

Ministère de l'enseignement Supérieur et de la recherche Scientifique  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Badji Mokhtar Annaba University  
Université Badji Mokhtar – Annaba  
Faculté de Technologie  
Département de métallurgie



جامعة باجي مختار – عنابة  
كلية التكنولوجيا  
قسم التعدين

## Thèse

Présentée pour obtenir le diplôme de

## Doctorat Troisième Cycle

Filière : métallurgie

Spécialité : mise en forme des métaux et alliages

Par :

**TALANTIKITE Massil**

Thème :

**Effet de l'extrusion coudeée à aires égales sur l'emboutissabilité  
d'une tôle.**

Thèse soutenue le 01/02/2026 devant le jury composé de :

N°	Nom et Prénom	Grade	Etablissement	Qualité
01	Lemmoui abdennacer	Pr.	Université Badji Mokhtar - Annaba	Président
02	MEBAREK ABDELMALEK	Pr.	Université Badji Mokhtar - Annaba	Rapporteur
03	ZAAF Mohamed	Pr.	Université Badji Mokhtar - Annaba	Co-rapporteur
04	BOUASLA Abdelaziz	Pr.	Université Badji Mokhtar - Annaba	Examineur
05	CHAHAOUI Oualid	Pr.	Université Abbes Laghrour - Khenchela	Examineur
06	MATOUGUI Nedjouda	Pr.	Ecole Nationale Supérieure de Technologie et d'Ingénierie – Annaba-	Examineur

## Remerciements

Je tiens tout d'abord à exprimer ma profonde reconnaissance à mon directeur de thèse, **le Professeur Merbarek Abdelmalek**, pour la confiance qu'il m'a accordée, la qualité de son encadrement scientifique, sa disponibilité et ses conseils précieux tout au long de ce travail. Son expertise, sa rigueur scientifique et son accompagnement constant ont été déterminants dans l'aboutissement de cette thèse.

Je remercie vivement mon co-directeur de thèse, **le Professeur Zaaf Mohamed**, pour son soutien, ses orientations pertinentes et ses remarques constructives qui ont contribué à l'amélioration et à la maturation de ce travail de recherche.

Mes sincères remerciements s'adressent au **Professeur Lemmoui Abdennacer**, président du jury, pour l'honneur qu'il me fait en acceptant de présider ce jury et pour l'intérêt porté à ce travail. Je remercie également les membres du jury : **le Professeur Chahaoui Oualid**, **le Professeur Bouasla Abdelaziz** et **le Professeur Matougui Nedjouna**, pour avoir accepté d'évaluer cette thèse et pour leurs remarques et discussions scientifiques enrichissantes.

Je souhaite exprimer ma gratitude à l'ensemble des enseignants-chercheurs, ingénieurs, techniciens et doctorants du **Laboratoire LMFZM**, pour leur accueil, leur aide et l'environnement scientifique stimulant qu'ils ont su instaurer.

Je remercie particulièrement les équipes du **département AMM du complexe sidérurgique d'El Hadjar** pour leur précieuse contribution à la réalisation de la matrice ECAP, ainsi que le **département LAF** pour la fourniture des tôles utilisées dans cette étude. Leur collaboration a été essentielle à la concrétisation expérimentale de ce travail.

Enfin, mes remerciements les plus sincères vont à ma famille pour son soutien indéfectible, sa patience et ses encouragements constants tout au long de ce parcours exigeant. Je remercie également mes amis pour leur soutien moral et leur présence.

À toutes les personnes qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de cette thèse, je vous adresse ma profonde gratitude.

## تأثير البثق الزاوي ذو القناة المتساوية على قابلية التشكيل بالحدادة للصفائح الفولاذية.

### • الملخص

يُعدّ التمزق المبكر للصفائح المعدنية أثناء عمليات التشكيل عبر السحب العميق أحد أبرز التحديات التي تواجهها الصناعة الميكانيكية الحديثة. وللتغلب على هذا الإشكال، تم تطوير عدة تقنيات تهدف إلى تحسين الخصائص الميكانيكية للسبائك المعدنية، وخاصة من خلال تقنية تنعيم الحبيبات، التي تؤدي إلى تعزيز مقاومة المادة مع الحفاظ على مستوى مناسب من الليونة. من بين هذه التقنيات، تبرز تقنية البثق الزاوي عبر قناة ذات مقطع ثابت كواحدة من أنجح تقنيات التشوه اللدن الشديد، والتي تتيح إنتاج بنى مجهرية دقيقة الحبيبات من خلال تمريرات متكررة دون تغيير في أبعاد المقطع العرضي.

تهدف هذه الدراسة إلى تقييم تأثير هذه التقنية على السلوك الميكانيكي والتطور البنيوي المجهرية لصفائح الفولاذ المنتجة في المركب الصناعي للحديد والصلب بالحجار والمخصصة لعمليات السحب العميق. ويكمن الهدف الأساسي في تعزيز مقاومة هذه الصفائح وتحسين بنيتها المجهرية، مع الحفاظ على قابليتها للتشكيل، وهي خاصية ضرورية في مختلف التطبيقات الصناعية.

تعتمد المنهجية المتبعة في هذه الدراسة على تصميم واستخدام قالب بثق بزوايتين داخليتين قدرهما 90 درجة و120 درجة، مما يسمح بمعالجة صفائح رقيقة بأبعاد 120 ملم × 120 ملم × 1.5 ملم. وقد خضعت هذه الصفائح لعدد متزايد من تمريرات التشوه عبر مسارات مختلفة، ثم تم توصيفها من خلال مجموعة من التجارب المخبرية، شملت قياسات الصلادة الدقيقة، وتحليل مجهرية باستخدام المجهر البصري والمجهر الإلكتروني الماسح، بالإضافة إلى تحليل حيود الأشعة السينية. كما أُجريت اختبارات الشد لتقييم الخصائص الميكانيكية، إلى جانب اختبار السحب العميق لتحديد قابلية التشكيل. وتم دعم النتائج التجريبية بمحاكاة رقمية باستخدام طريقة العناصر المحدودة بواسطة برنامج حاسوبي متخصص، لتفسير التباينات التي ظهرت بين النتائج العملية والتوقعات النظرية.

أظهرت النتائج أن المعالجة بالتقنية المذكورة أدت إلى تحسين كبير في الخصائص الميكانيكية لصفائح الفولاذ، حيث ارتفعت الصلادة بنسبة 64%، في حين انخفض متوسط حجم الحبيبات بنسبة 70%، مما أدى إلى تكون بنية مجهرية فائقة النعومة. كما بينت اختبارات الشد وجود زيادة في حد الخضوع ومقاومة الشد القصوى، مصحوبة بانخفاض في الاستطالة وقابلية التشكيل. وأشار اختبار السحب العميق إلى انخفاض طفيف بنسبة 10% في مؤشر القابلية للتشكيل، مما يدل على أن قابلية التشكيل لا تزال في نطاق مقبول بالرغم من زيادة المقاومة. أظهرت الملاحظات المجهرية باستخدام المجهر الإلكتروني الماسح تغييراً في نمط الكسر، حيث انتقل من كسر لئّن قبل المعالجة إلى كسر أقل ليونة بعدها، مما يعكس تغييراً في آلية الانهيار نتيجة التعديلات البنيوية الداخلية.

تؤكد هذه النتائج على الفعالية الصناعية لتقنية البثق الزاوي عبر قناة ثابتة في تحسين أداء صفائح الفولاذ، مع تحقيق توازن بين الصلابة وقابلية التشكيل بما يتماشى مع متطلبات عمليات السحب العميق في المجال الصناعي.

**الكلمات المفتاحية** – ECAP: الفولاذ – DC04 - قابلية التشكيل – إريكسن – الهيكل الدقيق – المحاكاة.

## **Effet de l'extrusion coudée à aires égales sur l'emboutissabilité d'une tôle.**

- **Résumé**

La rupture prématurée de la tôle lors de la mise en forme par emboutissage est l'un des grands problèmes posés actuellement au niveau de l'industrie mécanique. Pour y remédier, diverses techniques ont été développées afin d'améliorer les propriétés mécaniques des alliages métalliques, notamment l'affinage des grains, qui permet d'augmenter la résistance mécanique tout en conservant une ductilité appréciable. Parmi ces techniques, l'extrusion coudée à aires égales (ECAP, Equal Channel Angular Pressing) se distingue comme une méthode efficace pour obtenir une microstructure à grains ultrafins par déformation plastique sévère. Cette thèse propose d'étudier l'effet de l'ECAP sur les propriétés mécaniques et microstructurales des tôles en acier produites par le complexe sidérurgique d'El-Hadjar et destinées à l'emboutissage. L'objectif est d'améliorer la résistance mécanique de ces tôles tout en évaluant leur emboutissabilité, une propriété essentielle pour leur utilisation industrielle.

La méthodologie adoptée dans cette étude repose sur la conception et la réalisation d'une extrudeuse ECAP avec un angle interne  $\Phi = 90^\circ$  et  $\Phi = 120^\circ$ , permettant de traiter des tôles minces de dimensions 120 mm x 120 mm x 1.5 mm. Les tôles sont soumises à un nombre croissant de passes d'ECAP suivant différentes routes de déformation, puis caractérisées à l'aide d'une série d'essais expérimentaux. Ces essais incluent des mesures de microdureté, des analyses microstructurales par métallographie optique, par microscope électronique à balayage (MEB) et diffraction des rayons X (DRX), des essais de traction pour évaluer les propriétés mécaniques, ainsi que des essais d'emboutissage (essai d'Erichsen) pour déterminer la formabilité des tôles. Une simulation numérique par éléments finis, réalisée à l'aide du logiciel Abaqus, a été mise en œuvre afin d'interpréter les résultats expérimentaux présentant une contradiction aux prévisions théoriques.

Les résultats obtenus montrent que le traitement par ECAP induit une amélioration significative des propriétés mécaniques des tôles en acier. La microdureté augmente de 64 %, tandis que la taille des grains est réduite de 70 %, conduisant à une microstructure à grains plus fins. Les essais de traction révèlent une augmentation de la limite d'élasticité ( $R_e$ ) et de la résistance maximale ( $R_m$ ) et une diminution de l'allongement plastique ( $A\%$ ). L'essai d'Erichsen indique une légère réduction (10 %) de l'indice d'emboutissage (IE), suggérant que l'emboutissabilité reste acceptable malgré l'amélioration des propriétés mécaniques. L'observation au microscope optique à balayage (MEB) montre un changement du faciès rupture passant d'une rupture ductile avant ECAP à une rupture moins ductile après ECAP. Ces résultats mettent en évidence le potentiel de l'ECAP pour améliorer les performances des tôles en acier tout en répondant aux exigences industrielles en matière d'emboutissage.

**Mots clés :** ECAP – Acier DC04 – Emboutissabilité – Erichsen – microstructure – simulation.

## Effect of Equal-Channel Angular Pressing on the Drawability of a Sheet Metal.

- **Abstract**

Premature tearing of sheet metal during forming by deep drawing remains one of the major challenges currently faced in the mechanical industry. To address this issue, several techniques have been developed to enhance the mechanical properties of metallic alloys, particularly grain refinement, which increases mechanical strength while maintaining adequate ductility. Among these techniques, *Equal Channel Angular Pressing* (ECAP) stands out as an effective method to achieve an ultrafine-grained microstructure through severe plastic deformation. This thesis aims to investigate the effect of ECAP on the mechanical and microstructural properties of steel sheets produced by the El-Hadjar steel complex, intended for deep drawing applications. The objective is to enhance the mechanical strength of these sheets while evaluating their formability—an essential property for industrial use.

The methodology adopted in this study is based on the design and implementation of an ECAP extruder with internal angles of  $\Phi = 90^\circ$  and  $\Phi = 120^\circ$ , allowing the processing of thin sheets with dimensions of 120 mm × 120 mm × 1.5 mm. The sheets are subjected to an increasing number of ECAP passes following different deformation routes, then characterized through a series of experimental tests. These tests include microhardness measurements, microstructural analyses by optical metallography, scanning electron microscopy (SEM), and X-ray diffraction (XRD), tensile tests to evaluate mechanical properties, and Erichsen tests to determine sheet formability. A finite element numerical simulation using Abaqus software was also conducted to interpret experimental results that diverged from theoretical predictions.

The results obtained show that ECAP treatment significantly enhances the mechanical properties of steel sheets. Microhardness increased by 64%, while grain size was reduced by 70%, resulting in a finer-grained microstructure. Tensile tests revealed an increase in yield strength ( $R_e$ ) and ultimate tensile strength ( $R_m$ ), along with a decrease in plastic elongation ( $A\%$ ). The Erichsen test indicated a slight reduction (10%) in the formability index (IE), suggesting that formability remains acceptable despite improved mechanical properties. SEM observations revealed a change in fracture morphology, from ductile fracture before ECAP to a less ductile fracture afterward. These findings highlight the potential of ECAP to improve the performance of steel sheets while meeting industrial forming requirements.

**Keywords:** ECAP – DC04 Steel – Formability – Erichsen – Microstructure – Simulation.

## Table des matières:

<i>المخلص</i>	<i>i</i>
<i>Résumé</i>	<i>ii</i>
<i>Abstract</i>	<i>iii</i>
<b>1. LISTE DES FIGURES :</b>	<b>viii</b>
<b>2. LISTE DES TABLEAUX :</b>	<b>xi</b>
Introduction générale	1
<b>Chapitre I</b>	<b>4</b>
<b>Étude bibliographique &amp; état de l'art</b>	
<b>1. Introduction :</b>	<b>5</b>
<b>2. Tôles de qualité ES et XES :</b>	<b>5</b>
a. Applications des tôles qualité ES :	6
b. Caractéristiques des tôles ES :	6
<b>3. L'acier DC04 :</b>	<b>6</b>
a. Propriétés générales	6
b. Propriétés mécaniques	7
c. Microstructure	7
d. Applications industrielles	7
e. Justification du choix	7
f. Conclusion de la section	8
<b>4. Principe ECAP :</b>	<b>8</b>
a. Paramètres fondamentaux dans l'ecap :	8
i. Les contraintes imposées dans l'ecap :	8
ii. Les différents chemins de déformation dans l'ecap :	11
iii. Les chemins de glissement pour chaque route :	12
b. Paramètres expérimentaux du procédé ecap :	14
i. Influence de l'angle $\Theta$ :	14
ii. Influence de l'angle $\psi$ :	15
iii. Influence de la vitesse de pression :	16
iv. Influence de la température :	17
v. Influence du frottement :	18
<b>5. Emboutissabilité des tôles mince :</b>	<b>19</b>
<b>6. L'emboutissage</b>	<b>19</b>
<b>7. Emboutissabilité des tôles minces</b>	<b>20</b>
a. Indice d'Erichsen (IE) :	20
b. Limite d'étirage (LE) :	20

c.	Rapport de coefficient d'anisotropie (r) :	_____	20
d.	Coefficient d'écroutissage (n) :	_____	20
e.	Essai de limite de formage (FLD - Forming Limit Diagram) :	_____	20
8.	<i>Effet de l'ECAP sur les tôles :</i>	_____	20
a.	Effet de l'ECAP sur la microstructure :	_____	20
b.	Études de l'influence de l'ECAP sur la résistance mécanique et de la ductilité :		23
c.	Effet de l'ECAP sur l'emboutissabilité d'une tôle :	_____	28
9.	<i>Conclusion :</i>	_____	36
	Chapitre II _____		37
	Matériels & techniques expérimentales		
1.	<i>Introduction :</i>	_____	38
2.	<i>Matériau :</i>	_____	38
3.	<i>Conception et réalisation de la matrice d'ECAP :</i>	_____	38
a.	Choix du matériau :	_____	38
b.	Propriétés de l'Acier 55NCDV5 _____		38
c.	Justification du Choix du matériaux :	_____	39
d.	Géométrie de la matrice :	_____	39
e.	Fabrications de la matrice :	_____	40
i.	Usinage des canaux :	_____	40
ii.	Traitement thermique :	_____	40
f.	Rectification et polissage :	_____	41
4.	<i>Presse hydraulique :</i>	_____	43
a.	Système de vérin hydraulique :	_____	43
b.	Contrôle de la force et de la vitesse :	_____	43
c.	Cadre de support :	_____	43
d.	Interface avec la matrice ECAP :	_____	43
5.	<i>Réalisation des essais ECAP :</i>	_____	44
6.	<i>Mesure de la microdureté :</i>	_____	46
a.	Principes de base des essais de dureté _____		47
i.	Essai de dureté par pénétration :	_____	47
ii.	Essai de dureté par rebondissement :	_____	47
b.	Dureté Vickers (HV) :	_____	47
c.	Principe de la microdureté :	_____	47
i.	Microdureté Vickers (HV) :	_____	47
d.	Bénéfices de la technique Vickers :	_____	48

e.	<b>Restrictions :</b>	48
f.	<b>Essais expérimentaux :</b>	48
7.	<b>Caractérisation de la microstructure :</b>	49
a.	<b>Le Polissage et observation métallographique :</b>	50
b.	<b>Objectifs du polissage</b>	50
c.	<b>Méthodologie de polissage</b>	50
d.	<b>L'Attaque chimique</b>	50
i.	Objectifs de l'attaque chimique	50
ii.	Méthodologie de l'attaque chimique	50
8.	<b>Diffraction des rayons X :</b>	52
9.	<b>Essais de traction :</b>	54
a.	<b>Courbe de Traction</b>	54
b.	<b>Propriétés mécaniques déterminées par l'essai de traction</b>	55
i.	Résistance à la traction (Rm):	55
ii.	Limite d'élasticité (Re) :	55
iii.	Module de young (E) :	55
iv.	Allongement à la rupture (A%) :	55
10.	<b>Essais d'emboutissage Erichsen :</b>	56
	<b>Méthodologie des essais Erichsen :</b>	57
11.	<b>La simulation :</b>	57
a.	<b>Définition :</b>	57
b.	<b>Objectif de la démarche :</b>	58
c.	<b>Modélisation :</b>	58
d.	<b>Discrétisation :</b>	58
e.	<b>Simulation numérique :</b>	58
f.	<b>Post-traitement, analyse et interprétation des résultats :</b>	58
g.	<b>Abaqus :</b>	59
i.	Fonctionnement :	59
ii.	Logiciel :	59
12.	<b>Microscope électronique à balayage (MEB) :</b>	60
	<b>Chapitre III</b>	61
	<b>Résultats &amp; Discussions</b>	
1.	<b>Introduction :</b>	62
2.	<b>Effet de l'ECAP sur la microdureté :</b>	62
3.	<b>Simulation de l'ECAP :</b>	65
4.	<b>Effet de l'ECAP sur la microstructure :</b>	70

5.	<i>Analyse par diffraction des rayons X (DRX) :</i>	75
6.	<i>Effet de l'ECAP sur les propriétés mécaniques :</i>	76
7.	<i>Effet de l'ECAP sur l'emboutissabilité :</i>	77
8.	<i>Surfaces et sous-surfaces après l'essai d'Erichsen.:</i>	80
9.	<i>Observation au microscope électronique à balayage (MEB) :</i>	81
10.	<i>Simulation de l'essai Erichsen :</i>	85
11.	<i>Conclusion :</i>	88
	Conclusion générale	90
	Références	93

## 1. LISTE DES FIGURES :

- Figure I.1 : Schéma explicatif du procédé ECAP
- Figure I.2 : Principe de l'ECAP où  $\Phi$  est l'angle d'intersection des deux canaux et  $\Psi$  est l'angle sous-tendu par l'arc de courbure au point d'intersection : (a)  $\Psi = 0$ , (b)  $\Psi = \pi - \Phi$ , (c) une valeur arbitraire de  $\Psi$  située entre  $\Psi = 0$  et  $\Psi = \pi - \Phi$
- Figure I.3 : Variation de la déformation équivalente,  $\epsilon$ , avec l'angle du canal,  $\Phi$ , sur une plage angulaire de  $\Phi$  de 45 à 180° pour les valeurs de l'angle de l'arc de courbure,  $\Psi$ , de 0 à 90 : les déformations sont indiquées pour un seul passage où  $N = 1$
- Figure I.4 : les quatre routes fondamentales dans l'ecap
- Figure I.5 : Les chemins d'après lesquels la déformation est imposée dans les quatre routes fondamentales du procédé ECAP
- Figure I.6 : Les distorsions d'un élément cubique vues dans les trois plans orthogonaux jusqu'à huit passes dans les quatre routes fondamentales du procédé ECAP [Furukawa98].
- Figure I.7 : Variation de la déformation en fonction de  $\Phi$  pour  $\Psi=0$
- Figure I.8 : Variation de la déformation en fonction de  $\Psi$  pour  $\Phi = 90^\circ$ .
- Figure I.9 : Variation de la limite d'élasticité avec la vitesse de pressage pour un alliage Al-1%Mg après ECAP par 1, 2, 3 et 4 passages : données enregistrées à température ambiante en utilisant un taux de déformation de  $1,0 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$
- Figure I.10 : Changement de la taille des grains après ECAP à différentes températures pour Al pure et les alliages Al-3%Mg et Al-3%Mg-0.2%Sc
- Figure I.11 : Procédée d'emboutissage
- Figure I.12 : Micrographies optiques prises sur le plan Y après 1 passe
- Figure I.13 : Photo de la microscopie électronique à transmission à balayage (STEM) après 1 DRECE passe
- Figure I.14 : Résultat de l'EBSD avant et après ECAP de L'AZ31.
- Figure I.15 : Résultats des essais de traction pour les échantillons (a) soumis à un traitement CR ou entièrement recuits et après ECAP par (b) une passe, (c) deux passes et (d) trois passes, respectivement.
- Figure I.16 : Résultats de la microdureté Vickers ( $H_v$ ) pour les phases perlite et ferrite en fonction de nombre de passe.
- Figure I.17 : Distribution de la microdureté avant et après DRECE pour une passe et 7 passes
- Figure I.18 : Résultat de traction de l'acier TWIP après 4 passes d'ECAP (L. WANG)
- Figure I.19 : Courbe de traction avant et après ECAP de l'acier AISI 4130

- Figure I.20 : Résultat de la microdureté et l'énergie d'impact en fonction de nombre de passe de l'acier AISI 4130
- Figure I.21 : Résultats de l'essais de traction avant et après ECAP de l'acier TWIP selon le nombre de passe et de la température
- Figure I.22 : Profondeur de formage relative par rapport à l'échantillon laminé (RD : bandes parallèles à PD, 45° : bandes à 45° par rapport à PD, TD : bandes transversales par rapport à PD)
- Figure I.23 : Influence des routes sur la valeur r (a) et la valeur n (b)
- Figure I.24 : Comparaison du déplacement z (a) et des limites de formage (b) pour les tôles laminées et les tôles traitées par ECAP sur la route D dans trois conditions de contrainte différentes.
- Figure I.25 : Diagrammes contrainte-déformation de la tôle Al5083 avant et après ECAP
- Figure I.26 : Mesure de microdureté en fonction du nombre de passe ECAR
- Figure I.27 : Différentes géométries d'éprouvettes utilisées pour établir la courbe de formabilité
- Figure I.28 : Les CLF de l'aluminium 5083 du recuit et de la première à la troisième passe ECAR
- Figure II.1 : Dessin de définition de la matrice assemblé
- Figure II.2 : Bloc de 55NCDV5 utilisé
- Figure II.3 : Cycle de traitement thermique de la matrice.
- Figure II.4 : 1 a) matrice d'ECAP ; b) Coupe transversale de la filière ECAP ; c) Positionnement des tôles à l'intérieur du canal.
- Figure II.5 : Poinçon utiliser dans l'ecap.
- Figure II.6 : La presse hydraulique utiliser et sa commande
- Figure II.7 : a) diagramme schématique du procédé ECAP. b) sens de laminage (RD) en fonction du flux de métal dans le procédé ECAP.
- Figure II.8 : Tôle d'acier DC04 a) avant ECAP, b) S1 après ECAP (120°), c) S1 après ECAP (90°)
- Figure II.9 : Principe de la dureté Vickers
- Figure II.10 : Duromètre Innovatest model 412D
- Figure II.11 : Représentation de l'emplacement des 15 mesures de microdureté.
- Figure II.12 : Machine de polissage minitech 233
- Figure II.13 : Microscope optique Optika B-810
- Figure II.14 : Schéma explicatif de la DRX.

- Figure II.15 : Le diffractomètre D8 ADVANCE BRUKER
- Figure II.16 : Explication de la courbe de traction
- Figure II.17 : Machine de traction ZWICK Z020.
- Figure II.18 : échantillon de l'essais de traction EN ISO 6892-1.
- Figure II.19 : schémas de l'essais Erichsen
- Figure II.20 : Fonctionnement du logiciel Abaqus
- Figure II.21 : Microscope électronique à balayage, modèle Quanta 250
- Figure III.1 : Mesure des microdureté Hv 0.2: a) 120° route A, b) 120° route C, c) 90° route A, d) 90° route C.
- Figure III.2 : Moyenne de la microdureté avec l'écart type pour une passe : a) angle 120°, b) angle 90°.
- Figure III.3 : Simulation ECAP des tôles DC04 : a) état initial (120°), b) milieu de la simulation (120°), c) fin de la simulation (120°), d) état initial (90°), e) milieu de la simulation (90°), f) fin de la simulation (90°).
- Figure III.4 : Distribution des contraintes de V. Mises au cours de la simulation : a) angle 120°, b) angle 90°
- Figure III.5 : Microstructure de la tôle (x100) : a) avant ECAP ; b) S1 après ECAP (120°) ; c) S1 après ECAP (90°)
- Figure III.6 : Méthode d'interception (x100) : a) avant ECAP ; b) S1 après ECAP 120°.
- Figure III.7 : Distribution des longueurs : a) Avant ECAP, b) S1 après ECAP.
- Figure III.8 : a) Résultats diffraction des rayons X avant et après ECAP ; b) valeurs FWHM.
- Figure III.9 : Courbes contrainte-déformation avant et après ECAP pour S1.
- Figure III.10 : Méthode de mesure de la profondeur de déformation de la cupule : a) avant ECAP ; b) après ECAP.
- Figure III. 11 : Fissuration de la plaque après le test d'Erichsen : a) avant ECAP ; b) après ECAP.
- Figure III.12 : Différentes zones de déformation subies par les tôles après les essais d'Erichsen : a) avant ECAP, b) S1 après ECAP.
- Figure III.13 : Observation au MEB de la zone de rupture suite à l'essai ERICHSEN de la tôle DC04 avant ECAP : a) x30, b)x80 et c)x200
- Figure III.14 : Observation au MEB de la zone de rupture suite à l'essais ERICHSEN de la tôle DC04 après ECAP : a) x30, b) x80 et c) x80.
- Figure III.15 : Simulation des essais d'Erichsen des tôles : a) avant ECAP, b) S1 après ECAP.

Figure III.16 : Courbe déformation réelle/épaisseur pour la tôle avant ECAP et S1 après ECAP.

Figure III.17 : Représentation de la courbe Charge du poinçon (N) - Déplacement (mm).

## **2. LISTE DES TABLEAUX :**

Tableau I.1 : Différentes nominations des routes de l'ECAP

Tableau I.2 : Propriétés de traction à température ambiante des tôles AZ31 laminées et traitées par ECAP.

Tableau I.3 : Changements des propriétés mécaniques de l'échantillon recuit après le processus ECAR en pourcentage

Tableau II.1 : Composition chimique du DC04.

Tableau III.1 : Longueur de l'intersection entre les joints de grains et l'interception linéaire moyenne dans la méthode de l'interception.

Tableau III.2 : Différence de propriétés mécaniques avant et après ECAP pour S1.

Tableau III.3 : Résultats du test d'Erichsen

# **Introduction générale**

Les aciers à bas carbone, tels que l'acier DC04, sont largement utilisés dans diverses industries en raison de leurs propriétés mécaniques équilibrées, de leur excellente formabilité et de leur coût relativement faible. Ces matériaux sont particulièrement prisés dans des applications nécessitant une mise en forme complexe, comme l'emboutissage, un procédé essentiel dans la fabrication de pièces automobiles, d'éléments de carrosserie et de composants industriels. Cependant, l'un des défis majeurs rencontrés lors de l'emboutissage des tôles en acier à bas carbone est le déchirement prématuré, un problème qui affecte la qualité des pièces et engendre des coûts supplémentaires pour les industriels. Pour remédier à cette problématique, diverses techniques ont été développées afin d'améliorer les propriétés mécaniques des métaux et alliages, notamment l'affinage des grains, qui permet d'augmenter la résistance mécanique tout en conservant une ductilité appréciable.

Parmi ces techniques, l'extrusion coudée à canaux égaux (ECAP, Equal Channel Angular Pressing) se distingue comme une méthode efficace pour obtenir une microstructure à grains ultrafins par déformation plastique sévère. Ce procédé, qui consiste à soumettre le matériau à une déformation intense sans modification de sa section transversale, permet d'améliorer significativement les propriétés mécaniques tout en conservant la capacité de mise en forme des tôles. Cette thèse propose d'étudier l'effet de l'ECAP sur les propriétés mécaniques et microstructurales des tôles en acier DC04 produites par le complexe sidérurgique d'El-Hadjar et destinées à l'emboutissage. L'objectif est d'améliorer la résistance mécanique de ces tôles tout en évaluant leur emboutissabilité, une propriété essentielle pour leur utilisation industrielle.

La méthodologie adoptée dans cette étude repose sur la conception et la réalisation d'une extrudeuse ECAP avec des angles internes de 90° et 120°, permettant de traiter des tôles minces de dimensions 120 mm × 100 mm × 1,5 mm. Les tôles sont soumises à un nombre croissant de passes d'ECAP suivant différentes routes de déformation, puis caractérisées à l'aide d'une série d'essais expérimentaux. Ces essais incluent des mesures de microdureté HV, des analyses microstructurales par métallographie optique et diffraction des rayons X (DRX), des essais de traction pour évaluer les propriétés mécaniques, des essais d'emboutissage (essai d'Erichsen) pour déterminer la formabilité des tôles, ainsi que des observations au microscope optique à balayage (MEB) pour l'observation de l'allure de la rupture. En complément, une simulation numérique par éléments finis, réalisée avec le logiciel Abaqus, est utilisée afin d'interpréter les résultats expérimentaux présentant une contradiction aux prévisions théoriques. La présente thèse est structurée en trois chapitres :

Le premier chapitre présente une étude bibliographique sur l'acier DC04, mettant en lumière ses propriétés et ses applications. Une attention particulière est portée sur le procédé ECAP, une méthode pour affiner la microstructure et améliorer les propriétés mécaniques des matériaux. Une analyse détaillée des principes de l'ECAP, de ses paramètres opératoires et de ses effets sur la microstructure et les propriétés mécaniques est menée, ainsi que son influence sur l'emboutissabilité des tôles, en s'appuyant sur des études récentes et pertinentes dans le domaine.

Le deuxième chapitre décrit la caractérisation du matériau utilisé et la méthodologie expérimentale appliquée. Il met en relief la procédure expérimentale, y compris la préparation des échantillons et leur traitement par l'ECAP, ainsi qu'une description de la matrice d'ECAP utilisée, des machines, des outils, du matériel de caractérisation et des instruments de mesure employés.

Le troisième chapitre présente, interprète et discute les résultats obtenus. La première section se concentre sur les effets de l'ECAP sur les tôles, tandis que la seconde section étudie l'emboutissabilité à l'aide de l'essai d'Erichsen pour la tôle présentant les meilleures propriétés mécaniques. Par ailleurs, une simulation par la méthode des éléments finis a été effectuée à l'aide du logiciel Abaqus pour appuyer l'analyse expérimentale des deux parties de l'étude.

Pour finir, des conclusions tirées des résultats expérimentaux sont énumérées et des perspectives intéressantes sont suggérées pour l'amélioration du procédé.

# **Chapitre I**

## **Étude bibliographique & état de l'art**

## **1. Introduction :**

L'acier DC04, un acier à bas carbone qui fait partie de la famille des tôles ES et XES largement utilisé dans l'industrie en raison de ses propriétés mécaniques équilibrées et de son excellente formabilité. Ce matériau est particulièrement prisé pour des applications nécessitant une mise en forme complexe, telles que l'emboutissage, un procédé clé dans la fabrication de pièces automobiles, de composants industriels et d'éléments de carrosserie.

L'acier DC04 est d'abord décrit dans ce chapitre, on constate que cet acier se distingue par sa capacité à être facilement mis en forme tout en offrant une résistance mécanique suffisante pour répondre aux exigences des applications industrielles. Cependant, comme tous les aciers à bas carbone, il présente des limites en termes de résistance mécanique et de durabilité, ce qui motive la recherche de méthodes pour améliorer ses performances sans compromettre sa formabilité.

Une attention particulière est portée dans ce chapitre sur le procédé d'extrusion coulée à aires égales (ECAP, Equal Channel Angular Pressing), une technique de déformation plastique sévère qui permet d'affiner la microstructure des matériaux pour obtenir des grains ultrafins. L'ECAP est reconnu pour son efficacité à améliorer les propriétés mécaniques des métaux, notamment la dureté et la résistance à la traction, tout en conservant une ductilité appréciable. Une analyse des principes de l'ECAP, de ses paramètres opératoires (tels que l'angle intérieure et extérieure, la température de traitement et le nombre de passes) et de ses effets sur la microstructure et les propriétés mécaniques des matériaux est présentée.

En outre, ce chapitre explore l'influence de l'ECAP sur l'emboutissabilité des tôles en acier DC04. L'emboutissabilité, définie comme la capacité d'un matériau à être déformé sans fissuration ni déchirement, est une propriété cruciale pour les applications industrielles. Les travaux de recherche récents montrent que l'ECAP peut améliorer la résistance mécanique des tôles tout en maintenant une formabilité acceptable, bien que des compromis soient souvent nécessaires entre ces deux aspects. Les études bibliographiques recensées dans ce chapitre mettent en évidence les avantages et les limites de l'ECAP pour l'amélioration des propriétés des aciers à bas carbone, ainsi que les perspectives d'optimisation de ce procédé pour des applications industrielles spécifiques.

En résumé, ce chapitre pose les bases théoriques et expérimentales nécessaires à la compréhension des effets de l'ECAP sur l'acier DC04, en s'appuyant sur des études récentes et pertinentes dans le domaine. Il fournit un cadre conceptuel pour les travaux expérimentaux et numériques menés dans cette thèse, tout en identifiant les lacunes et les défis à relever pour une meilleure utilisation de l'ECAP dans l'industrie. Cette revue bibliographique permet également de situer cette recherche dans le contexte scientifique actuel, en soulignant son originalité et sa contribution potentielle à l'avancement des connaissances dans le domaine de la mise en forme des métaux et alliages.

## **2. Tôles de qualité ES et XES :**

Les tôles qualité ES et XES sont des tôles métalliques spécifiquement conçues pour des applications nécessitant une bonne aptitude à l'emboutissage. Elles sont caractérisées par un indice Erichsen (IE) compris entre 10 et 12,5 mm. Cela signifie que ces tôles ont une bonne capacité à se déformer en expansion, ce qui les rend adaptées pour des opérations de formage ou d'emboutissage nécessitant une déformation importante sans rupture.

#### **a. Applications des tôles qualité ES :**

Ces tôles sont souvent utilisées dans des industries où le formage complexe est requis, comme :

- L'automobile (pièces de carrosserie, capots, portières, etc.),
- L'électroménager (cuves de lave-linge, éléments de structure),
- L'emballage métallique (boîtes, couvercles).

#### **b. Caractéristiques des tôles ES :**

- Bonne ductilité : capacité à se déformer sans se rompre.
- Résistance mécanique adaptée : elles offrent un équilibre entre résistance et formabilité.
- Surface de qualité : souvent lisses et sans défauts pour faciliter les opérations de formage et de finition.

En résumé, les tôles qualité ES sont des matériaux métalliques optimisés pour l'emboutissage, avec un indice Erichsen compris entre 10 et 12,5 mm, ce qui les rend idéales pour des applications nécessitant une déformation importante en expansion.

### **3. L'acier DC04 :**

Selon la norme européenne EN 10130, l'acier DC04 est classé dans la catégorie des aciers à faible teneur en carbone laminés à froid. Ce matériau est réputé pour sa remarquable capacité à se former et sa ductilité, ce qui le rend idéal pour les applications requérant des procédés de formage avancés tels que l'emboutissage profond, le pliage et l'étirage. Sa faible teneur en carbone ( $\leq 0,08\%$ ) lui confère une grande capacité à être déformé sans fissuration ni rupture, même lors de la réalisation de géométries complexes.[1]

#### **a. Propriétés générales**

- Formabilité : L'acier DC04 démontre une capacité de déformation remarquable, évaluée par des indicateurs tels que l'indice d'Erichsen et la limite d'étirage. Cette caractéristique est cruciale pour les applications industrielles nécessitant des composants de géométrie complexe.[2]
- Ductilité : L'acier DC04, ayant une capacité d'allongement à la rupture supérieure à 34 %, est capable de supporter de grandes déformations sans se fissurer, un atout essentiel pour les techniques d'emboutissage.
- Qualité de surface : Le procédé de laminage à froid donne à l'acier DC04 une finition lisse et homogène, parfaite pour les utilisations où l'esthétique joue un rôle crucial. Cette finition rend également plus faciles les traitements de surface suivants, tels que la peinture, le revêtement en poudre ou la galvanisation, ce qui améliore par conséquent l'adhésion et la résistance à la corrosion.

## **b. Propriétés mécaniques**

Les propriétés mécaniques de l'acier DC04 sont soigneusement équilibrées pour répondre aux exigences des applications industrielles :

- Limite d'élasticité ( $R_e$ ) : 140–220 MPa
- Résistance à la traction ( $R_m$ ) : 270–350 MPa
- Dureté : Environ 120–150 HV (Vickers)

Même si l'acier DC04 n'atteint pas la résistance mécanique des aciers à haute résistance, ses caractéristiques sont adéquates pour une multitude d'applications, surtout celles où la formabilité et l'état de surface font la priorité.

