l'état différent de texture cristallographique au cœur de l'armature pour les aciers 20ГC et Cт3пc, lié aux différents paramètres de traitements thermomécaniques (degré de surfusion ; vitesse de refroidissement), conditionne le changement non-équivalent des contraintes résiduelles du I<sup>er</sup> ordre dans les couches, proches à l'axe de l'armature. De plus, les macro-contraintes sont sensibles à l'action du traitement thermique de vieillissement.

Les valeurs des contraintes résiduelles du II<sup>ème</sup> ordre ont été évaluées à l'aide des distorsions du réseau cristallin en utilisant la méthode d'approximation, présentée dans le paragraphe 2-3.2.2.2, (chapitre 2, partie II). Les valeurs de micro-contraintes peuvent être obtenues en multipliant une valeur de  $\Delta a/a$  par une constante élastique (module de Young) pour une direction cristallographique déterminée.

Les difficultés instrumentales de la détermination de l'élargissement des raies 110 masquent en quelque sorte l'effet des domaines cohérents de diffraction sur l'élargissement et rendent impossible la détermination de leur tailles.

Les valeurs maximales des distorsions du réseau cristallin à la surface ainsi qu'au cœur de l'armature s'observent pour la déformation par torsion à froid. La combinaison de la torsion avec la déformation par flexion (ce type de déformation peut apparaître lors des opérations de déroulement et de redressement de l'armature dans les usines de génie civil) mène à l'abaissement du niveau des distorsions à cause du phénomène d'anisotropie de déformation et, par conséquent, à une certaine stabilisation de l'état écroui.

L'application du traitement thermique de vieillissement pour deux nuances d'acier 20ГC et Cт3пc assure la diminution des distorsions du réseau cristallin (micro-contraintes) au cœur de l'armature. Ce phénomène peut être lié à l'effet du vieillissement après déformation et le processus correspondant de relaxation, déterminé par l'interaction des dislocations avec des atomes interstitiels. De plus, le niveau de distorsions à la surface de l'armature de l'acier 20ГC reste assez haut, tandis que, pour l'armature de l'acier Cт3пc on observe la diminution des valeurs de  $\Delta a/a$ . Ce comportement peut être aussi lié aux différentes géométries, compositions chimiques et paramètres du traitement thermomécanique, déterminant l'état différent de la texture à la surface et au cœur pour les aciers étudiés.



## CHAPITRE 4

### CARACTÉRISATION DE LA SOUS-STRUCTURE D'ACIERS

La déformation par torsion, comme nous l'avons déjà indiqué dans les chapitres précédents, provoque le changement de propriétés mécaniques des aciers, lié au phénomène de l'écrouissage à froid, ce qui peut être bien illustré à l'aide d'essai de traction. L'application de la déformation par flexion fait abaisser le niveau obtenu des propriétés de résistance en augmentant en même temps les caractéristiques de plasticité des aciers étudiés. Ces résultats peuvent être aussi obtenus avec les essais de traction.

Ce type d'essai n'est pas, cependant, approprié pour révéler le changement des caractéristiques mécaniques selon le diamètre (dans la section droite) de l'armature, ce qui est indispensable pour la répartition spécifique des contraintes actives au cours de torsion à froid. Nous avons utilisé, dans ces conditions, les essais de microdureté, qui nous ont aidés de mettre en évidence la présence de l'effet axial, qui est à l'origine de l'augmentation de microdureté non seulement dans les couches superficielles, mais aussi au cœur des éprouvettes d'armature, et qui influence la cinétique de vieillissement après déformation. Par ailleurs, l'effet axial peut être révélé lors de l'estimation des contraintes résiduelles du I<sup>er</sup> et du II<sup>ème</sup> ordre, agissant au sein de l'armature déformée.

Les investigations microstructurales à l'aide de la technique de microscopie optique ne permettent pas (sauf le cas particulier de l'acier 08Γ2C) d'établir et donc d'estimer l'influence des différents traitements sur l'état microstructural des aciers étudiés. Pourtant, cela ne veut pas dire, qu'une telle influence est absente, mais exige l'application de techniques plus appropriées. Ainsi, la technique susceptible de donner l'information directe sur les changements de microstructure au niveau submicroscopique est la microscopie électronique en transmission que nous présenterons dans ce paragraphe.

De plus, en ce qui concerne le processus de vieillissement, lié aussi aux changements sous-structuraux, nous avons décidé de l'étudier à l'aide de deux techniques complémentaires, à savoir : la microscopie électronique en transmission (MET) et le frottement intérieur.

#### **4-1 Microscopie électronique en transmission**

Le comportement mécanique macroscopique d'un matériau métallique polycristallin traduit essentiellement sa réponse aux sollicitations imposées compte tenu de ses structures internes et de leurs évolutions au cours de la déformation plastique. Dans une première approche, deux paramètres de structure paraissent avoir une influence déterminante sur l'écrouissage et l'anisotropie des matériaux: microstructures de dislocations et la texture cristallographique.

Le premier paramètre est caractéristique du comportement intragranulaire. L'étude des paramètres de structure représente alors une étape indispensable à la compréhension et, à terme, à la prévision du comportement macroscopique.

La microscopie électronique en transmission est une technique puissante, que nous avons utilisée pour obtenir l'information sur l'évolution de la structure de l'acier au niveau submicroscopique. De plus, nous avons tenté d'expliquer les phénomènes différents, provoqués dans l'acier par les traitements utilisés. Il s'agit du traitement de déformation et du traitement mécano-thermique.

Nous avons choisi pour les essais de MET les échantillons de l'acier 20FC. L'armature de cette nuance d'acier a été exposée aux différents traitements, qui ont été décrits précédemment. A savoir :

- état initial (après le TMCP);
- déformation par torsion selon le régime proposé;
- torsion et traitement de vieillissement;
- combinaison de la torsion et de la flexion;

La procédure d'indentification des différents paramètres cristallographiques de la sous-structure, tels que le type d'onde plane en condition de BRAGG (g) ou bien l'axe de zone, sont classiques [118, 119, 120] et donc sont omis de ce paragraphe. Les paramètres géométriques de la sous-structure de dislocations (taille des cellules, épaisseur des parois) sont étudiés et reliés à l'écroutissage

Il faut rappeler, que les lames minces ont été prélevées au  $\frac{1}{4}$  du diamètre (voir figure 2-6, chapitre 2, partie II) équidistant du cœur et de la surface de l'armature ce qui nous a permis d'étudier la sous-structure des dislocations en moyenne pour toute la section et non pas seulement au centre de nos échantillons.

### ***État initial***

L'état initial de l'acier étudié peut être caractérisé par la densité déjà assez élevée des dislocations, déterminée évidemment par le traitement thermomécanique. Les dislocations sont bien rectilignes et agissent dans différents systèmes de glissement. Elles sont réparties d'une manière irrégulière : le lieu de germination des dislocations est, dans le cas présenté (figure 4-1), un joint de grain et la densité des dislocations y est maximale. La densité de dislocations diminue à mesure qu'on s'éloigne de ce joint.

### ***État après déformation par torsion***

La déformation par torsion 20-25°/d provoque l'augmentation considérable de la densité de dislocations et donne naissance à la sous-structure cellulaire des dislocations (figure 4-2). Cette évolution rend compte d'une diminution des contraintes internes à longue distance et caractérise le stade III de la déformation.

Les parois de cellules sont parallèles et les cellules sont allongées (structure planaire). La sous-structure de dislocations dans des grains différents après torsion peut être plus et moins développé (cf (a) – (c) et (d) – (c) de la figure 4-2). C'est ainsi que la largeur des parois peut varier de 0,06  $\mu\text{m}$  dans le cas (c) à 0,19  $\mu\text{m}$  dans le cas (d).

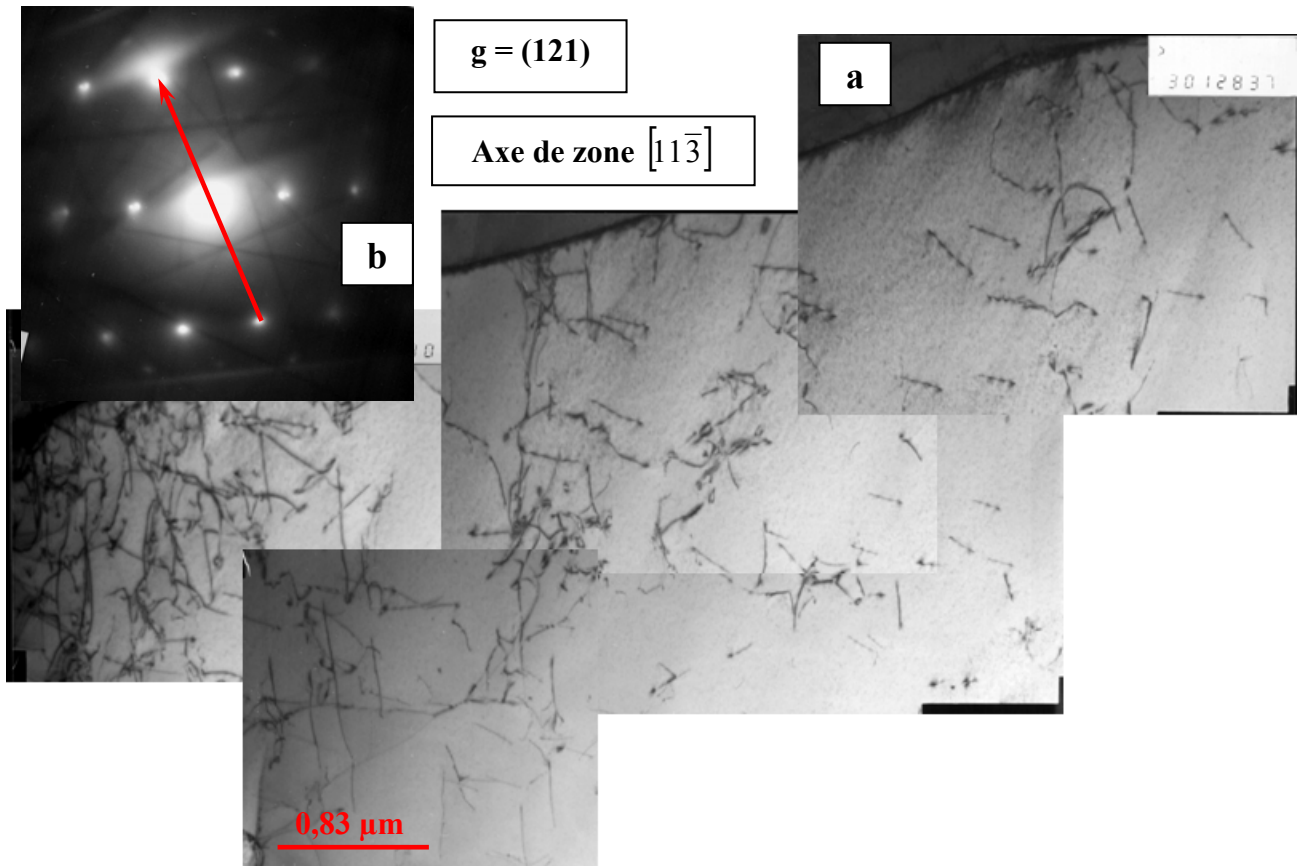


Figure 4-1 Sous-structure de l'acier 20°C champ clair (a) et micro-diffraction (b) à l'état initial

La densité de dislocations est d'un à deux ordres de grandeur plus élevée dans les parois de cellules que dans l'intérieur des cellules. Deux cellules voisines sont faiblement désorientées et cette désorientation témoigne d'une accumulation de dislocations telle que la somme des vecteurs de Burgers dans une paroi est non nulle. Les orientations de certains grains sont donc plus favorables par rapport à la « direction » de déformation ce qui signifie, que pour obtenir l'effet maximal d'écroutissage, les grains différents doivent être orientés dans l'acier d'une façon bien déterminée. L'évolution de l'épaisseur des parois va dans le sens d'une minimisation du champ de contraintes à longue distance due à l'enchevêtrement de dislocations, par réarrangement à l'intérieur des parois. Ainsi, l'épaisseur tend vers 0 lorsque les parois évoluent vers des sous-joints [121]. Dans presque tous les cas, les parois de dislocations observées dans les monocristaux (grains de l'acier), orientés initialement pour le glissement simple, se développent parallèlement au plan de glissement primaire. La désorientation entre les plans de parois et les plans de glissement peut augmenter lorsque la déformation plastique s'accroît. Cette désorientation est fréquemment associée à l'activité des systèmes secondaires.

La taille des cellules allongées, formées après la déformation par torsion, a été mesurée suivant deux directions croisées dans le plan d'observation. Les sections moyennes ont été déterminées en prenant la géométrie des sections de cellules sous formes de parallélogrammes (cellules 1 et 2 de sur la figure 4-2-c) et de rectangles (cellules 3 à 7 sur la figure 4-2-c). Les résultats de mesure sont présentés dans le tableau 4-1.

Numéro de cellule	Cellules, sens longitudinal (x10000) (c), $\mu\text{m}$	Cellules, sens transversal (x10000) (c), $\mu\text{m}$	Section, $\mu\text{m}^2$	Joints de cellules, sens transversal (x10000) (c), $\mu\text{m}$	Cellules, sens transversal (x30000) (d), $\mu\text{m}$	Joints, sens transversal (x30000) (d), $\mu\text{m}$
1	2,2	1,3	2,78	0,06	0,6	0,2
2	2,7	1,4	3,74	0,05	0,3	0,1
3	3	0,7	2,19	0,07	0,4	0,2
4	2	0,7	1,42			0,3
5	2,5	0,5	1,14			
6	2,5	0,7	1,79			
7	2,4	0,6	1,35			
<b>Moyenne</b>	2,5	0,8	2,06	0,06	0,4	0,2

Tableau 4-1 Paramètres de la structure cellulaire formée après la déformation par torsion

Ainsi, on observe au-moins deux types des structures cellulaires après la déformation par torsion : les cellules de la première (figure 4-2-d) sont plus minces et séparées par les joints assez épais ; la deuxième (figure 4-2-c) est plus développée et se compose de cellules moins allongées et deux fois plus grandes en moyenne dans le sens transversal, entourées par des joints plus fins.

#### ***Combinaison de la déformation par torsion avec la déformation par flexion***

L'application de la déformation par flexion après la déformation par torsion contribue à la stabilisation des contraintes internes dans l'armature et stabilise (par un certain abaissement) les propriétés mécaniques de l'acier à l'échelle macro. Cela certifie, que l'énergie intrinsèque de l'acier diminue. Ainsi, la géométrie des cellules de sous-structure doit changer en s'approchant d'une forme équiaxe.

