



HAL
open science

Couplages matériaux procédés pour les alliages de cuivre du transport ferroviaire

Julie Chalon

► **To cite this version:**

Julie Chalon. Couplages matériaux procédés pour les alliages de cuivre du transport ferroviaire. Génie mécanique [physics.class-ph]. Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambresis, 2016. Français. NNT : 2016VALE0033 . tel-03461589

HAL Id: tel-03461589

<https://theses.hal.science/tel-03461589>

Submitted on 1 Dec 2021

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

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

THÈSE DE DOCTORAT

Pour obtenir le grade de Docteur de l'Université de
Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis

Présentée par Julie CHALON

École doctorale : Sciences Pour l'Ingénieur (SPI)

Discipline : Mécanique

Laboratoire : Laboratoire d'Automatique, de Mécanique et d'Informatique Industrielles et Humaines

Couplages matériaux procédés pour les alliages de cuivre du transport ferroviaire

soutenue le 16/12/2016 à Valenciennes, devant le jury composé de

Président

J.M. Bergheau, Professeur. École Nationale d'Ingénieurs de Saint Etienne, LTDS UMR CNRS 5513.

Rapporteurs

Régis Bigot, Professeur. École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers de Metz, LCFC EA 4495.

Salima Bouvier, Professeur. Université de technologie de Compiègne, Roberval UMR CNRS 6253.

Examineurs

Adnane Boukamel, HDR, Directeur Recherche Scientifique et Formation. Railenium, Valenciennes.

J.D. Guérin, Maître de conférences. UVHC, LAMIH UMR CNRS 8201.

Laurent Dubar, Professeur. UVHC, LAMIH UMR CNRS 8201, Directeur de thèse.

Membres invités

André Dubois, Professeur. UVHC, LAMIH UMR CNRS 8201.

Philippe Moreau, Docteur, Ingénieur de recherche. UVHC, LAMIH UMR CNRS 8201.

Eli Saúl Puchi Cabrera, Professeur. Université centrale du Venezuela.

*A la mémoire de mes grand-mères et de mon grand-père paternel.
J'aurais tant aimé que vous soyez présents...*

Remerciements

Les travaux présentés dans ce mémoire ont été réalisés dans le cadre d'une collaboration entre l'Institut de Recherche Technologique (IRT) Railenium et le Laboratoire d'Automatique, de Mécanique et d'Informatique Industrielles et Humaines (LAMIH) de l'Université de Valenciennes et du Hainaut-Cambrésis (UVHC).

Je tiens à remercier M. Adnane Boukamel, Directeur du programme de recherche et formation de l'IRT Railenium, pour le suivi de ce projet. J'adresse ensuite mes plus sincères remerciements à mon directeur de thèse, M. Laurent Dubar, Professeur, pour la confiance qu'il m'a accordée, pour le soutien et l'encadrement qu'il m'a apportés, ainsi que pour toutes les heures de travail qu'il m'a consacrées. Je présente également mes plus vifs remerciements à M. Eli Saül Puchi Cabrera, Professeur, et à M. Jean-Dominique Guérin, Maître de conférence, pour l'ensemble des connaissances qu'ils m'ont transmises et leur aide précieuse dans ce travail de rédaction.

Je souhaite remercier M. Jean-Michel Bergheau, Professeur, pour avoir présidé le jury lors de la soutenance, ainsi que les Professeurs Salima Bouvier et Régis Bigot pour m'avoir fait l'honneur de juger mon travail. Je les remercie également de l'intérêt qu'ils ont manifesté à l'égard de mes travaux.

Parce qu'une thèse est avant tout un travail d'équipe, la liste des personnes à remercier est longue. Je vais néanmoins citer ceux qui ont grandement contribué à son avancement. Je voudrais tout d'abord remercier les Professeurs Maxence Bigerelle, Mirentxu Dubar et André Dubois, ainsi que M. Raphaël Deltombe, Docteur, pour leur expertise et leurs conseils. Je remercie ensuite M. Philippe Moreau, Docteur, qui m'a été d'une grande aide pour les nombreux essais de formabilité réalisés. J'adresse un grand merci à M. Cédric Hubert, Maître de conférence, pour le temps passé sur des problèmes numériques, mais aussi pour sa disponibilité et son écoute. Pour la campagne de mesures de site industriel, j'ai pu compter sur le chaleureux binôme formé par M. Hervé Morvan, Docteur, et M. Frédéric Robache que je remercie vivement. Je tiens ensuite à remercier ma chef de projet de l'IRT Railenium, Mme Carlota Pons, pour ses nombreux conseils et son dynamisme.

Je remercie mesdames Catherine Foucart et Sabine Guilain, ainsi que messieurs Denis Lesueur, Thierry Garçon, Bruno Laurent et Jesse Schiffler pour leur aide administrative et technique.

Mes remerciements vont aussi à mes camarades de bureaux pour leur bonne humeur, leur générosité et pour tous les agréables moments passés ensemble : Yannick Senecaut, Benoît Fontenier, Damien Barbier, Colin Debras, Camille Durand, Jérémy Wouts, Camille Bataille, Anthony Bracq, Andrés Malo Estepa, Maxime Balligand, Louis Lambourg, Anthony Graziani, Ludovic Dufour, Alexandre Hiricoiu. Un merci tout particulier à Andrés qui fût mon binôme de travail durant les deux premières années de ce projet.

Ces remerciements ne peuvent s'achever sans une pensée pour mes proches. Je remercie de tout cœur ceux qui ont veillé sur moi depuis toujours, ceux qui m'ont fait confiance et n'ont jamais cessé de m'encourager, merci à mes parents. Merci à mon grand-père Pépère, à mon frère Nicolas et à ma sœur Chloé tout simplement pour être à mes côtés. Enfin, je tiens à remercier mon fiancé Kévin Le Mercier qui a toujours su m'encourager et m'aider tant au laboratoire qu'à la maison.

Table des matières

Remerciements	iii
Liste des abréviations et des symboles	xi
Introduction générale	1
1 Présentation des alliages Cu-Ni-Si riches en cuivre	5
1.1 Introduction	7
1.2 Étude bibliographique	7
1.2.1 Alliage à durcissement structural	8
1.2.2 Comportement en mise en forme à chaud	14
1.2.3 Influence des paramètres de procédé	21
1.2.4 Conclusion	24
1.3 Alliage étudié	25
1.3.1 Élaboration	25
1.3.2 Composition effective	26
1.3.3 Échantillons étudiés	27
1.3.4 Conclusion	32
1.4 Conclusion	33
1.5 Références	34
2 Caractérisation rhéologique d'un alliage Cu-Ni-Si mis en forme à chaud	37
2.1 Introduction	39
2.2 Essais expérimentaux de compression	39
2.2.1 Méthodologie	39
2.2.2 Résultats expérimentaux	42
2.3 Développement d'un modèle rhéologique à base physique	48
2.3.1 Description du modèle rhéologique	48
2.3.2 Définition du modèle adapté à l'alliage CuNiSi(I)	50
2.3.3 Implémentation du modèle rhéologique	58
2.4 Discussion	62
2.4.1 Changement de comportement pour $T < 800$ °C	62
2.4.2 Variabilité du comportement	62
2.5 Conclusion	65
2.6 Références	66
3 Développement d'un essai de formabilité	69
3.1 Introduction	71
3.2 Étude bibliographique sur les outils de prédiction de la formabilité	71

3.2.1	Diagrammes avec courbes limites de formage	71
3.2.2	Critères de fissuration	74
3.2.3	Essais de formabilité dédiés au forgeage	75
3.2.4	Conclusion	77
3.3	Description de l'essai TEFF	78
3.3.1	Présentation du TEFF	78
3.3.2	Modèle de référence de l'essai TEFF	79
3.3.3	Analyse des zones critiques d'une éprouvette TEFF	81
3.3.4	Analyse des états de contrainte	87
3.4	Discussion	90
3.4.1	Représentativité des conditions d'un procédé de forgeage	90
3.4.2	Procédure expérimentale d'un essai TEFF	91
3.4.3	Caractérisation tribologique	92
3.5	Conclusion	93
3.6	Références	94
4	Formabilité d'un alliage Cu-Ni-Si pour la mise en forme d'une griffe de jonction.	97
4.1	Introduction	99
4.2	Procédé industriel de fabrication d'une griffe de jonction	99
4.2.1	Problématique de la griffe de jonction	99
4.2.2	Procédé industriel de mise en forme	100
4.2.3	Développement d'un modèle numérique de référence	105
4.3	Étude de formabilité de l'alliage CuNiSi(I)	112
4.3.1	Définition des paramètres d'essai TEFF	112
4.3.2	Résultats expérimentaux	114
4.4	Conclusion	122
4.5	Références	123
	Conclusion générale	125
A	Composition des échantillons de matière	I
B	Dimensionnement des matrices TEFF	III
C	Équations relatives aux modèles numériques sous FORGE® NxT 1.0	V
D	Plans d'usinage des matrices TEFF	VII

Liste des figures

1	Schéma d'une caténaire équipée de connecteurs.	1
2	Stratégie de travail employée.	2
1.1	Contrainte maximale de traction en fonction de la conductivité électrique d'alliages de cuivre. [Ye et al., 2014] [Arnaud et al., 1985]	8
1.2	Mécanisme de franchissement d'une particule par une dislocation.	9
1.3	Isoplèthes à 1, 3 et 5 % de Ni et à 0.5% de Si du diagramme de phases du système Cu-Ni-Si. [Miettinen, 2005]	10
1.4	Résistance maximale de traction, limite d'élasticité et allongement à rupture de l'alliage Cu-3.2Ni-0.75Si en fonction de la durée de revenu à 450 °C, d'après Zhao et al. [2003b]	11
1.5	Diagrammes de phase de la solution solide Cu-Ni-Si pour de faibles teneurs en nickel et silicium. [Lu et al., 2007]	11
1.6	Évolution de la dureté de l'alliage selon la composition et les paramètres de revenu. [Zhao et al., 2003a]	12
1.7	Micrographies MET d'alliages CuNiSi revenus pour différentes températures et durées de revenu.	13
1.8	Augmentation de la résistivité électrique d'un cuivre suite à l'ajout d'une faible quantité d'éléments d'addition. [Joseph et Kundig, 1999]	14
1.9	Evolution de la dureté et de la conductivité électrique de l'alliage Cu-6.0Ni-1.4Si-0.15Mg-0.1Cr soumis à plusieurs revenus durcissants. [Lei et al., 2013a]	14
1.10	Structure cellulaire dans un cuivre laminé à froid à 25%. [Humphreys et Hatherly, 2004]	15
1.11	Étapes de restauration d'un matériau polycristallin. [Humphreys et Hatherly, 2004] .	16
1.12	Recristallisation dynamique aux anciens joints de grains d'un cuivre polycristallin déformé à 400 °C, $\dot{\epsilon} = 0.02s^{-1}$ et $\epsilon = 0.7$. [Humphreys et Hatherly, 2004]	16
1.13	Représentation schématique des étapes de restauration et de recristallisation discontinue. [Sakai et al., 2014]	17
1.14	Courbes caractéristiques de contrainte-déformation d'un matériau soumis aux mécanismes d'écrouissage (WH), de restauration (DRV) et de recristallisation (DRX) dynamiques.	17
1.15	Courbes contrainte-déformation d'un cuivre pur en compression à une vitesse de déformation de $2 \cdot 10^{-3} s^{-1}$. [Blaz et al., 1983]	18
1.16	Influence de la taille de grain initiale D_0 et du paramètre de Zener-Hollomon Z sur l'évolution microstructurale du matériau recristallisé. [Sakai et al., 2014]	19
1.17	Courbes contrainte-déformation de l'alliage Cu-8.0Ni-1.8Si-0.15Mg obtenues par essais de compression à différentes températures et vitesses de déformation. [Zhang et al., 2011]	19
1.18	Microstructures de l'alliage Cu-8.0Ni-1.8Si-0.15Mg après compression à une vitesse de déformation de $0.001 s^{-1}$ et différentes températures. [Zhang et al., 2011]	20

1.19	Effet d'impuretés sur la température de recristallisation d'un cuivre pur. [Coutsouradis et al., 1974]	22
1.20	Courbes contrainte-déformation de l'alliage Cu-3.0Ni-1.0Si-0.8Cr-0.1Mg en solution solide sursaturée déformé par compression à chaud. [Blaz et al., 1994]	23
1.21	Étapes d'élaboration industrielle de l'alliage CuNiSi(I).	25
1.22	Diagrammes en boîte des teneurs en éléments majoritaires (nickel, silicium, chrome, impuretés, fer) en fonction de la provenance de l'échantillon dans la billette de coulée (début, milieu ou fin) ou sans considération de la provenance (global) ; l'encadré bleu est borné par les 1 ^{er} et 3 ^{ème} quartiles, la valeur médiane est en rouge, la croix noire indique la valeur moyenne et les segments en pointillés mènent du 5 ^{ème} au 95 ^{ème} centile.	26
1.23	Diagrammes en boîte des teneurs en éléments d'impureté sans considération de la provenance de l'échantillon dans la billette de coulée; l'encadré bleu est borné par les 1 ^{er} et 3 ^{ème} quartiles, la valeur médiane est en rouge, la croix noire indique la valeur moyenne et les segments en pointillés mènent du 5 ^{ème} au 95 ^{ème} centile.	27
1.24	Extraction des échantillons de matière étudiés, repérés selon leur provenance dans le procédé d'élaboration.	28
1.25	Teneurs en éléments principaux des échantillons de matière extraits, comparées aux valeurs effectives moyennes (en vert) et extrêmes (en rouge) de l'alliage.	29
1.26	Observation par microscopie optique d'un échantillon M1 à l'état filé-trempé.	30
1.27	Distribution des principaux éléments sur une zone choisie d'un échantillon F2, réalisée par EDS.	30
1.28	Taille initiale des grains des échantillons étudiés; l'encadré bleu est borné par les 1 ^{er} et 3 ^{ème} quartiles, la valeur médiane est en rouge, la croix noire indique la valeur moyenne et les segments en pointillés représentent les valeurs extrêmes.	31
1.29	Observation par microscopie optique d'un échantillon M2 à l'état filé-trempé.	31
2.1	Géométrie d'une éprouvette de compression avant, après essais et indication des zones de déformation dans une éprouvette comprimée sous condition de frottement. [Rasti et al., 2011]	40
2.2	Isolignes d'erreur relative sur l'estimation de la contrainte d'écoulement par essai de compression sur un alliage IN901 à $V_e = 679 \text{ mm}^3$, $T_m/T = 1.205$ et m , R_0/h_0 , ϵ , $\dot{\epsilon}$ variables. [Evans et Scharning, 2001]	41
2.3	Photographies du simulateur Gleeble 3500 au laboratoire LAMIH.	42
2.4	Courbes moyennées brutes de contrainte effective - déformation plastique effective obtenues par essais de compression.	44
2.5	Photographies d'éprouvettes de compression testées à différentes conditions d'essai.	45
2.6	Topographie de la surface de l'éprouvette en contact avec le tas de compression, obtenue par interférométrie 3D.	45
2.7	Exemples de courbes de température et de vitesse de déformation en fonction de la déformation plastique d'éprouvettes testées à 850 °C.	45
2.8	Observation par microscopie optique d'échantillons M3 à l'état initial et à l'état écroui ($\epsilon = 1$) sous deux conditions expérimentales différentes.	46
2.9	Influence d'une recristallisation discontinue préliminaire à affinement des grains sur l'évolution de la structure lors d'une seconde recristallisation discontinue en fonction du nombre de Zener-Hollomon Z	47
2.10	Courbes caractéristiques de contrainte - déformation d'un matériau soumis à écrouissage (WH), DRV et DRX.	48
2.11	Courbe typique d'une cinétique de recristallisation selon la loi d'Avrami.	50
2.12	Méthodologie de développement du modèle rhéologique de l'alliage CuNiSi(I) déformé à chaud.	51

2.13 Exemple de correction de l'effet du frottement sur les courbes moyennées contrainte - déformation obtenues par essais de compression à 850 °C.	52
2.14 Évolution de la contrainte à saturation en fonction du nombre de Zener-Hollomon, corrélée selon l'équation 2.20.	53
2.15 Exemples de contraintes d'écoulement traitées selon la procédure d'ajustement. . .	54
2.16 Exemple de courbes contrainte-déformation expérimentales ajustées et décrites individuellement par le modèle rhéologique.	54
2.17 Évolution de la contrainte pic σ_p en fonction du nombre de Zener-Hollomon Z. . . .	55
2.18 Évolution de la limite d'élasticité σ_y en fonction du nombre de Zener-Hollomon Z pour tous les essais menés sur la plage de température 600 °C à 950 °C.	55
2.19 Évolutions des contraintes σ_y , σ_s , σ_{ss} en fonction du nombre de Zener-Hollomon Z restreintes aux essais menés entre 800 °C et 950 °C.	56
2.20 Évolution du taux d'écrouissage de référence θ_0 en fonction du nombre de Zener-Hollomon.	56
2.21 Évolution du temps $t_{0,5}$ pour lequel 50 % de l'alliage est recristallisé en fonction du nombre de Zener-Hollomon Z.	57
2.22 Courbes contrainte-déformation expérimentales corrigées et prédites par le modèle rhéologique identifié, pour l'ensemble des conditions expérimentales exploitées. . .	58
2.23 Estimation de l'erreur de prédiction de la contrainte d'écoulement par le modèle identifié par rapport à la contrainte d'écoulement expérimentale.	59
2.24 Courbes de contrainte-déformation modélisées par l'équation de Sah et al. [1974] formulée de trois façon différentes.	59
2.25 Algorithme de la routine utilisateur définissant le modèle rhéologique adapté à l'alliage CuNiSi(I).	60
2.26 Comparaison des réponses des modèles rhéologiques avec formulation intégrée et différentielle pour des variations brusques de température et de vitesse de déformation.	61
2.27 Comparaison des réponses des modèles rhéologiques avec formulation intégrée et différentielle pour des variations linéaires de température et de vitesse de déformation.	61
2.28 Représentation de variabilité de comportement.	63
2.29 Différence relative de proportion massique entre échantillons pour chaque élément.	64
3.1 Carte de procédé établie par Zhang et al. [2013] pour l'alliage Cu-2.0Ni-0.5Si-0.03P à $\epsilon = 0.6$, les isolignes représentent l'efficacité de la dissipation de puissance et les zones grisées sont des zones d'instabilité plastique.	72
3.2 Modes de rupture d'une fissure plane.	73
3.3 Courbe limite de formage dans l'espace des déformations principales $\epsilon_1 - \epsilon_2$ avec représentation des modes de fissuration. [Martins et al., 2014]	73
3.4 Courbe limite de formage d'un aluminium 2024-T351 dans l'espace des déformations à rupture ϵ_f en fonction de la triaxialité η . [Wierzbicki et al., 2005].	73
3.5 Exemples d'éprouvettes de compression spécifiques à l'étude de formabilité. [Silva et al., 2015]	74
3.6 Déformation à rupture ϵ_f d'un aluminium 2024-T351 dans l'espace $\bar{\theta} - \eta$, calibré par deux critères de rupture. Les erreurs relatives (en noir) aux points expérimentaux (en rouge) sont données par rapport à la surface de réponse du critère. [Bai et Wierzbicki, 2015]	75
3.7 Éprouvette pour essai Wedge. [Dieter, 1996]	76
3.8 Vue en coupe et isolignes de déformation d'une éprouvette déformée suivant l'essai proposé par Suresh et al. [2014] à 450 °C et 0.01 mm·s ⁻¹	76
3.9 Photographie d'une éprouvette positionnée sur la matrice inférieure TEFF	78
3.10 Représentation des étapes de mises en forme du TEFF et indication des paramètres géométriques de la matrice inférieure.	78

3.11 Équipements du banc d'essai TEF	79
3.12 Image du modèle numérique de référence de l'essai TEF, maillage initial de l'éprouvette.	80
3.13 Cartes d'isovaleurs d'une éprouvette TEF de CuNiSi(I) en fin d'essai.	81
3.14 Distribution du critère normalisé de Cockcroft et Latham pour différents taux d'écrasement.	81
3.15 Évolutions des déformations et vitesses de déformation aux particules P1, P2 et P3 extraites du modèle numérique de référence.	83
3.16 Influence du paramètre α sur l'écoulement de la matière et sur la réponse mécanique de l'essai aux trois particules.	84
3.17 Influence du paramètre R sur l'écoulement de la matière et sur la réponse mécanique de l'essai aux trois particules.	85
3.18 Influence du paramètre f sur l'écoulement de la matière et sur la réponse mécanique de l'essai aux trois particules.	86
3.19 Gammes de déformations maximales et de vitesses de déformation maximales obtenues relatives aux zones trois zones critiques, dans les conditions du modèle de référence.	87
3.20 Description du plan dans lequel la contrainte normale en P1 est maximale.	88
3.21 Description du plan dans lequel la contrainte normale en P2 est maximale.	89
3.22 Description du plan dans lequel la contrainte normale en P3 est maximale.	90
3.23 Déplacement de la matière dans un plan de coupe, les vecteurs indiquent le déplacement global alors que le déplacement en X est précisé par les isovaleurs.	90
3.24 Procédure expérimentale des essais TEF	92
3.25 Abaque permettant d'estimer le coefficient de frottement f par la mesure de la différence maximale de hauteur e_{max} .	93
4.1 Schéma d'une griffe de jonction mise en place sur une caténaire.	99
4.2 Observations d'une coupe de griffe de jonction au MEB dans deux zones de la pièce.	100
4.3 Photographies de demi-griffes à différentes étapes du procédé fabrication.	101
4.4 Photographies de la presse et de différentes étapes du procédé de matriçage.	102
4.5 Surface de réponse analytique de la hauteur et du temps de déplacement du coulisseau en fonction de l'énergie disponible de presse, comparée aux courbes réelles mesurées.	103
4.6 Force maximale de matriçage en fonction de l'énergie disponible de presse.	104
4.7 Températures des lopins et de la matrice inférieure, obtenues par pyrométrie pour la série de mesure à 20 % d'énergie de presse.	104
4.8 Représentations des matrices et du lopin de matière du modèle numérique de matriçage de la griffe de jonction.	105
4.9 Aperçu des trois maillages utilisés, zoom sur les dents de la griffe de jonction.	107
4.10 Sensibilité du modèle numérique au maillage, simulation préliminaire avec $\sigma_{cond} = 250$ MPa, $K_0 = 50$ W · K ⁻¹ et $K_1 = 25000$ W · K ⁻¹ .	107
4.11 Influence du coefficient de frottement f sur le remplissage des matrices et sur la longueur de bavure, isovaleurs de la distance de contact avec les matrices.	108
4.12 Comparaison géométrique d'une griffe réelle et modélisée, forgée avec 16 % d'énergie de presse. Représentation des isovaleurs de température sur la pièce modélisée.	109
4.13 Comparaison des valeurs numériques et expérimentales des efforts de forgeage de la griffe en fonction du temps.	110
4.14 Comparaison des contraintes équivalentes obtenues par la simulation (formulation intégrée) et par un calcul théorique utilisant une formulation différentielle pour deux nœuds au sommet de dents de serrage de la griffe.	110

4.15	Comparaison de la contrainte d'écoulement et de la puissance de déformation plastique au cours d'un essai à 34 % d'énergie des modèles utilisant la loi rhéologique développée et la loi Hansel-Spittel.	111
4.16	Carte d'isovaleurs du critère NCL en fin de mise en forme de la griffe de jonction. . .	112
4.17	Déformations équivalentes ϵ et contraintes principales σ_I en fonction du temps, mesurées aux particules sélectionnées dans les deux plans de coupe de la griffe.	113
4.18	Photographie du montage expérimental avec caméras rapides et spots d'éclairage. .	115
4.19	Photographies extraites des vidéos par caméras rapides des deux zones critiques d'une éprouvette TEFF testée à 700 °C.	116
4.20	Macrographies d'une éprouvette TEFF déformée à 648 °C.	119
4.21	Schéma des zones de mesures de dureté.	119
4.22	Résultats expérimentaux de la campagne d'essai TEFF, analyse de la zone de fissuration Z2.	120
4.23	Mesure profilométrique de la différence de hauteur e sur une éprouvette TEFF testées.	121
4.24	Différences de hauteur e_{max} mesurées sur des éprouvettes TEFF testées à différentes températures.	121
B.1	Carte d'isovaleurs de température (°C) d'une matrice inférieure TEFF en X37CrMoV5, pour une chauffe simulée à 200 °C.	IV
B.2	Simulation numérique du champ de contrainte dans une matrice supérieure en alliage X37CrMoV5.	IV
C.1	Courbes de contrainte normale adimensionnelle en fonction de la contrainte de frottement adimensionnelle pour différentes valeurs de f . [Bay et Wanheim, 1990] . . .	VI
D.1	Plan d'usinage de la matrice inférieure.	VIII
D.2	Plan d'usinage de la matrice supérieure.	IX

Liste des tableaux

1.1	Énergies d'activation apparentes de nuances Cu-Ni-Si et de cuivres non alliés, issues de travaux traitant de caractérisation d'un comportement à chaud.	20
1.2	Composition nominale de l'alliage CuNiSi(I).	25
1.3	Composition effective de l'alliage CuNiSi(I) établie à partir des résultats de l'analyse statistique de composition.	27
1.4	Composition d'un intermétallique Cr-Si mesurée par sonde EDS.	30
2.1	Taille de grain moyenne d'échantillons à l'état initial et à l'état écroui ($\epsilon = 1$) sous différentes conditions expérimentales.	46
2.2	Paramètres du modèle rhéologique identifiés pour l'alliage NS5 déformé sur la gamme de température 800 - 950 °C et la gamme de vitesse de déformation 0.1 - 10 s ⁻¹	57
3.1	Paramètres du modèle numérique de référence.	80
4.1	Températures moyennes des lopins et de la matrice inférieure à trois instants de mesure.	104
4.2	Propriétés mécaniques et thermiques d'une nuance CuNi2Si(CW111C) trempée non revenue et d'un cuivre pur, valeurs extrapolées signalées par *. [Jensen et al., 1980] [CIDEDEC, 1972]	106
4.3	Cartes d'isovaleurs de la vitesse de déplacement sur l'axe Z et du critère NCL dans deux plans de coupe de la griffe.	113
4.4	Paramètres expérimentaux retenus pour les essais TEFF et gammes (σ_1 , ϵ) reproduites avec ces paramètres dans les zones critiques des éprouvettes TEFF	114
4.5	Images de fissures macroscopiques et microscopiques des zones critiques d'une éprouvette TEFF	117
4.6	Duretés Vickers (HV) dans trois zones d'éprouvettes TEFF pour différentes conditions expérimentales.	119
B.1	Propriétés mécaniques et thermiques de l'acier X37CrMoV5 (* valeurs interpolées). .	III

Liste des abréviations et des symboles

DRV	Restauration dynamique
DRX	Recristallisation dynamique
dDRX	Recristallisation dynamique discontinue
EDS	Energy Dispersive X-ray Spectroscopy
IACS	International Annealed Copper Standard
MEB	Microscope Électronique à Balayage
MET	Microscope Électronique à Transmission
NCL	Critère Normalisé de Cockcroft-Latham
PSN	Particule Stimulated Nucleation
RK4	Runge-Kutta d'ordre 4
STG	Modèle de Sellars - Tegart - Garofalo
TEFF	Testing of Environmentally Friendly Formability
WH	Écrouissage
A	Paramètre matériau du modèle STG, s^{-1}
A_a, A_r	Aires apparente et réelle d'une surface avec aspérités
b_1, b_2	Effusivités des corps en contact, $J \cdot K^{-1} \cdot m^{-2} \cdot s^{-1/2}$
B_y, B_p, B_s, B_{ss}	Paramètres matériau du modèle STG, s^{-1}
c	Chaleur spécifique, $J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$
C, C_c	Variable d'endommagement et sa valeur critique
D	Paramètre matériau
D_0	Taille moyenne initiale des grains, μm
D_M	Diamètre au centre d'une éprouvette de compression, mm
D_S	Taille moyenne finale des grains, μm
D_M	Diamètre à la surface de contact d'une éprouvette de compression, mm
e	Différence de hauteur sur une éprouvette TEFF dépendante de f , mm
f	Coefficient de frottement de Bay
F	Force de compression, kN
h	Paramètre géométrique du TEFF, mm
h_c	Hauteur courante d'une éprouvette de compression, mm
h_0	Hauteur initiale d'une éprouvette de compression, mm
h_{conv}	Coefficient d'échange thermique de convection, $W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}$
J_3	Troisième invariant du déviateur des contraintes
k_{AV}	Constante de l'équation d'Avrami

K_{cond}	Coefficient d'échange thermique de conduction, $W \cdot K^{-1}$
K_0, K_1	Paramètres du coefficient K_{cond} , $W \cdot K^{-1}$
L	Paramètre géométrique du TEF, mm
m	Coefficient de frottement de Tresca
m_y, m_p, m_s, m_{ss}	Paramètres matériau du modèle STG
n_{AV}	Exposant de l'équation d'Avrami
n'	Paramètre matériau du modèle STG
P	Proportion massique d'un élément dans un échantillon, %
P_1	Constante matériau, MPa
P_2	Constante matériau
q	Paramètre matériau
Q	Énergie d'activation apparente, $kJ \cdot mol^{-1}$
Q_{DRX}	Énergie d'activation apparente de recristallisation dynamique, $kJ \cdot mol^{-1}$
R	Paramètre géométrique du TEF, mm
R	Constante universelle des gaz parfaits, $J \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1}$
R_0	Rayon initial d'une éprouvette de compression, mm
R_θ, R_x, R_y, R_z	Matrices de rotation
S	Surface d'échange thermique avec l'air, m^2
t	Temps, s
$t_{0.5}$	Temps à 50 % de recristallisation, s
T	Température, K sauf indication contraire
T_a	Température de l'air ambiant, K
T_m	Température de fusion du matériau, °C
T_{outil}	Température de l'outil, K
X_v	Fraction volumique recristallisée
V	Vitesse de déplacement de la matrice inférieure du TEF, $mm \cdot s^{-1}$
V_e	Volume d'une éprouvette de compression, mm^3
V_g	Vitesse de glissement relative de corps en contact, $mm \cdot s^{-1}$
Z	Nombre de Zener-Hollomon, s^{-1}
Z_c	Nombre de Zener-Hollomon de transition entre DRV et DRX, s^{-1}
α, β	Paramètres géométriques du TEF, degrés
$\bar{\alpha}$	Ratio des aires de contact réelle et apparente d'une surface avec aspérités
$\delta_y, \delta_p, \delta_s, \delta_{ss}$	Paramètres matériau du modèle STG, MPa
ΔP	Différence relative de proportion massique
ε	Déformation plastique équivalente
$\varepsilon_1, \varepsilon_2, \varepsilon_3$	Déformations principales
ε_c	Déformation de transition entre DRV et DRX
ε_f	Déformation équivalente à rupture
ε_m	Déformation équivalente maximale
ε_r	Déformation à relaxation
ε_{λ_1}	Emissivité associée à la longueur d'onde λ_1
$\dot{\varepsilon}$	Vitesse de déformation équivalente, s^{-1}
$\dot{\varepsilon}_m$	Vitesse de déformation maximale, s^{-1}
η	Taux de triaxialité des contraintes
λ	Conductivité thermique du matériau, $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$

λ_1, λ_2	Longueurs d'ondes du pyromètre bichromatique, μm
ξ	Paramètre de Lode
ρ	Masse volumique du matériau, $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$
σ	Contrainte d'écoulement du matériau, MPa
σ_I	Contrainte principale maximale, MPa
σ_{eq}	Contrainte équivalente de von Mises
σ_ε	Contrainte d'écoulement du matériau écroui et restauré dynamiquement, MPa
σ_c	Contrainte critique de transition entre DRV et DRX, MPa
σ_{ra}	Constante de Stéphan Boltzmann
σ_m	Pression hydrostatique, MPa
σ_n	Contrainte normale, MPa
(σ'_n, τ)	Limites de proportionnalité du modèle de frottement de Bay, MPa
σ_p	Contrainte pic, MPa
σ_s	Contrainte à saturation, MPa
σ_{ss}	Contrainte seuil, MPa
σ_y	Limite d'élasticité, MPa
τ	Contrainte de cisaillement, MPa
$\vec{\tau}$	Vecteur contrainte tangentielle
θ_0	Taux d'écrouissage de référence, MPa
$\theta_x, \theta_y, \theta_z$	Angles de rotation autour des axes X, Y et Z, degrés
$\bar{\theta}$	Angle de Lode
$\vec{\Phi}(P_i, \vec{n})$	Vecteur contrainte de la particule P_i dans le plan de normale \vec{n}
Φ_{fr}	Puissance dissipée par frottement de corps en contact, $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$
Φ_λ	Flux thermiques de rayonnement, $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$
Φ_{conv}	Flux thermiques de convection, $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$
Φ_{cond}	Flux thermiques de conduction, $\text{kW} \cdot \text{m}^{-2}$

Introduction générale

Contexte industriel

Le fil conducteur aérien, plus généralement appelé système caténaire, est la technologie d'acheminement électrique la plus répandue. Son architecture générale, représentée en figure 1, est constituée d'un ou de deux fils de contact (aussi appelé fil de caténaire), d'un câble porteur et de pendules. La transmission de l'énergie électrique aux machines de traction est assurée par le contact entre le fil de caténaire et le pantographe. Le maintien en position, les liaisons électriques, ainsi que les liaisons mécaniques du système caténaire sont assurés par des raccords et des connecteurs. Ces derniers sont classés en deux familles : les pièces en alliage cuivre-aluminium et les pièces en alliages cuivre-nickel. La première famille regroupe les pièces ayant principalement une fonction électrique. Les pièces conjuguant à la fois un rôle électrique et mécanique font partie de la seconde famille. Quelques pièces couramment rencontrées sont illustrées en figure 1. La diversité de fils et de sections de câbles, ainsi que les nombreux paramètres de spécification tels que la position du raccord sur la ligne, la fréquentation de la ligne ou la vitesse de passage du train engendrent une large déclinaison des différentes pièces.

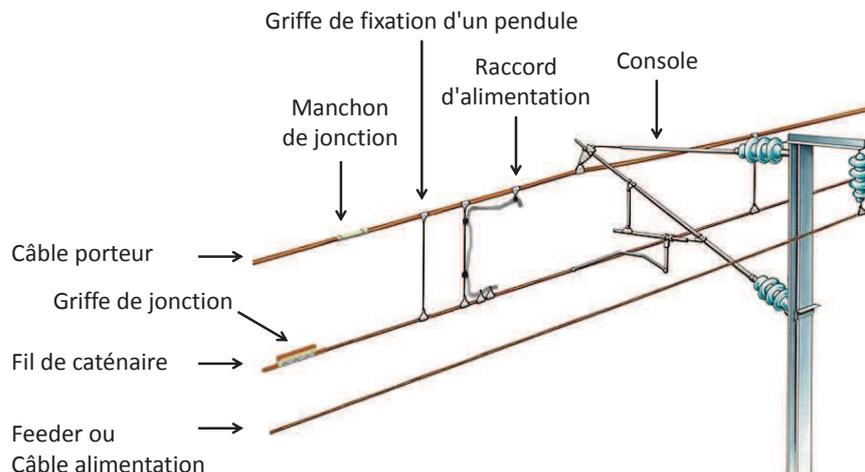


FIGURE 1 – Schéma d'une caténaire équipée de connecteurs.

Selon un rapport de la SNCF [Boulet et al., 2008]¹ daté de septembre 2008, 37,3 % des incidents sur le réseau étaient dus à l'infrastructure. Ils peuvent être causés par un échauffement de la caténaire suite à un mauvais contact du pantographe, par une usure mécanique de composants ou plus rarement par des défauts de maintenance. Ces incidents peuvent provoquer une rupture de caténaire et retarder la circulation des trains. Ainsi, la fiabilité et l'endurance des connecteurs

1. Boulet, J.P., M. Brossard et F. Remy. 2008, "Présentation de l'opération nationale de diagnostic du système caténaire-pantographe", *Dossier de presse*.

et raccords de caténaires contribuent pleinement à la disponibilité du réseau ferroviaire. Le retour d'expérience décrit les produits actuellement présents sur le marché français comme robustes et de conception simple, bien qu'empiriques.

Le projet des partenaires industriels impliqués vise à améliorer la fiabilité et les performances mécaniques et électriques des pièces, ainsi qu'à réduire l'impact environnemental dû à leur fabrication. Une pièce de référence est choisie pour conduire ce projet. Il s'agit de la griffe de jonction qui cumule des fonctions mécaniques et électriques. Comme de nombreuses pièces de sa gamme, elle est constituée d'un alliage de cuivre Cu-2Ni-Si. Sa mise en forme par matriçage est complexifiée par une géométrie fine et des tolérances géométriques sévères.

Démarche scientifique

Les alliages Cu-Ni-Si font partie des alliages à durcissement structural. Ils doivent leurs propriétés mécaniques et électriques élevées à une succession de traitements thermiques intégrés dans le procédé de mise en forme. Afin de réduire le coût énergétique de fabrication des griffes de jonction, le chaînage des opérations de formage et leurs températures doivent être optimisés. Ces derniers ont aussi une influence sur la précision géométrique et les états de surface des pièces ainsi forgées.

Dans le contexte industriel du sujet, l'optimisation des procédés de mise en forme à chaud est fortement liée à une meilleure compréhension des couplages matériaux-procédés associés aux alliages Cu-Ni-Si. Une stratégie de travail en deux étapes est proposée. La première étape consiste à établir un modèle de comportement physiquement motivé de l'alliage Cu-Ni-Si qui permet de fiabiliser les simulations numériques du procédé. La deuxième étape repose sur un nouvel essai de formabilité qui permet de qualifier un matériau candidat au formage à chaud dans des conditions limites moins impactantes pour l'environnement.

Les deux livrables scientifiques doivent permettre à terme de faire évoluer le procédé comme indiqué en figure 2.

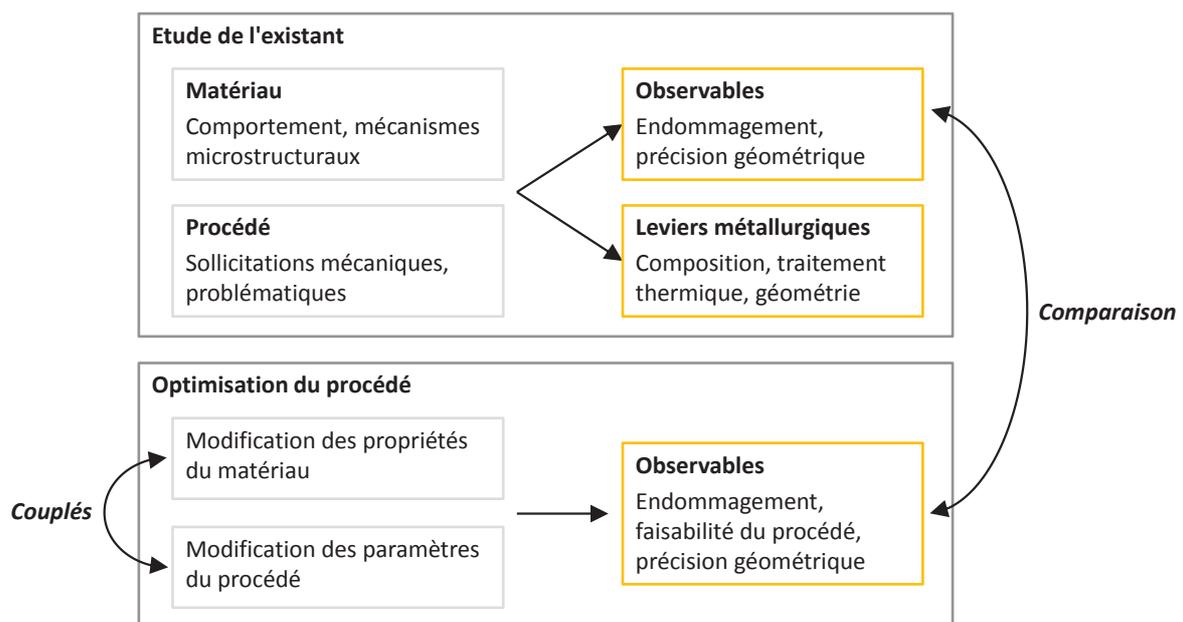


FIGURE 2 – Stratégie de travail employée.

Organisation du mémoire

Le premier chapitre de ce mémoire de thèse introduit l'alliage Cu-Ni-Si étudié dans ces travaux. La première partie est une étude bibliographique sur les alliages Cu-Ni-Si, orientée vers la compréhension des mécanismes microstructuraux pouvant intervenir au cours d'un procédé de mise en forme à chaud. L'influence des paramètres de procédé et de l'état microstructural de l'alliage sur le déclenchement de ces mécanismes sera abordée. En seconde partie, des échantillons de matière prélevés sur site industriel seront examinés. Ils permettront de caractériser l'état initial de l'alliage avant matriçage.

Le deuxième chapitre correspond à la caractérisation rhéologique de l'alliage. En s'appuyant sur les conclusions du premier chapitre, les résultats d'une campagne expérimentale de compression à chaud seront analysés. Un modèle rhéologique à base physique sera développé pour décrire le comportement observé dans les gammes de températures de 800 - 950 °C et de vitesse de déformation de 0.1 - 10 s⁻¹. Une attention particulière sera portée à la méthodologie d'identification des paramètres du modèle. Son implémentation dans un logiciel éléments finis sera ensuite présentée. Ce chapitre se terminera par une discussion sur des variabilités de comportement relevées au cours de cette étude.

Le troisième chapitre est consacré au développement d'un nouvel essai de formabilité. Une étude bibliographique sur les outils d'identification des conditions limites de formabilité sera présentée dans une première partie. Elle permettra de discuter les limites de ces outils et de les confronter à ce nouvel essai proposé. Après une description générale de l'essai, une analyse mécanique et numérique des zones potentielles de fissuration est conduite. Cette analyse déterminera la sensibilité de ces zones aux paramètres expérimentaux et décrira les sollicitations mécaniques qui les mènent à fissuration. La représentativité de ce nouvel essai vis-à-vis des conditions de forgeage, sur les plans mécaniques et tribologiques, sera montrée en dernière partie.

Le quatrième et dernier chapitre concerne l'étude et l'optimisation du procédé de matriçage d'une griffe de jonction. La première partie traitera de la caractérisation du procédé. À partir de données expérimentales recueillies sur site industriel, un modèle numérique du procédé sera mis au point grâce au modèle physique de comportement et permettra de déterminer les sollicitations mécaniques subies par l'alliage Cu-Ni-Si. Le nouvel essai de formabilité proposé dans le troisième chapitre sera ensuite exploité. La formabilité de l'alliage Cu-Ni-Si déformé dans des conditions représentatives de celles du procédé de matriçage sera analysée. Par le biais de cet essai, les températures limites de formage seront recherchées.

Présentation des alliages Cu-Ni-Si riches en cuivre

Sommaire

1.1 Introduction	7
1.2 Étude bibliographique	7
1.2.1 Alliage à durcissement structural	8
1.2.2 Comportement en mise en forme à chaud	14
1.2.3 Influence des paramètres de procédé	21
1.2.4 Conclusion	24
1.3 Alliage étudié	25
1.3.1 Élaboration	25
1.3.2 Composition effective	26
1.3.3 Échantillons étudiés	27
1.3.4 Conclusion	32
1.4 Conclusion	33
1.5 Références	34

1.1 Introduction

Pour de nombreuses applications, la recherche d'un substitut à l'alliage cuivre-béryllium au cours de ces vingt dernières années a mis en avant les alliages Cu-Ni-Si qui proposent un compromis intéressant en matière de propriétés mécaniques et électriques. Leur utilisation est aujourd'hui répandue pour la fabrication de pièces performantes dans ces deux domaines, par exemple les électrodes de soudage ou les connecteurs électriques. Néanmoins, pour acquérir ces caractéristiques, un chaînage rigoureux des étapes de mise en forme et de traitement thermique doit être respecté au cours du procédé de fabrication.

La première partie de ce chapitre établit un bilan bibliographique sur les alliages Cu-Ni-Si, orienté vers la compréhension des différents mécanismes microstructuraux pouvant intervenir au cours d'un procédé de fabrication, et plus particulièrement d'une étape de mise en forme à chaud. Dans un premier temps, le mécanisme de durcissement structural (ou de précipitation statique), responsable des propriétés finales de la pièce est abordé. Son activation nécessite la mise en solution solide sursaturée de l'alliage, ce qui impose certaines étapes spécifiques dans le procédé. Sous ces conditions, les mécanismes dynamiques d'adoucissement peuvent se déclencher durant certaines étapes de mise en forme à chaud ; ils seront présentés dans un second temps et leur impact sur le comportement rhéologique ainsi que leur prise en compte dans l'élaboration d'une loi rhéologique à base physique y seront décrits. Enfin, l'influence de la composition de l'alliage et du déclenchement du mécanisme de précipitation dynamique à mi-chaud sur les caractéristiques du matériau et la cinétique de recristallisation seront introduits.

La seconde partie présente en détail l'alliage Cu-Ni-Si étudié dans ce travail. Une description de son élaboration puis de son extraction y est faite. Ensuite, la composition chimique et la microstructure des échantillons de matière sont analysées de façon à connaître l'état initial de l'alliage avant sa mise en forme.

1.2 Étude bibliographique

Après l'argent, le cuivre est le métal qui possède la conductivité électrique la plus élevée de 58,0 MS/m. À l'état recuit, il sert d'ailleurs de référence pour le calcul de la conductivité électrique relative des métaux indiquée en %IACS (International Annealed Copper Standard). Grâce à cette propriété remarquable, il a connu un essor extraordinaire au début du 20^e siècle avec le développement de l'électricité. Pur, le cuivre a cependant une résistance mécanique faible et l'ajout d'autres éléments métalliques en petite quantité est nécessaire pour améliorer significativement certaines de ces propriétés mécaniques. Aujourd'hui, les alliages de cuivre sont présents dans de nombreux secteurs d'activités dont :

- Le bâtiment : du fait de sa bonne conductivité électrique, ils composent la majeure partie des câbles électriques. En tant que bons conducteurs thermiques, ils sont également utilisés en plomberie, au niveau du chauffage, où leurs qualités bactéricides et fongicides contribuent à la préservation de la qualité des eaux transportées ;
- Les équipements électroniques : leur qualité de conducteur électrique a généralisé leur utilisation dans l'industrie des semi-conducteurs pour la fabrication de puces électroniques ou de circuits intégrés ;
- Le transport : le cuivre est fortement présent dans le secteur des transports, principalement en câblage pour l'envoi de signaux et pour l'alimentation électrique. Dans l'automobile, un véhicule citadin contient environ 15 kg de cuivre et les circuits de freinage de grandes marques sont en alliage cuivre-nickel. Les alliages présentent une bonne tenue à la corrosion, en particulier le cuivre-nickel en eau salée, ce qui a rendu possible leur utilisation dans la construction navale.

Durant de nombreuses années, le cuivre au béryllium Cu-2Be a été la référence des cuivreux en matière de performance, permettant un durcissement par précipitation (norme EN CW1010C). À

l'état trempé revenu, qui correspond généralement à l'état du produit fini, il peut même atteindre une limite à rupture comparable à certains aciers. Son emploi dans le secteur du transport et des équipements électroniques est donc rependu. Cependant, le béryllium et ses composés sont extrêmement toxiques par inhalation. À partir de 1998, les réglementations et consciences ont donc évolué quant à son utilisation, et de nombreux travaux de recherche ont été effectués dans le but de développer un alliage de substitution. Les alliages cuivreux dont la contrainte maximale de traction dépasse 1000 MPa sont peu nombreux. Parmi eux, certains ternaires Cu-Ni-X et Cu-Ti-X avec X un élément d'addition ou les binaires Cu-Ti et Cu-Be. Les travaux de Ye et al. [2014] font mention des alliages Cu-4.2Ti et Cu-10Cr-0.4Zr dont les contraintes maximales peuvent être supérieures à 1100 MPa selon le traitement effectué, avec des conductivités électriques respectives de 25 et 35 %IACS. Le graphique en figure 1.1 représente la conductivité électrique en fonction de la contrainte maximale de traction d'une sélection d'alliages, dont le Cu-2Be. Les alliages à haute résistance à la traction ont les plus faibles conductivités électriques, et inversement. Le cupro-nickel Cu-2Ni-Si qui est l'objet de cette étude, de norme EN CW111C, fait partie des alliages ternaires faiblement alliés. Après revenu durcissant, sa limite maximale en traction est d'environ 660 MPa pour une conductivité électrique de 42 %IACS selon Arnaud et al. [1985]. Comparée aux propriétés du Cu-2Be, sa contrainte est plus faible, mais sa conductivité est plus élevée (figure 1.1). Le bon compromis contrainte maximale – conductivité électrique qu'offre l'alliage Cu-2Ni-Si fait de lui un candidat intéressant au remplacement du Cu-2Be dans des applications nécessitant ces deux propriétés à la fois.

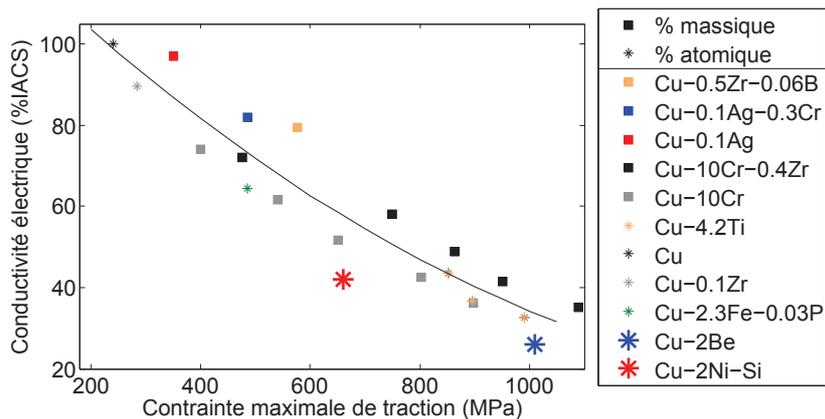


FIGURE 1.1 – Contrainte maximale de traction en fonction de la conductivité électrique d'alliages de cuivre. [Ye et al., 2014] [Arnaud et al., 1985]

1.2.1 Alliage à durcissement structural

Comme une majorité d'alliages de cuivre à résistance mécanique élevée, l'alliage Cu-2Ni-Si fait partie de la famille des alliages faiblement alliés à durcissement structural par formation de précipités.

Principe du durcissement structural

Les métaux et alliages sont généralement des polycristaux. Leur structure contient intrinsèquement des défauts atomiques et parmi ceux-ci les dislocations. La mobilité de ces défauts linéaires dans la structure cristalline est essentielle pour permettre une déformation plastique de l'alliage. Une déformation macroscopique importante résulte en effet de la création et du déplacement d'un grand nombre de dislocations. L'effort nécessaire à ce déplacement augmente lorsque celles-ci font face à des obstacles et entraînent un durcissement de l'alliage. Thomas et Schmitt

[2002] ont relevé les différents mécanismes de durcissement qui consistent tous à multiplier les obstacles aux mouvements des dislocations :

- Le durcissement par écrouissage : l'augmentation de la densité de dislocations accroît leurs interactions mutuelles et freine ainsi leurs mouvements ;
- Le durcissement par éléments en solution solide : la présence d'atomes étrangers par substitution ou insertion dans le réseau cristallin provoque des discontinuités ponctuelles qui gênent le déplacement des dislocations ;
- Le durcissement par effet taille de grain : les joints de grains forment des obstacles efficaces pour les dislocations. On constate ainsi que la limite d'élasticité macroscopique du polycristal augmente lorsque la taille de grain diminue (relation de Hall et Petch) ;
- Le durcissement structural.

Ce dernier repose sur la présence de fines particules de seconde phase réparties à l'intérieur des cristaux. Il peut s'agir d'inclusions apparues lors de la solidification du métal, telles que des oxydes ou sulfures, ou bien de précipités obtenus par un traitement thermique approprié. Le durcissement d'un bon nombre d'alliages de cuivre faiblement allié implique des interactions entre dislocations et précipités. Les mécanismes principaux de franchissement des précipités par une dislocation glissante répertoriés sont le cisaillement et le contournement, illustrés en figure 1.2. Si les particules sont fines, le mécanisme de cisaillement est prépondérant et l'effet durcissant est d'autant plus élevé que la résistance au cisaillement des particules est elle-même élevée. À l'inverse en présence de particules plus volumineuses le mécanisme de contournement, dit d'Orowan, s'applique. À fraction volumique fixée, il a été démontré que de petites et nombreuses particules sont plus influentes sur le durcissement [Manenc, 1972].

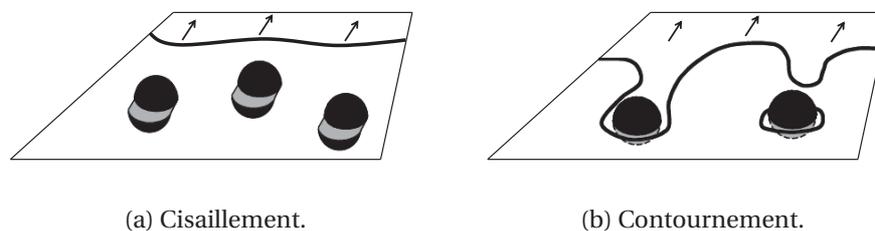


FIGURE 1.2 – Mécanisme de franchissement d'une particule par une dislocation.

Quelle que soit la composition de l'alliage, la procédure menant au durcissement structural est inchangée. Elle se déroule en deux étapes : une mise en solution suivie d'une trempe et d'un vieillissement.

Mise en solution et trempe Cette première étape vise à obtenir une solution solide sursaturée en éléments d'alliage. La mise en solution est un traitement thermique qui consiste à chauffer l'alliage à une température élevée pour répartir les éléments d'addition sur les différents sites du solvant. Les isoplèthes à 1, 3 et 5 % en masse de nickel et à 0.5 % en masse de silicium du diagramme de phases du ternaire Cu-Ni-Si en figure 1.3 sont extraits des travaux de Miettinen [2005]. Ils y indiquent notamment, en fonction de la composition de l'alliage et de la température, le domaine de solubilité totale α indiqué ici en vert. On constate par l'étendue de ce domaine que la proportion maximale de silicium soluble diminue lorsque la proportion de nickel augmente. On passe de 2.55 % de silicium à 915 °C pour 1 % de nickel à 1.34 % de silicium à 933 °C pour 3% de nickel. Les intermétalliques Ni_xSi_y qui se forment aux joints de grains ont un effet durcissant nettement inférieur à celui des précipités à l'intérieur des cristaux. En pratique, la température de mise en solution sera choisie de façon à être bien à l'intérieur du domaine de solubilité et ainsi éviter la formation d'intermétalliques. Après maintien à température de mise en solution pendant au minimum une heure ([Blaz et al., 1994], [Cheng et al., 2014], [Lei et al., 2013b]), l'alliage

est brusquement refroidi par trempe pour éviter toute transformation et figer l'état métastable de sursaturation à température ambiante.