## **c. Microstructure**

La microstructure de l'acier DC04 est principalement composée de ferrite, avec une taille de grain moyenne de 10–20  $\mu\text{m}$ . Cette structure confère au matériau une excellente ductilité et une bonne formabilité. La faible teneur en carbone et en éléments d'alliage minimise la formation de phases dures, ce qui facilite les procédés de formage à froid.

## **d. Applications industrielles**

L'acier DC04 est largement utilisé dans plusieurs secteurs industriels en raison de ses propriétés uniques [3] :

- Industrie automobile :  
L'acier DC04 est couramment utilisé pour la fabrication de panneaux de carrosserie (capots, portières, ailes), de pièces intérieures et d'autres composants structurels. Sa capacité à être facilement façonné en courbes et contours complexes le rend idéal pour la conception de véhicules à la fois esthétiques et aérodynamiques. De plus, sa surface lisse permet des finitions de peinture de haute qualité, améliorant l'apparence et la durabilité des véhicules.
- Industrie de l'électroménager :  
Dans ce secteur, l'acier DC04 est utilisé pour la fabrication de panneaux de réfrigérateurs, de tambours de machines à laver et d'autres appareils électroménagers. Sa bonne formabilité permet la production de formes complexes, tandis que sa surface lisse offre un aspect esthétique agréable et facilite les traitements de surface.
- Secteur de la construction :  
L'acier DC04 est également utilisé pour des applications telles que les toitures métalliques, les parements et les éléments structurels légers. Sa résistance modérée et sa facilité de mise en œuvre en font un matériau adapté à ces applications, où il peut être facilement façonné et installé.

## **e. Justification du choix**

L'acier DC04 a été sélectionné pour cette étude en raison de sa combinaison unique de formabilité, de soudabilité et de disponibilité. Sa réponse aux traitements mécaniques, tels que l'ECAP, en fait un candidat idéal pour explorer les améliorations possibles de ses propriétés mécaniques et de son emboutissabilité. De plus, son utilisation répandue dans l'industrie

automobile et de l'électroménager en fait un matériau pertinent pour des applications industrielles réelles.

#### f. Conclusion de la section

En résumé, l'acier laminé à froid DC04 est un matériau polyvalent et économique, doté d'une excellente formabilité, d'une ductilité élevée et d'une qualité de surface supérieure. Ces propriétés en font un choix privilégié pour une large gamme d'applications dans les secteurs de l'automobile, de l'électroménager et de la construction. Cependant, ses limites en termes de résistance mécanique et de résistance à la corrosion doivent être prises en compte pour des applications spécifiques. L'étude de l'effet de l'ECAP sur ce matériau vise à surmonter ces limitations tout en exploitant ses avantages existants.

#### 4. Principe ECAP :

L'ECAP nous procure la possibilité d'appliquer plusieurs fois une déformation plastique sévère sur les matériaux sans provoquer de modification dimensionnelle des tôles utilisées [4]. La matrice utilisée pour l'ECAP, représentée dans la figure I.1, est constituée de deux canaux de section transversale identique qui se rejoignent à un angle intérieur «  $\Phi$  », avec un angle extérieur «  $\Psi$  » qui définit le raccordement des deux canaux (entrée et sortie). Un échantillon préalablement lubrifié est placé dans le canal d'entrée et est extrudé via le canal de sortie grâce à un poinçon [5]. Au cours des pressages successifs, la déformation par cisaillement s'accumule au sein de la tôle, aboutissant finalement à une structure à grains ultrafins.

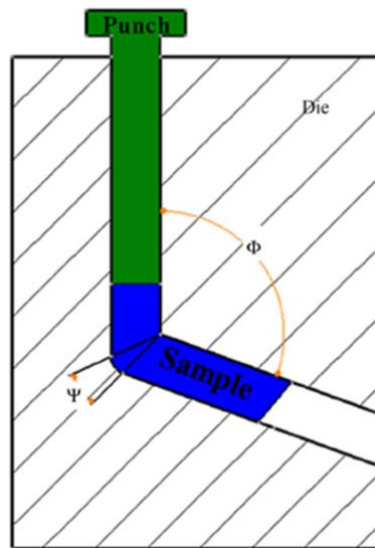


Figure I.1 : Schéma explicatif du procédé ECAP [5].

#### a. Paramètres fondamentaux dans l'ecap :

##### i. Les contraintes imposées dans l'ecap :

Une déformation sévère est imposée à un échantillon à chaque passage à travers une matrice ECAP. L'ampleur de cette déformation peut être estimée à l'aide d'une approche analytique basée sur les différentes configurations illustrées schématiquement dans la représentation

bidimensionnelle montrée dans la figure I.2. La déformation est estimée en supposant un spécimen entièrement lubrifié de sorte que les effets de frottement peuvent être négligés.

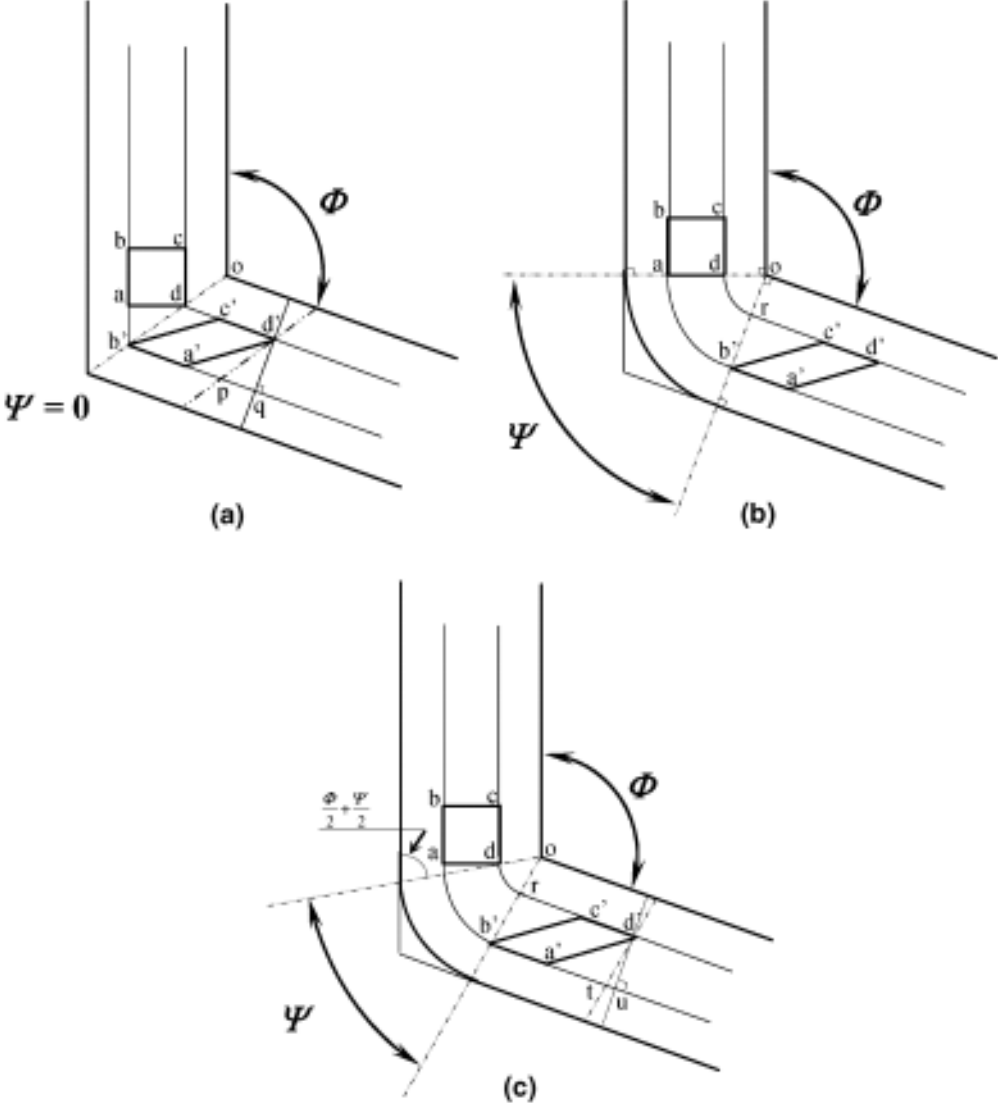


Figure I.2 : Principe de l’ECAP où  $\Phi$  est l’angle d’intersection des deux canaux et  $\Psi$  est l’angle sous-tendu par l’arc de courbure au point d’intersection : (a)  $\Psi = 0$ , (b)  $\Psi = \pi - \Phi$ , (c) une valeur arbitraire de  $\Psi$  située entre  $\Psi = 0$  et  $\Psi = \pi - \Phi$  [6].

Dans la figure I.2.a où  $\Psi = 0$ , un petit élément de l’échantillon, initialement carré en coupe transversale avec des dimensions données par  $abcd$ , se déforme par cisaillement lors du passage à travers la matrice dans la configuration donnée par  $a'b'c'd'$ . En utilisant la notation de la Figure I.2.a, il s’ensuit que la contrainte de cisaillement,  $\gamma$ , est donnée par  $a'q/qd'$ , où  $qd' = ad$

et  $ab' = dc' = a'p = pq = \text{adcot}(\Phi/2)$  de sorte que  $a'q = 2\text{adcot}(\Phi/2)$ . Par conséquent, pour la condition où  $\Psi = 0$ ,

$$y = 2\cot(\Phi/2) \quad (1)$$

Dans la figure I.2.b où  $\Psi = \pi - \Phi$ , la contrainte de cisaillement est donnée par  $y = rc'/rb'$ , où  $rb' = da = (oa - od)$  et  $ab' = dc' = oa\Psi = (rc'+od\Psi)$  de sorte que  $rc' = (oa - od)\Psi$ . Par conséquent, pour cette condition,

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

Enfin, dans la figure I.2.c où  $\Psi$  représente une situation intermédiaire, la déformation au cisaillement est  $y = a'u/d'u$  où  $d'u = ad$  et  $a'u$  peut être obtenue à partir des relations  $a'u = (a't + tu) = (rc' + as)$ ,  $as = \text{adcot}(\Phi/2 + \Psi/2)$ ,  $ab' = dc' = (as + os\Psi) = rc' + od\Psi$  et  $(os - od) = \text{ad cosec}(\Phi/2 + \Psi/2)$ , de sorte que  $a'u = 2\text{adcot}(\Phi/2 + \Psi/2) + \text{ad}\Psi \text{cosac}(\Phi/2 + \Psi/2)$ . Par conséquent, la contrainte de cisaillement pour cette condition intermédiaire est donnée par

$$\gamma = 2 \cot \left[ \frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right] + \varphi \text{ cosec} \left[ \frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right] \quad (3)$$

On constate que l'équation (3) est réduite à l'équation (1) quand  $\Psi=0$  et à l'équation (2) quand  $\Psi=\pi-\Phi$ .

La déformation équivalente,  $\epsilon_{eq}$ , est représenté par

$$\epsilon_{eq} = \left[ \frac{2 \left( \epsilon_x^2 + \epsilon_y^2 + \epsilon_z^2 + \frac{\gamma_{xy}^2 + \gamma_{yz}^2 + \gamma_{zx}^2}{2} \right)}{3} \right]^{1/2} \quad (4)$$

la déformation après 1 cycle est :

$$\epsilon_{eq} = \left[ \frac{2 \cot \left[ \frac{\Phi}{2} + \frac{\varphi}{2} \right] + \varphi \text{ cosec} \left[ \frac{\Phi}{2} + \frac{\varphi}{2} \right]}{\sqrt{3}} \right] \quad (5)$$

Comme la déformation est cumulé après chaque passage, la déformation devient après N cycles  $\epsilon_N$  est donné :

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

Ainsi, la déformation peut être estimée à partir de l'équation (6) pour toutes les conditions de pressage, à condition que les angles  $\Phi$  et  $\Psi$  soient connus[4][6][7].

Pour fournir une meilleure compréhension des angles  $\Phi$  et  $\Psi$ , on a représenté l'équation 6 graphiquement[4].

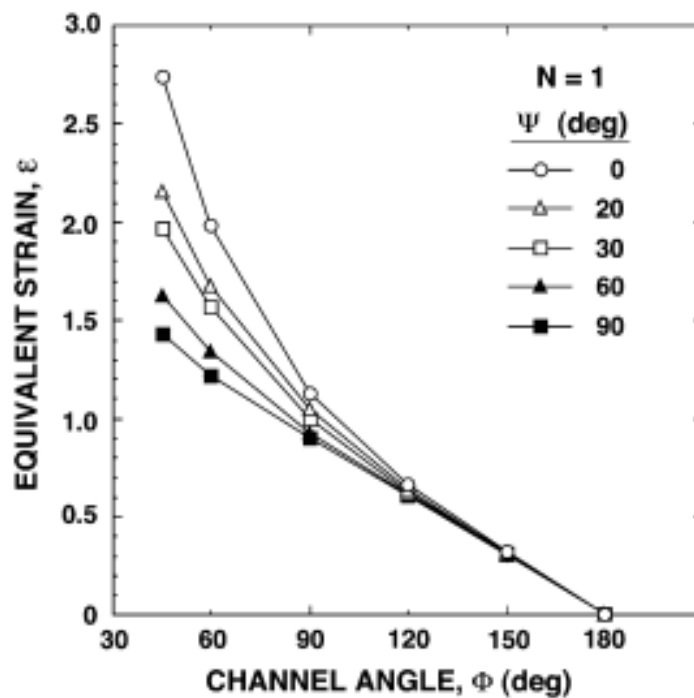


Figure I.3 : Variation de la déformation équivalente,  $\epsilon$ , avec l'angle du canal,  $\Phi$ , sur une plage angulaire de  $\Phi$  de 45 à 180° pour les valeurs de l'angle de l'arc de courbure,  $\Psi$ , de 0 à 90 :les déformations sont indiquées pour un seul passage où  $N = 1$  [4].

## ii. Les différents chemins de déformation dans l'ecap :

Le changement d'orientation entre chaque passe successive s'avère être un paramètre primordial du procédé. Les différents systèmes de glissement associés à ces différentes voies de traitement sont représentés schématiquement dans la figure I.4 [7].

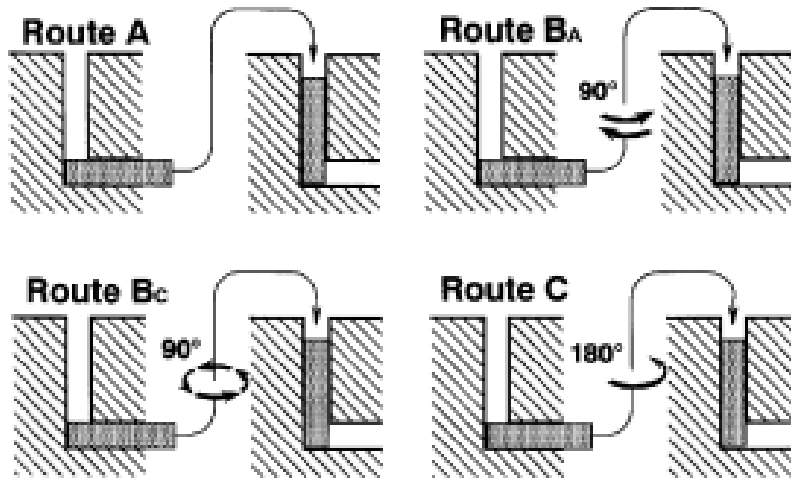


Figure I.4 : les quatre routes fondamentales dans l'ecap [7].

Le tableau 1 nous donne les différentes nominations qu'on peut trouver dans la littérature

Tableau I.1 : différentes nominations des routes de l'ecap [7].

Rotation autour de de l'axe de révolution	Convention Langdon (Oh-Ishi <i>et al.</i> [1998])	Convention Segal (Segal [1999])	Convention Dupuy (Dupuy [2000])
0°	A	A	A
+90°/-90°/+90° ...	Ba	B	B+B-
+ 90°	Bc	D	B+
+ 180°	C	C	C

On a trois voies de traitement distinctes : la voie A dans laquelle l'échantillon n'est pas tourné entre des pressages répétitifs, la voie B dans laquelle l'échantillon est tourné de 90° entre chaque pressage et la voie C dans laquelle l'échantillon est tourné de 180° entre chaque pressage. Une autre possibilité peut être introduite lorsqu'il est noté que la voie B peut être entreprise soit en faisant tourner l'échantillon de 90 dans des directions alternées entre chaque pression individuelle, appelé route BA, ou par rotation de l'échantillon de 90 dans la même direction entre chaque pression individuelle, appelée route BC.

### iii. Les chemins de glissement pour chaque route :

Les chemins d'après lesquels la déformation par cisaillement est imposée ainsi que le sens du cisaillement sont présentés schématiquement dans la figure I.5. Ainsi, les plans notés avec des numéros de 1 à 4 correspondent aux quatre premières passes en ECAE tandis que les plans X, Y et Z correspondent aux trois plans orthogonaux de l'échantillon.

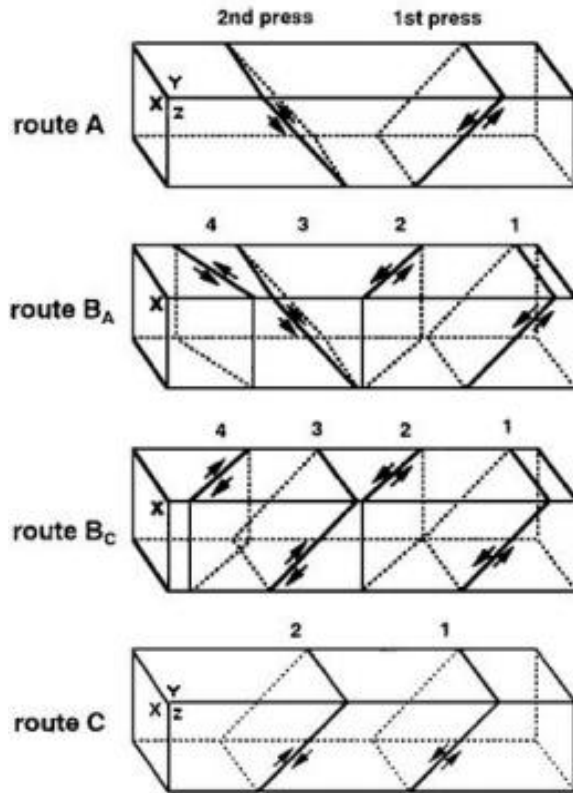


Figure I.5 : Les chemins d'après lesquels la déformation est imposée dans les quatre routes fondamentales du procédé ECAP [8].

L'effet de ces chemins est montré dans la figure I.6 où on représente schématiquement la distorsion d'un élément cubique vue dans les trois plans X, Y et Z jusqu'à huit passes. Ces chemins de déformation et le choix des routes joueront un rôle très important dans le processus d'affinement de la microstructure [9]. Pour mettre ces illustrations en perspective, il est pratique de considérer les plans de cisaillement qui sont activés dans le matériau dans chacun de ces quatre routes. Le traitement par la voie A conduit donc au cisaillement sur deux plans qui se croisent à  $90^\circ$ , le traitement par la voie C conduit à des cisaillements répétitifs sur le même plan, et le traitement par les voies B<sub>A</sub> et B<sub>C</sub> conduit au cisaillement sur un ensemble de plans qui se croisent à  $120^\circ$  [8].

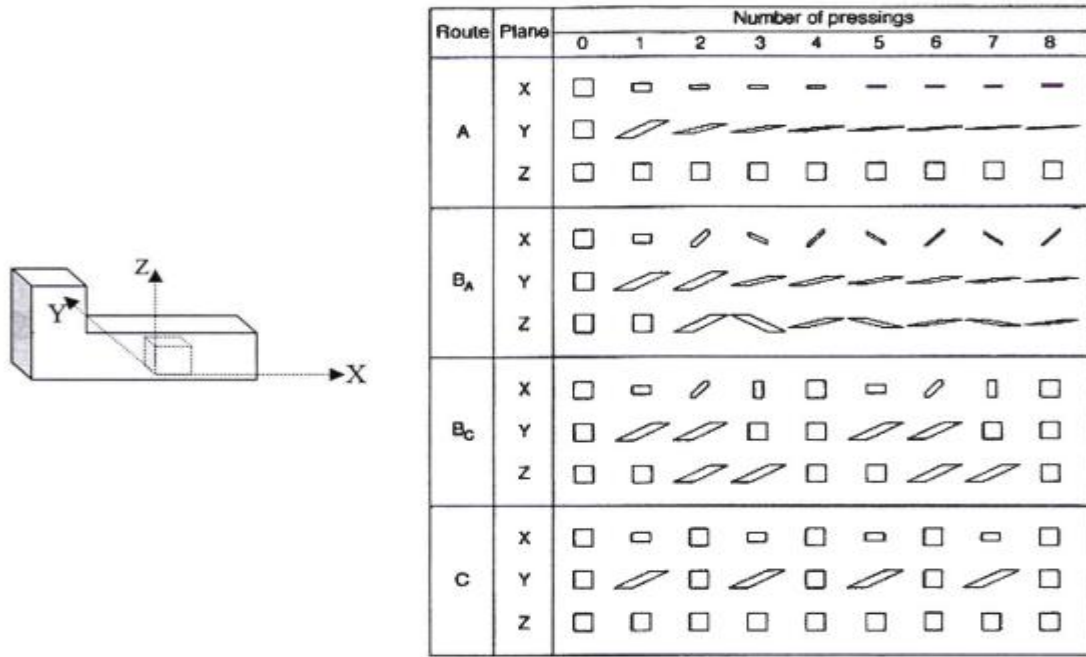


Figure I.6 : Les distorsions d'un élément cubique vues dans les trois plans orthogonaux jusqu'à huit passes dans les quatre routes fondamentales du procédé ECAP [8].

**b. Paramètres expérimentaux du procédé ecap :**

**i. Influence de l'angle  $\Theta$  :**

L'angle intérieur du canal, noté  $\Theta$ , est le paramètre expérimental le plus important, car il impose la contrainte appliquée à chaque passe et influence directement l'évolution de la microstructure [9]. Un angle  $\Theta$  proche de  $120^\circ$  permet de réaliser les passes dans de bonnes conditions tout en soumettant le matériau à des déformations équivalentes importantes, qui s'accroissent avec le nombre de passes. Cependant, seul un angle  $\Theta$  proche de  $90^\circ$  permet d'atteindre des déformations plastiques maximales ainsi qu'une taille de grains minimale [10]. Ce paramètre peut s'avérer déterminant pour les matériaux particulièrement durs ou à faible ductilité. Par exemple, certaines études ont montré qu'il est impossible de presser du tungstène de pureté commerciale à travers une matrice présentant un angle de  $90^\circ$  à une température de  $1273^\circ\text{K}$ , en raison de la formation de fissures dans les billettes. En revanche, des résultats très satisfaisants ont été obtenus à la même température lorsque l'angle du canal était ajusté à  $110^\circ$ .

Des travaux de recherche ont également montré que l'utilisation d'angles inférieurs à  $90^\circ$  est envisageable, mais elle nécessite l'application de pressions plus élevées afin de prévenir la fissuration. Toutefois, cette configuration n'induit qu'une réduction très petite de la taille des grains. Il apparaît donc plus pertinent de conclure que l'angle optimal  $\Phi$  est de  $90^\circ$  [9].

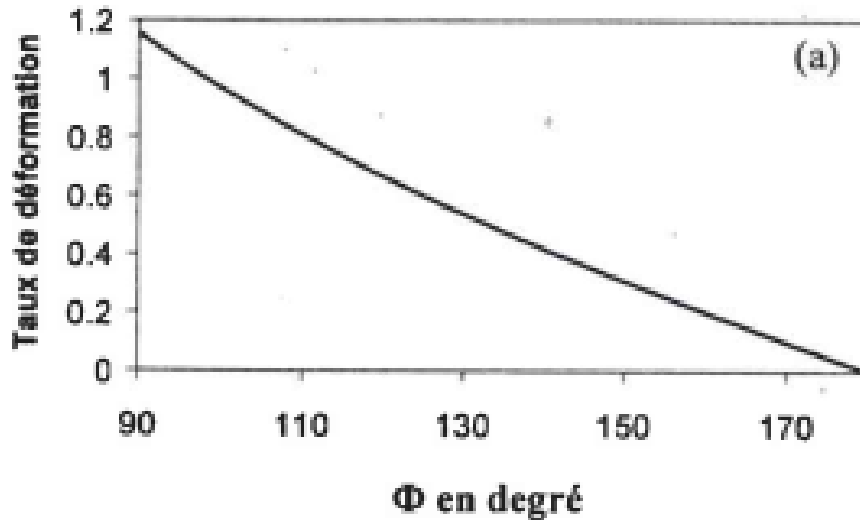


Figure I.7 : Variation de la déformation en fonction de  $\Phi$  pour  $\Psi=0$  [9].

### ii. Influence de l'angle $\psi$ :

L'angle  $\Psi$  représente la courbure de transition entre les deux canaux de la filière ECAP. Il joue un rôle important en réduisant les effets de friction entre l'échantillon et l'outil, ce qui facilite son passage à travers la filière. Toutefois, cette géométrie modifiée peut perturber les mécanismes de déformation, en particulier l'homogénéité de l'écoulement plastique [11][12]. Dans un cas où  $\Psi$  atteint sa valeur maximale, soit  $\pi - \Phi$ , la déformation de l'échantillon devient fortement hétérogène. En revanche, pour des angles  $\Psi$  faibles, tels que  $0^\circ$  ou  $22^\circ$ , cette perturbation est moins marquée. À ces valeurs, une meilleure homogénéité de l'écoulement et une répartition plus uniforme des contraintes sont envisageables. Il est donc essentiel de prendre en compte ce paramètre lors de la conception des dispositifs ECAP [4]. Une étude menée par Nagasekhar et Tick-Hon (2004) a démontré, à travers des simulations par éléments finis, que les conditions optimales d'homogénéité de la déformation sont obtenues pour une configuration avec  $\Phi = 90^\circ$  et  $\Psi = 10^\circ$ . Leur modélisation intégrait des paramètres tels que l'écrouissage du matériau et les frottements de contact entre la matrice et l'échantillon [9].

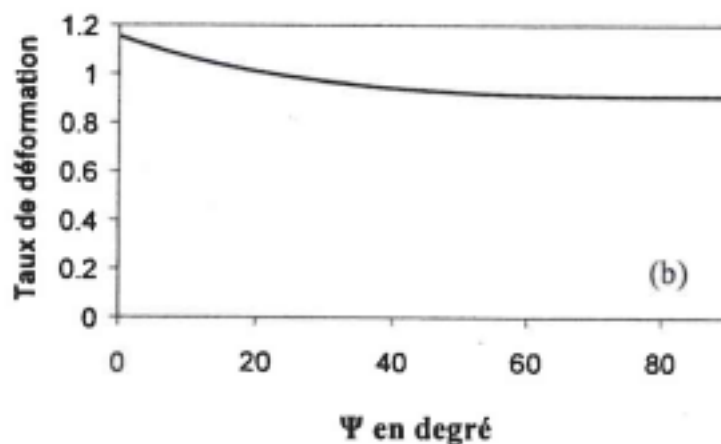


Figure I.8 : Variation de la déformation en fonction de  $\Psi$  pour  $\Phi:90^\circ$  [9].

### iii. Influence de la vitesse de pression :

L'ECAP est généralement réalisée sous fortes pressions et à des vitesses généralement comprises entre 1 et 20 mm/s. Toutefois, grâce à l'utilisation d'équipements d'essai mécaniques traditionnels, il est possible d'élargir considérablement la plage des vitesses d'extrusion. La première étude expérimentale approfondie sur l'influence de la vitesse d'extrusion a été menée sur un alliage Al-1%Mg, avec des vitesses allant de  $10^{-2}$  à 10 mm/s. Les résultats ont montré que la vitesse d'extrusion influence peu le raffinement des grains[4] .

En effet, les analyses indiquent que c'est principalement le nombre de passes ECAP qui influe sur la limite d'élasticité, en raison de son effet cumulatif sur la microstructure. La figure I.9 met en évidence que, bien plus que la vitesse d'extrusion, c'est le nombre de passe qui permet de réduire la taille des grains et d'augmenter les propriétés mécaniques du matériaux [13].

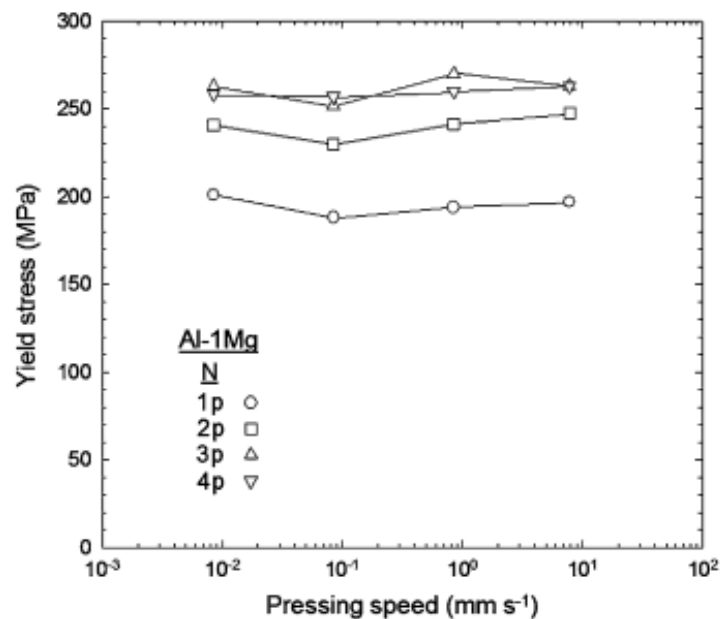


Figure I.9 : Variation de la limite d'élasticité avec la vitesse de pressage pour un alliage Al-1%Mg après ECAP par 1, 2, 3 et 4 passages : données enregistrées à température ambiante en utilisant un taux de déformation de  $1,0 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1}$  [13].

#### **iv. Influence de la température :**

Dans le procédé ECAP, la température de pressage constitue un paramètre essentiel, en raison de la relative facilité avec laquelle elle peut être contrôlée. Akihiro Yamashita a mené l'une des premières études approfondies sur l'influence de la température, en utilisant des échantillons d'aluminium pur, un alliage Al-3%Mg, ainsi qu'un alliage Al-3%Mg-0,2%Sc [14]. Les expérimentations ont été réalisées à des températures comprises entre la température ambiante et 573°K. Afin d'assurer un contrôle rigoureux de la température lors de chaque opération de pressage, une matrice rigide spécialement conçue a été utilisée, intégrant un thermocouple inséré dans une petite ouverture horizontale percée à 5 mm du mur du canal. Ce dispositif permettait de maintenir la température avec une précision de  $\pm 5^\circ\text{K}$  tout au long du processus. Un suivi rigoureux a montré qu'il fallait environ une heure pour atteindre la température cible au sein de la matrice, puis dix minutes supplémentaires pour la stabiliser. Pour assurer une température constante et uniforme des échantillons lors du pressage, deux approches ont été mises en œuvre. Dans la première, l'échantillon était préchauffé, introduit dans la matrice, puis maintenu à la température souhaitée pendant dix minutes avant d'être pressé. Dans la seconde, un second échantillon était conservé dans un four séparé, maintenu à la même température, puis transféré directement dans la matrice pour l'opération de pressage. Ainsi, l'utilisation de deux échantillons et d'un four indépendant a permis de garantir une maîtrise rigoureuse de la température, assurant des conditions thermiques constantes tout au long du processus.

Ces expériences ont mis en évidence deux tendances significatives liées à l'effet de la température sur la microstructure. Premièrement, on observe que la taille finale des grains augmente avec la température de pressage (figure I.10). Deuxièmement, la proportion de joints de grains à faible désorientation (angles  $< 15^\circ$ ) tend à s'accroître avec l'élévation de la température. Cette évolution est généralement attribuée à des taux de restauration plus élevés à haute température, favorisant l'annihilation des dislocations à l'intérieur des grains. Ce phénomène limite ainsi l'accumulation de dislocations dans les parois des sous-grains, réduisant le nombre de limites à haute désorientation. Toutefois, cette tendance présente une forte dépendance vis-à-vis de la composition du matériau. En effet, la transition vers une fraction dominante de joints à faible désorientation a été observée à une température de 473°K pour l'aluminium pur, et à 573°K pour l'alliage Al-3%Mg. En revanche, aucune évolution significative vers un réseau de faibles désorientations n'a été constatée pour l'alliage Al-3%Mg-0,2%Sc, suggérant que certains éléments d'alliage, comme le scandium, peuvent stabiliser la microstructure et inhiber ce type de transition.

La conclusion généralement admise est que le maintien d'une température basse durant le processus d'extrusion permet d'obtenir la plus faible taille de grains possible, ainsi qu'une fraction élevée de joints de grains à forte désorientation, favorisant ainsi une microstructure ultrafine et stable[4][14].

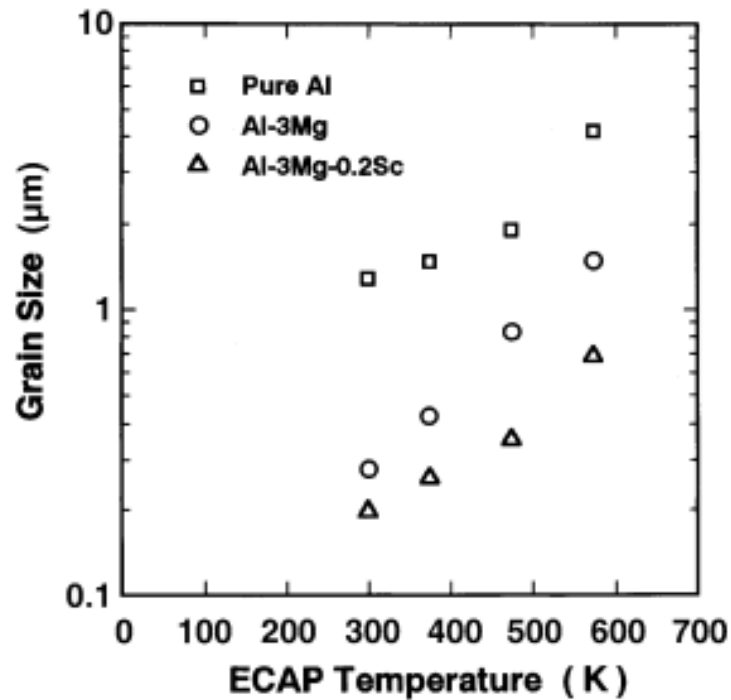


Figure I.10 : changement de la taille des grains après ECAP a différentes températures pour Al pure et les alliages Al-3%Mg et Al-3%Mg-0.2%Sc [14]

#### v. Influence du frottement :

Dans les développements analytiques classiques du procédé ECAP, la déformation plastique est estimée en supposant un contact idéal entre l'échantillon et la matrice, négligeant ainsi le frottement. Cependant, dans les conditions expérimentales réelles, le frottement influence l'écoulement plastique et la répartition des contraintes, entraînant des gradients de déformation entre les surfaces et le cœur de la tôle. Cette hétérogénéité favorise un raffinement plus marqué des grains près des parois de la matrice et une accumulation accrue de dislocations, ce qui améliore localement la résistance mécanique tout en réduisant la ductilité. De ce fait le frottement constitue un paramètre de procédé ECAP déterminant, à prendre en compte aux côtés de la géométrie de la matrice, de la route de déformation, de la température et du nombre de passes[15][16].

## 5. Emboutissabilité des tôles mince :

Les procédés de formage des tôles métalliques comptent parmi les procédés de transformation des métaux les plus importants sur le plan technologique. Les produits dérivés de ces techniques présentent une large gamme de configurations géométriques et de tailles, en passant par des plis basiques jusqu'à des courbures doubles, ou même à des formes complexes dotées de cavités profondes. Les exemples classiques incluent les carrosseries de voitures, les panneaux d'avions, les corps des appareils électroménagers, les accessoires de cuisine et les canettes de boissons. Dans le secteur de la production industrielle, les techniques de façonnage des tôles sont couramment employées et nécessitent souvent l'élaboration et la réalisation d'outils dédiés, à l'image des matrices et des poinçons. Malgré le coût élevé et la durée prolongée de leur développement, ces outils, une fois fabriqués, permettent la production répétée d'une vaste quantité de pièces. Le formage des tôles métalliques s'avère donc être une méthode de production à la fois efficace et simple. Il propose une productivité importante couplée à des dépenses de production minimisées, faisant de lui un choix parfait pour la fabrication en grande quantité.[17]

## 6. L'emboutissage

L'emboutissage, une technique de formage, a la capacité de convertir une tôle plane en un produit en trois dimensions. Ce procédé se compose notamment de la feuille de métal, du poinçon, de la matrice et du serre-flan. Ces éléments sont essentiels pour l'accomplissement de l'opération d'emboutissage, assurant la précision et la qualité des pièces fabriquées. la figure I.11 montre le procédé d'emboutissage [18].