Le changement de la direction de déformation lors de la flexion est à l'origine de l'apparition de plusieurs systèmes de glissement, qui sont simultanément actifs, et des cellules fermées se développent (figure 4-3). Par ailleurs, la flexion « balaie » les dislocations, en diminuant leur densité dans le corps des grains par rapport à la déformation par torsion (cf. figures 4-2-a et 4-3-a). Ainsi, la technique de MET permet de mettre en évidence la cause de l'effet stabilisant de la déformation par flexion.

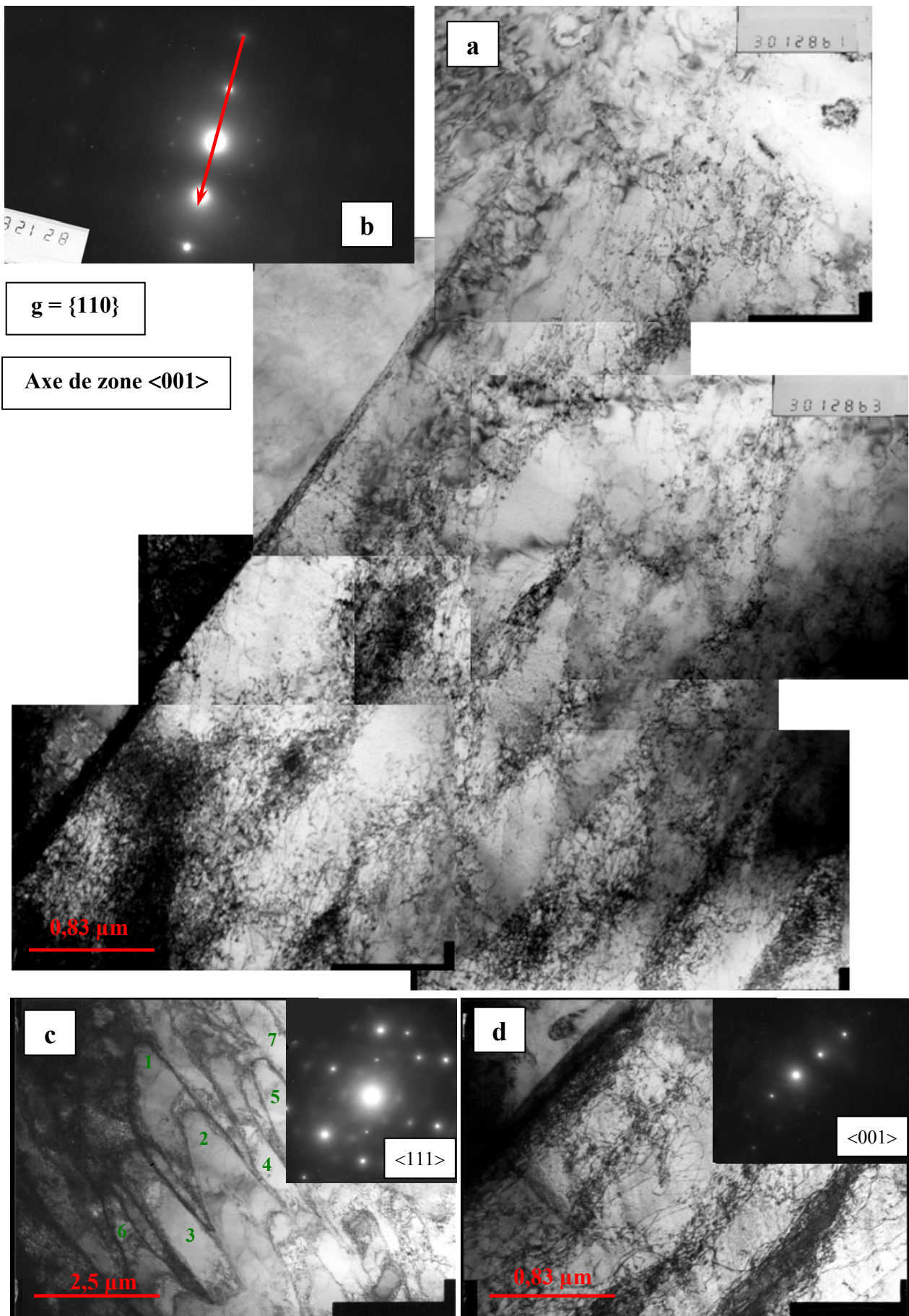


Figure 4-2 Sous-structure de l'acier 20ΓC (champ clair (a) et microdiffraction (b)) à l'état après torsion; (c), (d) – cellules de sous-structure aux différents grossissements

Les cellules formées représentent une forme équiaxe en s'approchant d'une géométrie circulaire (figure 4-3-c). Nous avons mesuré, de ce fait, ses diamètres caractéristiques et calculés les sections correspondantes. Les résultats de calcul pour des cellules 1 à 8 sont présentés dans le tableau 4-2.

<b>Numéro de cellule</b>	<b>Cellules, diamètre (x15000), <math>\mu\text{m}</math></b>	<b>Section, <math>\mu\text{m}^2</math></b>	<b>Combinaison de cellules (num de joint)</b>	<b>Joints de cellules, sens transversal (x15000), <math>\mu\text{m}</math></b>
<b>1</b>	0,5	0,71	1--4	0,2
<b>2</b>	0,6	1,05	3--2	0,2
<b>3</b>	0,6	1,15	2--5	0,1
<b>4</b>	0,5	0,87	4--6	0,2
<b>5</b>	0,6	1,03	5--7	0,1
<b>6</b>	0,5	0,75	7--8	0,2
<b>7</b>	0,55	0,95		
<b>8</b>	0,6	0,99		
<b>Moyenne</b>	0,55	0,94		0,17

Tableau 4-2 Paramètres de la structure cellulaire formée après la déformation par torsion en combinaison avec la déformation par flexion

La similitude des axes de zone détermine l'analogie des résultats obtenus pour la sous-structure cellulaire présentée sur les figures 4-2-d et 4-3-c en ce qui concerne la dimension caractéristique d'une cellule et la taille de joints cellulaires. Comme nous l'avons déjà indiqué ci-dessus, la différence consiste en l'équiaxité des cellules obtenues après l'application de la déformation par flexion.

#### ***Traitement de vieillissement après la déformation par torsion***

Le grossissement élevé (x 50000) n'a pas permis de montrer la présence de cellules de la sous-structure dans le cas considéré. Cependant, le contraste sombre sur la photo de sous-structure obtenue après le traitement de vieillissement (figure 4-4) ainsi que les résultats de la diffraction des rayons X indiquent la présence d'une réorganisation ordonnée des dislocations après le traitement de vieillissement.

L'application d'un tel grossissement s'explique par une tentative d'obtenir la démonstration directe du déroulement du processus de vieillissement, à savoir : l'apparition de différents précipités sur les dislocations [122, 123]. La combinaison des techniques des images en champ clair et champ sombre (figure 4-5) n'a pas, cependant, permis de mettre en évidence la présence des précipités quelconques.

Nous avons, cependant, révélé la présence de précipités à l'intérieur des grains un utilisant l'analyseur spectroscopique des rayons X, mais ces derniers n'étaient pas liés au vieillissement, mais représentent les traces de sulfides complexes de fer et de manganèse issus du processus d'élaboration de l'acier (figure 4-6).



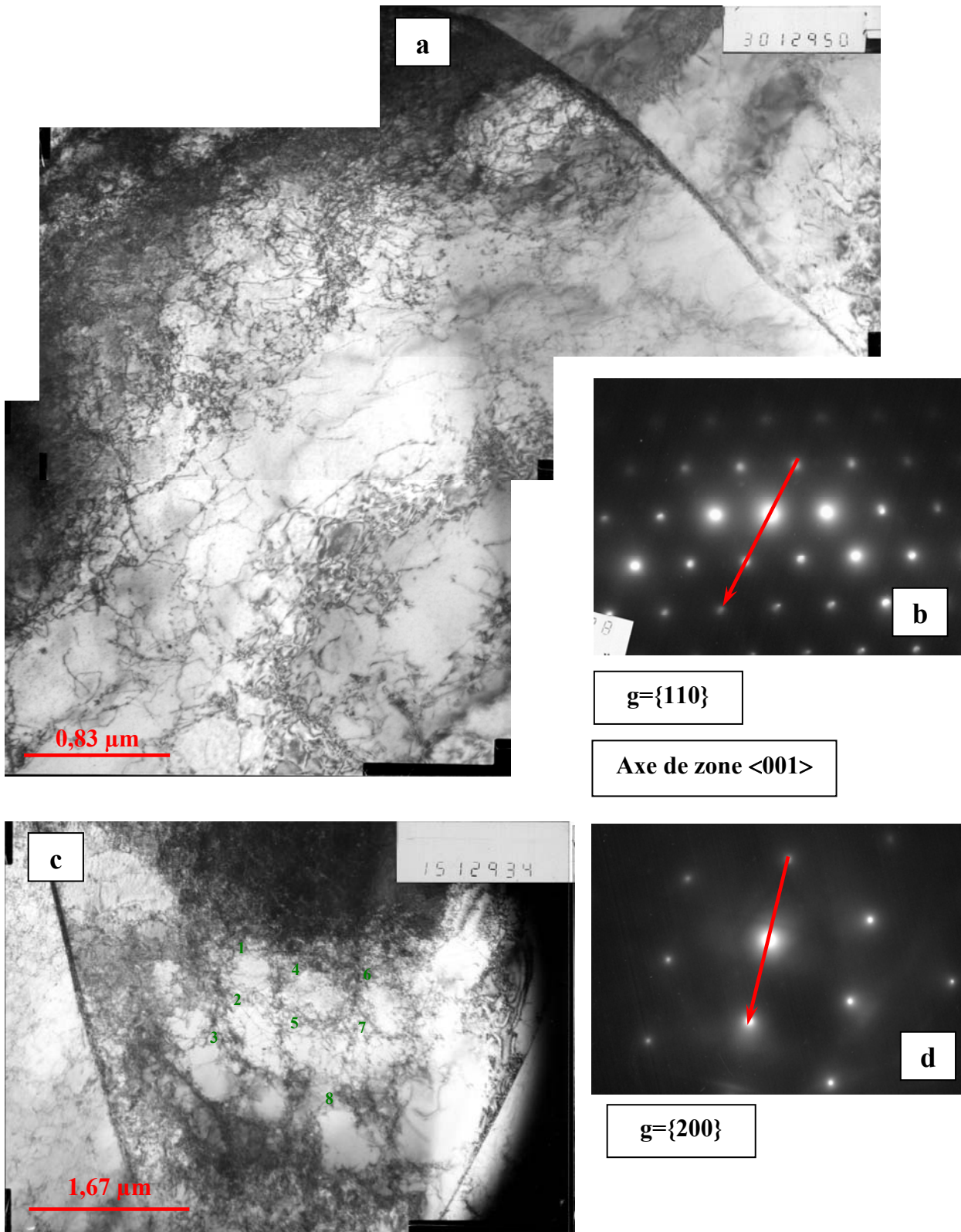


Figure 4-3 Sous-structure de l'acier 20 FC à l'état après torsion et flexion :  
champ clair (a) et microdiffraction (b) pour répartition chaotique  
champ clair (c) et microdiffraction (d) pour la structure cellulaire

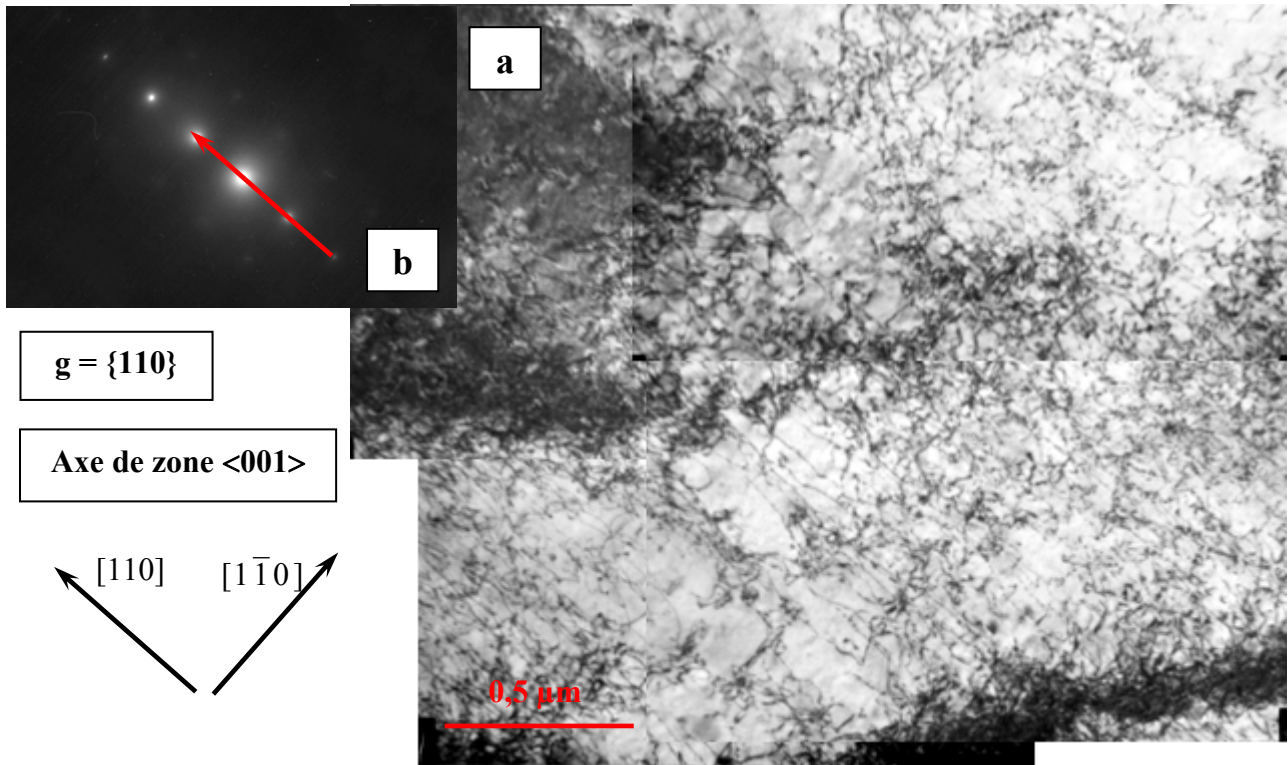


Figure 4-4 Sous-structure de l'acier champ clair (a) et microdiffraction (b) à l'état traité de vieillissement après torsion