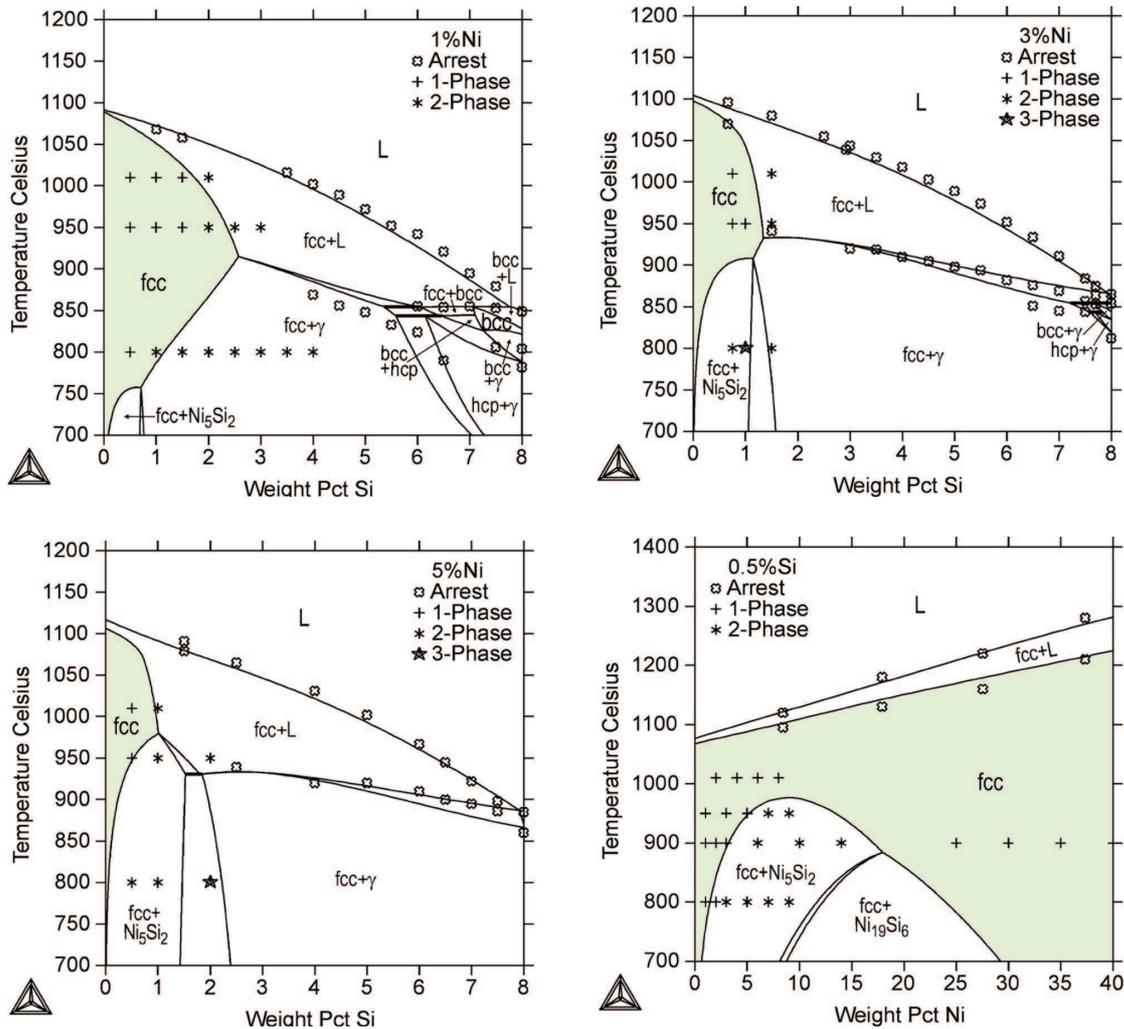


FIGURE 1.3 – Isoplèthes à 1, 3 et 5 % de Ni et à 0.5% de Si du diagramme de phases du système Cu-Ni-Si. [Miettinen, 2005]

Revenu La seconde étape dite de vieillissement correspond à un traitement thermique de revenu. L'apport d'énergie thermique du revenu permet aux atomes de solutés de se déplacer, afin d'occuper de nouvelles positions et d'acquérir une meilleure stabilité. Il en résulte la formation de précipités durcissants dans la matrice de cuivre. Les paramètres de vieillissement (température et durée) choisis dépendent de la composition chimique et des propriétés mécaniques ou électriques recherchées. Pour les alliages Cu-Ni-Si, les températures de vieillissement sont généralement comprises entre 300 °C et 600 °C. Dans le cas de l'alliage Cu-3.2Ni-0.75Si étudié par Zhao et al. [2003b], le revenu est effectué à 450 °C. Les échantillons vieillis présentent effectivement une augmentation de la résistance maximale de traction et de la limite d'élasticité au détriment de la ductilité. L'évolution de ces grandeurs est progressive (figure 1.4) et les contraintes atteignent un palier après presque 8 h de revenu.

Formation des précipités durcissants

La phase d'équilibre δ -(Ni_2Si) est très souvent désignée comme étant responsable du durcissement des alliages Cu-Ni-Si. Ce résultat établi pour la première fois en 1927 par M.G. Corson a

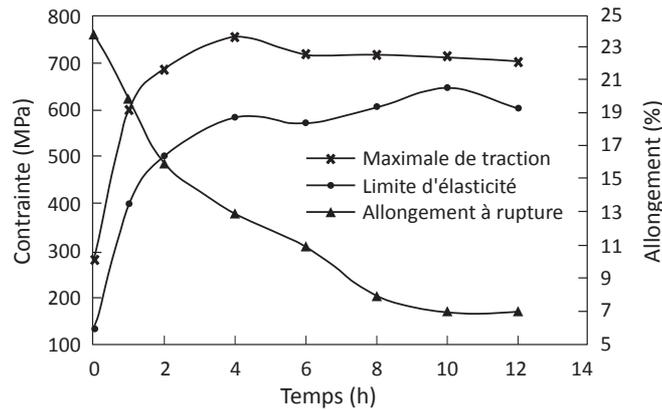


FIGURE 1.4 – Résistance maximale de traction, limite d'élasticité et allongement à rupture de l'alliage Cu-3.2Ni-0.75Si en fonction de la durée de revenu à 450 °C, d'après Zhao et al. [2003b]

été discuté par de multiples auteurs puis finalement approuvé des dizaines d'années plus tard par Teplitskiy et al. [1972] et bien d'autres depuis dont Lockyer et Noble [1994], Donoso et al. [2012] et Xiao et al. [2016]. Cependant, quelques publications mettent en cause également des précipités ϵ -(Ni₃Si₂), Ni₅Si₂ [Azzeddine et al., 2014] ou encore β -(Ni₃Si) [Lei et al., 2011] [Cheng et al., 2014].

Les diagrammes de phase Cu-Ni-Si aux températures de 500 °C et 600°C, donnés en figure 1.5 et établis par Lu et al. [2007] pour des teneurs en nickel et silicium inférieures respectivement à 5 et 2.5 % en masse, prévoient en effet une probable formation des phases δ -(Ni₂Si), ϵ -(Ni₃Si₂) et Ni₅Si₂. Ces phases peuvent de plus coexister ou non dans la matrice c.f.c. de cuivre. Ces diagrammes expliquent en partie les résultats obtenus par les auteurs précédemment cités, et soulignent surtout la dépendance de la nature des précipités à la composition du matériau et à la température de revenu [Azzeddine et al., 2014].

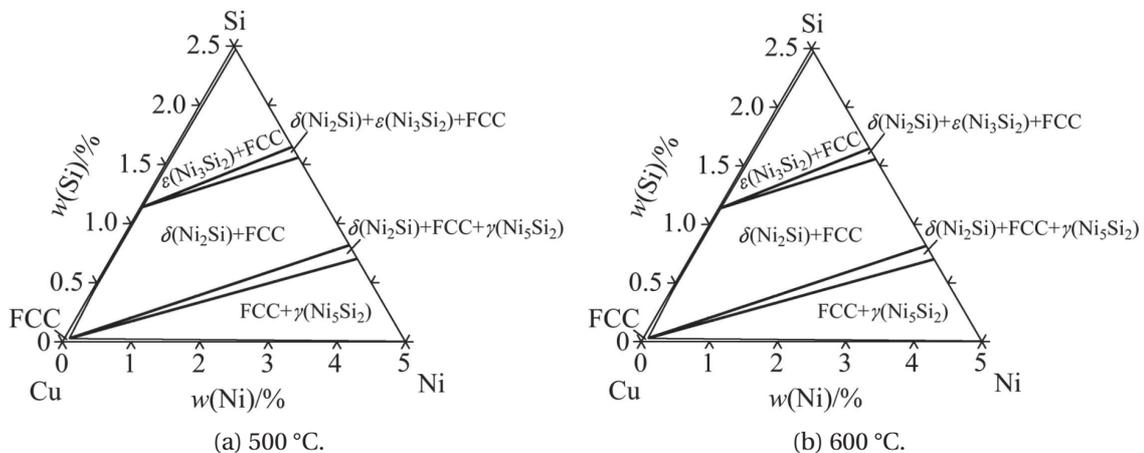


FIGURE 1.5 – Diagrammes de phase de la solution solide Cu-Ni-Si pour de faibles teneurs en nickel et silicium. [Lu et al., 2007]

Le mécanisme de précipitation dépend lui aussi de la composition de l'alliage. Zhao et al. [2003a] ont comparé les effets d'un revenu durcissant à 450 °C sur les alliages Cu-3.2Ni-0.75Si-0.3Zn et Cu-1.0Ni-0.25Si-0.1Zn (% massique). La mesure de dureté Vickers étant plus simple à mettre en œuvre qu'une mesure de limite élastique, elle sert de référence pour évaluer l'évolution du durcissement (figure 1.6a). Un léger durcissement de l'alliage Cu-1.0Ni-0.25Si-0.1Zn intervient après une période d'incubation d'environ 200 min, conjointement à l'apparition de particules cohérentes δ -(Ni₂Si) observables au microscope électronique à transmission (MET) (figure 1.7a). Une germination à la fois aux sous-joints de grains et aux dislocations est observée, et ces particules

croissent continuellement. Il s'agit dans ce cas d'un processus de germination et croissance. La dureté de l'alliage Cu-3.2Ni-0.75Si-0.3Zn augmente quant à elle sans période d'incubation et selon une vitesse assez élevée. Après 480 min, sa valeur est presque 2.5 fois supérieure à celle de l'alliage très faiblement allié. La structure modulée observée après quelques minutes est typique d'une réorganisation microstructurale (figure 1.7b). Les particules δ -(Ni₂Si) identifiées après 240 min de revenu sont toujours cohérentes, mais apparaissent au sein d'une phase ordonnée (Cu,Ni)₃Si. Le processus de précipitation qui agit ici est donc clairement différent du précédent. Selon les auteurs, lorsque la teneur en nickel et silicium est trop faible, l'énergie libre de la solution solide sursaturée est trop basse par rapport à celle d'une structure modulée pour provoquer une réorganisation microstructurale. Ainsi, quelle que soit la température de revenu, le processus de germination et croissance agit.

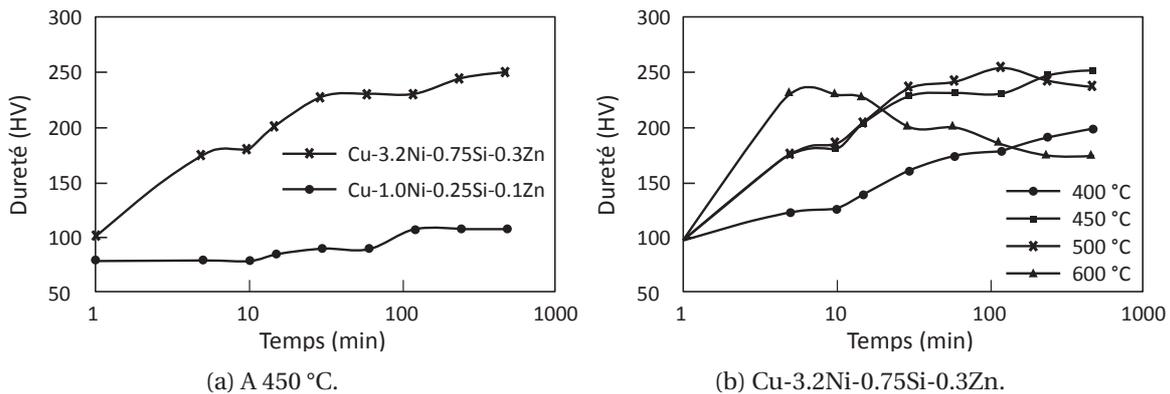


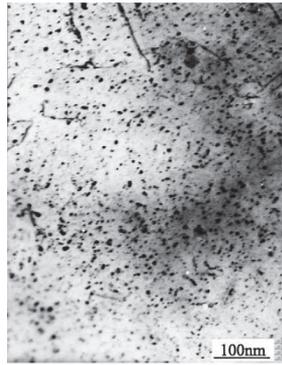
FIGURE 1.6 – Évolution de la dureté de l'alliage selon la composition et les paramètres de revenu. [Zhao et al., 2003a]

Les travaux de Zhao et al. [2003a] montrent également une forte influence de la température et de la durée de revenu sur l'évolution de la dureté de l'alliage Cu-3.2Ni-0.75Si-0.3Zn. Les courbes de dureté des échantillons revenus aux températures comprises entre 400 °C et 600 °C, tracées en figure 1.6b, indiquent deux comportements : soit la dureté augmente continument, soit elle atteint rapidement un maximum et chute ; l'évolution vers l'un ou l'autre de ces comportements étant régie par la température de revenu.

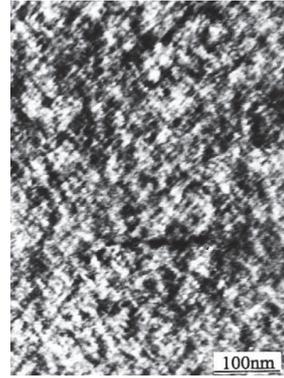
À température modérée Il s'agit de la température la plus étudiée et la plus courante. L'évolution de la dureté y est progressive. Pour Zhao et al. [2003a] et Lei et al. [2010b] elle correspond à une température de 450 °C. Ces auteurs ont identifié la séquence de précipitation suivante :

1. Décomposition spinodale : il s'agit d'une transformation de phase sans germination. À la moindre fluctuation de composition, le système se divise en deux phases riche et pauvre en nickel et silicium. La structure modulée en figure 1.7c correspond à un stade avancé de la décomposition, par rapport à celle en figure 1.7b. Les deux phases y sont visibles, l'une est claire et l'autre plus foncée.
2. Formation de domaines ordonnés : dans la région riche (Ni, Si), la forte densité locale des atomes favorise la formation d'un domaine ordonné.
3. Formation de précipités : au sein du domaine ordonné, les précipités durcissants se forment selon un processus de germination et croissance. Les précipités sont cohérents et de structure orthorhombique d'après Zhao et al. [2003a]. En figure 1.7c, les précipités β -(Ni₃Si) sont d'ailleurs déjà formés dans la phase riche qui correspond aux zones sombres. Un revenu prolongé peut mener au stade de sur-revenu pour lequel la dureté diminue par la présence de précipités volumineux.

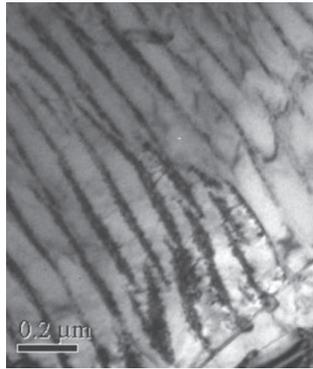
Lei et al. [2010b] attribuent l'augmentation rapide de la dureté en début de revenu à l'activation successive de la décomposition spinodale et de la formation de domaines ordonnés sur une courte



(a) Germination et croissance, Cu-1.0Ni-0.25Si-0.1Zn 450°C 240 min. [Zhao et al., 2003a]



(b) Domaine ordonné, Cu-3.2Ni-0.75Si-0.3Zn 450 °C 15 min. [Zhao et al., 2003a]



(c) Décomposition spinodale, Cu-8.0Ni-1.8Si 550 °C 10 s. [Lei et al., 2011]



(d) Germination et croissance, Cu-3.2Ni-0.75Si-0.3Zn 550 °C 480 min. [Zhao et al., 2003a]

FIGURE 1.7 – Micrographies MET d’alliages CuNiSi revenus pour différentes températures et durées de revenu.

durée, et l’augmentation plus progressive qui suit à la formation des précipités. Lei et al. [2011] traitant de l’alliage Cu-8.0Ni-1.8Si divisent cette gamme de température en deux. Ils proposent que seule la formation de domaines ordonnés agisse dans la gamme inférieure de température (environ 450 °C) avant la formation des précipités, et que dans la gamme supérieure de température (environ 550 °C) seule la décomposition spinodale agisse avant la formation des précipités.

À haute température La dureté augmente très rapidement jusqu’à atteindre un maximum puis diminue. La température élevée accélère la précipitation par processus de germination et croissance. Zhao et al. [2003a] observent la formation de précipités volumineux δ -(Ni₂Si) aux joints de grains et dans les grains (particules sombres en figure 1.7d). Ils sont cohérents et ont une forme de disque.

Effet bénéfique du durcissement structural sur la conductivité électrique

L’addition d’éléments chimiques solubles dans le cuivre pur engendre une augmentation de la résistivité du matériau. Ces atomes intégrés par substitution ou insertion déforment en effet le réseau cristallin du cuivre et perturbent le mouvement des électrons de valence, à l’origine de la conductivité. La loi de Matthiessen prédit une dégradation de la conductivité électrique du cuivre par la présence d’éléments d’addition. L’augmentation de la résistivité due à l’ajout maximal de 1 % en masse de quelques éléments en solution solide est explicitée en figure 1.8. Il y est clairement indiqué que le silicium et le chrome ont une influence plus marquée que le nickel sur la résistivité du cuivre.

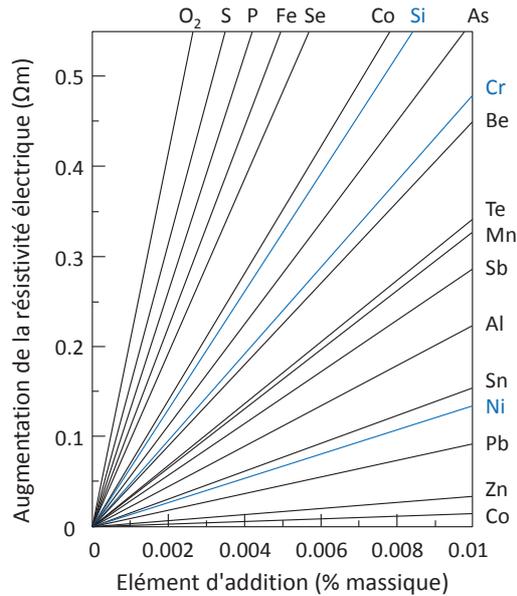


FIGURE 1.8 – Augmentation de la résistivité électrique d'un cuivre suite à l'ajout d'une faible quantité d'éléments d'addition. [Joseph et Kundig, 1999]

Lei et al. [2010a] ont démontré que la conductivité électrique des alliages Cu-Ni-Si croît suivant une relation linéaire, fonction de la fraction volumique de précipités. Lors du revenu, le réseau cristallin du cuivre se restructure et s'appauvrit en élément soluble. La fraction volumique maximale de précipité étant fixée par la composition de l'alliage, plus les précipités sont volumineux et moins ils sont nombreux. C'est pourquoi tout au long d'un revenu la conductivité des alliages ne cesse d'augmenter contrairement à la dureté. L'alliage Cu-6.0Ni-1.4Si-0.15Mg-0.1Cr étudié par Lei et al. [2013a] illustre ces faits en figure 1.9. Le durcissement structural permet donc de restituer en partie la bonne conductivité électrique du cuivre.

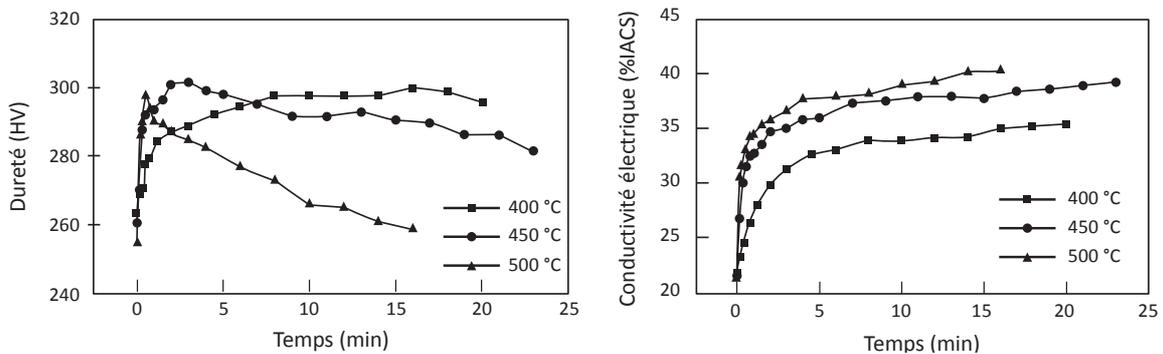


FIGURE 1.9 – Evolution de la dureté et de la conductivité électrique de l'alliage Cu-6.0Ni-1.4Si-0.15Mg-0.1Cr soumis à plusieurs revenus durcissants. [Lei et al., 2013a]

1.2.2 Comportement en mise en forme à chaud

Les différents travaux de recherche menés sur alliages Cu-Ni-Si contribuent essentiellement à une meilleure connaissance du matériau revenu et des paramètres de revenu. Seul un nombre limité d'études traite de leur caractérisation rhéologique. Pourtant, une étape de mise en forme à chaud, c'est-à-dire à une température supérieure à la moitié de la température de fusion, précède souvent le traitement thermique de revenu dans le cadre d'un procédé industriel. En effet, pour les alliages de cuivre, les procédés à froid sont essentiellement appliqués au stade des finitions

comme l'usinage ou pour la mise en forme de pièces minces, alors que les pièces plus volumineuses sont essentiellement réalisées par forgeage ou matriçage à chaud (Trapied [1981]).

La déformation plastique engendre de nombreux défauts cristallins et augmente l'énergie emmagasinée par le matériau. Outre la modification de sa microstructure, le matériau voit sa contrainte d'écoulement augmentée, certaines de ses propriétés dont la conductivité électrique altérées, et se retrouve dans un état thermodynamique instable. Le recouvrement partiel de ses propriétés, et le retour vers un état plus stable sont permis par des mécanismes thermiquement activés de restauration et de recristallisation. Or, le cuivre et ses alliages sont connus pour être des matériaux dans lesquels ces mécanismes opèrent.

Évolutions structurales de restauration et de recristallisation

Lorsque la restauration et la recristallisation se déclenchent et agissent pendant la déformation, elles sont qualifiées de dynamiques. Par opposition, le terme "statique" signifie que ces phénomènes se produisent lors d'un recuit et après déformation. Les mécanismes statiques et dynamiques ont de nombreux points communs, c'est pourquoi une description générale sera faite avant de s'intéresser plus particulièrement aux phénomènes dynamiques.

Restauration La restauration se traduit par un réarrangement des dislocations pour aller vers une configuration de plus basse énergie. Initialement réparties de façon aléatoire dans les grains, les dislocations interagissent, se réorganisent par montée ou glissement puis leur densité diminue par annihilation¹ mutuelle. Les dislocations restantes se réarrangent en configuration de plus basse énergie en formant un réseau régulier ou des parois faiblement désorientées² dans les grains, il s'agit de la polygonisation.

Dans le cas des matériaux polycristallins, les dislocations s'organisent sous forme de cellules (figures 1.11b et 1.10). Cette formation est facilitée dans les matériaux d'énergie de défaut d'empilement³ élevée. Après annihilation (figure 1.11c), les parois de dislocations se réarrangent et se transforment en sous-joints légèrement désorientés les uns par rapport aux autres (figure 1.11d). La croissance des sous-grains permet d'abaisser davantage l'énergie interne du matériau (figure 1.11e).

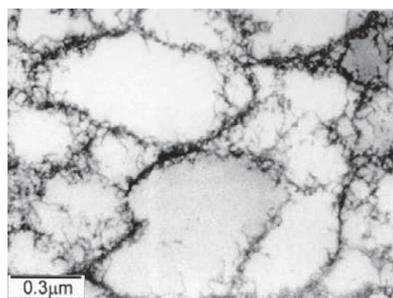


FIGURE 1.10 – Structure cellulaire dans un cuivre laminé à froid à 25%. [Humphreys et Hatherly, 2004]

Recristallisation À une échelle supérieure à celle de la restauration, le mécanisme de recristallisation est identifiable par la formation de nouveaux grains dans un matériau écroui et restauré

1. L'annihilation entre deux dislocations de signes opposés consiste en la disparition de l'une et de l'autre, donnant lieu à libération d'énergie.

2. Des joints de grains sont considérés comme fortement désorientés lorsqu'ils coïncident selon un angle de rotation supérieur à 15°.

3. Un défaut d'empilement est un défaut cristallin à deux dimensions au même titre que les joints de grains, et désigne une modification de la séquence d'empilement des plans atomiques du réseau. L'énergie de défaut d'empilement est l'énergie associée à la création de ce défaut.

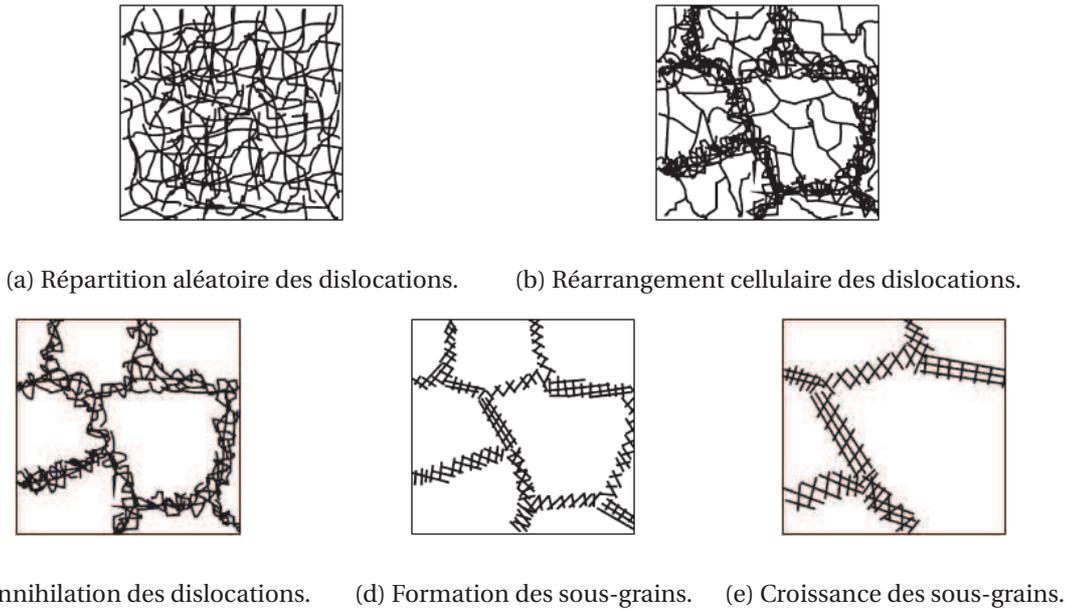


FIGURE 1.11 – Étapes de restauration d'un matériau polycristallin. [Humphreys et Hatherly, 2004]

(figure 1.12). La recristallisation discontinue ou primaire correspond au processus de recristallisation le plus fréquemment rencontré. Son évolution est divisible selon les deux stades de germination et croissance. La recristallisation continue désigne quant à elle un processus qui évolue graduellement et uniformément, sans germination. Elle apparaît dans les matériaux dont la désorientation des joints de grains augmente continuellement jusqu'à atteindre une microstructure constituée essentiellement de joints de grains fortement désorientés.

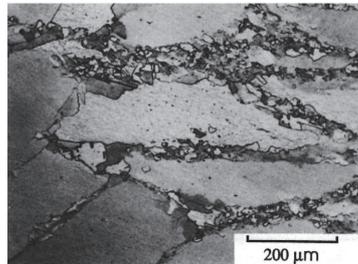


FIGURE 1.12 – Recristallisation dynamique aux anciens joints de grains d'un cuivre polycristallin déformé à 400 °C, $\dot{\epsilon} = 0.02 s^{-1}$ et $\epsilon = 0.7$. [Humphreys et Hatherly, 2004]

Mécanismes dynamiques La particularité des mécanismes dynamiques réside en la formation permanente de dislocations et la pression motrice de recristallisation provient de cette densité de dislocations. Le processus de recristallisation dynamique s'active à partir d'un seuil de déformation critique. Pour la recristallisation dynamique discontinue, ce seuil est généralement inférieur à 1. Lors d'une recristallisation dynamique continue le seuil est en revanche remarquablement élevé, parfois proche de 10 comme l'indique Sakai et al. [2014]. Les conditions d'activation de ce dernier processus sont donc assez rares et ne correspondent pas à celle d'un procédé conventionnel de mise en forme à chaud. Ainsi, seul le mécanisme de recristallisation dynamique discontinue sera détaillé dans la suite de ce chapitre.

Selon Humphreys et Hatherly [2004], un germe de recristallisation se définit comme un cristallite de faible énergie interne se développant dans une microstructure écrouie et restaurée de

laquelle il est séparé par un joint de grain à forte désorientation. Les sites de germinations peuvent être des joints de grains initiaux, des joints de grains recristallisés, ou des joints créés pendant la déformation comme les macles de déformation (qui seront par ailleurs discutés en 1.3.3). Il semble que deux mécanismes principaux soient susceptibles de former des germes : la création de renflements et de cavités par migration des joints et la rotation accélérée des sous-grains aux joints de grains. Les nouveaux grains ainsi créés croissent au détriment de l'ancienne microstructure.

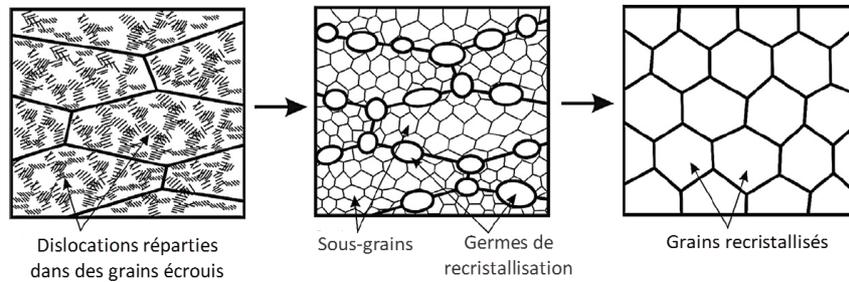


FIGURE 1.13 – Représentation schématique des étapes de restauration et de recristallisation discontinue. [Sakai et al., 2014]

Le déplacement des dislocations, à la base du mécanisme de restauration, a lieu soit par montée, soit par glissement. Pour un matériau de faible énergie de défaut d'empilement, ces mouvements sont relativement difficiles. Par conséquent, la restauration est plutôt lente et permet des inhomogénéités de densité de dislocations favorisant l'activation de la recristallisation discontinue. À l'inverse, la restauration sera favorisée dans un matériau de forte énergie de défaut d'empilement.

Des courbes caractéristiques contrainte - déformation plastique d'un métal subissant une restauration dynamique (DRV) et une recristallisation dynamique discontinue (dDRX) sont tracées en figure 1.14. Elles indiquent très clairement un effet adoucissant de ces deux mécanismes sur le comportement rhéologique du matériau.

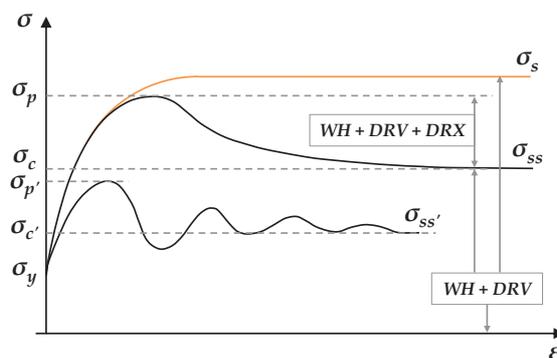


FIGURE 1.14 – Courbes caractéristiques de contrainte-déformation d'un matériau soumis aux mécanismes d'écroutissage (WH), de restauration (DRV) et de recristallisation (DRX) dynamiques.

Lorsque la DRV opère seule, la contrainte d'écoulement tracée en orange présente une baisse du taux d'écroutissage puis atteint rapidement une contrainte seuil notée σ_s . La compétition entre l'annihilation et l'écroutissage (WH) ralentit l'augmentation globale de densité de dislocations, et la croissance des sous-grains abaisse d'autant plus l'énergie interne. Il en résulte donc l'adoucissement constaté. Le palier de contrainte σ_s est attribué à un état d'équilibre entre les deux mécanismes WH et DRV.

Dans le cas de la DRX, la phase WH + DRV agit tant que la contrainte est inférieure à une contrainte critique σ_c correspondant à la déformation critique d'activation de la recristallisation.

Au-delà de σ_c , si la dDRX se déclenche, la courbe de contrainte peut présenter soit un caractère oscillant soit un seul maximum noté σ_p , comme sur les deux courbes noires. D'après Humphreys et Hatherly [2004] et Sakai et al. [2014], l'évolution de la contrainte dépend de la taille moyenne initiale D_0 par rapport à la taille moyenne finale D_S des grains :

- Si $D_0/D_S > 2$, la dDRX conduit à un affinement des grains et sa courbe de contrainte présente un unique pic de contrainte. Les nouveaux grains se répartissent en collier autour des anciens grains, comme en figure 1.13. La force motrice de croissance des grains recristallisés est réduite par l'écroutissage permanent du matériau, ce qui limite la taille finale D_S . Les grains écroutés sont remplacés au fur et à mesure de la dDRX par de nouveaux germes et de nouveaux grains. Ainsi, l'adoucissement du matériau est progressif. Le palier de contrainte σ_{ss} est atteint lorsque la totalité du matériau est recristallisée et correspond à un régime stationnaire.
- Si $D_0/D_S < 2$, la dDRX conduit à un grossissement des grains et sa courbe de contrainte est oscillante. La quantité de sites de germinations aux joints de grains (liée à la taille initiale des grains) est suffisante pour obtenir une recristallisation complète en un seul cycle de germination. La déformation grandissante durcit le matériau et déclenche à nouveau une dDRX. Ce schéma se répète jusqu'à atteindre la taille de grain stable D_S . À chaque cycle de dDRX correspond un maximum suivi d'une chute de contrainte.

Selon Blaz et al. [1983] ou encore Humphreys et Hatherly [2004], la taille finale des grains recristallisés D_S est indépendante de leur taille initiale D_0 . En revanche, comme le démontre Blaz et al. [1983] au sujet d'un cuivre pur, elle augmente linéairement lorsque la contrainte d'écoulement du matériau diminue. Les courbes contrainte-déformation d'essais de compression effectués à $2 \cdot 10^{-3} s^{-1}$ et à des températures de 450 °C à 800 °C sont données en figure 1.15. Les résultats confirment l'influence de la taille de grain initiale sur l'allure de la courbe, puisque seul l'échantillon de taille $D_0/D_S < 2$ semble présenter une allure oscillante. D'après les courbes en figure 1.15b, pour une même taille de grain D_0 , plus la contrainte σ_{ss} diminue et plus la taille finale D_S augmente. Etant donné que la contrainte σ_{ss} du matériau peut elle même être décrite en fonction du paramètre de Zener-Hollomon Z , qui sera explicité ci-après, la transition entre une allure oscillante et à unique maximum (ou entre un grossissement et un affinement des grains) peut être définie par une courbe fonction de Z et de D_0 , tracée en figure 1.16.

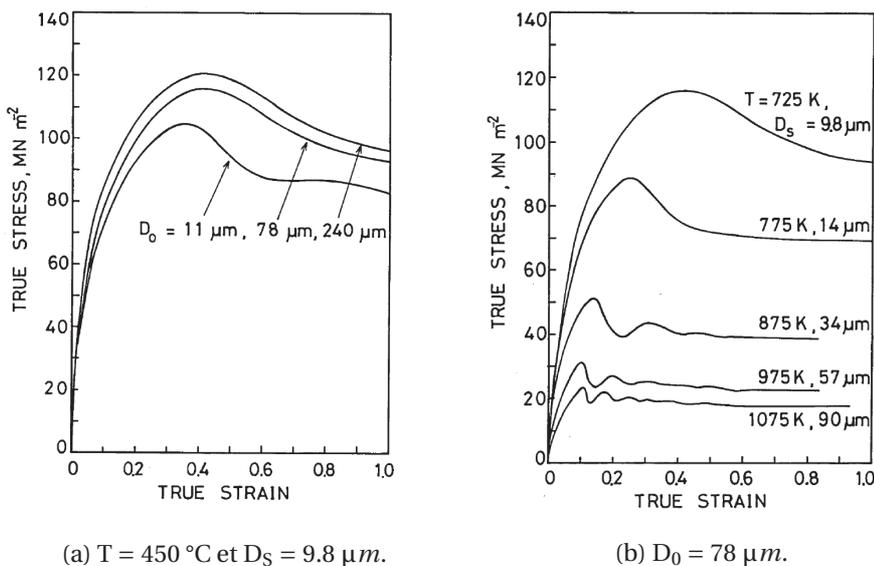


FIGURE 1.15 – Courbes contrainte-déformation d'un cuivre pur en compression à une vitesse de déformation de $2 \cdot 10^{-3} s^{-1}$. [Blaz et al., 1983]

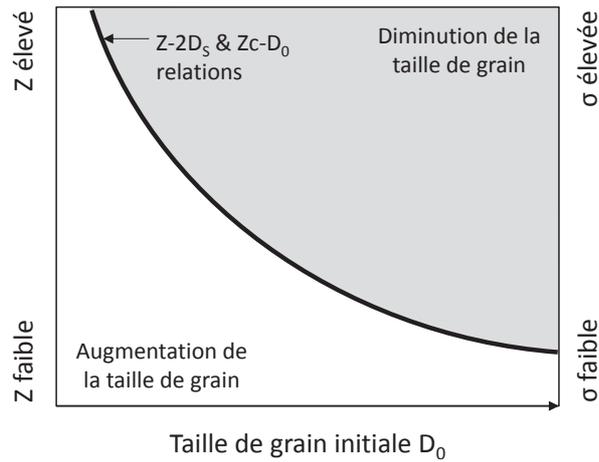


FIGURE 1.16 – Influence de la taille de grain initiale D_0 et du paramètre de Zener-Hollomon Z sur l'évolution microstructurale du matériau recristallisé. [Sakai et al., 2014]

Caractérisation rhéologique à chaud

Zhang et al. [2011] ont étudié le comportement rhéologique de l'alliage Cu-8.0Ni-1.8Si-0.15Mg après traitement d'homogénéisation pendant 24 h à 920 °C. Pour cela, des essais de compression sont réalisés sur un simulateur Gleeble pour des vitesses de déformation allant de 0.001 à 1 s^{-1} et des températures comprises entre 600 °C et 1950 °C. Les courbes de contrainte - déformation obtenues pour les vitesses $\dot{\epsilon}$ de 0.01 et 1 s^{-1} sont tracées en figure 1.17. En premier lieu, il est évident de constater que la contrainte d'écoulement est dépendante de la température et de la vitesse de déformation. En effet, à vitesse de déformation fixée la contrainte augmente lorsque la température d'essai diminue, et à température fixée la contrainte augmente lorsque la vitesse de déformation augmente. À 600 °C, les éprouvettes ont toutes fissuré, ce qui explique les faibles taux de déformation atteints à cette température. À haute température (au-delà de 800 °C), les auteurs identifient un mécanisme de recristallisation dynamique discontinue (dDRX), reconnaissable par la présence d'un pic de contrainte σ_p suivi d'un adoucissement puis d'un palier de contrainte σ_{ss} atteint pour une déformation inférieure à 1. Plus la température d'essai est élevée, ou plus la vitesse de déformation est lente, et plus la cinétique de DRX est rapide. Aux températures intermédiaires et à 1 s^{-1} , il semblerait que l'adoucissement progressif de la contrainte d'écoulement vers un palier de contrainte soit dû au mécanisme de DRV.

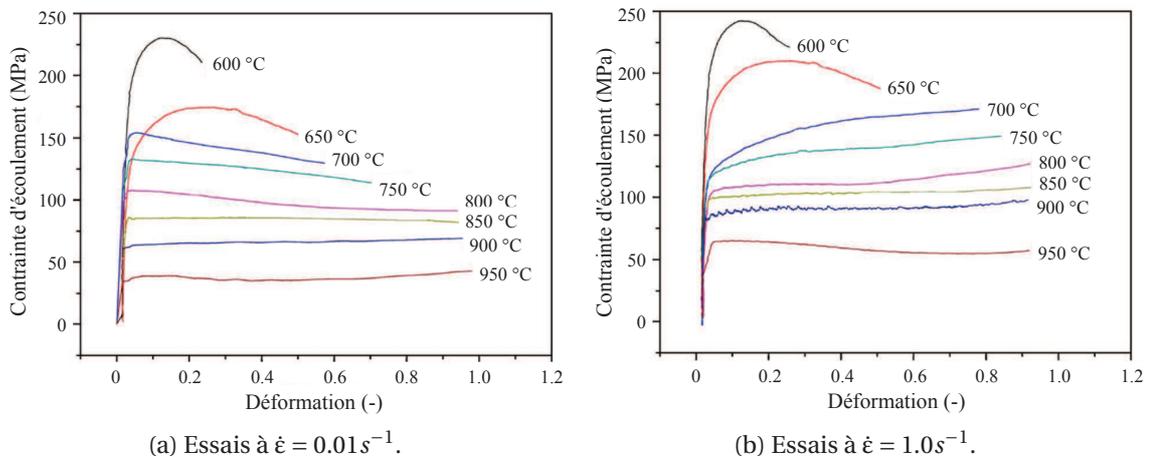


FIGURE 1.17 – Courbes contrainte-déformation de l'alliage Cu-8.0Ni-1.8Si-0.15Mg obtenues par essais de compression à différentes températures et vitesses de déformation. [Zhang et al., 2011]

Les microstructures des éprouvettes testées à 0.001 s^{-1} , pour des températures de 700 °C et 900

°C sont présentées en figure 1.18. Les bandes de cisaillement sont les premiers sites de recristallisation du matériau, visible en figure 1.18a. À 900 °C, la microstructure est entièrement recristallisée; les grains ont diminué de taille et sont uniformément répartis (figure 1.18b).

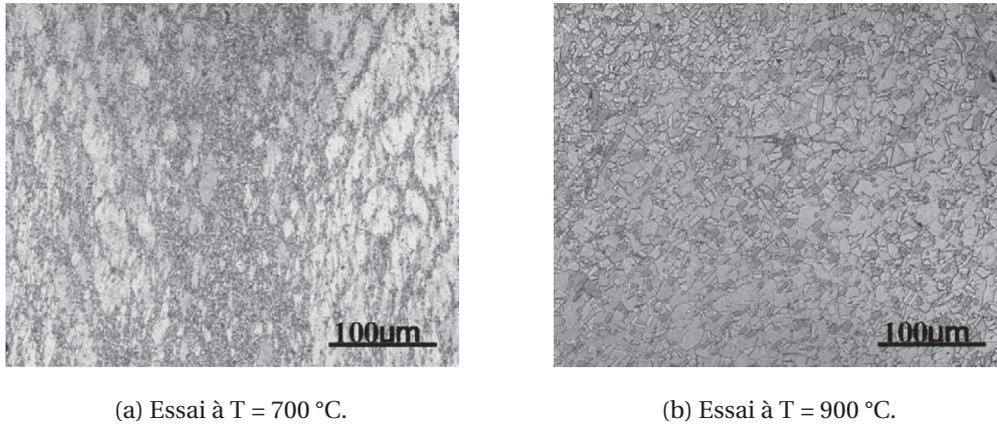


FIGURE 1.18 – Microstructures de l’alliage Cu-8.0Ni-1.8Si-0.15Mg après compression à une vitesse de déformation de 0.001 s^{-1} et différentes températures. [Zhang et al., 2011]

Pour rendre compte de la dépendance à la température et à la vitesse de déformation du comportement rhéologique des matériaux, le paramètre de Zener-Hollomon Z est souvent employé. Il s’exprime selon l’équation :

$$Z = \dot{\epsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{R \cdot T}\right) \quad (1.1)$$

où $\dot{\epsilon}$ est la vitesse de déformation, Q est une énergie d’activation apparente, R est la constante universelle des gaz parfaits et T la température d’essai. Ainsi, Zhang et al. [2011] définit la contrainte pic σ_p en fonction du paramètre Z et l’exprime selon la formulation proposée par Sellars et McTegart [1966]⁴ :

$$\dot{\epsilon} = A \cdot [\sinh(\alpha\sigma)]^{n'} \exp\left(\frac{-Q}{R \cdot T}\right) \quad (1.2)$$

avec les constantes propres au matériau A , n' et α .

Les trois premières références citées en tableau 1.1 traitent de la caractérisation rhéologique à chaud d’un alliage Cu-Ni-Si. Des procédures d’étude comparables à celle de Zhang et al. [2011] y sont appliquées. En effet, les essais rhéologiques de compression sont souvent préférés pour la mise en évidence des mécanismes de DRV et DRX car ils permettent d’atteindre des taux de déformation proches de $\epsilon = 1$. Les essais de compression effectués dans ces références se situent dans les gammes de température 450 - 950 °C et de vitesse de déformation $0.001 - 10 \text{ s}^{-1}$. Comme Zhang et al. [2011], Zhang et al. [2013] et Zhang et al. [2006] ont défini la dépendance de la contrainte pic σ_p à la vitesse de déformation et à la température selon l’équation de Sellars et McTegart [1966]. Lorsque l’énergie apparente d’activation Q est calculée, sa valeur est reportée en tableau 1.1, et à titre de comparaison les valeurs obtenues pour des cuivres non alliés sont également indiquées. Il semble que l’énergie apparente d’activation Q augmente lorsque le taux d’éléments d’addition dans le cuivre augmente.

En conclusion, les mécanismes d’adoucissement de restauration et de recristallisation dynamique sont avérés dans les alliages Cu-Ni-Si mis en forme à chaud. Les modèles rhéologiques développés se limitent cependant à l’étude de la contrainte maximale, dite contrainte pic σ_p . Les informations concernant les autres paramètres de contrainte tels que les contraintes seuils de recristallisation σ_{ss} et de restauration σ_s ou encore la limite élastique σ_0 ne sont généralement pas identifiés.

4. Le modèle de Sellars et McTegart [1966] est souvent appelé modèle STG dans la littérature

Référence	Alliage (% massique)	Q en $\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$
Zhang et al. [2011]	Cu-8.0Ni-1.8Si-0.15Mg	782.7
Zhang et al. [2013]	Cu-2.0Ni-0.5Si-0.03P	485.6
Lei et al. [2013b]	Cu-6.0Ni-1.0Si-0.5Al-0.15Mg-0.1Cr	-
Zhang et al. [2006]	cuivre KFC	289
Blaz et al. [1983]	cuivre pur	261

TABEAU 1.1 – Énergies d'activation apparentes de nuances Cu-Ni-Si et de cuivres non alliés, issues de travaux traitant de caractérisation d'un comportement à chaud.

1.2.3 Influence des paramètres de procédé

Les sections précédentes ont montré l'importance des mécanismes de précipitation, de restauration et de recristallisation dynamiques sur l'évolution de l'état microstructural et des propriétés mécaniques et électriques des alliages Cu-Ni-Si au cours des différentes étapes d'un procédé industriel. Ces mécanismes présentent cependant une sensibilité à certains paramètres de procédé, dont la connaissance et la compréhension permettent d'identifier des leviers métallurgiques en vue d'améliorer les étapes d'un procédé de mise en forme.

Influence de la composition de l'alliage

Éléments d'addition En alliant davantage le matériau par l'ajout d'éléments chimiques, le risque est d'augmenter la quantité d'atomes résiduels dissouts dans le cuivre après revenu et de faire chuter la conductivité électrique. Ainsi, l'élément d'addition n'a d'intérêt que si incorporé en très faible proportion il améliore de façon significative une autre propriété du matériau. Ci-après une revue des principaux éléments étudiés par la communauté scientifique :

- **Le chrome.** Le diagramme d'équilibre cuivre-chrome du côté riche en cuivre, tracé par Chakrabarti et Laughlin [1984], indique une très faible solubilité du chrome dans le cuivre (au plus 0.89 % atomique). Passé le domaine de solubilité, le chrome précipite seul dans le cuivre pour donner un domaine biphasé aux températures inférieures à 803 °C. Il a été mis en évidence qu'une faible quantité de chrome dans le ternaire Cu-Ni-Si produit un intermétallique Cr_3Si . Il est principalement formé à l'étape de fusion et sa taille reste stable durant le traitement thermique (Blaz et al. [1994]). La présence des particules Cr_3Si freine le grossissement des grains de cuivre au cours du revenu, ce qui améliore la ductilité de l'alliage selon Watanabe et al. [2007]. Dans les alliages Cu-Ni-Si, le chrome est donc un atout pour capter les éléments résiduels de silicium et ainsi garantir une meilleure conductivité électrique, en formant le précipité Cr_3Si ou en précipitant seul.
- **Le fer.** D'après Suzuki et al. [2006], un faible apport de fer (0.1 à 0.3 % molaire) améliore la dureté d'un Cu-Ni-Si et préserve la conductivité électrique, car le fer précipite en faible quantité dans le cuivre.
- **Le phosphore.** Kim et al. [1986] ont observé la formation de précipités Ni_3P dans l'alliage Cu-1.3Ni-0.3Si-0.03P (% massique). Ils apparaissent au cours du revenu avant les précipités Ni_2Si et durcissent le matériau.
- **Le magnésium et l'aluminium.** Ces éléments promeuvent la précipitation des particules $\delta\text{-Ni}_2\text{Si}$. Des précipités plus fins et moins distants sont formés, ce qui accentue leur effet durcissant. Lei et al. [2013a] et Monzen et Watanabe [2008] en ont fait la démonstration.
- **Le cobalt.** D'après Xiao et al. [2016], l'incorporation de cobalt dans l'alliage Cu-Ni-Si supprime l'étape de décomposition spinodale dans la formation des précipités durcissants. Ils observent la formation de la phase $(\text{Ni},\text{Co})_2\text{Si}$ et une amélioration de la conductivité électrique, ainsi que de la dureté.

Impuretés La présence d'impuretés en solution solide impacte directement les cinétiques de restauration et de recristallisation dynamiques (Humphreys et Hatherly [2004] et Jakani [2004]). Ils ont pour effet de ralentir le déplacement des dislocations et la migration des joints de grains, à l'origine de ces mécanismes. Coutsouradis et al. [1974] ont étudié les effets de la présence d'impuretés dans un cuivre de haute pureté contenant environ 200 ppm d'oxygène. Ils constatent une hausse de la température de recristallisation statique⁵ en fonction de la nature et de la teneur de l'impureté. Les éléments plomb, tellure, sélénium et soufre sont désignés comme étant les plus néfastes selon le graphique en figure 1.19.

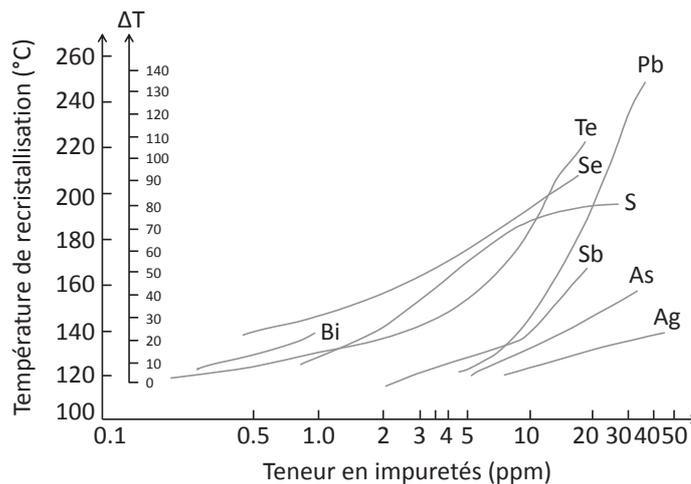


FIGURE 1.19 – Effet d'impuretés sur la température de recristallisation d'un cuivre pur. [Coutsouradis et al., 1974]

Présence de particules de seconde phase La présence d'une seconde phase dans la matrice de cuivre affecte la cinétique de recristallisation. En fonction de leur taille et de leur fraction volumique, les particules de seconde phase accélèrent ou retardent le phénomène de recristallisation :

- Les particules de petite dimension (diamètre inférieur à 25 nm selon Jakani [2004]) et faiblement espacées piègent les joints de grains, ce qui ralentit leur migration. La recristallisation s'en trouve retardée, voire même empêchée.
- Si les particules ont un diamètre supérieur à 1 μm et sont assez espacées, la cinétique est accélérée puisque leur présence augmente la densité de dislocation et la force motrice de recristallisation engendrée par l'écroutissage. Ces particules peuvent aussi devenir des sites de germination pour la recristallisation suivant le mécanisme appelé PSN (*Particle Stimulated Nucleation*).

Interaction entre les mécanismes dynamiques de précipitation et de recristallisation

Les alliages en solution solide sursaturée peuvent être soumis à une précipitation dynamique au cours d'une mise en forme à chaud, si la température de déformation est inférieure à celle de la frontière du domaine de solubilité et si la vitesse de déformation est relativement basse. Ce phénomène a notamment été observé dans des alliages d'aluminium (Hörnqvist et Karlsson [2010]), de manganèse (Kabir et al. [2014]) et aussi dans des alliages de cuivre (Zhang et al. [2006], Blaz et al. [1994], Niewczas et al. [1992]). En comparaison avec une précipitation dite statique, déclenchée par un traitement thermique de revenu, la cinétique d'une précipitation dynamique est plus

5. La température de recristallisation correspond à la température pour laquelle après 1 h de revenu le matériau est recristallisé à 50 %

rapide, car favorisée par le mouvement des dislocations. D'après Deschamps et al. [2003], différentes raisons peuvent expliquer cette influence : les dislocations sont des sites préférentiels de germination des précipités, le mouvement des dislocations implique un mouvement des atomes, ou encore l'éventuelle ségrégation de solutés autour des dislocations lorsqu'elles rencontrent un obstacle. Dans un premier temps, ces nouveaux précipités de faible dimension durcissent le matériau en devenant à leur tour des obstacles au mouvement des dislocations. Cependant, leur croissance est telle qu'ils deviennent rapidement volumineux et peu durcissants (voir section 1.2.1).

Blaz et al. [1994] consacrent leur étude à l'analyse des effets de la précipitation dynamique de l'alliage Cu-3.0Ni-1.0Si-0.8Cr-0.1Mg à l'état solide sursaturé et déformé à chaud. Des essais de compression ont été réalisés à des températures comprises entre 400 °C et 800 °C, et à des vitesses de déformation de $1.3 \cdot 10^{-3} s^{-1}$ et $1.3 \cdot 10^{-2} s^{-1}$. Les courbes contrainte-déformation résultantes sont tracées en figure 1.20. À 400 °C et 450 °C, les courbes de contrainte augmentent continuellement, la matière est écrouie. Aux températures supérieures à 450 °C, les contraintes atteignent une valeur maximum puis décroissent. Cependant, bien que comparable, ce comportement n'est pas dû à l'activation des mécanismes dynamiques de restauration et de recristallisation. Après déformation, des précipités Ni_2Si ont été observés dans les grains et dans les zones de forte énergie (bandes de cisaillement, forte densité de dislocations, joints de grains). Leur précipitation au cours des essais permet d'expliquer l'évolution de la contrainte. En effet, l'écrouissage et la formation des précipités durcissent conjointement le matériau, puis le grossissement des précipités provoque un adoucissement. Le durcissement maximum par précipitation dynamique est ainsi atteint après 80 s à 600 °C, et après 8 s à 700 °C pour les essais à $1.3 \cdot 10^{-2} s^{-1}$. En précipitation statique, les auteurs ont mesuré une dureté maximale par revenu à 600 °C et à 700 °C en environ 10 min et 3 minutes respectivement. Le durcissement maximal est donc atteint plus rapidement par précipitation dynamique.

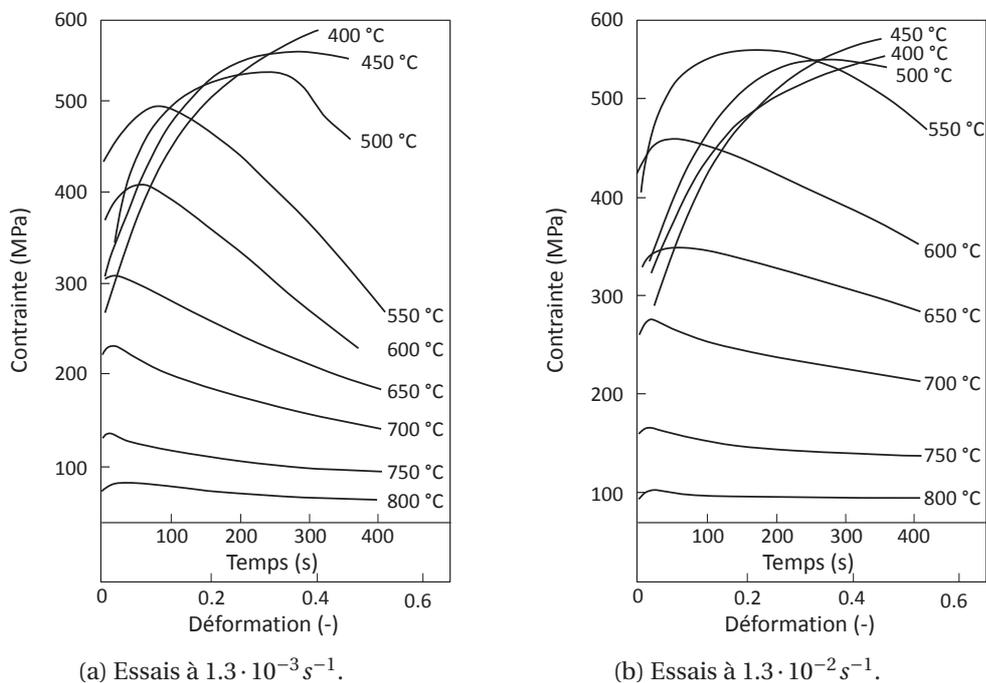


FIGURE 1.20 – Courbes contrainte-déformation de l'alliage Cu-3.0Ni-1.0Si-0.8Cr-0.1Mg en solution solide sursaturée déformé par compression à chaud. [Blaz et al., 1994]

Zhang et al. [2006] sont confrontés à l'apparition simultanée des mécanismes de recristallisation et de précipitation dynamiques au cours d'essais de compression d'un cuivre composé de fer à 0.13 % et de phosphore à 0.025 % (fraction massique). Dans ce cas de figure, les deux mécanismes interagissent comme l'explique Kabir et al. [2014]. La cinétique de chacun dépend de la tempé-

rature et de la vitesse de déformation. En effet, l'extraction des solutés de la matrice de cuivre est favorisée par la baisse des températures, et les faibles vitesses de déformation impliquent un temps de maintien en température plus long qui permet une meilleure diffusion des atomes. De plus, en fonction de leur taille, les précipités freinent ou accentuent la recristallisation, voir 1.2.3. Ainsi, selon Kabir et al. [2014], suivant les conditions de mise en forme, la taille finale des grains recristallisés peut être affinée par l'activation de la précipitation dynamique.