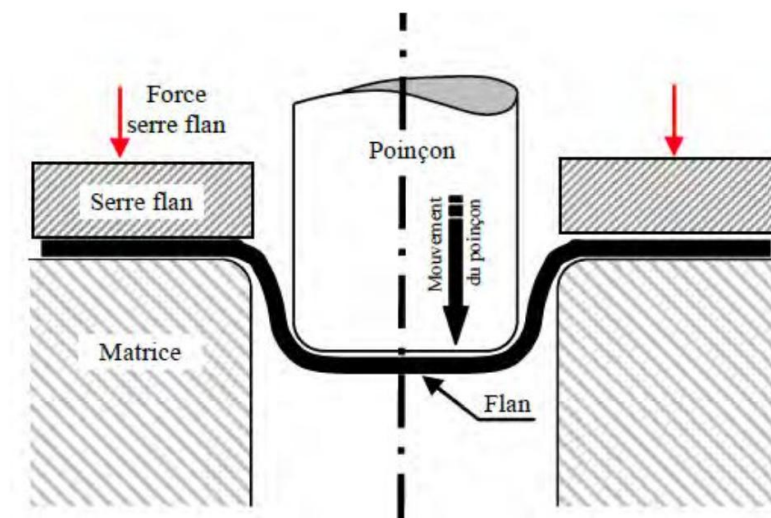


Figure I.11 : procédé d'emboutissage [18]

Durant le processus d'emboutissage, le flan est d'abord serré entre la matrice et le serre-flan. Une fois cette pression exercée, le poinçon s'enfonce dans la matrice, entraînant ainsi le métal dans son mouvement et l'obligeant à suivre sa forme en raison des tensions produites par le maintien du serre-flan. Comme pour toutes les méthodes d'élaboration, le processus d'emboutissage entraîne d'importantes déformations dans la tôle.

Cette technique, malgré l'exigence d'un capital initial conséquent, se révèle économiquement bénéfique pour des productions massives, tout en offrant la possibilité de produire des formes complexes et multiples.

## **7. Emboutissabilité des tôles minces**

L'emboutissabilité des tôles minces fait référence à la faculté d'un matériau à se déformer plastiquement sans se briser lors du processus d'emboutissage. Cette caractéristique est essentielle pour produire des pièces complexes dans divers domaines, y compris l'industrie automobile, aérospatiale et de l'électroménager. Une bonne emboutissabilité aide à minimiser les déchets, à maximiser l'exploitation des matériaux de base et à garantir la qualité des produits terminés. [19]

Pour évaluer l'emboutissabilité, plusieurs critères et essais normalisés sont utilisés [20]:

### **a. Indice d'Erichsen (IE) :**

L'indice d'Erichsen, mesuré par l'essai d'emboutissage Erichsen, quantifie la capacité d'une tôle à se déformer localement sous l'action d'un poinçon jusqu'à apparition de la première fissure. Il est exprimé en millimètres et représente la profondeur maximale atteinte avant rupture. Plus l'indice est élevé, meilleure est l'emboutissabilité.

### **b. Limite d'étirage (LE) :**

La limite d'étirage correspond à la déformation maximale qu'une tôle peut subir avant la localisation de la déformation et la formation de striction. Elle est déterminée par des essais de traction et est un indicateur clé de la capacité du matériau à résister à l'amincissement localisé.

### **c. Rapport de coefficient d'anisotropie (r) :**

Le coefficient d'anisotropie plastique (r) mesure le rapport entre la déformation dans la largeur et l'épaisseur de la tôle lors d'un essai de traction. Un rapport élevé indique une meilleure résistance à l'amincissement et une emboutissabilité améliorée.

### **d. Coefficient d'écrouissage (n) :**

Le coefficient d'écrouissage, dérivé de la courbe de traction, caractérise la capacité du matériau à se durcir lors de la déformation. Un coefficient élevé favorise une répartition homogène des déformations et améliore l'emboutissabilité.

### **e. Essai de limite de formage (FLD - Forming Limit Diagram) :**

La courbe de limite de formage représente les combinaisons critiques de déformations majeures et mineures qu'une tôle peut supporter avant rupture. Il est utilisé pour prédire le comportement du matériau lors de procédés de formage complexes.

## **8. Effet de l'ECAP sur les tôles :**

### **a. Effet de l'ECAP sur la microstructure :**

Quand un métal subit une déformation plastique sévère comme l'ECAP, une grande densité de dislocation est introduite dans le matériau pour chaque passe dans la matrice. De nombreuses études ont montrées l'influence de l'ECAP sur la microstructure. L'affinage des grains est l'augmentation de la densité des joints de grains est une résultant direct de la déformation

sévère. G. LANGDON [4] a rapporté en 2006 le principe de l'affinage des grains dans le procédé ECAP ou il a expliqué la microstructure produite pour les matériaux polycristallin et monocristallin même si cette dernière est peut étudier, les principaux résultats sont les suivants: (1) Lors de la première passe d'ECAP, les sous-grains allongés dans les échantillons polycristallins s'orientent parallèlement au plan de glissement primaire, similairement aux monocristaux. La taille moyenne des grains équiaxes, qui dominent après plusieurs passes, est déterminée par la largeur des réseaux de sous-grains mesurée perpendiculairement à leur axe principal. (2) Le raffinement des grains par ECAP conduit à des tailles de grains comparables à celles obtenues par des procédés de déformation plastique conventionnels, tels que la compression ou l'extrusion. (3) Contrairement à la compression, qui induit des déformations limitées et des joints de grains à faible désorientation, l'ECAP permet d'imposer des déformations élevées, favorisant la formation de joints à haute désorientation. En conclusion, cette étude met en évidence l'importance des voies de traitement et des mécanismes de glissement dans l'obtention de microstructures à grains ultrafins par ECAP. Pour les aciers a bas carbone, FUKUDA et al [3] a mené une étude sur l'influence du procédé ECAP sur des billettes cylindriques en acier à faible teneur en carbone, ayant un diamètre de 10 mm et une longueur de 60 mm. Cette étude a été réalisée en utilisant la route Bc dans un canal présentant un angle intérieur ( $\Theta$ ) de  $90^\circ$  et un angle extérieur ( $\Psi$ ) de  $20^\circ$ . Les résultats ont mis en évidence une réduction de la taille des grains, la microstructure est montrée dans la figure I.12

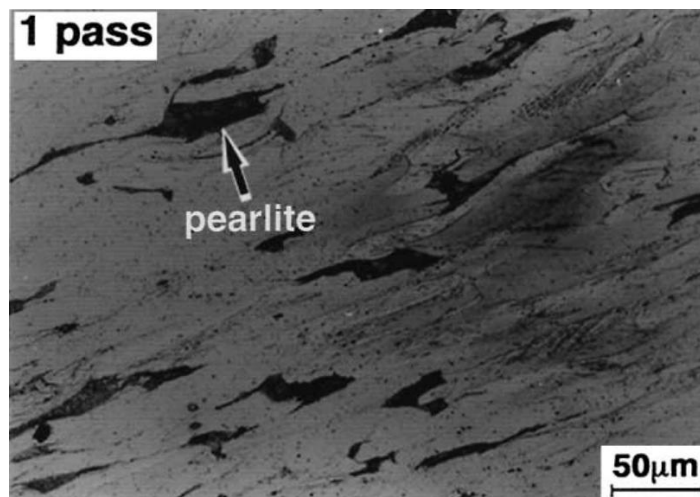


Figure I.12 : Micrographies optiques prises sur le plan Y après 1 passe [3]

K. Kowalczyk et al [21] ont étudié l'effet de la méthode DRECE (Double Roll Equal Channel Extrusion) sur un acier DC01 de dimensions 800 x 60 x 2 mm. Après plusieurs passes de DRECE, une augmentation notable de la formation de joints de sous-grains à faible désorientation est observée, atteignant 51 % après sept passes, ce qui indique une transformation microstructurale avancée vers des joints à haute désorientation. Par ailleurs, les mesures de microdureté révèlent une augmentation significative de la dureté à chaque passe, témoignant d'un durcissement du matériau et d'une amélioration de l'homogénéité microstructurale. Ces résultats mettent en évidence l'efficacité du procédé DRECE pour raffiner la microstructure et renforcer les propriétés mécaniques de l'acier DC01. La microstructure microscopie électronique à transmission à balayage (STEM) après 1 passe est montré dans la figure I.13

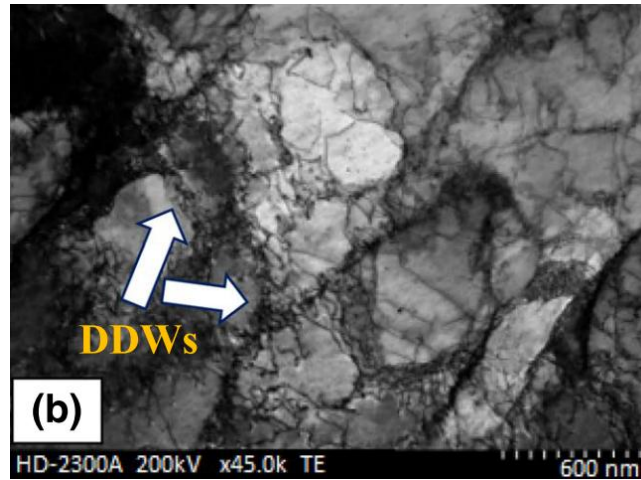


Figure I.13 : Photo de la microscopie électronique à transmission à balayage (STEM) après 1 DRECE passe [21].

J. Suh et al [12] a examiné l'effet de la route de traitement sur le développement de la texture ainsi que sur le comportement mécanique et le formage à température ambiante des tôles AZ31 traitées par ECAP de dimensions  $200 \times 200 \times 1,8 \text{ mm}^3$ , il a été déduit que ECAP constitue une méthode efficace pour modifier la texture en contrôlant sélectivement la direction du cisaillement. L'analyse microstructurale des tôles AZ31 laminées et traitées par ECAP a été réalisée à l'aide de la cartographie EBSD en figure de pôle inverse (IPF). La microstructure de la tôle laminée présente une structure équiaxe exempte de maclage. Comparée à l'état laminé, la taille moyenne des grains est réduite de 14 à  $8,4 \mu\text{m}$  après un seul passage ECAP. Cette évolution microstructurale est caractérisée par une forte fraction de joints de grains irréguliers et de grains fins. Une telle morphologie est typique des alliages de magnésium ayant subi une recristallisation dynamique, résultant de la production et de l'absorption continues des dislocations au niveau des joints de grains à faible angle, ainsi que de leur transformation progressive en joints de grains à grand angle. De nouveaux grains recristallisés se forment autour des frontières des grains initiaux, conduisant à une structure en collier. La figure I.14 montre les résultats de l'EBS

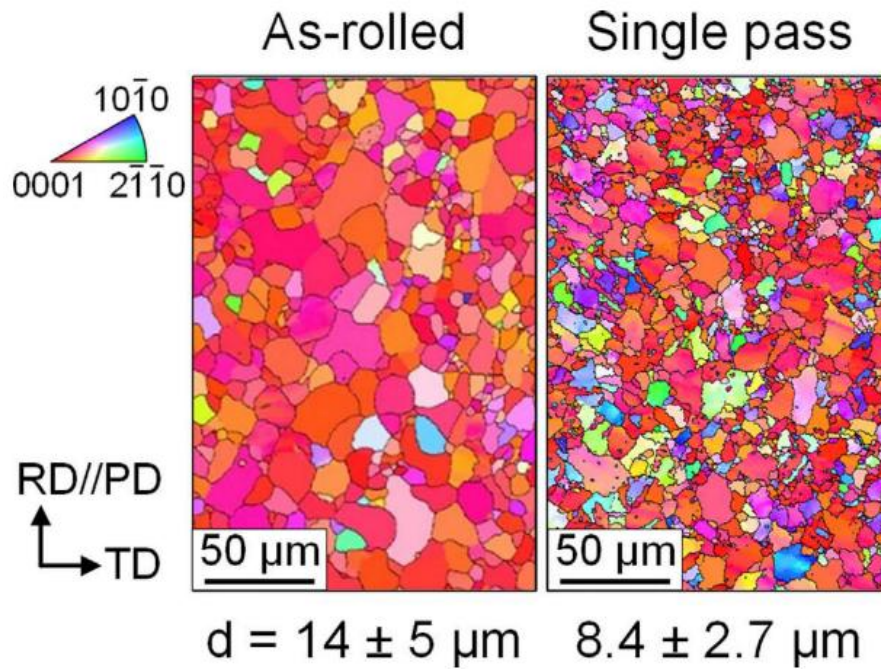


Figure I.14 : résultat de l'EBSD avant et après ECAP de L'AZ31 [12].

En conclusion, le procédé d'ECAP modifie significativement la microstructure des matériaux métalliques en réduisant la taille des grains, en formant des sous-structures spécifiques et en altérant la texture cristallographique.

**b. Études de l'influence de l'ECAP sur la résistance mécanique et de la ductilité :**

Comme on a vu précédemment l'ECAP diminue la taille des grains des matériaux utilisés ce qui change sa structure, on sait d'ailleurs que la structure d'un matériau influence ses propriétés mécaniques, physiques et chimiques.

Les travaux étudiés dans le paragraphe précédent montrent tous une diminution de la taille des grains ce qui implique le changement des propriétés mécaniques du matériau. Pour le travail de Fukuda et al [3] a mené une étude sur l'influence du procédé ECAP sur des billettes cylindriques en acier à faible teneur en carbone, montre qu'après ECAP on a une augmentation significative de la dureté après une passe, en effet la dureté Vickers a augmenté de 50% et l'augmentation de la limite élastique ainsi qu'une diminution de l'allongement, les résultats sont montrés dans la figure I.15 et I.16.

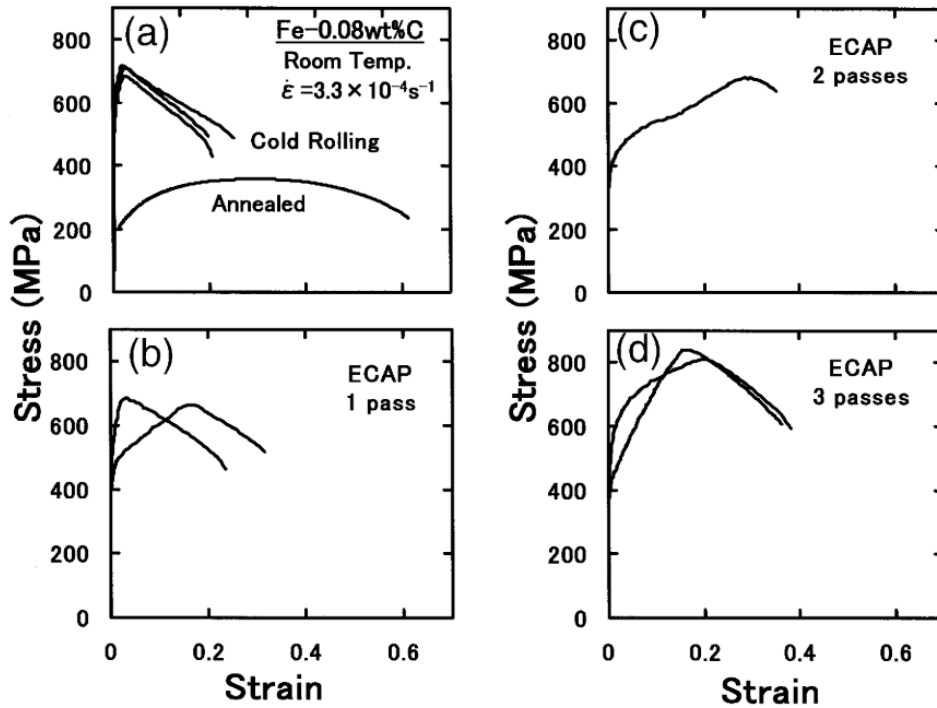


Figure I.15 : résultats des essais de traction pour les échantillons (a) soumis à un traitement CR ou entièrement recuits et après ECAP par (b) une passe, (c) deux passes et (d) trois passes, respectivement [3].

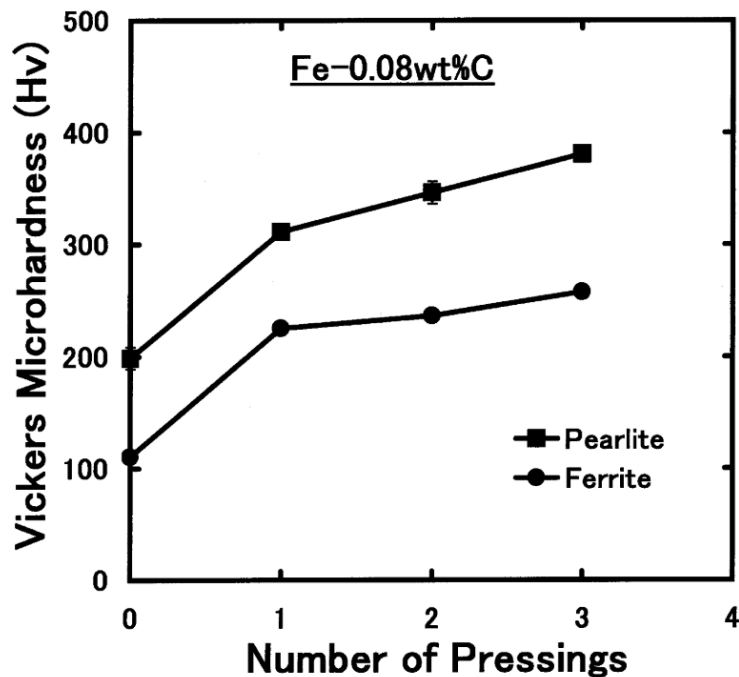


Figure I.16 : résultats de la microdureté Vickers (Hv) pour les phases perlite et ferrite en fonction de nombre de passe [3].

Le travail de K. Kowalczyk et al [21] qui ont étudié l'effet de la méthode DRECE (Double Roll Equal Channel Extrusion) sur un acier DC01, Les résultats des mesures de microdureté pour les échantillons d'acier DC01 à l'état initial, après la première passe de DRECE et après la

septième passe confirment une augmentation significative de la dureté du matériau avec l'augmentation du nombre de passes de DRECE, une augmentation de 14.8% pour une passe et une augmentation de 22% pour 7 passe, ainsi que l'homogénéité des propriétés obtenues, la figure I.17 montre la carte de la distribution de la microdureté avant et après DRECE.

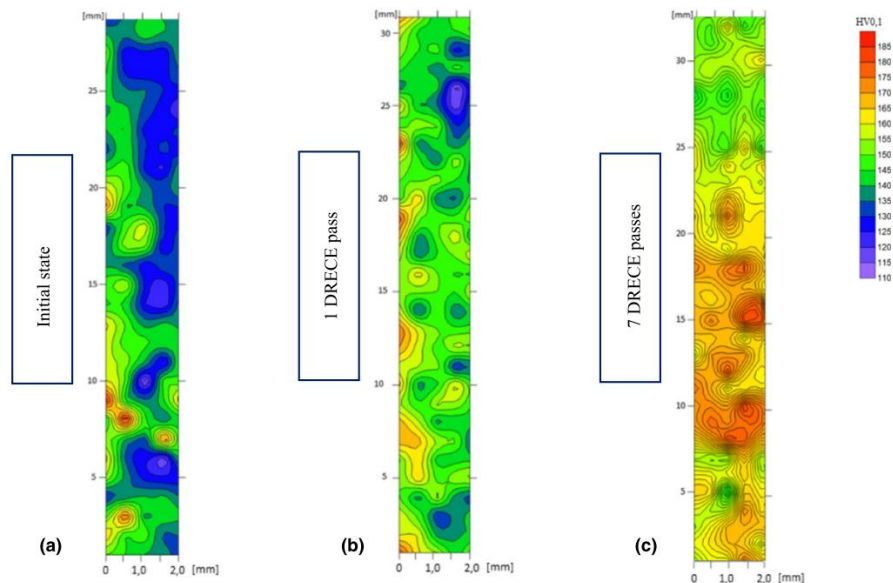


Figure I.17 :Distribution de la microdureté avant et après DRECE pour une passe et 7 passes [21]

J .Suh et al [12]a examiner l'effet de l'ECAP sur des tôles AZ31, Les tôles traitées par ECAP présentent une diminution de la limite d'élasticité ( $R_e$ ) et du coefficient d'anisotropie plastique ( $r_{10}$ ), ainsi qu'une augmentation de l'allongement à rupture ( $\epsilon_n$ ) et du coefficient d'écroutissage ( $n$ ) dans la direction transversale (PD) par rapport à l'échantillon laminé. En conséquence, la route C montre l'allongement à rupture ( $\epsilon_n$ ) le plus élevé dans la direction de laminage (RD), les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau I.2.

Tableau I.2 : Propriétés de traction à température ambiante des tôles AZ31 laminées et traitées par ECAP [12].

Processing route	Tensile direction	YS (MPa)	UTS (MPa)	$\epsilon_u$ (%)	$\epsilon_f$ (%)	$r_{10}$ (-)	$n$ (-)
As-rolled							
	RD	190	275	13.4	19.4	1.59	0.13
	45°	167	264	17.4	22.0	1.87	0.17
	TD	171	269	14.8	15.7	1.73	0.17
Single pass							
	RD	142	268	19.3	24.4	0.74	0.22
	45°	154	265	19.3	26.9	1.28	0.19
	TD	183	280	15.0	16.6	1.45	0.15
A							
	RD	127	264	21.1	23.7	0.53	0.27
	45°	142	261	20.7	26.6	1.14	0.22
	TD	189	283	14.9	19.4	1.33	0.15
C							
	RD	136	268	21.5	26.1	0.71	0.27
	45°	146	260	20.4	26.7	1.17	0.21
	TD	183	279	15.3	20.5	1.13	0.15
D							
	RD	158	271	18.4	24.2	1.04	0.20
	45°	149	264	20.6	28.6	1.23	0.22
	TD	158	276	17.2	18.5	0.86	0.21

D'autre étude se sont penché sur l'influence de l'ecap sur les propriétés mécaniques du matériau.

L. Wang et al [22] a étudié l'influence de l'ECAP sur l'acier TWIP 8 mm de diamètre et 60 mm de longueur, À température chaude, jusqu'à quatre passes en suivant le chemin Bc. La matrice d'ECAP a un angle intérieur  $\Theta = 90^\circ$ , avec un angle extérieur  $\Psi = 37^\circ$ . Le comportement mécanique a été étudié à l'aide d'éprouvettes de traction, et il a été constaté que la limite d'élasticité et la résistance à la traction sont significativement améliorées avec l'augmentation du nombre de passes d'ECAP, de 50% et de 3% successivement. Cependant, la ductilité et la capacité de durcissement par déformation sont réduites avec le procédé ECAP, de 48.6% et de 43.8%. les courbes de traction obtenue sont montrés dans la figure I.18.

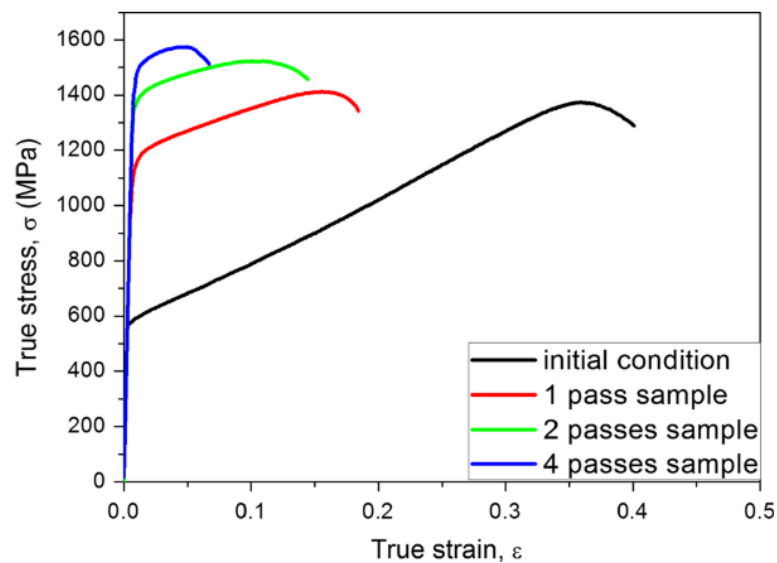


Figure I.18 : résultat de traction de l'acier TWIP après 4 passes d'ECAP [22].

O. Irfan et al [23] a quant à lui a étudié l'effet de l'ECAP sur l'acier AISI 4130 de forme cylindrique de 20 mm de diamètre et de 140 mm longueur. L'angle intérieur utiliser est de  $\Theta=90^\circ$ .

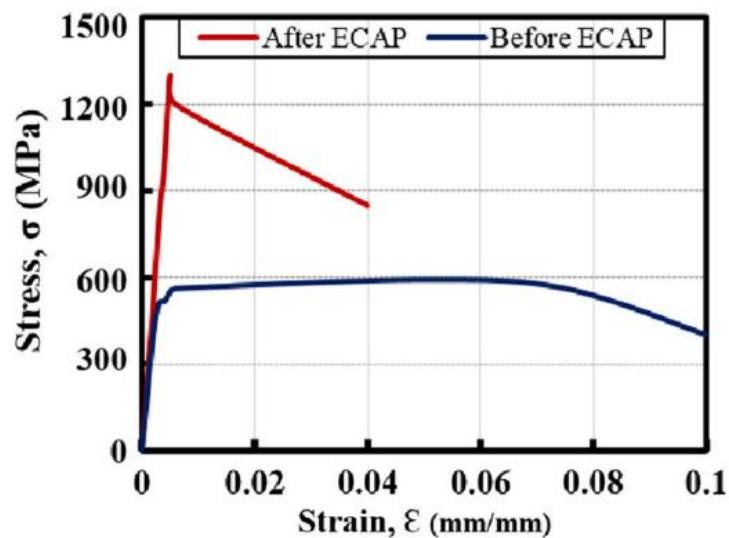


Figure I.19 : courbe de traction avant et après ECAP de l'acier AISI 4130 [23].

Tant la limite d'élasticité que la résistance à la traction maximale augmentent avec l'augmentation du nombre de passes d'ECAP. L'élasticité est augmentée d'environ 36 % (de 450 MPa à 610 MPa) au cours de la première passe d'ECAP. Suite à la quatrième passe, la limite d'élasticité a été améliorée d'environ 87 % (atteignant 840 MPa). La résistance à la traction présente une tendance comparable à celle de la limite d'élasticité, mais affiche des taux de progression supérieurs. Après quatre passe d'ECAP, la résistance à la traction est approximativement de 1430 MPa, ce qui représente une augmentation d'environ 2,6 fois par rapport au matériau non soumis à l'ECAP. Cette tendance peut être attribuée au changement de microstructure, à la réduction de la taille des grains et à la densité élevée de dislocations due à la déformation plastique sévère.

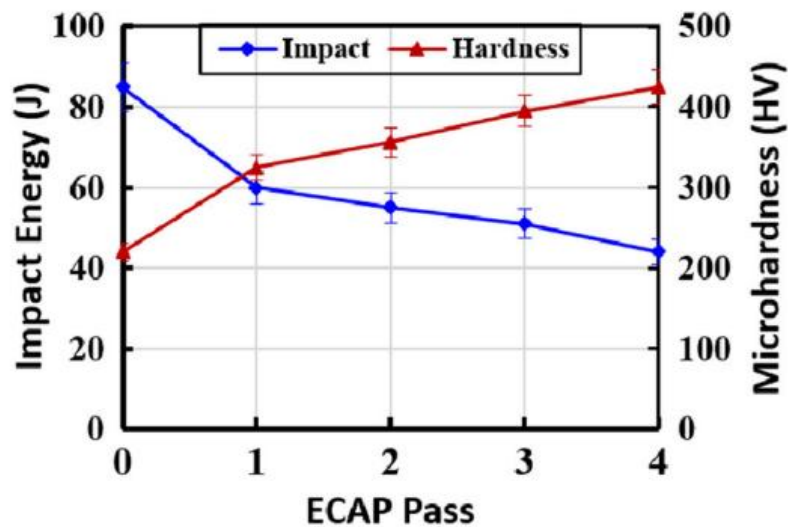


Figure I.20 : résultat de la microdureté et l'énergie d'impact en fonction de nombre de passe de l'acier AISI 4130 [23].

Les mesures de dureté révèlent que la valeur moyenne de dureté Vickers (HV) de l'acier AISI 4130 avant le traitement par ECAP est de 220 HV. L'application du procédé ECAP entraîne une amélioration significative de la dureté, avec une augmentation de 94 % après la quatrième passe par rapport à l'état initial.

M. da Silva Lima et al [24] ont étudié l'effet de l'ECAP sur l'acier TWIP (Twinning-Induced Plasticity) à haute teneur en manganèse de forme cylindrique (8 mm de diamètre et de 55 mm de longueur) pour une température de 250°C et 350°C. L'angle antérieur de la matrice utilisé pour l'ecap est de  $\Theta=120^\circ$ . Un échantillon de 8 x 8 x 4 mm a été découpé du cylindre après chaque extrusion. Les résultats de l'essai de traction ont été regroupés dans la figure I.21.

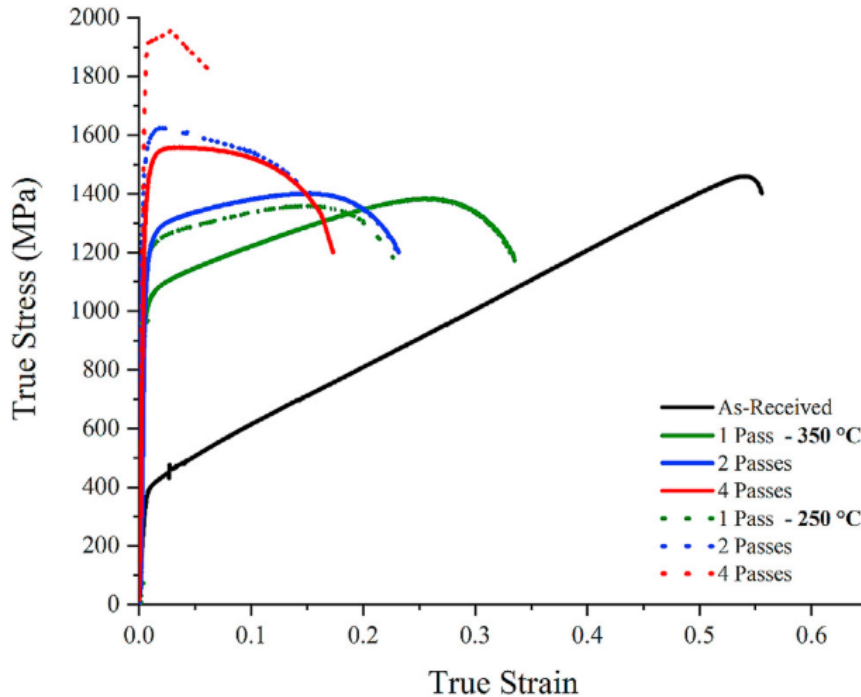


Figure I.21 : résultats de l'essais de traction avant et après ECAP de l'acier TWIP selon le nombre de passe et de la température [24].

Le matériau initial présente de bonnes propriétés mécaniques, combinant une résistance à la traction ultime (UTS) élevée, supérieure à 1460 MPa, et une grande ductilité (déformation vraie totale proche de 0,57), avec une limite d'élasticité (YS) modérée de 377 MPa. Après une première passe d'ECAP à 350 °C, la limite d'élasticité augmente significativement à 1035 MPa, soit une augmentation d'environ 74,5 %. À 250 °C, cette augmentation est encore plus marquée, atteignant 1190 MPa, ce qui représente une hausse d'environ 115,6 %. Après quatre passes d'ECAP à 250 °C, la résistance ultime à la traction atteint 1,9 GPa, soit une augmentation d'environ 30,1 %.

Pour cette partie, on peut en conclure que L'ECAP (Equal Channel Angular Pressing) et sa variante DRECE (Differential Speed Rolling Extrusion) influencent significativement les propriétés mécaniques des matériaux traités. Ces procédés induisent un affinement notable de la microstructure, ce qui entraîne une augmentation de la dureté, de la limite élastique et de la résistance à la rupture. Cependant, cette amélioration de la résistance s'accompagne généralement d'une réduction de la ductilité du matériau. Cette diminution de la ductilité peut être attribuée à une augmentation du coefficient d'écrouissage ( $n$ ), qui reflète la capacité du matériau à se durcir lors de la déformation plastique. En effet, l'écrouissage, résultant de l'accumulation de dislocations pendant la déformation plastique, conduit à une augmentation de la résistance mécanique tout en réduisant la capacité du matériau à se déformer plastiquement avant la rupture.

### c. Effet de l'ECAP sur l'emboutissabilité d'une tôle :

L'emboutissabilité des tôles, c'est-à-dire leur capacité à subir des déformations plastiques sans rupture lors de procédés tels que l'emboutissage, dépend fortement de leurs propriétés mécaniques et de leur microstructure. Comme on l'a vu avant l'ECAP est une technique de déformation plastique sévère visant à affiner la microstructure des métaux, augmentant ainsi

leur dureté et leur résistance mécanique. Cependant, malgré les avantages mécaniques conférés par l'ECAP, son impact spécifique sur l'emboutissabilité des tôles demeure peu exploré dans la littérature scientifique actuelle. Cette lacune souligne l'importance d'investiguer cette thématique pour comprendre comment l'affinement de la microstructure par ECAP influence la capacité des tôles à être formées sans défauts.

Dans leur recherche, J. Suh et al [12] ont également analysé l'impact de l'ECAP sur la formabilité à froid du AZ31. Ils ont effectué des tests de formage en U à température ambiante sur des bandes mesurant 160 mm × 20 mm, découpées selon trois orientations de traction. Un poinçon de 80 mm de diamètre doté d'un rayon de 5 mm a été employé, opérant à une vitesse de 20 mm/s sans force de maintien, dans le but d'optimiser l'écoulement du matériau entre le poinçon et la matrice. L'épaisseur de formage a été mesurée depuis l'anneau jusqu'à la zone du fond, en excluant l'épaisseur de la tôle.

Dans le cadre d'une évaluation générale de la formabilité des tôles traitées par ECAP, des essais Nakajima ont été réalisés en respectant la norme ISO 12004-2, ce qui a permis de déterminer les courbes limites de formage (CLF). Ces tests ont été effectués à température ambiante en utilisant une machine d'essai pour tôles métalliques, associée à un dispositif de mesure optique ayant une fréquence d'acquisition de 10 Hz. Le poinçon se déplaçait à une vitesse de 1 mm/s et la feuille était maintenue par une force de 300 kN, sans l'utilisation d'anneau de serrage. Trois géométries d'éprouvettes ont été usinées pour reproduire des états de contrainte allant de la traction uniaxiale à la traction biaxiale, chaque essai étant répété au moins trois fois pour assurer la fiabilité des résultats.

Les résultats montrent que la route C permet d'obtenir la profondeur de formage la plus élevée dans la direction de laminage (RD), avec une valeur de 15 mm, soit 250 % de celle de la tôle laminée ( Figure I.22). Cette amélioration significative est attribuée à l'affaiblissement de la texture dans la route C, ainsi qu'à la large distribution angulaire des plans basaux vers la direction de pressage (PD), favorisant une déformation par glissement basal  $\langle a \rangle$ . En revanche, la route D présente une profondeur de formage comparable dans les trois directions (10–11 mm), démontrant un comportement quasi isotrope. Ces résultats concordent avec l'évolution des valeurs de  $\epsilon_u$  et du coefficient d'écroutissage  $n$ , comme discuté précédemment.

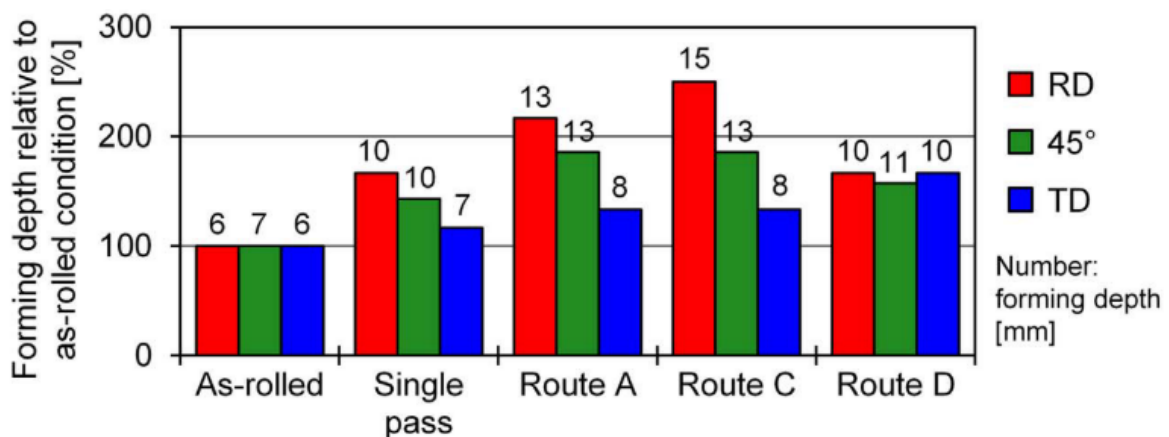


Figure I.22 : profondeur de formage relative par rapport à l'échantillon laminé (RD : bandes parallèles à PD, 45° : bandes à 45° par rapport à PD, TD : bandes transversales par rapport à PD) [12].

Par ailleurs, une anisotropie plastique élevée, typique de la tôle laminée, tend à limiter la déformabilité dans l'épaisseur, ce qui constitue une limitation majeure pour les alliages de magnésium à texture basale marquée. En effet, bien que la tôle laminée présente une valeur  $r_{10}$  deux fois plus élevée que celle de la route C dans la direction RD (1,59 contre 0,71), sa formabilité reste inférieure (6 mm contre 15 mm). Cela confirme que les alliages de magnésium à texture aléatoire et faible valeur  $r$  sont plus adaptés à l'emboutissage et à la formabilité en expansion.