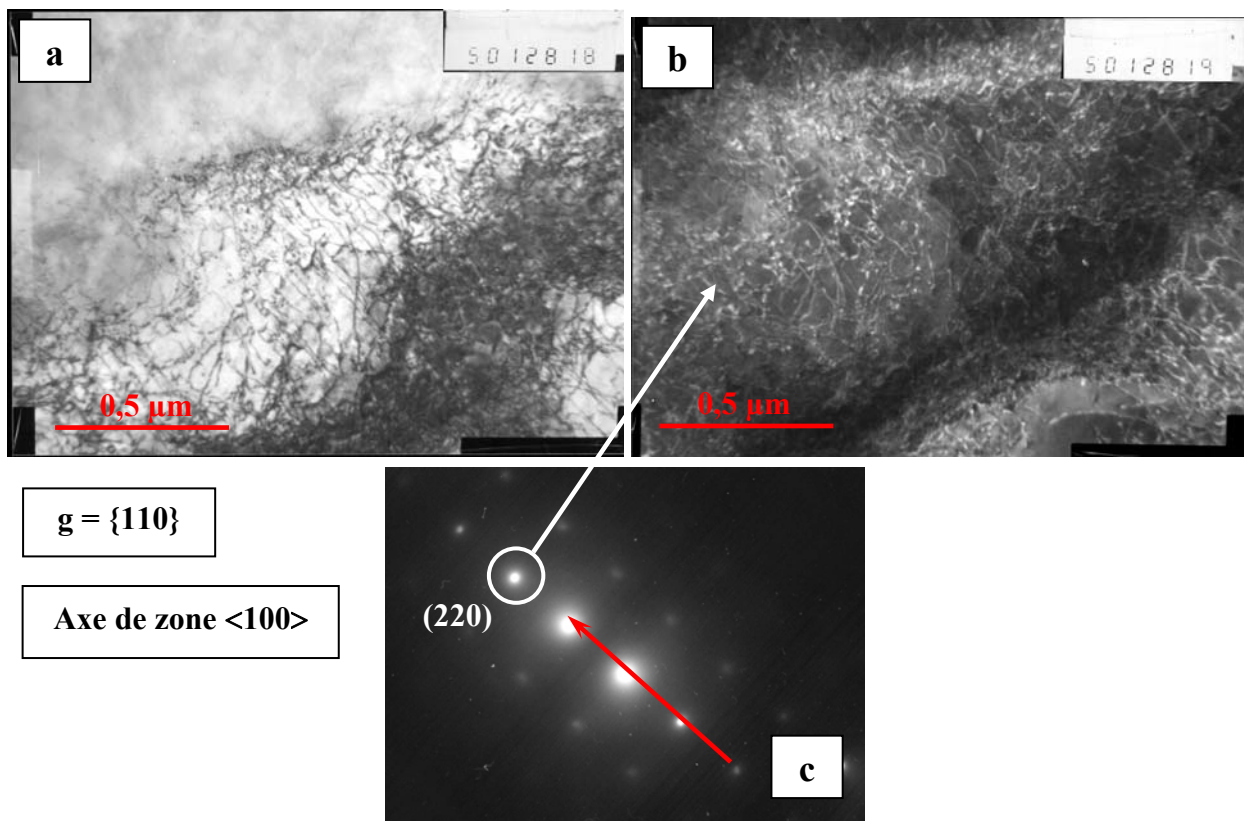


Figure 4-5 Sous-structure de l'acier 20°C après le traitement de vieillissement :  
 a) champ clair ; b) champ sombre, obtenu avec la sélection de l'onde (220) ;  
 c) image de microdéformation

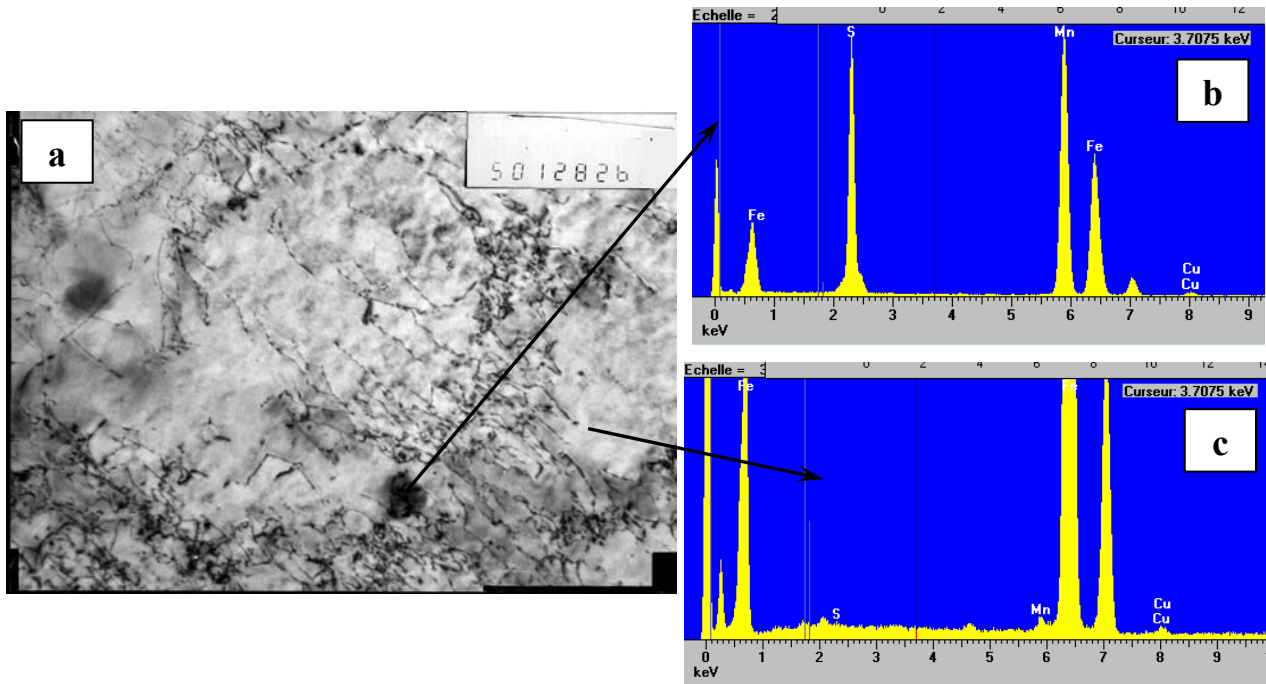


Figure 4-6 Résultats d'analyse des précipités dans l'acier 20°C :

- a) sous-structure de l'acier en champ clair ;
- b) analyse DRX de précipité ;
- c) analyse DRX de la matrice

#### 4.1.1 Comparaison avec les résultats de DRX

La technique de DRX nous a permis de mettre en évidence la présence de domaines cohérents de diffraction après la déformation et le traitement thermique de vieillissement, la taille desquels ( $0,3 \mu\text{m}$ ) correspond pratiquement à la taille dans le sens transversal des cellules après la déformation par torsion ( $0,44 \mu\text{m}$ ) ou bien aux diamètres des cellules après la combinaison de la torsion et de la flexion ( $0,54 \mu\text{m}$ ). De cette façon, les DCD après la déformation dans notre cas correspondent aux cellules de la sous-structure. La différence entre les valeurs obtenues peut être liée à la nature différente des rayonnements (longueur d'onde) utilisés. La liaison entre les domaines cohérents de diffraction a aussi été établie dans [46, 124].

En ce qui concerne l'état initial, les cellules de sous-structure sont absentes et les domaines cohérents de diffraction représentent plutôt les blocs de mosaïque, ce qui peut être prouvé dans une certaine mesure par la présence d'une grande quantité des reflexes sur le diagramme de diffraction des électrons [63, 125, 126].

**En résumé**, nous pouvons conclure, que la technique de microscopie électronique en transmission permet de mettre en évidence l'évolution de la sous-structure des dislocations. Elle est donc mieux appropriée pour suivre le changement de la structure après les différents traitements par rapport à la technique de la microscopie optique.

La densité des dislocations à l'état initial est assez élevée mais beaucoup moins grande par rapport à l'état déformé par torsion, ce qui est lié à l'écroutissage et détermine donc le durcissement de l'acier après déformation.

La déformation par torsion provoque non-seulement l'augmentation de la densité des dislocations mais détermine aussi leur répartition spécifique, déterminant l'apparition de la structure cellulaire. Les cellules de la sous-structure se révèlent allongées le long de certaines directions cristallographiques.

La combinaison de la torsion avec la déformation par flexion modifie la taille ainsi que la forme de cellules. Elles deviennent équiaxes ce qui démontre le passage de l'acier dans un état d'énergie interne plus faible. Ce passage rend l'armature plus stable et détermine, par conséquent, les changements des propriétés mécaniques à l'échelle macro ainsi que des contraintes du I<sup>er</sup> et de II<sup>ème</sup> ordre.

L'étude de la sous-structure montre que les tailles de cellules obtenues correspondent bien aux résultats de calcul des domaines cohérents de diffraction ce qui permet donc de conclure, que ce sont les cellules de sous-structure, qui provoquent l'élargissement des raies de diffraction.

Par contre, la technique de MET est peu appropriée pour suivre l'évolution de la structure de l'acier après le traitement thermique de vieillissement après déformation. Ce fait exige l'utilisation d'autres techniques plus adaptées à cette problématique, permettant d'accéder à l'interaction des dislocations avec des atomes interstitiels, telle que le frottement intérieur.

#### **4-2 Frottement intérieur**

On appelle frottement intérieur la propriété que possèdent les matériaux solides soumis à des contraintes cycliques, d'absorber de l'énergie, en transformant l'énergie mécanique en chaleur. Cet effet se manifeste dans le cas des faibles déformations anélastiques.

Le frottement intérieur peut être associé à divers mécanismes, parmi lesquels on peut distinguer [127]:

- le processus de relaxation dans le cas d'un matériau viscoélastique;
- l'hystérésis mécanique;
- la résonance dans un solide pouvant être considéré comme un milieu visqueux.

Pour étudier le comportement des métaux par la méthode du frottement intérieur, il faut mettre en évidence une liaison entre les paramètres du frottement intérieur comme la température, l'amplitude, la fréquence etc. et les processus physiques se déroulant dans le matériau lors de l'application des sollicitations alternées, provoquant la dissipation d'énergie élastique. La large gamme de ces processus rend la technique de frottement intérieur universelle et bien adaptée aux différents problèmes de la science des matériaux. La multiplicité des processus rend, cependant, l'interprétation de données expérimentales assez compliquée.

Parmi les processus provoquant un phénomène d'amortissement nous nous intéressons aux suivants :

- la diffusion sous contrainte des atomes interstitiels (relaxation de Snoek) ;



- la relaxation provoquée par les dislocations et les atomes interstitiels (relaxation de Snoek-Köster).

#### **4-2.1 Relaxation de Snoek**

La déformation à froid favorise l'apparition d'une grande quantité de défauts ponctuels et de dislocations. Les défauts ponctuels séparés ou regroupés ne contribuent à l'amortissement que dans le cas où la symétrie des distorsions dans un réseau cristallin, provoquées par ces défauts, est plus faible que la symétrie du réseau lui-même [128]. Les contraintes mécaniques alternées conduisent dans ce cas à la « diffusion sous tension » des défauts ponctuels s'exprimant par des déplacements thermiquement activés selon la direction d'une contrainte, grâce auxquels l'énergie des vibrations élastiques se convertit à l'énergie thermique (énergie du frottement intérieur).

La relaxation de Snoek est une relaxation anélastique provoquée par les atomes interstitiels d'azote (N) et de carbone (C) dans des métaux cubiques centrés (c.c.) y compris Fe- $\alpha$  (ferrite). Elle correspond au réarrangement, sous l'effet d'une contrainte appliquée, d'atomes de N et de C dans les sites octaédriques du réseau du fer [129] (figure 4-7). Dans ces conditions, deux atomes proches de la position du site interstitiel  $a/2$  ( $a$  – paramètre de la maille cristalline) s'écartent de la distance de  $a/10$  de ce site. Le déplacement des atomes de la deuxième sphère de coordination est d'un ordre de grandeur inférieur au cas précédent. Ceci génère une distorsion du réseau cristallin principalement le long d'un axe. Cette distorsion est de symétrie tétragonale et un atome interstitiel représente le dipôle élastique.

L'axe d'un dipôle élastique peut être orienté selon l'une des trois directions dans le réseau cristallin ( $x$ ,  $y$ ,  $z$ ). Trois types de sites interstitiels forment donc trois sous-réseaux ( $p = 1, 2, 3$ ) [128]. En l'absence de contrainte, ces trois orientations sont équiprobables et les atomes repartis d'une manière régulière dans les interstices des sous-réseaux.

Dans cette configuration, du fait de l'activation thermique, il y a passage des atomes N et C d'un type de sites ( $x$ ,  $y$  ou  $z$ ) à un autre, de manière aléatoire. En présence d'une contrainte appliquée, les probabilités  $p(i)$  d'occupation des sites dont le dipôle est orienté dans la direction  $i$  peuvent être différentes. Par exemple, dans le cas d'une traction uniaxiale selon l'axe  $x$ ,  $p(x) > p(y) = p(z)$ . Il va donc y avoir une diffusion d'une partie des atomes en site  $y$  et  $z$  vers des sites  $x$ . Cette diffusion est responsable d'une déformation anélastique du cristal. En cas de compression selon l'axe  $x$ ,  $p(x) < p(y) = p(z)$  et les impuretés vont quitter le site  $x$  au profit des sites  $y$  et  $z$  [80]. L'énergie du cristal est abaissée lorsque les atomes interstitiels occupent les sites  $x$ . Dans le cas d'une excitation cyclique, ce mécanisme va générer du frottement intérieur, car les atomes vont avoir besoin d'énergie pour diffuser d'un site à l'autre. Cet effet a été mis en évidence par J. Snoek lors des essais de frottement intérieur [130].

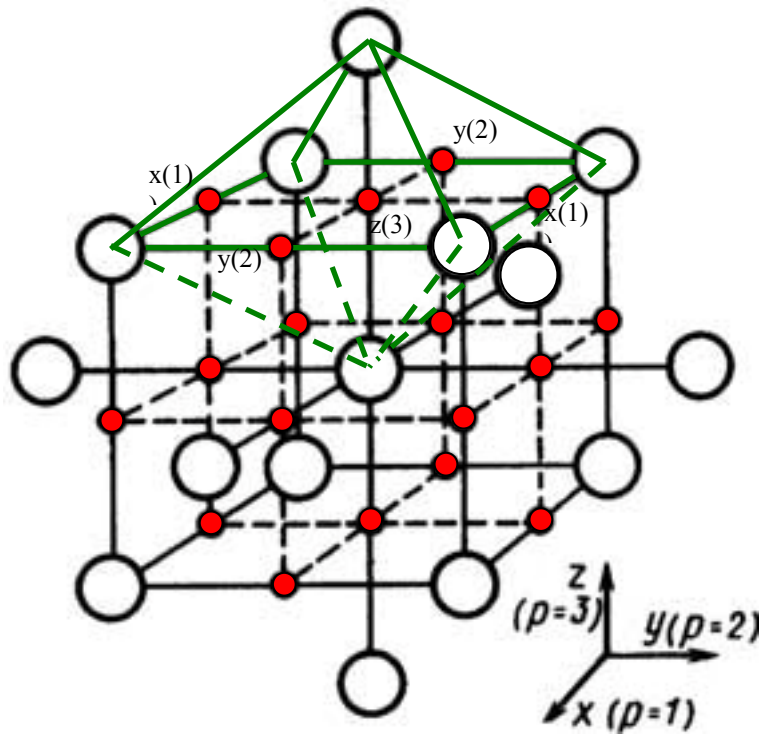


Figure 4-7 Site octaédrique (en rouge) de symétrie tétragonale dans la maille c.c.