D'après Dieter [1976], la formabilité d'un matériau peut être affectée par l'activation d'une précipitation dynamique. Si les mécanismes dynamiques mènent à l'affinement des grains, la déformation du matériau devient plus homogène, ce qui améliore sa formabilité. Par contre sans l'action mutuelle de la recristallisation dynamique, la ductilité du matériau baisse entraînant une baisse de formabilité.

1.2.4 Conclusion

Cette étude bibliographique rassemble les éléments essentiels à la compréhension du chaînage des étapes d'un procédé industriel de mise en forme à chaud d'un alliage Cu-Ni-Si, et à la compréhension des phénomènes pouvant se produire au cours de sa déformation.

Les alliages Cu-Ni-Si sont des alliages à durcissement structural. Lorsque le matériau est maintenu à l'état sursaturé puis revenu, des précipités cohérents avec la matrice de cuivre se forment. Ces derniers sont souvent identifiés comme étant la phase δ - (Ni_2Si) seule, mais certains auteurs proposent la coexistence avec d'autres phases. La présence des précipités freine le mouvement des dislocations, ce qui durcit le matériau. La libération des sites du solvant par les atomes de solutés pour former les précipités restitue en partie la conductivité électrique du cuivre. Ainsi, la précipitation statique confère aux alliages Cu-Ni-Si un bon compromis de propriétés en terme de tenue mécanique et de conductivité électrique.

La mise en forme à chaud des alliages Cu-Ni-Si peut activer différents mécanismes dynamiques influant sur leur comportement rhéologique et sur leur microstructure. La restauration et la recristallisation dynamiques sont les mécanismes les plus souvent rencontrés. La restauration se traduit par un réarrangement des dislocations en configuration de plus basse énergie et une diminution du nombre de défauts ponctuels. Elle permet notamment de restaurer la conductivité électrique altérée par écrouissage. La recristallisation dynamique se visualise par la formation de nouveaux grains au détriment de la microstructure existante. Ces deux mécanismes sont thermomécaniquement activés et provoquent un adoucissement des matériaux. Leur cinétique peut être retardée par la présence d'impuretés. L'activation du mécanisme de précipitation dynamique, lorsque la déformation est effectuée à température inférieure à la température de mise en solution, peut également affecter la cinétique de recristallisation. Les effets de ce phénomène sont comparables à ceux de la précipitation statique, y compris concernant la nature des précipités.

L'emploi de modèles à base physique permet de tenir compte des phénomènes d'adoucissement d'un matériau en fonction des variables d'état (T , $\dot{\epsilon}$). Cependant, afin de comprendre le comportement d'un alliage Cu-Ni-Si durant sa mise en forme à chaud, il est nécessaire de connaître parfaitement sa composition chimique, ainsi que les traitements thermiques et les sollicitations mécaniques mises en œuvre.

1.3 Alliage étudié

La composition chimique nominale de l'alliage Cu-Ni-Si répond aux normes UNS C18000 et européenne CW111C données à titre indicatif en tableau 1.2. Dans la suite du manuscrit, sa désignation est CuNiSi(I).

Élément		Ni	Si	Cu
Proportion (% massique)	Min	1.6	0.4	reste
	Max	2.5	0.8	

TABLEAU 1.2 – Composition nominale de l'alliage CuNiSi(I).

1.3.1 Élaboration

Livré sous forme de barres, l'alliage a été élaboré et transformé suivant les étapes décrites en figure 1.21. La première étape est la fusion des différents composants de l'alliage dans deux fours électriques à induction. Un à un les contenus des fours sont ensuite versés dans une lingotière selon la méthode de coulée semi-continue. Le métal liquide se refroidit à la fois par contact des parois et par circulation d'eau le long de ces mêmes parois puis se solidifie sous forme de billettes de diamètre 240 mm. Celles-ci sont débitées par une étape de découpe à froid et placées dans un four à 950°C. La chauffe est maintenue pour assurer une température homogène dans le matériau. À la sortie du four, les billettes sont brièvement trempées dans un bain d'eau chaude afin de retirer la couche d'oxyde de cuivre formée en surface. Ainsi, leur température baisse rapidement mais reste élevée aux alentours de 870°C. À cette température, les billettes sont filées en barres de diamètre 20 mm (filage direct) puis directement trempées à l'eau. Enfin, les barres sont rectifiées à froid pour corriger leur linéarité et réduites à un diamètre 18 mm.

Lebreton [2007] a étudié l'alliage Cu-6.0Ni-1.8Si-0.5Cr élaboré selon une méthode similaire et confirme que les paramètres de filage et de trempé permettent une mise en solution efficace. L'alliage CuNiSi(I) étant moins allié que ce dernier, la température pour atteindre la zone monophasée α de mise en solution est légèrement plus basse, voir section 1.2.1. On peut donc considérer que le produit semi-fini en alliage CuNiSi(I) ainsi élaboré est à l'état sursaturé.

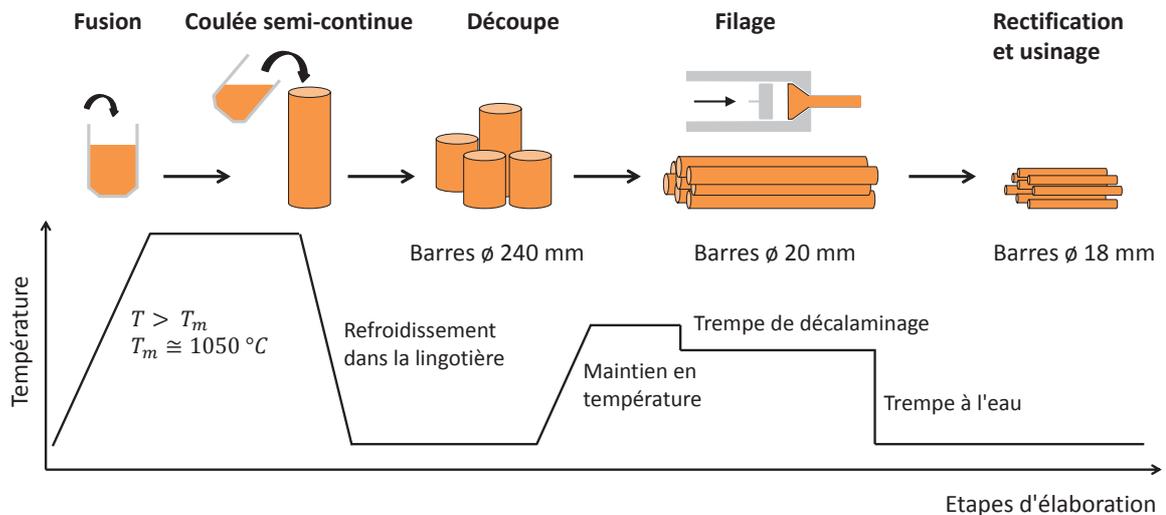


FIGURE 1.21 – Étapes d'élaboration industrielle de l'alliage CuNiSi(I).

1.3.2 Composition effective

La charge des fours de fusion est constituée de métaux neufs sous forme brute (cathodes, lingots, etc.) mais aussi de métaux recyclés. En effet, une partie des déchets produits aux différents stades de transformation des alliages (copeaux et chutes de coulée) est triée puis traitée afin d'être intégrée aux charges. Cette démarche écologique entraîne indéniablement une variabilité de composition chimique entre coulées d'une même nuance d'alliage.

Afin d'estimer cette variabilité, une étude statistique sur la composition de l'alliage CuNiSi(I) a été réalisée. Elle se base sur les analyses spectrométriques de prélèvements de matière de 336 coulées réalisées de début 2011 à fin 2013. Les analyses sont répertoriées par numéro de coulée et par provenance dans la billette de coulée : début, milieu ou fin. Chaque échantillon de matière ayant été analysé au minimum deux fois, les compositions moyennes par provenance et les compositions globales par coulée sont déterminées. Les diagrammes en boîtes des teneurs en éléments sélectionnés sont présentés en figures 1.22 et 1.23. Sur ces figures, les rectangles bleus sont bornés par les 1^{er} et 3^{ème} quartiles et encadrent 50% des mesures. Les segments noirs en pointillés s'étendent du 5^{ème} au 95^{ème} centile, ce qui indique que 90% des mesures sont comprises entre les deux extrémités de segments. Les valeurs médianes sont indiquées par les segments rouges et les valeurs moyennes par les croix noires.

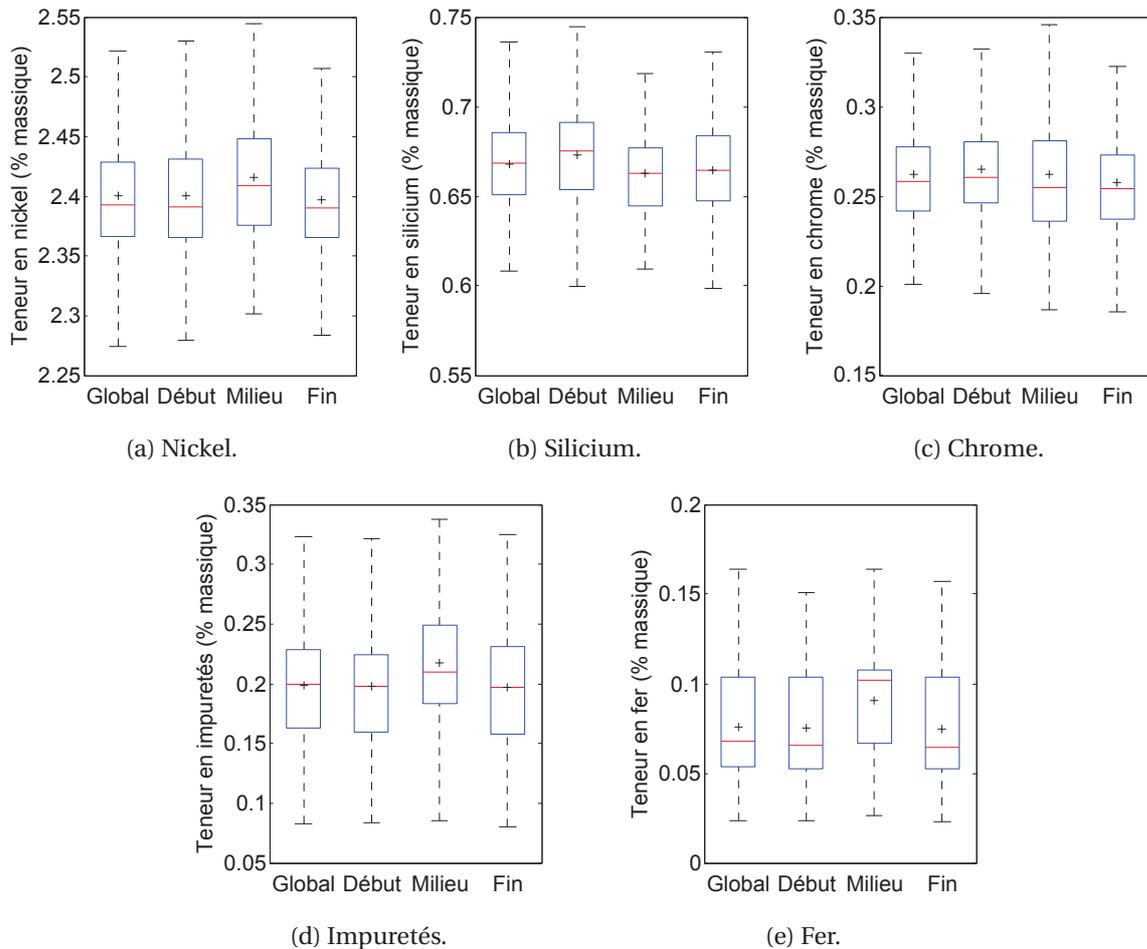


FIGURE 1.22 – Diagrammes en boîte des teneurs en éléments majoritaires (nickel, silicium, chrome, impuretés, fer) en fonction de la provenance de l'échantillon dans la billette de coulée (début, milieu ou fin) ou sans considération de la provenance (global) ; l'encadré bleu est borné par les 1^{er} et 3^{ème} quartiles, la valeur médiane est en rouge, la croix noire indique la valeur moyenne et les segments en pointillés mènent du 5^{ème} au 95^{ème} centile.

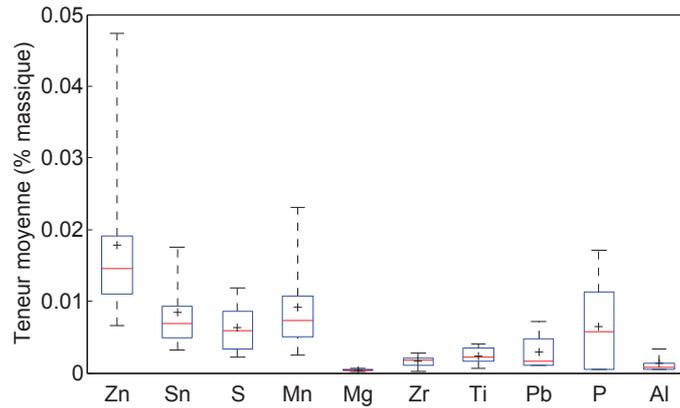


FIGURE 1.23 – Diagrammes en boîte des teneurs en éléments d’impureté sans considération de la provenance de l’échantillon dans la billette de coulée; l’encadré bleu est borné par les 1^{er} et 3^{ème} quartiles, la valeur médiane est en rouge, la croix noire indique la valeur moyenne et les segments en pointillés mènent du 5^{ème} au 95^{ème} centile.

Conformément à la composition nominale annoncée en tableau 1.2, les éléments d’alliage majoritaires sont le nickel et le silicium avec des teneurs moyennes sur la globalité des échantillons de 2.401 et 0.6679 % massique respectivement. Le chrome est le troisième élément majeur avec une teneur moyenne sur la globalité des échantillons de 0.2625 % massique. Cet élément est intentionnellement ajouté à l’alliage pour obtenir les propriétés évoquées en 1.2.3. Le fer est le quatrième élément majeur de l’alliage, mais son diagramme en boîte (figure 1.22e) incite à le considérer comme une impureté. Contrairement aux diagrammes des éléments nickel, silicium et chrome, celui du fer présente en effet des valeurs médianes très excentrées et une asymétrie prononcée des 5^{ème} et 95^{ème} centiles par rapport aux 1^{er} et 3^{ème} quartiles. Ceci révèle une distribution non-normale caractéristique d’un élément introduit de manière aléatoire telle une impureté. Les éléments présentés en figure 1.23 sont tous considérés comme des impuretés.

Les diagrammes en figure 1.22 indiquent une bonne homogénéité de composition dans les billettes de coulée. Les valeurs médianes et moyennes sont sensiblement proches dans les trois zones de prélèvement pour les éléments nickel, silicium et chrome. On constate cependant une tendance des échantillons provenant du milieu de coulée à contenir légèrement plus d’éléments d’impureté (voir figure 1.22d). En conclusion à cette analyse statistique, une composition effective de l’alliage CuNiSi(I) peut être proposée en considérant les valeurs moyennes et les 5^{ème} et 95^{ème} centiles moyennés sur l’ensemble des prélèvements pour les éléments nickel, silicium et chrome.

Élément	Ni	Si	Cr	Cu
Proportion (% massique)	2.4 ±0.13	0.67 ±0.07	0.26 ±0.07	reste

TABEAU 1.3 – Composition effective de l’alliage CuNiSi(I) établie à partir des résultats de l’analyse statistique de composition.

1.3.3 Échantillons étudiés

Le taux et la nature des impuretés influent significativement sur la cinétique de recristallisation d’un cuivre, comme précisé en paragraphe 1.2.3. L’étude statistique de composition de l’alliage CuNiSi(I) a en outre démontré que, selon la provenance de l’échantillon dans la coulée, la teneur moyenne en impuretés varie. Lors d’un procédé de filage, la température et la force évoluent en fonction de la longueur filée, d’après Gaudout [2009] et Develay [1997]. Ceci implique la possibilité d’une évolution de l’état microstructural de l’alliage en fonction de la longueur de barre

filée. Par conséquent, une étude de variabilité de comportement de l'alliage CuNiSi(I) en fonction de sa provenance dans le procédé d'élaboration sera menée.

Les échantillons de matière sont extraits de barres filées et trempées, avant l'étape de rectification et d'usinage, et sont repérés suivant leur provenance dans la coulée et dans la barre filée, voir figure 1.24. Lors de la découpe de la billette de coulée, les zones de début, milieu et fin de coulée ont été marquées D, M et F respectivement. Les billettes découpées ont ensuite été filées conformément au procédé décrit précédemment. Après avoir rejeté les extrémités (procédure systématique), les échantillons de début, milieu et fin de chaque barre, marqués 1, 2 et 3 respectivement, ont été extraits. Neuf échantillons ont ainsi été identifiés pour l'étude.

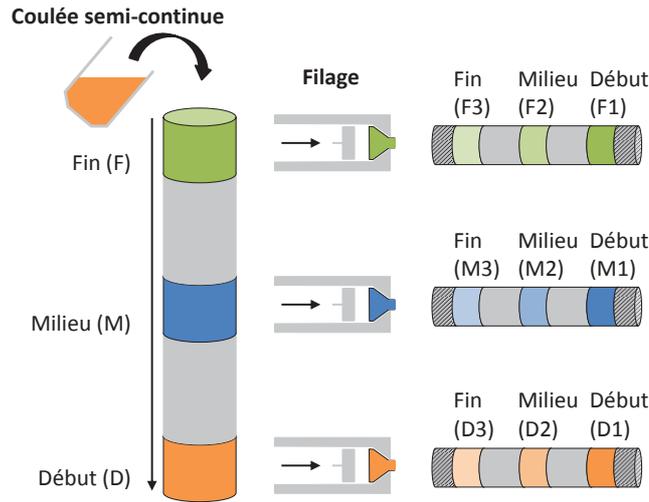


FIGURE 1.24 – Extraction des échantillons de matière étudiés, repérés selon leur provenance dans le procédé d'élaboration.

Dans la limite des seuils de détection du spectromètre, la composition exacte de chaque échantillon est connue. Les histogrammes comparatifs des teneurs en éléments principaux nickel, silicium, chrome et en impuretés des neuf échantillons sont donnés en figure 1.25. Les teneurs en éléments nickel et silicium entrent toutes dans l'intervalle de composition effective défini en tableau 1.3 et rappelé sur les histogrammes par les lignes discontinues. Par contre, les teneurs en chrome des échantillons de début et milieu de coulée sont supérieures à la limite haute établie. L'échantillon M3 de milieu de coulée et fin de filage est le plus faiblement chargé en impuretés avec 0.138 % en masse, à l'inverse l'échantillon F2 de fin de coulée et milieu de filage a la plus haute teneur en impuretés avec 0.211 % en masse.

La microstructure de chacun des neuf échantillons de matière a été observée à l'aide d'un microscope optique. Des coupes transversales des échantillons ont été polies mécaniquement jusqu'à 0.04 μm (Suspension OP-S) puis nettoyées à l'alcool avant séchage. Pour révéler la structure, une attaque chimique par une solution alcoolique de trichlorure de fer, composée de FeCl_3 (5 g), HCl (50 ml) et d'eau (100 ml), a été réalisée. La structure générale observée est semblable pour tous les échantillons, et illustrée par les micrographies en figure 1.26 qui proviennent d'un échantillon M1.

Dans un même grain de cuivre, plusieurs zones se distinguent en ne réfléchissant pas la lumière de la même façon, ce sont des macles. Dans le cas d'un réseau c.f.c comme celui des alliages Cu-Ni-Si, l'ordre théorique d'empilement des plans compacts est ABCABCA... En présence d'une macle, une inversion entre deux plans se produit et le réseau devient symétrique par rapport au plan de maclage. Par exemple, si une inversion entre les plans B et C se produisait, l'ordre deviendrait ABCACBA... et le plan de maclage serait A. Il existe trois types de macles selon la classification employée par Mahajan [2013] :

- les macles de déformation (Deformation twins) caractérisent un mode de déformation com-

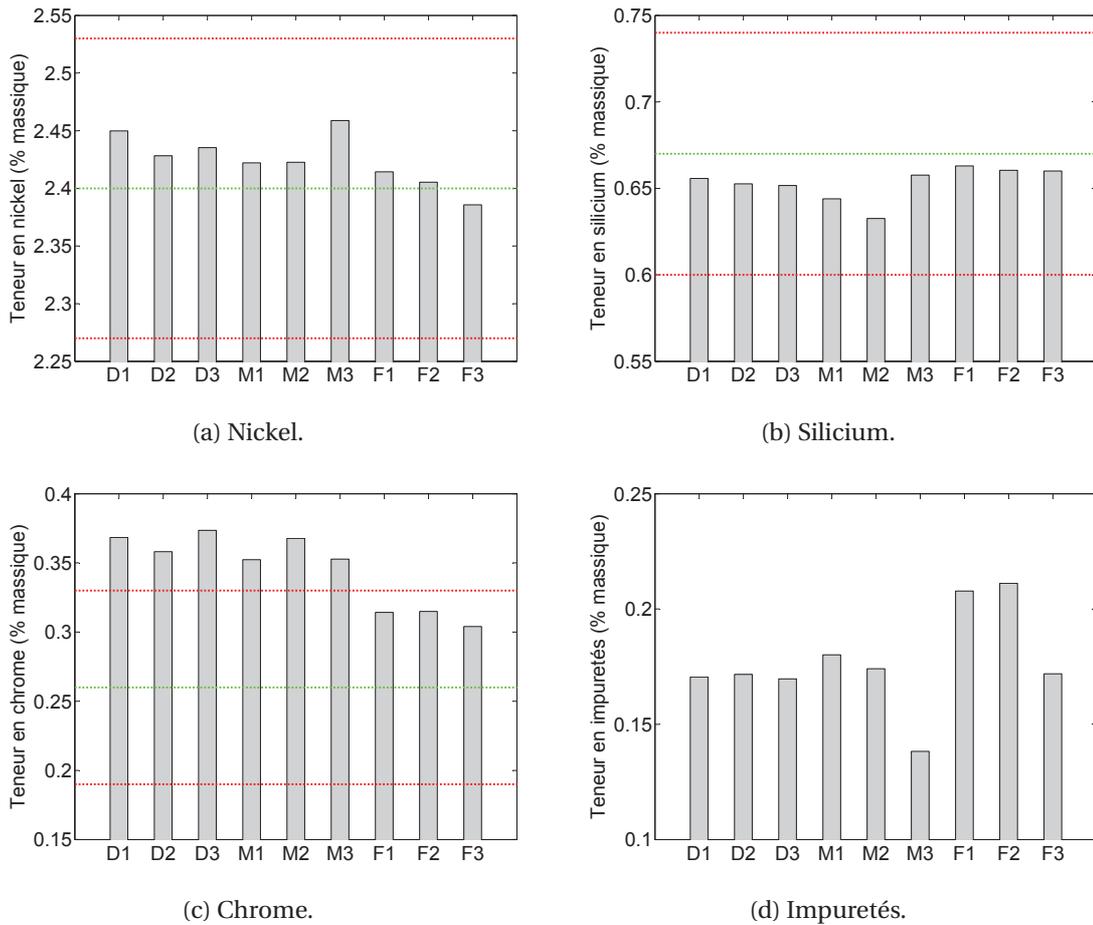


FIGURE 1.25 – Teneurs en éléments principaux des échantillons de matière extraits, comparées aux valeurs effectives moyennes (en vert) et extrêmes (en rouge) de l'alliage.

plémentaire au mode de glissement. Elles se développent à partir des dislocations;

- les macles de croissance (Growth twins) apparaissent lors des changements d'état solide-liquide ou liquide-solide, et sont particulièrement présentes dans les matériaux semi-conducteurs par croissance épitaxiale⁶ ou les films métalliques;
- les macles de recuit (Annealing twins) se forment au cours des phénomènes de restauration, de recristallisation ou pendant la croissance des grains après recristallisation, d'après Humphreys et Hatherly [2004].

Les macles observées dans les échantillons étudiés ne peuvent pas être des macles de croissance, car aucun changement d'état ne se produit durant le filage, dernière étape du procédé d'élaboration. En revanche, elles s'apparentent davantage à des macles de recuit en raison de leurs morphologies et leur échelle d'observation.

Des particules bleutées se distinguent sur les micrographies. Les plus volumineuses observées ont un diamètre d'environ 10 μm mais leur taille est très variable comme le montrent la figure 1.26b. Elles sont relativement nombreuses et se forment tant à l'intérieur des grains qu'aux joints de grains. Une analyse complémentaire au microscope électronique à balayage (MEB) équipé d'une sonde EDS (*Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*) a permis d'identifier un composé Cr-Si. Ce résultat est illustré par les images en figure 1.27 d'un échantillon F2, on y repère une particule assez volumineuse au centre. L'analyse EDS de la globalité de l'image en figure 1.27 colore les éléments de nickel en rose, de chrome en bleu, de silicium en vert et de cuivre en rouge. Les particules

6. L'épitaxie est un phénomène d'orientation mutuelle de cristaux

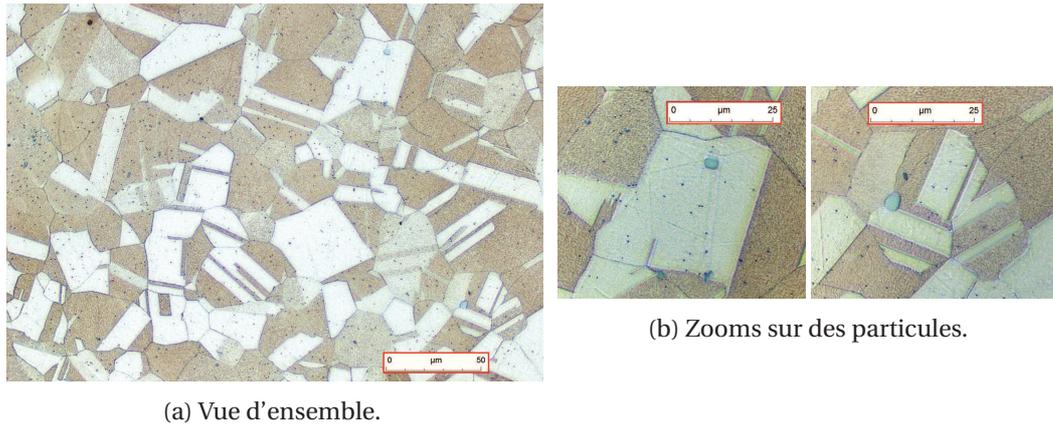


FIGURE 1.26 – Observation par microscopie optique d'un échantillon M1 à l'état filé-trempé.

ont alors une teinte bleu-vert. Le spectre de cette particule apporte une information plus précise sur sa composition, donnée en tableau 1.4. Le ratio molaire Cr-Si est proche de 3, ce qui révèle la présence de l'intermétallique Cr_3Si . Une analyse plus étendue a démontré que les grains de cuivre exempts d'intermétalliques Cr_3Si étaient aussi totalement exempts de chrome. Ceci est révélateur d'une bonne précipitation de la totalité du chrome.

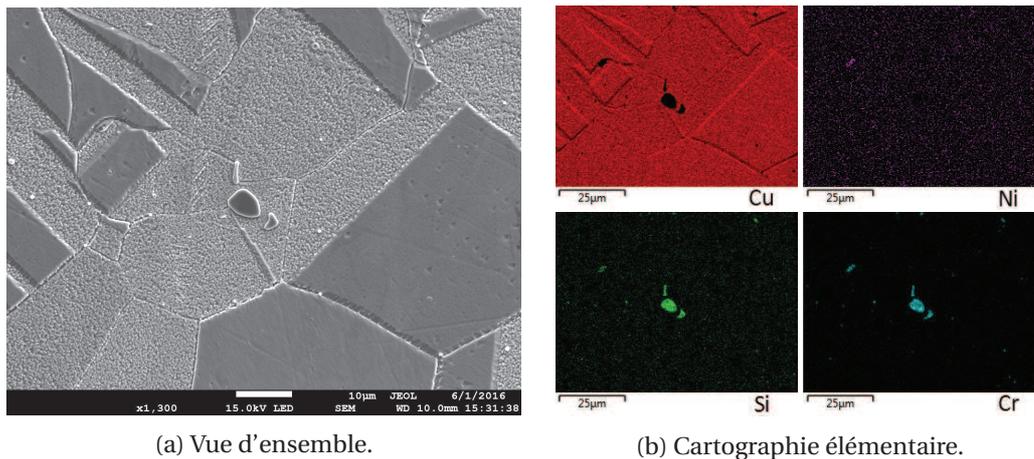


FIGURE 1.27 – Distribution des principaux éléments sur une zone choisie d'un échantillon F2, réalisée par EDS.

Élément		Ni	Si	Cr	Cu
Proportion	% massique	0.58	14.48	77.42	7.53
	% atomique	0.46	24.16	69.81	5.56

TABEAU 1.4 – Composition d'un intermétallique Cr-Si mesurée par sonde EDS.

La taille de grains des neuf échantillons est mesurée conformément à la norme ASTM E112-12 qui ignore les macles, autrement dit qui distingue les joints de macles des joints de grains. La méthode dite des "intercepts" est employée. Au minimum, trois mesures sont réalisées par échantillon. Les valeurs obtenues sont résumées en figure 1.28, les tailles moyennes et médianes encadrées par les valeurs extrêmes y sont représentées. La dispersion de mesures est élevée pour quelques-uns des échantillons, en particulier pour D2. Les micrographies de ce dernier ont révélé un affinement localisé des grains sur une partie du contour de la barre filée. Cette hétérogénéité peut s'expliquer par le phénomène d'hypercorroyage inhérent aux opérations de filage à

plusieurs trous de filière [Develay, 1997]. Enfin, concernant l'évolution globale de la taille de grain, on constate que la taille moyenne tend à augmenter au fur et à mesure de l'opération de filage.

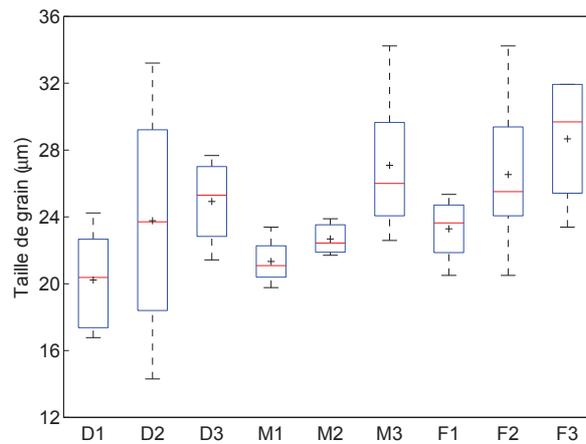
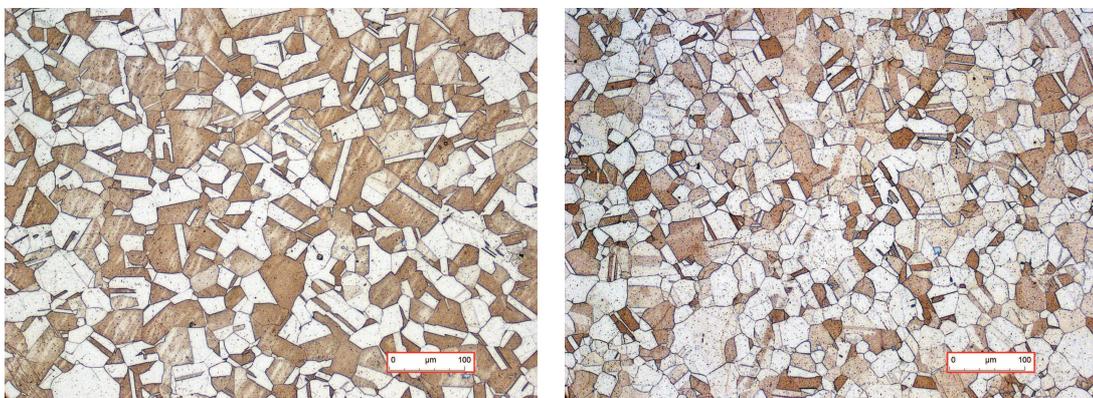


FIGURE 1.28 – Taille initiale des grains des échantillons étudiés; l'encadré bleu est borné par les 1^{er} et 3^{ème} quartiles, la valeur médiane est en rouge, la croix noire indique la valeur moyenne et les segments en pointillés représentent les valeurs extrêmes.

Des échantillons coupés dans le sens longitudinal des barres filées ont également été observés. Comme le montre la figure 1.29 pour l'échantillon M2, les grains dans la coupe longitudinale ne présentent pas plus d'orientation particulière que les grains dans la coupe transversale. Pourtant, il est reconnu que les opérations de filage engendrent un allongement des grains dans la direction de filage. Cela signifie que la microstructure de l'alliage a évolué pendant le filage. Gaudout [2009] constate ce même phénomène lors du filage d'un alliage de zirconium et conclut à l'activation des mécanismes de recristallisation dynamique continue et géométrique, bien que ce dernier soit parfois considéré comme un type de recristallisation dynamique continue. De plus, une précédente étude réalisée par Lebreton [2007] sur un alliage Cu-6.0Ni-1.8Si-0.6Cr à l'état filé trempé, élaboré par un procédé comparable à celui décrit en figure 1.21, affirme la présence d'une recristallisation dynamique du matériau pendant le filage. Il est donc fort probable que l'alliage CuNiSi(I) étudié soit recristallisé (DRX).

Cette conclusion est en accord avec la présence des macles de recuit dans la structure et permet d'expliquer l'hétérogénéité de la taille des grains entre le début et la fin de filage (figure 1.28). Puisque l'effort de filage est plus important en début de course du piston (Gaudout [2009] et Develay [1997]), les sollicitations de la matière sont en effet plus sévères en début de filage que sur le reste de la billette.



(a) Coupe transversale.

(b) Coupe longitudinale.

FIGURE 1.29 – Observation par microscopie optique d'un échantillon M2 à l'état filé-trempé.

1.3.4 Conclusion

Une étude statistique de composition de l'alliage CuNiSi(I) a été réalisée afin de déterminer si les échantillons étudiés sont bien représentatifs de cette nuance. La composition effective obtenue est de 2.4 % de Ni, 0.67 % de Si et 0.26 % de Cr en proportion massique.

Les échantillons étudiés sont extraits du procédé d'élaboration après filage et se trouvent à l'état trempé en solution solide sursaturée. Dans le but d'identifier une éventuelle variabilité de comportement de l'alliage liée à sa provenance dans le procédé, les échantillons sont repérés selon qu'ils viennent du début (D), milieu (M) ou fin (F) de coulée puis du début (1), milieu (2) ou fin (3) de filage. Les compositions des échantillons respectent l'intervalle de composition effective établie, à l'exception des proportions de chrome supérieures à limite haute pour les échantillons de début et milieu de coulée. Les échantillons F1 et F2 contiennent le plus d'impuretés, et inversement l'échantillon M3 en contient le moins.

Les observations au microscope optique révèlent la présence de l'intermétallique Cr_3Si . L'étude bibliographique présentée en première partie confirme sa formation dès la coulée lorsque l'alliage contient du chrome, et justifie industriellement la présence de cet élément en raison de sa capacité à capter les atomes résiduels de silicium néfastes à la conductivité de l'alliage. Les mesures de taille de grains montrent en moyenne un grossissement des grains entre le début et la fin de filage. Ces observations, appuyées par la bibliographie, permettent de conclure à une recristallisation dynamique au cours du procédé de filage. Enfin, les échantillons comptent de nombreuses macles de recuit qui confirment le phénomène de recristallisation.

1.4 Conclusion

L'alliage Cu-Ni-Si étudié dans ces travaux (noté CuNiSi(I)) est extrait de son processus d'élaboration après une étape de filage à température élevée suivie d'une trempe, signifiant sa mise en solution solide sursaturée. Selon le procédé conventionnel suivi par son fabricant, la matière est ensuite mise en forme en l'état. Afin d'éviter une exsolution des éléments, les étapes de déformation sont réalisées à chaud. Dans ces conditions, les mécanismes dynamiques de restauration et de recristallisation peuvent alors se déclencher. Ils provoquent tous deux un adoucissement du matériau. La restauration se traduit par un réarrangement et une diminution des dislocations, alors que la recristallisation conduit à la formation de nouveaux grains dans la structure écrouie. Ces mécanismes sont thermomécaniquement activés. La recristallisation n'apparaît qu'au-delà d'un seuil de déformation fonction du matériau et des conditions de déformation. Des lois à base physique dépendante du paramètre de Zener-Hollomon sont proposées dans la littérature pour décrire l'évolution de la contrainte maximale du matériau en fonction de la température et de la vitesse de déformation. On constate cependant qu'aucun modèle permettant de décrire la contrainte d'écoulement n'est proposé.

L'étude bibliographique a révélé une sensibilité de la recristallisation à la composition de l'alliage et à sa microstructure. En effet, la présence de certaines impuretés baisse la cinétique de recristallisation et la taille de grains initiale influe sur l'évolution de la contrainte d'écoulement. Une variabilité de composition entre les différents échantillons de matière prélevés a été constatée. Elle sera donc prise en compte lors de l'étude du comportement de l'alliage. La microstructure de chacun des échantillons est observée. De nombreuses macles de recuit et des intermétalliques Cr_3Si sont visibles. Les mesures de taille de grains permettent de conclure à une recristallisation dynamique pendant l'étape de filage. De plus, une évolution de la taille de grains moyenne entre le début et la fin de filage est observée.

Déformé à une température inférieure à celle du domaine de solubilité, un alliage à durcissement structural à l'état sursaturé peut déclencher une précipitation dynamique de la phase $\delta\text{-Ni}_2\text{Si}$. Ce mécanisme influe de manière significative sur le comportement de l'alliage en provoquant un durcissement puis un adoucissement suivant la durée de l'opération de déformation. La présence de ces précipités favorise ou non la recristallisation du matériau, et par conséquent peut modifier la taille des grains recristallisés et la formabilité du matériau.

Au vu de l'objectif du projet de baisse des températures de mise en forme de l'alliage étudié, cette connaissance des mécanismes pouvant intervenir durant sa déformation à chaud ou mi-chaud est primordiale. Le comportement rhéologique de l'alliage peut désormais être caractérisé et mis en relation avec les informations et résultats décrits dans ce premier chapitre.

1.5 Références

- Arnaud, D., J. Barbery, R. Biais, B. Fargette et P. Naudot. 1985, «Propriétés du cuivre et de ses alliages», *Techniques de l'Ingénieur*.
- Azzeddine, H., B. Mehdi, L. Hennet, D. Thiaudière, B. Alili, M. Kawasaki, D. Bradai et T. Langdon. 2014, «An in situ synchrotron x-ray diffraction study of precipitation kinetics in a severely deformed Cu-Ni-Si alloy», *Materials Science & Engineering : A*, vol. 597, p. 288 – 294.
- Blaz, L., E. Evangelista et M. Niewczas. 1994, «Precipitation effects during hot deformation of a copper alloy», *Metallurgical and materials transactions*, vol. 25A, p. 257 – 266.
- Blaz, L., T. Sakai et J. J. Jonas. 1983, «Effect of initial grain size on dynamic recrystallization of copper», *Metal Science*, vol. 17, p. 609 – 616.
- Chakrabarti, D. J. et D. E. Laughlin. 1984, «The Cr-Cu (chromium-copper) system», *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*, vol. 5, p. 59 – 68.
- Cheng, J., B. Tang, F. Yu et B. Shen. 2014, «Evaluation of nanoscaled precipitates in a Cu-Ni-Si-Cr alloy during aging», *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 614, p. 189 – 195, ISSN 0925-8388.
- Coutsouradis, D., E. Diderrich, J. Smets, G. Crocq et L. Pauwels. 1974, «Effects of trace amounts of impurities on the recrystallization behavior of high purity, tough pitch copper», *Metallurgical reports C.R.M.*, n° 39.
- Deschamps, A., F. Bley, F. Livet et D. F. L. David. 2003, «In-situ small-angle X-ray scattering study of dynamic precipitation in an Al-Zn-Mg-Cu alloy», *Philosophical Magazine*, vol. 83, n° 6, p. 677 – 692.
- Develay, R. 1997, «Mise en forme de l'aluminium - filage ou extrusion», *Techniques de l'Ingénieur*.
- Dieter, G. 1976, *Mechanical Metallurgy*.
- Donoso, E., R. Espinoza, M. Diánez et J. Criado. 2012, «Microcalorimetric study of the annealing hardening mechanism of a Cu-2.8Ni-1.4Si (at%) alloy», *Materials Science & Engineering : A*, vol. 556, p. 612 – 616, ISSN 0921-5093.
- Gaudout, B. 2009, *Modélisation des évolutions microstructurales et étude de la lubrification par film solide lors du filage à chaud d'alliages de zirconium*, Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris.
- Hörnqvist, M. et B. Karlsson. 2010, «Dynamic strain ageing and dynamic precipitation in AA7030 during cyclic deformation», *Procedia Engineering*, vol. 2, p. 265 – 273.
- Humphreys, F. et M. Hatherly. 2004, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition)*, Elsevier Science.
- Jakani, S. 2004, *Effet des impuretés sur les mécanismes de recristallisation du cuivre tréfilé*, Thèse de doctorat, Université Paris XI.
- Joseph, G. et K. J. A. Kundig. 1999, *Copper : Its Trade, Manufacture, Use, and Environmental Status*.
- Kabir, A. S. H., M. Sanjari, J. Su, I. H. Jung et S. Yue. 2014, «Effect of strain-induced precipitation on dynamic recrystallization in Mg-Al-Sn alloys», *Materials Science & Engineering A*, vol. 616, p. 252 – 259.
- Kim, Y. G., T. Y. Seong et J. H. Han. 1986, «Effect of heat treatment on precipitation behaviour in a Cu-Ni-Si-P alloy», *Journal of materials science*, vol. 21, p. 1357 – 1362.

- Lebreton, V. 2007, *Etude métallurgique et optimisation de la fabrication d'alliages à base de cuivre coulés en continu*, Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris.
- Lei, Q., Z. Li, C. Dai, J. Wang, X. Chen, J. Xie, W. Yang et D. Chen. 2013a, «Effect of aluminum on microstructure and property of Cu-Ni-Si alloys», *Materials Science and Engineering : A*, vol. 572, p. 65 – 74, ISSN 0921-5093.
- Lei, Q., Z. Li, Z.-Y. Pan, M.-P. Wang, Z. Xiao et C. Chen. 2010a, «Dynamics of phase transformation of Cu-Ni-Si alloy with super-high strength and high conductivity during aging», *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 20, n° 6, p. 1006 – 1011, ISSN 1003-6326.
- Lei, Q., Z. Li, J. Wang, J. Xie, X. Chen, S. Li, Y. Gao et L. Li. 2013b, «Hot working behavior of a super high strength Cu-Ni-Si alloy», *Materials & Design*, vol. 51, p. 1104 – 1109, ISSN 0261-3069.
- Lei, Q., Z. Li, M. Wang, L. Zhang, Z. Xiao et Y. Jia. 2010b, «The evolution of microstructure in Cu-8.0Ni-1.8S-0.15Mg alloy during aging», *Materials Science and Engineering : A*, vol. 527, n° 24 - 25, p. 6728 – 6733, ISSN 0921-5093.
- Lei, Q., Z. Li, A. Zhu, W. Qiu et S. Liang. 2011, «The transformation behavior of Cu-8.0Ni-1.8Si-0.6Sn-0.15Mg alloy during isothermal heat treatment», *Materials Characterization*, vol. 62, n° 9, p. 904 – 911, ISSN 1044-5803.
- Lockyer, S. A. et F. W. Noble. 1994, «Precipitate structure in a Cu-Ni-Si alloy», *Journal of materials science*, p. 218 – 226.
- Lu, D., J. Wang, A. Atrens, X. Zou, L. Lu et B. Sun. 2007, «Calculation of Cu-rich part of Cu-Ni-Si phase diagram», *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 17.
- Mahajan, S. 2013, «Critique of mechanisms of formation of deformation, annealing and growth twins : Face-centered cubic metals and alloys», *Scripta Materialia*, vol. 68, p. 95 – 99.
- Manenc, J. 1972, *Thermodynamique structurale des alliages*.
- Miettinen, J. 2005, «Thermodynamic description of the Cu-Ni-Si system in the copper-rich corner above 700 °C», *Calphad*, vol. 29, n° 3, p. 212 – 221, ISSN 0364-5916.
- Monzen, R. et C. Watanabe. 2008, «Microstructure and mechanical properties of Cu-Ni-Si alloys», *Materials Science and Engineering : A*, vol. 483-484, p. 117 – 119, ISSN 0921-5093. 14th International Conference on the Strength of Materials.
- Niewczas, M., E. Evangelista et L. Blaz. 1992, «Strain localization during a hot compression test of Cu-Ni-Cr-Si-Mg alloy», *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 27, n° 12, p. 1735 – 1740, ISSN 0956-716X.
- Sakai, T., A. Belyakov, R. Kaibyshev, H. Miura et J. J. Jonas. 2014, «Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions», *Progress in Materials Science*, vol. 60, p. 130 – 207, ISSN 0079-6425.
- Sellars, C. M. et W. J. McTegart. 1966, «On the mechanism of hot deformation», *Acta Metallurgica*, vol. 14(9), p. 1136 – 1138.
- Suzuki, S., N. Shibutani, K. Mimura, M. Isshiki et Y. Waseda. 2006, «Improvement in strength and electrical conductivity of Cu-Ni-Si alloys by aging and cold rolling», *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 417, n° 1-2, p. 116 – 120, ISSN 0925-8388.
- Teplitskiy, M., A. K. Nikolayev, N. I. Revina et V. M. Rozenberg. 1972, *Fiz. Metal. Metalloved*, vol. 40, p. 1240.

- Thomas, B. et J.-H. Schmitt. 2002, «Durcissement des aciers - mécanismes», *Techniques de l'Ingénieur*.
- Trapied, G. 1981, «Mise en forme du cuivre et des alliages de cuivre», *Techniques de l'ingénieur*.
- Watanabe, C., F. Nishijima, R. Monzen et K. Tazaki. 2007, «Mechanical properties of Cu-4.0wt%Ni-0.95wt%Si alloys with and without p and cr addition», p. 2321 – 2324.
- Xiao, X. P., Z. Y. Yi, T. T. Chen, R. Q. Liu et H. Wang. 2016, «Suppressing spinodal decomposition by adding Co into Cu-Ni-Si alloy», *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 660, p. 178 – 183, ISSN 0925-8388.
- Ye, Y., X. Yang, J. Wang, X. Zhang, Z. Zhang et T. Sakai. 2014, «Enhanced strength and electrical conductivity of Cu-Zr-B alloy by double deformation aging process», *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 615, p. 249 – 254, ISSN 0925-8388.
- Zhang, H., H. gang ZHANG et D. shu PENG. 2006, «Hot deformation behavior of KFC copper alloy during compression at elevated temperatures», *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 16, n° 3, p. 562 – 566, ISSN 1003-6326.
- Zhang, L., Z. Li, Q. Lei, W. Qiu et H. Luo. 2011, «Hot deformation behavior of Cu-8.0Ni-1.8Si-0.15Mg alloy», *Materials Science and Engineering : A*, vol. 528, n° 3, p. 1641 – 1647, ISSN 0921-5093.
- Zhang, Y., P. Liu, B.-H. Tian, Y. Liu, R.-Q. Li et Q.-Q. Xu. 2013, «Hot deformation behavior and processing map of Cu-Ni-Si-P alloy», *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 23, n° 8, p. 2341 – 2347, ISSN 1003-6326.
- Zhao, D., Q. Dong, P. Liu, B. Kang, J. Huang et Z. Jin. 2003a, «Aging behavior of Cu-Ni-Si alloy», *Materials Science and Engineering : A*, vol. 361, n° 1-2, p. 93 – 99, ISSN 0921-5093.
- Zhao, D., Q. Dong, P. Liu, B. Kang, J. Huang et Z. Jin. 2003b, «Structure and strength of the age hardened Cu-Ni-Si alloy», *Materials Chemistry and Physics*, vol. 79, n° 1, p. 81 – 86, ISSN 0254-0584.

Caractérisation rhéologique d'un alliage Cu-Ni-Si mis en forme à chaud

Sommaire

2.1 Introduction	39
2.2 Essais expérimentaux de compression	39
2.2.1 Méthodologie	39
2.2.2 Résultats expérimentaux	42
2.3 Développement d'un modèle rhéologique à base physique	48
2.3.1 Description du modèle rhéologique	48
2.3.2 Définition du modèle adapté à l'alliage CuNiSi(I)	50
2.3.3 Implémentation du modèle rhéologique	58
2.4 Discussion	62
2.4.1 Changement de comportement pour $T < 800\text{ °C}$	62
2.4.2 Variabilité du comportement	62
2.5 Conclusion	65
2.6 Références	66

2.1 Introduction

La mise en forme par matriçage est une étape clé dans le chaînage des opérations de fabrication des connecteurs de caténares et la connaissance du comportement rhéologique du matériau est cruciale dans ce contexte. Elle permet notamment de prédire la travail nécessaire et d'optimiser les paramètres du procédé.

L'étude bibliographique dans le chapitre précédent rapporte l'existence de modèles permettant de tenir compte des mécanismes de restauration et de recristallisation dynamiques. Leur application se limite cependant à la description de la contrainte maximale en fonction du paramètre de Zener Hollomon. L'objectif de ce chapitre est de proposer un modèle rhéologique à base physique pour décrire le comportement de l'alliage CuNiSi(I) déformé à chaud.

La première partie traite de la campagne d'essais de compression menée au laboratoire. Après une brève description de la procédure expérimentale, les résultats sont présentés et analysés. L'observation des courbes de contrainte-déformation et des structures micrographiques permet d'identifier les mécanismes microstructuraux induits par la déformation. Le développement du modèle rhéologique fait l'objet de la deuxième partie du chapitre. Le modèle à base physique est présenté ainsi que la méthodologie d'identification des paramètres qui lui est propre. Les données expérimentales sont ensuite traitées afin d'en extraire les paramètres du modèle. La troisième partie concerne l'implémentation du modèle rhéologique dans le logiciel d'éléments finis FORGE® NxT 1.0. Les limites de l'algorithme utilisé y sont discutées. Enfin, la dernière partie est une discussion sur les résultats de ce chapitre. La variabilité de comportement liée à la provenance et à la composition des échantillons de matière y est développée.

2.2 Essais expérimentaux de compression

Les connecteurs caténares sont, pour la plupart, mis en forme par matriçage. Cette opération consiste à déformer à chaud un lopin de matière entre deux matrices portant l'empreinte de la pièce à obtenir. Cette opération exerce essentiellement des sollicitations de compression sur le matériau. D'après Montheillet [1996], les vitesses de déformation en matriçage sont de l'ordre de 10^{-2} à 10 s^{-1} . Cette plage de vitesse de déformation est accessible par des essais de traction, compression et torsion. On parle de déformation à chaud lorsque la température atteinte (T) est supérieure à la moitié de la température de fusion (T_m) du matériau ($T > 0.6 \cdot T_m$), ce qui correspond pour les alliages Cu-Ni-Si à une température de 520 °C. L'étude bibliographique en partie 1.2 a révélé l'activation des mécanismes de restauration et de recristallisation dynamiques dans les alliages Cu-Ni-Si sollicités dans cette gamme de température. Les essais de compression à chaud sont souvent pratiqués pour mettre en évidence ces mécanismes. Ils permettent d'atteindre des déformations plus élevées que les essais de traction et sont plus aisés que les essais de torsion, ce qui est important pour analyser la phase stabilisée des mécanismes.

2.2.1 Méthodologie

Description de l'essai de compression

Considérant l'hypothèse de conservation de volume, les déformations longitudinales ε et les contraintes moyennes de compression σ se déterminent respectivement selon les équations 2.1 et 2.2 [Philibert et al., 2002], pour une compression d'éprouvettes cylindriques où h_c est la hauteur courante d'éprouvette généralement mesurée par extensomètre longitudinal, h_0 est la hauteur initiale d'éprouvette, F est la force courante et R_0 est le rayon initial de l'éprouvette.

$$\varepsilon = \ln \left(\frac{h_c}{h_0} \right) \quad (2.1)$$

$$\sigma = \frac{F}{\pi R_0^2} \cdot \exp(\varepsilon_{\text{exp}}) \quad (2.2)$$

Le principe des essais de compression repose sur le respect d'une condition de contact permanente entre les faces planes du cylindre et les tas de compression. Si ce contact est parfaitement glissant, le cylindre se déforme de façon homogène comme en figure 2.1b. Sinon, en présence de frottement, la surface libre du cylindre se bombe (effet "tonneau" en figure 2.1c). La déformation plastique n'est plus homogène dans ce cas puisque le déplacement radial de la matière à l'interface de contact est retenu par l'effort de frottement. Le diamètre de la surface de contact D_T est plus petit que celui au centre D_M . La déformation de l'éprouvette est alors hétérogène et trois zones correspondant à des états de contraintes différents sont généralement identifiées [Rasti et al., 2011] :

- Zone(I) de faible déformation localisée sous la surface initialement en contact avec les tas de compression;
- Zone(II) de déformation modérée sur le bombé de l'éprouvette;
- Zone(III) de déformation élevée, ou bande de cisaillement intense.

Outre l'inhomogénéité du champ de déformation, la composante de frottement est indissociable de l'effort global de compression mesuré au cours d'un essai. Ainsi, en présence de frottement, l'effort F est surestimé, et la détermination de la contrainte d'écoulement s'en trouve complexifiée.

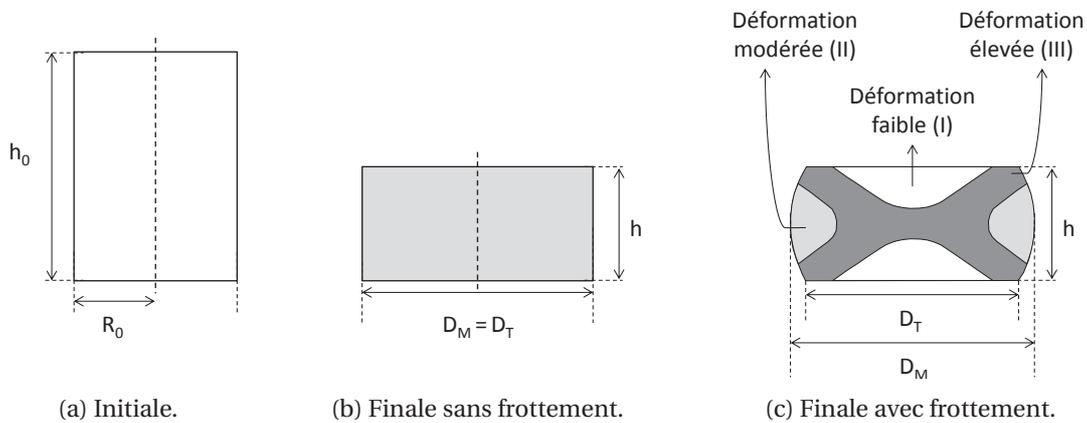


FIGURE 2.1 – Géométrie d'une éprouvette de compression avant, après essais et indication des zones de déformation dans une éprouvette comprimée sous condition de frottement. [Rasti et al., 2011]

Les facteurs externes influents sur la réponse mécanique d'un essai de compression sont nombreux. Evans et Scharning [2001] s'y sont intéressés indépendamment des paramètres matériaux, dans l'objectif de minimiser l'erreur sur la mesure de contrainte durant un essai de compression. Considérant un matériau isotrope thermo-viscoplastique, ils identifient par méthode analytique l'expression de cette erreur selon six paramètres : la déformation plastique moyenne ϵ , la vitesse de déformation moyenne $\dot{\epsilon}$, la température relative T_m/T avec T_m la température de fusion, le volume d'éprouvette V_e , la géométrie d'éprouvette définie par le ratio rayon initial sur hauteur initiale R_0/h_0 et le coefficient de frottement m selon la loi de Tresca. Le matériau pris en compte est l'alliage nickel-chrome UNS N09901, mais selon les auteurs les conclusions sont transposables à tous les métaux. Les deux variables qui ont le plus d'influence sur l'erreur sont le ratio R_0/h_0 et le frottement m .