En ce qui concerne le coefficient d'écrouissage  $n$ , les résultats sont montrés dans la figure I.23, la route D présente une augmentation de 30 % de la valeur moyenne  $\bar{n}$  par rapport à la tôle laminée (0,21 contre 0,16), avec des valeurs quasi identiques dans les directions RD, TD et à 45°. Cette homogénéité contribue à son comportement de formage isotrope. Enfin, les essais Nakajima ont permis de déterminer les déformations limites de formage à température ambiante pour les tôles traitées par ECAP, en particulier pour la route D, qui présente un comportement quasi isotrope. Les résultats montrés dans la figure (), montrent une amélioration significative des déplacements en  $z$  (profondeur d'emboutissage) par rapport à la tôle laminée :

- En traction uniaxiale ( $w=20$  mm) : une augmentation de 12 % dans la direction RD et de 16 % dans la direction TD.
- En traction plane ( $w=80$  mm) : une augmentation de 19 % en direction RD et de 87 % en direction TD.
- traction biaxiale ( $w=195$  mm) : augmentation de 74 %.

On constate également une amélioration significative des déformations limites ( $\epsilon_1$ ) pour la route D :

- Pour une largeur de 20 mm ( $w=20$  mm):  $\epsilon_1$  a été amélioré de 22 % dans la direction RD et de 21 % dans la direction TD.
- Pour une largeur de 80 mm ( $w=80$  mm):  $\epsilon_1$  connaît une augmentation de 25 % dans la direction RD et de 90 % dans la direction TD.
- En traction biaxiale ( $w=195$  mm): On note une amélioration explicite de 65% pour  $\epsilon_1$ .

Ces résultats attestent que la route D réduit l'anisotropie mécanique et optimise la formabilité dans les deux orientations majeures (RD et TD), notamment dans la zone de déformation en croissance ( $\epsilon_1 > 0$  et  $\epsilon_2 > 0$ ). Toutefois, une disparité significative persiste dans la zone d'emboutissage profond ( $\epsilon_1 > 0$  et  $\epsilon_2 < 0$ ), où le potentiel de formage demeure supérieur en direction RD par comparaison à la direction TD.

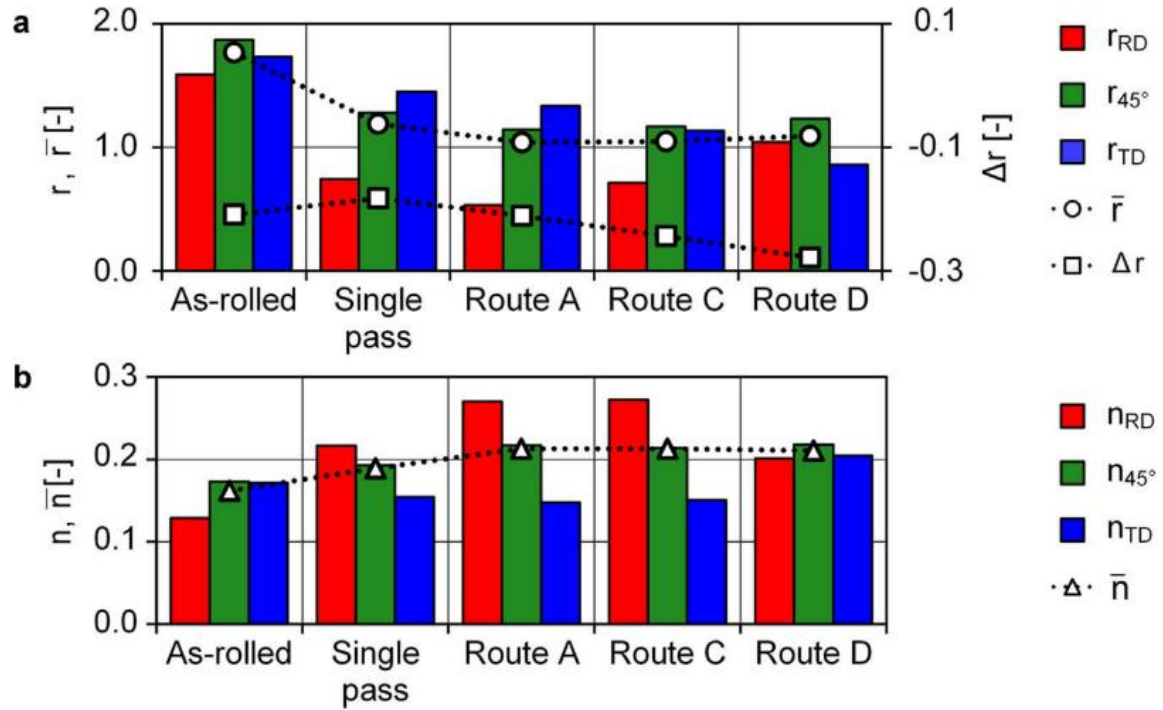
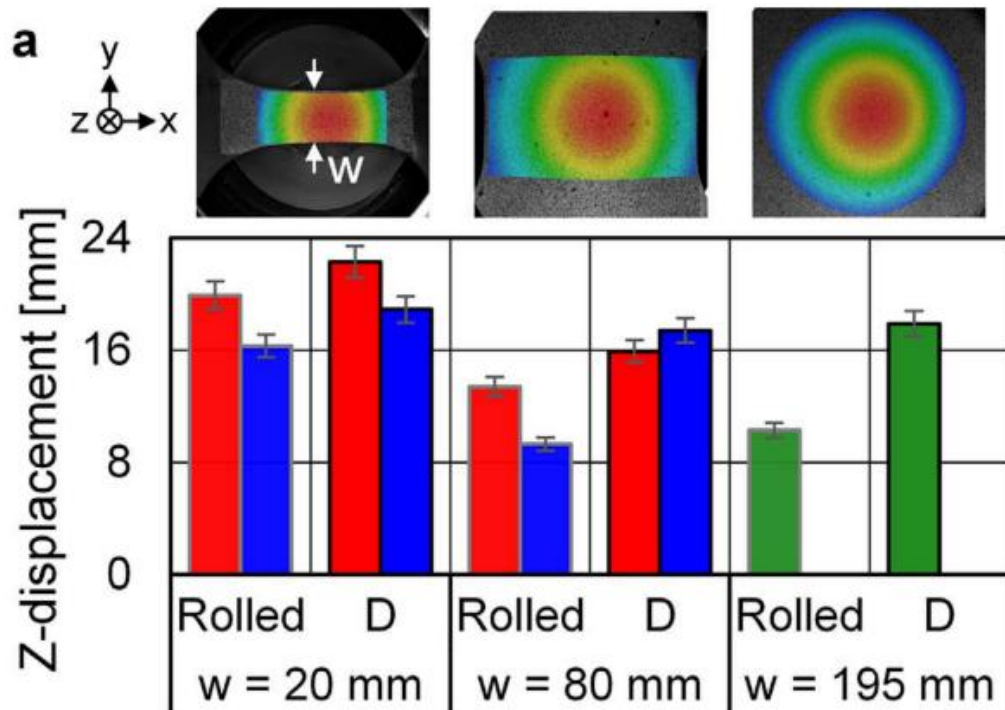


Figure I.23 : Influence des routes sur la valeur  $r$  (a) et la valeur  $n$  (b) [12].



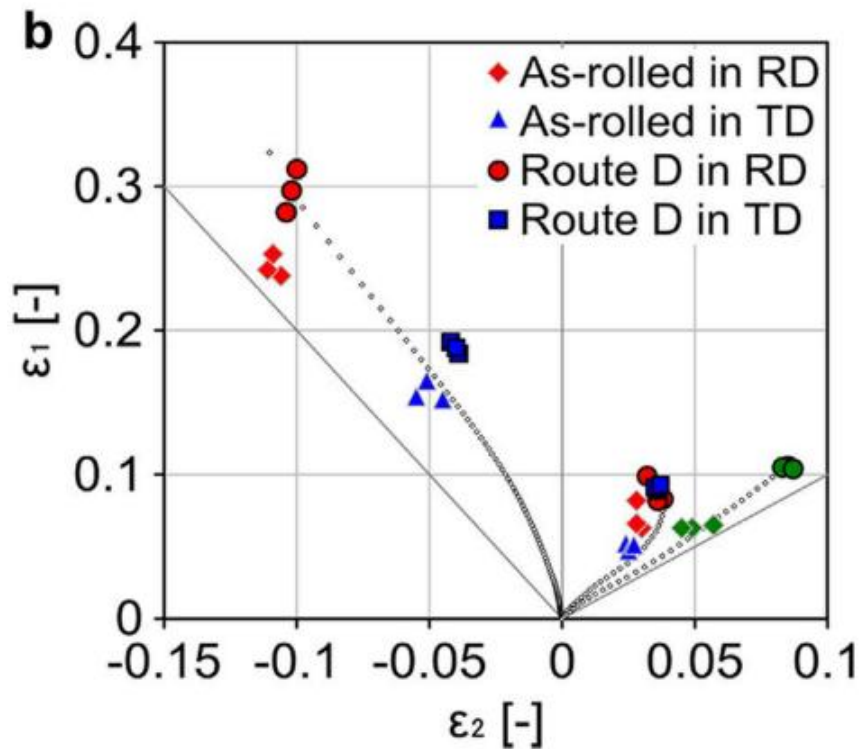


Figure I.24 : Comparaison du déplacement z (a) et des limites de formage (b) pour les tôles laminées et les tôles traitées par ECAP sur la route D dans trois conditions de contrainte différentes [12].

H. Rahimi et al [25] de leur côté ont travaillé sur l'effet de l'ECAR en route A avec un angle  $\Theta=130^\circ$  sur une tôle Al5083 d'une épaisseur de 2 mm dans le but d'étudier sa courbe limite de formage, pour cela, la tôle a été découpée pour préparer les éprouvettes nécessaires aux essais puis recuites à  $450^\circ\text{C}$  pendant une heure, puis refroidies à l'air conformément à la norme ASTM B918-01.

Des essais de traction ont été effectués selon la norme ASTM-E8, en utilisant une machine de traction STM-50. Les données indiquent que l'application de l'ECAR (Equal Channel Angular Rolling) augmente considérablement la limite d'élasticité (YS) et la résistance ultime à la traction (UTS), tout en diminuant l'allongement à la rupture. Suite à la première passe d'ECAR, la limite d'élasticité augmente de 50.64% (156 à 235 MPa), alors que la résistance ultime à la traction passe de 302 à 312 MPa. En revanche, l'allongement à la rupture se réduit de 16% pour atteindre 11%. Toutefois, l'écroutissage diminue à mesure que le nombre de passes ECAR augmente. La Figure I.25 montrent les diagrammes contrainte-déformation obtenue.

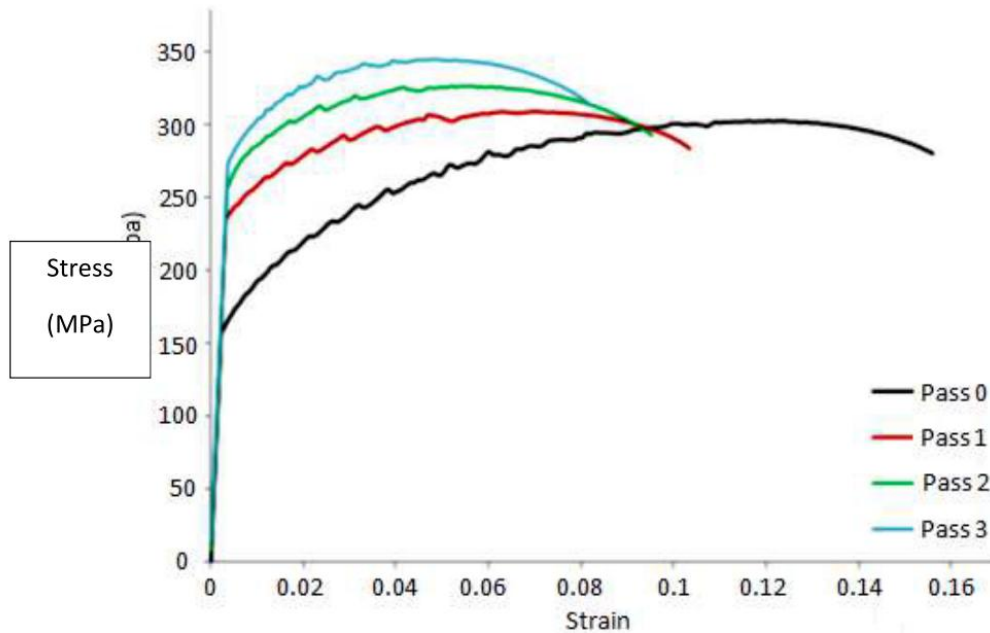


Figure I.25 : diagrammes contrainte-déformation de la tôle Al5083 avant et après ECAP [25].

Les mesures de microdureté montrent une augmentation notable suite à la première passe d'ECAR, notant une croissance de 37 % par rapport aux échantillons recuits. Cette croissance est surtout attribuée à l'écroutissage et à la formation de sous-joints de grains. La microdureté continue à croître jusqu'à la troisième passe, enregistrant une augmentation de 73%, pour ensuite connaître une légère baisse après la quatrième passe due à l'apparition de fissure en surface des tôles. Ce comportement est en conformité avec les observations rapportées dans d'autres méthodes de déformation plastique sévère (SPD). Les valeurs de microdureté mesurées à travers l'épaisseur des tôles traitées par ECAR sont illustrées sur la Figure I.26.

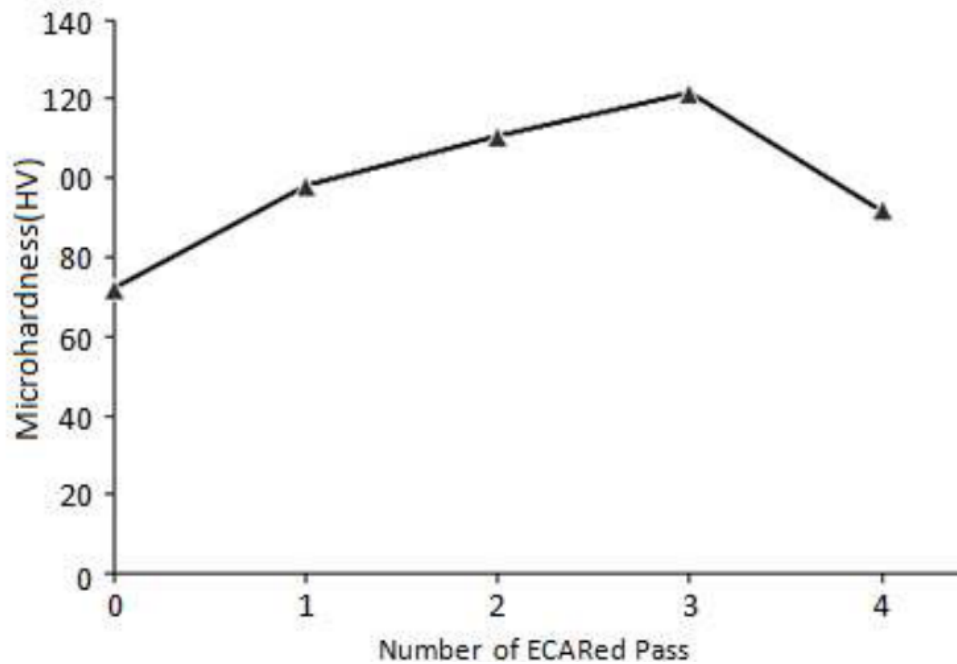


Figure I.26 mesure de microdureté en fonction du nombre de passe ECAR [25].

Les essais de formabilité ont été réalisés à l'aide du test de Nakajima pour déterminer les courbes de limite de formage (CLF). Des échantillons rectangulaires de différentes largeurs et de 200 mm de longueur ont été découpés perpendiculairement à la direction de laminage. Une grille circulaire de 2,5 mm de diamètre a été marquée sur la surface des échantillons par une méthode électrochimique. Les essais ont été effectués à l'aide d'une presse hydraulique de 50 tonnes à vitesse constante, avec un critère d'arrêt basé sur une variation abrupte du diagramme charge-déplacement. Différentes géométries d'éprouvettes ont été utilisées pour établir la courbe de formabilité, comme expliqué sur la Figure I.27

Les courbes de limite de formage (CLF) ont été établies grâce au test Nakajima, effectué par des essais de formabilité. Des échantillons de forme rectangulaire, aux largeurs variées et d'une longueur de 200 mm, ont été découpés perpendiculaire à la direction du laminage. Sur la surface des échantillons, une grille circulaire de 2,5 mm de diamètre a été tracée par une technique électrochimique. Les tests ont été réalisés en utilisant une presse hydraulique de 50 tonnes opérant à une vitesse constante, avec un critère d'arrêt basé sur une modification brusque du diagramme charge-déplacement. Plusieurs géométries d'éprouvettes ont été employées pour déterminer la courbe de formabilité, comme illustré sur la Figure.I.28

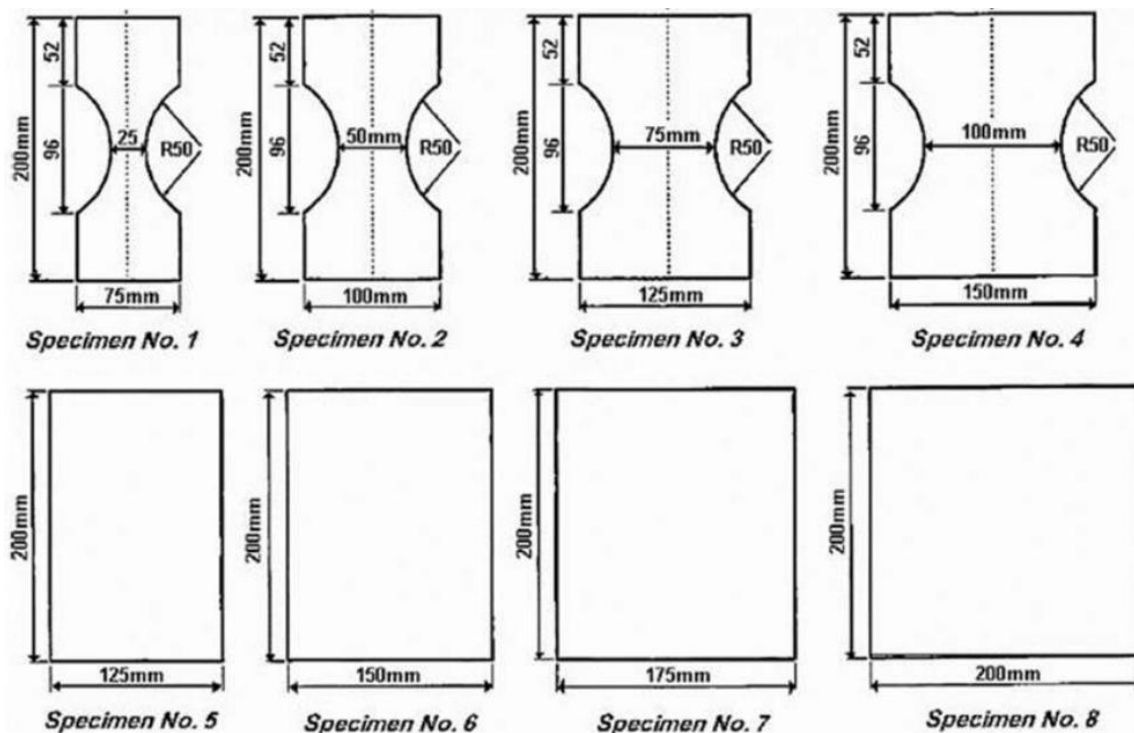


Figure I.27 Différentes géométries d'éprouvettes utilisées pour établir la courbe de formabilité [25].

Les grilles circulaires se déforment en ellipses pendant les essais, et les déformations limites sont déterminées à partir des axes majeur et mineur de l'ellipse située à la distance la plus proche de la zone de striction localisée. Les déformations majeure et mineure en ingénierie sont calculées à l'aide des équations suivantes, puis converties en déformations vraies :

$$\varepsilon_{\text{major}}(\%) = (a - c) / c$$

$$\varepsilon_{\text{minor}}(\%) = (b - c) / c$$

Où a, b et c représentent respectivement le diamètre majeur de l'ellipse, le diamètre mineur de l'ellipse et le diamètre initial du cercle.

Les diagrammes de formabilité (FLD) obtenus expérimentalement pour les échantillons recuits et ceux traités par ECAR (de la première à la troisième passe) en alliage d'aluminium 5083 sont illustrés sur la Figure I.28.

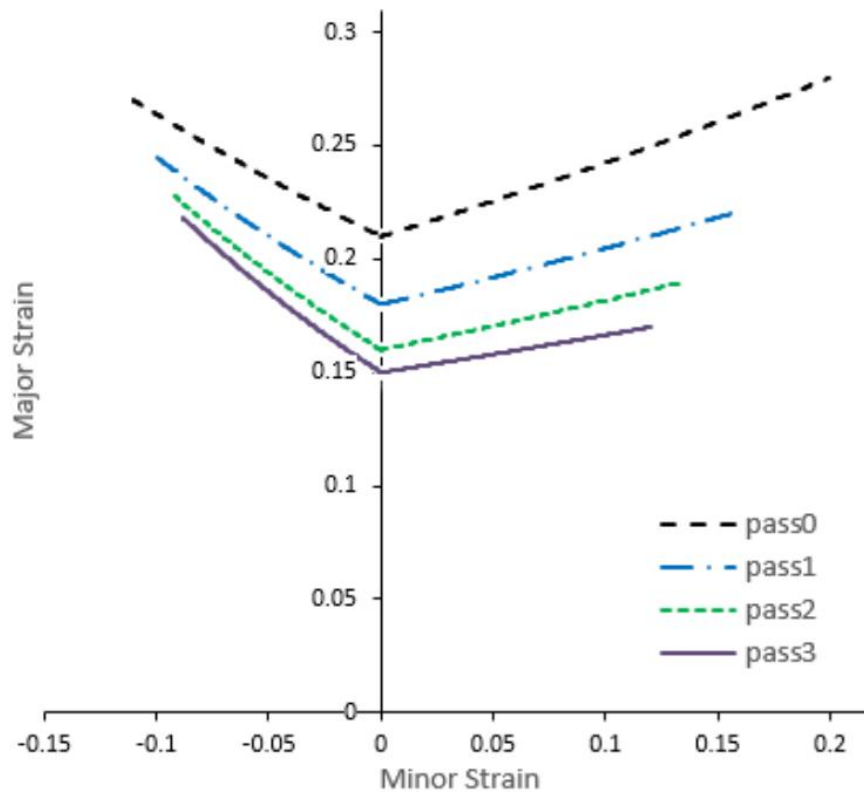


Figure I.28 : Les CLF de l'aluminium 5083 du recuit et de la première à la troisième passe ECAR [25].

Les résultats montrent que la formabilité diminue avec l'augmentation du nombre de passes ECAR. En particulier, la pente du FLD augmente du côté gauche (traction plane) et diminue du côté droit (traction biaxiale), reflétant les effets du procédé ECAR sur la microstructure et l'anisotropie des tôles. Le Tableau I.3 résume les variations de microdureté, des propriétés mécaniques et de la formabilité, calculées à l'aide de l'équation suivante :

$$\Delta = ((X_{\text{ECAR}} - X_{\text{recuit}}) / X_{\text{recuit}}) \times 100$$

où  $X_{\text{ECAR}}$  et  $X_{\text{recuit}}$  représentent respectivement les valeurs des paramètres pour les échantillons ECAR et recuits.

Tableau I.3 : Changements des propriétés mécaniques de l'échantillon recuit après le processus ECAR en pourcentage [25].

Sample	Micro-Hardness	Yield Strength	Ultimate Strength	Elongation at Break	FLD <sub>0</sub>
Annealed	72 Hv	156 MPa	302 MPa	16 mm	0.21
Pass 1	36.1 %	50.6 %	3.3 %	-37.5 %	-14.3%
Pass 2	53.6 %	63.4 %	7.3 %	-43.8 %	-23.8 %
Pass 3	68.8 %	75 %	14.2 %	-50 %	-28.6 %

Les résultats démontrent que le procédé ECAR améliore significativement les propriétés mécaniques et la microdureté de l'alliage d'aluminium 5083, principalement grâce à la fragmentation des grains et à l'augmentation de la densité de dislocations. Cependant, cette amélioration s'accompagne d'une réduction de la formabilité, en particulier après plusieurs passes d'ECAR.

## 9. Conclusion :

En conclusion, ce premier chapitre a permis de dresser un état de l'art sur l'acier DC04 et le procédé ECAP, en mettant en lumière leurs propriétés, leurs applications et leurs interactions.

L'analyse bibliographique des scientifiques J.suh et al ainsi que H. Rahimi a montré que l'ECAP est une technique prometteuse pour améliorer les propriétés mécaniques des tôles d'aciers tout en influençant leur emboutissabilité. Cette dernière propriété est soit améliorée soit réduite selon la nature de l'alliage ou les paramètres utilisés lors de l'ECAP.

Ces éléments théoriques et expérimentaux ont fourni une base pour les travaux menés dans cette thèse, tout en ouvrant des perspectives pour des recherches futures visant à concilier résistance mécanique et formabilité des aciers à bas carbone.

# **Chapitre II**

## **Matériels & techniques expérimentales**

## 1. Introduction :

Ce deuxième chapitre est consacré à la caractérisation du matériau utilisé, l'acier DC04, et à la description détaillée de la méthodologie expérimentale mise en œuvre pour étudier l'effet du procédé ECAP sur les propriétés mécaniques et microstructurales. Ce chapitre commence par une présentation de la composition chimique l'acier DC04. Ensuite, il décrit la conception et la réalisation de la matrice d'ECAP utilisée pour le traitement des tôles, en mettant l'accent sur les paramètres clés tels que l'angle de coude ( $\Phi = 90^\circ$  et  $\Phi = 120^\circ$ ) et les dimensions des échantillons (120 mm  $\times$  100 mm  $\times$  1,5 mm). Les techniques de caractérisation sont aussi présentées.

## 2. Matériau :

Le matériau utilisé dans cette étude est l'acier à bas carbone DC04, développé au centre sidérurgique el-hadjar. Ce dernier est fourni sous forme de tôles laminées à froid puis recuites de 1,5 mm d'épaisseur. Sa composition chimique, obtenue par spectroscopie, est montrée dans le tableau II.1.

**Tableau II.1** composition chimique du DC04.

Elements	C	Mn	Cu	Al	Ni	Cr
wt%	0,06	0,19	0,04	0,081	0,01	0,01

## 3. Conception et réalisation de la matrice d'ECAP :

La matrice d'ECAP utilisé a été conçue au laboratoire de mise en forme des matériaux métallique (LMF2M) et réalisé au niveau du complexe sidérurgique SIDER El-Hadjar à Annaba, plus précisément au AMM (Ateliers magrébins de mécanique).

### a. Choix du matériau :

Le choix du matériau pour la réalisation de la matrice d'ECAP est essentiel, car cette dernière doit pouvoir supporter de fortes contraintes mécaniques tout en préservant une exactitude dimensionnelle sur le long terme. Suite à une étude détaillée des caractéristiques mécaniques et des coûts, nous avons opté pour l'acier allié 55NCDV5.

### b. Propriétés de l'Acier 55NCDV5

L'acier 55NCDV5 est un acier allié hautement résistant, fréquemment employé dans les applications demandant une union de dureté, résistance à l'abrasion et ténacité. Voici les caractéristiques principales :

- **Composition chimique (en %) :**
  - Carbone (C) : 0,50 - 0,60
  - Chrome (Cr) : 0,90 - 1,20
  - Molybdène (Mo) : 0,40 - 0,60
  - Vanadium (V) : 0,10 - 0,20
  - Nickel (Ni) : 1,40 - 1,70
- **Propriétés mécaniques :**

- Résistance à la traction : 1800-2000 MPa
- Résilience : 40-50 J/cm<sup>2</sup>
- Bonne résistance à l'usure et à la fatigue.
- On obtient une dureté de 55-60 HRC après une trempe à l'huile à 850-880°C suivie d'un revenu à 550-600°C

**c. Justification du Choix du matériaux :**

On a opté pour l'acier 55NCDV5 pour les motifs suivants :

1. Résistance à l'usure : L'ajout de chrome et de molybdène dans cet acier lui donne une remarquable résistance à l'abrasion, cruciale pour une matrice exposée à des frottements incessants.

2. Robustesse : Le nickel et le vanadium renforcent la dureté, diminuant le danger de fissuration sous des charges cycliques.

3. Traitement thermique : La possibilité de soumettre cet acier à un traitement thermique offre la flexibilité d'adapter sa dureté selon les exigences particulières de l'utilisation.

4. Coût : En comparaison avec d'autres matériaux tels que le carbure de tungstène, l'acier 55NCDV5 présente un bon équilibre entre performance et prix.

**d. Géométrie de la matrice :**

La matrice est constituée d'une partie centrale et de deux parties auxiliaires. L'assemblage d'une partie centrale et d'une partie auxiliaire forme deux canaux de même section de 10 x120 mm, à savoir le canal d'entrée et l'autre de sortie avec un angle différent. Le premier canal formé est relié par un coude ayant un angle intérieur  $\Theta$  de 120° et un angle extérieur  $\Psi$  de 10°, le deuxième canal formé est relié par un coude ayant un angle intérieur  $\Theta$  de 90° et un angle extérieur  $\Psi$  de 10°.[26][27][28]

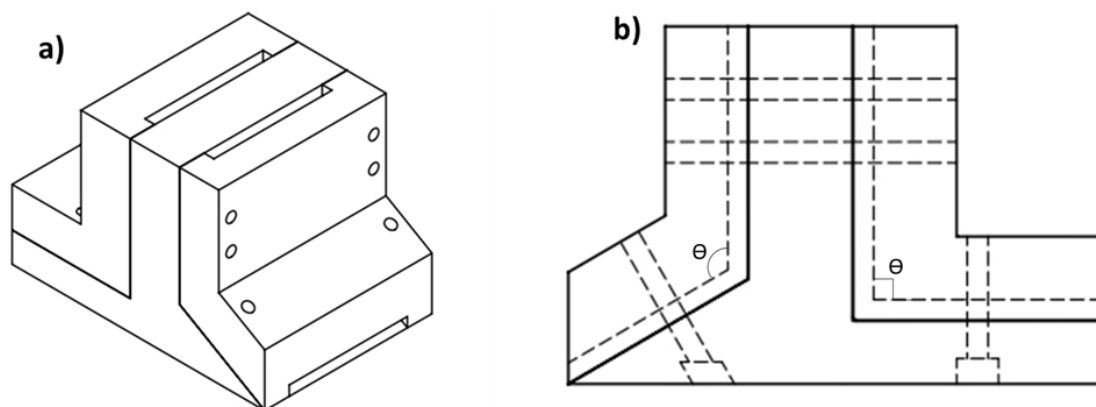


Figure II.1 : Dessin de définition de la matrice assemblée

La combinaison des angles de 90° et 120° avec un angle intérieur de 10° offre la flexibilité et l'optimisation du processus, permettant de réaliser des déformations sévères (angle de 90°) ou modérées (angle de 120°), selon les besoins.

Une matrice avec deux angles peut être adaptée pour optimiser le processus en fonction des caractéristiques spécifiques du matériau et des besoins de l'application. Cela permet une plus grande flexibilité et polyvalence dans l'application industrielle.

#### e. Fabrications de la matrice :

La matrice a été usinée à partir d'un bloc d'acier 55NCDV5 montré dans la figure II.2 à l'aide de deux méthodes d'usinage (fraisage et perçage).



Figure II.2 : bloc de 55NCDV5 utilisé

Les étapes clés sont :

##### i. Usinage des canaux :

- Les canaux d'entrée et de sortie ont été usinés en fraisage numérique avec une précision de  $\pm 0,01$  mm.
- L'angle intérieur de  $10^\circ$  a été réalisé à l'aide d'une fraise conique.

##### ii. Traitement thermique :

Pour optimiser les propriétés mécaniques de la matrice en acier 55NCDV5, un traitement thermique a été réalisé en trois étapes principales :

##### 1. Trempe :

- La matrice a été chauffée à  $860^\circ\text{C}$  pendant 1 heure pour obtenir une structure austénitique homogène.
- Un refroidissement rapide dans l'huile a été effectué pour transformer l'austénite en martensite, augmentant ainsi la dureté.

##### 2. Revenu :

- Un revenu à  $580^\circ\text{C}$  pendant 2 heures a été appliqué pour réduire les contraintes internes et améliorer la ténacité tout en maintenant une dureté élevée (environ 60 HRC).

##### 3. Contrôle de la Dureté :

- La dureté finale a été mesurée à l'aide d'un duromètre portatif, confirmant une valeur de 60 HRC, conforme aux spécifications requises pour une matrice d'ECAP.

La courbe de traitement thermique est montrée dans la figure II.3 :

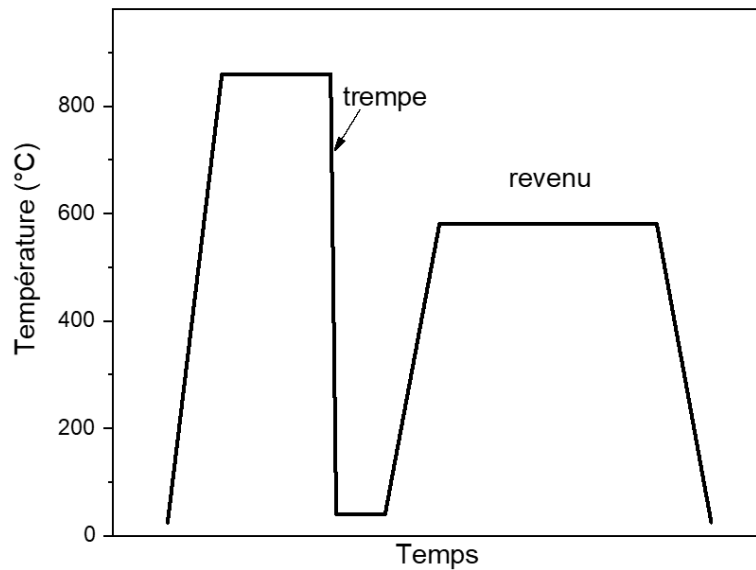
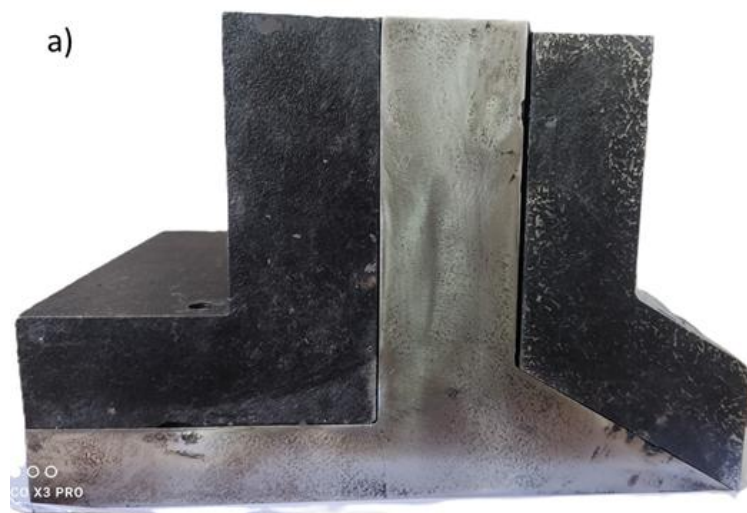


Figure II.3: cycle de traitement thermique de la matrice.

**f. Rectification et polissage :**

- Les surfaces internes des canaux ont été polies à l'aide d'un papier de polissage pour réduire les frottements.

La figure II.4 montre la matrice d'ECAP finie ainsi que le positionnement des tôles à l'intérieure du canal d'extrusion



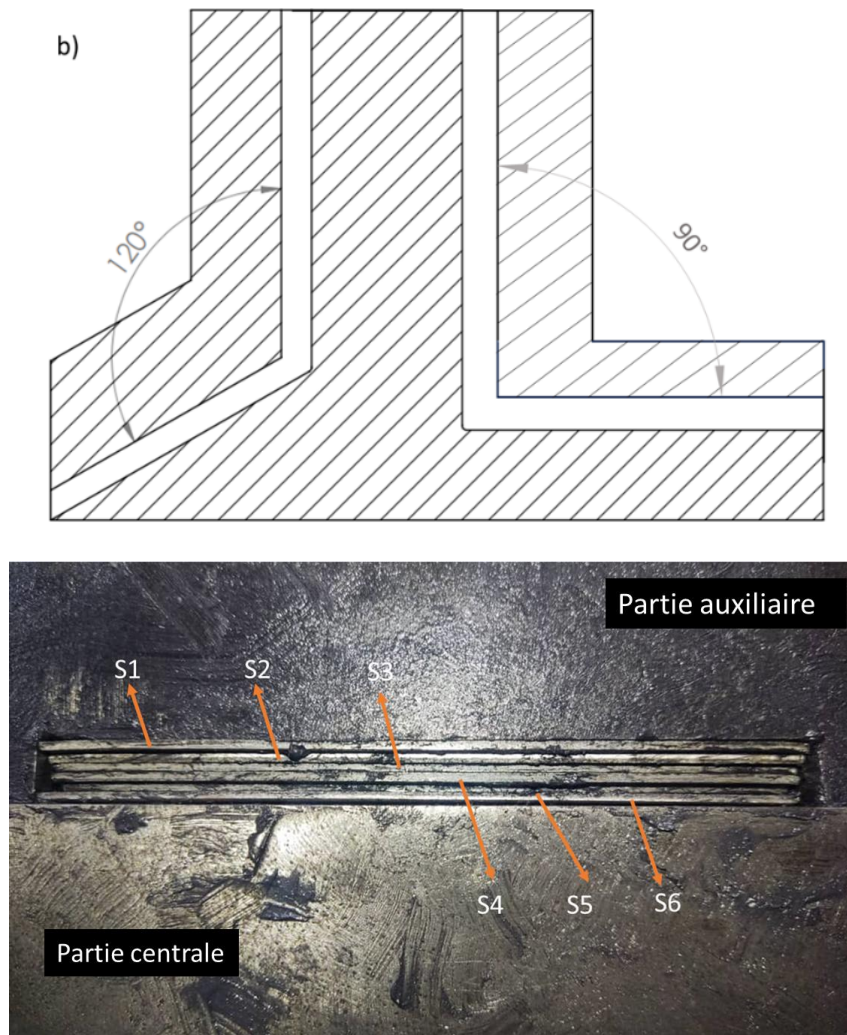


Figure II.4 : a) matrice d'ECAP ; b) Coupe transversale de la filière ECAP ; c) Positionnement des tôles à l'intérieur du canal.

