
Matériaux et Techniques d'Analyse

Ce chapitre est consacré à la présentation des matériaux étudiés et la technique expérimentale utilisée. Quelques notions générales sur les paramètres qui caractérisent la déformation plastique sont introduites.

II.1. INTRODUCTION

La caractérisation de l'aptitude des tôles minces destinées à la mise en forme, nécessite l'utilisation de plusieurs techniques d'analyse. Parmi les techniques les plus usuelles et dans la mesure du possible, nous avons utilisé les techniques expérimentales généralement admises qui sont :

- L'analyse chimique,
- Les observations métallographiques ;
- Les essais mécaniques ;
- L'analyse des microdéformations par DRX et par essai in-situ

II.2. MATERIAUX ETUDIÉS

II.2.1. Origine et Forme

La tôle d'aciers doux considérée dans ce travail est une tôle locale fournie par le laboratoire de la société Nationale de Construction des Moteurs et Tracteurs (E. N. P. M. A. Unité C. M. T. de Hmimim–Khroub). Cette tôle d'épaisseur 1.5mm et utilisée pour la fabrication des réservoirs de tracteurs. La mise en forme est effectuée par emboutissage.

II.2.2. Historique et élaboration

Les tôles d'aciers doux sont connues depuis plus de quarante ans comme possédant une bonne aptitude à la déformation plastique et un grain allongé. Ce sont WHITELEY et WISE qui ont les premiers montré que la présence d'aluminium influençait la déformation plastique à travers une action sur la texture morphologique et cristallographique.

II.3. PREPARATION DES ECHANTILLONS

II.3.1. Découpe et enrobage

Pour faciliter le polissage des échantillons, en particulier pour les petits échantillons, nous avons effectué l'enrobage au laboratoire LIME, à l'aide d'une machine LABOPRESS, à une température de 180°C.

II.3.2. Polissage mécanique

Ce polissage consiste à faire disparaître progressivement les irrégularités superficielles par frottement de l'échantillon sur différents papiers abrasifs (du papier 200 jusqu'au papier 4000) dont les grains ont une finesse décroissantes. Après chaque étape de polissage les échantillons sont nettoyés et observés par microscopie optique. La machine de polissage utilisée est de type METKON GRIP01 figure II.1.



Figure II.1. Machine de polissage mécanique utilisée pour la préparation d'échantillons

II.3.3. Polissage électrolytique

Le polissage électrolytique est utilisé après un polissage mécanique afin d'éliminer les effets d'érouissage dus aux papiers abrasifs et les raies causées par le polissage de finition, et conduit à des surfaces polies.

Pour notre échantillon le bain électrolytique est constitué de :

- 250 volumes d'éther mono butylique de l'éthylène glycol,
- 235 volumes d'acide acétique,
- 25 volumes d'acide perchlorique.

L'échantillon est poli à 25V et à -5°C pendant 2min figure II.2

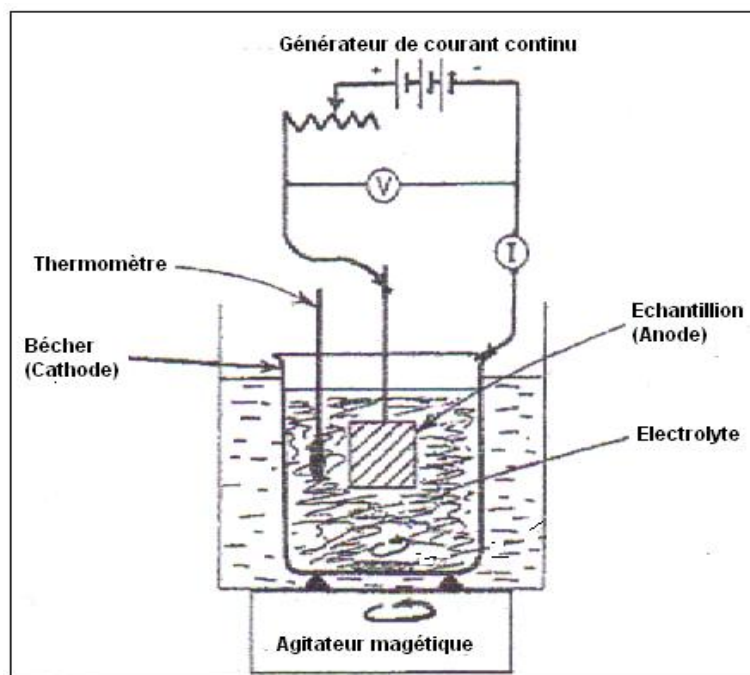


Figure II.2. Cellule de polissage électrolytique

II.3.4. Attaque des échantillons

L'attaque des échantillons polis a pour but de mettre en évidence les contours de grains. L'attaque chimique des échantillons provoque une dissolution différente des cristaux, suivant leur orientation, leur nature ou bien une attaque spécifique des joints de grains. Dans notre cas, pour l'acier doux l'attaque chimique se fait durant quelques secondes au Nital :

- 3% d'acide nitrique,
- 97% d'éthanol.