Les isolignes d'erreur obtenues pour les paramètres $V_e = 679 \text{ mm}^3$, $T_m/T = 1.205$ et les variables m , R_0/h_0 , ϵ , $\dot{\epsilon}$ sont tracées en figure 2.2. Pour une géométrie fixée, lorsque m augmente, l'erreur augmente car l'effort de frottement augmente. Lorsque R_0/h_0 diminue, une amplification de l'effet tonneau est constatée, ce qui accentue l'hétérogénéité de déformation dans l'éprouvette. La déformation moyenne vraie et l'autoéchauffement induits sont donc plus importants, d'où une baisse relative de la contrainte d'écoulement.

L'échauffement du matériau induit par déformation est donc d'autant plus hétérogène et important dans la zone fortement déformée. Il en résulte une baisse de la contrainte d'écoulement

du matériau, réduisant l'erreur. La vitesse d'échauffement d'un matériau étant proportionnelle à sa vitesse de déformation, l'erreur à vitesse de déformation élevée devient même négative aux faibles ratios R_0/h_0 (figure 2.2d).

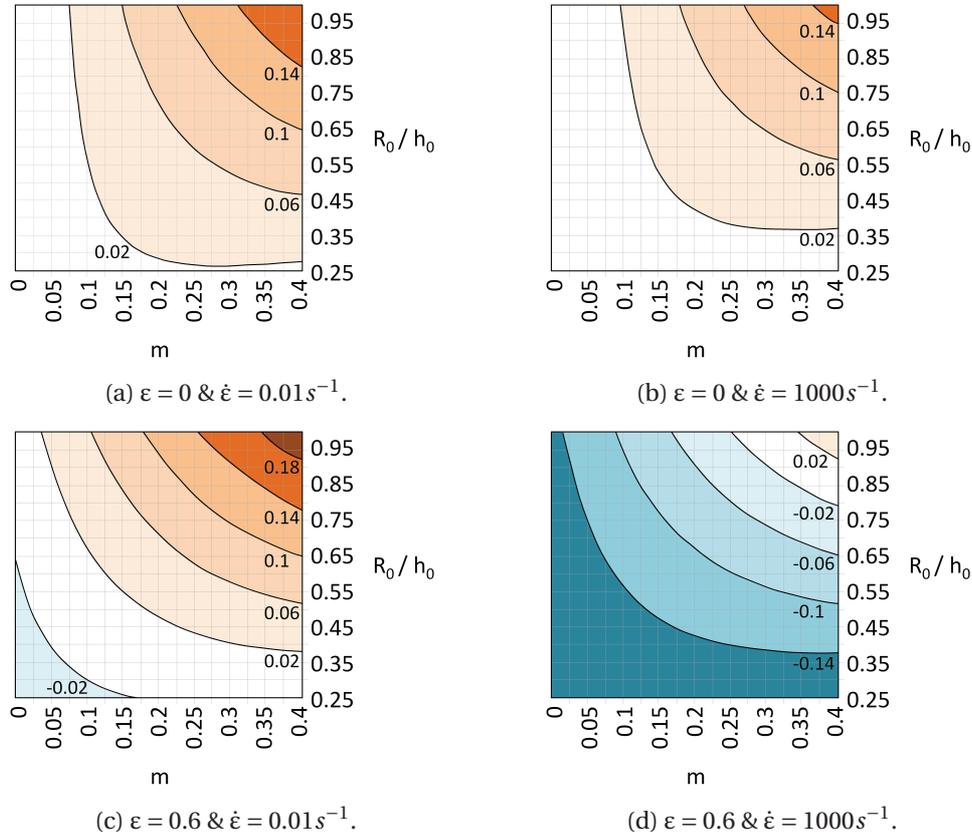


FIGURE 2.2 – Isolignes d'erreur relative sur l'estimation de la contrainte d'écoulement par essai de compression sur un alliage IN901 à $V_e = 679 mm^3$, $T_m/T = 1.205$ et m , R_0/h_0 , ϵ , $\dot{\epsilon}$ variables. [Evans et Scharning, 2001]

Dans ce contexte, la configuration idéale serait évidemment un contact glissant à l'interface éprouvette - tas de compression. Cependant, en réalité le frottement subsiste et ne peut qu'être limité par l'usage de lubrifiants adaptés. La géométrie d'éprouvette proposée par Rastegaev en 1940, et reprise notamment par Reiss et Pohlandt [1986], limite fortement l'effet du frottement par la création de réservoirs de lubrifiants aux deux extrémités du cylindre de compression. Li et al. [2011] confirment l'efficacité de cette géométrie aux faibles déformations, mais indiquent qu'aux fortes déformations (à partir de $\epsilon = 0.7$) l'effet du frottement réapparaît sévèrement. Concernant le choix des dimensions d'une éprouvette cylindrique simple, d'après les résultats de Evans et Scharning [2001], à basse vitesse de déformation, un faible ratio R_0/h_0 (inférieur à 0.45) semble approprié pour minimiser l'erreur relative en considérant la présence de frottement. En revanche, lorsque la vitesse de déformation est élevée, la configuration optimale pour m et R_0/h_0 à $\epsilon = 0$ peut devenir la pire en terme d'erreur absolue en fin d'essai. Par exemple, pour $m = 0.1$, $R_0/h_0 = 0.45$ et $\dot{\epsilon} = 1000 s^{-1}$, l'erreur relative à $\epsilon = 0$ est comprise entre -0.02 et 0.02 (figure 2.2b) mais passe à une valeur inférieure à -0.14 à $\epsilon = 0.6$ (figure 2.2d). Finalement, quels que soient les paramètres expérimentaux, l'erreur relative ne peut pas être nulle tout au long de l'essai. Il s'agit donc de chercher à la minimiser puis de la corriger lorsque sa valeur dépasse l'incertitude de mesure.

Paramètres expérimentaux

Les essais ont été réalisés sur le simulateur thermomécanique Gleeble 3500 dont le laboratoire dispose. Cette machine servohydraulique est capable de supporter des efforts statiques en traction ou compression jusqu'à 100 kN. Elle est équipée d'une cellule d'effort dynamométrique et la variation de hauteur de l'éprouvette est mesurée par un extensomètre longitudinal.



(a) Vue d'ensemble.

(b) Intérieur de la chambre en cours d'essai.

FIGURE 2.3 – Photographies du simulateur Gleeble 3500 au laboratoire LAMIH.

Les différents auteurs cités en partie 1.2.2 qui ont étudié le comportement rhéologique d'un Cu-Ni-Si par le biais d'essais de compression dynamiques [Zhang et al., 2011], [Zhang et al., 2013], [Lei et al., 2013]) ont tous utilisés des éprouvettes avec un ratio R_0/h_0 égal à 0.33. Cette valeur est parfaitement cohérente avec les préconisations de Evans et Scharning [2001] pour limiter l'effet du frottement dans la gamme de vitesse de déformation étudiée ici. En conséquence, des éprouvettes de dimensions $R_0 = 5\text{mm}$ et $h_0 = 15\text{mm}$ ont été choisies pour les campagnes d'essais liées à cette étude. Elles ont été usinées dans le sens longitudinal des neuf échantillons de barres filées décrits en partie 1.3.3. De façon à limiter les dispersions dues aux effets géométriques, les tolérances imposées sont de 0.01 mm sur la perpendicularité à l'axe de révolution et de 0.025 mm sur le diamètre, la hauteur et le parallélisme des faces.

Dans le cas du processus de fabrication de connecteurs caténaire, l'alliage CuNiSi(I) est mis en forme à une température comprise entre 800 °C et 830 °C. Cette gamme de températures est largement couverte par la plage des températures de 600 à 900 °C choisie pour les essais de caractérisation, tenant ainsi compte de l'autoéchauffement induit et de l'objectif de baisse de la température de forgeage. Les éprouvettes sont chauffées par effet Joule à une vitesse consigne de $3\text{ °C} \cdot \text{s}^{-1}$. Afin d'autoriser la dilatation thermique sans engendrer de déformation, le déplacement des tas de compression n'est pas bloqué durant la chauffe. Une fois la température de consigne atteinte, un temps de maintien d'une minute est appliqué pour garantir une température homogène. Le contrôle de température est assuré tout au long de l'essai par un thermocouple de type K soudé en surface à mi-hauteur. Tous les essais sont conduits sous vide poussé (à environ 10^{-5} Pa) pour éviter l'oxydation du cuivre qui pourrait altérer le comportement du matériau, excepté pour les essais dits de microstructure. En effet, dans le but de figer la microstructure du matériau, certains essais ont été dupliqués et réalisés à l'air libre afin de pouvoir déclencher une trempe à l'eau directement dans l'enceinte de la machine en fin de compression.

Trois vitesses de déformations moyennes 0.1, 1 et 10 s^{-1} ont été retenues pour ces essais. La connaissance actualisée de la hauteur d'éprouvette h_c permet une régulation par rétroaction des deux plus basses vitesses de déformation (0.1 s^{-1} et 1 s^{-1}). À $\dot{\epsilon} = 10\text{ s}^{-1}$, les essais sont par contre pilotés en déplacement.

Avant sa mise en place dans le simulateur Gleeble, chaque éprouvette est lubrifiée à ses extrémités avec une graisse graphitée antigrippage chargée en nickel et résistante à une température maximale de 1427 °C.

2.2.2 Résultats expérimentaux

Bien que connue pour tous les échantillons, la provenance dans la coulée et le filage n'est pas prise en compte dans cette première partie de l'étude. On considéra ainsi qu'un essai est répété lorsque ses conditions expérimentales sont reproduites sur un second échantillon quelle que soit sa provenance. Selon cette hypothèse, chaque essai a été répété au moins deux fois afin de contrôler la reproductibilité des résultats.

Analyse des résultats bruts

La figure 2.4 regroupe les courbes moyennes de la contrainte effective en fonction de la déformation plastique effective, obtenues pour les différentes conditions d'essais. La partie élastique a été retirée après identification de la limite élastique σ_y définie dans une première approximation à une déformation plastique de 0.2%. Comme le montrent les photographies en figure 2.5, les éprouvettes testées à 600 °C et 700 °C ont toutes fissuré sur les faces latérales. Les courbes correspondantes à ces températures en figures 2.4a et 2.4b présentent une courte phase d'écrouissage suivie d'une brusque réduction de contrainte, en particulier pour les essais à 600 °C (figure 2.4a). Ces allures pourraient être attribuées à un endommagement du matériau amorcé pour de faibles déformations plastiques ϵ . Hormis pour les valeurs de σ_y , les résultats des essais à 600 °C et 700 °C ne sont donc pas considérés, faute de moyens de détection et d'investigation in situ adéquats.

Pour les éprouvettes non fissurées en fin d'essai, les courbes en figure 2.4 indiquent clairement un comportement rhéologique thermoviscoplastique. Plus la vitesse de déformation augmente, ou plus la température baisse, et plus le niveau de contrainte augmente. Aux températures inférieures à 850 °C, ainsi qu'à une vitesse de déformation de 10 s^{-1} , les courbes présentent un palier suivi d'augmentation de contrainte. Cette allure est particulièrement remarquable pour les essais à 800 °C et 1 s^{-1} . Lorsque la température est supérieure à 850 °C et la vitesse de déformation est inférieure à 10 s^{-1} , les contraintes augmentent jusqu'à atteindre un pic puis décroissent vers un palier. À nouveau, en fin de courbes une augmentation prononcée de la contrainte apparaît. Hormis cette hausse finale, les évolutions décrites sont semblables à celles présentées en partie 1.2.2. au sujet des mécanismes de restauration et recristallisation dynamiques. L'occurrence de ces mécanismes durant les essais de compression peut être présumée. Une analyse microstructurale des éprouvettes a été menée afin de compléter ces observations, et sera exposée ci-après.

Sur les photographies en figure 2.5, on observe que les surfaces latérales des éprouvettes sont bombées et que l'éprouvette a une forme "en tonneau". Ceci témoigne d'un contact avec frottement sur les faces planes de l'éprouvette cylindrique à l'interface avec les tas de compression, et ce malgré l'utilisation d'un lubrifiant. Des analyses topographiques menées à l'aide d'un profilomètre 3D sans contact ont été effectuées sur deux échantillons afin d'évaluer la sévérité du frottement. Les éléments d'analyse de l'échantillon F3 testé à 850 °C et 1 s^{-1} sont données en figure 2.6. Deux bandes caractéristiques de la surface de contact perpendiculaires l'une à l'autre et ayant pour origine le contour de la surface de contact ont été analysées (Figure 1.6b). À partir d'environ 2500 μm jusqu'au centre de la surface à 7000 μm , des stries périodiques et parallèles sont distinctement observables. Elles correspondent à l'empreinte de la rugosité des tas de compression et sont caractéristiques d'un contact collant. Avant 2500 μm , la rugosité est plus élevée et irrégulière, signe d'une transition vers un contact avec frottement sévère. L'impact d'un tel frottement sur la mesure de la contrainte d'écoulement sera analysé lors du traitement des résultats expérimentaux.

Les vitesses de déformation et les températures sont mesurées pendant l'essai et vérifiées a posteriori. Les graphiques en figure 2.7 illustrent les résultats d'essais menés à une température visée de 850 °C. Les consignes sont globalement bien respectées et les valeurs des vitesses de déformation moyennes sont satisfaisantes, excepté pour une vitesse de déformation à 10 s^{-1} . Le mode de pilotage du vérin à 10 s^{-1} , différent de celui des deux autres consignes, engendre ces quelques écarts qui nécessiteront un post-traitement correctif. L'autoéchauffement du matériau augmente

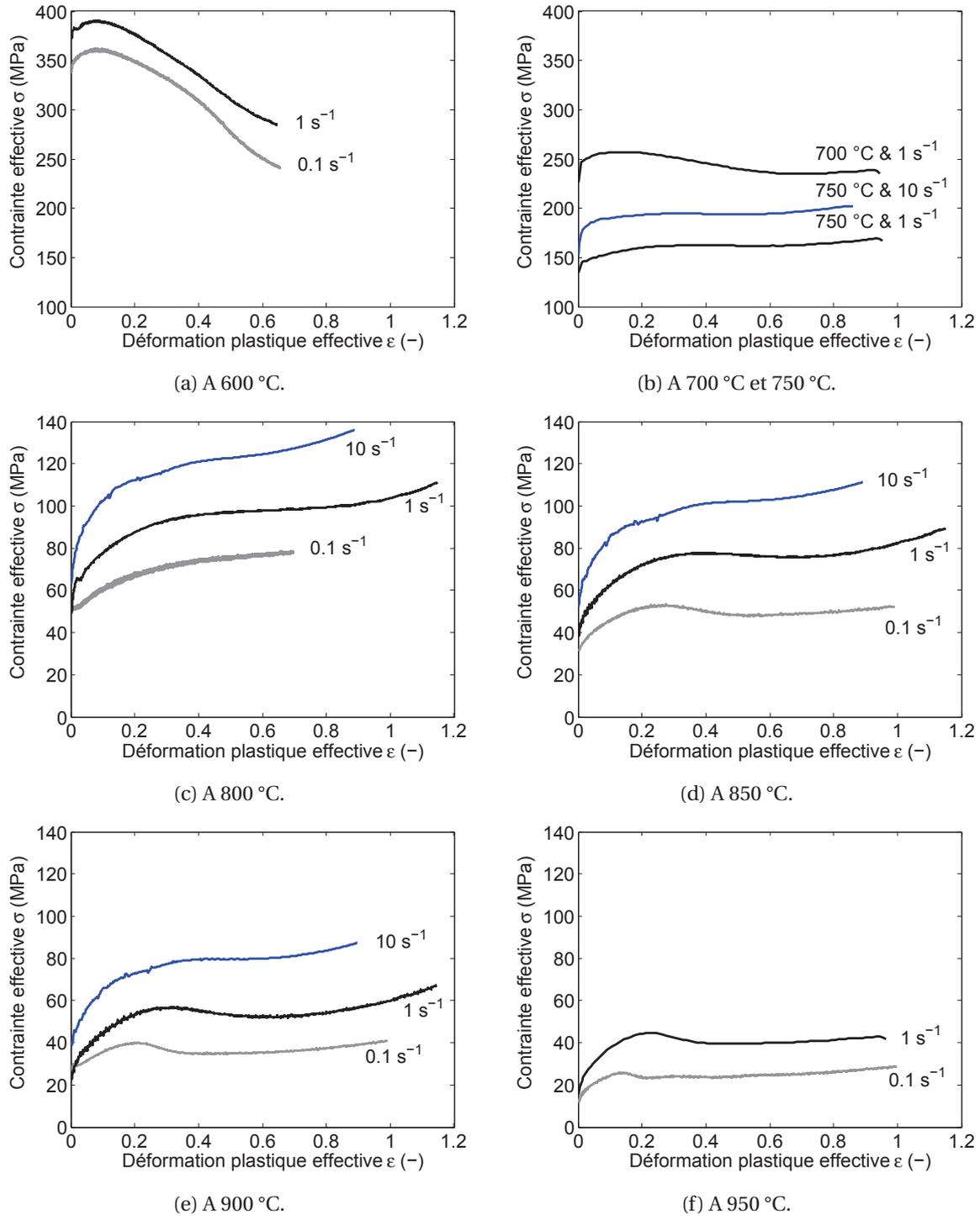


FIGURE 2.4 – Courbes moyennées brutes de contraente effective - déformation plastique effective obtenues par essais de compression.

avec la déformation et la vitesse de déformation. Le dispositif de chauffage résistif du simulateur Gleeble permet de compenser rapidement une baisse de température pour rester conforme à la consigne. En revanche le dispositif standard ne permet pas de compenser facilement un autoéchauffement de l'éprouvette au-delà de la cinétique de refroidissement du système opérationnel de compression. Dans le cas présent, pour une vitesse de déformation supérieure à 0.1 s^{-1} , la consigne n'est plus entièrement respectée et la température de l'échantillon augmente durant l'essai. Les variations de ces paramètres doivent être prises en compte dans le traitement des résultats

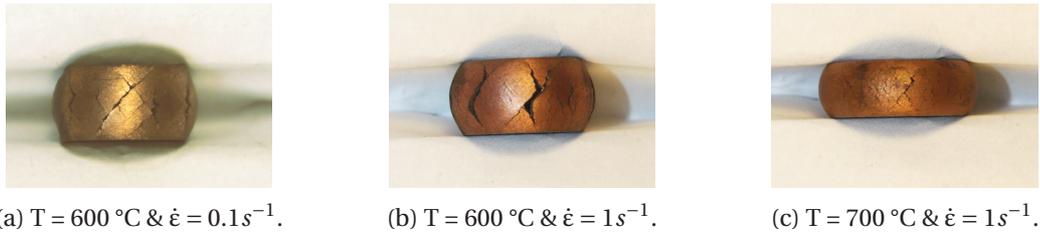


FIGURE 2.5 – Photographies d'éprouvettes de compression testées à différentes conditions d'essai.

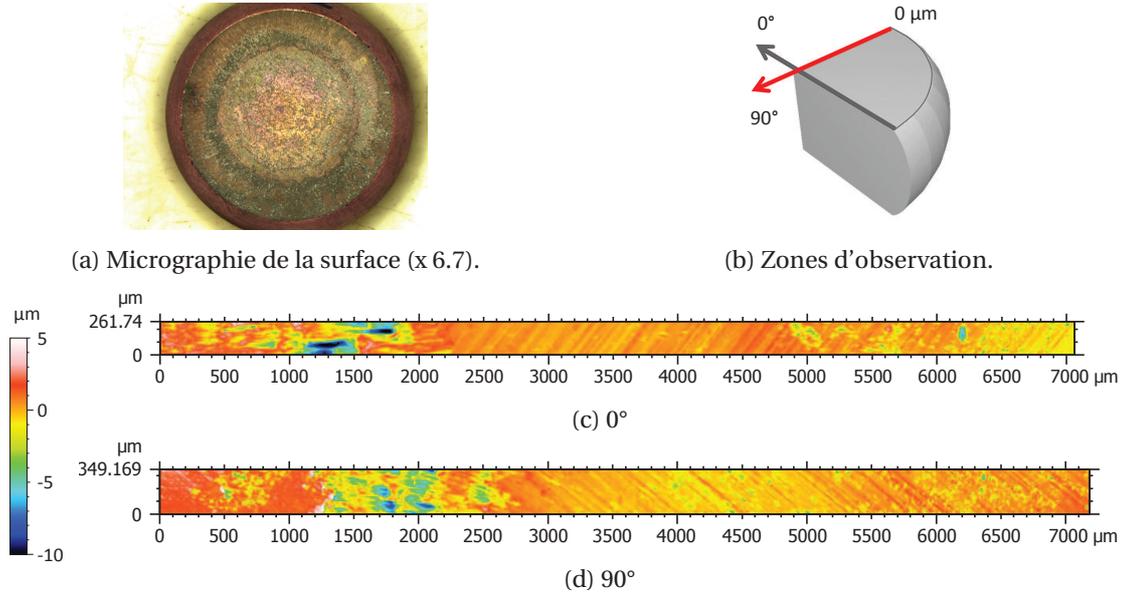


FIGURE 2.6 – Topographie de la surface de l'éprouvette en contact avec le tas de compression, obtenue par interférométrie 3D.

pour obtenir des courbes de comportement objectives.

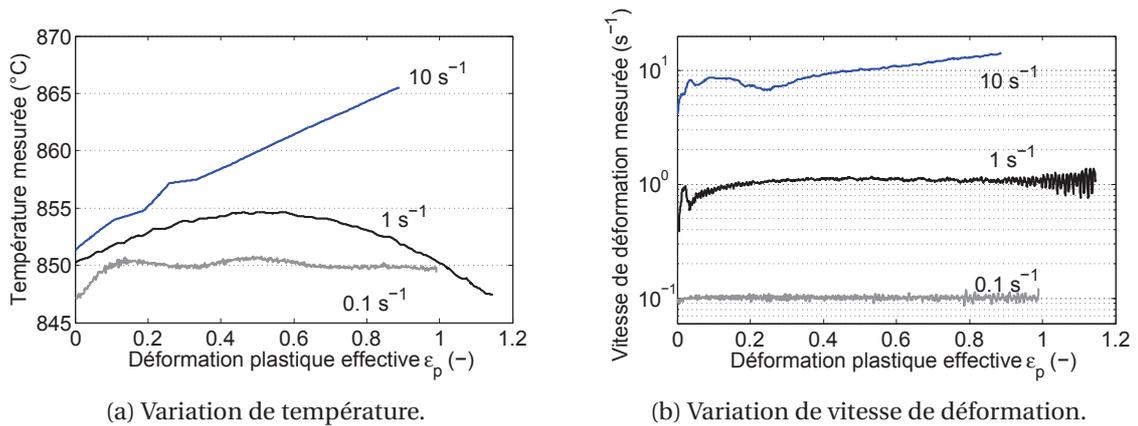


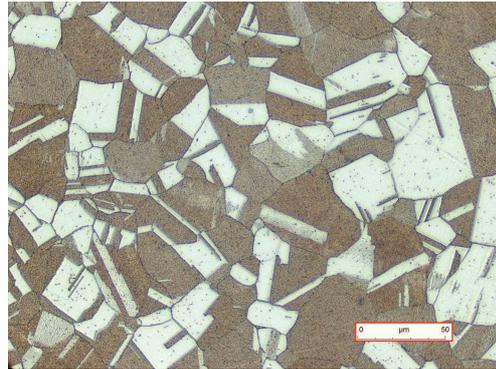
FIGURE 2.7 – Exemples de courbes de température et de vitesse de déformation en fonction de la déformation plastique d'éprouvettes testées à 850 °C .

Analyse microstructurale

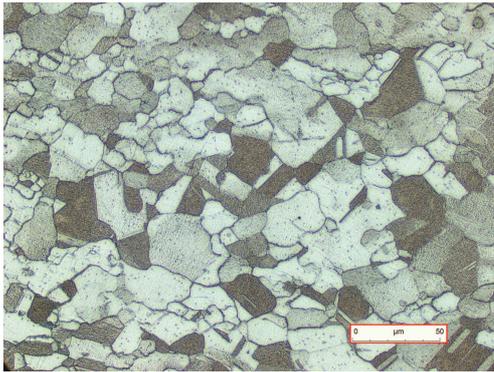
Les éprouvettes après compression ont été découpées dans le sens longitudinal puis enrobées, polies et attaquées chimiquement selon la méthode précédemment décrite en partie 1.3.3. En présence de frottement, le centre de l'éprouvette de compression est une zone fortement dé-

formée qui favorise l'activation de la recristallisation. Les microstructures ont ainsi été observées systématiquement au centre des échantillons, à l'aide d'un microscope optique.

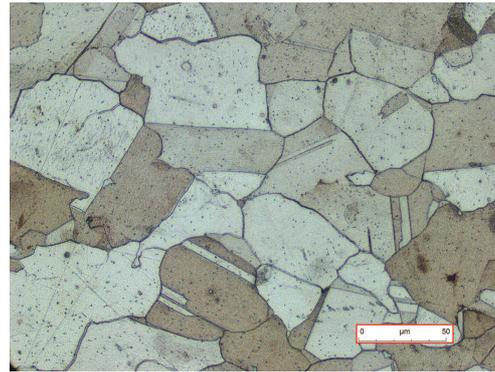
Les micrographies en figure 2.8 proviennent d'échantillons M3 à l'état initial (filé-trempé) et écroui à une déformation plastique rationnelle de 1. Ces observations révèlent différentes évolutions microstructurales selon les conditions expérimentales imposées. Écroui à une température de 850 °C et à une vitesse de déformation de 0.1 s^{-1} , la microstructure a tendance à s'affiner (figure 2.8b). En revanche, les essais effectués à 950 °C et 0.1 s^{-1} aboutissent à un grossissement du grain (figure 2.8c). Le tableau 2.1 regroupe les mesures de taille de grain obtenues pour des échantillons représentatifs écrouis et trempés.



(a) État initial (filé-trempé)



(b) État écroui à 850 °C & 0.1 s^{-1}



(c) État écroui à 950 °C & 0.1 s^{-1}

FIGURE 2.8 – Observation par microscopie optique d'échantillons M3 à l'état initial et à l'état écroui ($\epsilon = 1$) sous deux conditions expérimentales différentes.

Échantillon	Taille de grain μm			
	Initial	850 °C & 0.1 s^{-1}	950 °C & 1 s^{-1}	950 °C & 0.1 s^{-1}
M2	22.68	-	32	-
M3	27.09	14 - 18	-	44
F3	28.68	-	-	52

TABLEAU 2.1 – Taille de grain moyenne d'échantillons à l'état initial et à l'état écroui ($\epsilon = 1$) sous différentes conditions expérimentales.

Ces résultats permettent de confirmer la présence des mécanismes de restauration dynamiques et de recristallisation dynamique discontinue au cours des essais de compression. La taille de grain initiale relativement petite de la texture des échantillons donne une possibilité d'évolution de la microstructure vers un affinement ou un grossissement des grains, comme illustré en figure 2.9. La chauffe des billettes à 950 °C en préparation de l'opération de filage (section 1.3.1) permet l'ho-

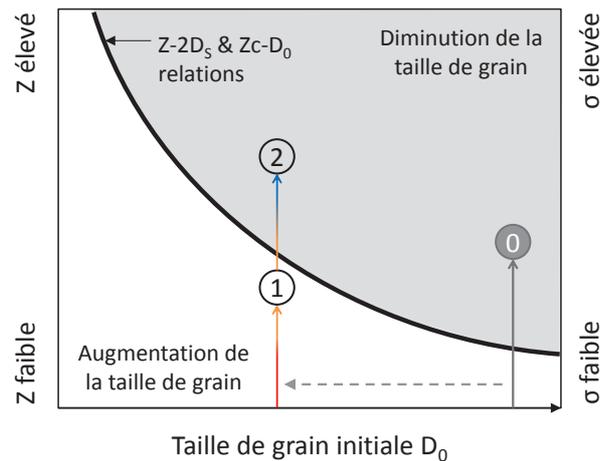


FIGURE 2.9 – Influence d'une recristallisation discontinue préliminaire à affinement des grains sur l'évolution de la structure lors d'une seconde recristallisation discontinue en fonction du nombre de Zener-Hollomon Z .

mogénéisation du matériau et la coalescence des grains. Comme évoqué en partie 1.3.3, le filage déclenche la recristallisation du matériau et fort probablement l'affinement de ses grains (indice 0 en figure 2.9) ; Lebreton [2007] confirme cette tendance. Plus la taille de grain initiale est petite et plus le nombre de Zener-Hollomon seuil entre une recristallisation discontinue à grossissement des grains et une recristallisation discontinue à affinement des grains augmente. Ainsi, à partir de grains fins, un affinement additionnel de la structure n'est possible que si le matériau est sollicité à un niveau de contrainte relativement élevé (indice 2 en figure 2.9). Au vu des mesures de taille de grains en tableau 2.1, cette valeur seuil se situe entre les deux conditions d'essai $850\text{ °C} \& 0.1\text{ s}^{-1}$ et $950\text{ °C} \& 1\text{ s}^{-1}$.

Conclusion

Les courbes contrainte-déformation obtenues par essais de compression, sur les plages de températures de 600 °C à 950 °C et de vitesses de déformation de 0.1 s^{-1} à 10 s^{-1} , indiquent un caractère thermoviscoplastique de l'alliage CuNiSi(I). L'analyse de ces courbes, confortée par une analyse microstructurale, révèle l'activation des mécanismes de restauration et de recristallisation au cours des essais, en accord avec l'étude bibliographique en section 1.2.2. La recristallisation dynamique qui opère est de type discontinue et mène à un affinement de la taille de grains par rapport à l'état microstructural en fin de coulée. Les éprouvettes testées à 600 °C et 700 °C ayant toutes fissurées, leurs données expérimentales ne seront pas exploitées, à l'exception de σ_y , pour le développement d'un modèle rhéologique de l'alliage. Un traitement des valeurs de contrainte d'écoulement est nécessaire pour bien prendre en compte les inévitables fluctuations de la température et de la vitesse de déformation, et des conditions de contact éprouvette/tas au cours de l'essai de compression à chaud.

2.3 Développement d'un modèle rhéologique à base physique

La méthodologie mise en œuvre pour le développement d'un modèle rhéologique à base physique de l'alliage CuNiSi(I) déformé à chaud est comparable à celles employées par Puchi-Cabrera et al. [2014a, 2015] et Chalon et al. [2016]. Elle permet de formuler l'évolution de la contrainte d'écoulement du matériau en fonction des conditions de température et de vitesse de déformation, ainsi que les évolutions microstructurales de restauration dynamique (DRV) et de recristallisation dynamique (DRX). Cette méthode implique l'identification des quatre contraintes majeures introduites en section 1.2.2 : σ_y la limite d'élasticité, σ_s la contrainte de saturation effective due à la DRV, σ_p la contrainte maximale ou contrainte pic atteinte lors d'une DRX et σ_{ss} la contrainte seuil due à la DRX.

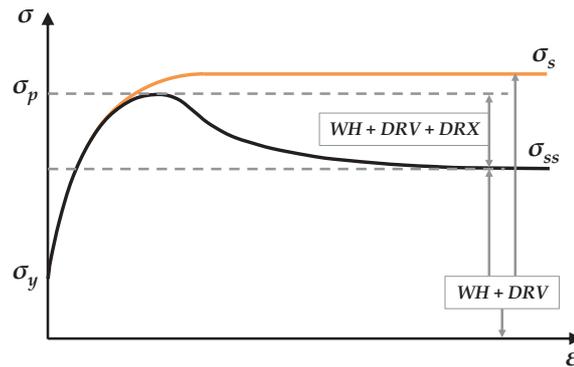


FIGURE 2.10 – Courbes caractéristiques de contrainte - déformation d'un matériau soumis à écrouissage (WH), DRV et DRX.

2.3.1 Description du modèle rhéologique

Sah et al. [1974] ont proposé une loi qui permet de modéliser correctement les courbes de contrainte-déformation lorsque les mécanismes d'écrouissage et de restauration dynamique (DRV) cohabitent. La formulation originale exprime la contrainte d'écoulement σ_ϵ en fonction de la déformation totale ϵ appliquée au matériau. Cependant, comme il sera démontré dans la suite de ce chapitre, cette formulation ne peut reproduire correctement le comportement du matériau que sous des conditions de température et de vitesse de déformation constantes ou de faibles amplitudes de variations. En revanche, une formulation différentielle permet de connaître un historique de déformation entre chaque incrément, en actualisant la variation de température et de vitesse de déformation à chaque incrément et en calculant la contrainte d'écoulement actualisée à partir de l'incrément précédent. Dans le contexte de la modélisation d'un procédé de mise en forme avec des conditions de déformation évolutives, une formulation différentielle est plus apte à décrire le comportement thermoviscoplastique de l'alliage CuNiSi(I). L'équation 2.3 ci-après définie est déduite de la loi de Sah et al. [1974] :

$$\frac{d\sigma_\epsilon}{d\epsilon} = \theta_0 \cdot \left[1 - \left(\frac{\sigma_\epsilon - \sigma_y(T, \dot{\epsilon})}{\sigma_s(T, \dot{\epsilon}) - \sigma_y(T, \dot{\epsilon})} \right)^2 \right] \cdot \left[\frac{\sigma_s(T, \dot{\epsilon}) - \sigma_y(T, \dot{\epsilon})}{\sigma_\epsilon - \sigma_y(T, \dot{\epsilon})} \right] \quad (2.3)$$

avec θ_0 le taux d'écrouissage de référence, qui peut dépendre des conditions de déformation ($T, \dot{\epsilon}$) ou simplement de T par l'intermédiaire du module de cisaillement $\mu(T)$. Les deux contraintes σ_y et σ_s s'expriment selon le modèle de Sellars et McTegart [1966] par respectivement les équations 2.4 et 2.5 respectivement. Ce modèle traduit la dépendance à la température T et à la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ de ces contraintes caractéristiques par le biais du paramètre de Zener-Hollomon Z rappelé en équation 2.6. Les paramètres δ_y, B_y et m_y , ainsi que δ_s, B_s et m_s sont propres au

matériau et doivent être identifiés à partir des courbes expérimentales. Selon [Tello et al., 2010], l'exposant du modèle de Sellars et McTegart [1966] est en général compris entre 3 et 5.

$$\sigma_y(T, \dot{\epsilon}) = \delta_y \cdot \sinh^{-1} \left[\left(\frac{Z}{B_y} \right)^{1/m_y} \right] \quad (2.4)$$

$$\sigma_s(T, \dot{\epsilon}) = \delta_s \cdot \sinh^{-1} \left[\left(\frac{Z}{B_s} \right)^{1/m_s} \right] \quad (2.5)$$

$$Z = \dot{\epsilon} \cdot \exp \left(\frac{Q}{R \cdot T} \right) \quad (2.6)$$

Dans la méthode proposée par Luton et Sellars [1969], la valeur de l'énergie d'activation apparente pour la déformation à chaud Q , est déduite de la dépendance à la température et à la vitesse de déformation de la contrainte pic σ_p . Cette méthode est couramment utilisée dans la littérature ([Lei et al., 2013], [Zhang et al., 2013], [Puchi-Cabrera et al., 2014a], [Puchi-Cabrera et al., 2015]). Elle assume l'expression de la contrainte σ_p par le modèle de Sellars et McTegart [1966] combinée au nombre de Zener-Hollomon :

$$\dot{\epsilon} = B_p \cdot \left[\sinh \left(\frac{\sigma_p(T, \dot{\epsilon})}{\delta_p} \right) \right]^{m_p} \cdot \exp \left(\frac{-Q}{R \cdot T} \right) \quad (2.7)$$

où les paramètres B_p , δ_p , m_p sont déterminés à partir des valeurs expérimentales de σ_p .

Il est important de préciser que l'existence d'une contrainte pic σ_p , ainsi que d'une contrainte seuil σ_{ss} , n'est possible qu'en cas de recristallisation dynamique (DRX). Par conséquent, la dépendance de σ_{ss} à la température et à la vitesse de déformation peut également être décrite par le modèle de Sellars et McTegart [1966] selon l'équation suivante :

$$\sigma_{ss}(T, \dot{\epsilon}) = \delta_{ss} \cdot \sinh^{-1} \left[\left(\frac{Z}{B_{ss}} \right)^{1/m_{ss}} \right] \quad (2.8)$$

avec δ_{ss} , B_{ss} , m_{ss} des paramètres à déterminer à partir des données expérimentales. De plus, puisque la DRX ne s'active qu'aux contraintes supérieures à la contrainte seuil σ_{ss} , l'égalité entre σ_{ss} et σ_c la contrainte critique de déclenchement de la DRX est admise.

Tant que la DRV seule est activée ou que la contrainte σ_ϵ définie par l'équation 2.3 est inférieure à la contrainte critique σ_c , la contrainte d'écoulement est entièrement définie par σ_ϵ ($\sigma = \sigma_\epsilon$). Si les conditions expérimentales permettent le déclenchement de la DRX en plus de la DRV, l'adoucissement additionnel $\Delta\sigma$ doit être calculé selon l'équation suivante :

$$\Delta\sigma = (\sigma_s - \sigma_{ss}) \cdot Xv \quad (2.9)$$

La cinétique de recristallisation du matériau est décrite par l'expression de la fraction volumique recristallisée Xv en fonction du temps t , sous conditions isothermes, selon la loi d'Avrami.

$$Xv = 1 - \exp(-k_{AV} \cdot t^{n_{AV}}) \quad (2.10)$$

avec k_{AV} et n_{AV} les constantes d'Avrami. La figure 2.11 montre une courbe typique de cinétique de recristallisation. Elle est constituée de trois parties qui correspondent respectivement à la germination, à la croissance des germes avec une vitesse rapide et enfin à la croissance des grains recristallisés avec une vitesse plus lente liée à la rencontre des grains en croissance. D'après Humphreys et Hatherly [2004], l'exposant n_{AV} prend une valeur comprise entre 1 et 4 selon la dimensionnalité de croissance des grains. Pour une croissance suivant deux à trois directions, n_{AV} sera compris entre 2 et 4.

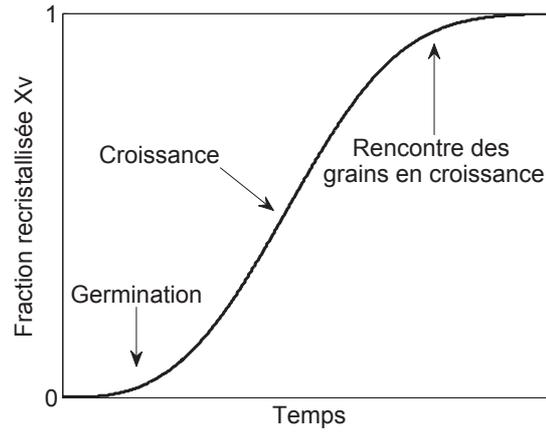


FIGURE 2.11 – Courbe typique d'une cinétique de recristallisation selon la loi d'Avrami.

D'après Humphreys et Hatherly [2004], il est pratique et courant d'exprimer Xv en fonction du temps $t_{0.5}$ pour lequel la recristallisation est accomplie à 50 %. Dans ce cas, l'équation reprise par Jonas et al. [2009] devient :

$$Xv = 1 - \exp\left(-\ln(2) \cdot \left(\frac{t}{t_{0.5}}\right)^{n_{AV}}\right) \quad (2.11)$$

avec

$$t_{0.5} = D \cdot Z^{-q} \cdot \exp\left(\frac{Q_{DRX}}{R \cdot T}\right) \quad (2.12)$$

D est ici une constante qui dépend fortement de la taille de grain initiale avant déformation, q est un paramètre propre au matériau et Q_{DRX} représente une énergie d'activation apparente de recristallisation dynamique.

À nouveau, afin de garantir une application de la loi rhéologique sous conditions constantes ou variables de température et de vitesse de déformation, une forme différentielle de Xv est proposée :

$$\frac{dXv}{dt} = \frac{\ln(2)}{t_{0.5}^{n_{AV}}} \cdot n_{AV} \cdot (1 - Xv) \cdot \left[\frac{t_{0.5}^{n_{AV}} \cdot \ln\left(\frac{1}{1 - Xv}\right)}{\ln(2)} \right]^{1 - \frac{1}{n_{AV}}} \quad (2.13)$$

La contrainte d'écoulement σ tenant compte de la recristallisation dynamique en plus de l'écroutissage et de la restauration dynamique est finalement réécrite :

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = \theta_0 \cdot \frac{1 - \left[\frac{\sigma - \sigma_y + \Delta\sigma \cdot Xv}{\sigma_s - \sigma_y} \right]^2}{\left[\frac{\sigma - \sigma_y + \Delta\sigma \cdot Xv}{\sigma_s - \sigma_y} \right]} - \Delta\sigma \cdot \frac{\ln(2)}{\dot{\varepsilon} \cdot t_{0.5}^{n_{AV}}} \cdot n_{AV} \cdot (1 - Xv) \cdot \left[\frac{t_{0.5}^{n_{AV}} \cdot \ln\left(\frac{1}{1 - Xv}\right)}{\ln(2)} \right]^{1 - \frac{1}{n_{AV}}} \quad (2.14)$$

2.3.2 Définition du modèle adapté à l'alliage CuNiSi(I)

Le développement du modèle qui vient d'être présenté peut être divisé selon les six étapes brièvement décrites en figure 2.12. La première étape est un traitement des données expérimentales appelé dans le cadre de cette étude "procédure d'ajustement". Elle vise à minimiser l'erreur d'estimation de la contrainte d'écoulement du matériau déterminée expérimentalement. Les cinq étapes suivantes sont dédiées à l'identification des paramètres du modèle.

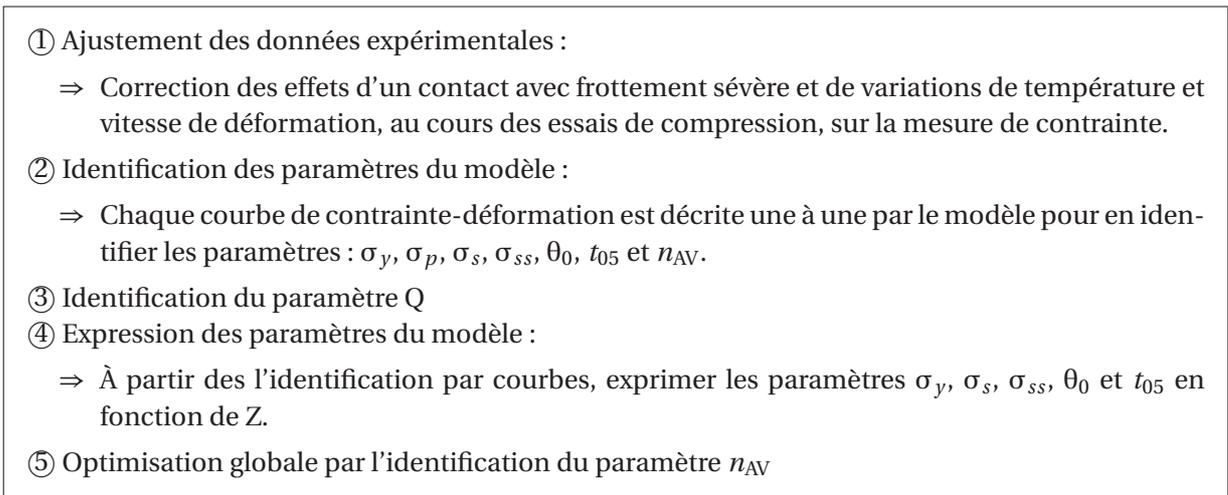


FIGURE 2.12 – Méthodologie de développement du modèle rhéologique de l'alliage CuNiSi(I) déformé à chaud.

Procédure d'ajustement des données expérimentales

Avant d'entreprendre l'identification des paramètres du modèle, les courbes de contrainte-déformation ont été corrigées. La prise en compte de l'effet des conditions de contact éprouvette/tas dans la détermination de la contrainte expérimentale est traitée en premier lieu. Une correction des effets des variations de température et de vitesse de déformation au cours de l'essai de compression est ensuite effectuée. Ainsi, après traitement, ces courbes caractérisent le comportement du matériau déformé sous conditions constantes de température et de vitesse de déformation.

Correction de l'effet du frottement Dans le cadre de l'étude de la recristallisation dynamique d'un alliage AISI 304, Rasti et al. [2011] ont effectué des essais de compression à chaud sur des cylindres de hauteur 15 mm et de diamètre 10 mm. Le constat est similaire à celui de la présente étude : la contrainte d'écoulement augmente après la phase d'adoucissement due à la DRX. Cette évolution est attribuée au folding¹ induit par la présence d'un frottement sévère à l'interface éprouvette-tas de compression. Selon les conditions de contact avec frottement, le folding apparaît plus ou moins tôt au cours de l'essai.

Le folding engendre l'apparition d'une non-linéarité supplémentaire due à un changement assez brusque des conditions de contact. Ce phénomène assez peu étudié dans la littérature influe sur l'hétérogénéité du champ des déformations plastiques. Il engendre une hausse de la force de frottement et une surestimation de la contrainte d'écoulement.

D'après les observations au profilomètre présentées en section 2.2.2, le coefficient de frottement semble varier localement au cours des essais, mais reste globalement très élevé. La présence de folding est fortement présumée.

Les méthodes de corrections basées sur l'identification d'un coefficient de frottement constant sont exclues ([Guérin et al., 1995], [Ebrahimi et Najafizadeh, 2004]). La correction décrite par Li et al. [2009] considère une évolution du frottement, mais demande la mesure des dimensions finales des éprouvettes. Or ces mesures n'ont pas été anticipées lors de la préparation des essais. Enfin, les méthodes itératives comme celle proposée par Parteder et Bünten [1998], bien qu'adaptées au frottement sévère, sont fastidieuses à appliquer, en particulier pour des essais menés à différentes températures et vitesses de déformation.

1. Folding : terme désignant le plaquage de la face latérale sur les tas durant un essai de compression simple avec frottement.

Dans la mesure où l'impact du frottement avant folding a été réduit par le choix des dimensions de l'éprouvette, les données obtenues avant folding ne nécessitent pas de traitement des effets du frottement. Les méthodes de corrections existantes n'étant pas simplement applicables au cas présent, seules les données obtenues avant folding, suffisantes pour notre étude, sont exploitées. La figure 2.13 est un exemple de traitement des courbes. Les déformations au-delà desquelles les résultats ne sont pas pris en compte (croix rouges) correspondent aux points d'inflexion des courbes contrainte-déformation après avoir atteint un seuil de contrainte.

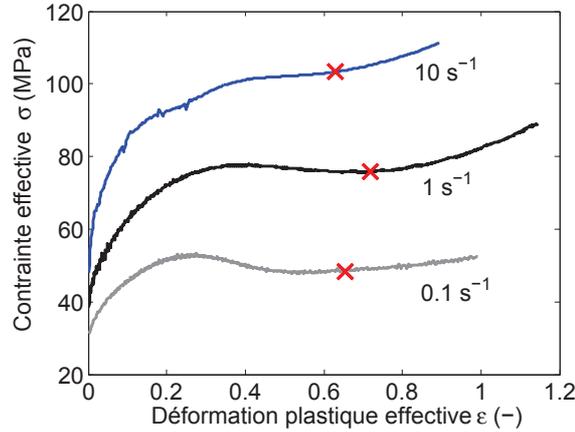


FIGURE 2.13 – Exemple de correction de l'effet du frottement sur les courbes moyennées contrainte - déformation obtenues par essais de compression à 850 °C.

Correction des variations de température et de vitesse de déformation La procédure s'appuie sur une description préliminaire des courbes contrainte-déformation par le biais du modèle de Sah et al. [1974] sous sa forme intégrée. Les équations engagées dans cette procédure sont donc des variantes de celles proposées précédemment, en commençant par la contrainte d'écoulement qui est décrite par le système d'équations suivant :

$$\sigma = \begin{cases} \sigma_\varepsilon & \text{sans DRX} \\ \sigma_\varepsilon - \Delta\sigma & \text{avec DRX} \end{cases} \quad (2.15)$$

avec

$$\sigma_\varepsilon = \sigma_y + (\sigma_s - \sigma_y) \left[1 - \exp\left(-\frac{\varepsilon}{\varepsilon_r}\right) \right]^{1/2} \quad (2.16)$$

où ε_r est la déformation à relaxation qui d'après Puchi-Cabrera et al. [2014b] dépend du taux d'écrouissage de référence θ_0 par la relation :

$$\varepsilon_r = \frac{(\sigma_s - \sigma_y)}{2 \cdot \theta_0} \quad (2.17)$$

Pour cette procédure, le critère d'activation du mécanisme de DRX est basé sur la déformation, et est noté ε_c . En développant l'expression 2.16 pour $\varepsilon = \varepsilon_c$, une relation entre ε_c et ε_r est établie :

$$\varepsilon_c = -\varepsilon_r \cdot \ln \left[1 - \left(\frac{\sigma_{ss} - \sigma_y}{\sigma_s - \sigma_y} \right)^2 \right] \quad (2.18)$$

La fraction volumique recristallisée X_v est déduite de l'équation 2.10 avec t défini par l'équation suivante, où $\dot{\varepsilon}$ est la vitesse de déformation effective.

$$t = \frac{\varepsilon - \varepsilon_c}{\dot{\varepsilon}} \quad (2.19)$$

Chacune des courbes expérimentales contrainte-déformation est décrite selon ce modèle. Si le matériau est soumis à restauration dynamique, les trois paramètres σ_y , σ_s et θ_0 sont déterminés par régression non linéaire en considérant qu'ils sont tous positifs et que $\sigma_y < \sigma_s$. En présence de recristallisation dynamique, la description de la courbe requiert l'identification simultanée des six paramètres σ_y , σ_s , θ_0 , σ_{ss} , k_{AV} et n_{AV} , toujours par régression non linéaire. Les conditions d'identification imposées dans ce cas sont : des valeurs positives et $\sigma_y < \sigma_{ss} < \sigma_s$ et $2 \leq n_{AV} \leq 4$.

Dans la suite de cette procédure d'ajustement, seul le paramètre σ_s est analysé. Pour chaque courbe expérimentale, une température moyenne \bar{T} et une vitesse de déformation moyenne $\bar{\dot{\epsilon}}$ sont calculées, et une valeur de σ_s est déterminée. Une corrélation est ainsi faite sous la forme $\sigma_s = f(\dot{\epsilon}, T)$ par le biais du modèle de Sellars et McTegart [1966] et du nombre de Zener-Hollomon Z (équation 2.5). Les quatre paramètres δ_s , B_s et m_s et Q sont déterminés à nouveau par régression non linéaire avec pour seule condition : $4 \leq m_s \leq 5$. La figure 2.14 illustre la corrélation obtenue avec les paramètres indiqués en équation 2.20.

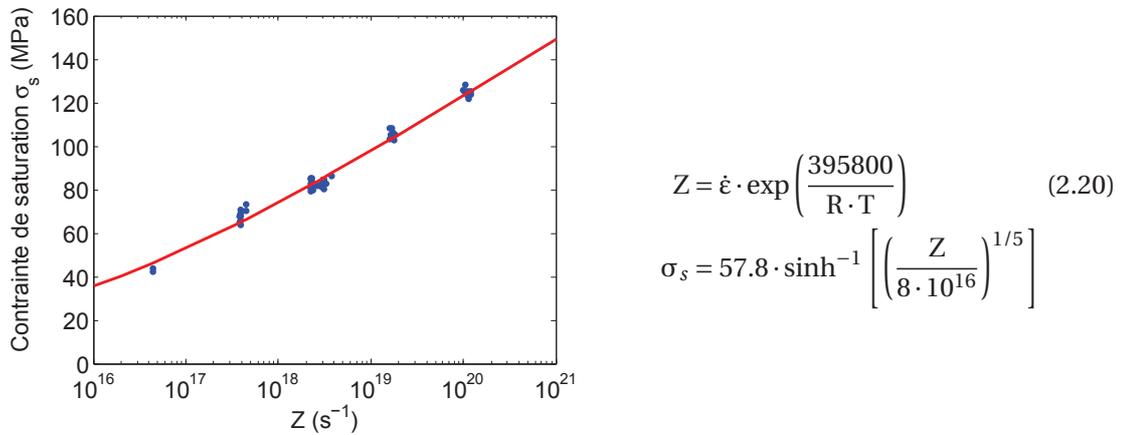


FIGURE 2.14 – Évolution de la contrainte à saturation en fonction du nombre de Zener-Hollomon, corrélée selon l'équation 2.20.

À partir des équations 2.16 et 2.20, les variations de vitesse de déformation peuvent être ensuite estimées avec les équations suivantes :

$$\begin{aligned} \frac{d\sigma}{d\dot{\epsilon}} &= \frac{d\sigma}{d\sigma_s} \cdot \frac{d\sigma_s}{d\dot{\epsilon}} \\ &= \frac{d\sigma_s}{d\dot{\epsilon}} \cdot \left[1 - \exp\left(-\frac{\epsilon}{\epsilon_r}\right) \right]^{1/2} \end{aligned} \quad (2.21)$$

$$\sigma_{\text{corrigée}} = \sigma_{\text{non corrigée}} + \frac{d\sigma_s}{d\dot{\epsilon}} \cdot (\dot{\bar{\epsilon}} - \dot{\epsilon}) \quad (2.22)$$

De la même manière, les variations de température sont estimées par les équations suivantes :

$$\begin{aligned} \frac{d\sigma}{dT} &= \frac{d\sigma}{d\sigma_s} \cdot \frac{d\sigma_s}{dT} \\ &= \frac{d\sigma_s}{dT} \cdot \left[1 - \exp\left(-\frac{\epsilon}{\epsilon_r}\right) \right]^{1/2} \end{aligned} \quad (2.23)$$

$$\sigma_{\text{corrigée}} = \sigma_{\text{non corrigée}} - \frac{d\sigma_s}{dT} \cdot (\bar{T} - T) \quad (2.24)$$

Les corrections sont effectuées de manière séquentielle, en commençant par la vitesse de déformation puis la température. Le signe positif en équation 2.22 traduit le fait qu'une augmentation de vitesse de déformation implique une augmentation de la contrainte d'écoulement. À l'inverse, le signe négatif en équation 2.24 est une conséquence du fait qu'une augmentation de

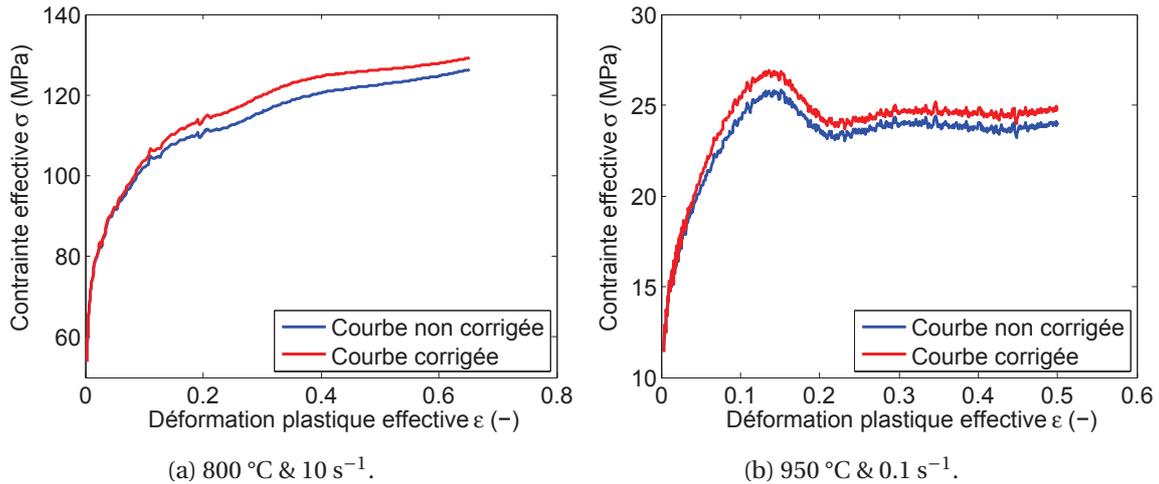


FIGURE 2.15 – Exemples de contraintes d'écoulement traitées selon la procédure d'ajustement.

température diminue la contrainte d'écoulement. Les figures 2.15a et 2.15b illustrent deux allures typiques de contraintes d'écoulement corrigées, avec et sans recristallisation dynamique.