L'acier 55NCDV5 s'est avéré être un excellent choix pour la fabrication de la matrice d'ECAP, offrant une combinaison idéale de résistance à l'usure, de ténacité et de facilité de traitement thermique. Sa performance lors des premiers essais d'ECAP a confirmé sa durabilité et sa capacité à maintenir une précision dimensionnelle sur le long terme.

La matrice d'ECAP avec des angles de 90° et 120° et un angle intérieur de 10° a été conçue et fabriquée avec succès. Les simulations numériques et les tests préliminaires ont confirmé sa performance, offrant une déformation homogène et une durabilité accrue. Cette conception ouvre la voie à des études approfondies sur la déformation plastique sévère de divers matériaux. [29].

Un poinçon en acier XC38, de section rectangulaire  $9,8 \times 119,8 \text{ mm}^2$  et de hauteur 140 mm, a été réalisé pour presser les tôles dans le canal. La figure II.5 montre le poinçon utilisé.



Figure II.5 : Poinçon utiliser dans l'ecap.

#### 4. Presse hydraulique :

La presse hydraulique utilisé et une machine soviétique/russe sous le nom UMM-10 (figure II.6), c'est un équipement essentiel pour la mise en œuvre du procédé ECAP. Elle se compose des éléments suivants :

##### a. Système de vérin hydraulique :

Le vérin hydraulique produit la force requise pour faire progresser le matériau à travers la matrice ECAP. Il fonctionne grâce à une huile hydraulique sous pression intense, qui permet d'obtenir des forces de compression considérables, généralement de plusieurs centaines de kN, voire de MN, en fonction des usages.

##### b. Contrôle de la force et de la vitesse :

La presse dispose d'un mécanisme de contrôle précis qui autorise le réglage de la force appliquée et de la vitesse de déformation. Ce contrôle est essentiel pour ajuster le mécanisme à divers matériaux et prévenir des déformations excessivement rapides ou lentes, susceptibles de nuire à la qualité du matériau.

##### c. Cadre de support :

La presse est équipée d'un cadre en acier robuste, conçu pour résister aux forces intenses produites lors du processus ECAP. Ce dispositif garantit la stabilité globale du système tout en réduisant les vibrations ou les déformations non souhaitées

##### d. Interface avec la matrice ECAP :

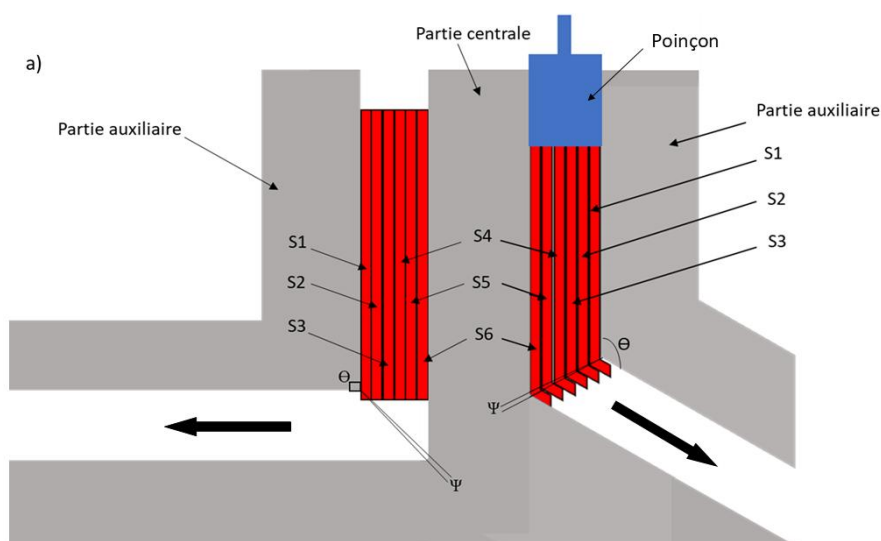
La presse est dotée d'une plateforme mobile qui transmet la puissance du vérin hydraulique à la matrice ECAP. Ce plateau est soigneusement calibré pour assurer un déplacement régulier et prévenir des tensions inégales sur le matériau.



Figure II.6 : La presse hydraulique UMM-10 utiliser et sa commande

### 5. Réalisation des essais ECAP :

La figure II.7 illustre le principe de la technique ECAP utilisée. Six tôles de dimensions 119,9x100 mm ont été préalablement découpées puis placées en sandwich dans le canal, comme le montre la figure II.7.a. Pour l'angle  $120^\circ$  les six tôles sont de même nature, mais pour l'angle  $90^\circ$  la tôle en position 4 a été changé en une tôle de 0.8mm pour des problèmes techniques, on la considère donc comme une tôle sacrificielle. Un poinçon de section rectangulaire de 9,8x119,8 mm et d'une hauteur de 100 mm est utilisé pour extruder les tôles dans le canal d'entrée pour l'angle  $120^\circ$ , pour l'angle  $90^\circ$ , un poinçon de même section mais d'une hauteur de 140 mm a été utilisé pour presser les tôles à travers le coude reliant les deux canaux. La figure II.7.b montre l'orientation du sens de laminage (RD) par rapport au flux de métal dans l'ECAP.



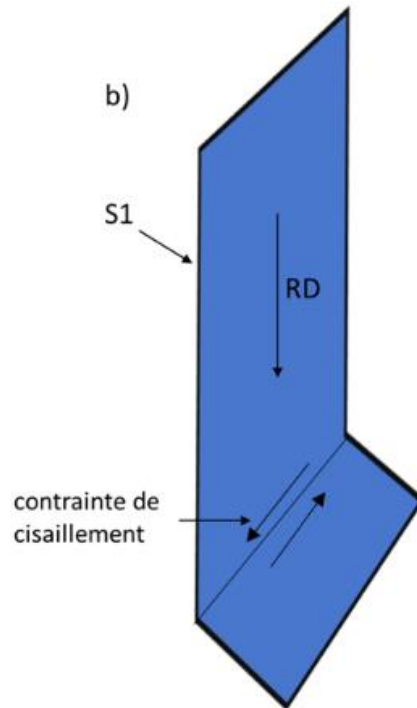


Figure II.7 : a) diagramme schématique du procédé ECAP. b) sens de laminage (RD) en fonction du flux de métal dans le procédé ECAP.

La figure II.8 montre des échantillons avant et après ECAP pour les deux angles utiliser.



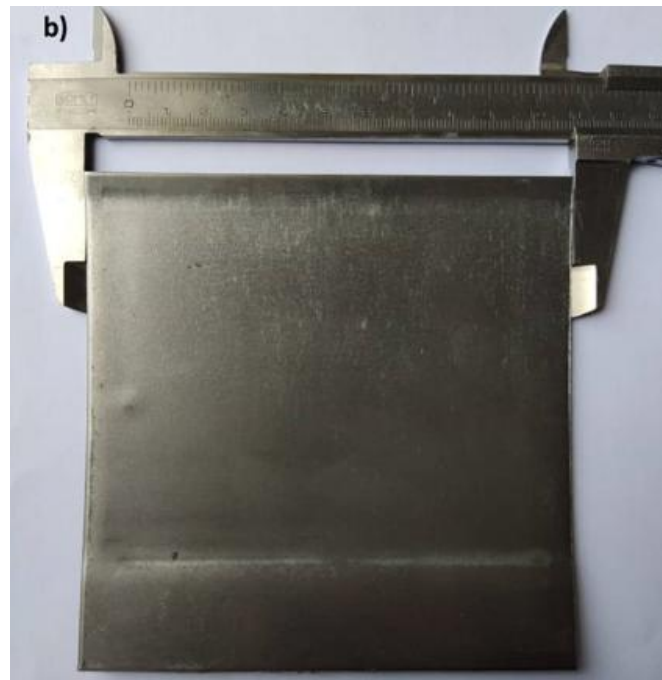


Figure II.8 : Tôle d'acier DC04 a) avant ECAP, b) S1 après ECAP (120°), c) S1 après ECAP (90°).

Afin de réduire la friction, un lubrifiant à base de bisulfure de molybdène ( $\text{MoS}_2$ ) a été appliqué sur l'ensemble des composants de cette expérimentation[2]. Le processus (ECAP) a été réalisé en allant d'une passe jusqu'à quatre passes en utilisant deux routes (A et C), avec une vitesse de pressage maintenue à 0,5 mm/s.

#### 6. Mesure de la microdureté :

La dureté est définie comme la capacité d'un matériau à résister à la pénétration d'un objet indéformable (comme une bille, un cône ou une pyramide) sous une charge appliquée. Elle est

souvent liée à la résistance mécanique du matériau, notamment à sa limite d'élasticité et à sa résistance à l'abrasion.[30]

#### **a. Principes de base des essais de dureté**

Les essais de dureté reposent sur le principe de la **pénétration** ou du **rebondissement** d'un pénétrateur dans la surface du matériau. Les méthodes les plus couramment utilisées incluent :

##### **i. Essai de dureté par pénétration :**

Un pénétrateur (sphère, cône ou pyramide) est enfoncé dans le matériau sous une charge connue. La taille de l'empreinte laissée est mesurée pour déterminer la dureté. Plus l'empreinte est petite, plus le matériau est dur.

##### **ii. Essai de dureté par rebondissement :**

Une masse est lâchée sur la surface du matériau, et la hauteur de rebond est mesurée. Cette méthode est souvent utilisée pour les élastomères et certains métaux.

#### **b. Dureté Vickers (HV) :**

Cet essai utilise un pénétrateur pyramidal en diamant pour créer une empreinte carrée. La dureté est calculée en fonction de la surface de l'empreinte. Cette méthode est précise et adaptée à une large gamme de matériaux, y compris les métaux, les céramiques et les revêtements minces.

#### **c. Principe de la microdureté :**

La microdureté repose sur le même principe que les essais de dureté classiques (pénétration d'un pénétrateur sous une charge appliquée), mais elle utilise des charges beaucoup plus faibles (généralement entre 10 gf et 1 kgf) et des pénétrateurs de petite taille. Cela permet de mesurer la dureté de zones très localisées, souvent de l'ordre de quelques micromètres.

Les deux méthodes principales de microdureté sont :

##### **i. Microdureté Vickers (HV) :**

- Utilise un pénétrateur pyramidal en diamant avec un angle de 136° entre les faces opposées.
- La charge appliquée est généralement comprise entre 10 gf et 1 kgf.
- L'empreinte laissée est un carré, et la dureté est calculée en fonction de la diagonale de l'empreinte.
- Formule :

$$HV=1.8544.F/d^2 \quad (7)$$

Où F est la charge en kgf et d est la longueur moyenne des diagonales en mm.

-Cette méthode est largement utilisée pour les matériaux hétérogènes, les revêtements minces et les phases individuelles dans les alliages.

#### d. Bénéfices de la technique Vickers :

-Polyvalence : Cette technique convient à une variété étendue de matériaux, des plus ductile aux plus rigides, et est compatible avec différentes charges, ce qui la rend appropriée tant pour les tests de microdureté que de macrodureté.

- Exactitude : L'essai Vickers, du fait de son empreinte réduite, permet d'examiner des zones spécifiques telles que les microstructures ou les couches fines avec une précision élevée.

#### e. Restrictions :

-Préparation de l'échantillon : Pour obtenir des mesures exactes, il est indispensable d'avoir une surface parfaitement lisse, ce qui peut exiger un temps de préparation important.

-équipement spécialisé : Pour mesurer les diagonales de l'empreinte, un microscope optique de précision élevée est nécessaire, ce qui peut constituer un coût considérable.

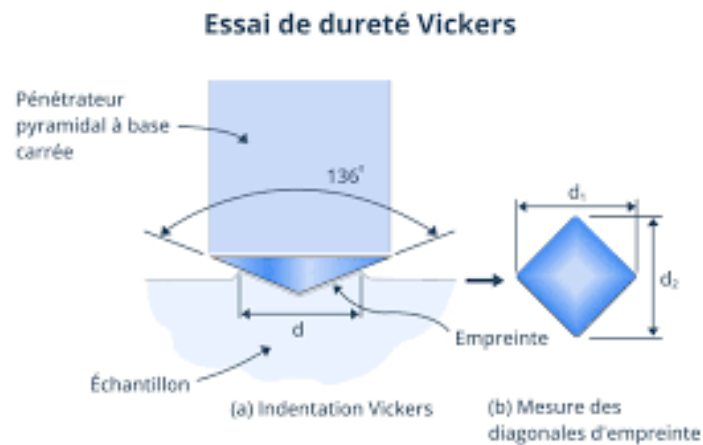


Figure II.9 : Principe de la dureté Vickers [30].

#### f. Essais expérimentaux :

Les mesures de microdureté ont été effectuées à l'aide d'un duromètre Vickers de marque ZWICK, en appliquant une charge de 200 gf, la machine utilisée est montrée dans la figure II.10.



Figure II.10 : Duromètre Innovatest model 412D

Au total, quinze mesures ont été effectuées pour chaque tôle et leur moyenne a été notée. La configuration des points de mesure est illustrée à la figure II.11.

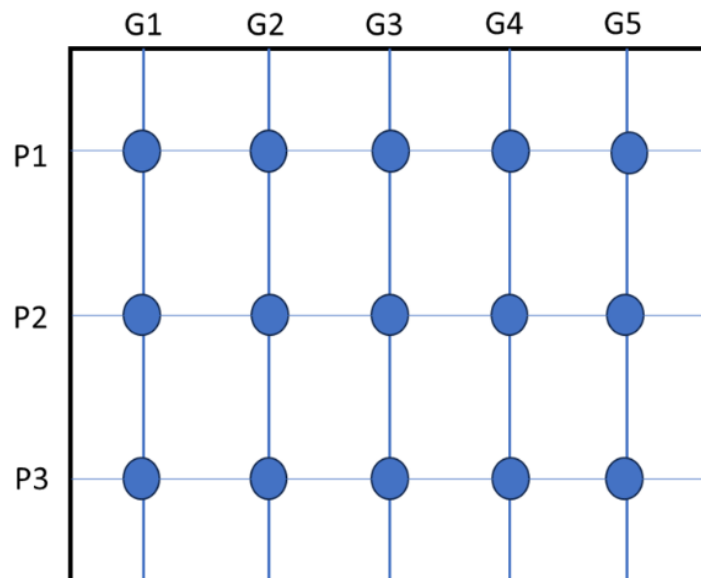


Figure II.11 : Représentation de l'emplacement des 15 mesures de microdureté.

## 7. Caractérisation de la microstructure :

Dans les laboratoires de recherche, notamment dans les secteurs de la métallurgie, de la science des matériaux et de la microstructure des matériaux, on a recourt fréquemment aux techniques de polissage et d'attaque chimique. Ces méthodes ont pour objectif de préparer les surfaces des échantillons afin d'effectuer une analyse approfondie, qui permet d'examiner les propriétés de la surface.

### **a. Le Polissage et observation métallographique :**

Le polissage est une procédure mécanique employée pour obtenir une surface régulière et plane, exempte de rayures et de déformations, en supprimant les imperfections présentes sur la surface d'un matériau. Ce processus se fait par abrasion progressive, en utilisant des abrasifs de plus en plus fins, dans le but d'améliorer la planéité et la brillance de la surface.

### **b. Objectifs du polissage**

Le polissage a pour but de :

- Assurer une surface lisse et exempte d'imperfections visibles, indispensable pour des analyses en microscopie.
- Préparer la surface des échantillons pour des études de surface (microscopie optique et électronique, diffraction X, etc.).
- Réduire au minimum l'introduction de contraintes résiduelles causées par les abrasifs possibles de fausser les résultats.

### **c. Méthodologie de polissage**

Le processus de polissage s'effectue habituellement en plusieurs phases :

1. Polissage grossier : En utilisant des abrasifs de plus grande granulométrie (par exemple, 80, 120, 240, 320, 600, 1200), qui permettent d'enlever les irrégularités grossières.
2. Polissage fin et finition : Utilisation de pâtes abrasives (diamant, oxyde d'aluminium ou silice colloïdale) sur des disques de polissage en tissu ou en feutre.
3. Nettoyage : L'échantillon est soigneusement nettoyé à l'eau et à l'alcool pour éliminer les résidus de pâte abrasive.

Les paramètres de polissage (vitesse, pression, type d'abrasif) sont cruciaux pour le résultat final et doivent être adaptés au matériau à traiter.

### **d. L'Attaque chimique**

L'attaque chimique est une méthode complémentaire au polissage, employée pour révéler la structure du matériau à l'échelle microscopique. Elle se base sur l'emploi d'agents chimiques visant à corroder sélectivement les diverses phases ou grains du matériau, ce qui permet d'accentuer les contrastes et d'observer plus efficacement les caractéristiques internes du matériau.

#### **i. Objectifs de l'attaque chimique**

L'attaque chimique permet de :

- révéler des structures cristallines, des grains et des imperfections dans divers matériaux métalliques ou autres.
- L'examen des phases qui se trouvent dans un alliage ou une matière.
- La meilleure mise en évidence des joints de grain et des dislocations présentes dans les matériaux.

#### **ii. Méthodologie de l'attaque chimique**

Les réactifs chimiques sont choisis en fonction du matériau à attaquer et du type d'observation souhaité. Parmi les réactifs courants, on trouve :

- Nital (acide nitrique + éthanol) pour les aciers.
- Keller (acide fluorhydrique + acide chlorhydrique + acide nitrique + eau) pour les alliages d'aluminium.
- Aqua regia (acide chlorhydrique + acide nitrique) pour les métaux précieux.

Le temps d'immersion varie en fonction du matériau et du réactif (de quelques secondes à plusieurs minutes).

Dans notre cas, un polissage mécanique séquentiel à l'aide d'un papier abrasif SiC de 400 à 4000 grains et d'une machine de polissage montrée dans la figure II.12, une solution de Nital à 2% a été utilisée comme agent chimique pour révéler la structure des grains.



Figure II.12 : Machine de polissage minitech 233

La microscopie optique a été utilisée pour observer la microstructure des tôles présentant la plus forte augmentation de microdureté avant et après le traitement par ECAP, et ce pour les deux angles étudiés ( $90^\circ$  et  $120^\circ$ ). Les observations ont été réalisées à l'aide d'un microscope optique Optika B-810 illustré dans la figure II.13



Figure II.13 : Microscope optique Optika B-810

## 8. Diffraction des rayons X :

La diffraction des rayons X (DRX) est une technique essentielle pour l'analyse des matériaux cristallins. Elle permet d'identifier les phases, de déterminer la structure cristalline, d'analyser la texture et de mesurer les contraintes résiduelles. Grâce à sa précision et à sa polyvalence, la DRX est largement utilisée dans la recherche, l'industrie et le contrôle qualité.

La DRX est basée sur la loi de Bragg, qui décrit la condition nécessaire pour que les rayons X soient diffractés par les plans cristallins :

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

Où :

- $n$  est l'ordre de diffraction (entier),
- $\lambda$  est la longueur d'onde des rayons X,
- $d$  est la distance interréticulaire entre les plans cristallins,
- $\theta$  est l'angle d'incidence des rayons X.

Lorsque cette condition est satisfaite, les rayons X sont diffractés et produisent des pics d'intensité caractéristiques de la structure cristalline[31].

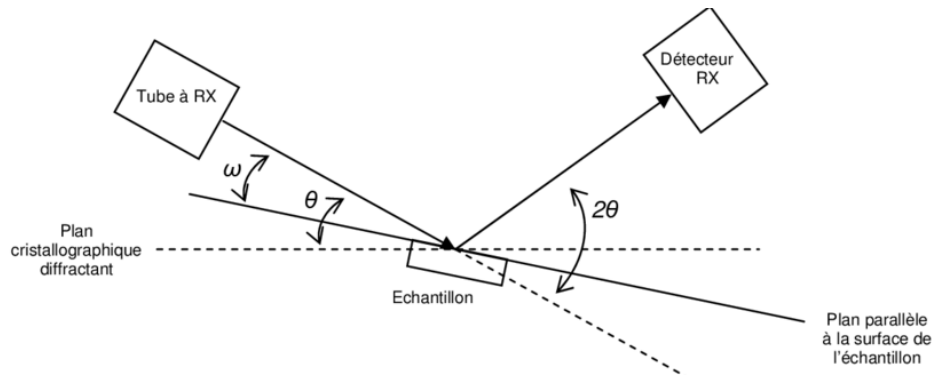


Figure II.14 : schéma explicatif de la DRX [31].

Un diffractomètre à rayons X est composé des éléments suivants :

1. Source de rayons X : Génère des rayons X monochromatiques (par exemple,  $\text{Cu K}\alpha$ ,  $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$ ).
2. Goniomètre : Permet de faire varier l'angle d'incidence  $\theta$  et de mesurer l'angle de diffraction  $2\theta$ .
3. Détecteur : Mesure l'intensité des rayons X diffractés.
4. Échantillon : Placé sur un support et orienté pour permettre la diffraction.

Dans notre cas, Des mesures de diffraction des rayons X (XRD) ont été effectuées sur la surface de ces mêmes tôles avant et après ECAP, dans le but d'évaluer les changements structurels possibles et d'analyser les changements dans les pics de diffraction. Le diffractomètre D8 ADVANCE BRUKER montré dans la figure II.15 a été utilisé avec un rayonnement  $\text{Cu-K}\alpha$  ( $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$ ) et un pas de  $0,02^\circ$ .

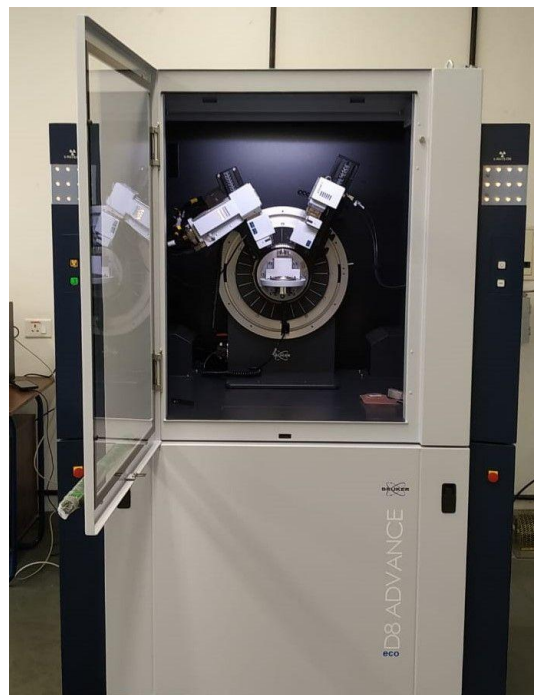


Figure II.15 : Le diffractomètre D8 ADVANCE BRUKER

## 9. Essais de traction :

Les essais de traction sont des tests mécaniques fondamentaux utilisés pour évaluer les propriétés mécaniques des matériaux sous une charge de traction. Ils permettent de déterminer des paramètres clés tels que la limite d'élasticité, la résistance à la traction, l'allongement à la rupture et le module d'élasticité.

### a. Courbe de Traction

La courbe typique obtenue lors d'un essai de traction présente plusieurs zones importantes :

- Zone élastique : Au début de l'essai, le matériau se déforme de manière élastique, ce qui signifie qu'il revient à sa forme initiale lorsqu'on relâche la contrainte. La pente de cette partie de la courbe est le module de Young.
- Point de limite d'élasticité : À ce point, le matériau commence à se déformer plastiquement, ce qui signifie que certaines déformations restent permanentes même après la suppression de la charge.
- Zone plastique : Après la limite d'élasticité, le matériau subit une déformation permanente (plastique) sous l'action de la traction.
- Point de rupture : La courbe atteint un maximum, puis la force diminue jusqu'à la rupture du matériau. Ce point indique la résistance à la traction maximale, ou force de rupture.

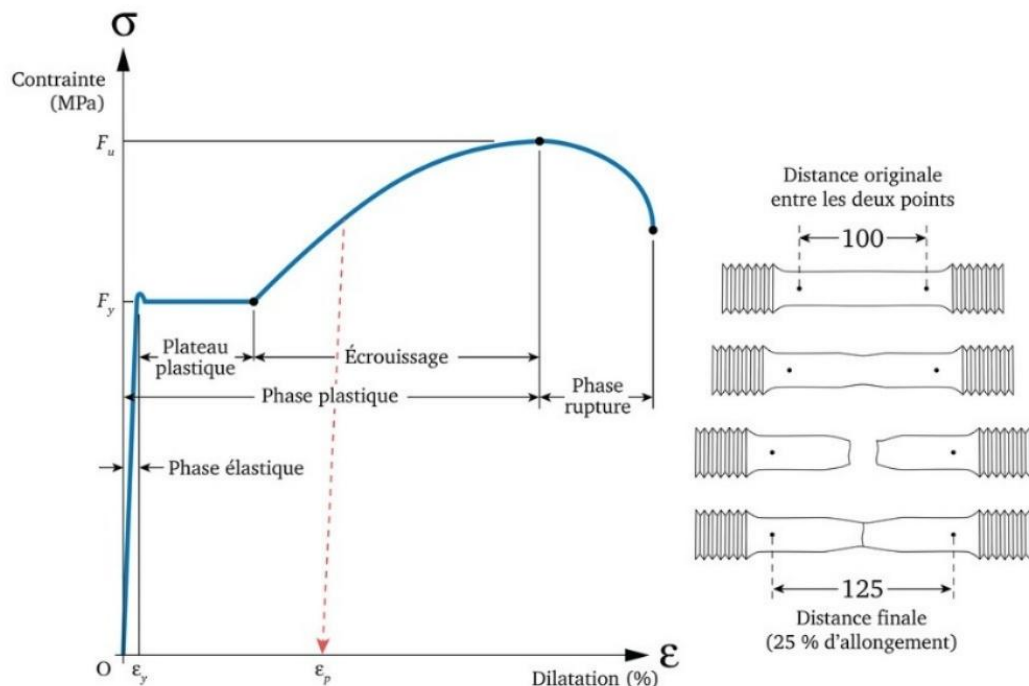


Figure II.16: Explication de la courbe de traction

#### 1. Contrainte ( $\sigma$ ) :

$$\sigma = F/S_0 \quad (8)$$

Où F est la force appliquée et  $S_0$  est la section initiale de l'éprouvette.

## 2. Déformation ( $\epsilon$ ) :

$$\epsilon = \Delta L / L_0 \quad (9)$$

Où  $\Delta L$  est l'allongement et  $L_0$  est la longueur initiale de l'éprouvette.

### b. Propriétés mécaniques déterminées par l'essai de traction

L'essai de traction permet de déterminer plusieurs propriétés mécaniques essentielles d'un matériau :

#### i. Résistance à la traction ( $R_m$ ):

La résistance à la traction est la force maximale qu'un matériau peut supporter avant de se fracturer. Elle est souvent appelée limite de rupture et se mesure en mégapascals (MPa).

#### ii. Limite d'élasticité ( $R_e$ ) :

La limite d'élasticité est le point où le matériau cesse de se comporter de manière élastique et commence à se déformer plastiquement. Cette valeur est cruciale pour la conception de matériaux dans des applications où des déformations permanentes doivent être évitées.

#### iii. Module de young ( $E$ ) :

Le module de Young ou module d'élasticité est une mesure de la rigidité d'un matériau. Il est obtenu en calculant la pente de la courbe dans la zone élastique. Un module de Young élevé indique que le matériau est rigide, tandis qu'un module faible indique qu'il est plus souple.

#### iv. Allongement à la rupture ( $A\%$ ) :

L'allongement à la rupture est une mesure de la ductilité du matériau, exprimée en pourcentage de la longueur initiale. Elle indique combien un matériau peut se déformer avant de se rompre.

Dans notre cas, pour évaluer les propriétés mécaniques des tôles avant et après le processus ECAP, des essais de traction ont été réalisés à l'aide d'une machine ZWICK Z020 présentée dans la figure II.17. Les échantillons ont été coupés dans le sens de l'extrusion et dimensionnés conformément à la norme EN ISO 6892-1, comme le montre la figure II.18.



Figure II.17 : machine de traction ZWICK Z020.

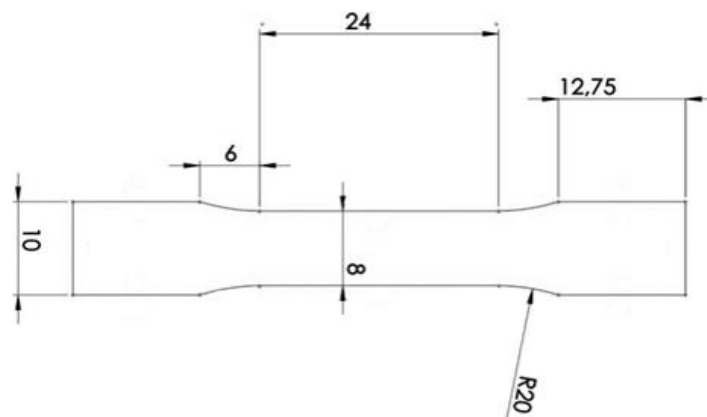


Figure II.18: Echantillons de traction selon la norme EN ISO 6892-1.

### 10. Essais d'emboutissage Erichsen :

Les tests Erichsen, aussi connus sous les noms d'essais d'emboutissage ou de cupping tests, sont des examens mécaniques destinés à mesurer la faculté de déformation des plaques métalliques lorsqu'elles sont soumises à une contrainte biaxiale. Ces tests s'avèrent particulièrement bénéfiques pour évaluer la capacité des matériaux à résister à des processus de mise en forme, comme l'emboutissage profond [32][33]. La figure II.19 illustre schématiquement le test d'Erichsen.

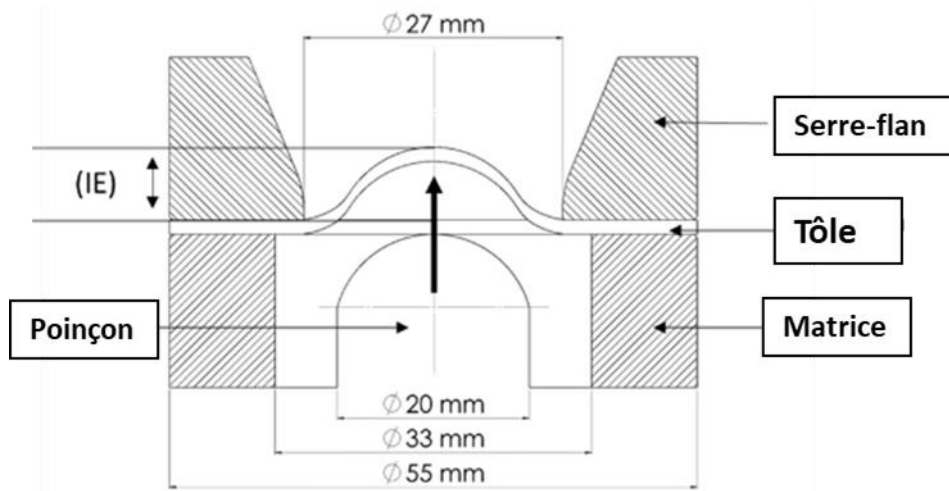


Figure II.19: schéma du test de l'emboutissage Erichsen.

### Méthodologie des essais Erichsen :

- Préparation de l'échantillon : La tôle métallique est découpée à des dimensions normées (habituellement 90 mm de largeur et une épaisseur variant de 0,1 mm à 2 mm).
- Mise en place dans l'appareil : La tôle est insérée entre les matrices et maintenue sous une pression déterminée (par exemple, 10 kN).
- Application de la charge : Le pignon hémisphérique de 20 mm de diamètre est introduit dans la tôle à une vitesse réglée jusqu'à ce qu'une fissure se manifeste
- Évaluation de l'indice Erichsen (IE) : La profondeur de pénétration du pignon est mesurée en millimètres.

Au moins trois tests sont effectués, et l'indice Erichsen est déterminé en calculant la moyenne des valeurs [17], [34].

Dans notre cas, afin d'évaluer la ductilité et l'aptitude à l'emboutissage des tôles avant et après ECAP, le test d'Erichsen a été utilisé conformément aux normes DIN EN 10139 et DIN EN 10130.

La déformation qui en résulte est mesurée en profondeur à l'aide d'un pied à coulisse et exprimée en millimètres. L'indice d'Erichsen (IE) est calculé à l'aide de la formule (Eq. (1)). Un indice d'Erichsen (IE) élevé indique une meilleure ductilité et une meilleure aptitude à l'emboutissage du matériau.

$$IE = \text{profondeur de la cupule} - \text{épaisseur de la tôle} \quad (1)$$

La propagation et la forme de la fissure sont également évaluées [19].

## 11. La simulation :

### a. Définition :

La simulation numérique est une méthode de calcul assistée par ordinateur visant à reproduire un phénomène physique à travers des équations mathématiques. Elle permet d'en prédire le comportement comme s'il s'agissait d'une expérience réelle. Le résultat peut être présenté sous

forme de données chiffrées, d'images ou d'animations. Elle est notamment utilisée pour modéliser des phénomènes physiques complexes décrits par des équations aux dérivées partielles. Ces équations sont résolues numériquement à l'aide de techniques telles que la méthode des éléments finis.[37]

#### **b. Objectif de la démarche :**

La démarche de simulation numérique suit plusieurs étapes clés :

- Identification du phénomène à étudier et du contexte d'application ;
- Définition des conditions aux limites représentant les interactions avec l'environnement ;
- Analyse du comportement initial et de son évolution dans le temps.

#### **c. Modélisation :**

La démarche de simulation numérique suit plusieurs étapes clés :

- Identification du phénomène à étudier et du contexte d'application.
- Définition des conditions aux limites représentant les interactions avec l'environnement.
- Analyse du comportement initial et de son évolution dans le temps.

#### **d. Discrétisation :**

Étant donné que le modèle est défini dans un espace continu, il est impossible de résoudre directement les équations différentielles. La discrétisation consiste à diviser la structure en un nombre fini d'éléments simples à l'aide d'un maillage. Ce maillage constitue un ensemble de nœuds interconnectés qui représentent le domaine étudié.

#### **e. Simulation numérique :**

Le solveur du logiciel résout les équations physiques à chaque nœud du maillage. En supposant un comportement linéaire, la relation entre les efforts et les déplacements s'écrit sous forme matricielle :  $\{F\} = [K]\{q\}$ , où  $\{F\}$  est le vecteur des forces,  $[K]$  la matrice de rigidité, et  $\{q\}$  le vecteur des déplacements. Ce calcul est effectué à chaque pas de temps ou d'incrément, en respectant les principes de conservation (masse, énergie, etc...).

#### **f. Post-traitement, analyse et interprétation des résultats :**

Les résultats peuvent être visualisés grâce à l'interface graphique du logiciel. Plusieurs types d'affichages sont disponibles :

- **Champs de résultats** : déplacements (mm), contraintes de Von Mises (MPa), contraintes principales maximales/minimales, déformations plastiques, etc.
- **Graphiques** : énergies (cinétique, plastique, totale), efforts, accélérations, etc.

Selon le type d'analyse (statique, dynamique, thermique, etc.), des critères de validation sont appliqués. Il est essentiel de vérifier la convergence du maillage et la cohérence des résultats, en gardant à l'esprit que la méthode des éléments finis donne une solution approchée [38].

### g. Abaqus :

Abaqus est un logiciel de simulation par éléments finis développé par Dassault Systèmes. Il permet de résoudre des problèmes complexes décrits par des équations différentielles partielles.

Il se compose de trois principaux outils :

- **Abaqus/Standard** : solveur implicite ;
- **Abaqus/Explicit** : solveur explicite ;
- **Abaqus/CAE** : interface graphique pour la modélisation et la visualisation[38]

### i. Fonctionnement :

La modélisation est effectuée via Abaqus/CAE, qui génère un fichier d'entrée au format (.inp) contenant l'ensemble des données du modèle. Ce fichier est ensuite traité par un solveur, et les résultats sont sauvegardés dans un fichier (.odb), consultable via le visualiseur intégré. Les fichiers (.inp) peuvent également être modifiés manuellement [39].

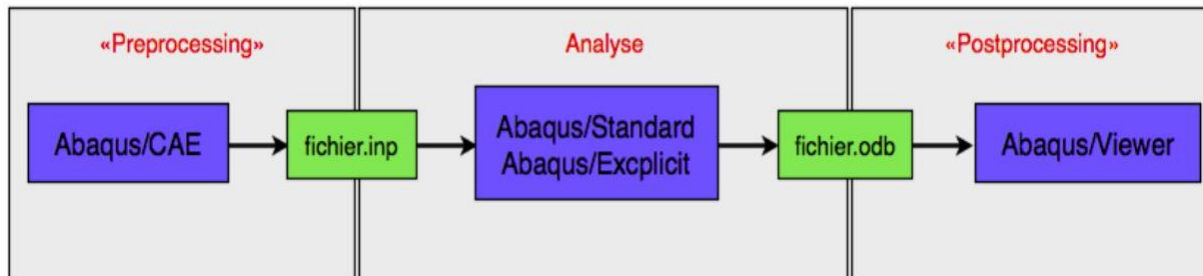


Figure II.20 : fonctionnement du logiciel Abaqus

### ii. Logiciel :

Le logiciel se divise en neuf modules principaux :

1. **Part** : création des géométries en 2D/3D.
2. **Property** : définition des propriétés des matériaux.
3. **Assembly** : assemblage des différentes pièces du modèle.
4. **Step** : définition des étapes de calcul, de l'incrément et du temps final.
5. **Interaction** : configuration des contacts, contraintes et connexions entre pièces.
6. **Load** : définition des conditions aux limites (BC) et des charges appliquées.
7. **Mesh** : génération du maillage, choix des éléments (tétraédriques, hexaédriques...).
8. **Job** : lancement du calcul.
9. **Visualization** : visualisation des résultats via Field Output (déformations, contraintes) et History Output (énergies, efforts) [40].