La diffusion sous tension des interstitiels conduit au changement des paramètres du réseau cristallin (à la déformation anélastique) et provoque donc la relaxation de Snoek [131] :

$$\begin{cases} a_x = a_0 [1 + \lambda_1 n_1 + \lambda_2 (n_2 + n_3)] \\ a_y = a_0 [1 + \lambda_1 n_2 + \lambda_2 (n_1 + n_3)] \\ a_z = a_0 [1 + \lambda_1 n_3 + \lambda_2 (n_1 + n_2)] \end{cases} \quad [127] \quad (\text{III-1})$$

avec

$\lambda_1$  et  $\lambda_2$  – coefficients d'expansion du réseau cristallin déterminant les distorsions liées aux atomes interstitiels dans la maille c.c. du métal;

$n_1, n_2, n_3$  – probabilités d'occupation des sites interstitiels;

$a_0$  – paramètre du réseau du métal sans interstitiels.

Par ailleurs, le temps de relaxation est lié au coefficient de diffusion D :

$$\tau_r = \frac{a_0^2}{36D} \quad (\text{III-3})$$

et l'énergie d'activation de la relaxation H est égale à l'énergie d'activation de la diffusion des atomes interstitiels.

La température des pics de Snoek dépend des caractéristiques de diffusion des interstitiels :

$$T_m = \frac{H}{R \ln \frac{\pi a_0^2 f}{18D_0}} \quad (\text{III-5})$$

$$D_0 = \frac{a_0^2}{36\tau_0} \quad (\text{III-6})$$

Les températures des pics de Snoek  $T_m$  sont assez différentes pour les différents types d'atomes interstitiels suite à leurs caractéristiques de diffusion différentes dans le même métal. Cependant, dans certains cas les pics de Snoek peuvent se superposer. C'est exactement le cas du Fe- $\alpha$  pour lequel les températures du pic de C et du pic de N sont proches : 312K et 296K respectivement [131, 132]. C'est notamment pourquoi on parle de l'effet commun de carbone et d'azote et non pas de l'effet de chaque type d'atomes isolé.

En ce qui concerne les dislocations provoquées par la déformation à froid, le champ des contraintes d'une dislocation peut provoquer un réarrangement des atomes interstitiels proches de la dislocation [133, 134]. Ce réarrangement (ordre ou atmosphère de Snoek) est induit par une interaction à courte distance (le rayon d'une atmosphère de Snoek a été évalué à  $20b$  ;  $b$  – vecteur de Burgers) entre le champ des contraintes de la dislocation et les éléments de cisaillement du tenseur des déformations locales, induits par les interstitiels dans un site octaédrique. L'ordre de Snoek ne provoque pas l'augmentation de la concentration en atomes interstitiels à l'entour de la dislocation, contrairement aux atmosphères de Cottrell.

#### **4-2.2 Relaxation de Snoek-Köster**

L'ordre de Snoek est différent de l'atmosphère de Cottrell, puisque dans le cas d'une dislocation piégée par cette atmosphère, le seul moyen pour la remettre à glisser est de la solliciter mécaniquement à une température entre 150 et 300°C, pour qu'elle puisse traîner son atmosphère d'atomes par diffusion de ceux-ci. Cette plage de températures correspond à l'effet Portevin - Le Chatelier (vieillissement dynamique, interaction dislocations-impuretés mobiles) dans le cas d'une sollicitation statique : en déformant le métal dans ce domaine de température, il y a simultanément écrouissage et blocage des dislocations au fur et à mesure qu'elles se créent par les atomes interstitiels diffusant assez rapidement [135]. En sollicitation alternée ce comportement se traduit par du frottement intérieur à cause de la relaxation de Snoek-Köster

La relaxation de Snoek-Köster (S-K) se manifeste dans des métaux c.c. déformés et contenant les atomes interstitiels. La hauteur ainsi que la température d'un pic de S-K dépend de la concentration des atomes interstitiels dans la solution solide ainsi que de l'amplitude de la déformation anélastique [136].

L'augmentation de la concentration en interstitiels détermine une hausse de  $Q^{-1}$  jusqu'à la saturation et la hauteur du pic devient d'autant plus grande que la déformation préalable est plus importante. De plus, le recuit influence l'intensité de la relaxation de S-K. Le recuit à 240°C pendant quelques heures dans le système Fe-C augmente la hauteur du pic de S-K de 50% [131], c'est-à-dire que le vieillissement après la déformation est obligatoire pour avoir la formation du pic de S-K.

L'augmentation de la concentration de la solution solide fait croître la température du maximum de S-K jusqu'à une certaine valeur constante. Inversement, l'augmentation de l'amplitude de la sollicitation abaisse la température d'apparition du pic de S-K, comme cela a été montré pour les systèmes Fe-C et Fe-N [128], les plus étudiés.

La dépendance complexe de  $T_m$  de la concentration en interstitiels ainsi que des conditions de la déformation ne permettent pas de préciser avec justesse les valeurs des maximums de S-K. Les valeurs approximatives sont : 470 K pour le C dans le Fe [136] et 520 K pour le N dans le Fe [138].

Le degré de la relaxation unitaire de S-K (pour un atome adsorbé sur une dislocation) est quelques fois plus grand que dans le cas de la relaxation de Snoek [131], c'est pourquoi le mécanisme le plus simple de la relaxation de S-K, consistant en une réorientation des dipôles élastiques dans le champ des contraintes de la dislocation, proposé par W. Köster, n'est pas approprié pour décrire les résultats expérimentaux.

Schoeck G. a proposé de prendre pour la source de la déformation anélastique qui provoque la relaxation de S-K un mouvement des segments de dislocations, se courbant sous l'action de la contrainte appliquée, avec une vitesse limitée par celle de la diffusion des atomes fixant la dislocation [139]. Ainsi, ce modèle peut expliquer l'existence de deux pics de S-K (à cause de la diffusion longitudinale et transversale des atomes sur les dislocations) et prédire la sensibilité des paramètres de la relaxation à l'état structural du métal.

La relaxation de S-K selon Seeger A. [140, 141] est liée à la formation de doubles décrochements sur les dislocations en présence des atomes interstitiels mobiles.

Dans ces conditions, c'est exactement la relaxation de Snoek- Köster, qui peut attester le déroulement du vieillissement dans l'acier déformé à froid.

Soulignons que, en particulier pour les aciers doux, les mécanismes de frottement intérieur ont été particulièrement bien étudiés depuis plusieurs années à l'INSA de Lyon [142, 143, 144].

#### **4-2.3 Procédure expérimentale**

Nous avons choisi d'examiner en frottement intérieur l'armature en acier 20ГC, car c'est pour cette nuance d'acier que nous avons les changements les plus remarquables après la déformation et le traitement de vieillissement. Les échantillons ont été prélevés au cœur de l'armature pour confirmer ou bien réfuter l'influence de l'effet axial sur la cinétique du processus de vieillissement après la déformation par torsion. Le comportement en frottement intérieur de l'acier 20ГC a été étudié pour trois états différents, à savoir :

- état initial (0);
- après déformation par torsion (1) ;
- après déformation et traitement thermique de vieillissement (2).

Il faut noter, que le traitement thermique a été effectué au cours d'essais de frottement intérieur de l'acier à l'état (1). De plus, les essais réitérés sur les échantillons à l'état (0) nous ont permis d'estimer l'influence du traitement de vieillissement sur le comportement en frottement intérieur de l'acier non-déformé.

La préparation des échantillons est aussi une étape délicate, car il ne faut pas introduire des contraintes supplémentaires lors de l'usinage qui peuvent influencer les résultats du frottement intérieur. De plus, il faut prendre en compte, que nous utilisons des échantillons usinés de faibles tailles qui doivent décrire le comportement d'une armature entière. Pour résoudre ce problème nous



avons préféré utiliser une machine de DMA (Dynamic Mechanical Analyzer) plutôt que le pendule de torsion plus généralement utilisé. En effet, cette machine permet d'utiliser des échantillons plus massifs ( $b=4\text{mm}$ ,  $h=2\text{mm}$ ,  $L=20\text{mm}$ ) et un type de sollicitation en flexion trois points (non-encasté).

#### **4-2.4 Résultats expérimentaux et leur discussion**

Les figures 4-8 et 4-9 montrent le changement du frottement intérieur (tangente  $\delta$ ) pendant le traitement thermique de vieillissement selon le régime discuté ci-dessus, dans les paragraphes précédents.

Nous pouvons conclure, que l'armature à l'état initial, ainsi qu'après déformation, possède les pics du frottement intérieur correspondant à la relaxation de Snoek (pics ou maxima de Snoek). Toutefois, les pics de Snoek sont plus hauts pour l'acier à l'état initial ce qui correspond à une concentration plus forte en atomes interstitiels dans la solution solide (ferrite) par rapport à l'état déformé. La concentration élevée des interstitiels est évidemment liée au refroidissement rapide faisant partie du traitement thermomécanique de l'acier 20 FC.

En ce qui concerne l'acier déformé, la concentration élevée des défauts cristallins favorise la sortie des atomes interstitiels de carbone et d'azote de la solution solide et la diffusion de ceux-ci vers les dislocations provoquant par conséquent l'abaissement des hauteurs de pics de Snoek par rapport à l'état initial. Ainsi, des pics faibles et élargis caractérisent l'état déformé en liaison avec les processus de vieillissement artificiel qui démarrent plus rapidement aux températures plus basses ou même déterminés par un vieillissement naturel.

De plus, la température d'apparition des pics de Snoek est plus haute après déformation et se trouve autour de 65 à 70°C. Ce fait correspond aux travaux menés par W. Wepner, qui constate l'existence de deux stades de vieillissement qui se suivent à 38 et à 80°C pour le taux de pré-déformation intermédiaire [134, 145]. Ces stades sont identifiés comme étant la formation d'atmosphères de Cottrell suivie d'une précipitation dans la matrice.

Le maintien à 100°C conduit à l'abaissement du frottement intérieur et atteste ainsi la continuation du processus de précipitation des atomes de la solution solide. Le dégagement des atomes interstitiels est considérablement plus intense dans le cas de l'acier déformé, ce qui est lié à notre avis aux champs de contraintes des dislocations ainsi qu'à la concentration élevée des lacunes favorisant la diffusion des interstitiels à cette température relativement basse et pendant ce maintien court.

Ce phénomène peut expliquer aussi la diminution d'intensité des pics de Snoek lors du refroidissement, quand on se trouve dans le domaine des températures correspondant à la relaxation de Snoek. Par ailleurs, l'abaissement de la hauteur des pics pour l'acier déformé est plus fort, ce qui atteste un déroulement plus complet des processus de vieillissement.

Il faut noter, qu'une telle procédure de mesure du frottement intérieur aux températures caractéristiques correspondant aux phénomènes de relaxation (combinaison de mesures avec maintiens à ces températures) peut être utilisée pour l'estimation de l'influence de la durée de vieillissement sur l'intensité des maxima de relaxation.

Ainsi, nous pouvons conclure, en première approximation, que la déformation axiale, provoquée par la torsion à froid, est susceptible d'influencer la cinétique des processus de vieillissement au cœur de l'armature soumise à torsion, la transférant à un état plus stable et homogène (cf. paragraphe 1.2, chapitre 1, partie III).

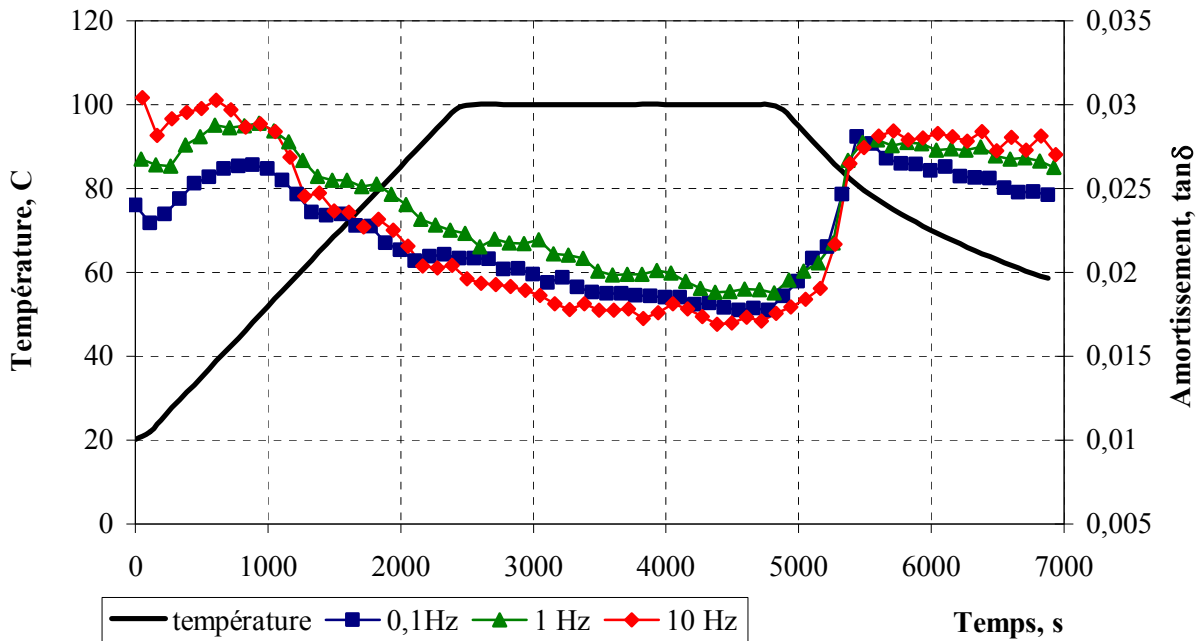


Figure 4-8 Évolution du frottement intérieur de l'acier 20FC à l'état initial au cours du traitement thermique de vieillissement