II.4. OBSERVATIONS MICROSCOPIQUES

II.4.1. Microscope Optique

Afin de mettre en évidence la microstructure de notre échantillon, et évaluer une taille moyenne de grains, nous avons effectué l'examen métallographique des surfaces polies au microscope optique. Nous avons utilisé un microscope optique de type OPTIKA existant au niveau du laboratoire de métallurgie à l'université de Jijel figure II.3.

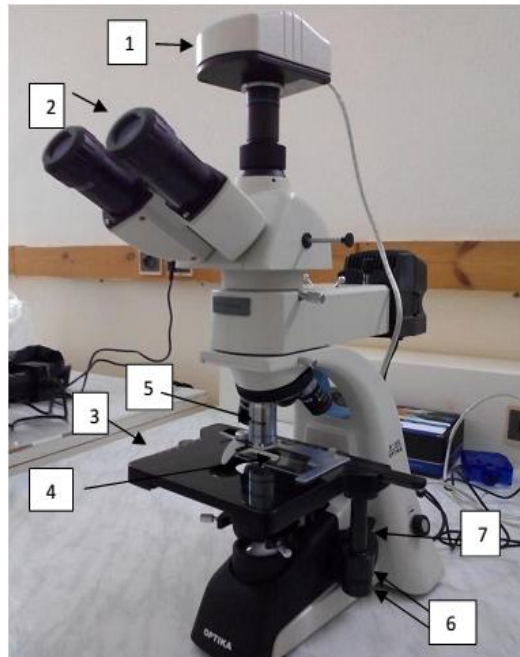


Figure II. 3 : Microscope optique utilisé pour l'observation métallographique

- (1) Caméra d'acquisition, (2) Oculaires, (3) Table porte échantillon,
- (4) Echantillon, (5) Objectif, (6) Boutons de déplacement horizontal,
- (7) Bouton de montée verticale rapide

II.4.2. Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage est une technique d'analyse, capable de produire des images en haute résolution de la surface d'échantillon en utilisant le principe des interactions électron-matière [26].

II.4.2.1. Principe

L'appareil utilisé est constitué d'une colonne électronique où un faisceau accéléré par canon (15-25KV) est conduit sur la surface de l'échantillon, qu'il vient frapper localement; la surface à examiner est explorée par balayage de ce faisceau. Les électrons arrivent sur cette cible, y sont ralentis, et absorbés ou réémis vers l'extérieur. L'interaction du faisceau incident avec les atomes de l'échantillon conduit à la libération d'électrons qui, arrivant à la surface servent à la formation de l'image observable.

Le principe de fonctionnement d'une microscopie électronique à balayage ayant un filament de tungstène comme source d'extraction des électrons est décrit dans les schémas ci-dessous figure II.4