## 12. Microscope électronique à balayage (MEB) :

Le microscope électronique à balayage (MEB) FEI Quanta 250 FEG a été utilisé dans cette étude afin de mener une étude sur la zone de rupture des tôles d'acier DC04, avant et après ECAP pour la tôle S1 de l'angle  $120^\circ$ , du test d'emboutissage Erichsen. Le MEB permet d'examiner les surfaces fracturées sans nécessité de préparation préalable des échantillons. Grâce au MEB, on a pu observer les divers types de ruptures, ductile ou fragile, en se basant sur la topographie et la morphologie des zones de rupture.

Cette méthode a délivré des résultats cruciaux pour étudier l'effet du traitement ECAP sur l'emboutissabilité de la tôle d'acier DC04 avant et après ECAP.



Figure II.21 : Microscope électronique à balayage, modèle Quanta 250

# **Chapitre III**

## **Résultats & Discussions**

## 1. Introduction :

Ce chapitre est dédié à la présentation des résultats obtenus, structuré en deux parties principales.

Dans un premier temps, les résultats des mesures de microdureté, des analyses microstructurales par métallographie optique et diffraction des rayons X (DRX), ainsi que des essais de traction seront présentés. Ces analyses permettront d'évaluer l'impact du traitement par ECAP sur la microstructure et les propriétés mécaniques des tôles en acier DC04. Les résultats mettront en évidence l'évolution de la taille des grains, de la dureté et des propriétés mécaniques telles que la limite d'élasticité ( $R_e$ ), la résistance à la traction ultime ( $R_m$ ), l'allongement ( $A\%$ ) et l'exposant d'écrouissage ( $n$ ). Pour mieux interpréter certains résultats expérimentaux présentant un comportement inattendu par rapport aux prévisions théoriques, une simulation numérique du procédé ECAP a été réalisée à l'aide du logiciel Abaqus. Cette modélisation a permis d'apporter un éclairage complémentaire sur la distribution des déformations et l'évolution des contraintes au sein de la tôle en configuration sandwich.

Dans un second temps, l'effet du traitement ECAP sur l'emboutissabilité des tôles sera étudié à l'aide de l'essai d'Erichsen. Les résultats permettront d'évaluer la formabilité des tôles traitées et de déterminer si l'amélioration des propriétés mécaniques s'accompagne ou non d'une réduction de l'emboutissabilité. Afin d'approfondir l'analyse et de mieux comprendre les mécanismes de déformation observés, une seconde simulation par éléments finis a été conduite, toujours sous Abaqus, pour modéliser le comportement de la tôle lors de l'essai d'Erichsen.

Enfin, une analyse détaillée des résultats, incluant une discussion sur les mécanismes de déformation et les phénomènes physiques sous-jacents, sera proposée pour une meilleure interprétation des effets du traitement ECAP sur l'acier DC04.

## 2. Effet de l'ECAP sur la microdureté :

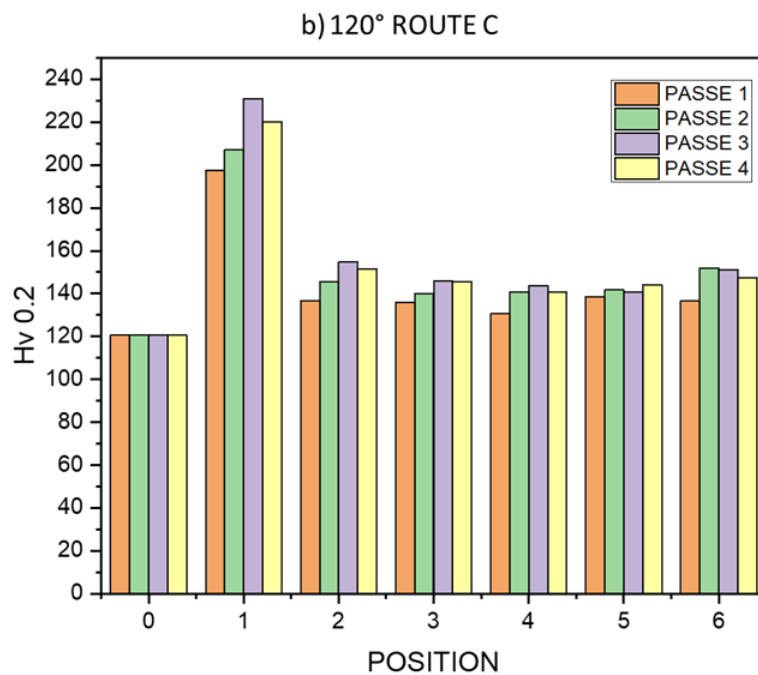
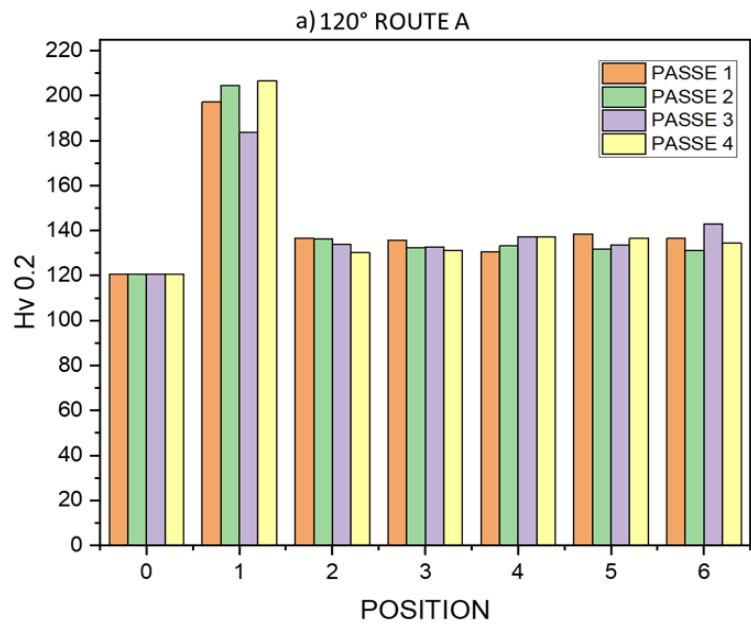
Les mesures de microdureté, illustrées dans la figure III.1, révèlent une augmentation significative de la microdureté pour l'ensemble des tôles après le traitement par ECAP, mettant en évidence l'effet bénéfique de ce procédé sur les propriétés mécaniques des matériaux. Cette amélioration de la microdureté est principalement attribuée au phénomène d'affinage des grains, comme le suggèrent les références [35][36]. En effet, la déformation plastique sévère induite par l'ECAP entraîne une fragmentation des grains, conduisant à une microstructure plus fine et, par conséquent, à une augmentation de la dureté, d'après la loi de Hall-Petch.

Parmi les différentes positions des tôles dans la matrice analysée, la position S1, qui est en contact direct avec l'angle intérieur  $\Theta$  de  $120^\circ$  et l'angle intérieur  $\Theta$  de  $90^\circ$  de la matrice, présente une augmentation supérieure de la microdureté. Cependant, il est intéressant de noter que l'augmentation la plus significative est observée pour l'angle de  $120^\circ$  (64 %), tandis que l'angle de  $90^\circ$  enregistre une augmentation moindre (30,8 %). Ce résultat est quelque peu surprenant, car on s'attendrait normalement à une augmentation plus importante pour l'angle de  $90^\circ$ , en raison de la déformation plus sévère généralement associée à un angle plus aigu. Ce phénomène a été expliqué plus en détail dans une section ultérieure de l'étude, où des facteurs tels que la répartition des contraintes et les conditions de contact avec la paroi de la matrice ont été analysés pour justifier cette observation.

En ce qui concerne les autres tôles, elles montrent une augmentation plus modérée de la

microdureté, de l'ordre de 13 %, ce qui reflète une déformation moins sévère par rapport à la position S1. Il convient également de souligner que le traitement ECAP induit une diminution notable de la variabilité des valeurs de microdureté, traduite par une réduction de l'écart-type. Cette diminution indique une homogénéisation de la microstructure, confirmant ainsi que l'ECAP favorise une distribution plus uniforme des propriétés mécaniques à travers le matériau. Cette observation est en accord avec les travaux antérieurs [10,19], qui ont également mis en évidence l'effet homogénéisant de l'ECAP sur la microstructure des matériaux déformés, la figure III.2 montre la variation de l'écart-type pour une passe des angles 120° et 90°.

En conclusion, ces résultats démontrent que l'ECAP est un procédé efficace pour améliorer la microdureté et l'homogénéité microstructurale des tôles, bien que des variations significatives puissent survenir en fonction de la position et des conditions de déformation, comme l'illustre le cas particulier de l'angle de 120° par rapport à l'angle de 90°.



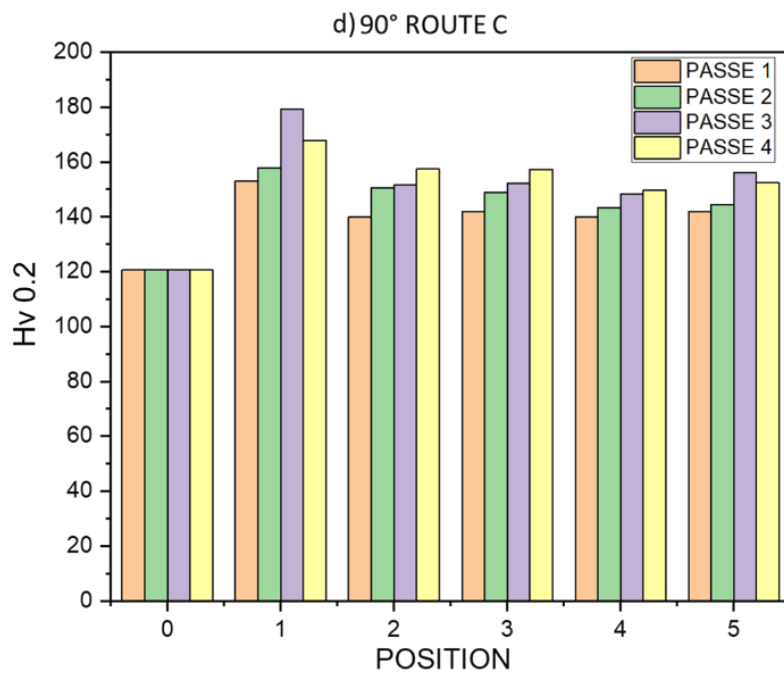
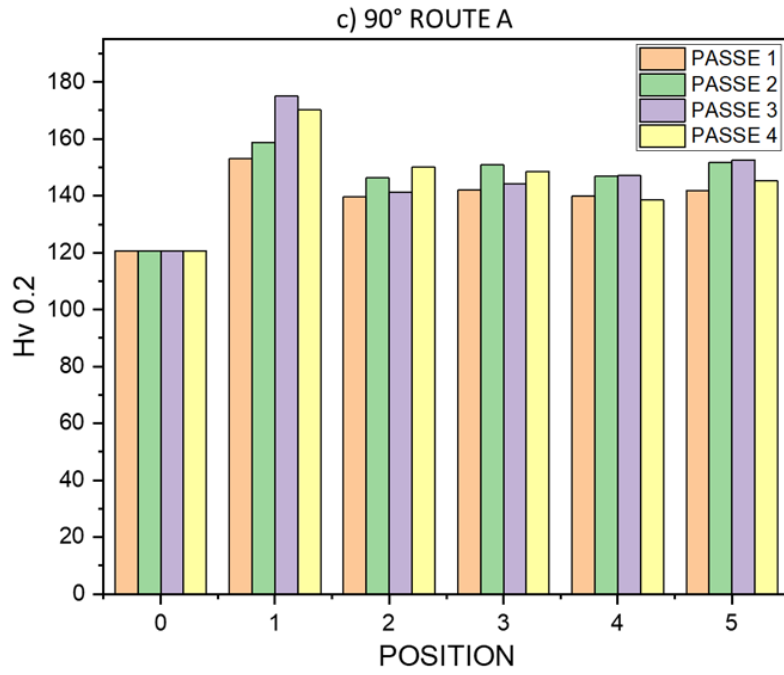


Figure III.1 : Mesure des microdureté Hv 0.2: a) 120° route A, b) 120° route C, c) 90° route A, d) 90° route C.

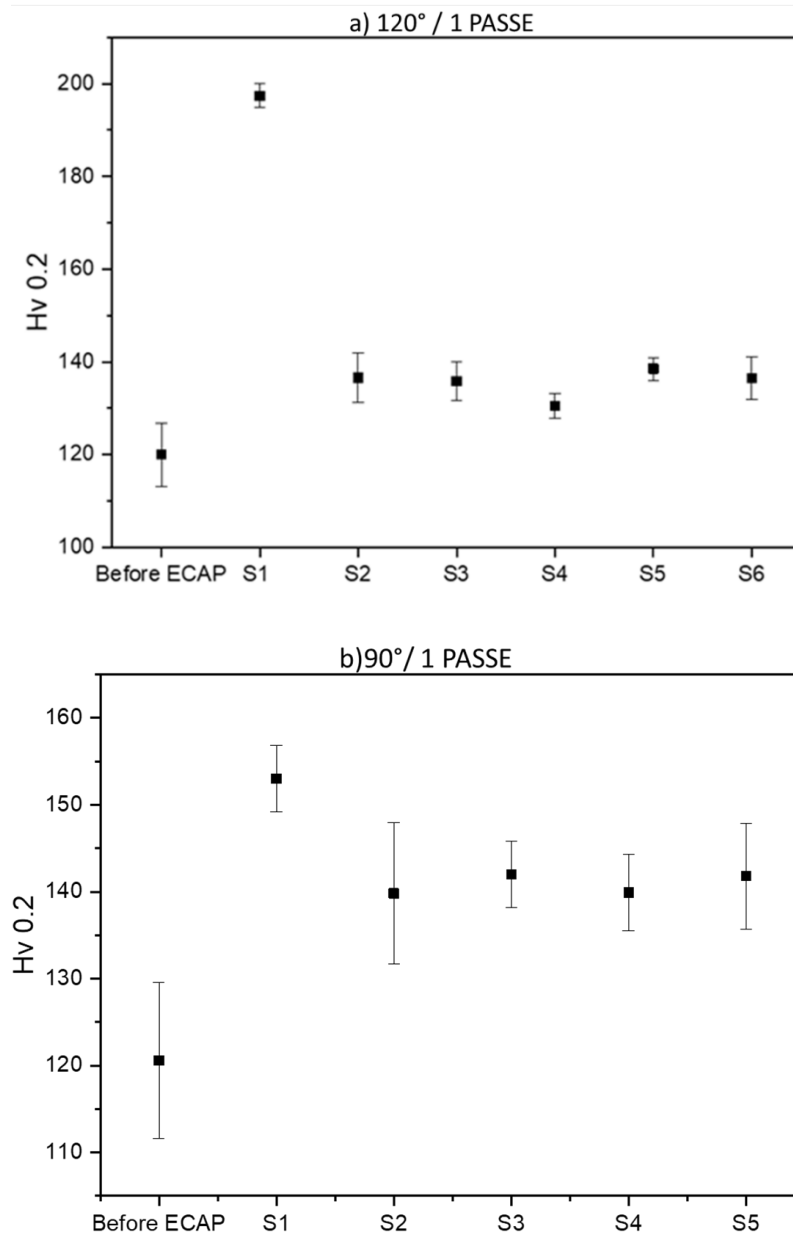


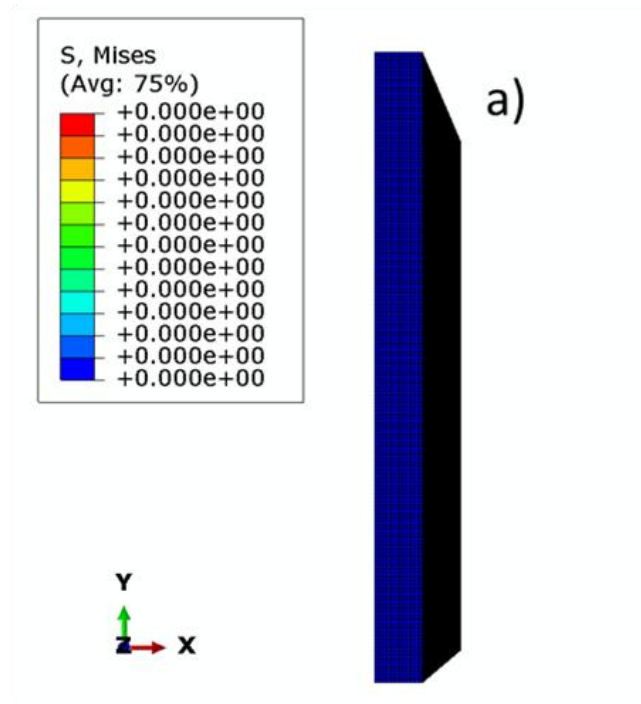
Figure III.2 : moyenne de la microdureté avec l'écart type pour une passe : a) angle 120°, b) angle 90°.

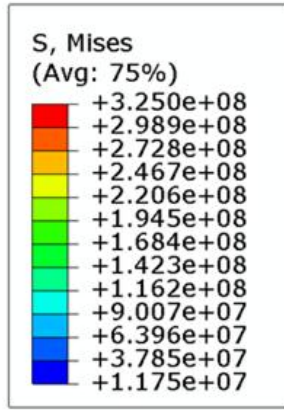
### 3. Simulation de l'ECAP :

Une simulation par éléments finis a été réalisée avec le logiciel Abaqus afin de mieux comprendre le processus (ECAP).

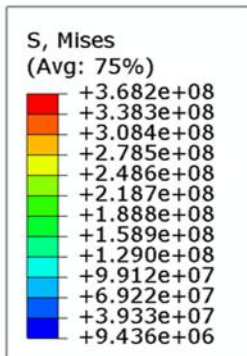
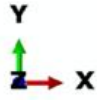
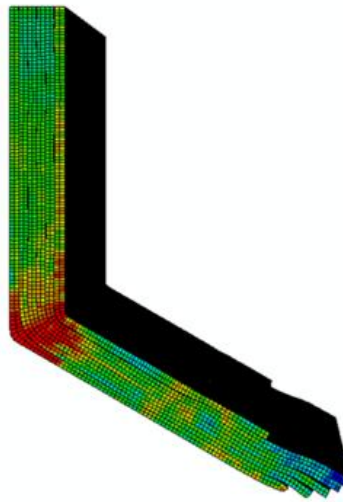
La simulation est utilisée pour fournir des informations directes sur l'évolution de la déformation plastique pendant l'ECAP des tôles d'acier DC04 multicouches. La déformation effective dans l'ECAP est régie par les angles internes et externes de la matrice, comme décrit par le critère d'Iwahashi-Ségal montré dans l'équation (1) [37].

Par conséquent, la vitesse du piston n'a qu'une influence minimale sur le processus de déformation. Cependant, une faible vitesse est utilisée pour obtenir une meilleure uniformité de la déformation. Des vitesses plus lentes favorisent une déformation plus homogène du matériau [8][38], mais nécessitent des temps de traitement plus longs. Dans notre cas, les dimensions réelles des différentes pièces et les conditions expérimentales ont été respectées. Les paramètres des propriétés mécaniques du matériau ont été dérivés des données expérimentales, l'écroutissage est introduit à l'aide du modèle de Hollomon  $\sigma = k \cdot \epsilon^n$  et le matériau est considéré comme isotrope. Étant donné que le piston et la filière ne se déforment pas et n'ont aucun effet sur l'état de contrainte de l'échantillon, ils sont considérés comme des corps rigides, définis comme des solides rigides discrets avec une taille de maille de 10 mm (type R3D4 : un quadrilatère rigide bilinéaire 3-D à 4 nœuds) ; les feuilles sont considérées comme des éléments d'extrusion solides déformables, avec une taille de maille fine de 1 mm (type C3D8R : une brique linéaire à 8 nœuds, intégration réduite, contrôle en sablier). Le coefficient de frottement 0,1 suivant la loi de frottement de Coulomb standard a été introduit et appliqué entre toutes les parties de la simulation (contact outil/tôle, contact tôle/tôle et contact outil/outil), cette valeur est celle de la littérature basée sur le travail d'Alateya et al [5], [39]–[41], ceci est dû à l'utilisation de la lubrification pendant le processus. Le déplacement du poinçon est de 115 mm. La figure III.3 illustre les tôles en sandwich se déplaçant dans le canal, fournissant une représentation du processus ECAP du début à la fin, y compris les résultats des contraintes de Von Mises de la procédure expérimentale.

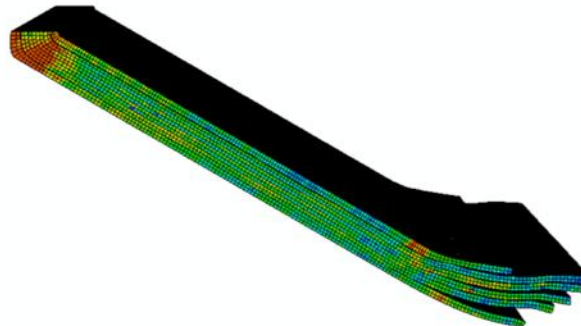


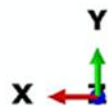
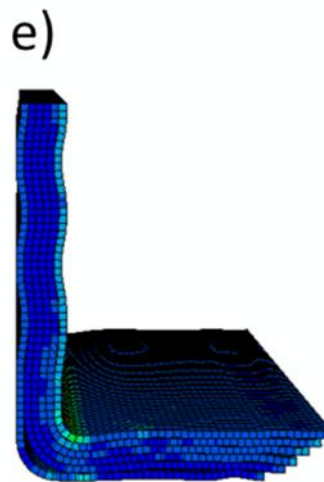
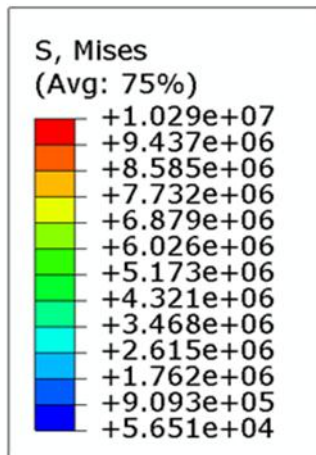
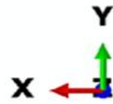
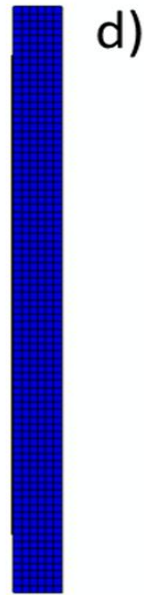
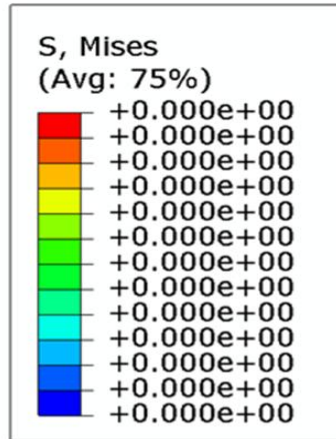


b)



c)





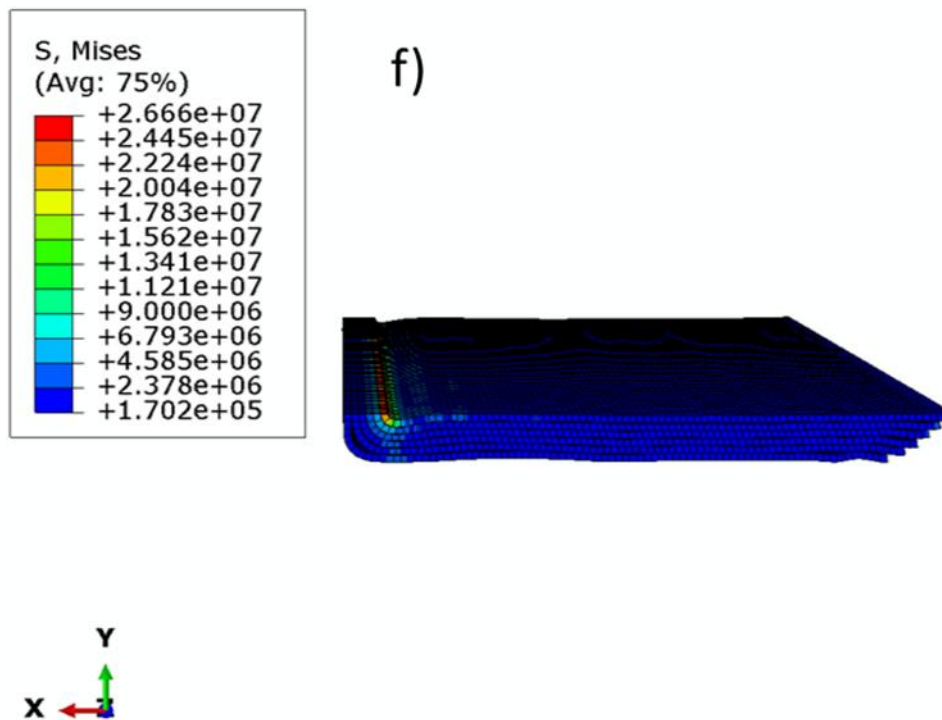


Figure III.3 : Simulation ECAP des tôles DC04 : a) état initial (120°), b) milieu de la simulation (120°), c) fin de la simulation (120°), d) état initial (90°), e) milieu de la simulation (90°), f) fin de la simulation (90°).

La figure III.4 présente en détail la distribution des contraintes dans le coude du canal pendant le processus ECAP. Elle montre clairement que les contraintes se concentrent principalement dans la tôle en contact avec l'angle intérieur de la matrice, tandis que les autres tôles sont moins affectées. Cette observation permet d'expliquer les variations mesurées dans les valeurs de microdureté entre la tôle S1 et les autres tôles, confirmant que les déformations les plus importantes se produisent dans la tôle S1. Ce phénomène est cohérent avec les comportements observés dans l'ECAP d'autres matériaux massifs [36], [37], [39]. Cependant, il est important de noter que la distribution des contraintes varie également en fonction de l'angle de la matrice. Pour l'angle de 120°, les contraintes sont plus importantes que pour l'angle de 90°. Cette différence s'explique par le fait que, dans le cas de l'angle de 90°, l'écartement des tôles au niveau du coude de la matrice est favorisé par l'angle aigu du coude, qui crée une diagonale plus grande. Cet écartement permet aux tôles, libres l'une par rapport à l'autre, de se déplacer indépendamment, ce qui dissipe les contraintes appliquées. La réduction de la concentration des forces au niveau de cet écartement diminue l'intensité de la déformation.

En revanche, pour l'angle de 120°, les tôles restent plus étroitement collées les unes aux autres, limitant ainsi la dissipation des contraintes et conduisant à une concentration plus élevée des déformations. La géométrie de la matrice et la nature des échantillons jouent donc un rôle crucial dans la répartition des contraintes et des déformations. Ainsi, la concentration plus importante des contraintes pour l'angle de 120° par rapport à l'angle de 90° met en évidence l'influence critique de la configuration de la matrice sur le processus de déformation. Conformément aux conclusions tirées des résultats de microdureté et de la simulation, il semble plus approprié de concentrer notre analyse exclusivement sur la première tôle (S1) de l'angle 120°, afin d'approfondir notre compréhension du phénomène.

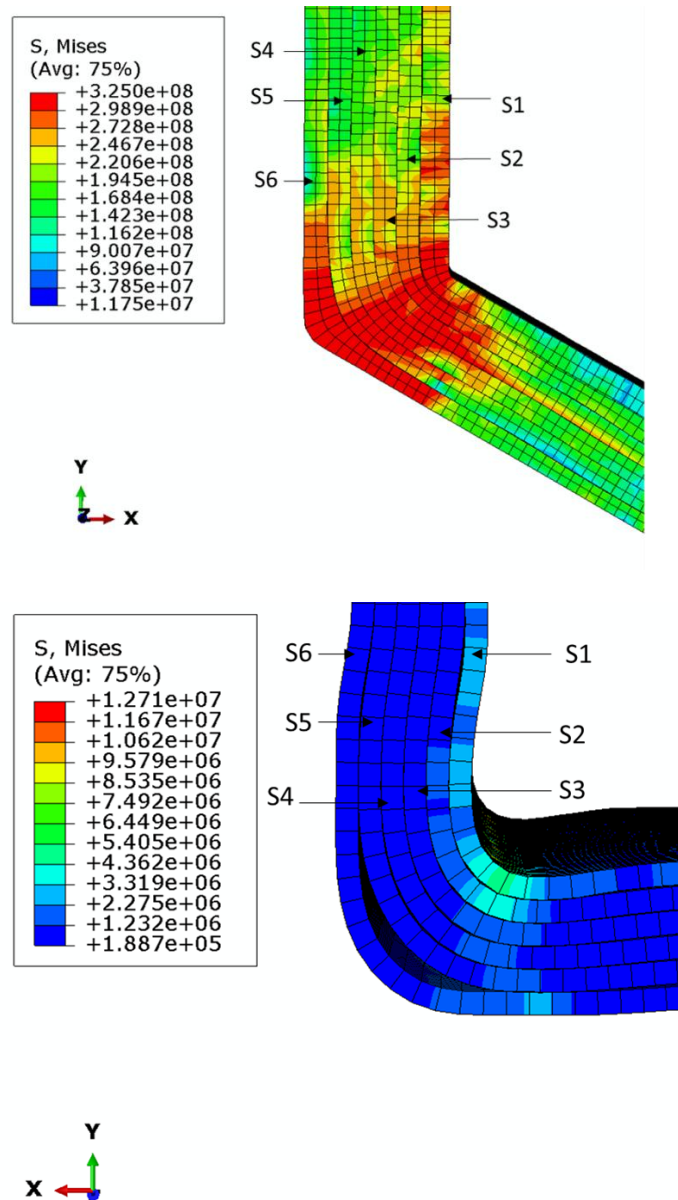


Figure III.4 : distribution des contraintes de V. Mises au cours de la simulation : a) angle 120°, b) angle 90°

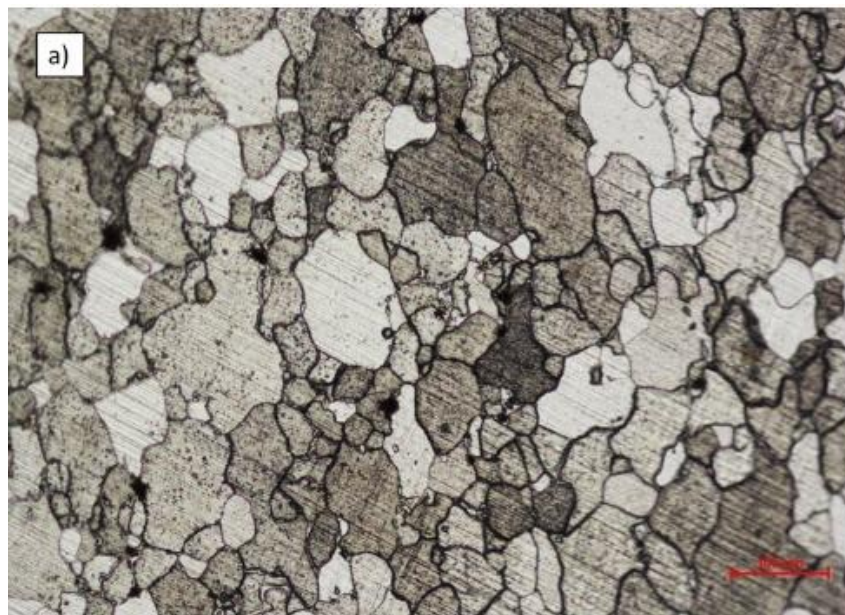
#### 4. Effet de l'ECAP sur la microstructure :

La figure III.5 illustre la microstructure de la tôle S1 avant et après ECAP pour l'angle de 120° et de 90°. Le sens de l'extrusion est montré avec la flèche. Les échantillons ont été prélevés au centre de la tôle, correspondant à l'emplacement G3P2 indiqué dans la figure II.10. L'observation au microscope optique révèle que, pour l'angle 120°, un affinement significatif des grains, accompagné d'une forte densité de joints de grains est observé (Fig. III.5.b). Ce phénomène, également rapporté par Fukuda et al. [7], M. Eddahbi et al. [9], et L. Wang et al. [26], confirme l'effet de l'ECAP sur la microstructure. Les micrographies optiques mettent en évidence des bandes de déformation, caractéristiques d'une déformation plastique sévère, typique du processus ECAP [10]. De plus, l'alignement des grains allongés le long de la direction de cisaillement suggère la formation d'une texture spécifique [27]. Pour l'angle de 90°,

un léger affinement des grains ainsi qu'une texture moins prononcée sont observés par rapport à l'angle de 120°. Cette différence peut s'expliquer par la dissipation des contraintes qui se produit lors de l'ECAP avec un angle de 90°.

Ce raffinement des grains résulte de la déformation plastique sévère générée lors du passage à travers la matrice ECAP. La ferrite subit une subdivision progressive des parois de dislocation, un processus où les dislocations s'organisent en structures fines et se fragmentent sous l'effet de la déformation plastique sévère. Ce phénomène est facilité par l'activation de multiples systèmes de glissement, qui permettent une répartition homogène de la déformation dans le matériau. En conséquence, les grains initiaux se fragmentent en grains plus petits et plus homogènes [42][22][38][39]. La transformation d'une microstructure initiale à gros grains en une distribution de grains plus fine et homogène après ECAP est clairement démontrée par les micrographies optiques, soulignant l'efficacité du procédé pour modifier la microstructure du matériau.

Après avoir effectué des analyses microstructurales et des mesures de microdureté, nous avons choisi de continuer la recherche en mettant l'accent uniquement sur l'angle de 120°. Cette décision découle du constat que l'angle de 90° n'a pas entraîné une hausse notable de la microdureté, dû à l'atténuation des tensions et de la déformation moins marquée qui s'ensuit. Par contre, un angle de 120° a montré une augmentation significative de la microdureté, associée à un raffinement plus important des grains et une texture plus prononcée. Par conséquent, les études suivantes se sont concentrées sur l'angle de 120°, dans le but d'utiliser pleinement son potentiel pour améliorer les caractéristiques des tôles traitées.