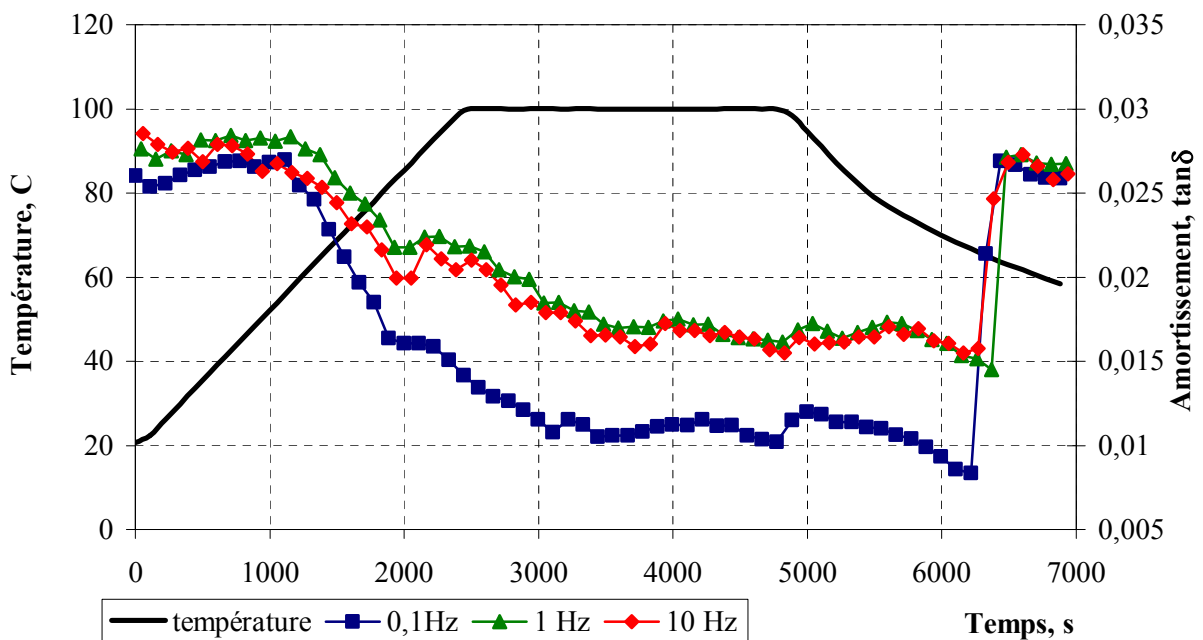


Figure 4-9 Évolution du frottement intérieur de l'acier 20FC déformé par torsion 25°/d au cours du traitement thermique de vieillissement

Le second chauffage mène de nouveau à l'apparition d'un pic de Snoek vers la température 45 à 50°C (en fonction de la fréquence appliquée) pour l'acier 20FC à l'état initial

(figure 4-10). La poursuite de l'échauffement révèle un pic très bas et diffus du frottement intérieur pour la relaxation de Snoek-Köster (150 à 200°C). L'existence de ce pic de S-K peut être expliquée par la présence d'une certaine densité de dislocations à l'état initial après le TMCP (cf. figure 4-1).

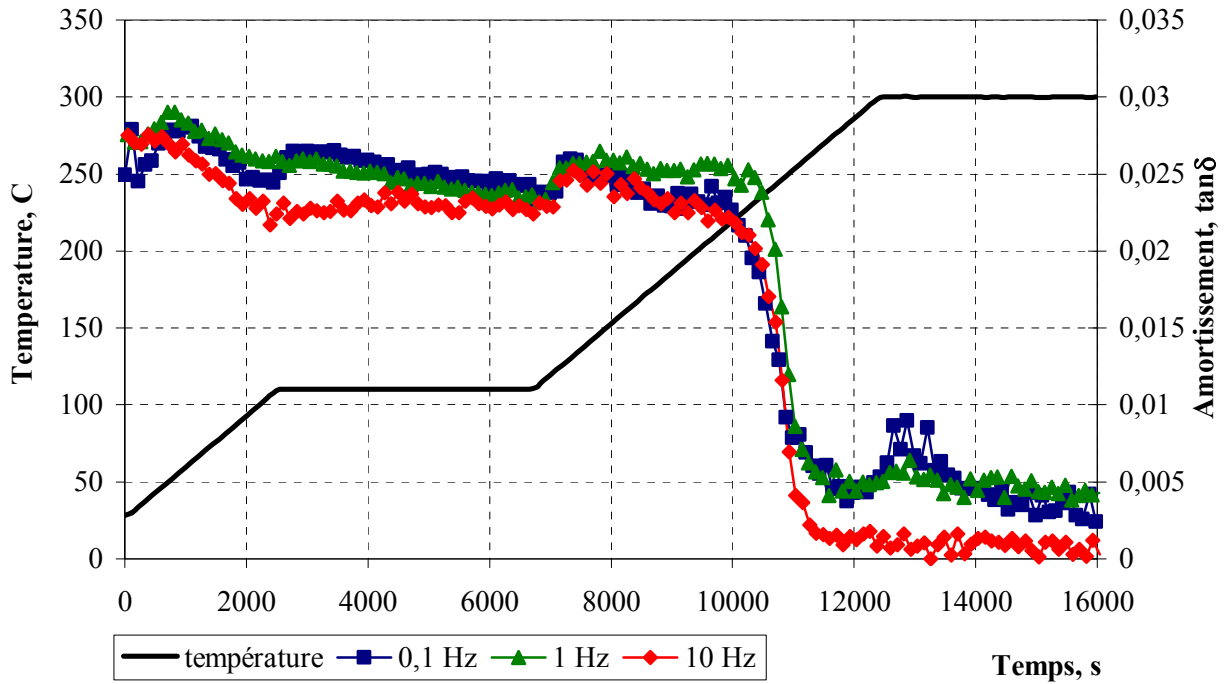


Figure 4-10 Changement du frottement intérieur de l'acier 20 FC à l'état initial lors du second chauffage

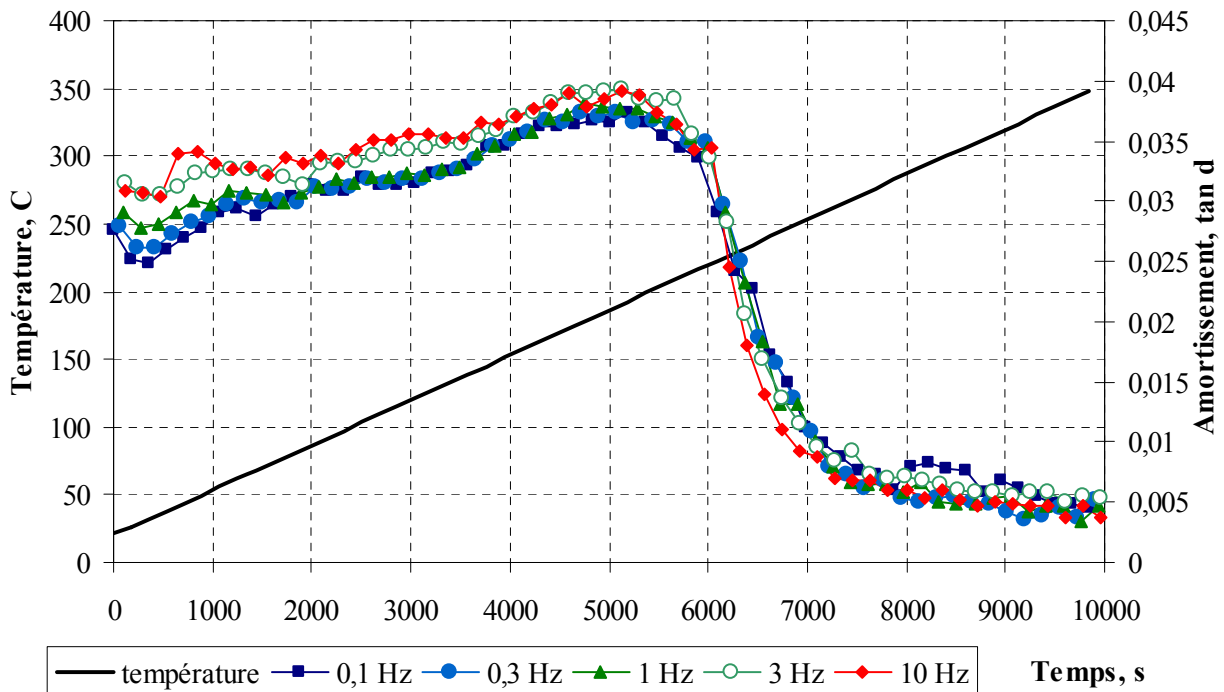


Figure 4-11 Changement du frottement intérieur de l'acier 20 FC après déformation 25%/d lors du second chauffage

L'acier après déformation par torsion ne possède pas, dans ces conditions, les pics de relaxation de Snoek, ce qui signifie la sortie presque complète des atomes interstitiels de C et de N à partir des sites octaédriques vers les dislocations dans la solution solide de Fe- $\alpha$  (figure 4-11).

Le fond d'amortissement assez élevé dans ce cas est lié à une déformation du réseau cristallin susceptible de provoquer le frottement intérieur en absence de carbone et d'azote en solution solide [134], mais par effet de piégeage-dépiégeage des dislocations par les amas d'interstitiels (pinning-effet).

Le réchauffement à la température 200°C dans le cas de l'acier déformé par torsion révèle un maximum de S-K net, assez haut et prononcé pour la plage de toutes les fréquences utilisées certifiant ainsi l'interaction des dislocations avec les atmosphères des atomes interstitiels et affirmant, par conséquent, le déroulement du processus de vieillissement après déformation dans le cœur de l'acier tordu. L'intensification de la mobilité diffusionnelle provoquant la libération des dislocations des atmosphères de Cottrell est à l'origine d'un abaissement subséquent du frottement intérieur avec l'augmentation de la température.

**En résumé**, on peut conclure, que la déformation par torsion suivie d'un traitement thermique, dont le régime est déterminé par des opérations technologiques lors de la fabrication des ouvrages en béton armé, provoque le phénomène de vieillissement après déformation au sein de l'armature.

La densité élevée des défauts cristallins tels que les dislocations et les lacunes favorise la diffusion des atomes interstitiels de carbone et d'azote déterminant, par conséquent, la possibilité d'un processus de vieillissement à des températures relativement basses ( $\leq 100^\circ\text{C}$ ) pendant des maintiens assez courts à ces températures.

L'effet axial, provoqué par la déformation par torsion, favorise le déroulement du vieillissement après déformation au cœur de l'armature, ce qui détermine en fin de compte la diminution de l'hétérogénéité dans la section droite de l'acier étudié.

### **4.3 Conclusion**

Dans ce chapitre nous avons présenté les études qui nous ont permis de révéler directement la présence des dislocations et de suivre l'évolution de la structure cellulaire des dislocations à l'aide des techniques de microscopie électronique en transmission et de frottement intérieur.

Nous avons remarqué, que la densité des dislocations est assez élevée à l'état initial, ce que traduit l'influence du traitement thermomécanique préalable. La déformation par torsion selon le régime développé provoque l'apparition de la structure cellulaire spécifique avec une dimension longitudinale beaucoup plus grande que la transversale, à savoir la « sous-structure planaire ». La déformation supplémentaire par flexion fait « fermer » les cellules de la sous-structure qui deviennent bien équiaxe ce qui rend l'armature plus stable et diminue considérablement les contraintes résiduelles. La taille des cellules dans ce cas correspond bien à la taille des domaines cohérents de diffraction ce qui certifie de plus que l'acier se trouve à l'état stabilisé [46]. En outre, une telle coïncidence permet de faciliter la procédure de détermination de la densité des dislocations

en utilisant les formules développées pour la technique de DRX [146, 147] et donc d'éviter la préparation sophistiquée de lames minces.

Ainsi, pour empilement chaotique des dislocations nous avons :

$$\beta = b\sqrt{l} \cdot f \sqrt{\rho} \cdot \operatorname{tg}\theta_0 \quad (\text{III-7})$$

avec

$\beta$  – élargissement physique d'une raie ;

$b$  – vecteur de Burgers de dislocation ( $= \ln\left\{\sqrt{\pi\alpha}C_V \cdot \ln\left(\sqrt{\pi\alpha}C_V\right)\right\}$  ;  $\alpha = 0,11$  pour le réseau c.c. ;  $C_V$  – paramètre qui prend en compte l'orientation ainsi que les caractéristiques élastiques de la dislocation, il dépend de l'énergie de défaut d'empilement et égale pour la plupart des matériaux de 5 à 6) ;

$f(\text{c.c.}) = 4(1-2r) / 9$  ( $r = h^2k^2 + h^2l^2 + l^2k^2 / (h^2 + k^2 + l^2)^2$ )

$\theta_0$  – angle de Bragg;

$\rho$  – densité des dislocations.

Si les dislocations forment les joints des blocs de mosaïque (de DCD) désorientés aux petits angles :

$$\beta = \rho\lambda D^{-1} \sec\theta_0 \quad (\text{III-8})$$

avec

$D$  – taille des blocs de mosaïque (de DCD).

Par contre, la technique de MET est peu appropriée pour suivre l'évolution de la structure de l'acier après le traitement thermique de vieillissement à 100° après déformation.

La technique de frottement intérieur a permis de mettre en évidence le déroulement des processus de vieillissement au cœur de l'acier déformé. L'acier à l'état initial et déformé par torsion possède deux pics de frottement intérieur dans la plage des températures de 25 à 300°C correspondant aux relaxations de Snoek et de Snoek-Köster. Le traitement thermique après déformation par torsion provoque la diminution du pic de Snoek à basse température et au contraire favorise l'apparition de pic de S-K vers la haute température. Ces deux phénomènes attestent le déroulement du processus de vieillissement après écrouissage dans le cœur de l'acier tordu. Ainsi, l'effet axial, provoqué par la déformation par torsion, favorise le vieillissement après déformation au cœur de l'armature, ce qui détermine la diminution de l'inégalité des propriétés mécaniques de l'acier étudié dans la section droite.



**CONCLUSIONS GÉNÉRALES ET PERSPECTIVES**





➤ Cette thèse réalisée en co-tutelle entre l'École Centrale de Lyon et l'Académie Nationale de Métallurgie d'Ukraine est consacrée à la problématique de production des armatures pour béton, livrées en couronnes, de qualité B(A)500, en aciers bas carbone faiblement ou non- ou faiblement alliés qui sont les plus utilisés dans le génie civil. La forme en couronne facilite notablement le transport de l'armature vers l'utilisateur et minimise au maximum les déchets de découpe sur les chantiers de construction.