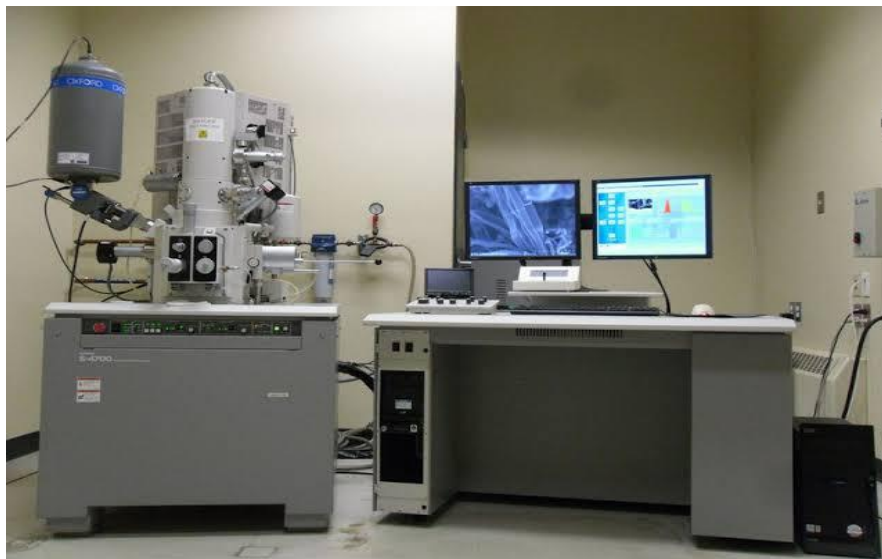


Figure II.4 :(a) Microscopie électronique à balayage, (b) Chambre pour échantillons(1) Canon d'électrons, (2) Colonne du MEB, (3) Chambre pour échantillons, (4) Détecteur d'électrons secondaires, (5) Détecteur des électrons rétrodiffusés diffractés EBSD, (6) platine goniométrique à sept porte.

II.4.2.2. Différentes étapes de Préparation

Les mêmes étapes de préparation dans microscopie optique (découpe, polissage attaque chimique).

Dans notre étude nous avons utilisé la microscopie électronique à balayage du laboratoire des microstructures et défauts à l'université de Constantine 1.

Les observations en microscopie électronique à balayage concernent deux objectifs :

- observer, sur les tranches de la tôle, la forme et la distribution des précipités que nous n'avons pas pu détecter par microscopie optique.
- la possibilité d'une analyse chimique locale : l'analyseur EDS couplée au MEB permet de déterminer la composition chimique de la surface examinée via la détection qualitative et quantitative des éléments atomiques présents.

II.5. ANALYSE CHIMIQUE PAR SPECTROMETRE ATLANTIS

L'appareil Atlantis est le résultat de 30 ans d'expérience dans le développement et la fabrication de spectromètres optiques à émission. Il peut être considéré comme le meilleur analyseur de métaux de laboratoire avec des performances analytiques améliorées, une grande flexibilité et une utilisation facile. Cet analyseur est fabriqué avec des composants de qualité supérieure est développé pour tout type de tâche analytique. Il convient parfaitement à l'analyse de routine dans le contrôle de processus, à la surveillance en contrôle qualité ainsi qu'à la recherche et développement pour des besoins analytiques complexes ou spécifiques.

Le spectromètre peut monter un support de table refroidi et une optique ultra vide par une pompe turbo-moléculaire supplémentaire capable d'accorder la plus grande sensibilité pour l'analyse des oligo-éléments tels que l'azote, l'oxygène, le phosphore et le bore dans les aciers, les alliages de cuivre, d'aluminium et de titane.

Le S9 Atlantis peut être conçu avec l'optique optionnelle MDS (Multi Detector System), garantissant à la fois la meilleure précision et la flexibilité des éléments à analyser. Les avantages de cet appareil sont :

- Rapide: vous pouvez répéter l'analyse en quelques secondes
- Polyvalent: tout métal et de nombreuses formes peuvent être analysés
- Précis: mieux que 1% relatif

- Économique: faible coût d'investissement et de fonctionnement
- Performances supérieures réalisables dans l'analyse des éléments gazeux oxygène et azote.

Le logiciel est très facile à utiliser. Il aide les utilisateurs à réaliser leur analyse de routine de manière efficace et rapide. La normalisation automatique, la liaison réseau et le contrôle à distance sont quelques-unes des fonctionnalités les plus importantes. Le programme d'autodiagnostic peut vérifier en permanence l'état de l'équipement. Dans notre travail, nous avons utilisé cet appareil d'analyse qui existe au laboratoire de contrôle des produits à l'usine de belaara el milia w. de jjel figure II.5.



Figure II.5. Spectromètre optique à émission Atlantis

II.6. MESURES DES MECRO-DEFORMATIONS ET DES CONTRAINTES PAR DRX

II.6.1. Mesure des contraintes Résiduelles par DRX

Les contraintes résiduelles interviennent à toutes échelles (microscopique et macroscopique) dans une pièce. Ces contraintes ayant une influence non négligeable sur la résistance mécanique des matériaux métalliques, donc, il est important de déterminer à l'échelle des grains. La figure II.10 montre l'influence des contraintes internes sur la forme des mailles aux différents états mécaniques. [27]