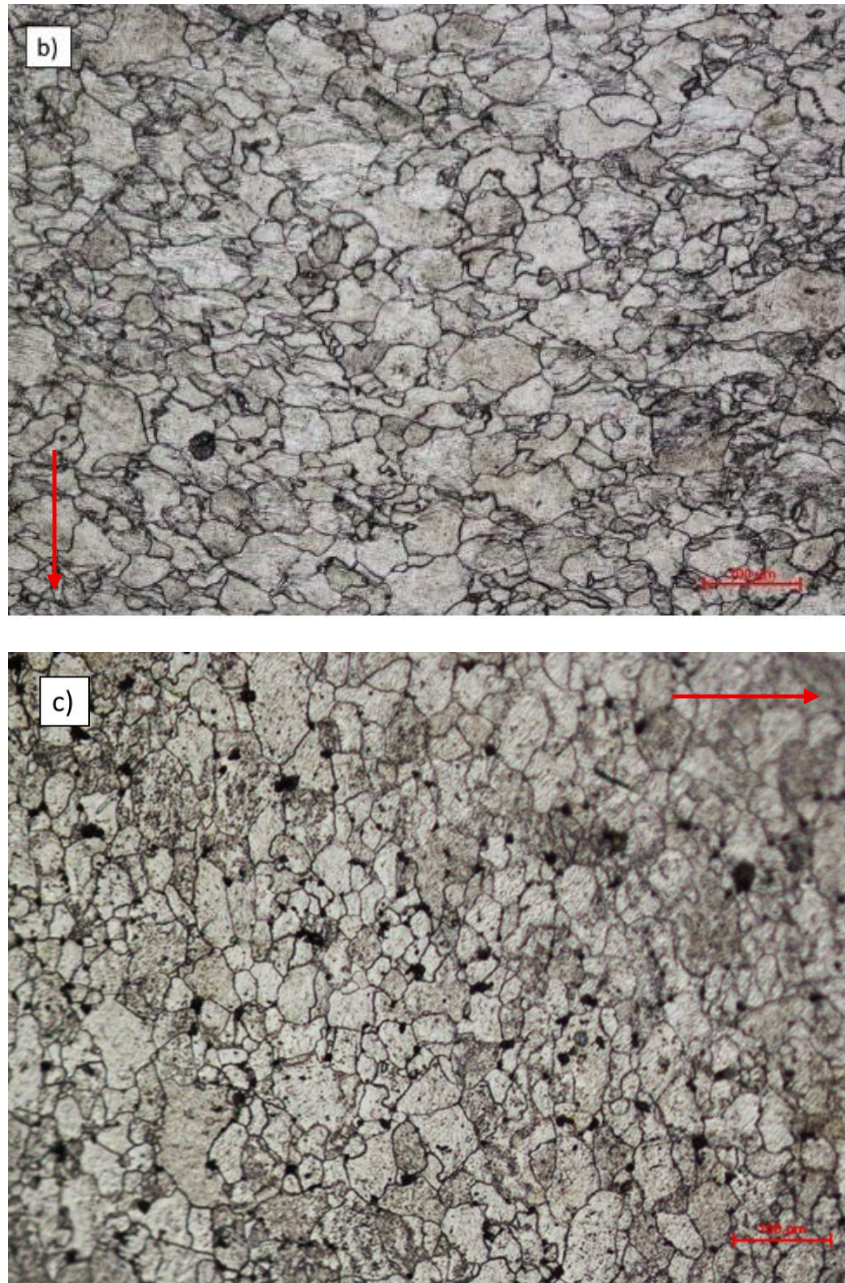
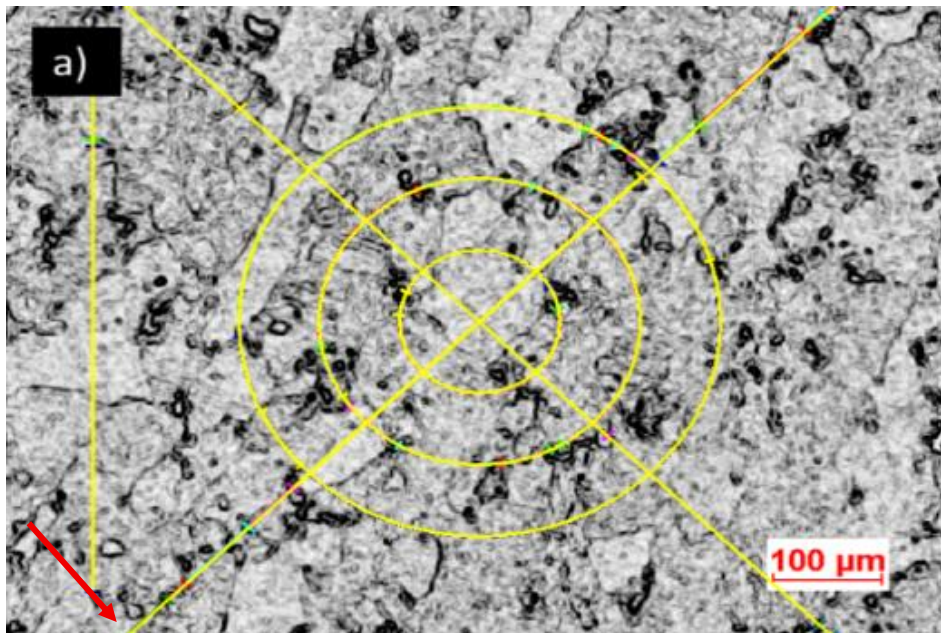


Figure III.5 : Microstructure de la feuille (x100) : a) avant ECAP ; b) S1 après ECAP (120°) ; c) S1 après ECAP (90°)

La méthode d'interception est une technique utilisée pour déterminer la taille des grains dans les matériaux cristallins, reposant sur la mesure des distances entre les points d'intersection de lignes tracées sur une image microscopique du matériau. Ces lignes, souvent de forme croix ou cercle, sont disposées sur l'échantillon avant et après un traitement mécanique tel que l'ECAP. Les points d'intersection entre les lignes et les joints de grains, qui délimitent les zones cristallines, permettent de mesurer les longueurs d'interception, c'est-à-dire les distances entre deux points où les lignes croisent un joint de grain. Ces mesures fournissent une estimation directe de la taille des grains. Une analyse statistique des longueurs d'interception permet d'obtenir une distribution des tailles des grains, donnant ainsi une vue d'ensemble sur l'évolution de la microstructure du matériau sous l'effet du traitement appliqué.

Dans le cadre de cette étude, la méthode a été utilisée avant et après ECAP pour quantifier

l'impact de ce procédé sur la réduction de la taille des grains. La figure III.6 illustre la méthode d'interception appliquée, tandis que les résultats sont résumés dans le tableau III.1. Avant le traitement ECAP, la distribution des longueurs d'interception (figure III.6.a) s'étend jusqu'à 600  $\mu\text{m}$ , avec 70 % des longueurs concentrées entre 0 et 150  $\mu\text{m}$ , indiquant des grains relativement grands et une distribution étendue des tailles. Après traitement ECAP, une réduction marquée de la taille des grains est observée (figure III.6.b), avec 80 % des longueurs d'interception maintenant concentrées entre 10 et 60  $\mu\text{m}$  et une distribution ne dépassant plus 120  $\mu\text{m}$ . Cette évolution démontre une réduction significative de la taille des grains et une homogénéisation de la microstructure, caractéristiques typiques de l'ECAP. Les résultats obtenus par la méthode d'interception, présentés dans le tableau 3, indiquent une réduction d'environ 70 % de la longueur des intersections entre les joints de grains après traitement ECAP. Cette réduction, confirmée par les micrographies (figure III.5), souligne l'affinement de la taille des grains, ce qui est en accord avec les résultats de la littérature, qui montrent également que l'ECAP entraîne un affinement substantiel de la microstructure et améliore les propriétés mécaniques du matériau [24], [45]. En conclusion, la méthode d'interception s'avère être un outil efficace pour quantifier les changements dans la taille des grains et leur distribution après traitement thermomécanique, fournissant ainsi une évaluation précise de l'impact de l'ECAP sur la microstructure du matériau, ce qui contribue à l'amélioration de ses propriétés mécaniques.



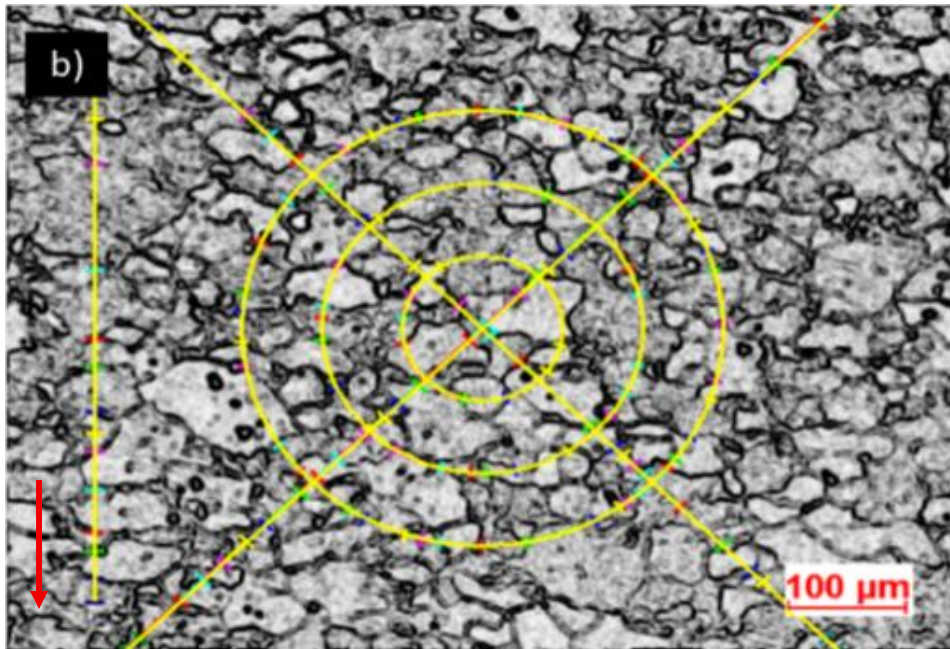


Figure III.6 : Méthode d'interception (x100) : a) avant ECAP ; b) S1 après ECAP 120°.

Tableau III.1 Longueur de l'intersection entre les joints de grains et l'interception linéaire moyenne dans la méthode de l'interception.

	Longueur d'intersection entre les joints de grains ( $\mu\text{m}$ )		Interception linéaire moyenne ( $\mu\text{m}$ )	
	Avant ECAP	S1 Après ECAP	Avant ECAP	S1 Après ECAP
<b>Minimum</b>	6.8	8.2		
<b>Maximum</b>	591.7	114.1	132.11	38.56
<b>Moyen</b>	132.1	38.6		



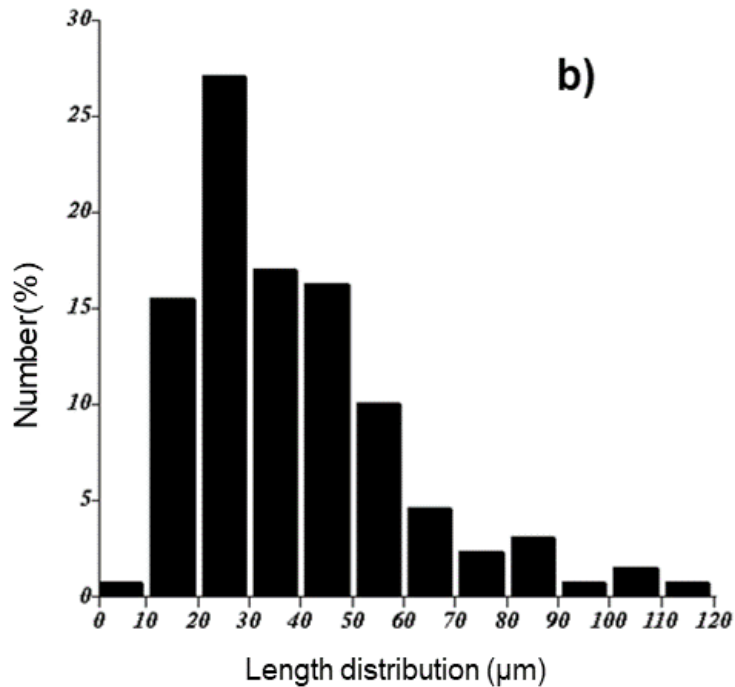


Figure III.7 : Distribution des longueurs : a) Avant ECAP, b) S1 après ECAP.

### 5. Analyse par diffraction des rayons X (DRX) :

La figure III.8.a présente les diagrammes de diffraction des rayons X (XRD) des tôles avant et après le traitement par ECAP. Les deux diagrammes révèlent trois pics distincts à des angles ( $2\theta$ ) de  $44,9^\circ$ ,  $65,2^\circ$  et  $82,5^\circ$ , correspondant respectivement aux plans cristallographiques (110), (200) et (211) du groupe spatial  $Im-3m$ . Ces pics sont associés à la structure cristalline cubique centrée (phase  $\alpha$ ), confirmant que l'ECAP n'a pas induit de changement de phase dans la tôle d'acier DC04. Cela indique que la déformation plastique sévère appliquée lors de l'ECAP a principalement affecté la microstructure sans altérer la phase cristalline de base.

La figure III.8.b montre les valeurs mesurées de la largeur complète à la moitié du maximum (FWHM) pour le pic principal à  $2\theta = 44,9^\circ$ . Comparé à l'échantillon avant ECAP, la FWHM du pic après ECAP est significativement plus élevée. Cette augmentation de la FWHM est un indicateur clair de la réduction de la taille des grains, résultant de la déformation plastique intense subie lors du processus ECAP[35], [46]. Ces résultats corroborent les observations microstructurales et les mesures de microdureté, confirmant que l'ECAP induit un affinement des grains et une homogénéisation de la microstructure, sans pour autant modifier les phases cristallines du matériau.

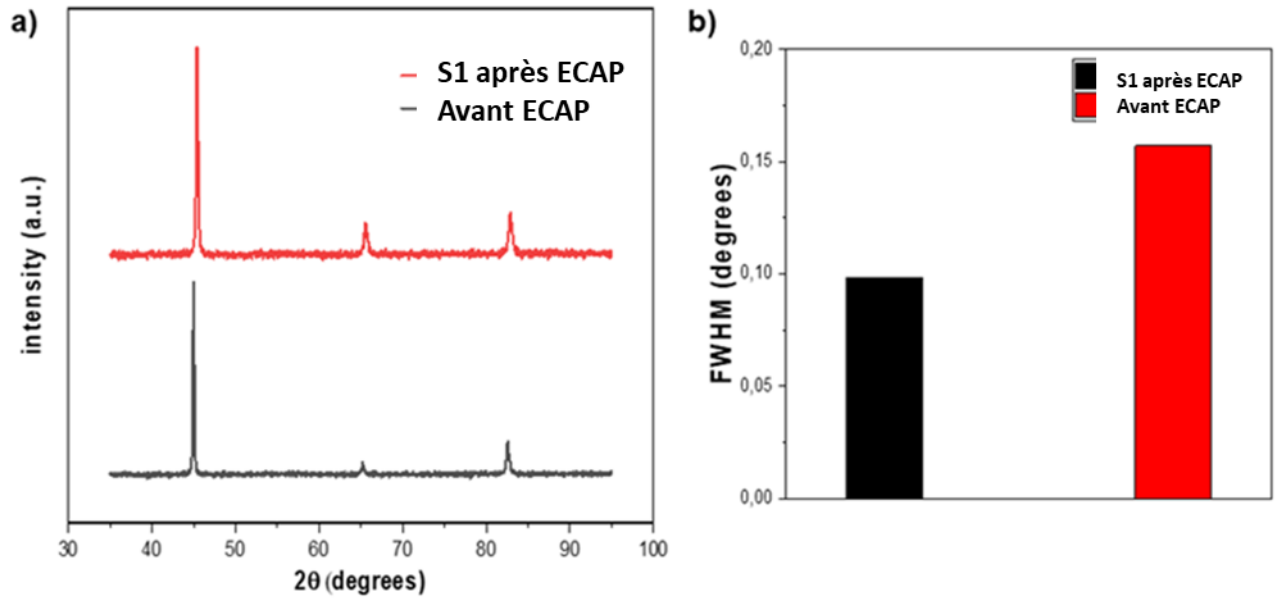


Figure III.8 : a) Résultats diffraction des rayons X avant et après ECAP ; b) valeurs FWHM.

## 6. Effet de l'ECAP sur les propriétés mécaniques :

Dans le cadre de cette étude, l'essai de traction est réalisé afin d'évaluer l'influence du procédé ECAP sur les propriétés mécaniques de l'acier DC04, en particulier la résistance mécanique et la ductilité. La figure III.9 présente les graphiques de traction des échantillons avant et après l'ECAP. Les résultats des essais de traction sont indiqués dans le tableau III.2.

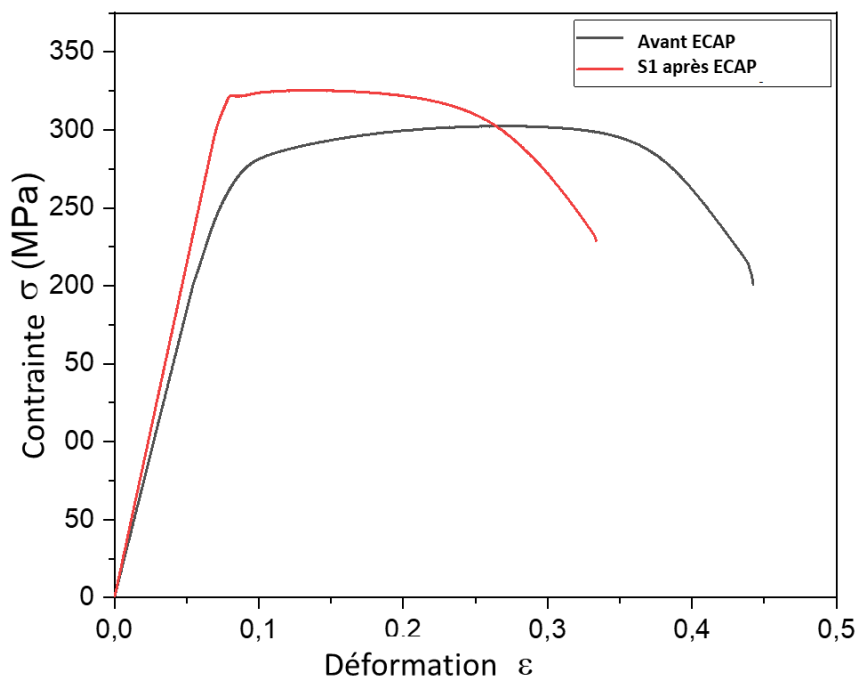


Figure III.9 : Courbes contrainte-déformation avant et après ECAP pour S1.

Tableau III.2 Différence de propriétés mécaniques avant et après ECAP pour S1.

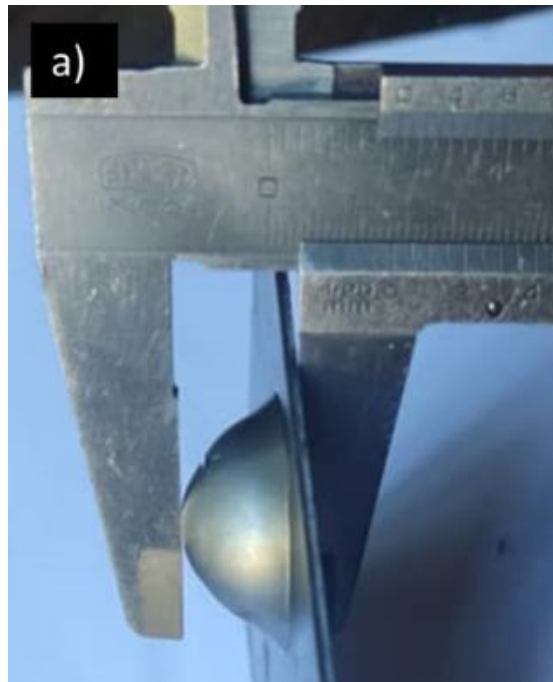
Propriétés	Re /MPa	Rm /MPa	A%	n	K
Avant ECAP	267	300	37	0.23	478.6
S1 après ECAP	320	325	27	0.12	532.8

Le tableau III.2 met en évidence une amélioration significative des propriétés mécaniques après le traitement par ECAP. On observe une augmentation de 20 % de la limite d'élasticité (Re) et de 8,3 % de la résistance maximale (Rm). En revanche, une réduction significative de la ductilité a été constatée, avec une diminution de 27 % de l'allongement à la rupture (A%), ainsi qu'une baisse de 52,17 % du coefficient d'érouissage (n). Ces tendances sont cohérentes avec les comportements rapportés dans la littérature[22][33][42].

Ces changements peuvent être attribués à plusieurs facteurs microstructuraux, notamment la diminution de la taille des grains et l'augmentation de la densité de dislocations induites par la déformation plastique sévère lors de l'ECAP [48]. L'affinement des grains, confirmé par les analyses de diffraction des rayons X et les observations microstructurales, contribue à renforcer le matériau en augmentant la résistance mécanique. Parallèlement, l'accumulation des dislocations et la formation de sous-structures (comme les parois de dislocation) limitent la ductilité et l'allongement, expliquant ainsi la réduction des valeurs de A% et n. Ces résultats soulignent l'impact de l'ECAP sur l'équilibre entre résistance et ductilité, un aspect crucial pour les applications industrielles nécessitant des matériaux à haute performance.

#### 7. Effet de l'ECAP sur l'emboutissabilité :

La figure III.10 montre la méthode de mesure de la profondeur de déformation des échantillons après le test d'Ericksen à l'aide d'un pied à coulisse. La figure III.11 montre la fissure dans les tôles après l'essai d'Ericksen. Le tableau 4 présente les résultats de l'essai d'Ericksen.



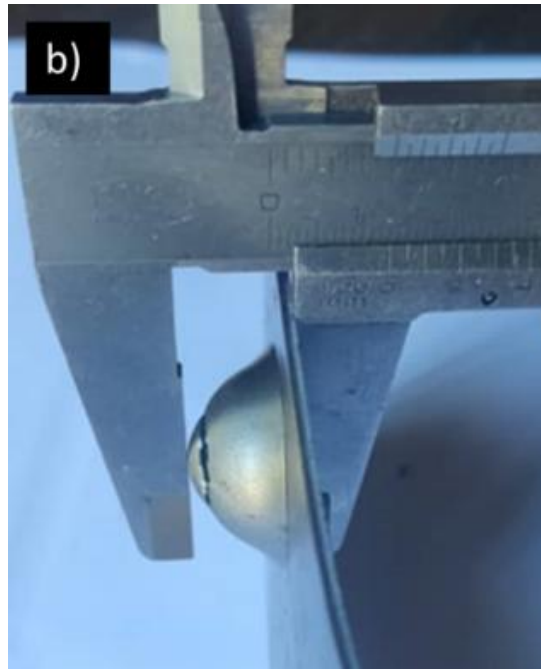


Figure III.10 : Méthode de mesure de la profondeur de déformation de la cupule : a) avant ECAP ; b) après ECAP.





Figure III.11 : Fissuration de la plaque après le test d'Erichsen : a) avant ECAP ; b) après ECAP

Tableau III.4 Résultats du test d'Erichsen

	Epaisseur initiale de la tôle d'acier /mm	Profondeur de la coupelle/mm	la IE moyen /mm	Charge /KN
<b>Avant ECAP</b>	1.5	13.3	11.8	12.3
<b>S1 après ECAP</b>	1.5	12.1	10.6	14.2

Après le traitement par ECAP, une diminution de 10,2 % de l'indice d'Erichsen (IE) a été observée. Cette réduction est cohérente avec les résultats des essais de traction, qui ont également montré une diminution de la ductilité et du coefficient d'érouissage ( $n$ ) de plus de 50 %. Malgré cette réduction, il est important de noter que les tôles ont conservé une bonne aptitude à l'emboutissage. La figure III.11 confirme cette observation en révélant la présence de fissures concentriques dans les tôles, qu'elles aient été soumises ou non à l'ECAP. Ces fissures servent d'indicateur secondaire de l'aptitude du matériau à l'emboutissage après ECAP [49]. Cependant, cette aptitude semble ne pas être directement corrélée au coefficient d'érouissage ( $n$ ), qui ne semble donc pas être un indicateur fiable de la formabilité dans ce contexte.

La réduction de l'indice d'Erichsen (IE) peut être attribuée à l'allongement des grains observé au microscope optique. Ces grains allongés, ainsi que les joints de grains associés, agissent comme des sites préférentiels pour l'initiation et la propagation des fissures lors des processus d'emboutissage, ce qui explique la diminution de la formabilité [23]. Cette observation contraste avec les résultats des essais de traction, où l'affinement des grains conduit généralement à une amélioration de la résistance et de la ductilité. Cette divergence s'explique par la nature différente des sollicitations mécaniques : les essais de traction impliquent des contraintes uniaxiales, tandis que l'emboutissage met en jeu des contraintes multiaxiales complexes, qui mettent en évidence les faiblesses microstructurales introduites par l'allongement des grains.

Des résultats similaires ont été rapportés par Saray et al. [50] dans leur étude sur la formabilité des aciers sans interstitiel (IF). Ils ont observé que les techniques de déformation plastique sévère (SPD), comme l'ECAP, améliorent les propriétés de traction tout en réduisant la

formabilité mesurée par l'essai d'Erichsen [35]. Cette différence s'explique par le fait que l'ECAP, bien qu'il affine considérablement la structure des grains et améliore la résistance, entraîne souvent une diminution de la ductilité. Cette réduction peut être attribuée à plusieurs facteurs microstructuraux, notamment l'allongement des grains, la densité élevée de dislocations et la présence de joints de grains non équilibrés [22], [43], [44]. Ces facteurs limitent la capacité du matériau à supporter une déformation plastique supplémentaire, ce qui se traduit par une réduction de la formabilité dans des conditions de sollicitations multiaxiales, comme celles rencontrées lors de l'emboutissage.

En résumé, bien que l'ECAP améliore les propriétés de traction grâce à l'affinement des grains et à l'augmentation de la densité de dislocations, il peut réduire la formabilité mesurée par l'indice d'Erichsen en raison de l'allongement des grains et des contraintes multiaxiales complexes. Cela souligne l'importance de considérer à la fois les propriétés de traction et les essais de formabilité pour évaluer pleinement les performances des matériaux traités par ECAP.

### **8. Surfaces et sous-surfaces après l'essai d'Erichsen.:**

La figure III.12 illustre les différentes zones de déformation que les tôles ont subies après les essais d'Erichsen. On observe que le processus d'emboutissage a généré la formation de trois zones clairement délimitées, désignées respectivement comme zone A, zone B et zone C, chacune présentant une morphologie de surface distincte. Les morphologies de surface sont similaires pour les deux échantillons (avec et sans ECAP), comme le montrent les figures III.12.a et III.12.b.

- Zone A : Cette zone se forme sous l'effet des forces de frottement entre le poinçon et la tôle. Elle présente une surface relativement lisse, résultant du contact direct et du glissement entre le poinçon et le matériau.
- Zone B : Cette zone est étirée sous l'influence de charges de traction biaxiale. Elle présente la surface la plus rugueuse, en raison de la concentration des bandes de déformation et de la déformation plastique intense qui y est localisée.
- Zone C : Cette zone est déformée sous l'effet de charges de flexion biaxiale. Elle présente une surface lisse, indiquant qu'elle ne subit pas de déformation plastique significative.

Ces observations sont cohérentes avec les résultats détaillés par Saray et al. [50], qui ont également étudié les mécanismes de déformation lors des essais d'Erichsen. La présence de ces trois zones distinctes met en évidence les différents modes de sollicitation mécanique (frottement, traction biaxiale et flexion) qui interviennent lors de l'emboutissage, et souligne l'importance de la répartition des contraintes dans la formabilité des tôles. Ces résultats fournissent des insights précieux pour comprendre le comportement des matériaux sous des conditions de déformation complexes, comme celles rencontrées dans les procédés industriels d'emboutissage.

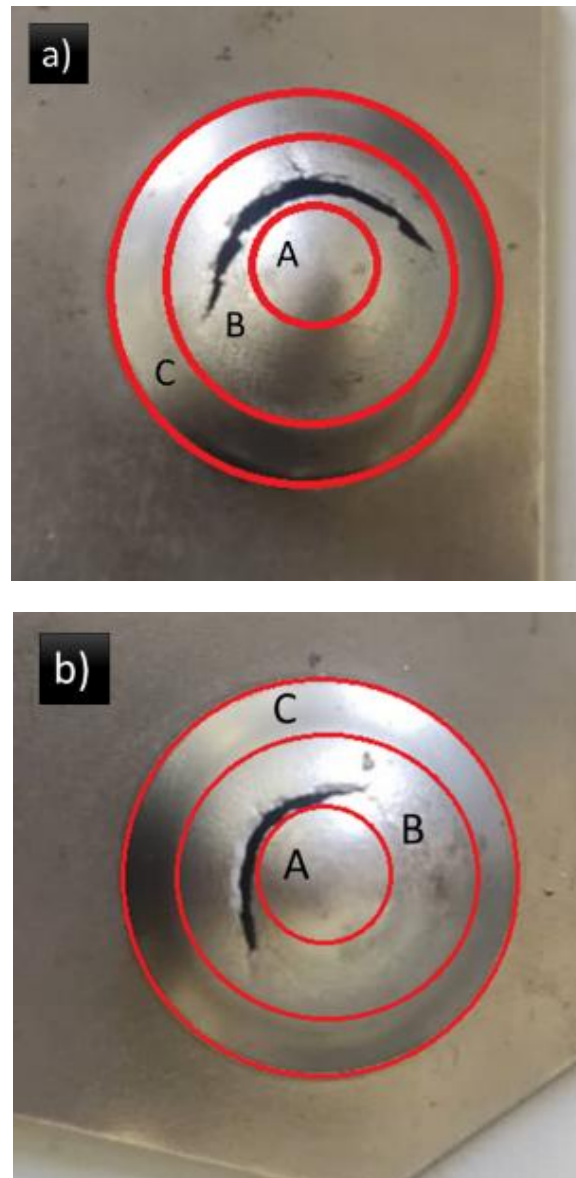
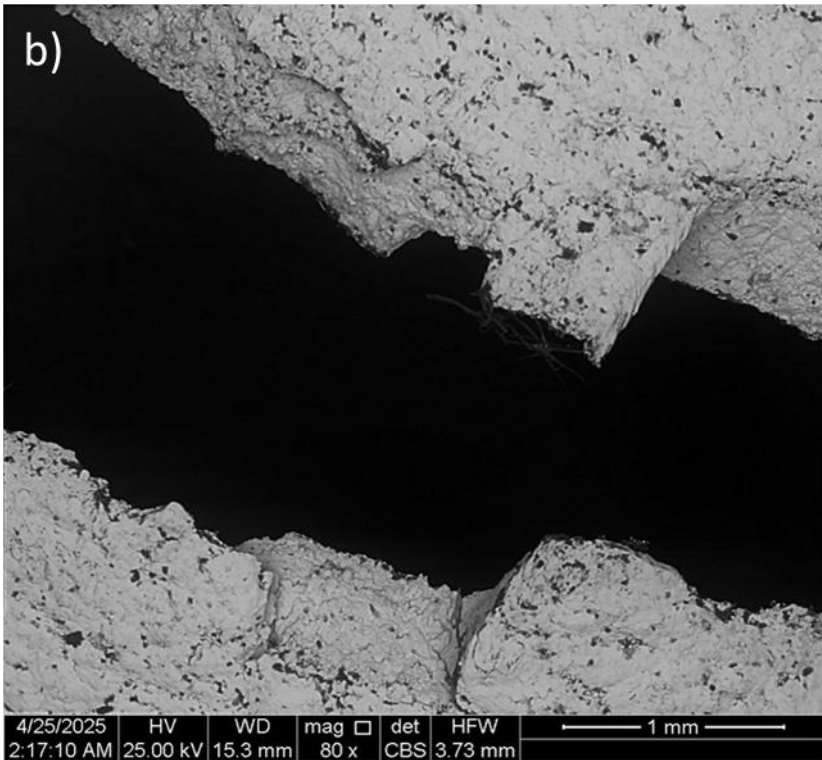
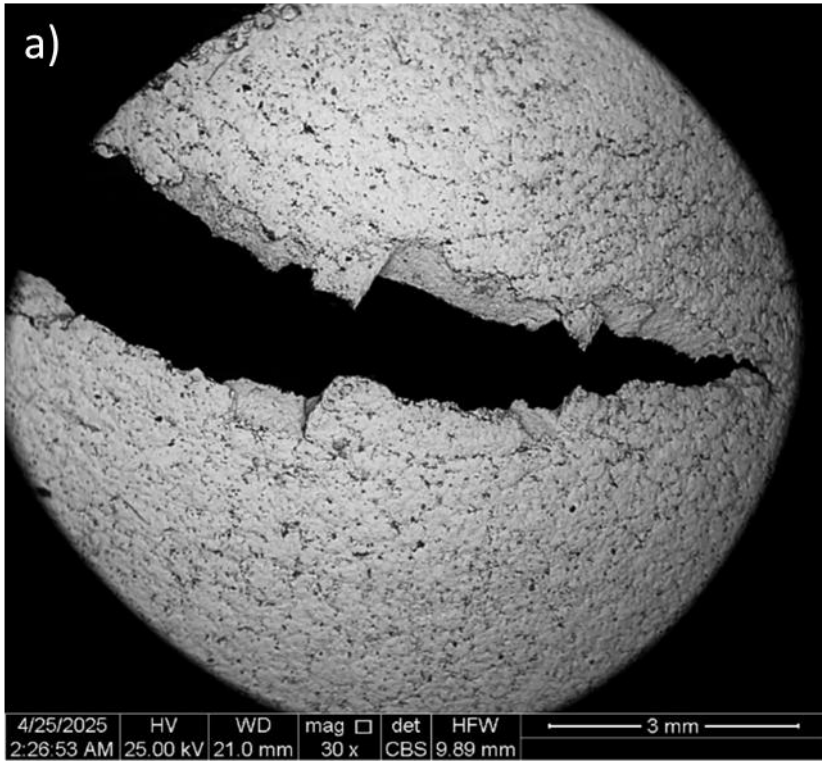


Figure III.12 : Différentes zones de déformation subies par les tôles après les essais d'Erichsen : a) avant ECAP, b) S1 après ECAP.

### 9. Observation au microscope électronique à balayage (MEB) :

Les figures III.13 et III.14 montrent les résultats de l'observation au MEB de la tôle S1 de l'angle du coude 120°, avant et après ECAP respectivement. La figure III.13 illustre l'allure du faciès de rupture de la tôle DC04 avant ECAP à différents grossissements. On constate clairement des cupules de grandes tailles typiques d'une rupture ductile ; ces cupules confirment que la tôle a subi un allongement important avant la rupture. La figure III.14, quant à elle, illustre l'allure du faciès de rupture de la tôle S1 après ECAP. On y observe peu de cupules, de taille plus fine et suggérant une rupture moins ductile. Ce changement du faciès de rupture peut être expliqué par l'affinage des grains lors de l'ECAP.

Ces résultats sont en cohérence avec ceux obtenus en amont (diminution de l'indice Erichsen et de l'allongement plastique après ECAP).



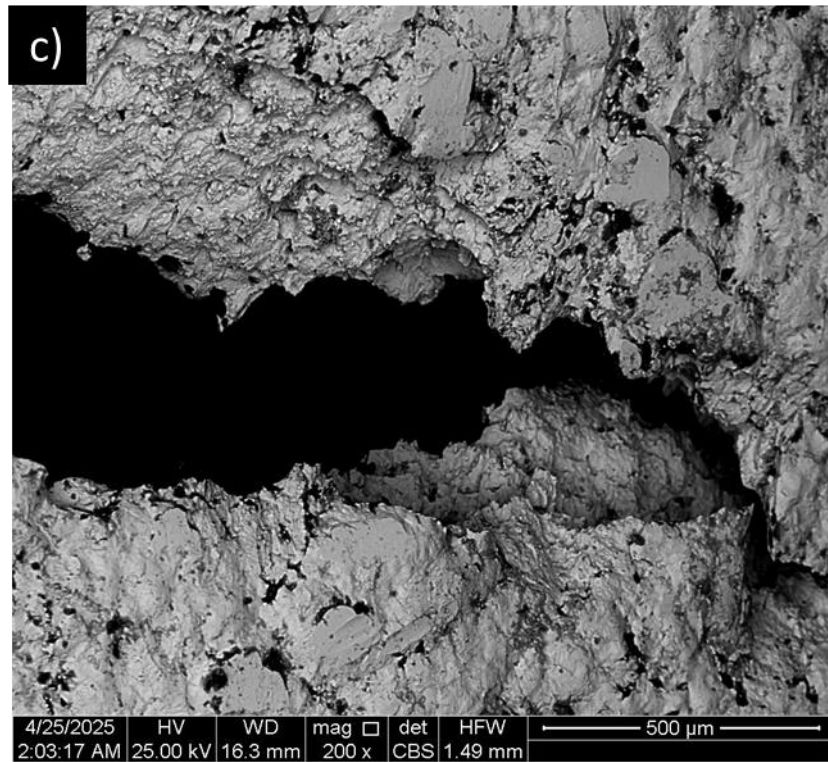
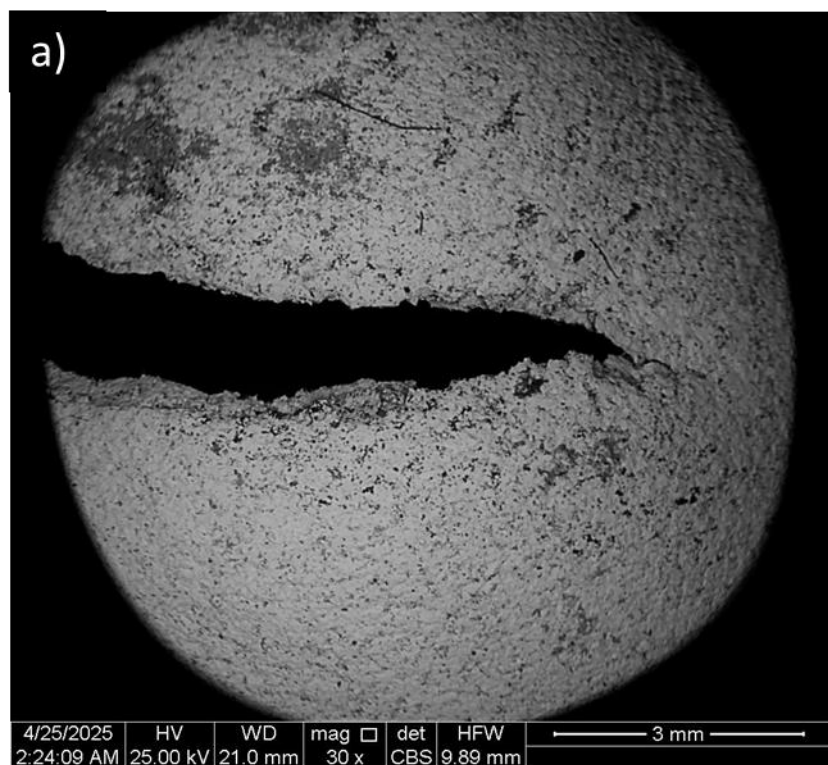


Figure III.13 : Observation au MEB de la zone de rupture suite à l'essai ERICHSEN de la tôle DC04 avant ECAP : a) x30, b)x80 et c)x200



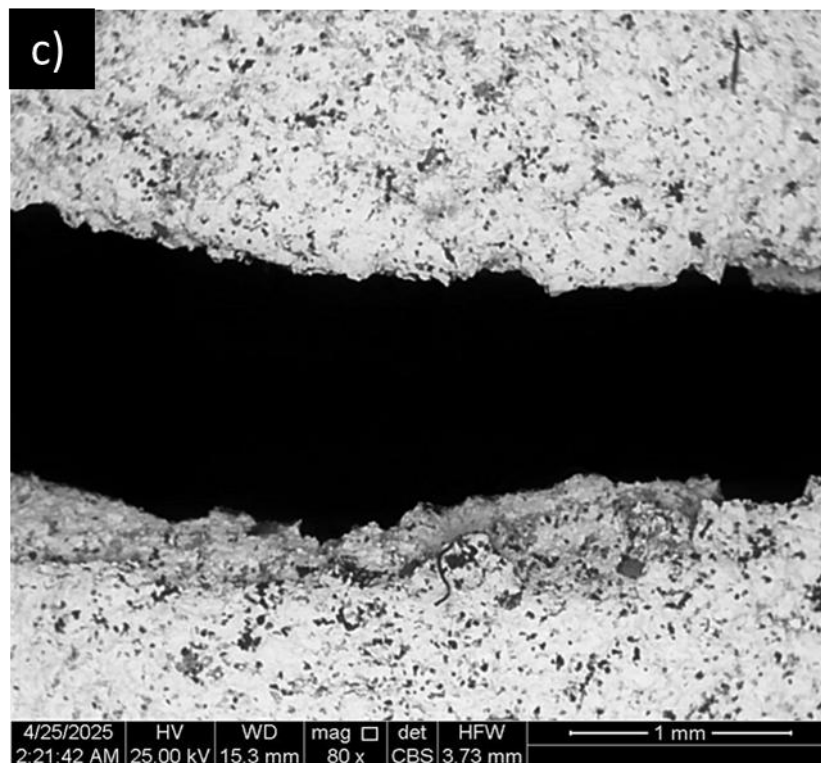
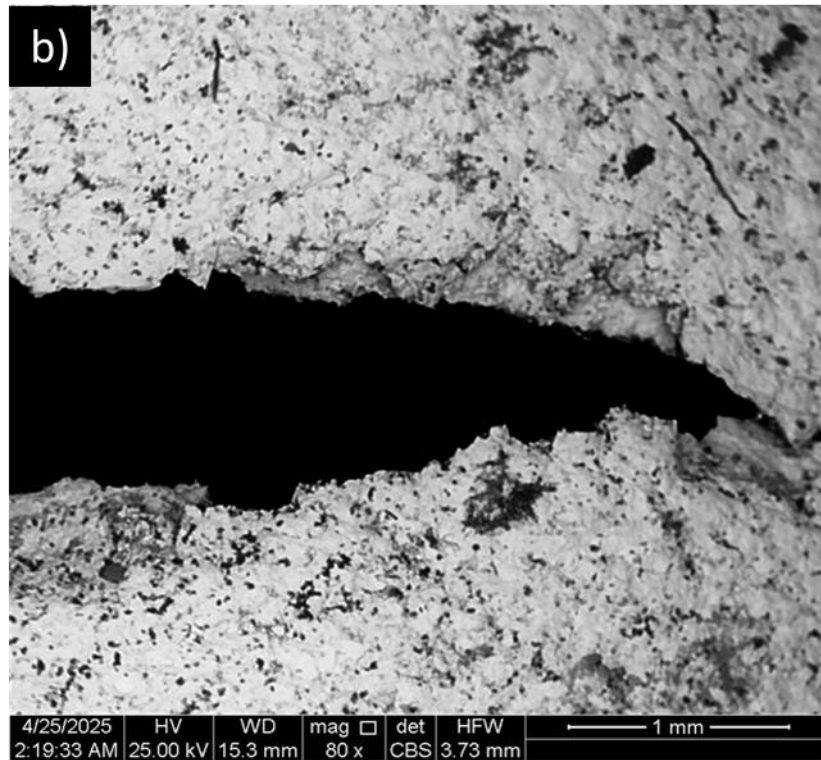


Figure III.14 : Observation au MEB de la zone de rupture suite à l'essai ERICHSEN de la tôle DC04 après ECAP : a) x30, b) x80 et c) x80

## 10. Simulation de l'essai Erichsen :

La simulation numérique des essais d'Erichsen a été réalisée à l'aide du logiciel Abaqus afin d'analyser la concentration des déformations au cours de ces essais, avant et après le traitement par ECAP. Dans ce modèle de simulation, les composants suivants ont été pris en compte :

- La matrice, le porte-flan et le poinçon ont été modélisés comme des éléments rigides, représentés par des solides rigides discrets.
- Les tôles ont été modélisées comme des éléments déformables isotropes, utilisant une approche en coque solide déformable.