Il est important de préciser que tous les paramètres obtenus au cours de cette procédure ne seront plus utilisés après ajustement puisqu'ils ont été identifiés à partir des courbes non corrigées.

Identification des paramètres du modèle de comportement

Les résultats expérimentaux présentés en partie 2.2.2 concluent à une activation du mécanisme de DRX lorsque l'alliage CuNiSi(I) est déformé à une température supérieure à 850 °C et à une vitesse de déformation inférieure à 1 s⁻¹. Aux températures inférieures à 850 °C et aux vitesses de déformation de l'ordre de 1 s⁻¹, le matériau s'adoucit par le seul mécanisme DRV. Par conséquent, dans le but de fournir une description fiable de la contrainte d'écoulement en fonction des conditions de déformation, la dépendance des paramètres de contraintes (σ_y , σ_s , σ_{ss} et σ_p) au nombre de Zener-Hollomon Z doit être précisément déterminée, ainsi que la valeur critique Z_c pour laquelle la transition entre les deux mécanismes se produit.

Chaque courbe expérimentale est analysée séparément après ajustement (2^{ème} étape de développement du modèle). Les paramètres du modèle (σ_y , σ_p , σ_s , σ_{ss} , θ_0 , $t_{0.5}$ et n_{AV}) sont identifiés pour chacune des courbes de façon à obtenir la meilleure corrélation possible entre le modèle et la courbe expérimentale. Les conditions d'identification sont identiques à celles précisées dans la procédure d'ajustement. À titre d'exemple, la figure 2.16 illustre le cas de deux courbes expérimentales ajustées² et décrites individuellement par le modèle. Il apparaît clairement sur ce graphique que les équations utilisées permettent de corréliser l'allure des courbes expérimentales de façon très satisfaisante, et donc d'identifier précisément les différents paramètres employés.

Telle que suggéré par Luton et Sellars [1969], l'énergie d'activation apparente Q pour la déformation à chaud est identifiée à partir de la dépendance de σ_p à Z . La confrontation de l'équation non linéaire 2.7 aux valeurs expérimentales de σ_p est faite en imposant une valeur de m_p entre 3 et 5. La corrélation entre les valeurs expérimentales et la courbe obtenue par le modèle de Sellars et McTegart [1966] est montrée en figure 2.17 et la valeur de Q ainsi estimée est de 405.1 kJ·mol⁻¹. Ce résultat est cohérent avec les valeurs reportées en tableau 1.2, et est relativement proche du résultat obtenu par Zhang et al. [2013] pour un alliage Cu-2.0Ni-0.5Si-0.03P.

Une fois la valeur de Q identifiée, les trois autres paramètres de contraintes σ_y , σ_s et σ_{ss} peuvent être décrits à leur tour en confrontant respectivement les équations 2.4, 2.5 et 2.8 aux

2. Dans la suite du chapitre, sauf indication du contraire, les courbes dites "expérimentales" sont ajustées.

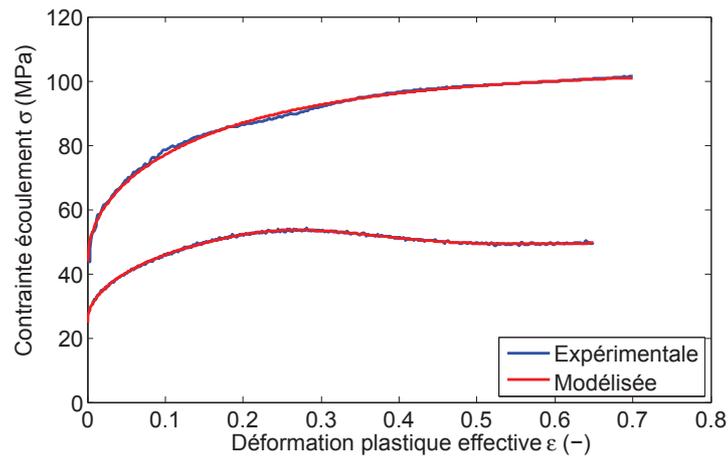


FIGURE 2.16 – Exemple de courbes contrainte-déformation expérimentales ajustées et décrites individuellement par le modèle rhéologique.

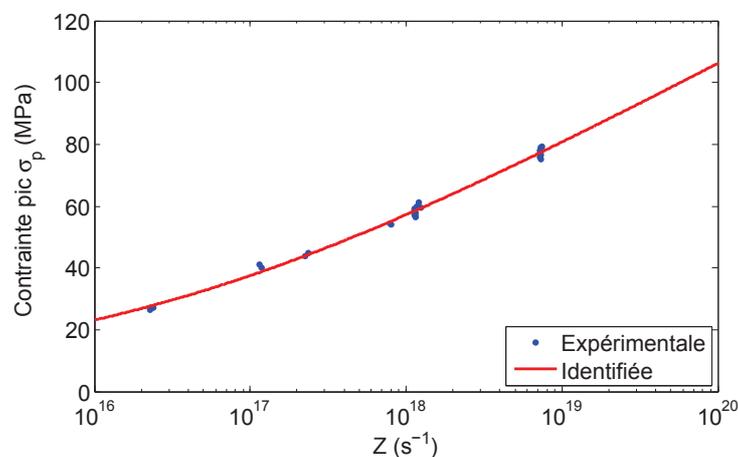


FIGURE 2.17 – Évolution de la contrainte pic σ_p en fonction du nombre de Zener-Hollomon Z .

valeurs expérimentales.

Dans un premier temps, tous les essais menés de 600 °C à 950 °C sont considérés pour l'analyse de la limite élastique σ_y . On remarque alors que les contraintes σ_y relevées pour les essais de 600 °C à 750 °C sont nettement supérieures à celles de la gamme de températures 800 °C à 950 °C. Comme le montre la figure 2.18, il n'est pas possible de décrire l'évolution de σ_y en fonction de Z selon l'équation 2.4 par un seul jeu de paramètres. De toute évidence, un important changement microstructural se produit aux alentours de 800 °C provoquant un changement sensible de comportement. L'identification du modèle rhéologique de l'alliage NS5 est poursuivie sur la gamme de température 800 °C à 950 °C.

La figure 2.19 compare la description que permet le modèle aux valeurs expérimentales. Une corrélation satisfaisante est obtenue pour les trois contraintes σ_y , σ_s et σ_{ss} . Telle que le prévoient les courbes expérimentales, une augmentation de Z engendre une augmentation des paramètres de contraintes suivant une tendance non linéaire. Les plus importants écarts entre le modèle et les données expérimentales proviennent de la contrainte σ_y , en raison de l'incertitude de détermination plus élevée qui lui est associée. Compte tenu de ce qui précède, il peut être conclu que le modèle de Sellars et McTegart [1966] constitue un moyen de prédiction adapté et fiable pour le calcul de ces trois contraintes.

Grâce aux faibles variations de températures et vitesses de déformation moyennes entre essais, la limite de transition entre DRV et DRX est identifiable avec les essais à 850 °C et 1 s^{-1} . Ainsi, la simple observation des courbes de contrainte-déformation et la lecture de la figure 2.19 ont

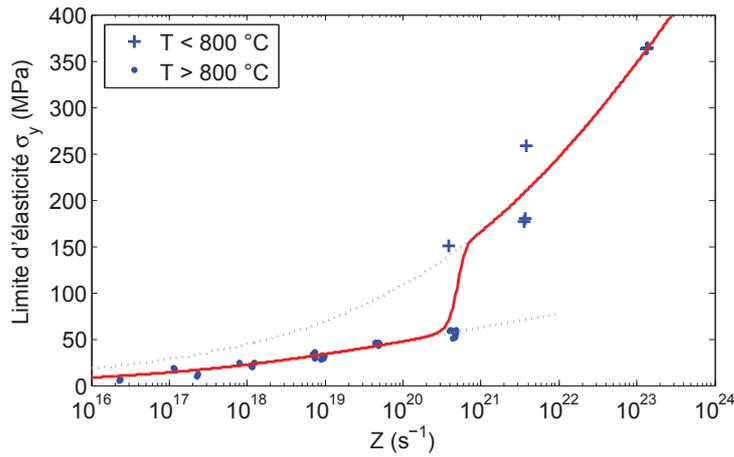


FIGURE 2.18 – Évolution de la limite d'élasticité σ_y en fonction du nombre de Zener-Hollomon Z pour tous les essais menés sur la plage de température 600 °C à 950 °C.

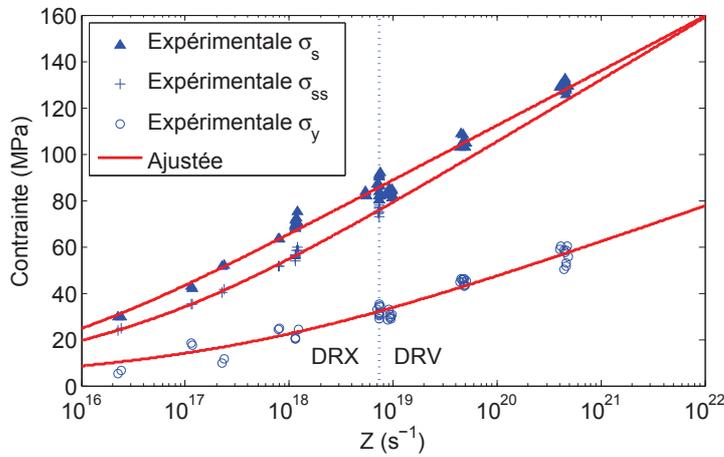


FIGURE 2.19 – Évolutions des contraintes σ_y , σ_s , σ_{ss} en fonction du nombre de Zener-Hollomon Z restreintes aux essais menés entre 800 °C et 950 °C.

permis l'identification de la valeur critique du nombre de Zener-Hollomon Z_c . Pour Z inférieur à approximativement $7.28 \cdot 10^{18}$, l'alliage subit de la DRX en tant que principal mécanisme de restauration. À l'inverse, pour Z supérieur à cette valeur le matériau se restaure dynamiquement par DRV.

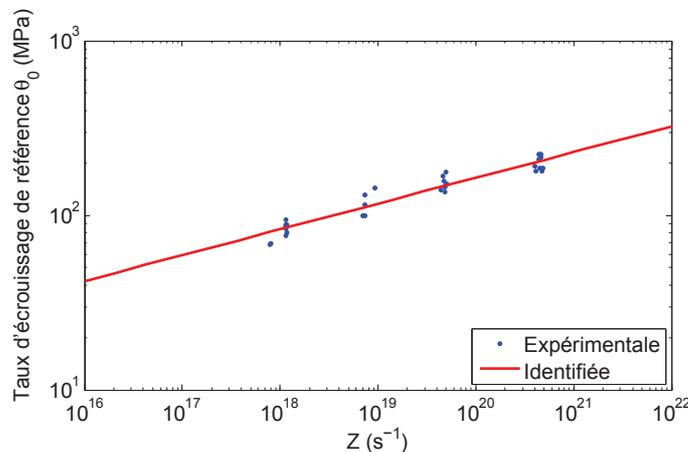


FIGURE 2.20 – Évolution du taux d'écroutissage de référence θ_0 en fonction du nombre de Zener-Hollomon.

Le taux d'écroissage de référence θ_0 dans les équations 2.3 et 2.14 ne peut pas être considéré comme le taux d'écroissage initial puisque $\frac{d\sigma_\varepsilon}{d\varepsilon}$ ne peut pas être défini pour $\sigma_\varepsilon = \sigma_y$. Une dépendance de θ_0 aux conditions expérimentales de température et de vitesse de déformation est donc souhaitable, et c'est ce que révèle la figure 2.20. Le paramètre θ_0 peut ainsi être exprimé sous la forme d'une simple loi puissance fonction de Z, définie par régression linéaire :

$$\theta_0(T, \dot{\varepsilon}) = P_1 \cdot Z^{P_2} \quad (2.25)$$

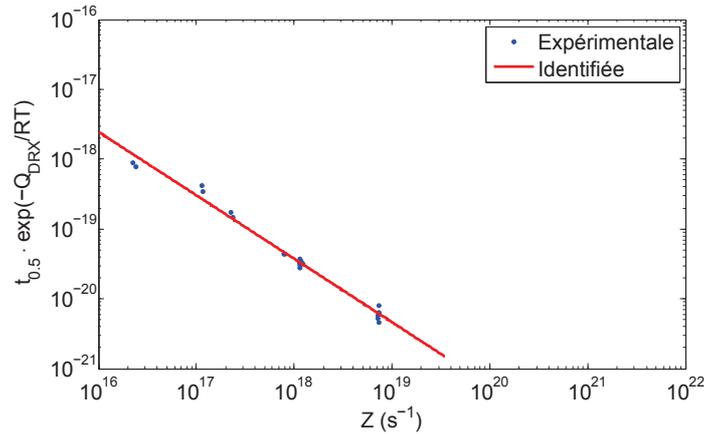


FIGURE 2.21 – Évolution du temps $t_{0.5}$ pour lequel 50 % de l'alliage est recristallisé en fonction du nombre de Zener-Hollomon Z.

Grandeur	Paramètre	Valeur	Unité
Z	Q	405100	$\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$
	R	8.3145	$\text{J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$
Z_c	-	$7.28 \cdot 10^{18}$	s^{-1}
σ_y	δ_y	29.9	MPa
	B_y	$2.39 \cdot 10^{18}$	s^{-1}
	m_y	4.4	-
σ_s	δ_s	30.8	MPa
	B_s	$1.40 \cdot 10^{16}$	s^{-1}
	m_s	3.0	-
σ_{ss}	δ_{ss}	43.0	MPa
	B_{ss}	$1.60 \cdot 10^{17}$	s^{-1}
	m_{ss}	3.68	-
θ_0	P_1	0.183	MPa · s
	P_2	0.15	-
$t_{0.5}$	D	$8.51 \cdot 10^{-4}$	-
	q	0.91	-
	Q_{DRX}	420700	$\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$
Xv	n_{AV}	2.0	-

TABLEAU 2.2 – Paramètres du modèle rhéologique identifiés pour l'alliage NS5 déformé sur la gamme de température 800 - 950 °C et la gamme de vitesse de déformation 0.1 - 10 s^{-1} .

La dépendance de $t_{0,5}$ au paramètre Z est définie par l'équation 2.12. La figure 2.21 montre une corrélation satisfaisante avec les valeurs expérimentales de $t_{0,5}$. La valeur Q_{DRX} identifiée de $420700 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ est quelque peu plus élevée que Q . La simple relation paramétrique proposée par Jonas et al. [2009] procure donc une description satisfaisante de $t_{0,5}$ qui peut être employée pour le calcul de la fraction volumique recristallisée X_V sous des conditions de déformation constantes ou variables.

La constante d'Avrami n_{AV} est quant à elle définie par une procédure d'optimisation qui utilise l'ensemble des données expérimentales. La minimisation de l'écart entre la contrainte d'écoulement expérimentale et celle prédite par le modèle est ainsi recherchée par une régression non linéaire et environ 30000 points de mesure sont comparés. La valeur retenue ici pour n_{AV} est de 2.0. L'intégralité des paramètres identifiés pour la modélisation du comportement rhéologique de l'alliage de CuNiSi(I) est regroupée dans le tableau 2.2.

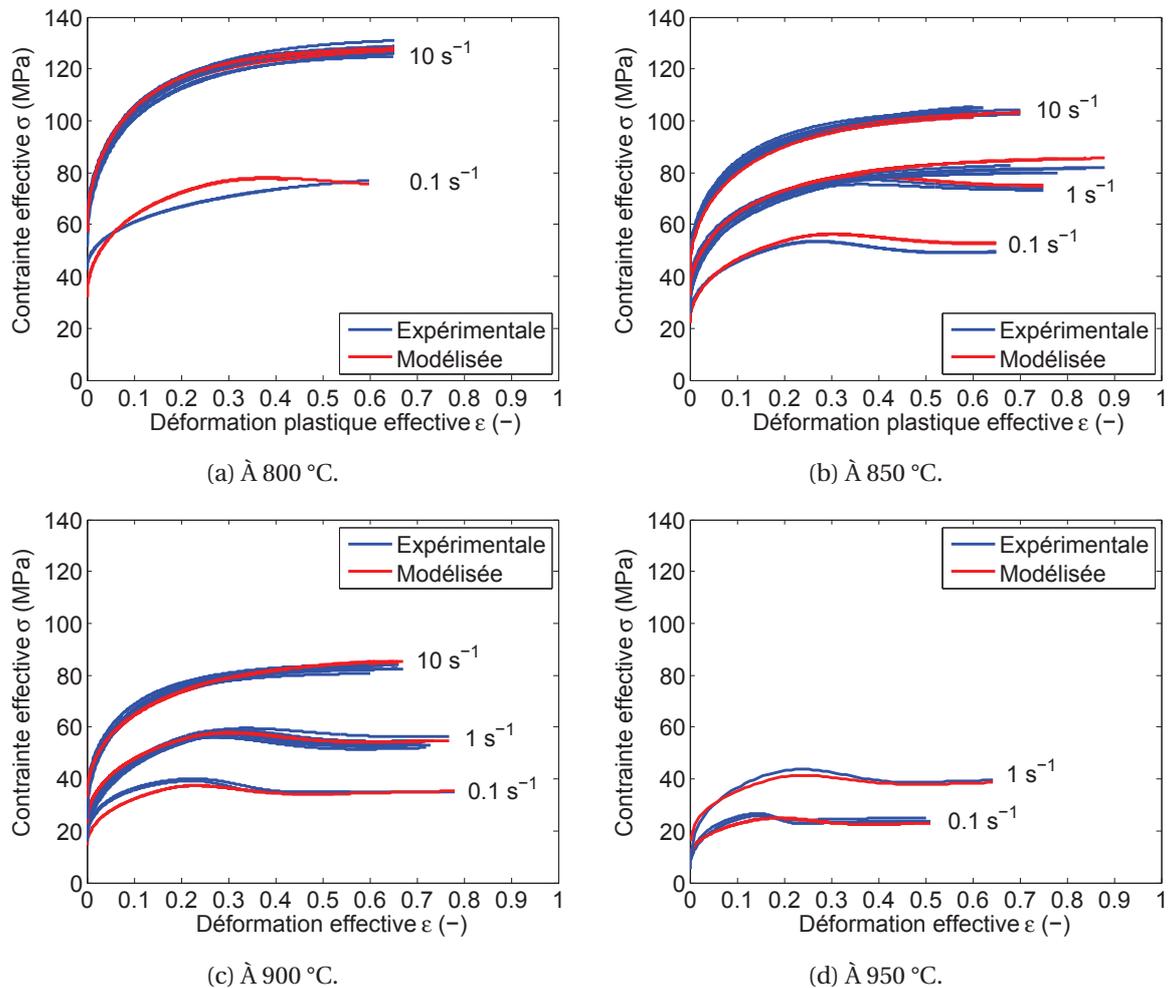


FIGURE 2.22 – Courbes contrainte-déformation expérimentales corrigées et prédites par le modèle rhéologique identifié, pour l'ensemble des conditions expérimentales exploitées.

La figure 2.22 représente les courbes de contrainte-déformation expérimentales corrigées et exploitées pour le développement du modèle. La prédiction du modèle pour l'ensemble des courbes est également tracée sur cette figure. On observe que la description obtenue par le modèle reproduit convenablement le comportement du matériau. La précision du modèle est par ailleurs estimée en figure 2.23. Sur le premier graphique 2.23a, le tracé des contraintes estimées par le modèle en fonction des contraintes expérimentales établit un coefficient de corrélation linéaire très élevé $r^2 = 0.997$. La majorité des points de mesure de contrainte d'écoulement est prédite avec un faible intervalle d'erreur de $\pm 7 \text{ MPa}$. Le second graphique 2.23b illustre l'évolution de l'erreur relative

de la contrainte d'écoulement modélisée par rapport à la contrainte expérimentale, en fonction de cette dernière. La majeure partie des points de mesure est reproduite avec une erreur relative inférieure à 10 %. Le modèle identifié est par conséquent capable de reproduire précisément le comportement de l'alliage CuNiSi(I) étudié lorsque celui-ci est sollicité à des températures comprises entre 800 °C et 950 °C et sur une plage de vitesses de déformation de 0.1 s^{-1} à 10 s^{-1} .

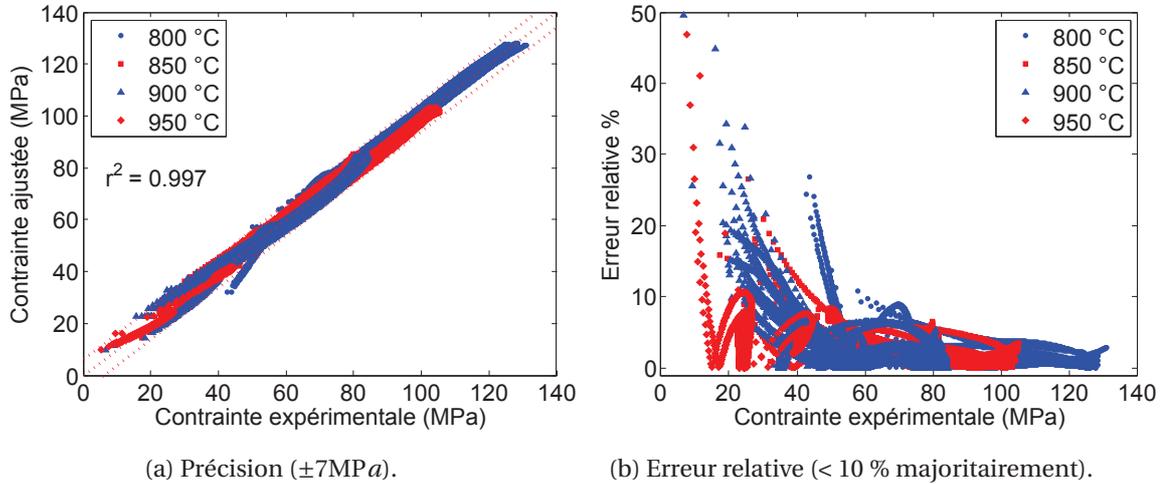


FIGURE 2.23 – Estimation de l'erreur de prédiction de la contrainte d'écoulement par le modèle identifié par rapport à la contrainte d'écoulement expérimentale.

2.3.3 Implémentation du modèle rhéologique

L'implémentation du modèle rhéologique précédemment défini a été réalisée au sein du logiciel éléments finis FORGE® NxT 1.0. Ce logiciel offre la possibilité de simuler en 2D ou en 3D une vaste gamme de procédés de mise en forme des métaux. Il se classe dans la catégorie des codes implicites, et dispose d'un solveur utilisant la méthode de Newton-Raphson. Cette méthode nécessite la connaissance de la contrainte d'écoulement σ et de ses dérivées partielles par rapport à la déformation, à la vitesse de déformation et à la température.

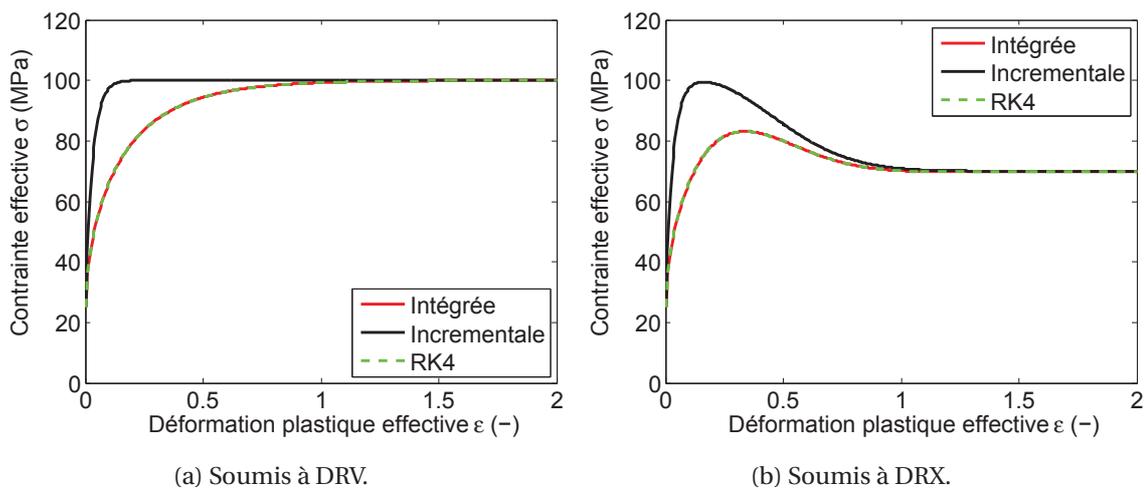


FIGURE 2.24 – Courbes de contrainte-déformation modélisées par l'équation de Sah et al. [1974] formulée de trois façon différentes.

Le modèle de Sah et al. [1974] peut être implémenté de trois manières différentes. La forme incrémentale est souvent choisie par les utilisateurs de code d'éléments finis. Cependant, comme

le montrent les courbes tracées à l'aide d'un logiciel mathématique en figure 2.24, pour un simple test à température et vitesse de déformation constantes, la forme incrémentale n'est pas capable de reproduire la solution correcte donnée par la forme intégrée. La seconde possibilité serait d'implémenter une méthode de résolution d'équations différentielles de type Runge-Kutta d'ordre 4 (RK4) avant l'algorithme de Newton-Raphson. L'utilisation d'une méthode RK4 permettrait de conserver l'écriture différentielle du modèle de Sah et al. [1974]. De plus, la figure 2.24 indique que cette implémentation reproduirait fidèlement le comportement du matériau. Cependant, l'ajout de la méthode RK4 augmenterait considérablement les temps de calcul. Enfin, la dernière solution est la formulation intégrée. Malgré ses limites présentées ci-après, cette solution est retenue, car elle reste la moins couteuse en temps de calcul.

L'algorithme permettant de représenter le modèle rhéologique complet est décrit en figure 2.25. Les variables d'entrée sont la température T, la déformation ϵ , la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ et les dix-huit paramètres du modèle. Le solveur thermique étant découplé dans FORGE® NxT 1.0, la dérivée partielle par rapport à la température n'est pas explicitée dans la routine utilisateur.

$$\begin{aligned}
 & \text{Variables d'entrée : } \left\{ \begin{array}{l} T, \epsilon, \dot{\epsilon} \\ Q, R, P_1, P_2, \delta_y, B_y, m_y, \delta_s, B_s, m_s \\ \delta_{ss}, B_{ss}, m_{ss}, D, q, Q_{DRX}, n_{AV}, Z_c \end{array} \right. \\
 & \text{Variables de sortie : } \sigma, \left[\frac{\partial \sigma}{\partial \epsilon} \right]_{(T, \dot{\epsilon})}, \left[\frac{\partial \sigma}{\partial \dot{\epsilon}} \right]_{(T, \epsilon)} \\
 & Z(T, \dot{\epsilon}) = \dot{\epsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{R \cdot T}\right) \\
 & \theta_0(T, \dot{\epsilon}) = P_1 \cdot Z^{P_2} \\
 & \sigma_y(T, \dot{\epsilon}) = \delta_y \cdot \sinh^{-1} \left[\left(\frac{Z}{B_y} \right)^{1/m_y} \right] \\
 & \sigma_s(T, \dot{\epsilon}) = \delta_s \cdot \sinh^{-1} \left[\left(\frac{Z}{B_s} \right)^{1/m_s} \right] \\
 & \sigma_{ss}(T, \dot{\epsilon}) = \delta_{ss} \cdot \sinh^{-1} \left[\left(\frac{Z}{B_{ss}} \right)^{1/m_{ss}} \right] \\
 & \epsilon_r(T, \dot{\epsilon}) = \frac{(\sigma_s - \sigma_y)}{2 \cdot \theta_0} \\
 & \sigma_\epsilon(T, \dot{\epsilon}, \epsilon) = \sigma_y + (\sigma_s - \sigma_y) \left[1 - \exp\left(-\frac{\epsilon}{\epsilon_r}\right) \right]^{1/2} \\
 & \text{Si } \sigma_\epsilon \leq \sigma_{ss} \text{ ou } Z \geq Z_c \\
 & \quad \sigma(T, \dot{\epsilon}, \epsilon) = \sigma_\epsilon \\
 & \text{Sinon} \\
 & \quad \epsilon_c(T, \dot{\epsilon}) = -\epsilon_r \cdot \ln \left[1 - \left(\frac{\sigma_{ss} - \sigma_y}{\sigma_s - \sigma_y} \right)^2 \right] \\
 & \quad t_{0.5}(T, \dot{\epsilon}) = D \cdot Z^{-q} \cdot \exp\left(\frac{Q_{DRX}}{R \cdot T}\right) \\
 & \quad t(T, \dot{\epsilon}, \epsilon) = \frac{(\epsilon - \epsilon_c)}{\dot{\epsilon}} \\
 & \quad Xv(T, \dot{\epsilon}, \epsilon) = 1 - \exp\left(-\ln(2) \cdot \left(\frac{t}{t_{0.5}}\right)^{n_{AV}}\right) \\
 & \quad \Delta\sigma(T, \dot{\epsilon}, \epsilon) = (\sigma_s - \sigma_{ss}) \cdot Xv \\
 & \quad \sigma(T, \dot{\epsilon}, \epsilon) = \sigma_\epsilon - \Delta\sigma
 \end{aligned}$$

FIGURE 2.25 – Algorithme de la routine utilisateur définissant le modèle rhéologique adapté à l'alliage Cu-NiSi(I).

La réponse de l'algorithme avec formulation intégrée de la contrainte d'écoulement est comparée à la réponse qu'obtiendrait ce même algorithme avec la formulation différentielle détaillée en section 2.3.1. Deux cas tests sont effectués. Le premier cas en figure 2.26 considère des sauts de température et de vitesse de déformation. Les courbes de contraintes d'écoulement estimées par les deux algorithmes se différencient dès les sauts de consignes. La version intégrée reproduit un saut de contrainte, alors que la version différentielle répond par une phase de transition. Néanmoins, les deux versions convergent vers la même réponse. Le second cas testé s'intéresse à une augmentation linéaire de vitesse de déformation associée à une baisse linéaire de température telle que reportée en figure 2.27b. Dès les faibles déformations ($\epsilon > 0.02$), la version intégrée tend à surestimer la contrainte effective. À une déformation de 2.0, on observe un écart de près de 10 MPa entre les deux versions.

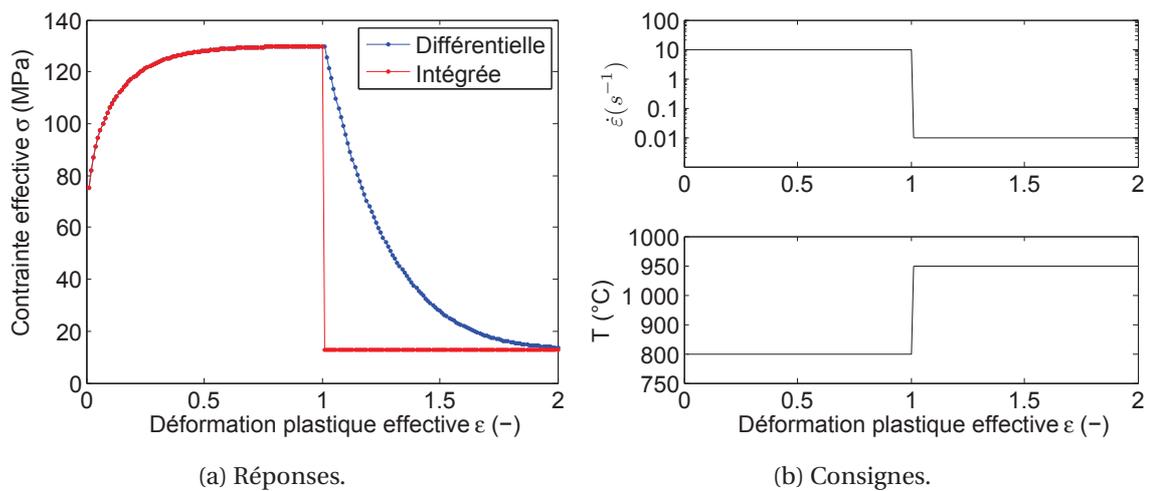


FIGURE 2.26 – Comparaison des réponses des modèles rhéologiques avec formulation intégrée et différentielle pour des variations brusques de température et de vitesse de déformation.

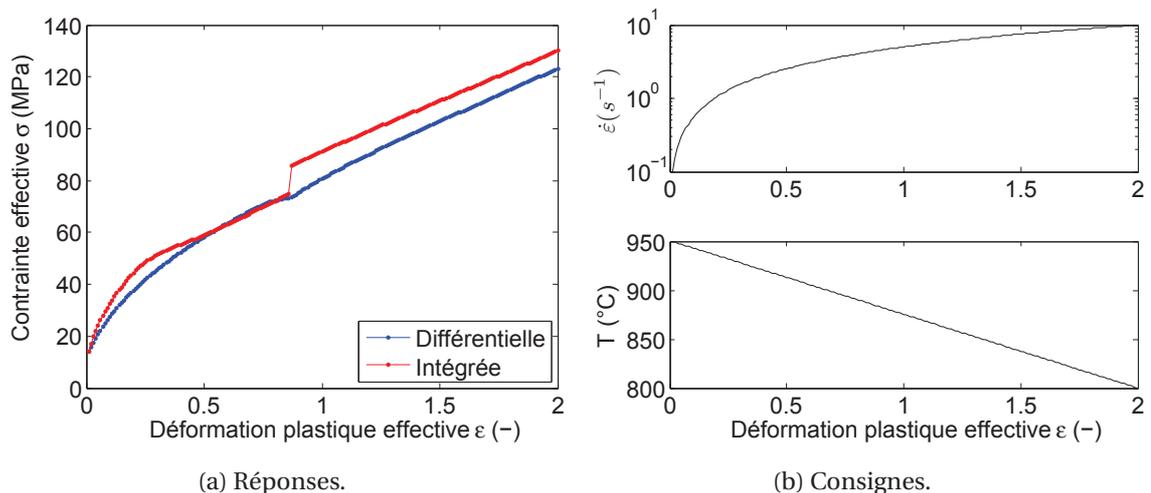


FIGURE 2.27 – Comparaison des réponses des modèles rhéologiques avec formulation intégrée et différentielle pour des variations linéaires de température et de vitesse de déformation.

La formulation différentielle tient compte de l'itération précédente et de l'incrément de déformation. La formulation intégrée ne dépend que de la déformation totale actualisée. Les deux formulations tendent toujours vers la même réponse comme en témoigne la figure 2.26a. La première décrit cependant une évolution continue vers cette réponse, alors que pour la seconde cette même réponse est directement atteinte à l'incrément pour lequel la variation de consigne se pro-

duit. C'est pourquoi en cas de variations continues de température et/ou de vitesse de déformation, la formulation intégrée peut surestimer ou sous-estimer la réponse par rapport à la formulation différentielle.

Pour palier à ce problème d'implémentation, Puchi-Cabrera et al. [2016] propose de modéliser la contrainte d'écoulement avec écrouissage et DRV selon le modèle proposé par Estrin et Mecking [1984], à la place du modèle de Sah et al. [1974]. Selon les auteurs, la forme incrémentale du modèle ainsi identifié permet de mieux représenter le comportement du matériau sous conditions variables de température et vitesse de déformation. Compte tenu du temps que demanderait la modification du modèle rhéologique, cette dernière solution n'a pu être prise en compte dans le cadre de ces travaux. Par conséquent, tel qu'il est implémenté le modèle identifié n'est adapté que pour de faibles variations de température et de vitesse de déformation entre deux incréments de déformation.

2.4 Discussion

2.4.1 Changement de comportement pour $T < 800$ °C

La première particularité intéressante dans cette étude rhéologique est le changement significatif des propriétés mécaniques de l'alliage sollicité à des températures inférieures à 800 °C. Ce résultat a été révélé par le paramètre σ_y , pour lequel la dépendance au paramètre Z définie par l'équation 2.4 ne peut pas être décrite par une seule et même fonction, mais par une première fonction valable pour les températures supérieures à 800 °C et par une seconde fonction pour les températures inférieures à 800 °C. Ces deux régimes distincts peuvent être reliés par une fonction échelon de Heaviside comme explicitée en figure 2.18.

Pour comprendre ce changement de comportement, les courbes expérimentales des essais réalisés à une température inférieure à 800 °C, montrées en figures 2.4a et 2.4b, sont analysées³. À 600 °C, le matériau présente un adoucissement prononcé qui démarre quasiment dès la déformation plastique. Pour les échantillons déformés à 700 °C, un adoucissement est également observé à partir d'une faible déformation effective ($\epsilon = 0.11$), puis il est suivi d'un palier de contrainte. À 750 °C, que ce soit à 1 s^{-1} ou à 10 s^{-1} , aucun adoucissement n'est observé et le faible taux d'écrouissage mène à un palier de contrainte. Des comportements similaires dans les alliages Cu-Ni-Si ont précédemment été rapportés par Blaz et al. [1994], Zhang et al. [2006], Zhang et al. [2011] et Lei et al. [2013]. Dans le cas de Zhang et al. [2011], ainsi que de Lei et al. [2013], l'allure des courbes est attribuée à un fort écrouissage aux faibles températures puis à la prédominance des mécanismes de DRV ou DRX aux températures modérées. En revanche, d'après les travaux de Blaz et al. [1994] et Zhang et al. [2006] introduits en partie 1.2.3, ce type de comportement peut être attribué au mécanisme de précipitation dynamique couplé ou non à la DRX. Cependant, aucune de ces références ne mentionne de brusque changement de comportement lié à la température de déformation. Au contraire, certains travaux proposent même d'exprimer la contrainte pic en fonction de Z par une unique relation de Sellars et McTegart [1966] pour toute la plage de température étudiée.

La formation d'un pic de contrainte suivie d'un palier de contrainte, observée sur les courbes expérimentales à 700 °C et 750 °C, s'apparente bien au mécanisme de DRX. La plage du nombre de Zener-Hollomon Z qui correspond aux essais effectués aux températures inférieures à 800 °C s'étend de $4.96 \cdot 10^{21} \text{ s}^{-1}$ à $1.78 \cdot 10^{24} \text{ s}^{-1}$. Le modèle rhéologique établi pour l'alliage prévoit l'éventualité d'une DRV sur cette plage de Z mais en aucun cas d'une DRX. Connaissant la composition de l'alliage, estimer une température frontière du domaine de solubilité à environ 800 °C paraît relativement cohérent avec les résultats de Miettinen [2005]. Ce qui signifie qu'une précipitation dynamique ne peut être exclue aux températures inférieures à 800 °C. La baisse de ductilité constatée en particulier sur les échantillons testés à 600 °C et à 700 °C pourrait de plus être en partie

3. La procédure d'ajustement des variations de température et de vitesse de déformation au cours de l'essai n'a pas été appliquée à ces courbes

expliquée par ce phénomène.

En cas de précipitation dynamique, les particules formées seraient observables uniquement au microscope électronique à transmission (MET). Des analyses complémentaires seraient donc nécessaires. Néanmoins au vu des résultats qui viennent d'être discutés, l'opération du mécanisme de précipitation dynamique au cours des essais de compression aux températures inférieures à 800 °C est présumée.

2.4.2 Variabilité du comportement

L'analyse des courbes expérimentales contrainte-déformation corrigées en considérant désormais la provenance des échantillons apporte de nouvelles informations à la compréhension du comportement de l'alliage. La figure 2.28a regroupe l'intégralité des courbes expérimentales obtenues pour les essais réalisés à 850 °C et 1 s⁻¹. On remarque alors que pour les mêmes conditions de déformation certaines courbes témoignent d'une DRX alors que d'autres pas. Après correction des résultats bruts, le nombre de Zener-Hollomon associé à cette série de courbes varie entre 7.18 · 10¹⁸ s⁻¹ et 7.35 · 10¹⁸ s⁻¹. La valeur critique Z_c de transition entre la DRV et la DRX a été définie à 7.28 · 10¹⁸ s⁻¹. Il est donc cohérent d'observer les deux mécanismes sur cette plage de Z. Cependant, quatre essais pourtant effectués à Z < Z_c présentent une DRV alors qu'une DRX est prédite. Ce même cas de figure se reproduit pour des essais menés à 850 °C et 0.1 s⁻¹, à Z environ égal à 7.9 · 10¹⁸ s⁻¹, comme le montre la figure 2.28b.

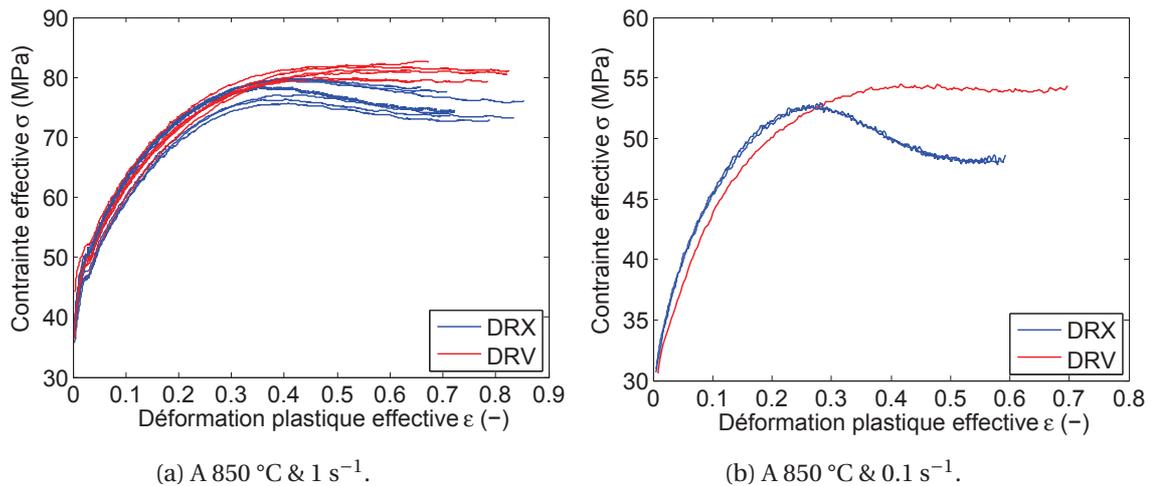


FIGURE 2.28 – Représentation de variabilité de comportement.

Ces comportements non prédits par le modèle identifié surviennent lorsque des échantillons F2 ou F3 sont testés, à savoir des échantillons de fin de coulée et de milieu ou fin de filage. Les variations existantes entre les différents échantillons sont la taille moyenne de grains et la composition chimique. L'influence de la taille initiale des grains sur la DRX est discutée en partie 1.2.2. Ce paramètre influence l'évolution de la contrainte d'écoulement avec DRX vers une allure oscillante ou un unique maximum, et d'après Humphreys et Hatherly [2004] il peut également avoir un effet sur la cinétique de DRX, mais n'a pas d'effet inhibiteur. En revanche, la composition de l'alliage par la présence d'impuretés ou de précipités peut empêcher ou accélérer la DRX.

La composition exacte des échantillons est fournie en annexe A. Afin d'accentuer les écarts de composition existants entre les neuf échantillons de matière, la différence relative de proportion massique $\Delta P_{(Elément,Echantillon)}$ est calculée par l'équation suivante :

$$\Delta P_{(Elément,Echantillon)} = \frac{P_{(Elément,Echantillon)} - \min \{P_{(Elément, Totalité\ échantillons)}\}}{\min \{P_{(Elément, Totalité\ échantillons)}\}} \quad (2.26)$$

où $P_{(Elément,Echantillon)}$ est la proportion massique dans un échantillon d'un élément donné. Les résultats pour l'ensemble des échantillons et des éléments sont représentés en figure 2.29. Plusieurs commentaires peuvent être formulés à propos de la composition des deux échantillons F2 et F3 par rapport aux autres échantillons :

- F2 & F3 sont les plus chargés en élément Zn, ainsi qu'en éléments Mn et Fe;
- F2 & F3 sont les moins chargés en élément Zr;
- F2 a la plus forte proportion de Co et d'impuretés;
- F3 a la plus forte proportion de Te.

Les différences relatives pour les éléments Mn, Fe, Zr et Te des échantillons F2 et F3 sont assez faibles et peu éloignées des valeurs des autres échantillons. En revanche, les différences relatives pour l'élément Zn de F2 et F3 se démarquent des autres échantillons et sont d'environ 1.3, ce qui signifie que la proportion de Zn dans les échantillons F2 et F3 est environ 2.3 fois supérieure à celle de M3 dont la différence relative est nulle.

D'après Lucci et al. [1978] l'élément Zn a effectivement une influence sur la température de recristallisation d'un cuivre. Cependant, bien que présent au minimum à 184.3 ppm, une différence relative de 1.3 (soit + 244 ppm) n'engendrerait qu'une hausse de température de recristallisation d'environ 6 °C pour un cuivre pur. Coutsouradis et al. [1974] décrit les éléments Pb, Bi, S et Te comme néfastes pour la recristallisation (partie 1.2.3). La différence relative de l'élément Te associée à l'échantillon F3 est faible $\Delta P_{(Zr,F3)} = 0.36$ mais pour une proportion minimum de 25.22 ppm dans un cuivre pur, la température de recristallisation serait augmentée de près de 18 °C. L'élément Co n'est pas répertorié parmi les éléments ayant un effet notable sur la recristallisation.

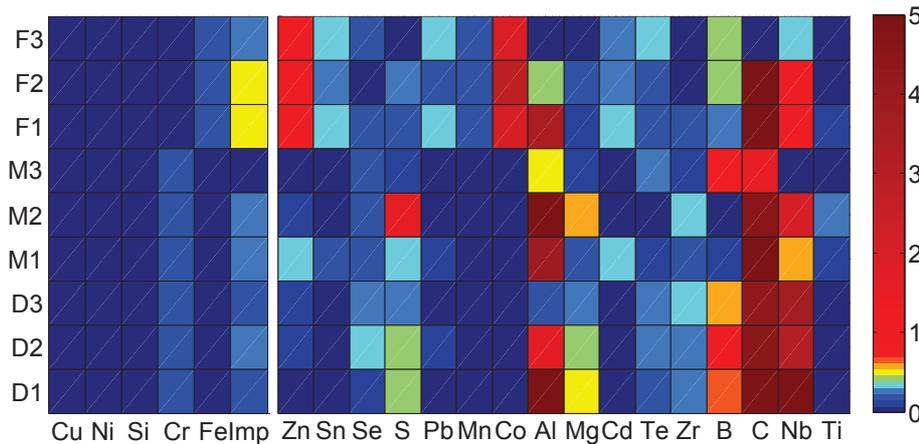


FIGURE 2.29 – Différence relative de proportion massique entre échantillons pour chaque élément.

Au vu des résultats qui précèdent, on peut supposer que le déclenchement de la DRX dans les échantillons F2 et F3 est retardé par leur composition. Il est cependant difficile de désigner un élément en particulier comme inhibiteur de DRX. Il semblerait que l'élément Zn en proportion plus importante dans les deux échantillons soit un premier facteur augmentant la température de DRX. Pour l'échantillon F3, l'élément Te serait un second facteur. De façon plus générale, la proportion plus importante d'impuretés dans F2 peut aussi augmenter sa température de DRX. Il est intéressant de constater que la composition de l'échantillon F1 est comparable à celle de F2 et F3. A 850 °C et 0.1 s^{-1} , il se pourrait donc que l'échantillon F1 subisse uniquement une DRV comme F2 et F3. Des essais complémentaires permettraient de le vérifier.

2.5 Conclusion

Dans ce chapitre, le comportement rhéologique de l'alliage CuNiSi(I) est étudié. Une campagne expérimentale d'essais de compression a été réalisée pour des températures comprises entre 600 °C et 950 °C et des vitesses de déformations comprises entre 0.1 s^{-1} et 10 s^{-1} . Les résultats expérimentaux ont confirmé le caractère thermoviscoplastique du matériau et ont mis en évidence l'activation des mécanismes de restauration et de recristallisation dynamiques dans la gamme de température 800 - 950 °C. La recristallisation observée est de type discontinu et mène à un affinement de la taille des grains par rapport à l'état microstructural en fin de coulée.

Un modèle rhéologique à base physique a été développé pour décrire le comportement de l'alliage CuNiSi(I) dans la gamme de température 800 - 950 °C et de vitesse de déformation $0.1 - 10 \text{ s}^{-1}$. Il permet de rendre compte des mécanismes d'écrouissage, de restauration et de recristallisation dynamiques. La contrainte d'écoulement est représentée par la loi proposée par Sah et al. [1974]. La dépendance à la température et à la vitesse de déformation des paramètres de contraintes σ est décrite par le modèle STG en fonction du nombre de Zener-Hollomon. La loi d'Avrami couplée à la relation proposée par Jonas et al. [2009] est utilisée pour exprimer la cinétique de recristallisation. La procédure d'identification des paramètres du modèle inclut une étape d'ajustement des valeurs expérimentales de contrainte d'écoulement pour prendre en compte les inévitables fluctuations de la température et de la vitesse de déformation, et des conditions de contact éprouvette/tas au cours de l'essai de compression.

Une formulation différentielle adaptée aux conditions évolutives de température et de vitesse de déformation est proposée pour ce modèle. Il n'a cependant pas été possible de l'implémenter sous cette forme dans le logiciel éléments finis FORGE® NxT 1.0 et la routine utilisateur développée emploie une formulation intégrée du modèle. Ce choix d'implémentation sera validé dans la section 4.2.3.

Une variabilité de comportement, qui se traduit par le retardement de la recristallisation dynamique dans certains échantillons de matière, a été rapportée. Des variations de compositions entre échantillons, et plus particulièrement de proportions d'impuretés, pourraient en être l'origine. La campagne expérimentale a également révélé une augmentation significative de la limite d'écoulement du matériau sollicité à des températures inférieures à 800 °C. Ce comportement pourrait s'expliquer par l'activation d'une précipitation dynamique au cours des essais de compression à ces températures. Des observations complémentaires au MEB permettraient de vérifier cette hypothèse.

2.6 Références

- Blaz, L., E. Evangelista et M. Niewczas. 1994, «Precipitation effects during hot deformation of a copper alloy», *Metallurgical and materials transactions*, vol. 25A, p. 257 – 266.
- Chalon, J., J. Guérin, L. Dubar, A. Dubois et E. Puchi-Cabrera. 2016, «Characterization of the hot-working behavior of a Cu-Ni-Si alloy», *Materials Science and Engineering : A*, vol. 667, doi :<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2016.04.061>, p. 77 – 86, ISSN 0921-5093.
- Coutsouradis, D., E. Diderrich, J. Smets, G. Crocq et L. Pauwels. 1974, «Effects of trace amounts of impurities on the recrystallization behavior of high purity, tough pitch copper», *Metallurgical reports C.R.M.*, n° 39.
- Ebrahimi, R. et A. Najafizadeh. 2004, «A new method for evaluation of friction in bulk metal forming», *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 152, n° 2, p. 136 – 143, ISSN 0924-0136.
- Estrin, Y. et H. Mecking. 1984, «A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one-parameter models», *Acta Metallurgica*, vol. 32, n° 1, p. 57 – 70, ISSN 0001-6160.
- Evans, R. W. et P. J. Scharning. 2001, «Axisymmetric compression test and hot working properties of alloys», *Materials Science and Technology*, vol. 17, p. 995–1004.
- Guérin, J., J. Oudin et J. Bricout. 1995, «Analytical and finite-element analysis of insitu solidified specimen upsetting», *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 49, n° 3 - 4, p. 399 – 423, ISSN 0924-0136.
- Humphreys, F. et M. Hatherly. 2004, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition)*, Elsevier Science.
- Jonas, J., X. Quelennec, L. Jiang et E. Martin. 2009, «The avrami kinetics of dynamic recrystallization», *Acta Materialia*, vol. 57, n° 9, p. 2748 – 2756, ISSN 1359-6454.
- Lebreton, V. 2007, *Etude métallurgique et optimisation de la fabrication d'alliages à base de cuivre coulés en continu*, Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris.
- Lei, Q., Z. Li, J. Wang, J. Xie, X. Chen, S. Li, Y. Gao et L. Li. 2013, «Hot working behavior of a super high strength Cu-Ni-Si alloy», *Materials & Design*, vol. 51, p. 1104 – 1109, ISSN 0261-3069.
- Li, Y., E. Onodera, H. Matsumoto et A. Chiba. 2009, «Correcting the stress-strain curve in hot compression process to high strain level», *Metallurgical and materials transactions A*, vol. 40A, p. 982 – 990.
- Li, Y., E. Onodera, H. Matsumoto, Y. Koizumi, S. Yu et A. Chiba. 2011, «Development of novel methods for compensation of stress-strain curves», *ISIJ International*, vol. 51, p. 782 – 787.
- Lucci, A., G. Riontino, M. Tabasso, M. Tamanini et G. Venturello. 1978, «Recrystallization and stored energy of dilute copper solid solutions with substitutional transition elements of the 4th period», *Acta Metallurgica*, vol. 26, p. 615–622.
- Luton, M. et C. Sellars. 1969, «Dynamic recrystallization in nickel and nickel-iron alloys during high temperature deformation», *Acta Metallurgica*, vol. 17, n° 8, p. 1033 – 1043, ISSN 0001-6160.
- Miettinen, J. 2005, «Thermodynamic description of the Cu-Ni-Si system in the copper-rich corner above 700 °C», *Calphad*, vol. 29, n° 3, p. 212 – 221, ISSN 0364-5916.
- Montheillet, F. 1996, «Métallurgie en mise en forme», *Techniques de l'ingénieur*, n° M600 V2.

- Parteder, E. et R. Bünten. 1998, «Determination of flow curves by means of a compression test under sticking friction conditions using an iterative finite-element procedure», *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 74, n° 1 - 3, p. 227 – 233, ISSN 0924-0136.
- Philibert, J., A. Vignes, Y. Brèchet et P. Combrade. 2002, *Métallurgie, du minerai au matériau*.
- Puchi-Cabrera, E., J. Guérin, M. Dubar, L. Dubar et A. Dubois. 2016, «A novel approach for modeling the flow stress curves of austenite under transient deformation conditions», *Materials Science & Engineering A*.
- Puchi-Cabrera, E., J. Guérin, M. Dubar, M. Staia, J. Lesage et D. Chicot. 2014a, «Constitutive description for the design of hot-working operations of a 20MnCr5 steel grade», *Materials and Design*, vol. 62, p. 255 – 264.
- Puchi-Cabrera, E., J. Guérin, M. Dubar, M. Staia, J. Lesage et D. Chicot. 2015, «Constitutive description of Fe-Mn23-C0.6 steel deformed under hot-working conditions», *International Journal of Mechanical Sciences*, vol. 99, p. 143 – 153.
- Puchi-Cabrera, E., M. Staia, J. Guérin, J. Lesage, M. Dubar et D. Chicot. 2014b, «An experimental analysis and modeling of the work-softening transient due to dynamic recrystallization», *International Journal of Plasticity*, vol. 54, p. 113 – 131.
- Rasti, J., A. Najafizadeh et M. Meratian. 2011, «Correcting the stress-strain curve in hot compression test using finite element analysis and taguchi method», *International Journal of Iron & Steel Society of Iran*, vol. 8, p. 26 – 33.
- Reiss, W. et K. Pohlandt. 1986, «The rastegaev upset test - a method to compress large material volumes homogeneously», *Experimental Techniques*, vol. 10, p. 20 – 24.
- Sah, J. P., G. J. Richardson et C. M. Sellars. 1974, «Grain-size effects during dynamic recrystallization of nickel», *Metal Science*, vol. 8, p. 325 – 331.
- Sellars, C. et W. McTegart. 1966, «On the mechanism of hot deformation», *Acta Metallurgica*, vol. 14, p. 1136 – 1138.
- Tello, K. E., A. P. Gerlich et P. F. Mendez. 2010, «Constants for hot deformation constitutive models for recent experimental data», *Science and Technology of Welding and Joining*, vol. 15, n° 3, p. 260 – 266.
- Zhang, H., H. gang Zhang et D. shu Peng. 2006, «Hot deformation behavior of KFC copper alloy during compression at elevated temperatures», *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 16, n° 3, p. 562 – 566, ISSN 1003-6326.
- Zhang, L., Z. Li, Q. Lei, W. Qiu et H. Luo. 2011, «Hot deformation behavior of Cu-8.0Ni-1.8Si-0.15Mg alloy», *Materials Science and Engineering : A*, vol. 528, n° 3, p. 1641 – 1647, ISSN 0921-5093.
- Zhang, Y., P. Liu, B.-H. Tian, Y. Liu, R.-Q. Li et Q.-Q. Xu. 2013, «Hot deformation behavior and processing map of Cu-Ni-Si-P alloy», *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 23, n° 8, p. 2341 – 2347, ISSN 1003-6326.