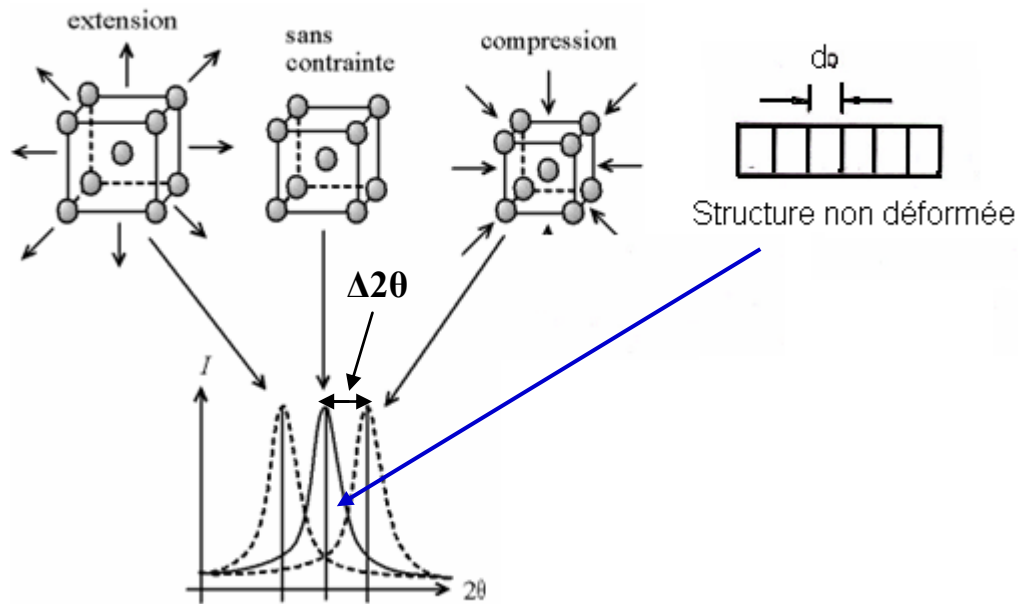


Figure II .6. Décalage de la position du pic du à une contrainte

II.6.2. Elargissement des pics de diffraction

Les contraintes résiduelles traduisent les déformations des mailles et du réseau cristallin (déformation élastique), qui vont influencer sur les pics de diffraction (position et forme) elles vont faire varier la distance inter-réticulaire d . Cette déformation peu vérifié par une Jauge Extenso-métrique [28]. La présence des micro-contraintes provoque l'effet d'élargissement des pics de diffraction (figure II.7).

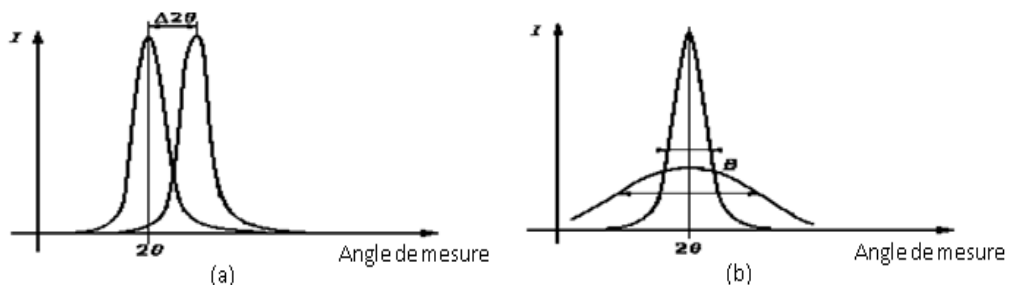


Figure II.7. Influence des macro- contraintes sur les pics de diffraction des rayons X

II.7. Procédure expérimentale d'analyse des contraintes

La procédure expérimentale se déroule en trois temps :

- Il faut choisir l'orientation cristallographique pour laquelle nous voulons connaître l'état de contraintes.
- Il faut effectuer la mesure des distances inter-réticulaires correspondant aux différentes multiplicités, d'une ou plusieurs familles de plans.
- Une acquisition des pics de Bragg est ensuite effectuée sur chacune de ces positions, la mesure des angles de Bragg 2θ de plusieurs plans par rapport à la position de référence $2\theta_0$ (matériau non contraint), permet de déduire le tenseur des déformations élastiques. Les différents plans $\{hkl\}$ sélectionnés sont successivement amenés en orientation de diffraction, à l'aide des rotations ϕ et ψ du goniomètre. La figure II.9 montre l'appareillage SET-X utilisé pour les mesures des contraintes et l'élargissement des pics.

II.8. Conditions expérimentales en DRX

II.8.1. Conditions expérimentales

Les mesures sont réalisées dans la phase cubique centrée de l'alliage, l'appareillage SET-X (figure II.9) est composé de :

- Un générateur à rayons X;
- Un micro-ordinateur qui pilote et traite les données;
- Une tête goniométrique équipée d'un détecteur linéaire El physe;
- Un logiciel d'analyse des contraintes SET-X.