Il faut reconnaître, que le mode principal de production des armatures pour béton est actuellement le traitement thermomécanique (TMCP). Cependant, ce type de production possède certaines limitations d'applicabilité pour l'armature de petit diamètre de 5 (4) à 12 mm. Parmi ces limitations :

- le freinage du fil d'armature dans le dispositif de refroidissement (tubes à eau) lors du refroidissement intensif et, par conséquent, la probabilité élevée d'incidents et d'interruptions de fonctionnement du laminoir ;
- la longueur insuffisante de la ligne de refroidissement à l'eau qui rend impossible le refroidissement du fil d'armature se mouvant à grande vitesse jusqu'à la température nécessaire. Ce fait peut être pris en compte lors de la construction des nouveaux laminoirs, mais le problème reste très difficile à résoudre dans le cas du réaménagement des ateliers de laminage existants. La diminution de la vitesse de laminage peut provoquer la dégradation considérable des cylindres de laminoirs à cause de leur réchauffement excessif au début (formation de calamine) et du voilage de leur surface à la fin du processus de laminage. De plus, le rendement de laminage diminue ce qui entraîne donc des pertes financières pour l'entreprise ;
- la non-uniformité des processus de revenu et de transformation de phases selon la position du fil dans la couronne. La trempe interrompue avec auto-revenu détermine le réchauffement de la surface refroidie grâce à la chaleur accumulée dans le cœur de l'armature. Dans ces conditions les spires intérieures d'une couronne se trouvent dans des conditions presque isothermiques (revenu à haute température), tandis que les spires extérieures de la couronne sont dans des conditions de refroidissement à l'air. Ainsi, les microstructures obtenues et donc les propriétés mécaniques, ne sont pas les mêmes selon la longueur de l'armature mis en couronne. De plus, il est impossible d'obtenir l'acier à béton de qualité 500 MPa de limite d'élasticité, conformément aux normes en vigueur.
- la précision réduite de la forme du profil de l'armature à cause d'un effet de dilatation (ou contraction) thermique lors de la production.

➤ Le mode de production de l'armature par un étirage à travers une filière stationnaire (conique) ou à travers une filière à rouleaux est également bien répandu. Il permet d'éviter les problèmes propres au traitement thermomécanique. Cependant, la nature fractionnée de la déformation à froid lors de passage d'un diamètre plus grand à un diamètre plus petit pendant

l'étirage ainsi que le changement multiple de forme de tréfilé sont à l'origine de la plasticité faible de l'armature tréfilée.

Pour améliorer le comportement plastique de l'acier à béton et stabiliser ses propriétés après la déformation à froid, on utilise des revenus différents ainsi que d'autres traitements adoucissants tels que, par exemple, la flexion alternée. Les traitements supplémentaires peuvent augmenter la plasticité de l'armature, mais entraînent des coûts supplémentaires et déterminent une perte du rendement de production.

➤ Les autres types de déformation à froid peuvent être aussi utilisés pour la production de l'acier à béton. Le moyen de déformation le plus répandu dans la pratique de production des armatures, bien maîtrisé dans des années 70-80 était la déformation par traction (étirage). L'autre type de traitement d'écrouissage, à savoir la déformation par torsion, a été proposé avant le moyen d'étirage, mais à cause de différents problèmes techniques (p. ex. inégalité de l'angle de torsion le long de la barre-type de l'armature) il était moins utilisable.

On a utilisé ces deux types de déformation pour des aciers déformés à chaud non-traités thermomécaniquement. Ce fait a été à l'origine d'impossibilité d'obtention de propriétés mécaniques élevées pour les armatures déformées. De plus, le niveau de développement insuffisant de l'équipement pour permettre ces déformations exigeait des opérations manuelles. Ceci a été la raison principale pour reconnaître les armatures déformées par traction et torsion non compétitives et donc pour les retirer de la production.

Les progrès techniques dans le domaine de la production d'équipements pour déformations, ainsi que les problèmes rencontrés lors de l'utilisation des technologies « classiques » ont rendu de nouveau d'actualité les déformations supplémentaires à froid.

➤ Dans notre travail nous avons étudié l'influence de différents types de déformation à froid (traction, flexion et torsion) sur les propriétés finales de différentes nuances d'acier bas carbone plus et moins chargés en éléments d'addition, qui sont les plus employées dans la production des aciers à béton.

Nous avons proposé d'utiliser, en tant que semi-produit avant la déformation, des aciers traités thermomécaniquement moins résistants (qualité ~ 400MPa pour la limite d'élasticité) avec des teneurs différentes en carbone et en autres éléments d'alliage tels que Mn et Si, la production desquels ne se heurtent pas à aux problèmes indiqués ci-dessus. Ainsi, une déformation dans ce cas n'est plus un simple traitement supplémentaire d'écrouissage, mais la partie du traitement combiné mécano-thermomécanique. Par ailleurs, nous avons choisi d'étudier aussi ces aciers sans traitement thermomécanique.

La déformation par torsion a été choisie principalement pour être la composante du traitement mécano-thermomécanique que nous proposons d'utiliser. L'application de la torsion permet d'augmenter de manière stable les propriétés de résistance et de maintenir les caractéristiques de plasticité à haut niveau. Par ailleurs, la déformation par torsion ne possède pas les caractéristiques négatives, propres aux déformations par traction et par flexion.

L'utilisation de la déformation par flexion n'a pas permis d'atteindre la qualité recherchée pour l'armature B(A)500 à cause de la spécificité de ce type de déformation : lors de la déformation alternée ont lieu les processus de durcissement et d'adoucissement suite à des contraintes opposées de traction et de compression qui changent sa direction (effet Bauschinger). L'étude de ce moyen de déformation nous a permis de trouver une déviation par rapport à une règle, proposée par W. Smith et Khetsberg qui décrit l'existence du durcissement dans le cas où  $R_m/Re_{(0,2)} \geq 1,4$  et de l'adoucissement si  $R_m/Re_{(0,2)} \leq 1,2$ . Nous avons déterminé que ces limites doivent être révisées car l'adoucissement de l'acier (Ст3пс) a lieu déjà si le rapport  $R_m/Re_{(0,2)} \approx 1,3$ .

La déformation par traction assure l'obtention du durcissement maximal avec un niveau assez élevé de la plasticité. Cependant, le rapport  $R_m/Re_{(0,2)}$  qui représente la sécurité de l'armature dans l'ouvrage en béton armé diminue considérablement et sort parfois de la limite minimale possible prescrite dans des normes en vigueur. De plus, l'organisation du processus continu de déformation par traction (étirage) ainsi que du contrôle des efforts et des allongements lors de la déformation sont très problématiques.

➤ Les opérations technologiques différentes rencontrées dans les entreprises de génie civil sont associées à la combinaison de différents types de déformation. Nous avons étudié de ce fait l'influence de la déformation complémentaire de flexion sur les propriétés de l'armature prétraitée par traction et torsion. Ces études nous ont montré que si l'armature a été traitée par torsion elle reste moins sensible au changement des propriétés mécaniques lors de l'utilisation d'une déformation anisotrope (telle que la flexion) par rapport à l'étirage. Le résultat utile de la restauration de plasticité ( $A_r$ ) est aussi plus significatif dans le cas de la torsion. Ce fait milite aussi en faveur du choix de la déformation par torsion.

➤ L'étude de l'influence du degré de déformation par torsion sur l'évolution des propriétés mécaniques nous a permis de déterminer le régime selon lequel il est possible d'obtenir avec assurance l'armature de qualité B(A)500, possédant des propriétés mécaniques qui dépassent les exigences des normes. Nous prouvons que la déformation par torsion avec un taux de déformation (angle de torsion relatif) de 20 à 25°/d (cisaillement ~ 22%) permet d'y parvenir.

La déformation par torsion selon ce régime assure, pour les nuances d'acier plus chargées en carbone (20ГC, 25Г2C, Ст3кп) traitées thermomécaniquement, des caractéristiques de résistance et de plasticité élevées qui dépassent les exigences des normes correspondantes. La même déformation peut faire passer l'acier de plus bas carbone sans éléments d'alliage (Ст1кп) dans une classe de résistance élevée par rapport à l'état initial.

Ainsi, nous avons révélé les avantages à utiliser des aciers ayant des compositions chimiques bien précises, à savoir : 0,18 à 0,22% de C, 0,8 à 1,2% de Mn, ~ 1,0% de Si. Le carbone équivalent, dans ces conditions, varie entre 0,3 et 0,4%, ce qui garantit à l'acier une bonne soudabilité. De plus, nous avons montré, qu'il faut posséder un niveau de résistance bien déterminé après le traitement thermomécanique pour que l'acier traité par torsion ne soit pas trop ou insuffisamment durci. La valeur optimale de la limite d'élasticité selon nos études est de 380 à 430

MPa selon la composition chimique de l'acier. Plus l'acier est chargé en éléments d'alliage, moins la valeur de la limite d'élasticité après le TMCP doit être importante. Le niveau de la limite d'élasticité indiquée assure des valeurs absolues de la résistance (Re) et de plasticité (Ar ou Agt) qui dépassent les exigences des normes vis-à-vis de la classe de résistance de 500MPa, à l'état post-traitement mécano-thermomécanique. De plus, la non-uniformité des caractéristiques mécaniques le long du fil d'armature en couronne peut être éliminée grâce à la déformation 25°/d (p. ex. pour l'acier 20ГC), ce qui rend l'armature plus homogène, car l'acier moins résistant se trouve plus sensible à l'écroutissage

Ainsi, les propriétés initiales du « semi-produit » et le régime de torsion ont été utilisés dans l'élaboration des clauses techniques TY Y 27.1-24432974-007:2005 de l'entreprise ArcelorMittal Kryviy Rih et ont été à la base du brevet ukrainien de modèle industriel № 33074.

➤ Nous avons montré que l'acier à béton déformé à froid doit subir un traitement thermique de vieillissement à la température 100°C environ, pour satisfaire aux exigences des normes ISO 10065. De plus, le traitement technologique à la vapeur du béton armé assure les mêmes conditions thermiques pour les armatures en son sein. L'étude de la condition de contraintes après torsion ainsi que l'influence du traitement thermique indiqué ont été effectuées à l'aide de la technique de microdureté.

Les essais de microdureté nous ont permis de révéler un écart par rapport à la théorie de torsion, proposée par A. Nadai. Ils se caractérisent, dans notre cas, par une augmentation de la microdureté au cœur des échantillons soumis à torsion qui peut être expliquée par l'effet axial de l'extension ou de la contraction.

Le traitement thermique supplémentaire conditionne le post-durcissement de l'acier, traduit par l'augmentation de microdureté. Nous avons remarqué qu'après le traitement thermique, l'augmentation de la microdureté au cœur de l'armature est plus forte par rapport à celle de la surface. L'armature déformée devient donc plus homogène à travers la section droite.

➤ L'analyse micrographique à l'aide des techniques de microscopie optique et électronique à balayage nous a montré la présence des structures de transformation non-diffusionnelle (martensite) à la surface et de type intermédiaire (bainite supérieure) dans les couches subsurfaciques du fil d'armature pour des aciers ayant subi le traitement thermomécanique. Le cœur des armatures, quant à lui, se compose du mélange ferrito-perlitique.

La déformation par torsion selon le régime proposé 20 – 25°/d ne provoque pas de défauts de continuité des microstructures, tels que des fissures aux interphases, la décohésion de la couche superficielle même si les contraintes de torsion sont maximales à la surface. La torsion peut donc être utilisée sans précautions, particulièrement pour les aciers TMCP.

Par ailleurs, la déformation par torsion, grâce à son état spécifique de contraintes peut parcelliser la structure en bandes à la surface des échantillons et la rendre moins étendue au cœur des échantillons de l'acier au manganèse de type 08Г2C. La microstructure des échantillons devient donc plus homogène.

➤ L'effet axial après la déformation par torsion, la présence et le changement de la texture cristallographique lors ce type de déformation, ainsi que le changement de l'état de contraintes du I<sup>er</sup> et de II<sup>ème</sup> ordre ont été révélés et étudiés à l'aide des techniques de diffractométrie des rayons X.

Les contraintes du I<sup>er</sup> ordre ont été estimées à l'aide de la méthode  $\sin^2\psi$ . Les valeurs des contraintes résiduelles du II<sup>ème</sup> ordre ont été évaluées à l'aide des distorsions du réseau cristallin en utilisant la méthode d'approximation.

Nous pouvons conclure que les aciers étudiés se caractérisent par la présence de contraintes résiduelles de compression à l'état initial ainsi qu'après la déformation par torsion et le traitement de vieillissement. La déformation par torsion va créer des contraintes actives de traction qui vont diminuer les contraintes de compression résiduelles sous la surface des armatures. De plus, la déformation par torsion et le traitement de vieillissement ultérieur provoquent un effet axial, la direction d'action duquel dépend de l'état microstructural ainsi que de la texture spécifique existant dans l'armature avant et après le traitement de déformation.

Pour les contraintes résiduelles du II<sup>ème</sup> ordre nous constatons des élargissements de pics de diffraction, provoqués par les distorsions du réseau cristallin ainsi que par la présence des domaines cohérents de diffraction de petite taille. Dans certains cas les difficultés instrumentales de la détermination de l'élargissement des raies 110 masquent en quelque sorte l'effet des domaines cohérents de diffractions sur l'élargissement et rendent impossible la détermination de leur tailles. Pour éviter ces problèmes nous proposons aux expérimentateurs de mieux focaliser le faisceau des rayons X en utilisant des fentes plus fines et d'augmenter le temps d'exposition pour les pics aux petits angles de diffraction.

La déformation par torsion provoque les distorsions maximales du réseau cristallin à la surface ainsi qu'au cœur de l'armature. La combinaison de la torsion avec la déformation par flexion conduit à l'abaissement des distorsions à cause du phénomène d'anisotropie de déformation et, par conséquent, à une stabilisation de l'état déformé. L'application du traitement thermique de vieillissement assure la diminution des distorsions du réseau cristallin et donc des micro-contraintes au cœur de l'armature. Ce phénomène peut être lié à l'effet du vieillissement après déformation et le processus correspondant de relaxation, déterminé par l'interaction des dislocations avec les atomes interstitiels. Les changements de l'état de contraintes révèlent de la sorte l'influence de l'effet axial sur l'état des contraintes résiduelles du II<sup>ème</sup> ordre.

➤ Les techniques de microscopie électronique en transmission et de frottement intérieur nous ont permis d'examiner directement l'apparition d'une grande densité des dislocations, de suivre l'évolution de la sous-structure cellulaire et d'étudier les processus de relaxation provoqués par le mouvement des atomes interstitiels ainsi que l'interaction des atmosphères de ces atomes avec les dislocations formées.

Nous avons montré, que la déformation par torsion est à l'origine de la formation de sous-structure cellulaire planaire allongée. La déformation par flexion stabilise la sous-structure en rendant la forme des cellules obtenues après torsion équiaxe.

La technique de frottement intérieur a permis de confirmer le déroulement du processus de vieillissement à 100°C après déformation, au cœur de l'armature déformée par torsion et de mettre en évidence l'effet axial favorisant ce vieillissement.