Développement d'un essai de formabilité

Sommaire

3.1 Introduction	71
3.2 Étude bibliographique sur les outils de prédiction de la formabilité	71
3.2.1 Diagrammes avec courbes limites de formage	71
3.2.2 Critères de fissuration	74
3.2.3 Essais de formabilité dédiés au forgeage	75
3.2.4 Conclusion	77
3.3 Description de l'essai TEFF	78
3.3.1 Présentation du TEFF	78
3.3.2 Modèle de référence de l'essai TEFF	79
3.3.3 Analyse des zones critiques d'une éprouvette TEFF	81
3.3.4 Analyse des états de contrainte	87
3.4 Discussion	90
3.4.1 Représentativité des conditions d'un procédé de forgeage	90
3.4.2 Procédure expérimentale d'un essai TEFF	91
3.4.3 Caractérisation tribologique	92
3.5 Conclusion	93
3.6 Références	94

3.1 Introduction

La formabilité¹ d'un matériau représente sa capacité de formage, et se définit par le niveau de sollicitation (souvent quantifié en déformation) pour lequel le matériau peut être mis en forme avant qu'un défaut interne ou externe n'apparaisse. La formabilité d'un matériau est déterminante dans le développement ou l'optimisation d'un procédé de mise en forme de pièces plates comme massives. Sa connaissance est un élément décisionnel à la conception des outillages, au choix des paramètres de mise en forme (température, vitesse, lubrifiant) ou encore au choix du matériau et de sa nuance.

La première partie de ce chapitre établit un bilan bibliographique des outils de prédiction de la formabilité d'un matériau, appliqués à la problématique de mise en forme de pièces massives. Ces outils visent à définir les conditions limites de formabilité d'un matériau associée à des conditions particulières de mise en forme. Une revue des principaux types de diagrammes avec courbes limites de formage est proposée. Ensuite, les critères de fissuration qui définissent la déformation à rupture en fonction de l'état de contrainte de la matière sont abordés. Enfin, deux essais de formabilité dédiés au procédé de forgeage sont présentés.

Le développement d'un nouvel essai de formabilité TEFF (*Testing of Environmentally Friendly Formability*) est décrit en deuxième partie. Sa conception permet de reproduire les sollicitations mécaniques représentatives d'un procédé de forgeage en matière de déformation, de vitesse de déformation, ou encore de chemin de déformation. Son objectif est de définir les limites de formabilité d'un matériau en fonction de la température, de la vitesse de déformation, et de la lubrification. La dernière partie de ce chapitre est consacrée à une discussion autour de cet essai.

3.2 Étude bibliographique sur les outils de prédiction de la formabilité

Parmi les défauts couramment rencontrés en mise en forme (replis de matière, non-remplissage des outillages, rugosité, etc), la fissuration traduit incontestablement une limite de formabilité du matériau. La ductilité désigne la capacité d'un matériau à se déformer sans rompre sous une sollicitation mécanique imposée. Ces deux grandeurs, ductilité et formabilité, sont donc fortement liées. Par conséquent, la formabilité ne peut pas être considérée comme une propriété du matériau, mais plutôt comme une capacité dépendante :

- Des paramètres du procédé définissant les sollicitations du matériau tels que la température, la lubrification, la vitesse, la déformation ou encore le chemin de déformation ;
- Des propriétés du matériau comme l'état microstructural (taille de grain, inclusions) ou le comportement rhéologique.

Afin d'identifier et de décrire les conditions limites de formabilité d'un matériau, différents outils ont été développés. Ils sont classés ici en trois catégories : les diagrammes avec courbes limites de formage, les critères de fissuration et les essais dédiés.

3.2.1 Diagrammes avec courbes limites de formage

L'étude du comportement rhéologique d'un matériau apporte des réponses en liens avec sa formabilité. À partir de la loi constitutive thermoviscoplastique d'un matériau, le rendement énergétique pour une déformation fixée peut être analysé [Dieter, 1996]. L'efficacité de dissipation de puissance indique la puissance dissipée par une évolution microstructurale. Une valeur élevée de ce paramètre signifie de bonnes conditions de déformation et une bonne formabilité. La représentation graphique de ce paramètre en fonction de la température T et de la vitesse de déformation é forme des cartes de procédé, aussi appelées cartes de mise en forme. Par cette même méthode,

1. Le terme anglais correspondant à la formabilité des produits plats est "formability", alors que "workability" est associé aux pièces massives [Dieter, 1996].

il est également possible de délimiter des domaines d'instabilité plastique tels que la formation de bandes de cisaillement, de rupture intergranulaire ou de rupture par cavitation (Raj [1981]). Zhang et al. [2013] ont établi la carte de procédé en figure 3.1 pour l'alliage de cuivre Cu-2.0Ni-0.5Si-0.03P. Lorsque $T \leq 650$ °C et $\dot{\epsilon} \geq 1$ s⁻¹, des instabilités plastiques sont prédites et signalées par la zone grisée. Ces conditions de déformation sont donc déconseillées. En revanche, les conditions d'activation des mécanismes de DRX et DRV constituent des domaines sans risque de fissure.

Ainsi, les cartes de procédé sont un outil d'aide à l'identification de paramètres de procédé adéquats pour éviter les défauts au cœur de la matière, et pour obtenir une microstructure finale désirée.

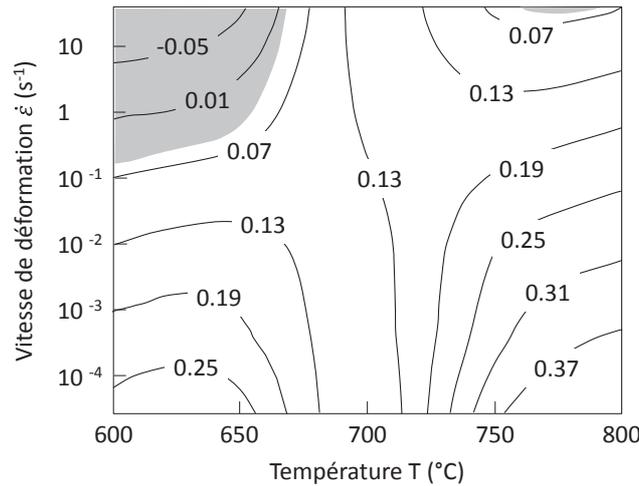


FIGURE 3.1 – Carte de procédé établie par Zhang et al. [2013] pour l'alliage Cu-2.0Ni-0.5Si-0.03P à $\epsilon = 0.6$, les isolignes représentent l'efficacité de la dissipation de puissance et les zones grisées sont des zones d'instabilité plastique.

La courbe limite de formage est un outil initialement développé pour quantifier la formabilité d'un produit plat. Elle représente les déformations à partir desquelles une striction apparaît en fonction des deux déformations principales dans le plan du produit ϵ_1 et ϵ_2 [Emmens, 2011]. Les hypothèses de contraintes planes et d'incompressibilité du matériau ($\epsilon_3 = -(\epsilon_1 + \epsilon_2)$) sont considérées. Or, il s'avère que ces hypothèses sont également applicables à la surface des pièces massives. Ainsi, cette représentation a été étendue aux pièces massives pour définir la déformation à rupture en surface [Gouveia et al., 2000]. Martins et al. [2014] utilisent cette représentation pour caractériser la formation de fissure selon les trois modes définis par la mécanique de la rupture. Le mode I schématisé en figure 3.2a est un mode d'ouverture en traction pour lequel les lèvres de la fissure se déplacent perpendiculairement au plan de fissuration. Les modes II et III sont définis par le glissement des lèvres dans le plan de fissuration. Lorsqu'une contrainte de cisaillement agit perpendiculairement au front de fissure il s'agit du mode II (figure 3.2b), et lorsqu'elle est parallèle il s'agit du mode III (figure 3.2c). De manière générale, une fissure se propage sous une combinaison de ces modes, on parle alors de modes mixtes. D'après Martins et al. [2014], les modes privilégiés en mise en forme de pièces massives sont les modes I et III. Son analyse théorique montre que pour un mode I, la déformation ϵ_1 évolue selon une fonction affine de ϵ_2 de pente -1 ; et que pour un mode III, cette pente est de -1/2 (figure 3.3). Une fissuration est prédite lorsque les déformations sont supérieures aux droites définies.

La représentation de la déformation équivalente à rupture ϵ_f en fonction du taux de triaxialité des contraintes² η permet de s'affranchir de l'hypothèse réductrice de contraintes planes, tout en formulant la dépendance de ϵ_f à l'état de contrainte dans la matière. D'après Silva et al. [2015]

2. Dans la suite du manuscrit, on qualifiera de "triaxialité" le taux de triaxialité des contraintes

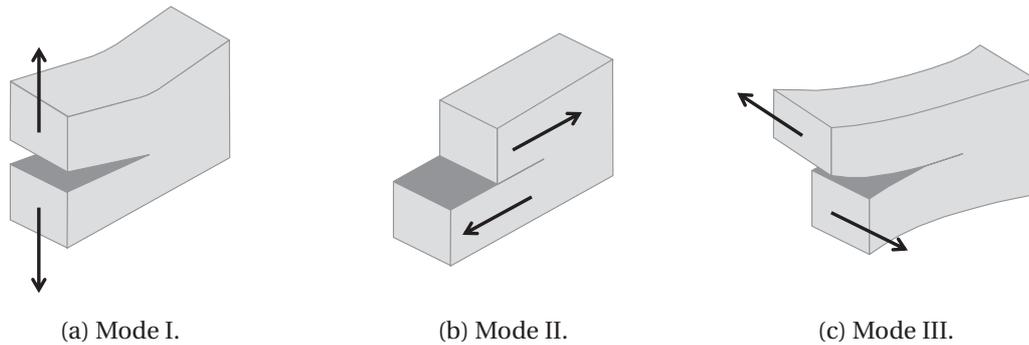


FIGURE 3.2 – Modes de rupture d'une fissure plane.

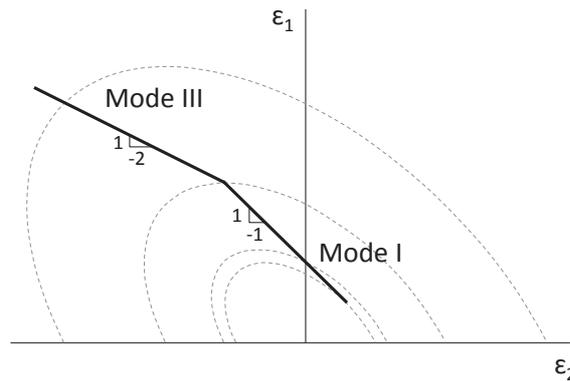


FIGURE 3.3 – Courbe limite de formage dans l'espace des déformations principales $\epsilon_1 - \epsilon_2$ avec représentation des modes de fissuration. [Martins et al., 2014]

cette représentation est appropriée aux cas de chargement tridimensionnel. La campagne expérimentale menée par Bao et Wierzbicki [2004] sur un aluminium 2024-T351 sollicité sur une large gamme de triaxialité est fréquemment citée dans la littérature. Le diagramme $\epsilon_f - \eta$ obtenu par ces auteurs est donné en figure 3.4.

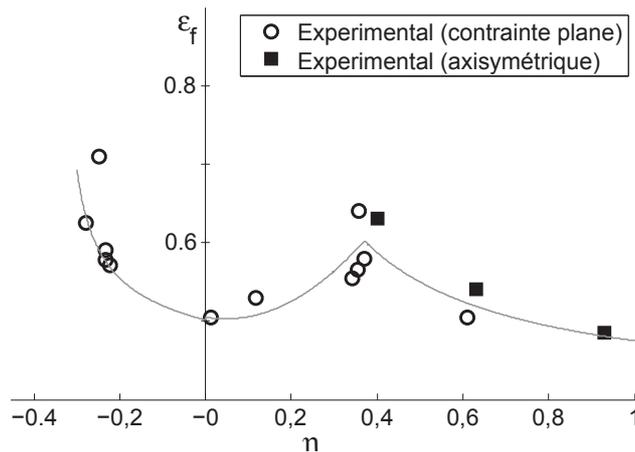


FIGURE 3.4 – Courbe limite de formage d'un aluminium 2024-T351 dans l'espace des déformations à rupture ϵ_f en fonction de la triaxialité η . [Wierzbicki et al., 2005].

Les essais expérimentaux permettant de construire ces différents diagrammes sont majoritairement des essais simples pour lesquels l'état de contrainte est connu. Il s'agit des essais de traction sur éprouvette cylindrique droite ou entaillée, des essais de compression, et des essais de torsion. En compression, les géométries plus complexes représentées en figure 3.5 sont couram-

ment utilisées. La variation des dimensions de cet ensemble d'éprouvettes permet de couvrir une large gamme de triaxialité. En complément, certains auteurs dont Bao et Wierzbicki [2004] ont néanmoins développé des essais spécifiques de cisaillement.



(a) Epreuve "Flanged".

(b) Epreuve "Tapered".

FIGURE 3.5 – Exemples d'éprouvettes de compression spécifiques à l'étude de formabilité. [Silva et al., 2015]

3.2.2 Critères de fissuration

L'emploi des logiciels éléments finis par les industriels pour prévenir de l'apparition de fissures au cours des procédés de mise en forme est devenu courant. En effet, aujourd'hui la plupart des codes commerciaux intègrent des critères de fissuration, ou offrent la possibilité à l'utilisateur d'en implémenter.

Généralement, les ruptures lors de procédés de mise en forme de pièces massives sont de type ductile [Dieter, 1996]. Elles résultent de l'accumulation de l'endommagement dans des zones fortement déformées. Ainsi, l'utilisation de modèles d'endommagement couplés permet de prédire l'apparition de fissures. Ces modèles décrivent la dégradation progressive des propriétés mécaniques induite par l'endommagement continu du matériau. Il existe deux principales approches pour modéliser l'endommagement [Montheillet et Briottet, 2009] : l'approche microscopique opérée notamment par le modèle de Gurson-Tvergaard-Needleman [Tvergaard et Needleman, 1984] et l'approche macroscopique retenue par exemple par le modèle de Lemaitre [Lemaitre, 1985]. Pour certains de ces modèles complexes, de nombreux paramètres sont nécessaires, jusqu'à 12 pour un modèle de Gurson-Tvergaard-Needleman d'après Bourgeon [2009]. Leur identification s'effectue à partir d'essais de traction ou d'essais cycliques de traction-compression suivant des procédures particulières selon le modèle choisi (analyses micrographiques, méthode inverse, évolution de variables endommageables comme le module d'Young).

À l'inverse des modèles d'endommagement, les critères de rupture visent à prévoir l'apparition d'une fissure, mais de manière découplée du comportement du matériau. Ces critères sont fondés sur le simple fait que la déformation à rupture d'un matériau ϵ_f dépend de son état de contrainte [Gao et al., 2009] [Bai et Wierzbicki, 2008]. Ainsi, ils définissent une variable d'endommagement C qui s'exprime le plus souvent sous la forme de l'intégrale d'une fonction du tenseur des contraintes par rapport à la déformation équivalente ϵ . La déformation à rupture ϵ_f fixe alors la valeur critique C_c de la variable d'endommagement pour laquelle une rupture du matériau est prédite. Dans la littérature, parmi les critères de rupture phénoménologiques les plus utilisés peuvent être cités :

- Le critère de Brozzo ([Gouveia et al., 2000], [Hari-krishna et al., 2014]) :

$$C_c = \int_0^{\epsilon_f} \frac{2 \cdot \sigma_I}{3 \cdot (\sigma_I - \sigma_m)} d\epsilon \quad (3.1)$$

où σ_I est la contrainte principale maximale de traction et σ_m est la pression hydrostatique ;

- Le critère de Cockcroft-Latham normalisé (NCL) ([Hari-krishna et al., 2014], [Silva et al., 2015], [Luri et al., 2016]) :

$$C_c = \int_0^{\epsilon_f} \frac{\sigma_I}{\sigma_{eq}} d\epsilon \quad (3.2)$$

où σ_{eq} est la contrainte équivalente de von Mises ;

Sous cette forme, ces critères présentent l'avantage d'être simple à identifier puisque le seul paramètre à définir est la déformation à rupture ε_f . Un seul essai mené à rupture suffirait à déterminer cette dernière. Cependant, sa valeur dépend fortement du chemin de déformation subi par la matière. Le cadre de validité du modèle est donc fixé par la sollicitation particulière de l'essai de calibration.

Comme rappelé par Bai et Wierzbicki [2008], l'état de contrainte d'un matériau peut être entièrement déterminé par les trois grandeurs : la déformation équivalente ε , le taux de triaxialité des contraintes η et un paramètre de Lode ξ ou $\bar{\theta}$. Par conséquent, la déformation à rupture est souvent exprimée en fonction de la triaxialité, comme le propose Bao et Wierzbicki [2004]. Certains auteurs proposent de reformuler des critères dépendants des contraintes principales pour les étendre dans l'espace $\bar{\theta} - \eta$, comme le critère NCL en figure 3.6a [Bai et Wierzbicki, 2015]. Des critères plus complexes, dérivés du critère de Xue-Wierzbicki, ont également été développés pour intégrer ces trois grandeurs à la fois ([Cao et al., 2013], [Bariani et al., 2011]). Ils s'expriment alors selon l'équation suivante :

$$C_c = \int_0^{\varepsilon_f} \frac{1}{\varepsilon_f(\eta, \xi)} d\varepsilon = 1 \quad \text{avec} \quad \xi = -\frac{27}{2} \cdot \frac{J_3}{\sigma_{eq}^3} \quad \text{et} \quad \eta = \frac{\sigma_m}{\sigma_{eq}} \quad (3.3)$$

avec J_3 le troisième invariant du déviateur des contraintes. La calibration de ces différents critères s'appuie la plupart du temps sur les diagrammes $\varepsilon_f - \eta$ décrits en partie 3.2.1.

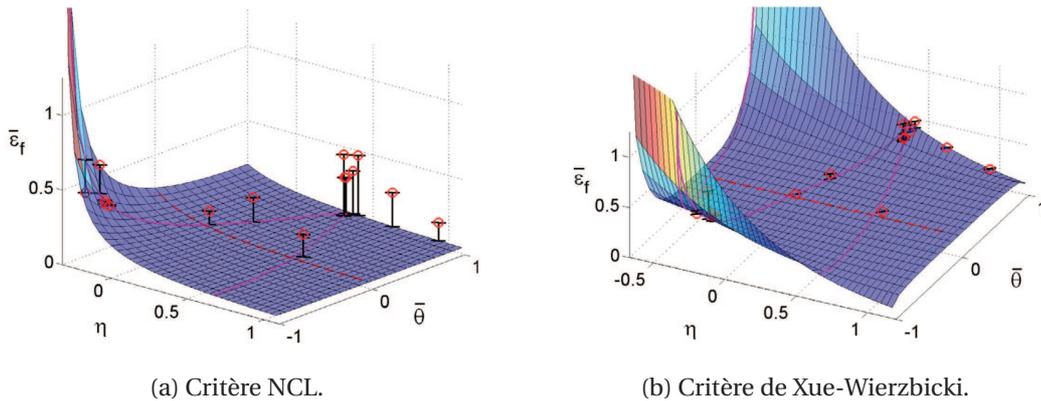


FIGURE 3.6 – Déformation à rupture ε_f d'un aluminium 2024-T351 dans l'espace $\bar{\theta} - \eta$, calibré par deux critères de rupture. Les erreurs relatives (en noir) aux points expérimentaux (en rouge) sont données par rapport à la surface de réponse du critère. [Bai et Wierzbicki, 2015]

La température T et la vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$ sont rarement prises en compte dans la définition de la déformation à rupture ε_f , malgré leur influence avérée [Kakimoto et Arikawa, 2014]. Le critère phénoménologique de Johnson-Cook [Bai et Wierzbicki, 2015] peut être exprimé de façon à tenir compte de η , T et $\dot{\varepsilon}$. Plus récemment, des critères de rupture et des modèles d'endommagement, appliqués au formage de produits plats, intégrant T et $\dot{\varepsilon}$ ont été développés : le critère de Khan et Liu [2012] qui tient compte de ξ et des composantes du tenseur des contraintes de Cauchy et les modèles proposés par Bai et Wierzbicki [2015] et Kiliclar et al. [2016] qui se basent respectivement sur les modèles de Gurson-Tvergaard-Needleman et de Lemaitre.

La validité et la pertinence des critères de rupture selon l'état de contrainte sont abordées par plusieurs auteurs. L'étude de Bai et Wierzbicki [2015] confirme les résultats communiqués par Gouveia et al. [2000] et Hari-krishna et al. [2014], à savoir la validité du critère NCL essentiellement en compression (figure 3.6a). Elle démontre aussi une meilleure représentativité des critères dépendants de ξ comme celui de Xue-Wierzbicki (figure 3.6b). Enfin, Martins et al. [2014] s'intéressent à la détection des fissures en surface des pièces massives, et démontrent que le critère NCL est foncièrement adapté pour localiser les fissures en modes I et III. Ce résultat est par ailleurs confirmé par les travaux de Silva et al. [2015].

3.2.3 Essais de formabilité dédiés au forgeage

Les essais de formabilité dédiés aux procédés de forgeage (matriçage ou forgeage libre) sont peu nombreux. L'essai Wedge présenté par Dieter [1996] et exploité par Parsa et al. [2008] est conçu pour analyser la formabilité et l'évolution microstructurale d'un matériau en fonction des conditions de déformation. La géométrie particulière de l'éprouvette est donnée en figure 3.7. Sa hauteur initiale variable crée un gradient de déformation et de vitesse de déformation sur la longueur de l'éprouvette déformée. La position précise des fissures apparues en surface permet de définir les conditions limites (T , $\dot{\epsilon}$ et ϵ_f) de formabilité du matériau testé à l'aide d'une simulation numérique par éléments finis. De plus, les conditions d'activation de certains mécanismes comme la DRX peuvent être également identifiées en quelques essais à partir d'analyses micrographiques. Ainsi, les apports significatifs de cet essai par rapport à ceux précédemment cités sont : la variation du couple ($\dot{\epsilon}$, ϵ_f) en un seul essai et l'étude d'influence de la microstructure sur la formabilité.



FIGURE 3.7 – Éprouvette pour essai Wedge. [Dieter, 1996]

La méthodologie adoptée par Suresh et al. [2014] associe la construction de cartes de procédé à la conduite d'essais expérimentaux de compression. Une éprouvette cylindrique chanfreinée à l'une de ses extrémités est comprimée à son centre, à l'aide d'un outillage de type poinçon. L'écoulement latéral de la matière est libre, la géométrie finale d'une éprouvette est illustrée en figure 3.8a. Les essais sont conduits à chaud (de 350°C à 500 °C) et à différentes vitesses de déplacement de l'outillage (de 0.01 mm·s⁻¹ à 10 mm·s⁻¹). Selon les auteurs, l'écoulement et les sollicitations mécaniques imposées par cet essai sont représentatifs d'un procédé de forgeage. Les essais sont ensuite analysés de façon à apporter des informations à la lecture des cartes de procédé. Les évolutions microstructurales et les mécanismes de fissuration (intergranulaire ou par cavitation par exemple) sont caractérisés par analyse micrographique, et les champs de contraintes et de déformation sont estimés numériquement (figure 3.8b).

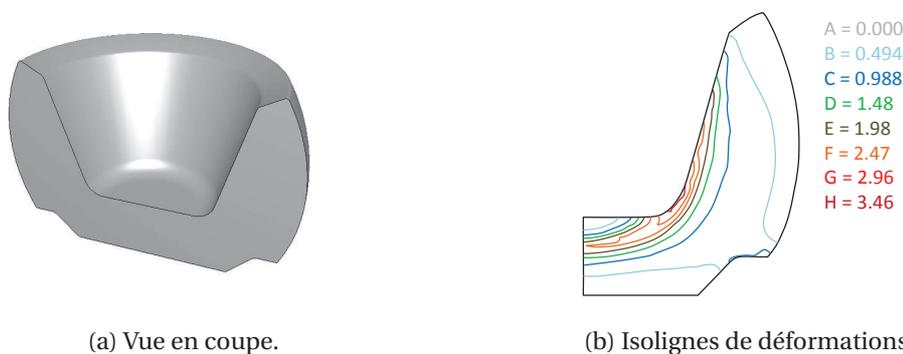


FIGURE 3.8 – Vue en coupe et isolignes de déformation d'une éprouvette déformée suivant l'essai proposé par Suresh et al. [2014] à 450 °C et 0.01 mm·s⁻¹.

3.2.4 Conclusion

Cette étude bibliographique sur la formabilité, axée sur les procédés de mise en forme de pièces massives, a permis de dresser un bilan sur les différents outils de prédiction des conditions limites de formabilité.

Les cartes de procédé permettent d'identifier des domaines d'instabilité plastique, délimités par une plage de température et de vitesse de déformation, pour lesquels la déformation du matériau est déconseillée. Ces cartes sont cependant définies pour une déformation donnée et ne tiennent compte ni de l'état de contrainte, ni du trajet de chargement imposé. Les représentations graphiques dans l'espace $(\epsilon_1 - \epsilon_2)$ et dans l'espace $(\epsilon_f - \eta)$ définissent les déformations limites à rupture ϵ_f en fonction de l'état de contrainte de la matière, mais pour des conditions de températures et de vitesses de déformation fixes. Or, ces deux grandeurs sont rarement constantes au cours d'un procédé de mise en forme. Par conséquent, ces représentations graphiques ne sont pas aptes à prédire de façon fiable la formabilité d'un matériau pour un procédé de mise en forme d'écoulement complexe.

Les critères de rupture et les modèles de fissuration les plus complets, pour ce qui est de la prise en compte des paramètres influents sur la formabilité $(T, \dot{\epsilon})$, permettent de représenter efficacement l'évolution de ϵ_f dans l'espace (η, ξ) . Cependant, du fait de leur développement récent, ils ne sont pas intégrés dans les logiciels éléments finis commercialisés, et leur implémentation est une tâche qui peut s'avérer complexe. De nombreux critères et modèles indépendants de $(T, \dot{\epsilon})$ ont également été développés. Outre la difficulté d'appliquer ces derniers à une opération de mise en forme sous conditions variables de température et vitesse de déformation, l'identification de leurs paramètres implique parfois un nombre considérable d'essais expérimentaux afin de couvrir une large gamme (η, ξ) . Les critères phénoménologiques dont le seul paramètre est ϵ_f sont fréquemment utilisés, mais leur validité est bornée par les conditions expérimentales de calibration $(T, \dot{\epsilon}, \eta, \xi)$.

Les essais de formabilité sont pour la plupart des essais simples de traction, compression et torsion. Menés à rupture, ils permettent d'identifier la déformation ϵ_f . Une large gamme de triaxialité est parcourue par ces essais en faisant varier les dimensions des éprouvettes ou grâce à des géométries plus spécifiques (éprouvettes de traction entaillées, éprouvettes de compression "tapered" et "flanged", etc). Ils sont largement utilisés pour calibrer les différents modèles d'endommagement et critères de rupture. Des essais de formabilité dédiés à l'étude des procédés de forgeage ont également été développés. Ce sont des essais de compression dynamique dont le but est de définir les conditions limites de formabilité $(T, \dot{\epsilon}, \epsilon_f)$. Les essais "wedge" et de compression avec poinçon permettent de corréler ces conditions limites aux conditions de déclenchement de mécanismes dynamiques d'évolutions microstructurales. Enfin, au vu des diverses références citées dans cette étude, excepté l'essai de compression avec poinçon, les essais de formabilité ne permettent pas de reproduire des chemins de déformation représentatifs d'une opération de mise en forme.

Un nouvel essai nommé TEFF pour "Testing of Environmentally Friendly Formability" est proposé dans la section suivante. Son objectif est de déterminer les conditions limites de formabilité d'un matériau mis en forme par une opération de forgeage à mi-chaud ou à chaud. Les paramètres de température, de vitesse de déplacement d'outillage et de frottement sont représentatifs d'un procédé industriel. De plus, sa conception permet un écoulement complexe de la matière, et une maîtrise de la déformation et de la vitesse de déformation imposée. Ainsi, dans un contexte de baisse de l'impact environnemental lié à la production de pièces par forgeage, l'essai TEFF se positionne comme un outil d'aide à la décision pour l'ajustement des paramètres de procédé.

3.3 Description de l'essai TEFF

3.3.1 Présentation du TEFF

Le banc d'essai TEFF se compose de trois éléments principaux : une matrice supérieure de surface plane, une matrice inférieure et une éprouvette cylindrique. La matrice inférieure a une géométrie spécifique formée de deux nervures rectilignes et parallèles. L'éprouvette se place au centre de la matrice inférieure, de façon à ce que le contact initial soit réduit à deux génératrices le long des nervures. Les figures 3.9 et 3.10 illustrent ce positionnement.



FIGURE 3.9 – Photographie d'une éprouvette positionnée sur la matrice inférieure TEFF.

La mise en forme de l'éprouvette s'effectue par le déplacement ascendant de la matrice inférieure. Elle peut être décomposée selon les quatre étapes illustrées en figure 3.10. Durant l'étape 1, l'éprouvette entre en contact avec la matrice supérieure le long d'une troisième génératrice. Ensuite à l'étape 2, le matériau est comprimé et épouse la forme des matrices. À partir de l'étape 3, l'espace entre les nervures est rempli. Enfin, à l'étape 4, l'espace réduit entre les deux matrices au niveau de la nervure crée un rétrécissement qui influe sur l'écoulement latéral de la matière.

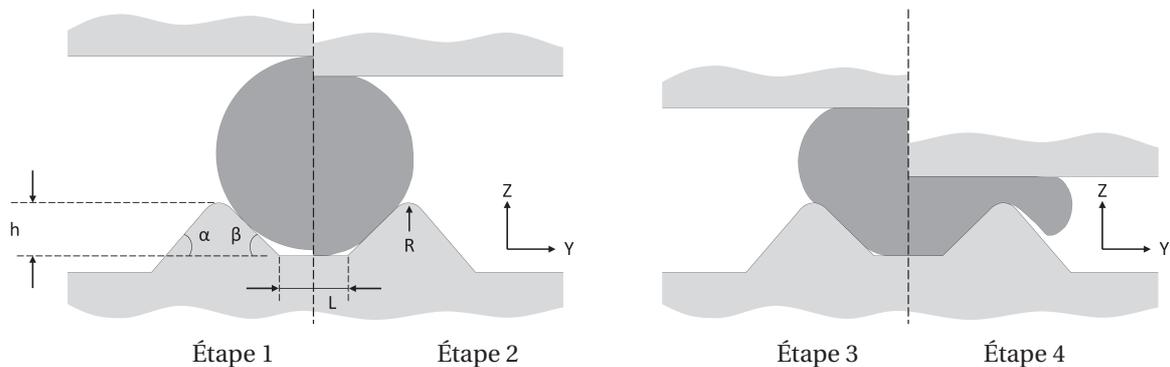


FIGURE 3.10 – Représentation des étapes de mises en forme du TEFF et indication des paramètres géométriques de la matrice inférieure.

L'ensemble est installé sur une machine servohydraulique adaptée aux essais de traction et de compression. Celle-ci est équipée d'une cellule d'effort d'une capacité maximale de 500 kN. Les matrices sont vissées sur un axe de fixation avec épaulement, lui-même retenu par une couronne vissée au bâti de la machine.

La chauffe des éprouvettes jusqu'à 1000 °C est assurée par un four électrique. Le transfert entre le four et la matrice inférieure rend impossible l'utilisation de thermocouples pour mesurer la température effective de l'éprouvette. Cette mesure est assurée par un pyromètre bichromatique de la dépose de l'éprouvette à l'étape 1 de mise en forme. Concernant les matrices, leur température est régulée par le biais de cartouches chauffantes contrôlées par un thermocouple de type K soudé à

la surface d'une des matrices. Deux cartouches par outil sont insérées sous la surface de contact et disposées de façon à assurer une chauffe homogène (annexe B).

L'ensemble des équipements utilisés par le banc d'essai TEFF est représenté en 3.11. Les mesures de température et d'effort sont enregistrées au cours du déplacement de la matrice inférieure.

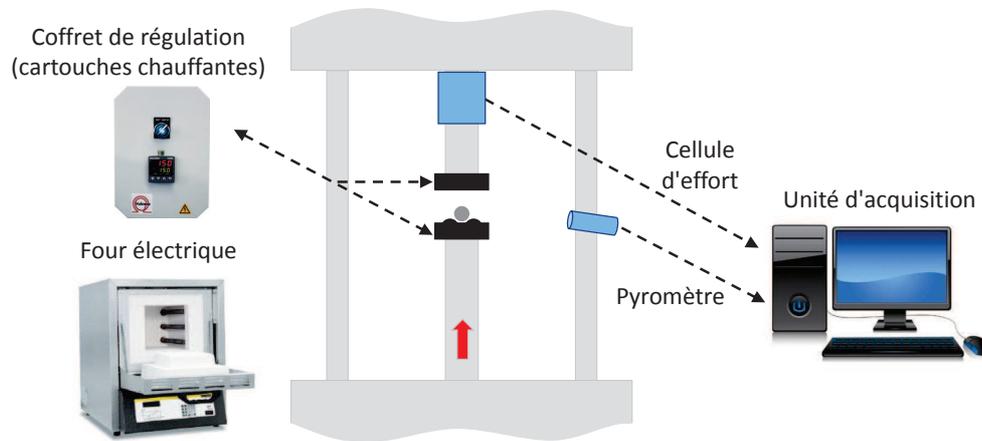


FIGURE 3.11 – Équipements du banc d'essai TEFF.

Les éprouvettes sont usinées dans les réserves de matière dédiées au procédé industriel étudié. Cela garantit des conditions microstructurales initiales identiques à celles du matériau industriel. Les matrices sont usinées puis traitées thermiquement pour obtenir un matériau équivalent à celui des outils industriels. Enfin, pour reproduire les conditions mécaniques du procédé à l'interface pièce-outils, les matrices sont lubrifiées conformément à la pratique industrielle en utilisant le même lubrifiant.

Après essai, les éprouvettes déformées sont immédiatement trempées à l'eau afin de figer la microstructure à haute température. En l'état, chaque éprouvette est ensuite rigoureusement observée au microscope optique pour détecter la présence de fissures en surface. L'absence de ces dernières constitue un indicateur de bonne formabilité du matériau sollicité aux conditions expérimentales fixées. Enfin, les éprouvettes sont coupées et préparées en vue d'une analyse métallurgique.

L'originalité de l'essai TEFF provient de la géométrie particulière de la matrice inférieure. Les deux nervures sont séparées d'une distance L et sont définies par les angles α , β , la hauteur h et le rayon R , comme indiqués en figure 3.10. Les paramètres L et β sont ajustés de façon à ce que le lopin soit en contact avec les deux nervures de la matrice. En limitant ce dernier à deux génératrices, un positionnement isostatique, ainsi qu'une déformation symétrique de la matière sont assurés, indépendamment de la dilatation thermique. La hauteur h règle la distribution du volume de matière dans la pièce. Plus h est grand et plus le volume de matière consacré au remplissage de l'espace entre les deux nervures sera grand, au détriment du volume de matière qui s'écoule au-delà des nervures. Les deux autres paramètres, α et R ont une influence sur l'écoulement de la matière qui sera discutée dans la suite de ce chapitre.

3.3.2 Modèle de référence de l'essai TEFF

Dans le but de conduire une analyse mécanique de ce nouvel essai de formabilité, un modèle numérique de référence a été développé sur le logiciel éléments finis FORGE® NxT 1.0. Les matrices y sont représentées par des surfaces rigides et maillées avec des éléments triangulaires. Avec deux plans de symétrie, seul un quart de l'éprouvette est modélisé afin de réduire les temps de calcul (figure 3.12). Au vu des grands déplacements et déformations engendrés par l'essai, le

remaillage adaptatif automatique est activé pour éviter de trop fortes distorsions et la dégénérescence du maillage. Cette méthode permet l'utilisation d'un maillage initial relativement grossier qui sera affiné au fur et à mesure que la matière approche des matrices et se déforme. La simulation numérique démarre à l'étape 1 de mise en forme et est pilotée par le déplacement de la matrice inférieure suivant une translation linéaire.

L'éprouvette de référence a un rayon R_0 de 9 mm et une hauteur h_0 de 20 mm. Approximativement 14750 nœuds sont nécessaires à la modélisation de cette géométrie initiale (figure 3.12). Les paramètres L et β sont respectivement fixés à 8 mm et 45° . Avec une hauteur de nervure $h = 5$ mm, le déplacement de la matrice inférieure peut raisonnablement être borné à 11 mm étant données les géométries précédemment énoncées. Les valeurs de référence pour R et α valent respectivement 1.6 mm et 50° , et la vitesse de déplacement de la matrice inférieure V est fixée à $25 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$.

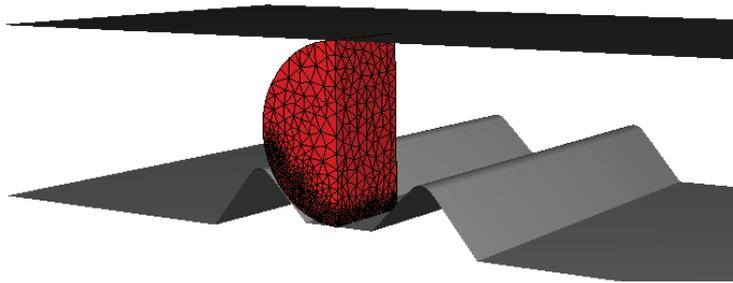


FIGURE 3.12 – Image du modèle numérique de référence de l'essai TEFF, maillage initial de l'éprouvette.

Le frottement à l'interface entre les matrices et l'éprouvette est modélisé par la relation de Bay et Wanheim [1990] détaillée en annexe C. Ce modèle transcrit l'évolution non linéaire de la contrainte tangentielle τ , caractéristique d'un procédé de mise en forme [Dubois, 1995]. Il présente l'avantage d'être valable à la fois à basse et à forte pression de contact, et se définit par un seul coefficient de frottement f . Ce modèle n'étant pas proposé par le logiciel, il a été spécialement implémenté. La valeur du coefficient f est fixée à 0.4 pour le modèle numérique de référence.

Un bilan des paramètres utilisés dans ce modèle de référence est dressé dans le tableau 3.1 :

Paramètre	Valeur	Paramètre	Valeur
L	8 mm	R_0	9 mm
β	45°	h_0	20 mm
h	5 mm	f	0.4
R	1.6 mm	Hauteur comprimée	11 mm
α	50°	Vitesse déplacement	$25 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$

TABLEAU 3.1 – Paramètres du modèle numérique de référence.

Deux matériaux sont considérés pour cette analyse numérique : un acier 20MnCr5 et l'alliage CuNiSi(I). Le modèle rhéologique développé dans le chapitre précédent est utilisé pour décrire le comportement de l'alliage CuNiSi(I). Quant à l'alliage 20MnCr5, son comportement est décrit par le modèle proposé par Puchi-Cabrera et al. [2014]. Conformément aux pratiques industrielles, les températures initiales choisies pour les éprouvettes et les matrices sont respectivement de 850°C et de 150°C pour ce cuivre, et de 950°C et de 200°C pour cet acier [Daouben, 2009].

Quel que soit le matériau, le modèle numérique de référence révèle des déformations et des vitesses de déformation élevées sous les nervures de la matrice inférieure. Ce résultat est illustré en figure 3.13 pour l'alliage de cuivre.

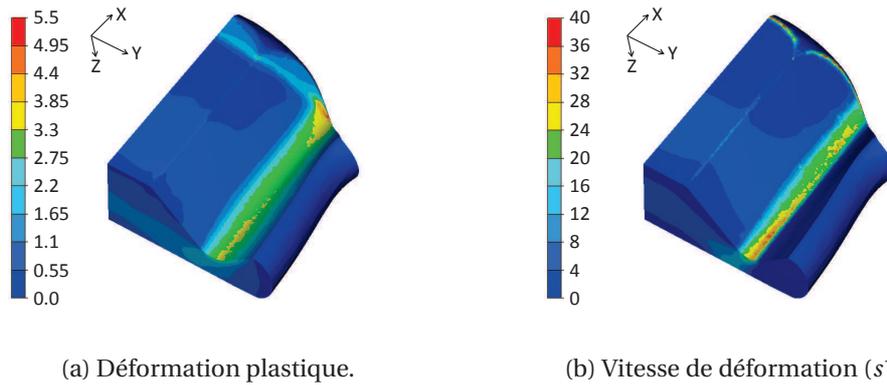


FIGURE 3.13 – Cartes d'isovaleurs d'une éprouvette TEFF de CuNiSi(I) en fin d'essai.

3.3.3 Analyse des zones critiques d'une éprouvette TEFF

Le TEFF a pour objectif d'identifier les conditions limites de formabilité d'un matériau. Ces dernières sont définies ici comme les conditions limites pour lesquelles le matériau se fissure. Dans une éprouvette TEFF, les zones principales d'étude sont donc les zones potentielles de fissuration. Cette section a pour objectif de déterminer ces zones critiques et d'analyser leurs sensibilités aux paramètres d'essai.

Détermination des zones critiques

Le critère normalisé de Cockcroft et Latham (NCL) est utilisé dans ce modèle de référence comme indicateur qualitatif. La valeur critique C_c du critère NCL étant a priori inconnue, il est impossible de prédire la fissuration (équation 3.2). L'exploitation des résultats du modèle permet d'identifier trois zones critiques indiquées en figure 3.14.

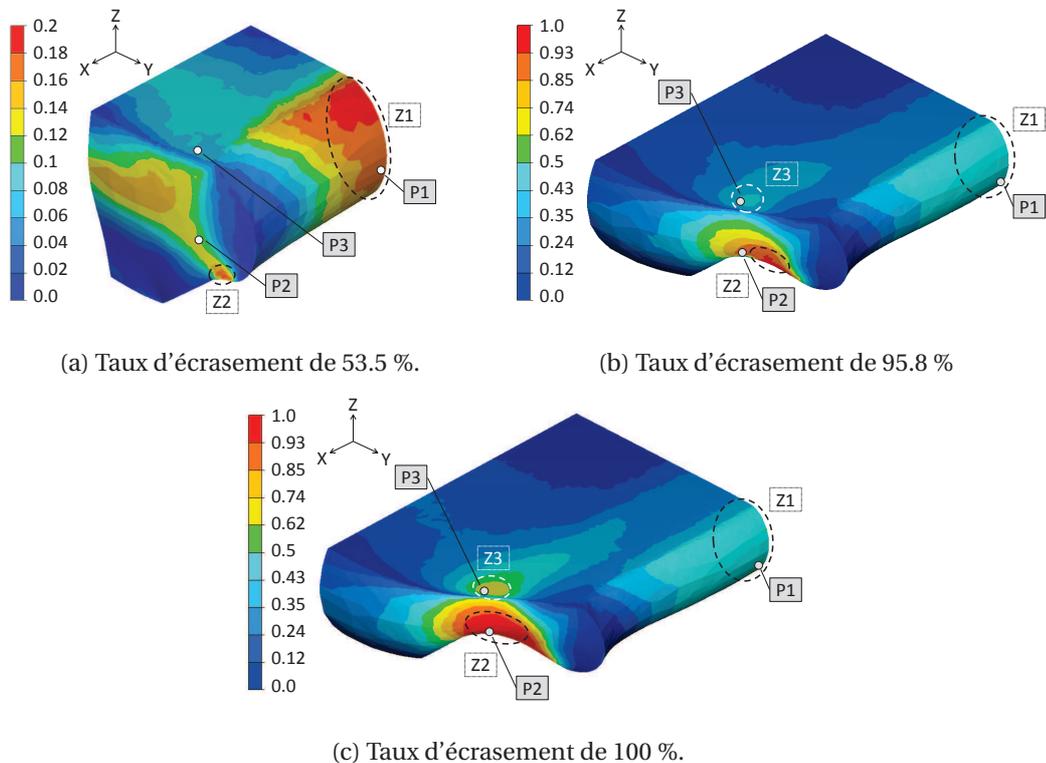


FIGURE 3.14 – Distribution du critère normalisé de Cockcroft et Latham pour différents taux d'écrasement.

Les zones critiques nommées Z1 et Z2 apparaissent à partir de l'étape 3 de mise en forme représentée en figure 3.14a. La zone Z1 se situe sur les surfaces latérales bombées à mi-longueur d'éprouvette. La zone la plus critique, Z2, se forme sous les nervures et correspond à une zone de déformation et de vitesse de déformation élevées. La troisième zone Z3 apparaît tardivement au cours de l'essai, à un taux d'écrasement d'environ 95.8 % (figure 3.14b). Contrairement aux deux zones précédentes, Z3 se situe sur une surface de contact avec la matrice supérieure.

Sensibilité des zones critiques aux paramètres de l'essai

Afin de pouvoir transposer les résultats des essais TEF à l'étude de la formabilité d'un matériau associée à un procédé de mise en forme, les sollicitations mécaniques des zones critiques doivent être représentatives de celles inhérentes au procédé. L'analyse de sensibilité va permettre d'établir les gammes de déformation et de vitesse de déformation que peuvent atteindre les trois zones susceptibles de fissurer. L'influence des paramètres géométriques de la matrice inférieure et du coefficient de frottement f sur la réponse mécanique de l'essai est étudié. Pour ce faire, l'outil de suivi de points qui emploie la méthode de Lagrange est utilisé. Trois particules numérotées de 1 à 3 relativement à leur zone critique de provenance (figure 3.14) sont analysées.

En figure 3.15 sont tracées les évolutions des déformations équivalentes ϵ , des vitesses de déformation $\dot{\epsilon}$ et des contraintes équivalentes σ des trois particules en fonction du taux d'écrasement. On constate que les évolutions de ϵ et $\dot{\epsilon}$ sont semblables pour les deux matériaux CuNiSi(I) et 20MnCr5. Ce résultat peut s'expliquer par le fait que l'essai est piloté numériquement (et expérimentalement) par le déplacement et non par l'effort. Les faibles variations existantes entre les courbes sont attribuables à la sélection des particules à suivre sur des éprouvettes remaillées. Les contraintes mesurées pour l'alliage 20MnCr5 sont environ deux fois supérieures à celle du cuivre, mais leurs évolutions sont comparables.

Les déformations et vitesses de déformation de la particule P1 augmentent doucement jusqu'à l'étape 4 de mise en forme qui débute à un taux de déformation d'environ 75.5 % (figure 3.15a). À partir de cette étape, la pression appliquée au matériau qui s'écoule latéralement chute et entraîne une baisse du taux d'érouissage et de $\dot{\epsilon}$. En accord avec les résultats en figure 3.13, la déformation maximale atteinte pour 100 % d'écrasement est maximale pour la particule P2 (figure 3.15c). Initialement cette particule ne se situe dans aucune zone critique, mais son chemin de déformation la mène à intégrer la zone Z2 (figure 3.14). Elle présente une augmentation continue et progressive de (ϵ , $\dot{\epsilon}$). La troisième particule P3 entre en contact avec la matrice supérieure à environ 44 % d'écrasement, ce qui provoque un pic de $\dot{\epsilon}$ et une augmentation de ϵ et σ (figures 3.15e et 3.15f).

Les particules P2 et P3 se rapprochent l'une de l'autre au fur et à mesure que l'essai se déroule, car l'épaisseur de l'éprouvette diminue (figure 3.14). À ce stade de l'étude, il ne peut donc pas être exclu que la formation de Z3 soit induite par la proximité de Z2.

L'influence des paramètres géométriques de la matrice inférieure (R , α) et du coefficient de frottement f sur la réponse mécanique de l'essai est évaluée par le biais des déformations et des vitesses de déformation maximales atteintes aux particules (P1, P2 et P3). Ces valeurs sont comparées à celles obtenues avec le modèle numérique de référence.

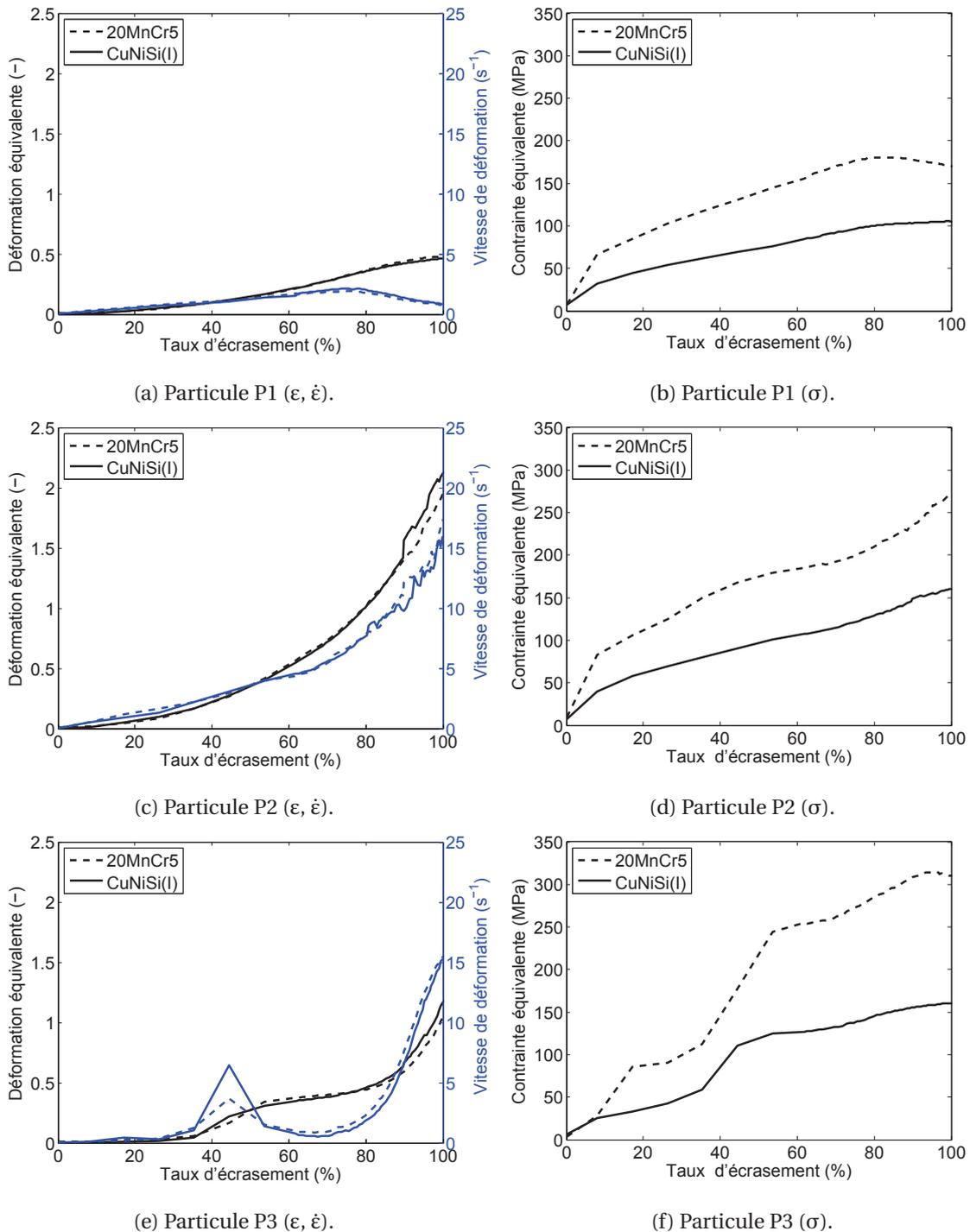
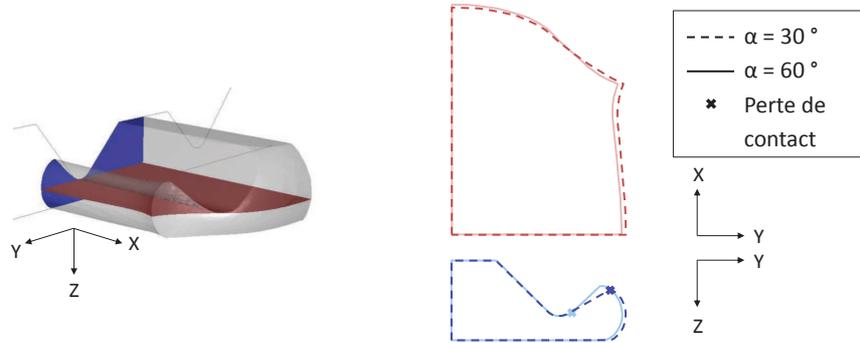


FIGURE 3.15 – Évolutions des déformations et vitesses de déformation aux particules P1, P2 et P3 extraites du modèle numérique de référence.

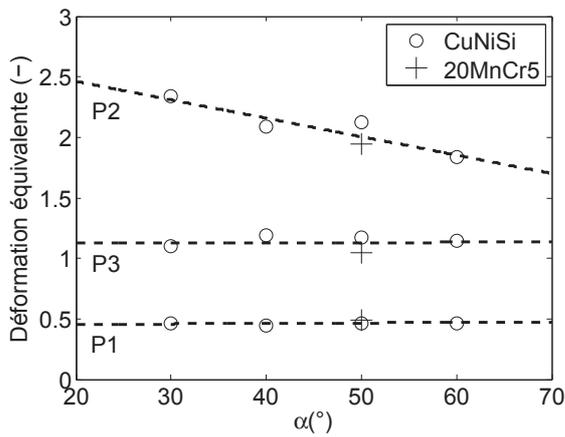
Influence du paramètre géométrique α Afin d'estimer l'influence du paramètre α , une variation de sa valeur de 30° à 60° avec un pas de 10° a été appliquée. Sur la figure 3.16a sont tracés les contours des éprouvettes testées pour les angles $\alpha = 30^\circ$ et $\alpha = 60^\circ$. Ces contours sont extraits de plans de coupe de l'éprouvette déformée à un taux d'écrasement de 100 %. On constate que l'écoulement de la matière varie peu entre ces deux angles. En revanche, une variation de la surface de contact entre les nervures de la matrice et la matière qui s'écoule latéralement (étape 4 de mise forme) est observée. Un angle inférieur ou égal à 30° impose un contact continu. À l'inverse, au-delà de 30°, plus l'angle augmente et plus la surface en contact se réduit, jusqu'à perdre

totalemment le contact après la nervure à partir de 60°. Ainsi, de façon comparable à un procédé industriel de mise en forme, le TEFF permet une variation significative du rapport entre la surface de contact et la surface libre.

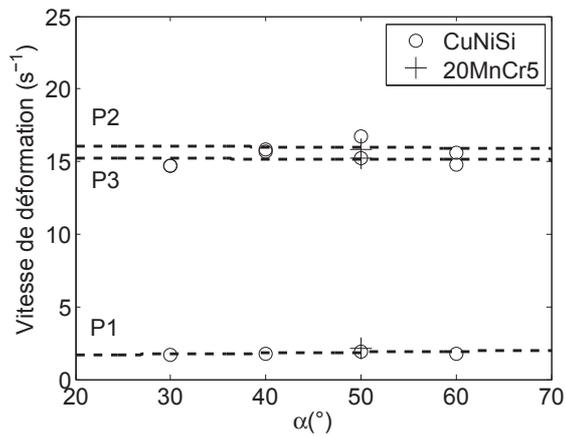
Les figures 3.16b et 3.16c présentent respectivement les évolutions de la déformation maximale ϵ_m et de la vitesse de déformation maximale $\dot{\epsilon}_m$ relevées aux particules en fonction de α . On observe que ce paramètre n'a guère d'influence sur ces grandeurs, à l'exception de ϵ_m pour la particule P2 qui diminue lorsque α augmente.



(a) Écoulement de la matière dans deux plans de coupe.



(b) Déformation maximale ϵ_m .



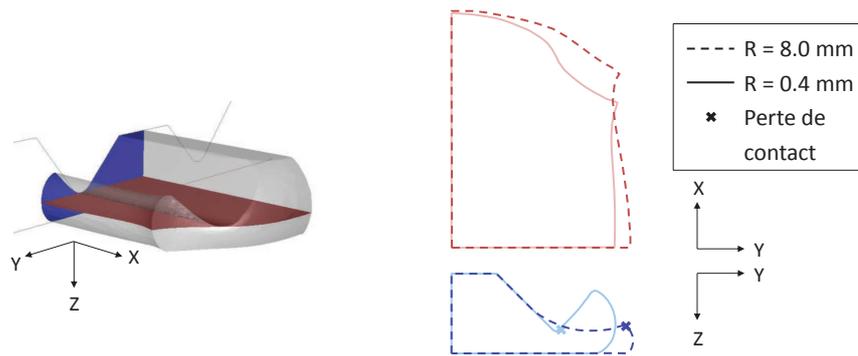
(c) Vitesse de déformation maximale $\dot{\epsilon}_m$.