Éprouvette analysé



Figure II. 8. Appareillage SET-X utilisé pour les mesures des contraintes internes et l'élargissement des pics

II.8.2. Conditions de diffraction

- Rayonnement $K\alpha$ du Cr sous 20KV, 5 mA avec filtre arrière béta de V.
- Montage d'acquisition : Psi,
- $\lambda = 0,229$ nm, plans {211}, $2\theta = 156^\circ$,
- surface irradiée limitée par un scotch de 1.5mm de diamètre.

II.8.3. Conditions d'acquisition

- Utilisation de 13 angles Psi variant de -37° et $+37^\circ$ dans les deux sens de mesure;
- Oscillation : $\pm 5^\circ$ en Psi ;
- Temps d'acquisition par Psi : 90 Secondes.

II.8.4. Condition de traitement de raies

- 2θ utilisé : milieu de corde située à 40% de la hauteur nette de la raie de diffraction;
- Largeur de raie de diffraction : largeur intégrale.

II.8.5. Calcul des contraintes

- Méthode d'évaluation : traitement elliptique (élimination des points aberrants par tests de Student) ;
- Constantes d'élasticité radiocristallographie utilisées dans le calcul :

$$\frac{1}{2}S_2\{211\} = 5.83 \times 10^{-6} \text{ MPa}^{-1} ; S_1\{211\} = -1.28 \times 10^{-6} \text{ MPa}^{-1},$$

correspondant aux $E_{macro} = 210000 \text{ MPa}$, $\nu_{macro} = 0,29$, $A_{RX} = 1,39$.

II.9. MESURES DES MECRO-DEFORMATIONS PAR ESSAI S IN-SITU

II.9.1. Jauges extenso-métriques

L'extensomètre est très utilisée pour la surveillance active des ouvrages d'art tels les ponts, les barrages ou les grands immeubles car elle permet d'anticiper leur vieillissement et donc de planifier les opérations de maintenance indispensables à la sécurité.

Les appareils dans cette composante s'appellent des jauges de déformation ou tout simplement des extensomètres. Le but de ces extensomètres à fils résistants est de traduire la déformation d'une pièce en variation de résistance électrique (plus les extensomètres s'étirent, plus leurs résistances augmentent). Elles sont constituées de spires rapprochées et sont généralement fabriquées à partir d'une mince feuille métallique (quelques μm d'épaisseur) et d'un isolant électrique, que l'on traite comme un circuit imprimé (par lithographie et par attaque à l'acide).

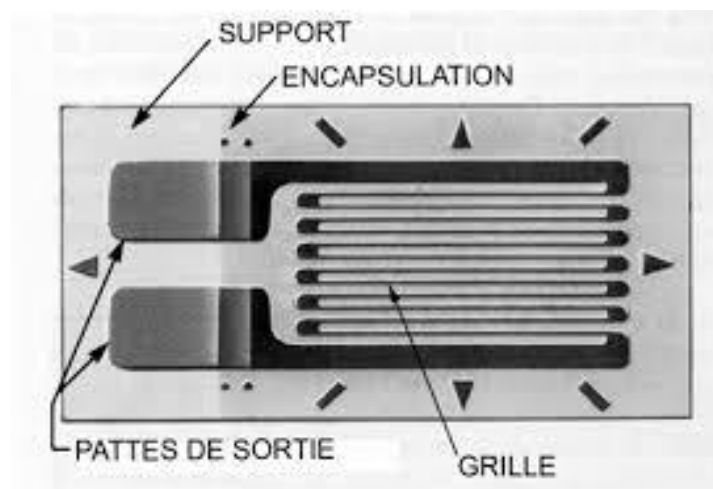


Figure II.9. Schéma de Jauge extenso-métrique utilisé dans les essais in-situ

II.9.2. Mesure des déformations par essai in-situ

Le but de cet essai est pour déterminer la déformation élastique (ϵ_e) en fonction des forces appliquées dans le domaine élastique avant l'arrivée à la limite d'élasticité. Rappelons que cet essai consiste à placer une éprouvette du matériau à étudier entre les mâchoires d'une machine de traction qui tire l'échantillon jusqu'à une force donnée. On enregistre l'allongement par le juge extenso-métrique et la force par un appareil capteur de force. La figure II.11 montre l'éprouvette et la machine de traction utilisée :