➤ Ainsi, la déformation par torsion, partie du traitement mécano-thermomécanique, rend l'acier à béton plus résistant en gardant des propriétés plastiques de haut niveau. De plus, les opérations technologiques différentes dans les usines de génie civil contribuent à l'homogénéisation de l'état structural des aciers déformés et favorisent la stabilisation de l'état de contraintes résiduelles dans le matériau, grâce aux changements de la sous-structure de dislocations pendant la déformation supplémentaire anisotrope et le processus de vieillissement. De ce point de vue ces opérations peuvent être utilisées consciemment pour rendre l'acier, et par conséquent l'ouvrage en béton armé plus stable, plus solide et sécurisé.

### ***Perspectives***

Plusieurs perspectives pourraient être exploitées pour donner suite à notre étude.

❖ La déformation à froid provoque normalement la diminution des propriétés de plasticité ainsi que de ténacité au choc. En ce qui concerne la déformation par torsion elle mène à une diminution modérée de la plasticité. De plus, le cycle des opérations technologiques dans des usines de génie civil contribue à la stabilisation de l'état déformé selon différents paramètres. Ainsi, l'étude de la résilience pourrait confirmer nos recommandations en ce qui concerne l'application d'un traitement mécano-thermomécanique pour produire l'acier à béton de classe de résistance B(A)500.

❖ Le ciment est un milieu corrosif pour l'armature. Ainsi, la stabilité de l'état déformé par torsion et la durabilité de l'acier doivent être vérifiées à l'aide d'essais de corrosion simple et de corrosion sous contrainte puis comparées aux aciers tréfilés ou ceux traités TMCP. Ce dernier essai doit être appliqué à des aciers ayant une limite d'élasticité  $Re \geq 600\text{MPa}$  (de type 20ГC, 25Г2C), car ils peuvent être utilisés dans des constructions en béton armé précontraint.

❖ La torsion est une déformation complexe déterminant la répartition non-uniforme des contraintes dans la section droite de l'armature. La non-uniformité de contraintes ainsi que la présence possible d'une texture cristallographique et son changement au cours de la déformation par torsion sont à l'origine d'un effet axial favorisant une « égalisation » des propriétés dans la section droite de l'armature, directement après la déformation mais aussi après le traitement de vieillissement. Ainsi, l'évolution de la texture cristallographique doit être étudiée plus précisément dans différents points de la section droite à l'aide d'une technique de figures de pôle.

**RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

1. FUENTÈS A., LACROIX R. et THONIER H. Traité de béton armé. Eyrolles, 1982, 632 p.
2. LACROIX R., CLÉMENT J. L. Comportement structural des bétons armé et précontraints, Hermes - Lavoisier, Paris, 2002.
3. Report of the International Steelmaking Days 2007 of ATS // Revue de métallurgie №1, 2008.
4. BARRALIS J., MAEDER G. Précis de métallurgie. Élaboration, Structures-Propriétés et Normalisation. AFNOR, NATHAN, 2005.
5. GREDET M., LESSEL G., SIMON P. Laminage de ronds à béton Tempcore en bobines sur un train à fil moderne à grande vitesse // Revue de Métallurgie-CIT, 1987, № 1, P. 25-31.
6. DANILOVA O. Étude des relations microstructure / propriétés mécaniques des aciers bas carbone microalliés, en fonction des paramètres du traitement thermique et thermomécanique. Thèse de doctorat, INSA de Lyon, 2000.
7. ГОЛЬДШТЕЙН М. И., ГРАЧЕВ С. В., ВЕКСЛЕР Ю. Г. Специальные стали. М.: Металлургия, 1985, 408 с.
8. LESLIE W.C. Iron and its Dilute Substitutional Solid Solutions. Met. Trans. (USA), 3, p. 5-26, janv. 1972.
9. GRUMBACH M. Acier d'usage général. Techniques de l'Ingénieur, dossier M305.
10. JONCHERAY T., LE BON A. Laminage contrôlé intercritique // Revue de Métallurgie, mars 1983.
11. JONCHERAY T. Déformation plastique dans le domaine mixte  $\gamma$  et  $\alpha$  pour divers aciers de masse. Rapport de convention CECA 7210-MA-309, 1983.
12. ROFÈS-VERNIS J., HÉRITIER B., MAITREPIERR P., WYCKAËRT A. Laminage contrôlé de produits longs (barres et fils) en aciers micro-alliés // Revue de Métallurgie, novembre 1983, P. 879-885.
13. ROSSARD C. Simulation du laminage contrôlé de divers aciers. Recristallisation pendant la déformation et conséquences pour l'efficacité du traitement thermomécanique // Revue de Métallurgie, 65, № 3, p. 181-95, mars 1968.
14. ZEGHADI A. Effet de la morphologie tridimensionnelle et de la taille de grain sur le comportement mécanique d'agrégats polycristallins. Thèse de doctorat, École des Mines de Paris, 2005.
15. ROSSARD C., LECLERC J. Aciers soudables à haute limite d'élasticité. Éléments intervenant dans le choix d'une composition chimique en fonction des traitements thermomécaniques appliqués en cours ou après laminage. Communication à la Soc. Ing. Soudeurs le 29 juin 1972.
16. CONSTANT A., GRUMBACH M. et SANZ G. Étude des transformations de l'austénite et de l'évolution des précipités dans les aciers à dispersoïdes. Conséquences pratiques. Revue de Métallurgie, 67, № 11, p. 913-30, nov. 1970.
17. ГУБИНСКИЙ В. И., МИНАЕВ А. Н., ГОНЧАРОВ Ю. В. Уменьшение окисления при производстве проката. К.: Техника, 1981, 135с.



18. УЗЛОВ И. Г., ПАРУСОВ В. В., ГВОЗДЕВ Р. В. и др. Управляемое термическое упрочнение проката. – Киев: Техника, 1989, 118 с.
19. БЕРНШТЕЙН М. Л. Структура деформированных металлов.– М. : Металлургия, 1977
20. ПАРУСОВ В. В. Отчет по НИР «Разработка и освоение технологии производства арматурного проката в мотках классов А400С-А500С на сортовой линии МПС 250/150-6». ИЧМ Днепропетровск, 2005, 78 с.
21. SIMONNET G. Tréfilage de l'acier. Techniques de l'Ingénieur, dossier M645.
22. ABDELLAOUI A. Étude de la texture cristallographique de fils d'acier perlitique en fonction des conditions de tréfilage. Influence sur les propriétés mécaniques. Thèse de doctorat, Université de Metz, ISGMP, 1995.
23. БИТКОВ В. В. Технология и машины для производства проволоки. Екатеринбург, УрО РАН, 2004, 345 с.
24. ХАРИТОНОВ Вик. А., ХАРИТОНОВ В. А. Особенности метизного производства арматурной стали диаметром 5,0 – 12,0 мм класса прочности 500 // *Metiz*, №9 (28), сентябрь 2007, С. 21-25.
25. ЗИНУТТИ А., САРО Д. Преимущества роликовой волоки для производства проволоки. Технологии современного метизного производства. // *Метизы*, № 1 (05), 2004, С. 42-46
26. РОДИН В.И., ХАРИТОНОВ В.А., СЕМЕНОВ А.А. Арматурная проволока со свойствами арматурной стали класса А500С. Организация производства по переработке катанки для получения арматурной проволоки класса А500С (В500 по DIN 488 и EN 10080) диаметром 5,0-10,0 мм в бунтах и прутках. // *Метизы*, № 2 (06), 2004, С. 56-62.
27. ИВЧЕНКО А.В., АМБРАЖЕЙ М.Ю., ТАБАЛАЕВ К.В., ПРИХОДЬКО Е.В. Анализ требований нормативной документации на холоднодеформированный арматурный прокат и обеспечение нормируемых механических свойств при его производстве // *Метиз*, 2006, С. 30-34.
28. МАДАТЯН С. А. Арматура железобетонных конструкций. –М.: Воентехлит, 2000, 256 с.
29. EUROCODE 2: « Design of Concrete Structures ». Part 1: « General Rules and Rules for Buildings », CEN, 2001.
30. EN10080: « Steel for the Reinforcement of Concrete, Weldable, Ribbed Reinforcing Steel B500 », 2005.
31. ДСТУ ENV 10080: 2005: « Сталь для армування бетону. Зварювана рифлена арматурна сталь В500. Технічні умови на постачання прутків, мотків і зварної сітки ». – К.: Держспоживстандарт України, 2006.
32. ДСТУ 3760: 2006 « Прокат арматурний для залізобетонних конструкцій. Загальні технічні умови ». – К.: Держспоживстандарт України, 2007.

33. ГОСТ Р 52544-2006: «Прокат арматурный свариваемый периодического профиля классов А500С и В500С для армирования железобетонных конструкций ». – М.: Стандартиформ, 2006.
34. NF A35-016: « Aciers pour béton armé. Aciers soudables à verrous ». – Partie 1 : « Barres et couronnes ». – Partie 2 : « Treillis soudés ». AFNOR, 2007.
35. NF A35-019: « Aciers pour béton armé. Aciers soudables à empreintes ». – Partie 1 : « Barres et couronnes ». – Partie 2 : « Treillis soudés ». AFNOR, 2007.
36. ISO 6935-2 « Steel for the Reinforcement of Concrete ». – Part 2: « Ribbed Bars ». ISO, 2007.
37. DIN 488-1 : « Betonstahl » – Teil 1 : « Sorten, Eigenschaften, Kennzeichen ». DIN, 1984.
38. Строительные нормы и правила. Часть I, Раздел В, Глава 4. Арматура для железобетонных конструкций: СНиП I-B.4-62. -М.: Государственное изд-во литературы по строительству, архитектуре и строительным материалам, 1963.
39. МУЛИН Н.М. Стержневая арматура железобетонных конструкций. – М.: Стройиздат, 1974, 232 с.
40. СОКОЛОВСКИЙ П.И. Арматурные стали. – М.: Metallurgiya, 1964, 208 с.
41. RENAUD H., LETERTRE F. Ouvrages en béton armé. Technologie du bâtiment. Gros oeuvre. Foucher, 2003.
42. GUERRIN A. Traité de béton armé. Généralités, propriétés générales, mécanique expérimentale du béton armé. Tome I. Paris: Dunod, 1973, 355 p.
43. ИВЧЕНКО А.В, КОЛПАК В.П., ТАБАЛАЕВ К.В., ИВЧЕНКО А.А., ТИХОНОВ И.Н., СУРИКОВ И.Н. Повышение прочностных свойств арматурного проката в технологическом цикле изготовления ЖБИ // Строительство, материаловедение, машиностроение: сб. науч. трудов. Вып. 32, ч.1, Дн-ск, ПГАСА, 2005.
44. ФЕОДОСЬЕВ В.И. Сопротивление материалов: Учебник для машиностроительных вузов. – М.: Наука, 1967, 552 с.
45. ОДИНГ И.А. Допускаемые напряжения в машиностроении и циклическая прочность металлов. – М.: МАШГИЗ, 1962, 260 с.
46. ПЕРЧУН Г.И. Разработка и опробование режимов и технологии разупрочняющей обработки холоднодеформированной проволоки из низкоуглеродистой стали на основе исследования закономерностей механической устойчивости субструктуры феррита: Дис. на соискание уч. степени канд. техн. наук: 05.16.01. – Днепропетровск, 1991, 222 с.
47. ВАКУЛЕНКО І.О. Структуроутворення та деформаційне зміцнення при пластичній деформації вуглецевих сталей: Автореф. дис. на здобуття нук. ступеня д-ра техн. наук: 05.16.01/ Інститут чорної металургії ім. З.І. Некрасова Національної академії наук України. – Дніпропетровськ, 2003, 34 с.
48. ГУЛЬ Ю. П., ИВЧЕНКО А.В., АМБРАЖЕЙ М.Ю. Способы стабилизации холоднодеформированного состояния с целью повышения пластичности // Новини науки Придніпров'я, №5, 2006, С.25-27.

49. Atlas des courbes de transformation des aciers de fabrication française. IRSID, CPS, Paris, 1974.
50. КЛИМЕНКО А. П., КАРНАУХ А. И., БУРЯ А. И., СЫТАР В. И. Дифференциально-термический анализ и технологи термической обработки. Днепропетровск, «Пороги», 2009г, 321 с.
51. WEVER F., Rose, A. Atlas zur Wärmebehandlung der Stähle. Bd. 1. – Düsseldorf: Verein Deutscher Eisenhüttenleute, Verlag Stahleisen M. В. Н, 1961 –257 Blatt.
52. Пат. 2014927 РФ, МКИ В 21 D 11/15. Линия для заготовки и упрочнения арматурных стержней: Пат. 2014927 РФ, МКИ В 21 D 11/15 / А.В. ИВЧЕНКО, Ю.П. ГУЛЬ, В.А. ХАВАЛДЖИ. –№5058086; Заявл. 10.08.92; Опубл. 30.06.94; Бюл.№12. –4с.ил.
53. ГОСТ 3565-80 Металлы. Метод испытания на кручение. –М.: Издательство стандартов, 1980
54. ВИХЛЕВИЦУК В.А., ОМЕСЬ Н.М., НЕЧЕПОРЕНКО В.А. Малокремнистые арматурные стали повышенной прочности. – К.: Наукова думка, 1999, С. 102-103
55. ASTM E 384-89 « Microhardness of Materials », 1997.
56. ГОСТ 9450-76 «Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников». –М.: Издательство стандартов, 1976.
57. ISO 6507 « Hardness Test – Vickers test ». – Part 3: « To less than HV<sub>0,2</sub> ». ISO, 1989.
58. PAQUETON H., RUSTE J. Microscopie électronique à balayage. Principe et équipement. Techniques de l'Ingénieur, dossier P865v2.
59. BROLL N. Caractérisation de solides cristallisés par diffraction X. Techniques de l'Ingénieur, dossier PE 1080.
60. PENG Jun Détermination des contraintes résiduelles dans des revêtements par diffraction des rayons X en faible incidence. Thèse de Doctorat, ENSAM, CER de Paris, 2006.
61. MACHERAUCH E., WOLFAHRT H. and WOLFSTIEG U., Н.Т.М, vol. 123, p. 201, 1973.
62. УМАНСКИЙ Я.С., СКАКОВ Ю.А., ИВАНОВ А.Н., РАСТОРГУЕВ Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. М.: Металлургия, 1982
63. ГОРЕЛИК С.С., РАСТОРГУЕВ Л.Н., СКАКОВ Ю.А. Рентгенографический и электронографический анализ металлов. – М.: Металлургия, 1970г.,254с.
64. РУСАКОВ А.А. Рентгенография металлов: Учебник для вузов. М.: Атомиздат, 1977, 480 с.
65. KOCKELMAN H. Mechanical methods of determining residual stresses - Residual stresses. Measurement, calculation, evaluation. Papers presented at the Conférence on Residual Stresses, Darmstadt, Germany, 1990.
66. CERRETI M. Evaluation des contraintes résiduelles par diffraction des neutrons. Application aux matériaux composites à matrice métallique et aux revêtements déposés par torche plasma. Thèse de Doctorat, Université de Reims Champagne Ardennes, 1993.