FIGURE 3.16 – Influence du paramètre α sur l'écoulement de la matière et sur la réponse mécanique de l'essai aux trois particules.

Influence du paramètre géométrique R Pour cette configuration de référence, le rayon R ne doit pas excéder 8 mm, car sinon le contact initial entre la matrice inférieure et l'éprouvette ne peut pas se produire le long des nervures. Six rayons sont considérés pour l'étude de sensibilité à R : 0.4 mm, 0.8 mm, 1.6 mm, 2.4 mm, 5 mm et 8 mm. La figure 3.17a montre que l'écoulement de matière est fortement impacté par la valeur de R. Lorsque le rayon augmente, le sommet de la nervure se décale selon Y, ce qui a pour effet d'augmenter la surface de contact et la largeur de l'éprouvette (en Y). Le volume de matière comprimé entre et sous les nervures augmente et sa répartition est plus homogène.

Les déformations et vitesses de déformation maximales relevées aux particules sont nettement sensibles aux variations du paramètre R (figure 3.17). Ces deux grandeurs mesurées en P1 augmentent de près de 40% lorsque le rayon passe de 0.4 mm à 8 mm. À l'inverse pour les deux autres particules, ϵ_m et $\dot{\epsilon}_m$ diminuent quand le rayon augmente. On remarque que l'évolution de ϵ_m en P3 n'est pas continue, et qu'à partir de R = 1.6 mm elle se confond avec celle de la particule P2. Pour R = 8 mm, la zone Z3 n'est d'ailleurs pas identifiable, car elle se forme à un stade avancé de

l'essai pour lequel la zone Z2 est déjà très étendue et se confond avec Z3.



(a) Écoulement de la matière dans deux plans de coupe.

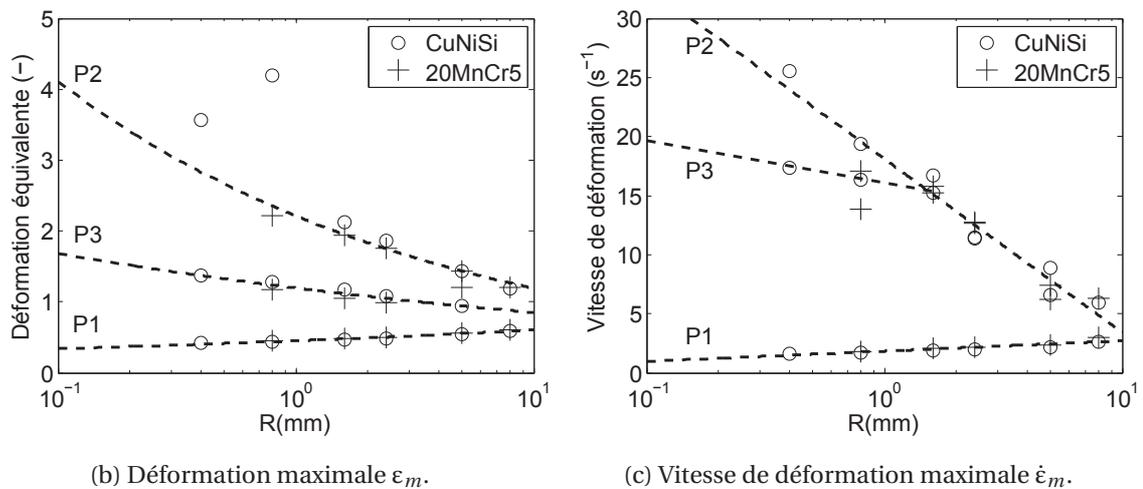
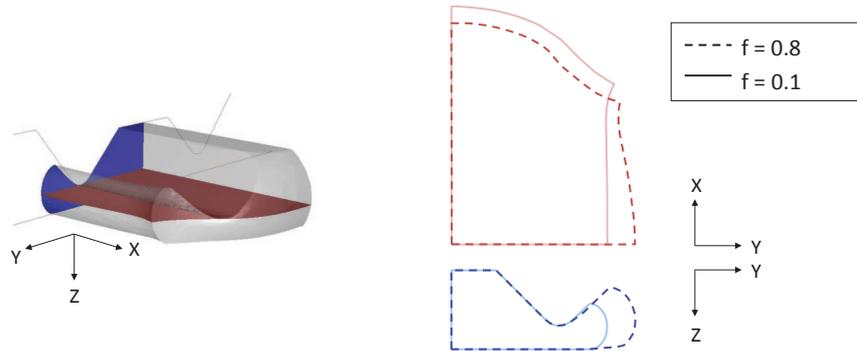


FIGURE 3.17 – Influence du paramètre R sur l'écoulement de la matière et sur la réponse mécanique de l'essai aux trois particules.

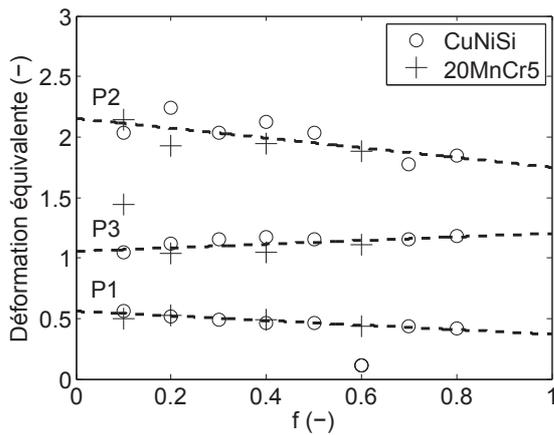
Influence du coefficient de frottement f Par définition, le frottement s'oppose au déplacement de la matière entre deux surfaces en contact. Cette influence du paramètre f sur l'écoulement de la matière est confirmée par la comparaison des contours de deux éprouvettes testées pour $f = 0.1$ et $f = 0.8$ en figure 3.18a. Lorsque f augmente, la largeur de l'éprouvette (sur Y) augmente alors que sa longueur (sur X) diminue, ce qui implique une réduction de la surface de contact.

La modification de l'écoulement de la matière par f impacte inévitablement les champs de déformation et de vitesse de déformation (figures 3.18b et 3.18c). Pour la particule P1, une augmentation du frottement implique une diminution de ϵ_m et de $\dot{\epsilon}_m$ de 23 %. Tant que f est inférieur à 0.4, les vitesses de déformation des particules P2 et P3 sont identiques et ne montrent pas de sensibilité au frottement. Au-delà de $f = 0.4$, une augmentation du coefficient engendre une diminution de $\dot{\epsilon}_m$, particulièrement en P3. Enfin, lorsque f augmente ϵ_m diminue en P2 et augmente en P3 d'environ 10 %.

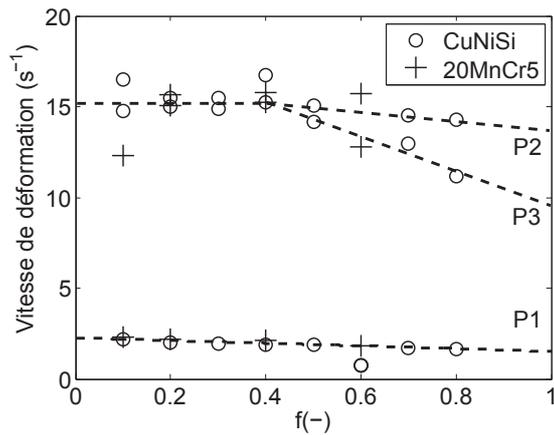
La sensibilité prononcée de la géométrie finale de l'éprouvette au coefficient de frottement accorde au TEFF un potentiel complémentaire de caractérisation tribologique. Ce point sera discuté en section 3.4.3.



(a) Écoulement de la matière dans deux plans de coupe.



(b) Déformation maximale ϵ_m .



(c) Vitesse de déformation maximale $\dot{\epsilon}_m$.

FIGURE 3.18 – Influence du paramètre f sur l'écoulement de la matière et sur la réponse mécanique de l'essai aux trois particules.

Synthèse de l'analyse

Cette analyse a permis de caractériser l'influence des paramètres géométriques R et α et du paramètre de frottement f sur la réponse mécanique de l'essai, et plus particulièrement des zones critiques susceptibles de fissurer.

Il a été mis en évidence que le rayon R est le paramètre ayant le plus d'influence sur les déformations et sur les vitesses de déformation caractéristiques des trois zones critiques. Pour R variant de 0.4 à 8 mm, les déformations diminuent de 66 % dans la zone Z2 et augmentent de 40 % dans la zone Z1. L'angle α a essentiellement une influence sur l'aire de contact avec les outillages. Le contact entre la matière qui s'écoule le long de la nervure et la matrice supérieure est, soit continu pour $\alpha \leq 30^\circ$, soit absent pour $\alpha \geq 60^\circ$. Le dernier paramètre f bien qu'influent sur ϵ et $\dot{\epsilon}$ n'est pas une donnée expérimentale, mais plutôt une inconnue. Il ne doit pas être considéré comme un paramètre de réglage d'un essai TEFF.

Par ailleurs, les paramètres géométriques h , β et L ont une influence sur la distribution du volume de matière au cours de l'essai. Dans la mesure où ces paramètres définissent le volume entre les deux nervures de la matrice inférieure, ils définissent indirectement le volume qui s'écoule au-delà des nervures. Or, l'analyse a montré avec le paramètre R que plus ce volume de matière au-delà des nervures est réduit et plus les gammes (ϵ , $\dot{\epsilon}$) se réduisent. Enfin, il est évident que la vitesse de déplacement de la matrice inférieure est le paramètre pilote de $\dot{\epsilon}$.

Dans les conditions fixées par le modèle de référence et rappelées en tableau 3.19b, les gammes de déformation et de vitesse de déformation obtenues en faisant varier R de 0.4 mm à 8 mm et α de 30° à 60° sont celles représentées en figure 3.19a.

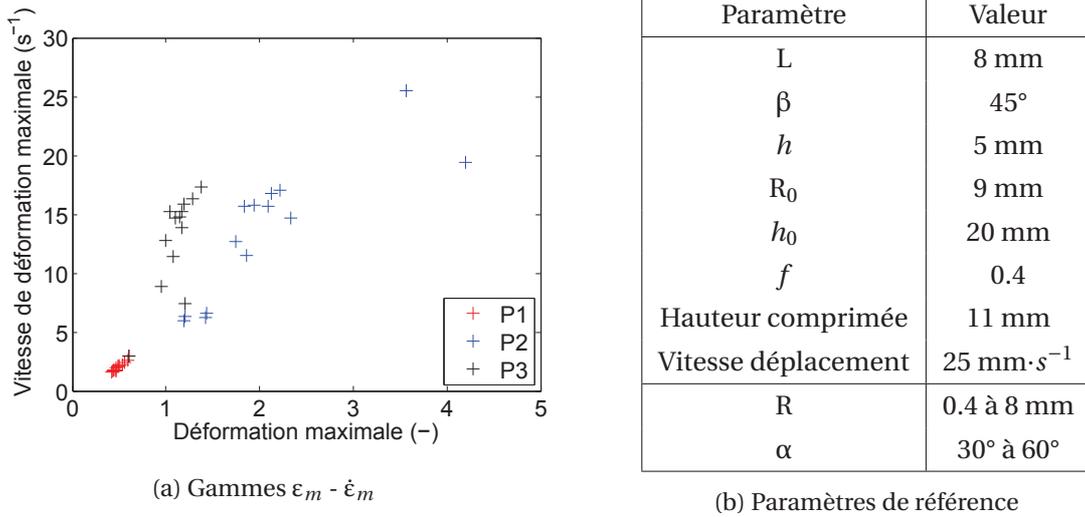


FIGURE 3.19 – Gammes de déformations maximales et de vitesses de déformation maximales obtenues relatives aux zones trois zones critiques, dans les conditions du modèle de référence.

3.3.4 Analyse des états de contrainte

Cette analyse a pour but d'identifier les orientations et les modes de fissuration (rappelés en section 3.2) des fissures susceptibles d'apparaître dans les trois zones critiques précédemment identifiées. Elle repose sur un post-traitement des résultats numériques du modèle de référence, et s'appuie sur les données relevées aux particules (P1, P2 et P3).

La méthode employée consiste à déterminer, à chaque incrément, un plan dans lequel la contrainte normale calculée à la particule est maximale. Pour ce faire, une procédure automatisée calcule le vecteur contrainte $\vec{\Phi}$ s'exerçant sur un plan de normale unitaire \vec{n} passant par la particule P_i en fonction du tenseur des contraintes de Cauchy $[\sigma]$, selon l'équation 3.4. La normale initialement considérée \vec{n}^* est portée par l'axe du repère orthonormé (X, Y, Z) en direction sortante de la matière au point étudié. Ensuite, cette normale est pivotée autour des deux autres axes du repère simultanément. Par exemple, une normale initialement portée par l'axe X est soumise à des rotations autour des axes Y et Z. Les trois composantes du vecteur normal pivoté \vec{n} sont déduites de l'équation 3.5. La matrice de rotation R_θ s'exprime en fonction des matrices de rotation $R_z(\theta_z)$, $R_y(\theta_y)$ et $R_x(\theta_x)$ autour des axes Z, Y et X selon les angles θ_z , θ_y et θ_x respectivement, définies en équation 3.6.

$$\vec{\Phi}(P_i, \vec{n}) = [\sigma(P_i)] \cdot \vec{n} \quad (3.4)$$

$$\vec{n} = R_\theta \cdot \vec{n}^* \quad \text{avec} \quad R_\theta = R_z(\theta_z) \cdot R_y(\theta_y) \cdot R_x(\theta_x) \quad (3.5)$$

où

$$R_z(\theta_z) = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos(\theta_z) & -\sin(\theta_z) \\ 0 & \sin(\theta_z) & \cos(\theta_z) \end{pmatrix}, \quad R_y(\theta_y) = \begin{pmatrix} \cos(\theta_y) & 0 & \sin(\theta_y) \\ 0 & 1 & 0 \\ -\sin(\theta_y) & 0 & \cos(\theta_y) \end{pmatrix}, \quad (3.6)$$

$$R_x(\theta_x) = \begin{pmatrix} \cos(\theta_x) & -\sin(\theta_x) & 0 \\ \sin(\theta_x) & \cos(\theta_x) & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

La contrainte normale σ_n relative au plan de normale \vec{n} est définie par l'équation 3.7, et le vecteur contrainte tangentielle $\vec{\tau}$ par l'équation 3.8.

$$\sigma_n = \vec{\Phi}(P_i, \vec{n}) \cdot \vec{n} \quad (3.7)$$

$$\vec{\tau} = \vec{\Phi}(P_i, \vec{n}) - \sigma_n \cdot \vec{n} \quad (3.8)$$

La procédure recherche alors l'orientation du plan (avec une précision de 2°) pour laquelle la valeur absolue de la contrainte normale est maximale. Une seule condition est imposée à cette recherche : le plan ne peut pas pivoter de plus de 90° autour d'un axe entre deux incréments.

Les résultats de la procédure appliquée à la particule P1 sont tracés en figure 3.20. En ce point de mesure, la normale initiale \vec{n}^* correspond à l'axe Y, et d'après le graphique 3.20a une rotation de $\theta_z = 90^\circ$ permet d'obtenir la contrainte normale maximale tout au long de l'essai. Pour une meilleure visualisation du résultat le plan pivoté est représenté en figure 3.20c. Le graphique 3.20b présente les contraintes normales et de cisaillement projetées sur ce plan pour les deux alliages CuNiSi(I) et 20MnCr5. On constate que les contraintes de cisaillement sont effectivement très faibles. La particule P1 est donc soumise essentiellement à une contrainte de traction (confirmée par une contrainte principale σ_1 positive) suivant l'axe X. En conséquence, il peut être conclu que la zone Z1 est sujette à une fissuration de mode I.

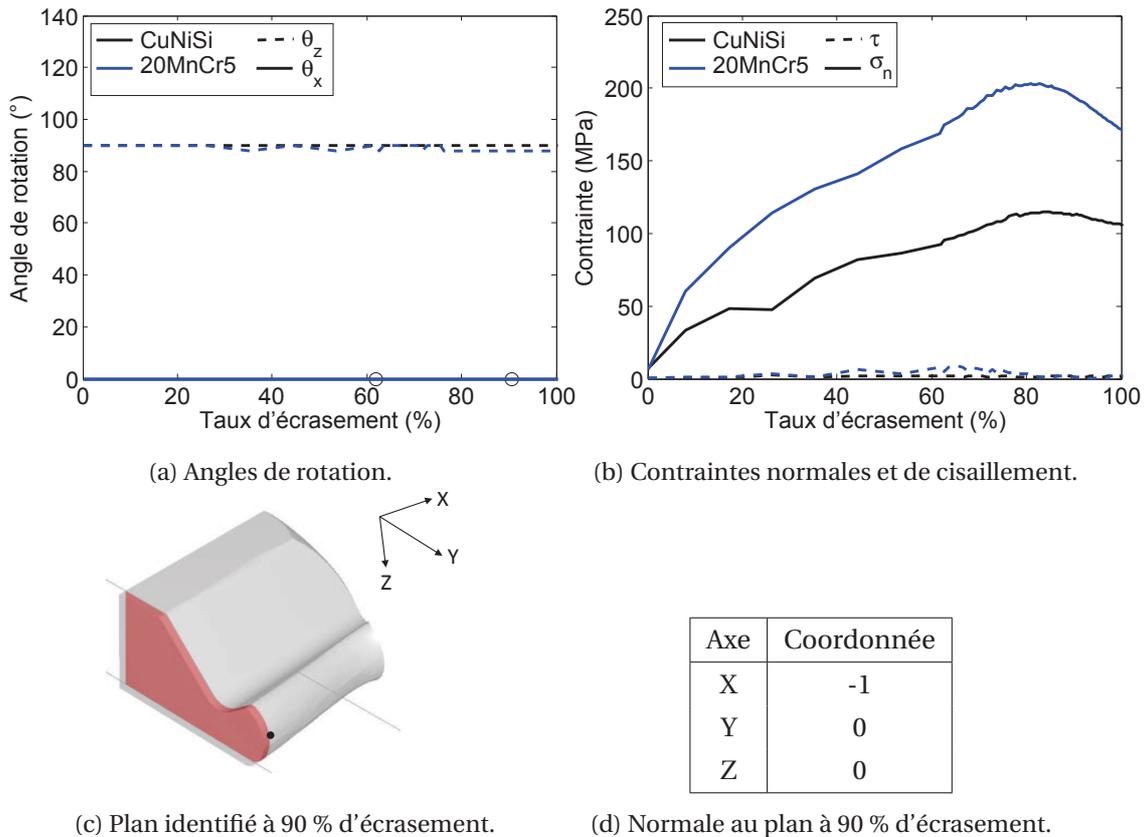
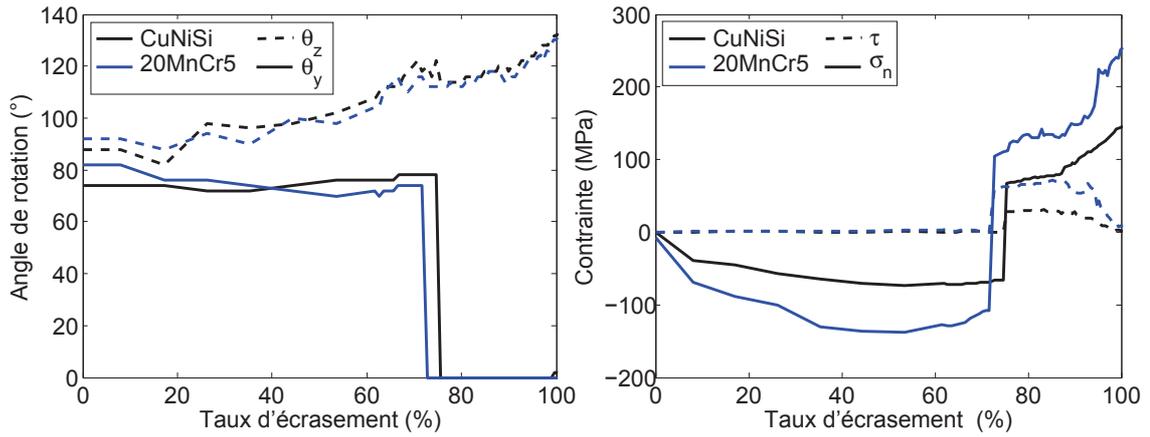


FIGURE 3.20 – Description du plan dans lequel la contrainte normale en P1 est maximale.

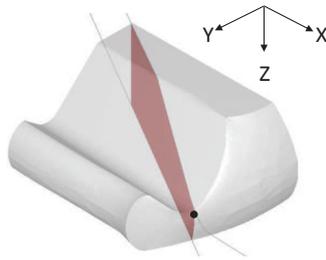
Pour la particule P2, deux plans principaux sont identifiés. Le premier plan de 0 % à 75.5 % d'écrasement présente uniquement une contrainte de compression qui ne permet pas d'ouvrir d'une fissure. Au-delà de 75.5 % d'écrasement, le vecteur contrainte est composé d'une contrainte normale de traction et d'une contrainte de cisaillement principalement en Z. Le plan correspondant est illustré en figure 3.21c et sa normale est indiquée en tableau 3.21d. Ces résultats permettent de conclure que pour un taux d'écrasement élevé, une fissure en mode combinée I + III pourrait s'ouvrir dans la zone Z2. L'évolution de l'angle de rotation θ_z en figure 3.21a est continue au cours de l'essai et semblable pour les deux plans, elle traduit le fait que la surface de l'éprouvette dans la zone Z2 adopte au fur et à mesure une forme convexe. On remarquera également que l'instant de transition entre les deux plans coïncide avec le démarrage de l'étape 4 de l'essai, à savoir l'écoulement latéral de la matière.

Les résultats de la particule P3 sont comparables à ceux de la particule P2. Deux plans de coupe principaux sont identifiés pour deux intervalles de taux d'écrasement (figure 3.22a). Dans le pre-



(a) Angles de rotation.

(b) Contraintes normales et de cisaillement.



(c) Plan identifié à 90 % d'écrasement.

Axe	Coordonnée
X	-0.5000
Y	0.8660
Z	0

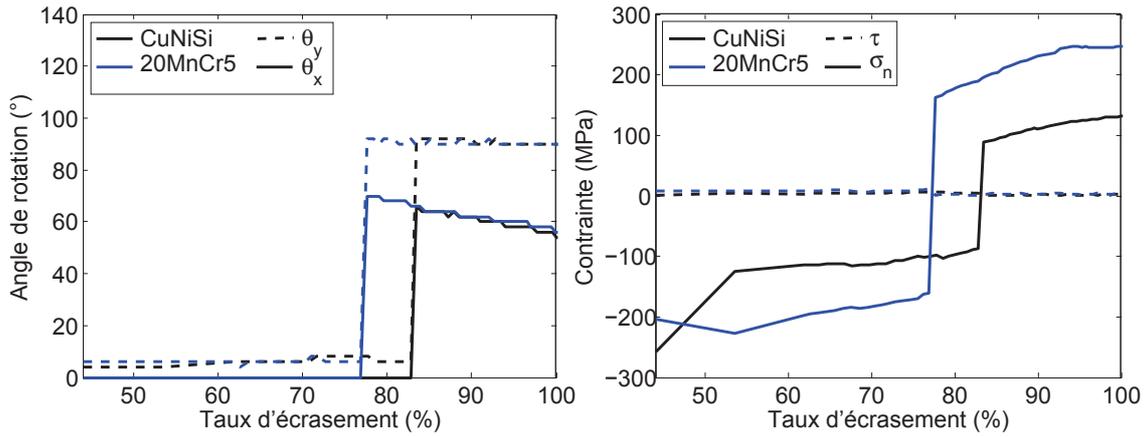
(d) Normale au plan à 90 % d'écrasement.

FIGURE 3.21 – Description du plan dans lequel la contrainte normale en P2 est maximale.

mier plan, la contrainte normale étant négative, aucune fissure n'est prédite. Dans le second plan illustré en figure 3.22c à 90 % d'écrasement, seule une contrainte normale de traction agit, pouvant déclencher une ouverture de fissure en mode I. Il est intéressant de remarquer que le plan de fissuration identifié en P3 est semblable à celui de la particule P2, ce qui accentue la suggestion faite dès la section 3.3.3 qui est que le comportement dans la zone Z2 influe sur celui de la zone Z3.

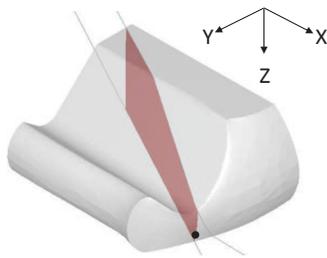
L'instant de transition entre les deux plans de coupe principaux des particules P2 et P3 dépend des paramètres d'essai. En effet, les figures 3.21 et 3.22 montrent une transition pour des taux d'écrasement légèrement différents en fonction du matériau étudié. Cela révèle une dépendance de la réponse de l'essai à l'état de contrainte dans l'éprouvette.

En résumé, l'analyse du modèle numérique prévoit la propagation de fissures en modes I ou I + III dans les trois zones critiques identifiées. Une fissure dans la zone Z1 serait assurément de mode I. Dans les zones Z2 et Z3, aucune fissuration n'est prédite avant un taux d'écrasement de 70 % pour le modèle de référence. La zone Z2 fissurerait en mode combiné I + III, alors que pour la zone Z3 se serait un mode I.



(a) Angles de rotation.

(b) Contraintes normales et de cisaillement.



(c) Plan identifié à 90 % d'écrasement.

Axe	Coordonnée
X	0.4695
Y	-0.8829
Z	0

(d) Normale au plan à 90 % d'écrasement.

FIGURE 3.22 – Description du plan dans lequel la contrainte normale en P3 est maximale.

3.4 Discussion

3.4.1 Représentativité des conditions d'un procédé de forgeage

Les illustrations en figure 3.23 représentent le déplacement de la matière au cœur d'une éprouvette TEFF, sur un plan de coupe placé à 8 mm du plan de symétrie de normale X, pour deux taux d'écrasement. Pour une meilleure lecture, le déplacement selon l'axe X est affiché dans le plan de coupe en plus du vecteur de déplacement. Il apparaît clairement que le déplacement de la matière est triaxial. Une fois l'intervalle entre les deux nervures rempli, la matière qui s'y trouve montre un faible déplacement. En revanche, le reste de la matière s'écoule latéralement et remonte le long des nervures. Cet écoulement est caractéristique d'une opération de matriçage pendant laquelle la matière remplit les gravures des matrices [Ozturk et al., 2016], ou encore d'une opération de forgeage libre.

Les zones susceptibles de fissurer ont trois chemins de déformation que l'on peut rencontrer dans les opérations de forgeage :

- La matière se trouve sur une surface libre du début à la fin du procédé (zone Z1);
- La matière vient au contact d'un outillage au cours du procédé (zone Z2);
- Le chemin de déformation de la matière dépend de la géométrie de l'outillage (zone Z3).

Ces zones identifiées sur l'éprouvette TEFF peuvent être mises en corrélation avec certaines zones créées lors d'opérations de matriçage ou de forgeage libre. La zone Z1, située sur une surface libre, fait partie de la matière qui s'écoule latéralement comme pour remplir une gravure de matrice ou pour former une bavure. Il est à noter que les fissures dans les bavures peuvent être tout aussi néfastes pour la pièce formée, car il est possible qu'elles s'y propagent. Les zones Z2 et Z3 sont comparables à toute surface libre ou de contact fortement sollicitée mécaniquement.

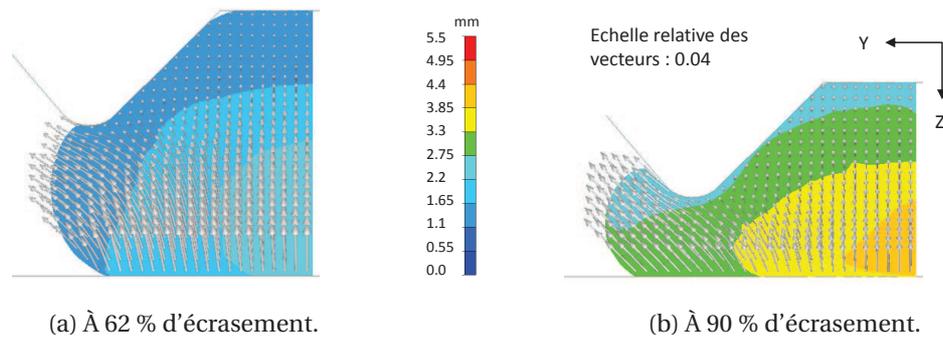


FIGURE 3.23 – Déplacement de la matière dans un plan de coupe, les vecteurs indiquent le déplacement global alors que le déplacement en X est précisé par les isovalues.

Les modes de fissuration prédits par une analyse du tenseur des contraintes de Cauchy sont de type I ou I+III. Il s'agit des modes fréquemment rencontrés en mise en forme de pièces massives. De plus, la procédure d'identification des paramètres expérimentaux, décrite ci-après, vise autant que possible à reproduire les conditions d'une opération de forgeage aussi bien du point de vue microstructural que mécanique.

3.4.2 Procédure expérimentale d'un essai TEFF

Le TEFF entre dans la catégorie des essais de formabilité dédiés au forgeage, au même titre que l'essai de compression avec poinçon. Leur procédure expérimentale diffère de celle des essais simples de formabilité dans le sens où les limites recherchées ne sont pas les déformations à rupture mais les conditions de déformation à rupture.

La procédure expérimentale est décrite en figure 3.24. La première étape consiste à analyser les sollicitations mécaniques du procédé industriel de forgeage étudié. L'objectif est d'en extraire les gammes de déformations et de vitesses de déformation caractéristiques du procédé, ainsi que d'analyser les chemins de déformation et l'état de contrainte de la matière. Les paramètres expérimentaux sont ensuite ajustés afin de reproduire une ou plusieurs des grandeurs caractéristiques extraites du procédé. Les dimensions de l'éprouvette sont définies en fonction de la matière industrielle dédiée au procédé souvent issue de barres filées. Les paramètres β et L sont choisis de façon à respecter les conditions de contact initial; R et α sont identifiés à l'aide des résultats de l'analyse des zones critiques; la hauteur comprimée, la vitesse de déplacement et h sont ajustées numériquement. Les conditions limites au seuil de fissuration sont recherchées. Il peut s'agir de la température, du matériau, de la vitesse de déplacement ou du lubrifiant. Les essais sont conduits en faisant varier ces conditions puis les éprouvettes sont examinées pour détecter la présence de fissure. En cas d'absence de fissure, les conditions expérimentales sont jugées valides. Cette procédure sera mise en application dans le chapitre suivant.

Les grandeurs caractéristiques reproductibles par le TEFF peuvent être les déformations, les vitesses de déformations, le rapport surface libre sur surface en contact, ou encore la vitesse de déplacement de la matière et la contrainte principale σ_1 . Les essais TEFF peuvent être utilisés pour comparer qualitativement des lubrifiants ou des matériaux, mais aussi pour identifier les conditions limites de formage en terme de température et de vitesse de déformation.

De façon similaire à un diagramme $\epsilon_1 - \epsilon_2$ présenté en section 3.2.1, les résultats du TEFF peuvent être reportés dans un espace $T - \dot{\epsilon}$ ou $T - V$ pour définir les limites de formabilité du matériau associé à un procédé. Les conditions de déformation (déformation maximale et chemin de déformation) étant différentes en chacune des zones critiques, une analyse des résultats par zone peut être proposée. Cette méthode est d'autant plus intéressante pour étudier séparément les différents modes de fissuration susceptibles de se produire dans l'éprouvette.

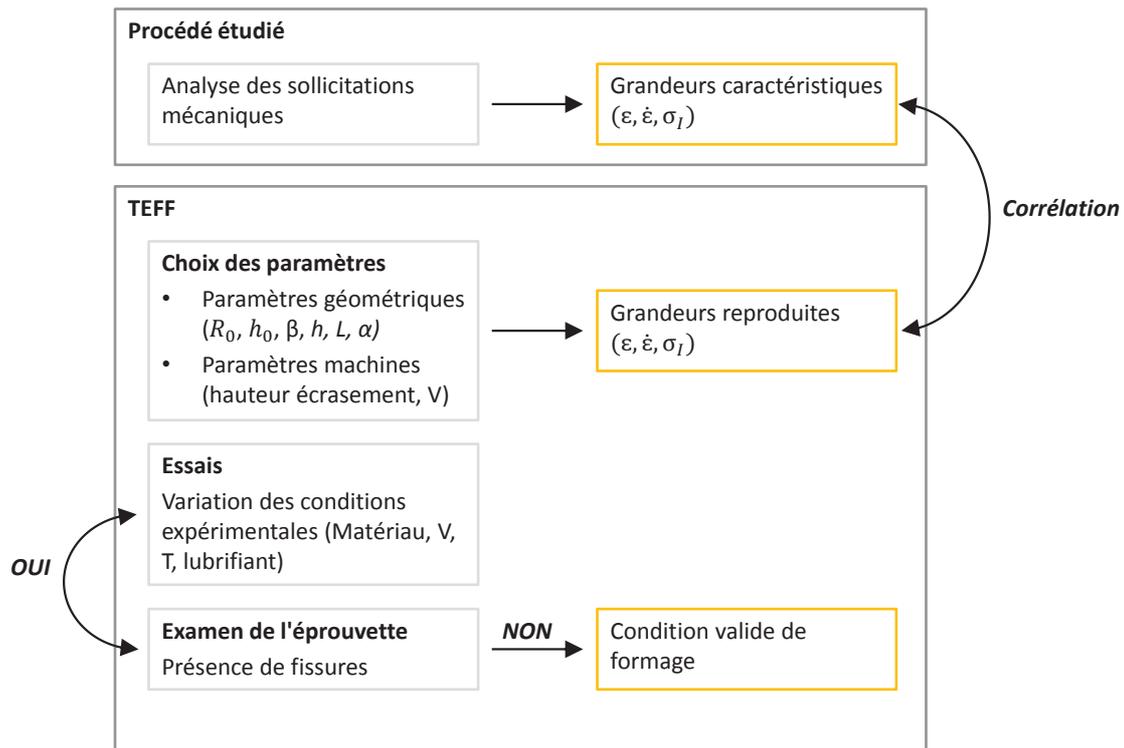


FIGURE 3.24 – Procédure expérimentale des essais TEFF.

3.4.3 Caractérisation tribologique

L'étude de sensibilité du TEFF a démontré une forte sensibilité de la géométrie finale de l'éprouvette au paramètre de frottement f . Cette caractéristique est intéressante d'un point de vue tribologique.

L'essai T-Shape, tel que décrit par Taureza et al. [2012], est un essai de forgeage en T. Il permet d'estimer par méthode inverse la valeur du coefficient de frottement, à l'aide de simulations numériques et de mesures sur l'éprouvette déformée. Il est donc possible d'appliquer cette même méthode au TEFF pour identifier le coefficient de frottement relatif au contact entre l'éprouvette et les matrices.

Les dimensions fortement dépendantes au frottement sont : la longueur en X, la largeur en Y et également la hauteur au-delà de la nervure en Z. Le choix de la dimension qui permettrait d'estimer f doit tenir compte des conditions d'accessibilité de la mesure. Expérimentalement, toutes ces mesures sont réalisables par pied à coulisse, mais seraient d'une faible précision, ou à l'aide d'un profilomètre laser 3D sans préparation au préalable des échantillons. Le choix s'est porté sur une mesure de hauteur, restreinte à la dimension e indiquée en figure 3.25a. Cette dernière se définit comme la différence de hauteur (en Z) entre la pointe de la remontée de matière et le creux de la nervure. Numériquement, cette dimension est simple d'accès. La figure 3.25b représente l'évolution de sa valeur maximale e_{max} au cours de l'essai en fonction de f et du matériau pour le modèle numérique de référence. Cette figure confirme la sensibilité de e_{max} à f et montre que, sous des conditions expérimentales semblables, deux matériaux distincts donnent une réponse proche (écoulement légèrement différent) dans un intervalle d'erreur de ± 0.1 mm.

Une spécificité du TEFF est de reproduire fidèlement les conditions industrielles de contact entre la matière déformée et les matrices (lubrifiant, températures, matériaux). Ainsi, les coefficients de frottement expérimentaux et industriels sont comparables. La valeur expérimentale identifiée par abaque (figure 3.25b) est donc transposable au procédé industriel. Cette méthode présente l'avantage d'approcher le coefficient de frottement en amont d'essais de caractérisation tribologique qui seraient nécessaires pour alimenter les modèles numériques du procédé de mise

en forme et de l'essai.

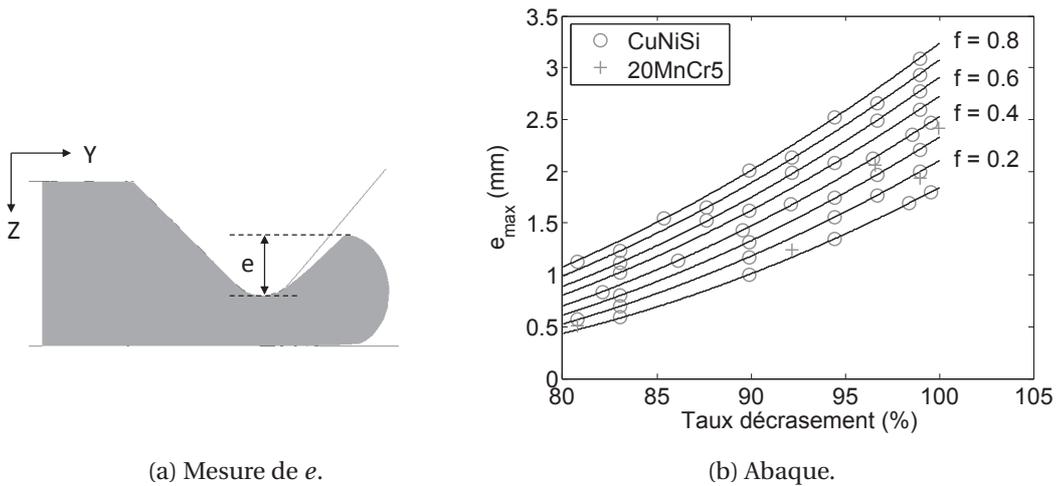


FIGURE 3.25 – Abaque permettant d'estimer le coefficient de frottement f par la mesure de la différence maximale de hauteur e_{max} .

3.5 Conclusion

La première partie de ce chapitre présente une étude bibliographique sur les différents outils d'identification des conditions limites de formabilité. Cette étude a mis en évidence la dépendance de la formabilité d'un matériau aux conditions de déformation. Tout comme la déformation, la vitesse de déformation et la température, l'état de contrainte et le trajet de déformation caractérisent ces conditions. Les grandeurs utilisées pour tenir compte de ces deux derniers paramètres sont généralement le taux de triaxialité et les paramètres de Lode. La plupart des outils développés pour l'étude de la formabilité des produits massifs visent à déterminer la déformation à rupture d'un matériau, mais ne permettent généralement pas la prise en compte de l'ensemble des paramètres de déformation.

Un nouvel essai de formabilité, nommé TEFF, dédié à l'étude des procédés de forgeage est proposé en deuxième partie de ce chapitre. Il permet de reproduire les sollicitations mécaniques rencontrées dans ce type de procédé. Son objectif est d'identifier les conditions limites de formabilité associées à un couple matériau-procédé. L'essai consiste à comprimer une éprouvette cylindrique entre une matrice plane et une matrice de géométrie particulière. Trois zones susceptibles de fissurer sont identifiées et analysées. Leur sensibilité aux variations des paramètres géométriques de la matrice montre le potentiel de l'essai en matière de gamme de déformation et de vitesse de déformation. Pour un modèle de référence qui considère une hauteur de compression de 11 mm et une vitesse de déplacement de $25 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$, les valeurs maximales mesurées dans les zones critiques sont comprises entre 0.4 et 4.2 pour la déformation et entre 1.6 et 25.5 pour les vitesses de déformations. Cette analyse montre également que les trajets de déformation suivis par la matière sont caractéristiques d'un procédé de forgeage. L'analyse des états de contrainte dans ces mêmes zones critiques prédit l'ouverture des fissures en mode I et en mode combiné I+III.

Dans le cadre de la recherche de la température limite de formabilité de la griffe de jonction, ce nouvel essai est pleinement adapté. Il est donc mis en application dans le chapitre suivant.

3.6 Références

- Bai, Y. et T. Wierzbicki. 2008, «A new model of metal plasticity and fracture with pressure and lode dependence», *International Journal of Plasticity*, vol. 24, n° 6, p. 1071 – 1096, ISSN 0749-6419.
- Bai, Y. et T. Wierzbicki. 2015, «A comparative study of three groups of ductile fracture loci in the 3d space», *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 135, p. 147 – 167, ISSN 0013-7944.
- Bao, Y. et T. Wierzbicki. 2004, «On fracture locus in the equivalent strain and stress triaxiality space», *International Journal of Mechanical Sciences*, vol. 46, n° 1, p. 81 – 98, ISSN 0020-7403.
- Bariani, P., S. Bruschi, A. Ghiotti et M. Simionato. 2011, «Ductile fracture prediction in cold forging process chains», *{CIRP} Annals - Manufacturing Technology*, vol. 60, n° 1, p. 287 – 290, ISSN 0007-8506.
- Bay, N. et T. Wanheim. 1990, «Contact phenomena under bulk plastic deformation conditions», *Advanced Technology of Plasticity*, vol. 4, p. 1677–1688.
- Bourgeon, L. 2009, *Etude et modélisation des mécanismes d'endommagement en forge à froid*, Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- Cao, T.-S., A. Gaillac, P. Montmitonnet et P.-O. Bouchard. 2013, «Identification methodology and comparison of phenomenological ductile damage models via hybrid numerical-experimental analysis of fracture experiments conducted on a zirconium alloy», *International Journal of Solids and Structures*, vol. 50, n° 24, p. 3984 – 3999, ISSN 0020-7683.
- Daouben, E. 2009, *Compréhension des mécanismes d'endommagement en surface des outils de forge à chaud : effets des lubrifiants*, Thèse de doctorat, Université de Valenciennes.
- Dieter, G. E. 1996, *Metals handbook*, vol. 14. Forming and forging, ASM International.
- Dubois, A. 1995, *Essai de compression-traction : contribution à l'identification des lois de comportement surfaciques et volumiques*, Thèse de doctorat, Université de Valenciennes et du Hainaut - Cambrésis.
- Emmens, W. C. 2011, *Formability : A Review of Parameters and Processes that Control, Limit or Enhance the Formability of Sheet Metal*, Springer.
- Gao, X., T. Zhang, M. Hayden et C. Roe. 2009, «Effects of the stress state on plasticity and ductile failure of an aluminum 5083 alloy», *International Journal of Plasticity*, vol. 25, n° 12, p. 2366 – 2382, ISSN 0749-6419.
- Gouveia, B., J. Rodrigues et P. Martins. 2000, «Ductile fracture in metalworking : experimental and theoretical research», *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 101, n° 1 - 3, p. 52 – 63, ISSN 0924-0136.
- Hari-krishna, C., M. Davidson et C. Nagaraju. 2014, «Utilization of workability criteria to improve the formability of the deformed truncated billets in simple upsetting», *Procedia Materials Science*, vol. 5, p. 1392 – 1397, ISSN 2211-8128. International Conference on Advances in Manufacturing and Materials Engineering, {ICAMME} 2014.
- Kakimoto, H. et T. Arikawa. 2014, «Prediction of surface crack in hot forging by numerical simulation», *Procedia Engineering*, vol. 81, p. 474 – 479, ISSN 1877-7058. 11th International Conference on Technology of Plasticity, {ICTP} 2014, 19-24 October 2014, Nagoya Congress Center, Nagoya, Japan.

- Khan, A. S. et H. Liu. 2012, «Strain rate and temperature dependent fracture criteria for isotropic and anisotropic metals», *International Journal of Plasticity*, vol. 37, p. 1 – 15, ISSN 0749-6419.
- Kiliclar, Y., O. Demir, M. Engelhardt, M. Rozgić, I. Vladimirov, S. Wulfinghoff, C. Weddeling, S. Gies, C. Klose, S. Reese, A. Tekkaya, H. Maier et M. Stiemer. 2016, «Experimental and numerical investigation of increased formability in combined quasi-static and high-speed forming processes», *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 237, p. 254 – 269, ISSN 0924-0136.
- Lemaitre, J. 1985, «A continuous damage mechanics model for ductile fracture», *Journal of Engineering Materials and Technology*, vol. 107, p. 83–89.
- Luri, R., J. Fuertes, C. Luis, D. Salcedo, I. Puertas et J. León. 2016, «Experimental modelling of critical damage obtained in al-mg and al-mn alloys for both annealed state and previously deformed by {ECAP}», *Materials & Design*, vol. 90, p. 881 – 890, ISSN 0264-1275.
- Martins, P., N. Bay, A. Tekkaya et A. Atkins. 2014, «Characterization of fracture loci in metal forming», *International Journal of Mechanical Sciences*, vol. 83, p. 112 – 123, ISSN 0020-7403.
- Montheillet, F. et L. Briottet. 2009, «Endommagement et ductilité en mise en forme», Cahier de recherche, Techniques de l'Ingénieur.
- Ozturk, M., S. Kocaoglan et F. O. Sonmez. 2016, «Concurrent design and process optimization of forging», *Computers & Structures*, vol. 167, p. 24 – 36, ISSN 0045-7949.
- Parsa, M., M. Ahmadabadi, H. Shirazi, B. Poorganji et P. Pournia. 2008, «Evaluation of microstructure change and hot workability of high nickel high strength steel using wedge test», *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 199, n° 1 - 3, p. 304 – 313, ISSN 0924-0136.
- Puchi-Cabrera, E., J. Guérin, M. Dubar, M. Staia, J. Lesage et D. Chicot. 2014, «Constitutive description for the design of hot-working operations of a 20mncr5 steel grade», *Materials and Design*, vol. 62, p. 255–264.
- Raj, R. 1981, «Development of a processing map for use in warm-forming and hot-forming processes», *Metallurgical Transactions A*, vol. 12A, p. 1089 – 1097.
- Silva, C., L. Alves, C. Nielsen, A. Atkins et P. Martins. 2015, «Failure by fracture in bulk metal forming», *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 215, p. 287 – 298, ISSN 0924-0136.
- Suresh, K., K. Rao, Y. Prasad, N. Hort et K. Kainer. 2014, «Study of hot forging behavior of as-cast mg-3al-1zn-2ca alloy towards optimization of its hot workability», *Materials & Design*, vol. 57, p. 697 – 704, ISSN 0261-3069.
- Taureza, M., S. Castagne, Y. A. u lan et S. C. V. Lim. 2012, «The influence of die geometry and work-piece mechanical properties in t-shape friction test», *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 212, n° 11, p. 2413 – 2423, ISSN 0924-0136.
- Tvergaard, V. et A. Needleman. 1984, «Analysis of the cup-cone fracture in a round tensile bar», *Acta Metallurgica*, vol. 32, n° 1, p. 157 – 169, ISSN 0001-6160.
- Wierzbicki, T., Y. Bao, Y. Lee et Y. Bai. 2005, «Calibration and evaluation of seven fracture models», *International Journal of Mechanical Sciences*, vol. 47, n° 4 - 5, p. 719 – 743, ISSN 0020-7403.
- Zhang, Y., P. Liu, B.-H. Tian, Y. Liu, R.-Q. Li et Q.-Q. Xu. 2013, «Hot deformation behavior and processing map of cunisp alloy», *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 23, n° 8, p. 2341 – 2347, ISSN 1003-6326.

Formabilité d'un alliage Cu-Ni-Si pour la mise en forme d'une griffe de jonction.

Sommaire

4.1 Introduction	99
4.2 Procédé industriel de fabrication d'une griffe de jonction	99
4.2.1 Problématique de la griffe de jonction	99
4.2.2 Procédé industriel de mise en forme	100
4.2.3 Développement d'un modèle numérique de référence	105
4.3 Étude de formabilité de l'alliage CuNiSi(I)	112
4.3.1 Définition des paramètres d'essai TEFF	112
4.3.2 Résultats expérimentaux	114
4.4 Conclusion	122
4.5 Références	123

4.1 Introduction

Dans une démarche d'optimisation des procédés de mise en forme des connecteurs de caténaire, la connaissance des conditions limites de formabilité de l'alliage CuNiSi(I) est essentielle. Pour cela, le nouvel essai de formabilité développé en chapitre 3 est exploité. L'étude est conduite sur une pièce de référence. Il s'agit de la griffe de jonction mise en forme par matricage.

La première partie de ce chapitre présente le procédé industriel de fabrication de la griffe de jonction. Après avoir exposé les problématiques liées à cette pièce, son procédé de mise en forme est décrit. À l'aide de données expérimentales recueillies sur site industriel, un modèle numérique du procédé est développé puis validé.

La campagne expérimentale TEFF fait l'objet de la seconde partie de ce chapitre. Les paramètres expérimentaux sont identifiés après analyse des sollicitations mécaniques induites par le procédé. Les résultats expérimentaux sont ensuite discutés. Les observations de l'écoulement de la matière et de l'ouverture des fissures sont confrontées aux prédictions numériques formulées en chapitre 3. Enfin, la recherche des conditions limites de formabilité de l'alliage est présentée.

4.2 Procédé industriel de fabrication d'une griffe de jonction

4.2.1 Problématique de la griffe de jonction

La griffe de jonction est sollicitée dans des cas de remplacement de sections de fils de contact lorsque celui-ci est trop usé ou rompu. En effet, la longueur d'un fil de contact étant d'environ 1.5 km, si une usure localisée du fil est détectée, il est plus avantageux de changer cette section plutôt que la totalité du fil. Sa fonction première est de maintenir bout à bout deux fils de contact pour assurer à la fois une liaison mécanique et une liaison électrique. Plus rarement, la griffe de jonction sert de renfort sur des points faibles de la ligne. Par exemple, dans les gares de nombreuses griffes de jonctions sont montées à l'endroit où les pantographes prennent ou perdent contact avec le fil.

La pièce comporte deux demi-griffes¹, un contre-fil et plusieurs couples boulons-écrous, comme représentés en figure 4.1. Le contre-fil sert à l'équilibrage de l'ensemble. La géométrie de la griffe est compatible avec toutes les géométries de fils de contact existantes. Une rainure suivie de dents permet d'emboîter la griffe dans la rainure du fil. Le serrage par les boulons engendre une déformation du fil de contact par les dents de la griffe, ce qui permet une tenue efficace de l'ensemble sous tension. Suivant l'utilisation de la griffe, les boulons sont au nombre de 6 ou de 8. Ainsi, la griffe de jonction contient au minimum 9 éléments ou 15 éléments en comptant les écrous séparément.

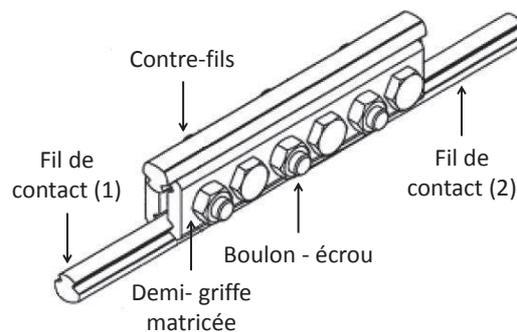
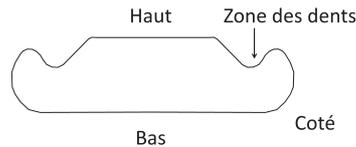


FIGURE 4.1 – Schéma d'une griffe de jonction mise en place sur une caténaire.

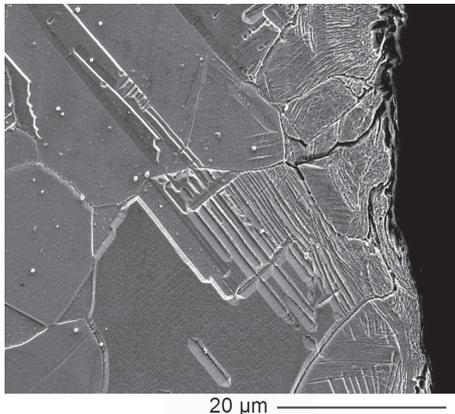
La griffe de jonction a été choisie comme pièce de référence pour ce projet, car elle nécessite à la fois une bonne résistance mécanique et une bonne conductivité électrique, mais aussi

1. Dans la suite du chapitre, par abus de langage les demi-griffes seront appelées griffe de jonction ou griffe

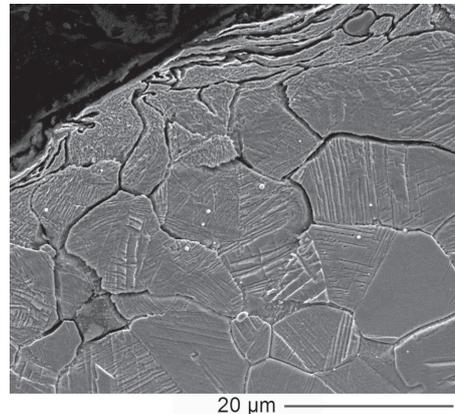
parce qu'elle regroupe un certain nombre d'insatisfactions identifiées sur les connecteurs de caténaire. La quantité d'éléments composant cette pièce rend sa pose sur caténaire difficile et contraignante, mais surtout lui confère une masse excessive qui crée un point dur lors du passage du pantographe. Il faut savoir qu'une demi-griffe pèse à elle seule en moyenne 305 g. Le procédé de fabrication des demi-griffes, qui sera décrit dans la section suivante, intègre plusieurs cycles thermiques caractéristiques d'un procédé de mise en forme d'un alliage Cu-Ni-Si, impliquant un coût énergétique et financier important. Le cahier des charges de la pièce est sévère, particulièrement au niveau des dents de serrage étant donnée leur fonction. Cependant, des défauts de type géométrique ou issus de l'endommagement en surface du matériau peuvent survenir comme le révèlent les observations MEB en figure 4.2.



(a) Zones d'observation.



(b) Coté.



(c) Zone des dents.

FIGURE 4.2 – Observations d'une coupe de griffe de jonction au MEB dans deux zones de la pièce.

La modification des différents paramètres de procédé comme les températures, les vitesses ou encore la lubrification, en vue d'atteindre l'objectif de baisse de l'impact environnemental de fabrication, aura inévitablement une influence sur la formabilité du matériau, comme expliqué en section 3.2. Les résultats obtenus avec cette pièce en matière de limites de formabilité seront transposables à d'autres connecteurs de caténaires.

4.2.2 Procédé industriel de mise en forme

Suivant la procédure expérimentale des essais TEFF en section 3.4.2, des grandeurs représentatives du procédé étudié doivent être sélectionnées pour ajuster les paramètres expérimentaux. Pour ce faire, une connaissance précise du procédé est requise afin de développer un modèle numérique de l'opération de matriçage fidèle à la réalité.

Description du procédé

La matière première de la griffe de jonction, l'alliage CuNiSi(I), est élaborée selon les étapes décrites en section 1.1.2. Elle se trouve donc à l'état solide sursaturé et sous forme de barres filées et rectifiées de diamètre 18 mm. Des lopins de 150 mm de longueur (figure 4.3a) sont débités de ces barres, mis en forme par matriçage, à une température de consigne comprise entre 800 et 830 °C,

puis directement trempés. Il s'en suit une opération à froid de détourage qui consiste à retirer les bavures formées lors du matriçage, visibles en figure 4.3b. Un revenu durcissant à 490 °C pendant 195 min est ensuite réalisé. Enfin, la pièce est grenillée afin d'améliorer son aspect surfacique puis usinée, voir figure 4.3c.

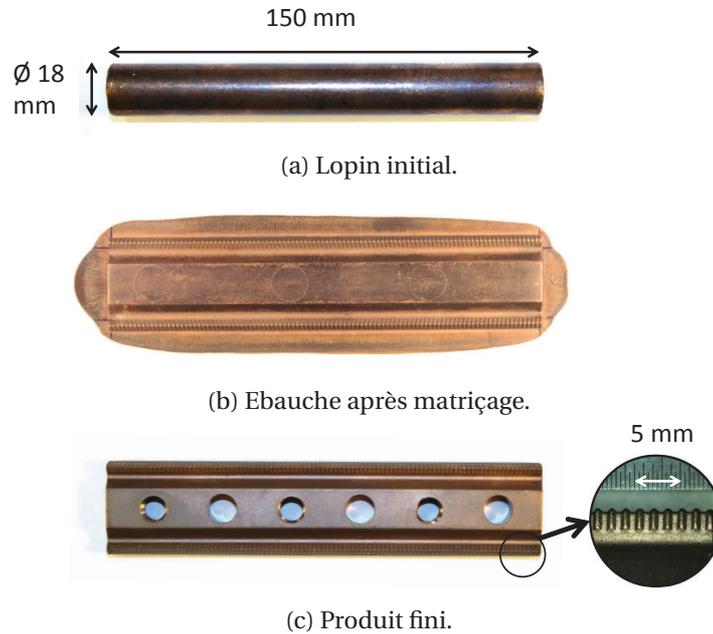


FIGURE 4.3 – Photographies de demi-griffes à différentes étapes du procédé fabrication.