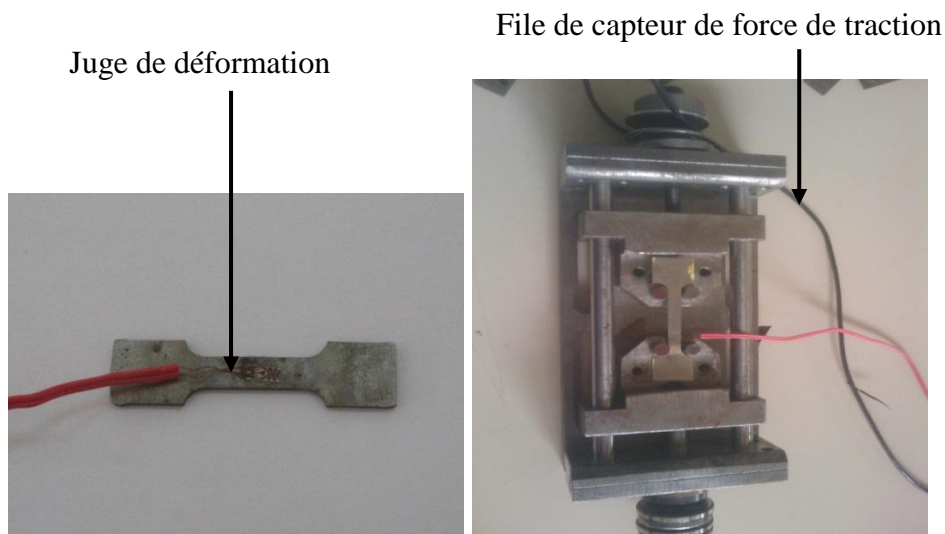


Figure II.10. (a) Juge extenso-métrique collé sur l'éprouvette de traction, (b) machine de traction utilisée pour les essais in-situ.

II.10. CARACTERISATION MECANIQUE :

Les caractéristiques mécaniques d'une tôle permettent de connaître le comportement de celle-ci lors de sa mise en forme. Elles ont été mesurées par dureté Vickers et par essais de traction.

II.10.1. Essai de dureté Vickers

La dureté d'un métal est sa capacité à résister à la déformation. Le principe de mesure est toujours identique : un pénétrateur indéformable laisse une empreinte dans le matériau à tester figure II.5. On mesure les dimensions de l'empreinte (les deux diagonales d_1 et d_2), on obtient la valeur d en effectuant la moyenne de d_1 et d_2 et on en déduit la dureté.

Les mesures ont été effectuées par une charge de 200gf pendant 15 secondes. Une dizaine de mesures ont été réalisées pour apprécier le durcissement moyen de la tôle. La machine utilisée est de type AFFRI figure II.12, La relation de Vickers est donnée par :

$$HV = 1.8544 (P/d^2) \quad (II.1)$$

Ou : P : charge exprimée en Kgf.
d : la diagonale de l'empreinte en mm

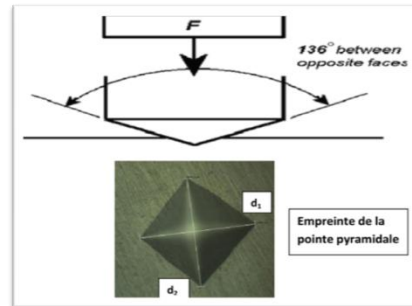


Figure II.11 : Dispositif de dureté Vickers

II.10.2. Essais de traction

L'essai de traction est le procédé expérimental le plus largement utilisé dans l'étude du comportement mécanique. Il permet l'étude de propriétés mécaniques de base, et il est à l'origine de la plupart des connaissances actuelles. En outre, son interprétation est simple lorsqu'il est complété par des observations micrographiques, optiques et électromécaniques, qui renseignent sur les modes de déformation mise en jeu [32].

II.10.2.1. Principe

Le principe d'un essai de traction et les définitions des paramètres obtenus permettent de caractériser le comportement mécanique de la tôle. Rappelons que cet essai consiste à placer une éprouvette du matériau à étudier entre les mâchoires d'une machine de traction qui tire sur l'échantillon jusqu'à sa rupture. On enregistre l'allongement et la force, que l'on convertit ensuite en déformation et contrainte. La figure II.13 montre un diagramme de traction qui permet de déterminer :

- La limite d'élasticité : $R_e = F_e / S_0$ (MPa) (II.2)

F_e : charge à la limite apparente d'élasticité (en newtons).

S_0 : section initiale (en mm^2).

- Résistance à la traction $R_{\max} = F_{\max} / S_0$ (MPa) (II.3)

Où F_m : charge maximale.

- Allongement à la rupture $A\% = 100.(l_f - l_0) / l_0$ (II.4)

Où l_f : longueur de l'éprouvette reconstituée après rupture.