Le maillage des parties rigides (outils) a été défini par le type R3D4 (quadrilatère rigide bilinéaire 3D à 4 nœuds), tandis que les tôles ont été maillées avec des éléments de type S4R (coque bilinéaire à 4 nœuds avec intégration réduite). Le déplacement du poinçon dans la matrice a été fixé à 40 mm, correspondant aux conditions expérimentales.

Le choix de la force de maintien du flan et du coefficient de frottement a été basé sur des études antérieures [1], qui ont permis de trouver un équilibre entre ces deux paramètres. Pour cette simulation, la force de maintien appliquée a été fixée à 1,3 kN, une valeur mesurée directement par la machine d'essai Erichsen. Le coefficient de frottement entre les outils et la tôle a été supposé être de 0,15, en tenant compte des dimensions et des conditions expérimentales utilisées.

Les résultats de la simulation, illustrés dans la figure III.15, montrent une concentration de déformation similaire dans les deux tôles (avant et après ECAP). Les déformations les plus importantes sont localisées dans la zone B, qui correspond au point de rupture observé lors des essais expérimentaux (figure III.12). Des déformations plus faibles sont enregistrées dans la zone A, tandis que des déformations négligeables sont observées dans la zone C. Ces résultats sont en parfait accord avec les observations expérimentales, confirmant la validité du modèle de simulation et mettant en évidence la répartition des déformations lors des essais d'Erichsen.

Cette simulation permet de mieux comprendre les mécanismes de déformation et de rupture des tôles sous sollicitations multiaxiales, tout en validant les résultats expérimentaux obtenus. Elle souligne également l'importance de la zone B comme zone critique dans les processus d'emboutissage, où la concentration des déformations conduit à la rupture du matériau.

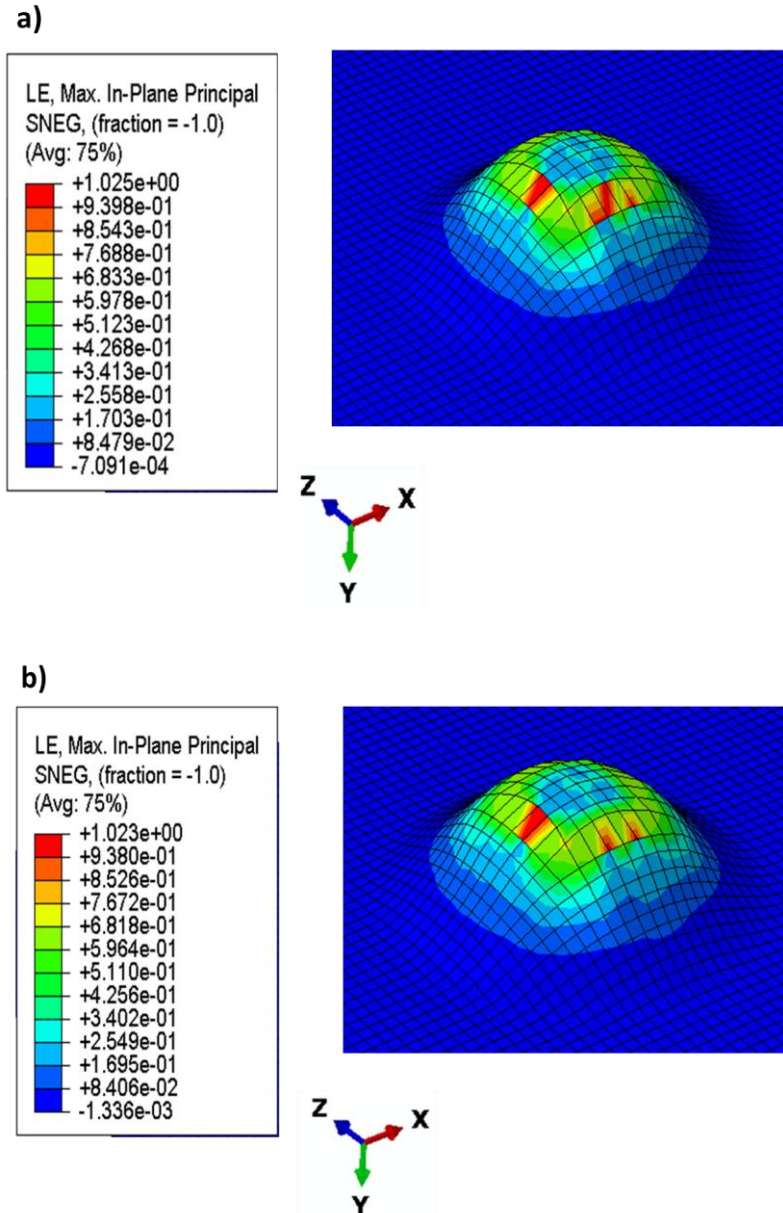


Figure III.15 : Simulation des essais d'Erichsen des tôles : a) avant ECAP, b) S1 après ECAP.

Le graphique de la déformation réelle en fonction de l'épaisseur a été tracé pour les deux scénarios (avant et après ECAP), en se concentrant sur le nœud présentant la déformation la plus élevée dans chaque simulation. Ce graphique est présenté dans la figure III.16. Les résultats montrent que la déformation de la tôle S1 après ECAP commence plus tard que celle de la tôle dans son état initial (telle qu'elle a été reçue), comme en témoigne la réduction initiale plus lente de l'épaisseur. Cependant, la tôle S1 atteint une épaisseur de 0 mm (point de rupture) à une déformation plus faible, ce qui indique un début de fissuration plus précoce.

Ces résultats de simulation sont en parfait alignement avec les observations expérimentales, qui montrent une réduction du facteur d'indice d'Erichsen (IE) après ECAP. Cette réduction de l'IE reflète une diminution de la formabilité de la tôle après le traitement par ECAP, malgré l'amélioration de ses propriétés de résistance mécanique. La fissuration plus précoce observée dans la simulation confirme que la tôle traitée par ECAP est moins capable de supporter des déformations plastiques importantes sous des conditions de sollicitations multiaxiales, comme

celles rencontrées lors des essais d'Erichsen.

Ces résultats mettent en évidence l'impact de l'ECAP sur l'équilibre entre résistance mécanique et formabilité, soulignant que l'affinement des grains et l'augmentation de la densité de dislocations, bien qu'ils améliorent la résistance, peuvent réduire la capacité du matériau à se déformer de manière homogène sous des charges complexes. Cette analyse approfondie, combinant simulations numériques et résultats expérimentaux, fournit des insights précieux pour optimiser les procédés de déformation plastique sévère comme l'ECAP, en tenant compte à la fois des gains en résistance et des pertes en formabilité.

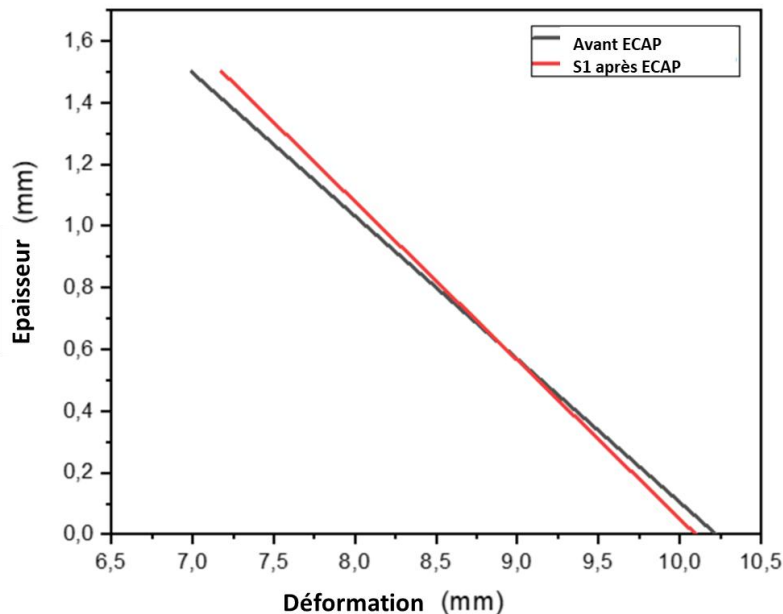


Figure III.16 : courbe déformation réelle/épaisseur pour la tôle avant ECAP et S1 après ECAP

### 3.9 Courbes charge-déplacement lors des essais d'Erichsen :

La figure III.17 illustre la courbe charge-déplacement du poinçon lors de l'emboutissage pour les deux tôles (avant et après ECAP pour S1), telle qu'elle a été obtenue par simulation. Les résultats montrent que la charge maximale du poinçon requise pour déformer la tôle S1 après ECAP (14,103 kN) est supérieure à celle nécessaire pour déformer la tôle avant ECAP (12,103 kN). Cette charge maximale est indiquée par le point a sur la courbe. Cette augmentation de la charge peut être attribuée à l'homogénéisation de la microstructure résultant de l'affinement des grains et à l'augmentation de la microdureté après ECAP, comme l'ont également confirmé Ciemiorek et al. [51].

Au-delà du point de charge maximale, on observe une réduction de la charge de poinçonnage, qui correspond à l'initiation et à la propagation de fissures dans la tôle. Cette réduction de la charge permet de mieux comprendre le mécanisme de rupture de la tôle pendant l'emboutissage [52]. En comparant les segments a-c (avant ECAP) et b-c (S1 après ECAP), on constate que la réduction de la charge de poinçonnage est plus rapide après ECAP. Cela indique que le comportement de la tôle après ECAP est moins ductile, en raison de l'augmentation de la microdureté et de la densité de dislocations, qui limitent la capacité du matériau à se déformer plastiquement avant la rupture.

Ces résultats de simulation sont en bonne corrélation avec les résultats expérimentaux, confirmant que l'ECAP améliore la résistance mécanique de la tôle tout en réduisant sa ductilité. Cette analyse met en évidence l'impact de l'ECAP sur l'équilibre entre résistance et ductilité, un aspect crucial pour les applications industrielles nécessitant des matériaux à haute performance. Elle souligne également l'importance de considérer à la fois les propriétés de traction et les essais de formabilité pour évaluer pleinement les performances des matériaux traités par ECAP.

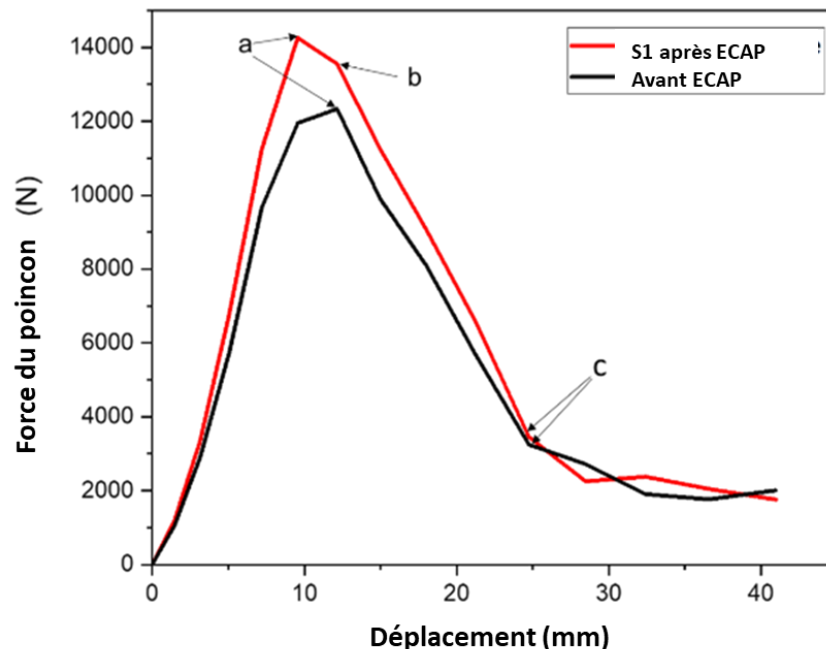


Figure III.17: Représentation de la courbe Charge du poinçon (N) - Déplacement (mm).

## 11. Conclusion :

Ce chapitre a permis d'étudier l'effet du traitement par extrusion coulée à aires égales (ECAP) sur les propriétés mécaniques, microstructurales et l'emboutissabilité des tôles en acier DC04. Les principales conclusions tirées de cette étude sont les suivantes :

1. **Amélioration des propriétés mécaniques** : Le traitement par ECAP a entraîné une augmentation significative de la microdureté, avec une amélioration de 64 % pour la tôle en position S1. Cette augmentation s'accompagne d'une réduction de la dispersion des mesures, indiquant une homogénéisation de la structure. Les simulations numériques de l'ECAP des tôles, réalisées sur le logiciel Abaqus, ont confirmé une distribution non uniforme des contraintes, dans le sens transversal du canal, avec une concentration maximale sur la tôle en position S1.
2. **Modification de la microstructure** : L'analyse microstructurale a révélé une réduction de 70 % de la taille moyenne des grains pour la tôle en position S1, conduisant à une structure plus fine et plus uniforme, avec une légère formation de texture. La diffraction des rayons X (DRX) a confirmé cette réduction de la taille de grains sans changement de phase. Les essais de traction ont montré une augmentation de la limite d'élasticité ( $R_e$ ) de 20 % et de la résistance à la traction maximale ( $R_m$ ) de 8,3 %, tandis que l'allongement ( $A\%$ ) et le coefficient d'érouissage ( $n$ ) ont diminué respectivement de 27 % et 52,17 %.

- 3. Impact sur l'emboutissabilité :** Les résultats de l'essai d'Erichsen ont montré une réduction de 10,2 % de l'indice d'emboutissage (IE) après ECAP, tout en maintenant une bonne formabilité. Les fissures observées lors de l'essai se sont formées en arc, aussi bien avant qu'après ECAP. Aucune corrélation significative n'a été trouvée entre le coefficient d'écroutissage et le paramètre IE. Le MEB a révélé un changement d'allure allant d'une rupture ductile avant ECAP à une rupture plus fragile après ECAP. Les simulations de l'essai d'Erichsen ont mis en évidence trois zones distinctes de contraintes et ont confirmé un comportement moins ductile du matériau après ECAP.

En résumé, ce chapitre démontre que le traitement par ECAP permet d'améliorer significativement les propriétés mécaniques et microstructurales de l'acier DC04, tout en maintenant une emboutissabilité acceptable pour des applications industrielles. Ces résultats ouvrent des perspectives intéressantes pour l'optimisation de ce procédé dans l'industrie, tout en soulignant la nécessité de poursuivre les recherches pour mieux comprendre les compromis entre résistance mécanique et formabilité.

## **Conclusion et perspective**

La compétition économique dans l'industrie mécanique qui utilise l'emboutissage est de plus en plus féroce. A ce titre, l'emboutissabilité et les propriétés mécaniques des tôles sont les facteurs essentiels qui déterminent son issue.

Dans ce contexte, les tôles en aciers à bas carbone, tel que le DC04 sont largement utilisés du fait du bon compromis offert entre l'emboutissabilité, les propriétés mécaniques et leur faible coût. Cependant l'expérience a montré qu'un taux non négligeable de déchirements prématurés est enregistré lors de l'emboutissage.

L'extrusion coudée à aires égales offre une belle opportunité pour améliorer les propriétés mécaniques tout en conservant une formabilité acceptable, ce qui permet d'améliorer sa compétitivité.

Cette thèse s'est ainsi consacrée à l'étude de l'effet de l'ECAP sur les propriétés mécaniques et microstructurales des tôles minces en acier DC04 produites par le complexe sidérurgique d'El-Hadjar, avec pour objectif d'améliorer leur résistance tout en préservant leur aptitude à l'emboutissage, critère clé pour leur mise en œuvre industrielle. Pour se rapprocher le plus de l'échelle de production industrielle, les dimensions de ces tôles sont relativement importantes.

La méthodologie adoptée dans cette étude a reposé sur la conception et la réalisation d'une extrudeuse ECAP avec deux angles internes du coude du canal, de 90° et de 120°, permettant de traiter des tôles minces de dimensions 120 mm × 100 mm × 1,5 mm. Les tôles ont été soumises à un nombre croissant de passes d'ECAP suivant différentes routes de déformation, puis caractérisées à l'aide d'une série d'essais expérimentaux. Les résultats obtenus sont les suivants :

- Microdureté : Le traitement par ECAP a entraîné une amélioration significative de la microdureté, notamment au niveau de la tôle en position S1 de l'angle du canal 120°, passant de 120 à 197,4 HV, soit un gain de 64 %. Une légère augmentation a également été observée pour les autres tôles. De plus, la diminution de l'écart type des mesures de dureté après ECAP témoigne d'une meilleure homogénéité structurale.
- Essais de traction : Ces essais ont mis en évidence une augmentation de 20 % de la limite d'élasticité (Re) et de 8,3 % de la résistance à la traction maximale (Rm). En revanche, une baisse de 27 % de l'allongement plastique (A%) et de 52,17 % du coefficient d'érouissage (n) ont été observées, traduisant une perte notable de ductilité.
- Microstructure : L'analyse microstructurale par métallographie optique et diffraction des rayons X (DRX) a montré une réduction moyenne de 70 % de la taille des grains dans la tôle en position S1 et pour l'angle du canal de 120°. Aucun changement de phase n'a été détecté. En outre une augmentation de la largeur mi-hauteur (FHMW) mesurée sur les deux pics principaux relatifs aux tôles S1 avant et après ECAP a été observé. Ceci confirme la diminution de la taille des grains après ECAP. De plus, la microstructure obtenue est plus homogène, avec une légère texture.

- Des simulations éléments finis de l'ECAP réalisées avec le logiciel Abaqus a révélé une distribution non uniforme des contraintes dans le sens transversal du canal avec une valeur maximale pour la tôle en position S1 aux deux angles des canaux utilisés. Elle a permis aussi d'illustrer les variations de dureté observées entre les tôles traitées dans les canaux à 120° et à 90°, avec des valeurs de dureté plus élevées pour le canal à 120°, contrairement à ce qui était prédit dans le cadre du modèle d'Iwahashi-Ségal. Ce paradoxe pourrait être expliqué par l'utilisation de tôles en sandwich dans le cas de cette étude. Des études plus approfondies doivent être menés pour mieux comprendre l'origine de ce paradoxe.
- Emboutissabilité : Les résultats de l'essai d'Erichsen ont montré une diminution de 10,2 % de l'indice d'emboutissage (IE) après ECAP pour la tôle en position S1 de l'angle 120°. Malgré cette réduction, la formabilité reste acceptable pour les applications industrielles. Des études sont recommandées pour construire la courbe limite de formage et donc mieux évaluer l'emboutissabilité et la tenue du matériau à l'endommagement.
- Analyse fractographique : Les observations MEB des échantillons obtenus après les essais Erichsen montrent qu'avant ECAP, le faciès de rupture présente de larges cupules typiques d'un comportement ductile. Après ECAP, les cupules deviennent plus petites et moins nombreuses, indiquant une réduction de la ductilité, conséquence directe de l'affinage des grains induit.

Les résultats obtenus dans cette étude ouvrent plusieurs perspectives prometteuses pour optimiser et industrialiser le procédé ECAP appliqué aux tôles en acier DC04. À court terme, des études pour évaluer le poids de l'angle entre les canaux, des vitesses de déplacement du poinçon, du frottement et des chemins de déformation doivent être envisagés pour une meilleure optimisation du procédé dans le but d'ajuster plus précisément l'équilibre entre résistance mécanique et formabilité. Une seconde piste consisterait à explorer différentes épaisseurs et compositions dans les configurations en sandwich, afin de mieux comprendre l'influence des gradients de contraintes internes sur le comportement mécanique global. Cette approche offrirait la possibilité de concevoir des matériaux à propriétés visé, répondant aux exigences des applications industrielles. Enfin, une perspective stratégique réside dans le développement de solutions pour adapter l'ECAP à une production à grande échelle. Cela impliquerait la conception de procédés plus continus, compatibles avec les exigences industrielles en termes de cadence, de coût et d'intégration, notamment dans les secteurs de l'automobile et de l'aéronautique, où la demande en matériaux pas cher et à hautes performances ne cesse de croître.

En conclusion, cette thèse a montré que l'ECAP est un outil intéressant pour améliorer les propriétés des tôles minces en acier DC04, en combinant une augmentation de la résistance mécanique tout en maintenant une bonne emboutissabilité.

Ces résultats ouvrent de nouvelles perspectives pour l'utilisation de ce procédé dans des applications industrielles, tout en soulignant la nécessité de poursuivre les recherches pour optimiser ses paramètres et élargir son champ d'application.

## **Références**

- [1] S. Laboubi, O. Boussaid, M. Zaaf, and W. Ghennai, "Numerical investigation and experimental validation of Lemaitre ductile damage model for DC04 steel and application to deep drawing process," *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 126, no. 5–6, pp. 2283–2294, 2023, doi: 10.1007/s00170-023-11244-0.
- [2] M. Szweczyk and K. Szwajka, "The Use of Non-Edible Green Oils to Lubricate DC04 Steel Sheets in Sheet Metal Forming Process," pp. 1–17, 2022.
- [3] Y. Fukuda, K. Oh-ishi, Z. Horita, and T. G. Langdon, "Processing of a low-carbon steel by equal-channel angular pressing," vol. 50, pp. 1359–1368, 2002.
- [4] R. Z. Valiev and T. G. Langdon, "Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 51, no. 7, pp. 881–981, 2006, doi: 10.1016/j.pmatsci.2006.02.003.
- [5] S. K. Lu, H. Y. Liu, L. Yu, Y. L. Jiang, and J. H. Su, "3D FEM simulations for the homogeneity of plastic deformation in aluminum alloy HS6061-T6 during ECAP," vol. 12, pp. 35–40, 2011, doi: 10.1016/j.proeng.2011.05.007.
- [6] Y. Iwahashi, J. Wang, Z. Horita, M. Nemoto, and T. G. Langdon, "PRINCIPLE OF EQUAL-CHANNEL ANGULAR PEESING FOR THE PROCESSING OF ULTRA-FINE GRAINED MATERIALS," vol. 35, no. 2, pp. 143–146, 1996.
- [7] V. V Stolyarov, Y. T. Zhu, I. V Alexandrov, T. C. Lowe, and R. Z. Valiev, "Influence of ECAP routes on the microstructure and properties of pure Ti," vol. 299, pp. 59–67, 2001.
- [8] M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, and T. G. Langdon, "Processing of metals by equal-channel," vol. 6, pp. 2835–2843, 2001.
- [9] R. A. Sion, "No Title".
- [10] T. G. Langdon, "The principles of grain refinement in equal-channel angular pressing," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 462, no. 1–2, pp. 3–11, 2007, doi: 10.1016/j.msea.2006.02.473.
- [11] V. M. Segal, "Engineering and commercialization of equal channel angular extrusion ( ECAE )," vol. 386, pp. 269–276, 2004, doi: 10.1016/j.msea.2004.07.023.
- [12] J. Suh, J. Victoria-hernández, D. Letzig, and R. Golle, "Materials Science & Engineering A Effect of processing route on texture and cold formability of AZ31 Mg alloy sheets processed by ECAP," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 669, pp. 159–170, 2016, doi: 10.1016/j.msea.2016.05.027.
- [13] A. Mulay, B. S. Ben, S. Ismail, and A. Kocanda, "ScienceDirect Performance evaluation of high-speed incremental sheet forming technology for AA5754 H22 aluminum and DC04 steel sheets," vol. 8, 2018, doi: 10.1016/j.acme.2018.03.004.
- [14] A. Yamashita, D. Yamaguchi, Z. Horita, and T. G. Langdon, "Influence of pressing temperature on microstructural development in equal-channel angular pressing," vol. 287, pp. 100–106, 2000.
- [15] S. V. D Dragnea, P Lixandru, T Chereches, "Comparative study of the influence of friction forces on cold forming processes in conventional ECAP die and ECAP die with low friction , by numerical simulation methods Comparative study of the influence of friction forces on cold forming processes in co," in *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2016, vol. 145, no. 022012. doi: 10.1088/1757-899X/145/2/022012.
- [16] I. Balasundar and T. Raghu, "Effect of friction model in numerical analysis of equal channel angular pressing process," *Mater. Des.*, vol. 31, no. 1, pp. 449–457, 2010, doi: 10.1016/j.matdes.2009.05.029.

- [17] M. Ramezani and Z. M. Ripin, "Analysis of deep drawing of sheet metal using the Marform process," *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 59, no. 5–8, pp. 491–505, 2012, doi: 10.1007/s00170-011-3513-1.
- [18] A. COL, "Emboutissage des tôles - Aspect mécanique," *Trav. des matériaux - Assem.*, vol. 33, no. 0, pp. 0–10, 2011, doi: 10.51257/a-v2-bm7511.
- [19] C. H. Pham, C. Hanh, P. Thèse, and U. D. E. B. Vrillage, "de tôles métalliques ultra-minces après emboutissage To cite this version : HAL Id : tel-01266362 Vrillage de tôles métalliques ultra-minces après emboutissage," 2016.
- [20] M. Singh, A. K. Choubey, and C. Sasikumar, "Formability Analysis of Aluminium Alloy by Erichsen Cupping Test Method," in *Materials Today: Proceedings*, 2017, vol. 4, no. 2, pp. 805–810. doi: 10.1016/j.matpr.2017.01.089.
- [21] K. Kowalczyk, M. B. Jabłońska, M. Tkocz, R. Chulist, I. Bednarczyk, and T. Rzychoń, "Effect of the number of passes on grain refinement, texture and properties of DC01 steel strip processed by the novel hybrid SPD method," *Arch. Civ. Mech. Eng.*, vol. 22, no. 3, pp. 1–12, 2022, doi: 10.1007/s43452-022-00432-6.
- [22] L. Wang, J. A. Benito, J. Calvo, and J. M. Cabrera, "Equal channel angular pressing of a TWIP steel: microstructure and mechanical response," *J. Mater. Sci.*, vol. 52, no. 11, pp. 6291–6309, 2017, doi: 10.1007/s10853-017-0862-7.
- [23] O. M. Irfan and H. M. Omar, "Influence of Grain Refinement by ECAP on Mechanical and Erosion Corrosion Properties of AISI 4130 Steel: Experimental and Prediction Approach," *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 50, no. 9, pp. 4232–4244, 2019, doi: 10.1007/s11661-019-05339-1.
- [24] M. N. da Silva Lima, S. F. Rodrigues, M. Al-Maharbi, J. C. Muñoz, J. M. Cabrera Marrero, and H. F. Gomes de Abreu, "Effect of ECAP processing temperature on an austenitic TWIP steel's microstructure, texture and mechanical properties," *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 24, pp. 1757–1775, 2023, doi: 10.1016/j.jmrt.2023.03.116.
- [25] H. R. Rahimi, M. Sedighi, and R. Hashemi, "Forming Limit Diagrams of Fine-Grained Al 5083 Produced by Equal Channel Angular Rolling Process," vol. 232, pp. 922–930, 2018.
- [26] F. Djavanroodi and M. Ebrahimi, "Effect of die parameters and material properties in ECAP with parallel channels," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 527, no. 29–30, pp. 7593–7599, 2010, doi: 10.1016/j.msea.2010.08.022.
- [27] M. S. Bin Ismail, "Experimental Study of Formability of Sheet Metal in Deep Drawing Process Bachelor of Engineering," *Univ. Malaysia Pahang*, 2010, [Online]. Available: file:///F:/Learning/In Progress/DOD Bras/Deep Drawing/Littrature/Paper/New folder/Eriscen Test/CD5912.pdf
- [28] M. Ciemiorek, W. Chrominski, L. Olejnik, and M. Lewandowska, "Evaluation of mechanical properties and anisotropy of ultra-fine grained 1050 aluminum sheets produced by incremental ECAP," *Mater. Des.*, vol. 130, pp. 392–402, 2017, doi: 10.1016/j.matdes.2017.05.069.
- [29] M. Talantikite, A. Mebarek, M. Zaaf, and S. Boukeffa, "Effect of equal channel angular pressing process on drawability of DC04 steel sheets," 2025.
- [30] G. M. Naik, G. D. Gote, and S. Narendranath, "ScienceDirect Microstructural and Hardness evolution of AZ80 alloy after ECAP and post-ECAP processes," *Mater. Today Proc.*, vol. 5, no. 9, pp. 17763–17768, 2018, doi: 10.1016/j.matpr.2018.06.100.

- [31] S. Thibault and S. Thibault, "microstructure de l' aluminium après nitruration par implantation d' ions multichargés Modifications des propriétés physico-chimiques et de la microstructure de l' aluminium après nitruration par implantation d' ions multichargés," 2009.
- [32] F. S. Sorce, S. Ngo, C. Lowe, and A. C. Taylor, "Quantification of coating surface strains in Erichsen cupping tests," *J. Mater. Sci.*, vol. 54, no. 10, pp. 7997–8009, 2019, doi: 10.1007/s10853-019-03392-0.
- [33] J. Coër, J. C. Mise, and A. Génie, "Mise en forme par emboutissage en température d' un alliage d' aluminium AA5754-O To cite this version : HAL Id : tel-01010290 Jérémy COËR Laboratoire d' Ingénierie des MATériaux de Bretagne Mise en forme par emboutissage en température d' un alliage ," 2014.
- [34] A. Col and S. R. Client, "Emboutissage des tôles Importance des modes de déformation," vol. 33, no. 0, pp. 0–20, 2012.
- [35] M. B. Jabłońska *et al.*, "The effect of severe plastic deformation on the IF steel properties, evolution of structure and crystallographic texture after dual rolls equal channel extrusion deformation," *Arch. Civ. Mech. Eng.*, vol. 21, no. 4, pp. 1–10, 2021, doi: 10.1007/s43452-021-00303-6.
- [36] O. Hilšer, S. Ruzs, M. Salajka, and L. Čížek, "Evaluation of the deep-drawing steel sheets processed by DRECE device," *Arch. Mater. Sci. Eng.*, vol. 68, no. 1, pp. 31–35, 2014.
- [37] R. Melicher, "Numerical simulation of plastic deformation of aluminium workpiece induced by ECAP technology," *Appl. Comput. Mech.*, vol. 3, pp. 319–330, 2009.
- [38] T. G. Langdon, "Influence of Pressing Speed on Microstructural Development in Equal-Channel Angular Pressing," vol. 30, no. August, pp. 1989–1997, 1999, [Online]. Available: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11661-999-0009-9>
- [39] T. Suo, Y. Li, Y. Guo, and Y. Liu, "The simulation of deformation distribution during ECAP using 3D finite element method," vol. 432, pp. 269–274, 2006, doi: 10.1016/j.msea.2006.06.035.
- [40] N. El *et al.*, "3D FEM simulations for the homogeneity of plastic deformation in Al – Cu alloys during ECAP," vol. 527, pp. 1404–1410, 2010, doi: 10.1016/j.msea.2009.10.032.
- [41] A. A. Smolyakov, A. I. Korshunov, and V. P. Solovyev, "3d numerical simulations of the ecap process," vol. 10, 2005.
- [42] M. C. V. Vega, R. E. Bolmaro, M. Ferrante, V. L. Sordi, and A. M. Kliuga, "The influence of deformation path on strain characteristics of AA1050 aluminium processed by equal-channel angular pressing followed by rolling," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 646, pp. 154–162, 2015, doi: 10.1016/j.msea.2015.07.083.
- [43] L. Chen, F. P. Yuan, P. Jiang, and X. L. Wu, "Mechanical properties and nanostructures in a duplex stainless steel subjected to equal channel angular pressing," vol. 551, pp. 154–159, 2012, doi: 10.1016/j.msea.2012.04.112.
- [44] V. Shivam, D. Bhuyan, N. K. Mukhopadhyay, and R. Manna, "Microstructural Refinement and Mechanical Properties of Ferritic Stainless Steel Processed by Equal-Channel Angular Pressing," *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 29, no. 10, pp. 6818–6830, 2020, doi: 10.1007/s11665-020-05131-y.
- [45] M. Eddahbi, M. A. Monge, T. Leguey, P. Fernández, and R. Pareja, "Texture and mechanical properties of EUROFER 97 steel processed by ECAP," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 528, no. 18, pp.

5927–5934, 2011, doi: 10.1016/j.msea.2011.04.006.

- [46] C. Gennari, L. Pezzato, N. Llorca-Isern, A. Biserova-Tahchieva, and I. Calliari, “Effect of severe plastic deformation on microstructure and properties of duplex stainless steel,” *Mater. Res. Proc.*, vol. 32, pp. 205–212, 2023, doi: 10.21741/9781644902615-23.
- [47] S. Attabi, A. Himour, and L. Laouar, “Mechanical and wear behaviors of 316L stainless steel after ball burnishing treatment,” *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 15, pp. 3255–3267, 2021, doi: 10.1016/j.jmrt.2021.09.081.
- [48] X. Yang *et al.*, “Evolution of microstructure , macrotecture and mechanical properties of high strength biomedical TA4 pure titanium during multi-pass ECAP,” vol. 28, no. September 2023, pp. 3976–3987, 2024.
- [49] B. H. Shahmir, M. Nili-ahmadabadi, M. Mansouri-arani, A. Khajezade, and T. G. Langdon, “Evaluating the Room Temperature ECAP Processing of a NiTi Alloy via Simulation and Experiments \*\*,” no. 267464, pp. 1–7, 2014, doi: 10.1002/adem.201400248.
- [50] O. Saray, G. Purcek, I. Karaman, and H. J. Maier, “Formability of ultrafine-grained interstitial-free steels,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 44, no. 9, pp. 4194–4206, 2013, doi: 10.1007/s11661-013-1781-0.
- [51] M. Ciemiorek, M. Lewandowska, and L. Olejnik, “Microstructure, tensile properties and formability of ultrafine-grained Al–Mn square plates processed by Incremental ECAP,” *Mater. Des.*, vol. 196, pp. 0–10, 2020, doi: 10.1016/j.matdes.2020.109125.
- [52] Y. Uriya and J. Yanagimoto, “Erichsen cupping test on thermosetting CFRP sheets,” *Int. J. Mater. Form.*, vol. 10, no. 4, pp. 527–534, 2017, doi: 10.1007/s12289-016-1298-3.