67. GUIPONT V. Déterminations expérimentales de contraintes résiduelles au sein d'assemblages céramique/métal réalisés par brasage : application au couple nitrure de silicium/acier doux. Thèse de Doctorat, Ecole Centrale de Lyon, 1994.
68. VINCENT Ji. Contribution à l'analyse par diffraction des rayons X de l'état microstructural et mécanique des matériaux hétérogènes. Habilitation à Diriger des Recherches. Université des Sciences et Technologies de Lille, 2003.
69. DIONNET B., FRANÇOIS M., SPRAUEL J. M. and NARDOU F. J. The influence of cylindrical geometry on X-ray stress tensor analysis. II. Applications // *Appl. Cryst.*, 32, 1999.
70. CASTEX L. Etude par diffractométrie X d'aciers au voisinage de la limite d'endurance et à différents stades de la fatigue. Thèse de docteur d'état de l'Université de Bordeaux I, 1987
71. CHAIEB I Analyse et simulation des contraintes résiduelles induites par des traitements mécaniques de précontrainte en grenailage et choc laser. Thèse de doctorat, Université de Reims Champagne-Ardenne, 2004.
72. GUINIER A. Théorie et technique de la radiocristallographie. Dunod (Paris), 1964.
73. GUINEBRETIERE R. X-ray Diffraction by Polycrystalline Materials. ISTE Ltd, 2007
74. JAMES R. W. Optical Principles of the Diffraction of X-Rays, London : Bell, 1962, 714 p.
75. STOKES A.R., WILSON A.J.C. A method of calculating the integral breaths of Debye-Scherrer lines // *Proc. Camb. Phil. Soc.*, vol. 38, p. 313-322, 1942.
76. WILLIAMSON G.K. and HALL W.H. // *Acta Metall.* 1 (1953) 22.
77. WARREN B.E. and AVERBACH B.L. // *J. Appl. Phys.* 23 (1952) 497.
78. МИРКИН Л.И. Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристаллов. –М.: Физматгиз, 1961.
79. Рентгенография в физическом металловедении. Под ред. Ю.А. БАГАРЯЦКОГО. – М.: н-техн. изд-во лит-ры по черн. и цв. металлургии, 1961г.,368с.
80. GRUMBACH M. et SANZ G. Vieillissement après écrouissage. CIT du CDS, 1970.
81. OULEVEY F. Frottement intérieur. Travaux Pratiques Avancés de Physique, 1996
82. БЛАНТЕР М.С. Что такое внутреннее трение // Соросовский образовательный журнал, т. 8, № 1, 2004, С. 80-85
83. BENOIT W., GREMAUD G. et SCHALLER R. «Anelasticity and Dislocation Damping», in Plastic deformation of amorphous and semi-crystalline materials. Les éditions de physique, France (1982)
84. ZENER C. Elasticity and Anelasticity of Metals. 1948.
85. КРИШТАЛ М.А., ГОЛОВИН С.А. Внутреннее трение и структура металлов. – М.: Металлургия, 1976.
86. ЗОЛОТОРЕВСКИЙ В.С. Механические свойства металлов. – М. Металлургия, 1983.
87. SMITH R.W., HIRSCHBERG M.H., MANSON S. S. Fatigue behavior of materials under strain cycling in low and intermediate life range. Technical note. National aeronautics and space administration. Washington, 1963

88. ХЕЦБЕРГ Р.В. Деформация и механика разрушения конструкционных материалов. – М.: Металлургия, 1989.
89. ADDA Y., DUPOUY J. M., PHILIBERT J. and QUERE Y. Elements de metallurgie physique. Vol. 5. C.E.N. Saclay, Paris, 1973.
90. ТУ У 27.1-24432974-007:2005 Прокат передельный круглого профиля гладкий повышенной прочности, свариваемый // В.И. КРЫЛОВ, А.В. ИВЧЕНКО, А.В. КЕКУХ, Ю.С. ПРОЙДАК
91. Пат. 33074. Україна. В21В1/08; С21D8/06. Спосіб виробництва арматурного прокату періодичного профілю / О.В. ІВЧЕНКО, К.В. ТАБАЛАЄВ та ін.– № u 200801384. Заявл. 04.02.2008; Опубл. 10.06.2008, Бюл. №11
92. ISO 10065: Steel Bars for Reinforcement of Concrete. Bend and Rebend Tests.
93. PIERRE M., BOULAND T., CAUMETTE J. Traitement thermique du béton précontraint. Comité français de l'électricité, 1985
94. DAWOOD N. Automatisierung der Produktionsplanung mit Hilfe eines Fertigungsmodells in der Betonwarenindustrie // Betonwerk und Fertigteil-Technik. Vol. 61, №<sup>o</sup>10, pp. 91-94, 1995.
95. HONEYCOMBE R. W. K. The Plastic Deformation of Metals (Edward Arnold, London, 1968; Mir, Moscow, 1972)
96. БЕРНШТЕЙН М. Л., ЗАЙМОВСКИЙ В. А. Структура и механические свойства металлов.– М.: Металлургия, 1970
97. МАДАТЯН С.А. Технология натяжения арматуры и несущая способность железобетонных конструкций. – М., 1980
98. МАДАТЯН С.А. К развитию производства и применения холоднодеформированной арматуры класса В500 // Технологии бетонов, 2007, №3, с. 58-61.
99. ACI Committee 408. Bond and Development of Straight Reinforcing Bars in Tension (ACI 408R-03). American concrete institute, Farmington Hills. March 2003, 49 pp.
100. ДЕЛЬ Г.Д. Определение напряжений в пластической области по распределению твердости. – М.: Машиностроение, 1971.
101. NADAI A. Theory of Flow and Fracture of Solids. Vol. 2. McGraw Hill, New York, 1963.
102. KACHANOV L.M. Foundations of the Theory of Plasticity. North-Holland, Amsterdam, 1971.
103. BRABIE G. An analysis of the shearing stresses distribution on the cross-section of the twisted round bars // Journal of Materials Processing Technology. Volume 142, Issue 1, 2003, p. 224-230
104. SZÉKELY F., GROMA I., LENDVAI J. Nonlocal effects in torsional deformation. Materials Science and Engineering, A277, 2000, p. 148–153
105. POINTING J. H. Proceedings of the Royal Society, London, ser. A, 82 (1909); ser. A, 86 (1912).
106. SWIFT H. W. Length Changes in Metals Under Torsional Overstrain. "Engineering", vol. 163, 1947, p. 253-257

107. HERMITE R. Étude théorique et expérimentale sur la torsion composée. Compte rendu des recherches effectués en 1947, p. 141-152 (Lab. du Bâtiment et des Travaux Publics, Paris).
108. HILL R. A Theory of Yielding, and Plastic Flow of Anisotropic Metals, Proc. Roy. Soc. London, ser. A, 193, 1948.
109. ROSE W., STÜWE H. P. // Zeitschrift für Metallkunde, vol. 59, 1968, P. 396
110. TOTH L. S., JONAS J. J. // Textures and Microstructures, vol. 10, 1989, P. 195
111. BILLINGTON J. J. Non-linear Mechanical Response of Various Metals. III. Swift Effect Considered in Relation to the Stress-Strain Behaviour in Simple Compression, Tension and Torsion // Journal of Physics D: Applied Physics, vol. 10, 1977.
112. WU H. C., XU Z. Y., WANG P. T. Torsion Test of Aluminium in the Large Strain Range. Int. J. of Plasticity, vol. 13, No. 10, 1998, pp. 873-892.
113. AVENAS P. Mise en forme des métaux et alliages. B. Baudelet, Ed CNRS, 1976, 448p.
114. GROSSTERLINDEN R., KAWALLA R., LOTTER U., PIRCHER H. Formation of pearlitic banded structures in ferritic-pearlitic steels Steel research, vol. 63, n°8, 1992, pp. 331-336.
115. ARGUNOVA A., STEPANOVA K., SIVTSEVA A. Structural Changes in the Steel 09G2C and its Nanostructural Analog After the Welding. THIRD EUROPEAN COMBUSTION MEETING ECM 2007.
116. НОВИКОВ И. И. Теория термической обработки металлов. – М. Металлургия, 1978, 391 с.
117. ГУЛЯЕВ А.П. Металловедение. – М.: Металлургия, 1986, 544 с.
118. УТЕВСКИЙ Л.М. Диффракционная электронная микроскопия в металловедении. – М.: Металлургия, 1973, 583с.
119. ANDREWS K.W., DYSON D.J., KEOWN S.R. Interpretation of Electron Diffraction Patterns. London, 1968.
120. HIRSCH P.B., HOWIE A., NICHOLSON R.B., PASHLEY D.W., WHELAN M.J. Electron Microscopy of Thin Crystals. London, BUTTERWORTHS, 1969.
121. COLOMBIÉ M. Matériaux métalliques. Dunod, 2008, 880p.
122. БАБИЧ В.К., ГУЛЬ Ю.П., ДОЛЖЕНКОВ И.Е. Деформационное старение стали. М.: Металлургия, 1972. 320 с.
123. COTTRELL H., BILBY B.A. Dislocation Theory of Yielding and Strain Ageing of Iron // Proc. Phys. Soc. London, Vol. 62, 1949, pp. 4-62.
124. ХАВАЛДЖИ В.А. Исследование закономерностей формирования субструктуры при дробной и циклической деформации низкоуглеродистых сталей с различным исходным состоянием и разработка новой технологии разупрочняющей и упрочняющей обработки металлопроката и труб: Дис. на соискание уч. степени канд. техн. наук: 05.16.01. – Днепропетровск, 1987, 200 с.
125. KARLÍK M., JOUFFREY B. Étude des métaux par microscopie électronique en transmission (MET). Formation des images. Techniques de l'Ingénieur, dossier M 4135.

126. ОРЛОВ Л. Г., УСИКОВ М. П., УТЕВСКИЙ Л. М. Наблюдение дислокаций в металлах с помощью электронного микроскопа. // Успехи физических наук, 1962 г, С. 109-152.
127. MARTINEZ-VEGA J.-J., RIVIERE A. Mesure de frottement interne. Techniques de l'Ingénieur, dossier P 1310.
128. БЛАНТЕР М.С., ПИГУЗОВ Ю.В. Метод внутреннего трения в металловедческих исследованиях. Справочник. – М.: Metallurgy, 1991, 248 с.
129. SWANSON M.L., HOVE L.M., JACKMAN J.A. et al. // Nucl. Instr. and Met. Phys. Res. V. B7-B8, № 1, 1985, P. 85-90.
130. SNOEK J.J. Effect of Small Quantities of Carbon and Nitrogen on the Elastic and Plastic Properties of Iron // Physica, Vol. 8, 1941, P. 711-733.
131. NOWIK A.S., BERRY B.S. Anelastic Relaxation in Crystalline Solids. New York: Academic press, 1972, 400p
132. WELLER M. // J. Phys. (Fr.), T. 46, C. 10, 1985, P. 7-14.
133. SCHOECK G., SEEGER A. The Flow Stress of Iron and its Dependence on Impurities. Acta Met., Vol. 7, 1959, P. 469-477.
134. SOLER M. Étude du vieillissement d'un Bake-Hardening : évolution des propriétés mécaniques de traction-corrélation avec la microstructure. INSA de Lyon, Thèse de doctorat 1998.
135. GRUMBACH M. Vieillissement des aciers. Techniques de l'Ingénieur, dossier M 235.
136. KOSTER W., BANGERT L., HAHN R. // Arch. Eisenhuttenv., B25, № 11/12, 1954, S. 569-578.
137. KOSTER W., LAMPSCHULTE G. // Arch. Eisenhuttenv., B32, № 12, 1961, S. 809-823.
138. PETARRA D. P., BESHERS D. N. Cold-Work Internal Friction Peak in Iron // Acta Met., V. 15, № 5, 1967, P.791-800.
139. SCHOECK G. // Acta Met., V. 11, № 6, 1963, P. 617-622.
140. SEEGER A. // Scr. Met., V. 16, № 3, 1982, P. 241-247.
141. OQURTANI T. O., SEEGER A. // J. Phys. (Fr.), T. 48, C 8, 1987, P. 167-172.
142. BRAHMI A. Étude de la précipitation des carbures de fer en présence du manganèse et du nitrure d'aluminium dans les aciers extra-doux par mesure du pouvoir thermoélectrique. Thèse de doctorat. INSA de Lyon, 1993, 212 p.
143. MERLIN J., LAVAIRE N., ROCHER M. et al. Dosage de l'azote restant en solution dans un acier calmé à l'aluminium par mesure du pouvoir thermoélectrique et du frottement interne. Revue de métallurgie-CIT, 1999, P. 1413-1425.
144. Carabajar S., Merlin J., Massardier V., Chabanet S. Precipitation Evolution During the Annealing of an Interstitial-Free Steel // Materials Science and Engineering A, Volume 281, Issues 1-2, 15 April 2000, P. 132-142
145. Wepner W. Dämpfungsmessungen an Schwach Gereckten Eisenhlenstoff-egierungen // Acta Met., Vol. 5, 1957, P. 703-710.

146. KRIVOGLAZ M.A., RYBOSHAPKA K.P. Theory of X-ray Scattering by Crystals Containing Dislocations, Screw and Edge Dislocations Randomly. *Fiz. Metal. Metalloved.*, vol. 15, p. 18-31, 1963.
147. KRIVOGLAZ M.A. Théorie de la diffraction des rayons X et des neutrons thermiques par des cristaux réels. Masson, Paris 1969.



## AUTORISATION DE SOUTENANCE

Vu les dispositions de l'arrêté du 7 août 2006,

Vu la demande du Directeur de Thèse

Monsieur D. TREHEUX

et les rapports de

Madame A. FRACZKIEWICZ  
Directrice de Recherche - Laboratoire Claude Goux  
Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne - 158, cours Fauriel - 42023 SAINT-ETIENNE  
cedex

Et de

Monsieur Y. KLYUSHNYK  
Maître de Conférences HDR - Doyen adjoint de la faculté de métallurgie physique et de traitement des  
métaux - Académie Nationale de Métallurgie d'Ukraine - 4 av. Gagarine - DNIPROPETROVSK  
49600 UKRAINE

**Monsieur TABALAIEV Kostiantyn**

est autorisé à soutenir une thèse pour l'obtention du grade de **DOCTEUR**

**Ecole doctorale MATERIAUX**

Fait à Ecully, le 9 septembre 2010

P/Le Directeur de l'E.C.L.  
La Directrice des Etudes