- Striction à la rupture $Z\% = 100.(S_0 - S_f) / l_0$ (II.5)

Où S_f est la section minimale de l'éprouvette après rupture.

- Le module de Young est représenté par la pente de la courbe dans sa partie linéaire :

$E = \frac{d\sigma}{d\varepsilon}$ (MPa) (II.6)

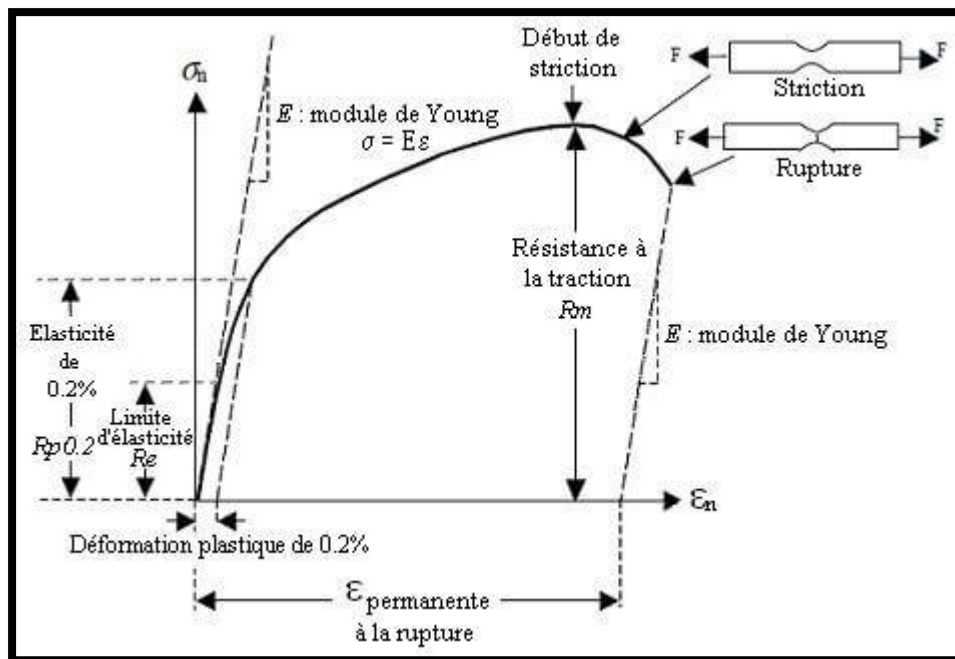


Figure II.12. Schéma d'un diagramme de traction conventionnel [33]

Les éprouvettes ont été tractionnaires dans une machine de traction de type ZWICK, de charge maximale de 250 kN. Les essais sont effectués à une température ambiante avec une vitesse de traction faible de 2 mm/mn.

Dans notre travail, nous avons utilisé des éprouvettes normalisés de longueur $L = 71\text{mm}$, et de largeur $W = 22\text{mm}$. La longueur et la largeur utiles sont : $L_0 = 15\text{mm}$ et $W_0 = 5\text{mm}$ figure II.14.

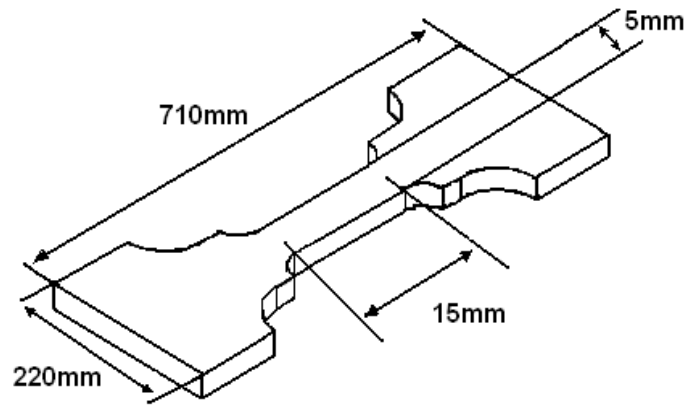


Figure II.13. Côtés des éprouvettes de traction utilisées.

CHAPITRE -III-

Résultats et discussions

Chapitre -III-

Résultats et discussions

Ce chapitre rassemble les résultats expérimentaux obtenus sur la tôle utilisée au chapitre précédent. Dans la première partie nous présentons les résultats de propriétés mécaniques obtenues par les essais mécaniques avec une analyse morphologique et chimique de l'état initial. La deuxième partie aborde des résultats de la déformation élastique ε_i obtenues par essais in-situ dans trois directions $0^\circ/\text{DL}$, $45^\circ/\text{DL}$ et $90^\circ/\text{DL}$.

III.1. INTRODUCTION

Tout procédé de fabrication introduit dans une pièce mécanique de concentration des contraintes résiduelles qui vont influencer son comportement en fatigue, en rupture et même en corrosion. Dans l'intérêt des applications industrielles, les concentrations des contraintes résiduelles et les hétérogénéités de déformation doivent être évitées afin d'augmenter la durée de vie des tôles destinées à la mise en forme.

III.2. OBSERVATION MICROSCOPIQUES

III.2.1. Microscope optique

Les observations optiques, réalisées sur le plan de laminage et sur les tranches de la tôle, avaient trois objectifs :

- Evaluer une taille moyenne des grains ;
- Analyse de l'hétérogénéité des microstructures ;
- Observer la présence des précipités dans la microstructure.

La figure III.1 donne la microstructure de la tôle obtenue par microscopie optique, à l'état initial. Nous remarquons que les grains sont allongés dans la direction de laminage. Cette morphologie est généralement caractéristique des tôles minces laminées.

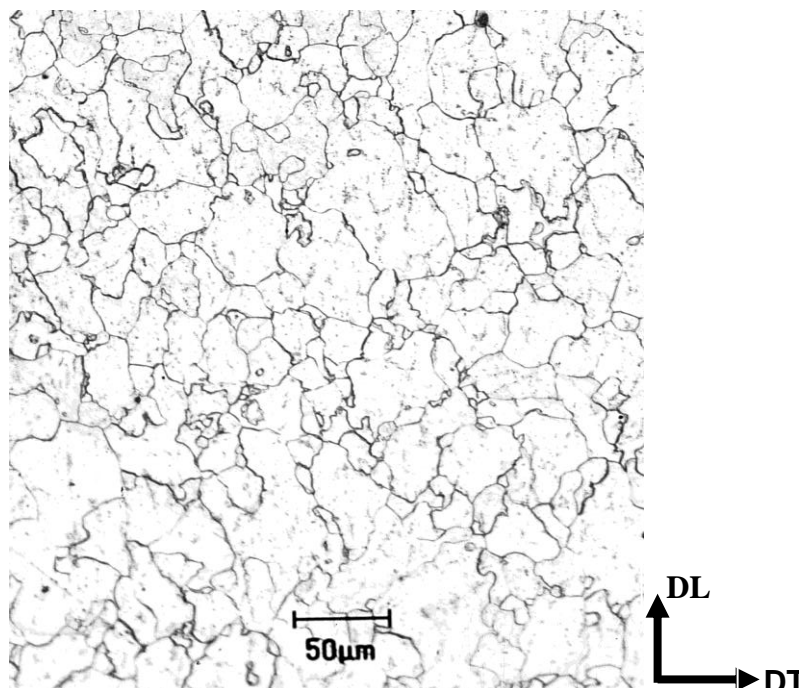


Figure III.1 : Microstructure de la tôle observée par microscopie optique.

Les tôles minces destinées à la mise en forme sont en général caractérisées par des grains allongés. Cette morphologie est due aux différentes étapes du cycle de fabrication de la tôle : laminage à chaud et à froid, recuit de recristallisation et croissance des grains. L'anisotropie de comportement plastique dépend de cette morphologie. C'est pourquoi, toute mise en forme par déformation complexe nécessite au préalable une analyse globale, qui permet de définir les caractéristiques structurales de la tôle en relation avec la géométrie de l'embouti.

III.2.2. Microscope électronique à balayage

Les observations en microscopie électronique à balayage avaient quatre objectifs :

- Observer les surfaces des échantillons;
- Observer, sur le plan de laminage et sur les tranches la forme et la distribution des grains,
- Observer les lignes des glissements;
- Observer la présence des bandes de déformation à l'échelle de grains.

La figure III.2 montre la surface de la tôle à l'état initial. On remarque que la surface est caractérisée par la présence des cavités et de précipités de carbure de fer. Cette morphologie peut conduire à une hétérogénéité de distribution des déformations et des contraintes internes durant la déformation élastoplastique. L'accroissement des taux de ces défauts peut conduire à un état instable et peut donner lieu à une fragilité durant la fabrication des pièces par mise en forme.

La présence des précipités incohérents dans la matrice est néfaste pour ce type d'acier, destiné à la mise en forme, car il réduit progressivement la capacité de déformation, il augmente la probabilité d'apparition des microfissures ou des amincissements locaux, rendant ainsi le taux de rupture important lors de la déformation par mise en forme.