L'opération de matriçage est réalisée sur une presse à vis d'une force nominale de 5300 kN. L'énergie emmagasinée dans le volant d'inertie de la presse fixe l'énergie maximale disponible pour la déformation du matériau, d'après Altan et al. [1969]. Cette énergie de frappe est un paramètre donné en pourcentage relatif de l'énergie maximale livrable par la presse. Les griffes sont formées par deux frappes consécutives consommant chacune 34 % puis 21 % d'énergie.

Les matrices sont initialement chauffées au chalumeau, comme montré en figure 4.4b mais leur température initiale ou stabilisée au cours du procédé n'est pas connue. Elles sont fabriquées en alliage X37CrMoV5.1 revenu (norme ISO/DIS 4957). Cette nuance d'acier est fortement alliée et la présence des éléments de chrome, de molybdène et de vanadium la rend très résistante aux chocs thermiques. Pour cette propriété, le X37CrMoV5 constitue souvent les outillages de forge à chaud [Lévêque, 2013]. Un lubrifiant conçu spécialement pour les procédés de forgeage à chaud est pulvérisé sur les matrices entre chaque pièce. Il s'agit d'un produit à base d'eau et dit "blanc" car dépourvu de graphite.

Ces informations sont nécessaires, mais insuffisantes à la construction d'un modèle numérique fiable du procédé de matriçage des griffes de jonction. Le manque d'informations précises sur les conditions thermiques et sur la cinétique de presse a été comblé par une campagne de mesure sur site industriel.

Campagne de mesure sur site industriel

Les mesures prises au cours de cette campagne sont la force globale, les températures du lopin et des matrices, ainsi que la vitesse de déplacement du coulisseau durant une opération de matriçage de griffes de jonction. Toutes les mesures ont été prises simultanément.

Le déplacement du coulisseau a été mesuré par un capteur laser de déplacement, de type M7L/200 BULLIER, repéré par un cercle jaune sur la figure 4.4a. Le boîtier du capteur, fixé sur le bâti de la presse, émettait un faisceau laser en direction d'une surface réfléchissante sur le coulisseau. Par méthode de triangulation, le rayon réfléchi capté par le boîtier permet de connaître la

distance séparant le boîtier à la surface réfléchissante.

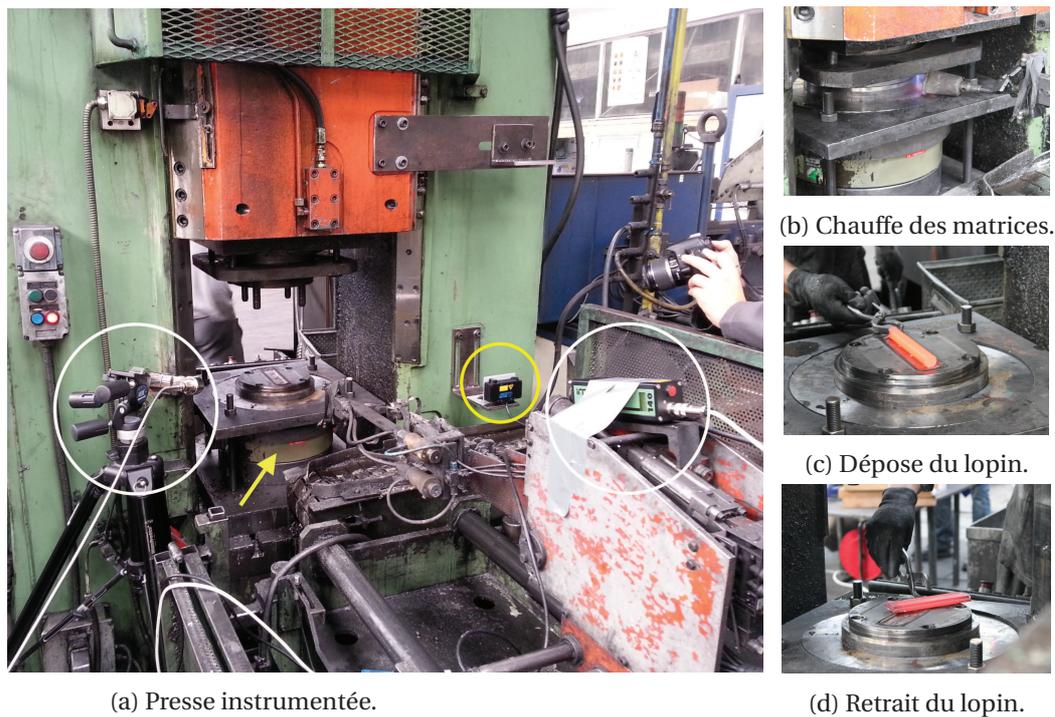


FIGURE 4.4 – Photographies de la presse et de différentes étapes du procédé de matriçage.

Pour des raisons évidentes de sécurité, le matériel de mesure choisi devait être fixé avant le démarrage du procédé et pouvoir fonctionner seul sur plusieurs cycles de matriçage. L'utilisation de thermocouples sur les lopins était donc difficile, voire impossible sans arrêt entre les cycles. Côté matrice, l'implantation de thermocouples par perçage permettrait de connaître la température sous une couche mince de la zone de contact du lopin. Cependant, une fois percée, la matrice ne peut être réintroduite dans la chaîne de production. Afin d'éviter un coût supplémentaire à ce projet, cette solution a été rejetée. Pour conclure, la pyrométrie s'est avérée être la méthode la plus appropriée à nos besoins.

La pyrométrie optique repose sur la mesure de luminance d'une surface, définie notamment par l'émissivité du matériau. Cette dernière est difficile à évaluer, car elle est sensible à de nombreux paramètres dont l'état de surface et les éventuels changements de phase du matériau, comme l'explique Chauvin [2010]. Pour les matrices, qui ne subissent pas de grande variation au cours du procédé, l'émissivité est considérée constante. Suivant cette hypothèse, un pyromètre monochromatique est adapté à la mesure de température des matrices. En revanche, l'état de surface ou microstructural du lopin peut évoluer au cours de l'opération de matriçage. Dans ce cas, l'utilisation d'un pyromètre bichromatique pour la mesure de température du lopin peut limiter les erreurs induites par des variations d'émissivité. En effet, un pyromètre bichromatique dispose de deux longueurs d'onde distinctes λ_1 et λ_2 assez proche pour considérer un rapport d'émissivité $K = \epsilon_{\lambda_1} / \epsilon_{\lambda_2}$ stable durant le procédé, et de s'affranchir de la connaissance exacte de l'émissivité. Les deux pyromètres sont repérés sur la figure 4.4a par des cercles blancs. La plage de mesure de l'appareil monochromatique est comprise entre 75 °C et 500 °C pour une longueur d'onde de 3.43 μm . Le second appareil, en mode bichromatique, est calibré pour des températures comprises entre 350 °C et 1300 °C avec les longueurs d'onde $\lambda_1 = 1.52 \mu\text{m}$ et $\lambda_2 = 1.64 \mu\text{m}$.

Concernant le paramétrage des appareils, les deux seules grandeurs à déterminer sont l'émissivité de la matrice à environ 200 °C et le rapport d'émissivité K du lopin à environ 800°C pour les bandes spectrales utilisés. Dans la littérature, l'émissivité de l'alliage X37CrMoV5.1 ϵ_λ qui compose la matrice n'a pas été précisément déterminée à cette température. Cependant, sa valeur considé-

rée est toujours comprise entre 0.7 et 0.88 [Medjedoub et al., 2014]. La sensibilité des mesures à la valeur de l'émissivité sera déterminée par la suite. Concernant l'identification du paramètre K, les données de la littérature ne permettent pas de le calculer pour la calibration utilisée. Un essai de chauffe sur le dispositif Gleeble a donc été effectué afin d'en estimer une valeur à 800°C. La mesure du pyromètre a été recalée sur la mesure du thermocouple soudé à la surface de l'échantillon CuNiSi(I). La valeur considérée a été moyennée sur l'intervalle de temps de 0-25 s, et vaut $K = 1.05$.

Par manque de moyen matériel, la mesure d'effort a été sous-traitée au CETIM.² L'encombrement de la presse restreint les possibilités d'instrumentation et justifie le choix d'une cellule d'effort acceptant une charge maximale de 5000 kN. Celle-ci a été insérée sous la matrice inférieure entre deux bagues d'ajustement, comme désigné en figure 4.4a par une flèche. Une fois le matériel mis en place, un essai préliminaire a été réalisé à 20% d'énergie maximale disponible. La force mesurée étant déjà d'environ 4600 kN, il a donc été décidé de frapper les pièces en une seule frappe par palier d'énergie allant de 5 % à 20 % maximum. Des séries de cinq pièces par niveau d'énergie ont été réalisées.

Les courbes temps-hauteur du coulisseau obtenues sont moyennées pour chaque niveau d'énergie puis tracées en figure 4.5. Bien que la course totale du coulisseau soit d'environ 200 mm, seule la partie de courbe pour laquelle la matrice supérieure est en contact avec le lopin est conservée, c'est-à-dire 12 mm avant d'atteindre le point bas. On constate que la vitesse de déplacement du coulisseau augmente lorsque l'énergie augmente. Quelle que soit l'énergie de presse, les courbes adoptent une évolution similaire. Il a donc été possible d'en déduire une surface analytique qui permet d'extrapoler la réponse cinématique de la presse au-delà des niveaux d'énergie mesurés.

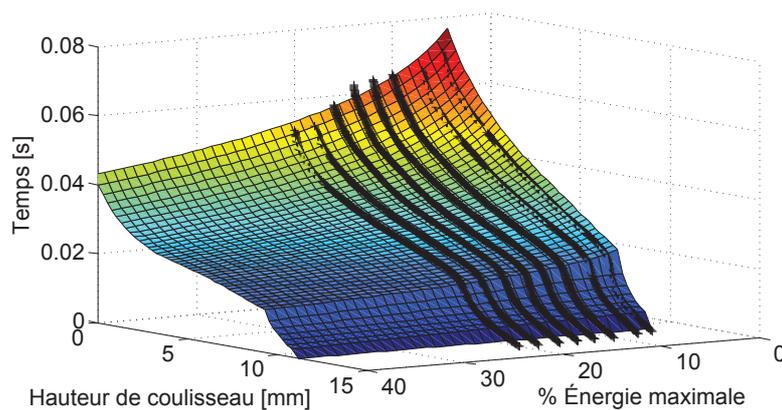


FIGURE 4.5 – Surface de réponse analytique de la hauteur et du temps de déplacement du coulisseau en fonction de l'énergie disponible de presse, comparée aux courbes réelles mesurées.

Le graphique en figure 4.6 représente l'évolution de la force maximale moyenne mesurée pour chaque niveau d'énergie. On observe une augmentation linéaire de cette force maximale lorsque le paramètre d'énergie de presse augmente. Ce résultat est entièrement cohérent avec le fonctionnement d'une presse à vis.

Les courbes de température du lopin en fonction du temps indiquent clairement le début et la fin de chaque frappe. Sur le graphique en figure 4.7a, la pose du lopin sur la matrice se visualise par l'augmentation brusque de la température à environ 900°C, puis la mesure est interrompue le temps de la traversée du coulisseau dans le faisceau laser du pyromètre, avant de réapparaître une fois l'opération terminée. Il est arrivé que la pièce reste collée quelques instants sur la matrice supérieure lors de la remontée du coulisseau. Les mesures de températures associées à ces instants ne sont pas prises en compte. L'importance du calibrage de l'appareil de mesure est visible sur cette figure 4.7a qui montre un écart maximal d'environ 50 °C entre la mesure prise avec la

2. Centre technique des industries mécaniques.

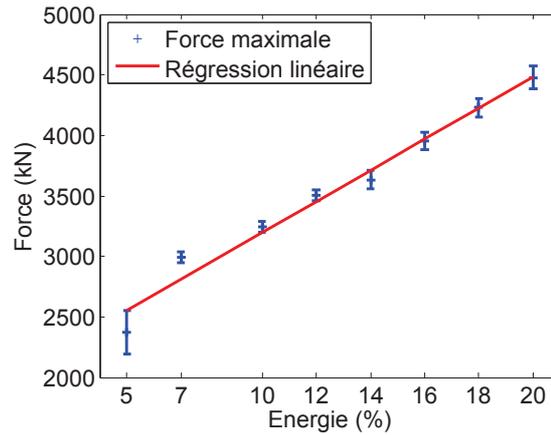
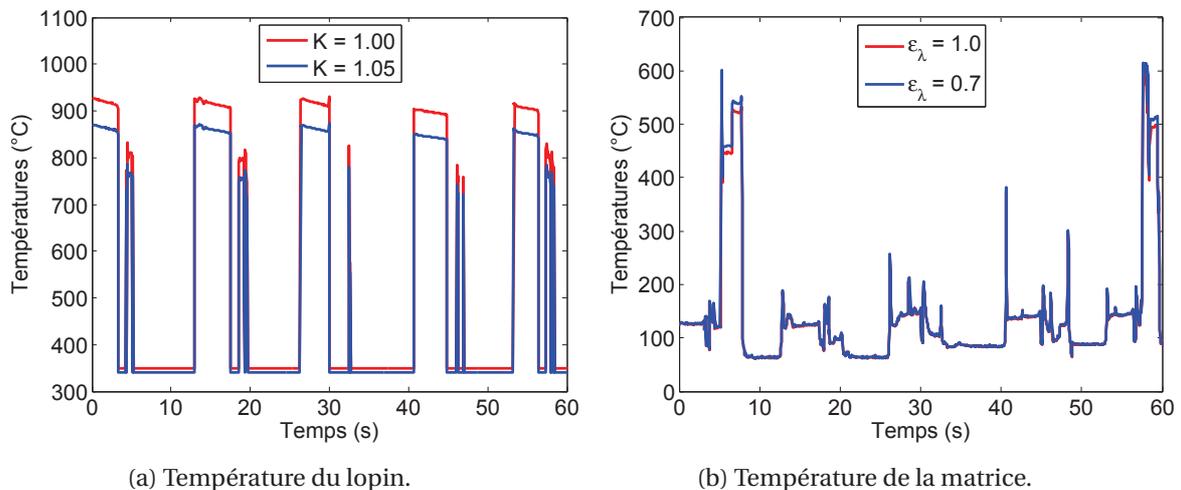


FIGURE 4.6 – Force maximale de matriçage en fonction de l'énergie disponible de presse.

valeur par défaut du rapport d'émissivité $K = 1.0$ et sa valeur ajustée $K = 1.05$. Bien que davantage bruitées, les courbes de température de la matrice inférieure représentées en figure 4.7b sont aussi analysées. On observe que ces mesures sont faiblement sensibles au paramètre d'émissivité ϵ_λ . La variation de température entre $\epsilon_\lambda = 1.0$ et $\epsilon_\lambda = 0.7$ est globalement inférieure à 2°C , ce qui est négligeable devant les températures moyennes de la matrice. La valeur $\epsilon_\lambda = 0.7$ est choisie pour la suite du post-traitement. L'influence du paramètre d'énergie de presse sur les températures ne transparait pas dans ces essais pilotés manuellement, ce qui permet d'estimer les températures moyennes du lopin et des matrices à différents instants du procédé de matriçage (tableau 4.1).



(a) Température du lopin.

(b) Température de la matrice.

FIGURE 4.7 – Températures des lopins et de la matrice inférieure, obtenues par pyrométrie pour la série de mesure à 20 % d'énergie de presse.

		Dépose	Contact	Fin
Lopin	Température ($^\circ\text{C}$)	862.6	849.5	762.2
	Écart-type ($^\circ\text{C}$)	18.8	17.0	16.3
Matrice	Température ($^\circ\text{C}$)	78.5	150.4	-
	Écart-type ($^\circ\text{C}$)	15.9	26.1	-

TABLEAU 4.1 – Températures moyennes des lopins et de la matrice inférieure à trois instants de mesure.

4.2.3 Développement d'un modèle numérique de référence

Un modèle numérique du procédé de mise en forme de la griffe de jonction a été développé à l'aide du logiciel FORGE® NxT 1.0 afin d'analyser localement les sollicitations mécaniques et thermiques impliquées. Il se compose de trois éléments : un lopin et deux matrices. Les matrices sont modélisées par des surfaces rigides, et sont maillées par des éléments triangulaires selon une précision adaptée afin de reproduire le plus fidèlement possible la géométrie des matrices réelles. Conformément à ces dernières, un plan de joint de 0.4 mm autorisant la formation de bavures est ajouté sur chaque matrice. Comme le montre la figure 4.8a, la matrice supérieure est symétrique selon les deux plans de normale \vec{X} et \vec{Y} . En revanche, la matrice inférieure en figure 4.8b ne possède qu'un seul plan de symétrie de normale \vec{X} . Cependant, pour une question de réduction du temps de calcul, la seconde symétrie de normale \vec{Y} est également considérée pour la matrice inférieure. Ainsi, le lopin représenté en rouge en figure 4.8b est modélisé par un quart de cylindre avec pour conditions limites ces deux plans de symétrie.

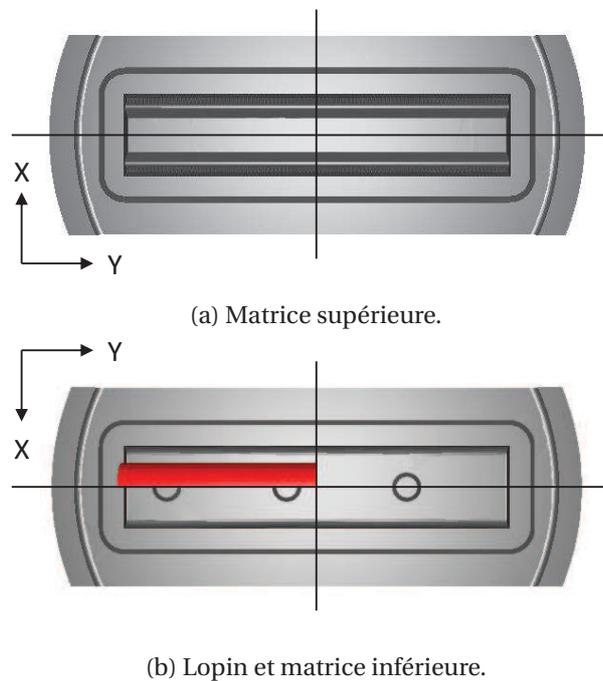


FIGURE 4.8 – Représentations des matrices et du lopin de matière du modèle numérique de matriçage de la griffe de jonction.

Le lopin est en alliage CuNiSi(I) dont le comportement rhéologique est décrit par le modèle développé en section 2.3.3. Les propriétés mécaniques et thermiques de ce matériau sont données en tableau 4.2. Leur évolution en fonction de la température sera extrapolée à partir des propriétés d'un cuivre pur.

Le frottement entre le lopin et les matrices est établi par le modèle de Bay et Wanheim [1990] explicité en annexe C. La valeur effective du coefficient de frottement f devra être identifiée expérimentalement, mais en première approximation une valeur de référence est fixée à $f = 0.4$.

Le déplacement de la matrice supérieure est piloté par les courbes de hauteur en fonction du temps, extraites de la surface de réponse en figure 4.5. Un critère d'arrêt sur effort est activé conformément à la figure 4.6.

Pour être valides, les résultats d'un modèle numérique ne doivent pas dépendre de la taille de maille choisie. Une étude de sensibilité au maillage a donc été menée afin de définir un compromis optimal en matière de finesse de maillage et de temps de calcul. Elle est conduite en parallèle à l'identification des paramètres thermiques du modèle. La sensibilité au coefficient de frottement

Propriété	Température (°C)	CuNi2Si	Cuivre pur
Masse volumique	20	8900	8930
	427	-	8760
	827	-	8510
	1027	-	8370
Coefficient de poisson	20	0.35	0.34
Chaleur spécifique	20	377.1	383.48
	427	-	427
	827	-	465
	1027	-	486
Conductivité thermique	20	84	400.68
Dilatation thermique	227	17.6	18.23
	427	-	19.67
	850	23.37 *	23.93 *
	927	-	24.58

TABLEAU 4.2 – Propriétés mécaniques et thermiques d'une nuance CuNi2Si(CW111C) trempée non revenue et d'un cuivre pur, valeurs extrapolées signalées par *. [Jensen et al., 1980] [CIDEDEC, 1972]

est également analysée. Enfin, la validité du modèle est vérifiée par comparaison des résultats numériques aux mesures expérimentales.

Étude de sensibilité au maillage et identification des paramètres thermiques

Les équations relatives aux échanges thermiques entre le lopin et les matrices (conduction et échauffement dû au frottement), et entre le lopin et l'air ambiant (radiation et convection) sont définies en annexe C.

Échanges avec l'air Le coefficient de convection h_{conv} , correspondant à un échange libre avec l'air, est généralement compris entre 0.5 et $10 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ selon Khalifa [2001]. La valeur intermédiaire de $5 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ est considérée. La dernière inconnue des échanges thermiques avec l'air ambiant, l'émissivité ε_r du CuNiSi(I), est ajustée à partir des courbes expérimentales de température. Entre les instants de dépose et de contact avec la matrice supérieure, le lopin échange essentiellement avec l'air ambiant et se refroidit à une vitesse moyenne de $3.3 (\pm 0.5) \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$. Afin de corréliser avec cette mesure expérimentale, une émissivité de 0.6 est identifiée par dichotomie.

Effusivité L'effusivité du matériau composant les matrices est déduite des propriétés du matériau données en annexe B, et vaut $1.11\cdot 10^4 \text{ J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ à $150 \text{ }^\circ\text{C}$. La conductivité thermique du CuNiSi(I) est trop éloignée de celle du cuivre pur pour en extrapoler une valeur à $850 \text{ }^\circ\text{C}$. Ainsi, l'effusivité du lopin ne peut être estimée qu'à $20 \text{ }^\circ\text{C}$ uniquement.

Conduction et maillage L'échange thermique par conduction est ajusté à partir de la mesure de température finale en tableau 4.1. Pour cela, le matriçage de la pièce en une seule frappe est simulé avec une énergie de 5 %. Trois maillages sont testés : M1, M2 et M3 dans l'ordre croissant de finesse (figure 4.9). Leur taille de maille, initialement identique, s'affine par le biais de l'outil de remaillage adaptatif utilisant des "boîtes de maillages". Lors du remaillage, ces boîtes imposent une taille de maille moyenne aux éléments qui les traversent. Elles sont présentes au niveau des dents et des bavures, zones de précision géométrique élevée. Sachant que la base d'une dent à une

largeur de 1 mm, les consignes de taille de maille des boîtes M1, M2 et M3 sont respectivement de 1 mm, 0.5 mm et 0.3 mm (soit 1, 2 et 3 éléments à la base de la dent). Par défaut, la taille de maille du lopin est de 3 mm.

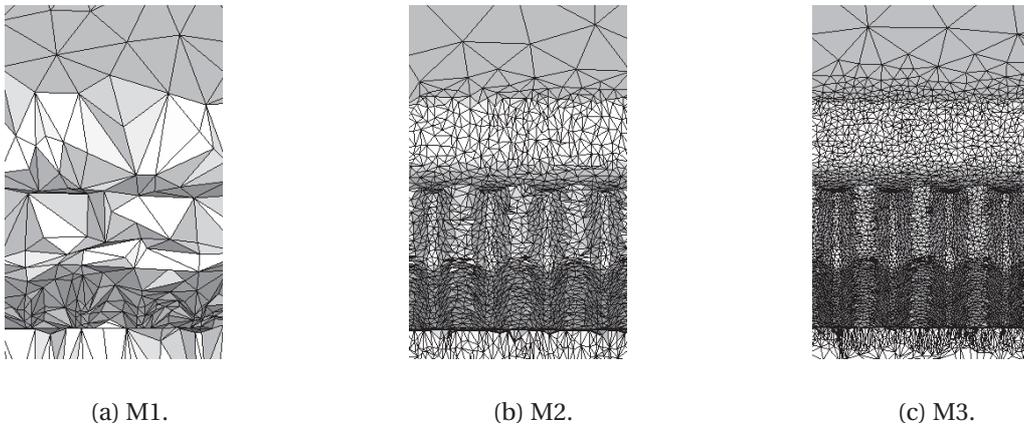


FIGURE 4.9 – Aperçu des trois maillages utilisés, zoom sur les dents de la griffe de jonction.

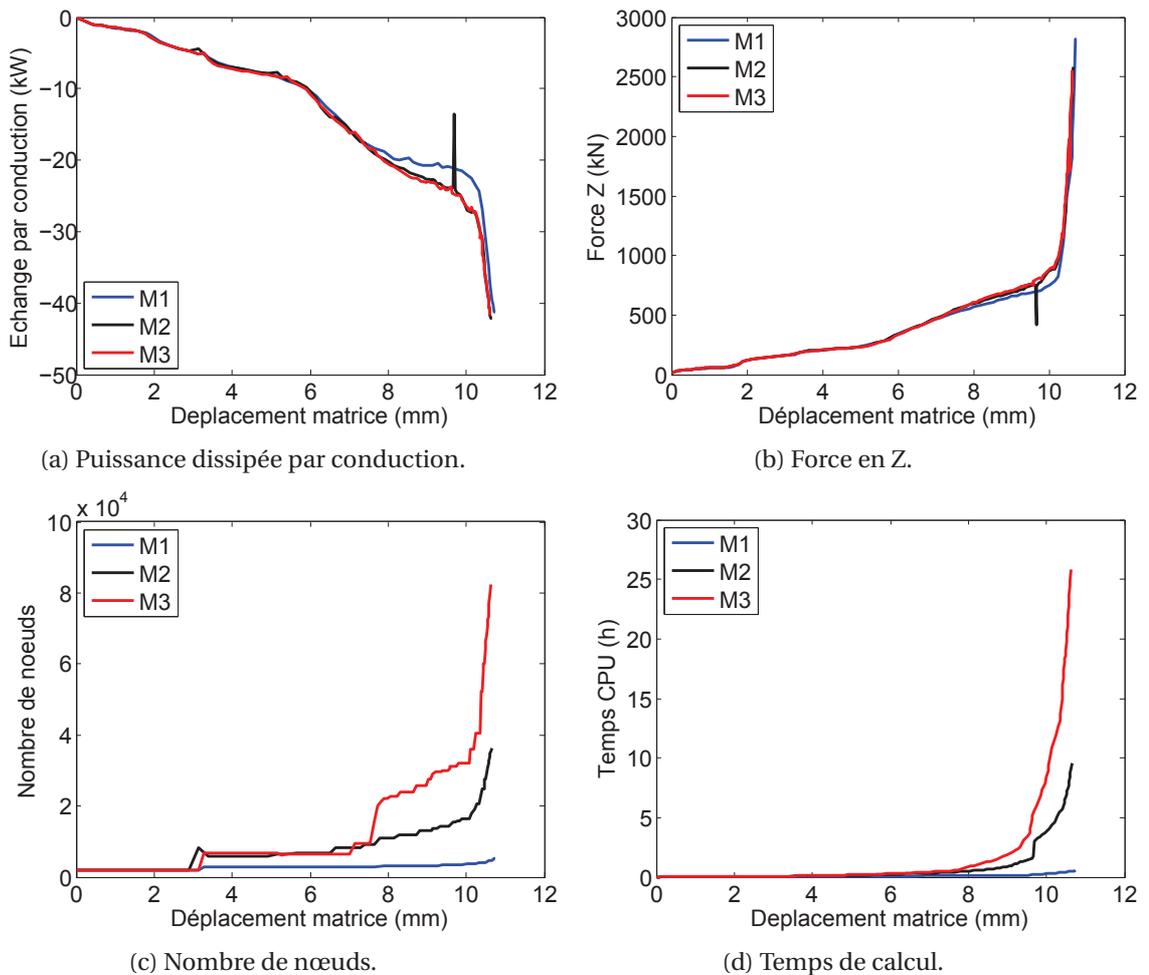


FIGURE 4.10 – Sensibilité du modèle numérique au maillage, simulation préliminaire avec $\sigma_{\text{cond}} = 250$ MPa, $K_0 = 50 \text{ W} \cdot \text{K}^{-1}$ et $K_1 = 25000 \text{ W} \cdot \text{K}^{-1}$.

Afin de tenir compte de la dépendance de l'échange par conduction à la pression de contact

σ_n [Sakatani et al., 2016], le coefficient K_{cond} est exprimé selon l'équation suivante :

$$K_{\text{cond}} = \begin{cases} K_0 + \frac{K_1 - K_0}{\sigma_{\text{cond}}} \cdot \sigma_n & \text{si } \sigma_n \leq \sigma_{\text{cond}} \\ K_1 & \text{si } \sigma_n > \sigma_{\text{cond}} \end{cases} \quad (4.1)$$

où σ_{cond} est une contrainte normale seuil et K_0 , K_1 sont respectivement les valeurs minimale et maximale.

En figure 4.9, on observe que plus le maillage s'affine et plus les contours des dents de la griffe se précisent. À partir du maillage M2, les dents sont distinctement dessinées. Les graphiques en figure 4.10 proviennent d'une simulation préliminaire. Les figures 4.10a et 4.10b illustrent la convergence de la puissance dissipée par conduction et de la force en Z avec l'affinement du maillage. On constate que les résultats obtenus des maillages M2 et M3 sont similaires. Cependant, le temps de calcul du maillage M3 est 2.5 fois supérieur à celui de M2 (figure 4.10d), du fait d'une quantité d'éléments nettement supérieure (figure 4.10c). Par conséquent, le meilleur compromis identifié en matière de temps de calcul - précision des résultats correspond au maillage M2. Ce maillage sera utilisé dans la suite de l'étude.

Le maillage ainsi fixé permet d'ajuster les paramètres de conduction par dichotomie : $\sigma_{\text{cond}} = 250 \text{ MPa}$, $K_0 = 50 \text{ W} \cdot \text{K}^{-1}$ et $K_1 = 15000 \text{ W} \cdot \text{K}^{-1}$.

Étude de sensibilité au frottement

Afin d'estimer la sensibilité du modèle au coefficient de frottement, quatre valeurs du paramètre f sont testées : 0.2, 0.4, 0.6 et 0.8. Les simulations sont effectuées à 16 % d'énergie de frappe.

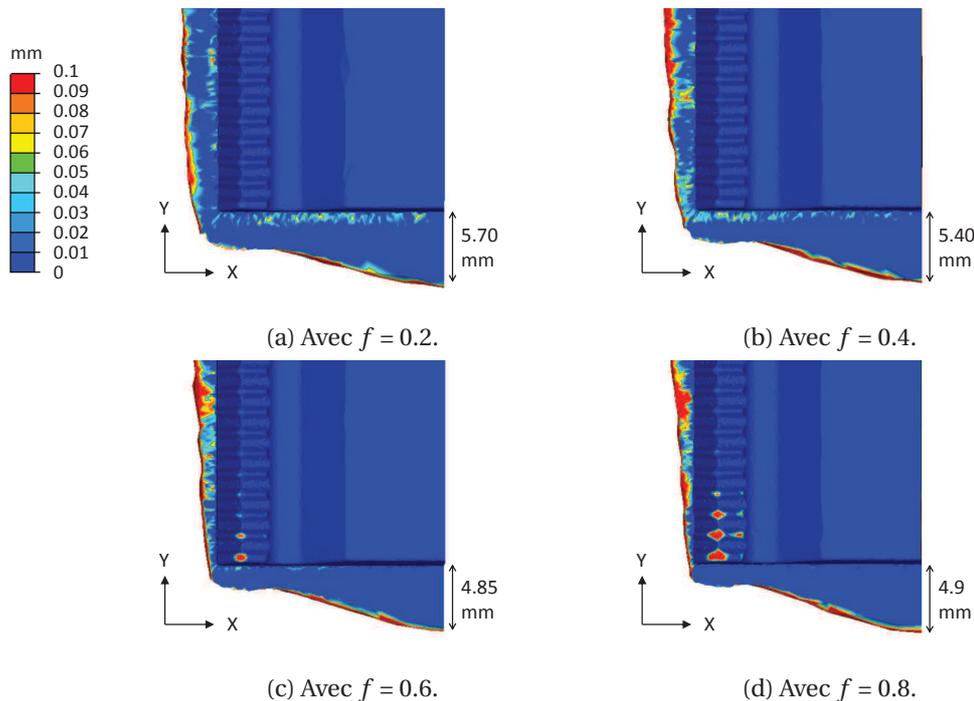


FIGURE 4.11 – Influence du coefficient de frottement f sur le remplissage des matrices et sur la longueur de bavure, isovaleurs de la distance de contact avec les matrices.

On constate que le frottement influe fortement sur l'écoulement de la matière, ce qui se manifeste par l'apparition de défauts de remplissage au niveau des dents et une variation de la longueur des bavures. La figure 4.11 montre la géométrie finale des pièces mises en forme en fonction du coefficient du frottement, ainsi que les isovaleurs de distance de contact avec les matrices. À partir de $f \geq 0.6$ (figure 4.11c), les pointes des dents aux extrémités de la pièce affichent des distances

de contact supérieures à 0.1 mm, que l'on peut interpréter comme un défaut de remplissage à l'échelle de la dent. Le nombre de dents avec défaut augmente avec le coefficient de frottement. Les longueurs des bavures dans la direction Y sont indiquées sur les figures 4.11. Plus le frottement est élevé et plus la bavure se raccourcit. Plus généralement, on remarque que lorsque le frottement augmente, l'étendue des bavures au coin de la pièce diminue.

Une légère augmentation de l'effort de compression est engendrée par l'augmentation du coefficient de frottement. Elle est néanmoins suffisante pour déclencher plus tôt l'arrêt de l'opération sur le critère de force maximale. Il en résulte des pièces légèrement plus épaisses et une réduction du volume de matière dans les bavures, on passe d'une épaisseur de 9.86 mm à $f = 0.2$ à 9.95 à $f = 0.8$.

Validation

Comme tout modèle numérique, il n'a de valeur que s'il corrèle le modèle réel. Les résultats numériques ont donc été comparés aux résultats expérimentaux pour un matriçage à 16 % d'énergie de frappe. La figure 4.12 superpose une photographie d'une pièce réelle à une image du modèle numérique avec $f = 0.6$. Les bavures obtenues numériquement n'ont pas exactement les bonnes dimensions, et sont plus courtes de 2 mm dans le sens longitudinal et plus longues de 0.6 mm dans le sens transversal. La hauteur de la pièce numérique est très proche de la réalité, 9.92 mm contre 10.09 mm pour la pièce réelle. Des défauts de remplissage apparaissent sur les deux premières dents de la pièce, en cohérence avec les résultats expérimentaux. Ces résultats numériques étant fortement dépendants du coefficient de frottement, sans identification précise de celui-ci, il est impossible d'obtenir exactement les mêmes dimensions que la pièce réelle.

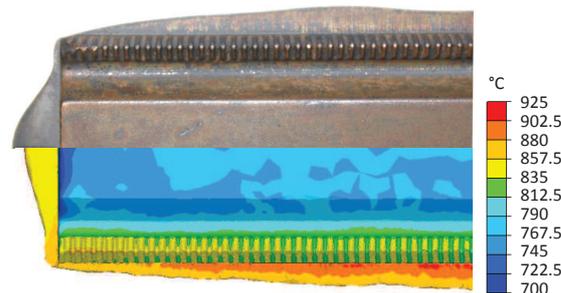


FIGURE 4.12 – Comparaison géométrique d'une griffe réelle et modélisée, forgée avec 16 % d'énergie de presse. Représentation des isovaleurs de température sur la pièce modélisée.

Les isovaleurs de température en fin de matriçage sont données en figure 4.12. Les températures sur la surface en contact avec la matrice supérieure sont comprises entre 755 °C et 770 °C, ce qui corrèle avec les mesures en tableau 4.1.

La figure 4.13 illustre les forces de compression d'essais numériques et expérimentaux en fonction du temps. À 16 % d'énergie de presse, la courbe numérique corrèle les résultats expérimentaux jusqu'à environ 0.045 s puis montre une brusque augmentation de l'effort qui a pour conséquence un arrêt prématuré de l'opération par rapport à la réalité. Ces écarts en matière d'effort peuvent être dus à des paramètres d'échanges thermiques trop sévères.

En section 2.3.3, il a été démontré que la formulation intégrée utilisée dans la routine utilisateur du logiciel n'est adaptée pour la prédiction de la contrainte d'écoulement de l'alliage Cu-NiSi(I) que sous de faibles variations de température et de vitesse de déformation. La validité des contraintes prédites par le modèle de référence de la griffe doit donc être vérifiée. Deux nœuds au sommet des dents, au centre et à l'extrémité de la pièce, sont suivis durant la mise en forme. Les mesures de températures, de déformations et de vitesses de déformation en ces nœuds permettent de calculer la contrainte d'écoulement théorique du modèle qu'obtiendrait une formulation dif-

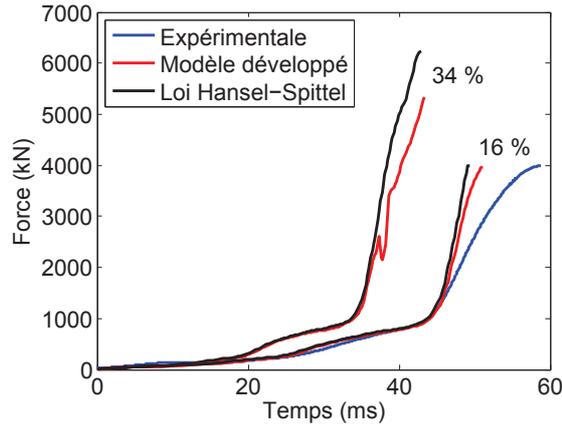


FIGURE 4.13 – Comparaison des valeurs numériques et expérimentales des efforts de forgeage de la griffe en fonction du temps.

férentielle couplée RK4. Les résultats des deux formulations sont comparés en figure 4.14. L'erreur relative mesurée est globalement inférieure à 15 %, ce qui est satisfaisant.

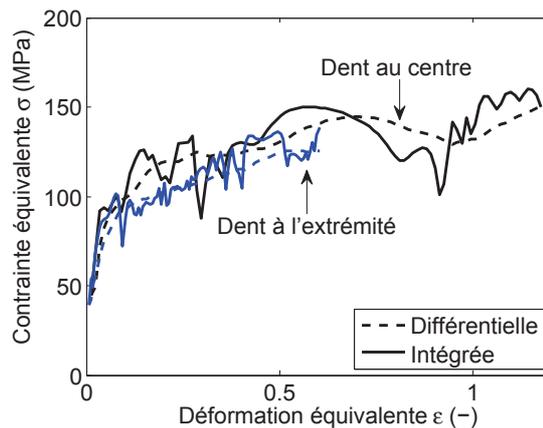


FIGURE 4.14 – Comparaison des contraintes équivalentes obtenues par la simulation (formulation intégrée) et par un calcul théorique utilisant une formulation différentielle pour deux nœuds au sommet de dents de serrage de la griffe.

L'intérêt d'utiliser un modèle rhéologique précis pour simuler un procédé de mise en forme est discuté dans cette section. Le modèle numérique développé dans cette étude est comparé à un modèle similaire, mais utilisant une loi Hansel-Spittel standard (équation 4.2) paramétrée pour un alliage CuNiSi. Le comportement décrit par la loi Hansel-Spittel ne représente pas correctement celui de l'alliage étudié en ne tenant pas compte de l'adoucissement induit par DRV et DRX. Globalement, il sous-estime la contrainte d'écoulement en présence de DRV et la surestime en présence de DRX. Ces écarts de contrainte se traduisent par une surestimation de la puissance de déformation plastique totale (figures 4.15), particulièrement pour une énergie de frappe 34 % qui correspond à la valeur maximale du procédé de la griffe. Par ailleurs, la force maximale estimée avec la loi Hansel-Spittel dépasse la force nominale de la presse, contrairement à la force obtenue avec le modèle développé. Le modèle utilisant la loi Hansel-Spittel prédit donc une impossibilité de mise en forme de la griffe à 34 % d'énergie, ce qui est évidemment faux.

$$\sigma(\epsilon, \dot{\epsilon}, T) = 5433 \cdot \exp(-4.92 \cdot 10^{-3} \cdot T) \cdot \epsilon^{0.126} \cdot \exp\left(-\frac{6.645 \cdot 10^{-15}}{\epsilon}\right) \cdot \dot{\epsilon}^{0.14} \quad (4.2)$$

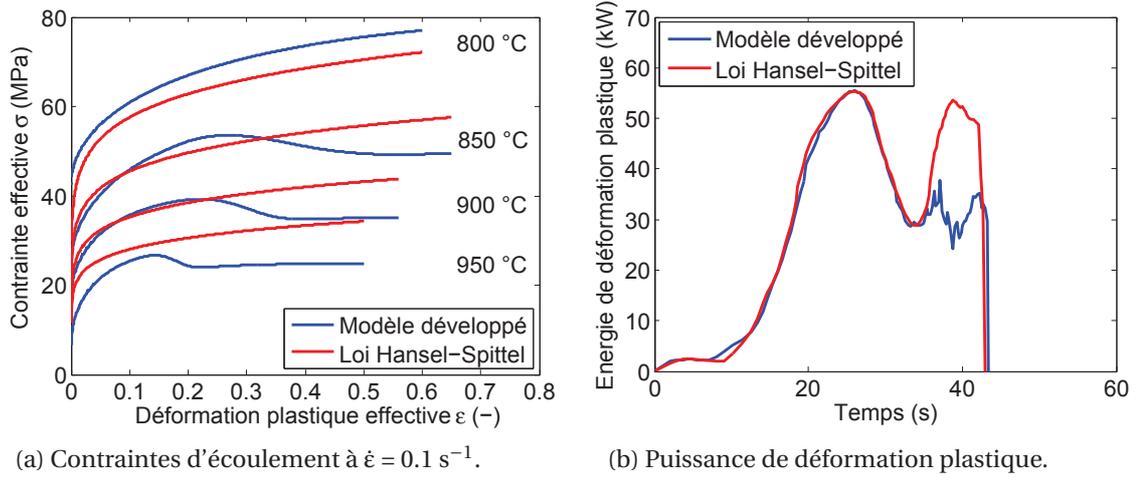


FIGURE 4.15 – Comparaison de la contrainte d'écoulement et de la puissance de déformation plastique au cours d'un essai à 34 % d'énergie des modèles utilisant la loi rhéologique développée et la loi Hansel-Spittel.

Lors du matriçage réel de la griffe de jonction, deux frappes sont nécessaires pour remplir complètement les empreintes des matrices. Cette deuxième frappe apporte de la précision à la géométrie finale de la pièce, mais représente un surcoût de fabrication. L'optimisation des paramètres du procédé et de la géométrie des outils permettrait certainement de la supprimer [Vieilledent, 1999]. C'est pourquoi le modèle numérique de référence utilisé dans la suite de ce chapitre ne considère que la première frappe à une énergie de presse de 34 %.

4.3 Étude de formabilité de l'alliage CuNiSi(I)

En vue d'une réduction de l'impact environnemental de fabrication de la griffe de jonction, une réduction de la consommation énergétique de l'étape de matriçage est recherchée. Les foyers de consommation identifiés sont la chauffe des lopins de matière et l'énergie de presse. Ce second foyer est en fait lié au paramètre de vitesse de déplacement de la matrice supérieure. Dans ce contexte, il s'agit de déterminer les limites de formabilité de l'alliage CuNiSi(I) en fonction des deux paramètres : température du lopin et vitesse de déplacement. À cette fin, une campagne d'essai TEFF est menée.

4.3.1 Définition des paramètres d'essai TEFF

La procédure de réglage des paramètres des essais TEFF implique la connaissance des sollicitations mécaniques du procédé de forgeage étudié. Le modèle numérique de la griffe développé à cet effet est donc analysé dans un premier temps. Ensuite, à partir de l'étude de sensibilité de l'essai réalisée en section 3.3.3, les paramètres expérimentaux seront ajustés au cas de la griffe.

Analyse du modèle numérique de référence

Cette analyse est conduite de façon à identifier les zones fortement sollicitées dans la pièce, et à en extraire des grandeurs mécaniques représentatives. Le critère normalisé de Cockcroft Latham (NCL) est utilisé pour repérer les zones dans lesquelles une fissure pourrait s'amorcer. Les isovaleurs du critère en fin de mise en forme (figure 4.16) indiquent que les bavures et les dents sont deux zones sensibles. Deux plans de coupes (C1 et C2) sont créés afin d'analyser l'écoulement de la matière et de sélectionner précisément des particules représentatives de ces zones sensibles.

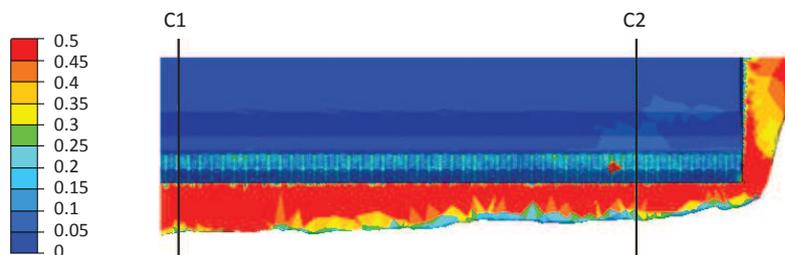
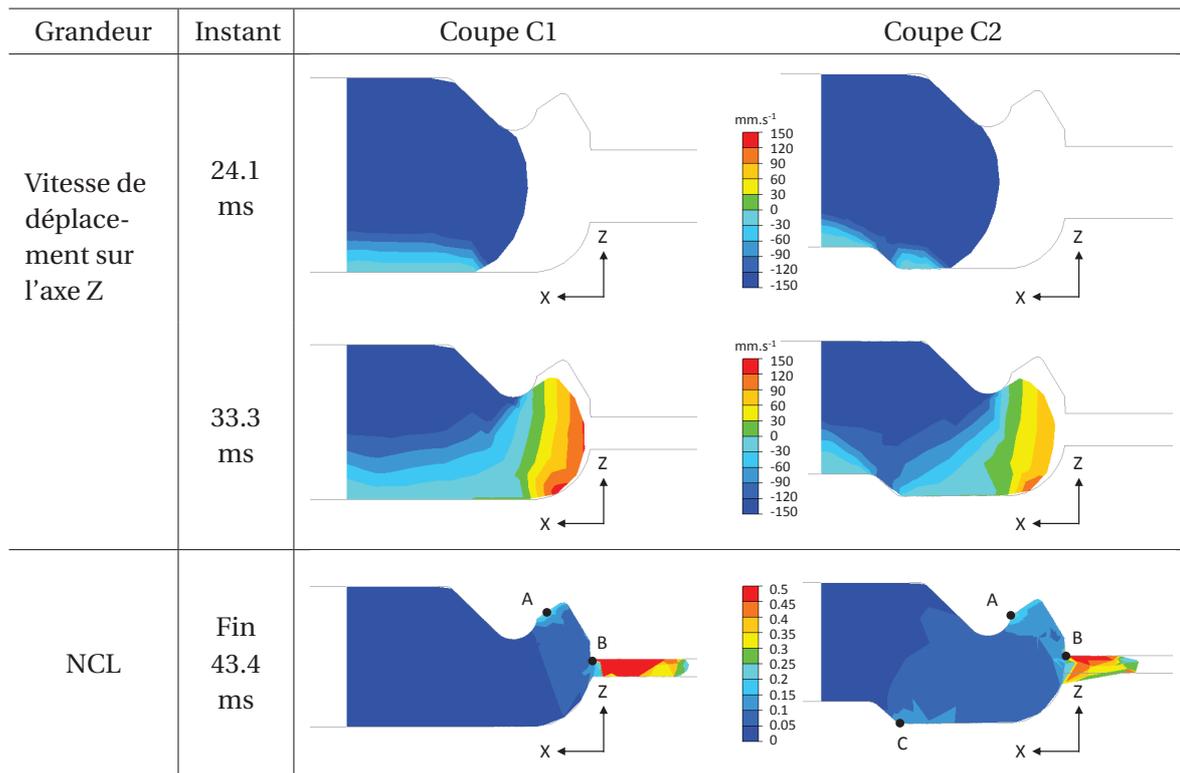


FIGURE 4.16 – Carte d'isovaleurs du critère NCL en fin de mise en forme de la griffe de jonction.

Le tableau 4.3 illustre les vitesses de déplacement en Z à deux instants dans ces plans. Comprimée entre les matrices, la matière se déplace dans la même direction que la matrice supérieure (-Z). À partir de 30,0 ms, soit 85 % du déplacement de la matrice, la matière entame le remplissage des dents et affiche des vitesses de déplacement positives. Ce type d'écoulement est caractéristique d'un procédé de matriçage et pourra être reproduit par l'essai TEFF.

La distribution du critère NCL, donnée en tableau 4.3, indique deux et trois zones sensibles dans les plans C1 et C2 respectivement. Pour chaque particule sélectionnée dans ces zones, les courbes de déformation équivalente et de contrainte principale σ_1 en fonction du temps sont tracées (figure 4.17). On observe que les particules viennent en contact avec les matrices au cours de la mise en forme. Pour les particules A et C, ce contact s'établit une première fois puis se perd durant la phase de remplissage des dents avant de s'établir définitivement à environ 38 ms. Cet instant correspond au dernier point de mesure ayant une valeur positive de σ_1 (figure 4.17b), ce qui traduit le fait qu'après 38 ms la pièce entière est effectivement comprimée entre les deux matrices.



TABEAU 4.3 – Cartes d'isovaleurs de la vitesse de déplacement sur l'axe Z et du critère NCL dans deux plans de coupe de la griffe.

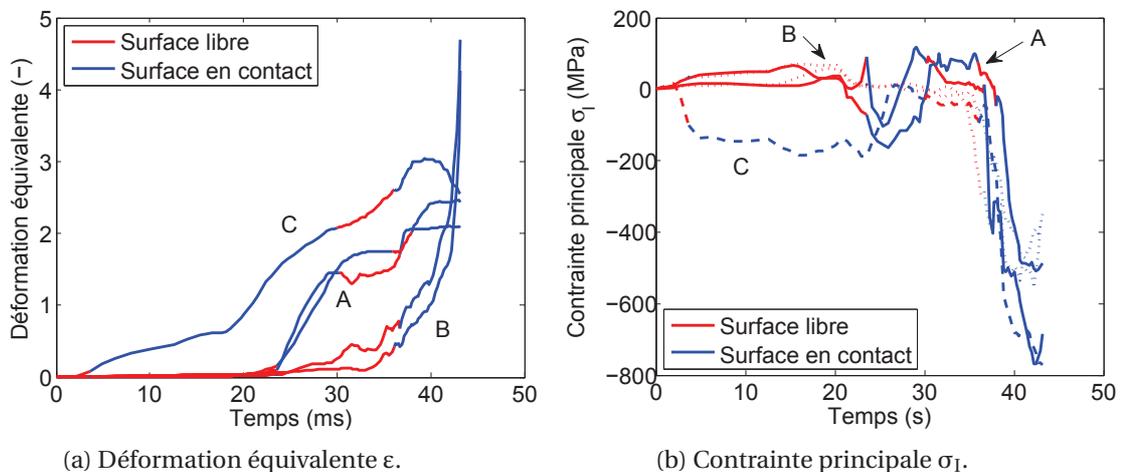


FIGURE 4.17 – Déformations équivalentes ϵ et contraintes principales σ_I en fonction du temps, mesurées aux particules sélectionnées dans les deux plans de coupe de la griffe.

Détermination des paramètres géométriques des essais TEFF

Les grandeurs retenues pour caractériser les sollicitations mécaniques du forgeage de la griffe sont : la contrainte principale σ_I et la déformation équivalente. En accord avec bon nombre de critères de fissuration (NCL, Brozzo), on considère que seules les valeurs positives de σ_I peuvent mener à une ouverture de fissure. Les gammes (σ_I , ϵ) caractéristiques du procédé sont donc identifiées sur la plage de temps 0 - 38 ms à partir des figures 4.17b et 4.17a, et sont de 14 - 117 MPa pour σ_I et de 0.01 - 1.84 pour ϵ .

Les éprouvettes sont directement usinées dans les lopins de CuNiSi(I) prévus pour le forgeage

de la griffe. Le diamètre initial R_0 de l'éprouvette est donc de 9 mm, et sa hauteur h_0 est fixée à 20 mm. Cette géométrie d'éprouvette est identique à celle du modèle numérique de référence présenté en chapitre 3 pour lequel les dimensions β et L sont respectivement fixées à 45° et 8 mm. D'après les figures 3.17 et 3.19, la déformation maximale de 1.84 est atteignable dans la zone critique Z2 du TEFF pour les paramètres $h = 5$ mm, une hauteur comprimée de 11 mm et R compris entre 1.6 mm et 2.4 mm.

Les valeurs de R et α sont ajustées numériquement de façon à corréliser les déformations maximales et contraintes principales maximales des zones critiques du TEFF avec celles mesurées dans la griffe, dans les mêmes conditions de déformation (températures, matériau). Pour les valeurs retenues $R = 1.6$ mm et $\alpha = 50^\circ$ (tableau 4.4a), les grandeurs maximales reproduites contiennent bien les gammes (σ_I, ϵ) caractéristiques de la griffe (tableau 4.4b).

Paramètre	Valeur
L	8 mm
β	45°
h	5 mm
R_0	9 mm
h_0	20 mm
R	1.6 mm
α	50°
Hauteur comprimée	11 mm
Vitesse déplacement	$25 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$

(a) Paramètres expérimentaux du TEFF

Zone TEFF	Contrainte σ_I	Déformation ϵ
Z1	90	0.47
Z2	120	2.12
Z3	110	1.17

(b) Gammes maximales (σ_I, ϵ) reproduites par le TEFF

TABLEAU 4.4 – Paramètres expérimentaux retenus pour les essais TEFF et gammes (σ_I, ϵ) reproduites avec ces paramètres dans les zones critiques des éprouvettes TEFF.

Pour cette première campagne expérimentale, la vitesse de déplacement expérimentale est fixée à $25 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ et seule la température est variable. Les éprouvettes sont chauffées dans un four électrique pendant 10 min. Ce temps de chauffe, appliqué quelle que soit la température de consigne, a été déterminé par des essais préliminaires.

4.3.2 Résultats expérimentaux

Les résultats de cette première campagne expérimentale TEFF sont exploités en vue de deux objectifs : déterminer des conditions limites de formabilité de l'alliage CuNiSi(I) dans le cadre du forgeage de la griffe, mais également compléter les résultats et conclusions théoriques présentées en chapitre 3.

Observation des fissures

Les surfaces des éprouvettes ont été observées, pendant et après mise en forme, afin de détecter la présence de fissures. L'objectif est de caractériser ces fissures et de définir leur ordre d'apparition. L'utilisation de caméras rapides a permis de suivre l'écoulement de la matière au cours des essais. Ensuite, pour déceler les fissures invisibles à l'œil nu, les surfaces des éprouvettes testées ont été examinées au microscope optique.

Caméra Rapide Deux caméras rapides ont été positionnées autour du montage expérimental afin de capturer les instants de fissuration sur les surfaces latérales et à l'extrémité des éprouvettes cylindriques TEFF (figure 4.18).

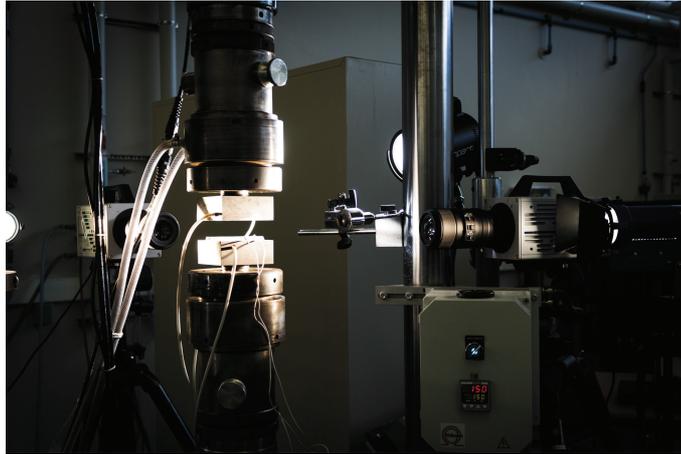


FIGURE 4.18 – Photographie du montage expérimental avec caméras rapides et spots d'éclairage.

Les photographies en figure 4.19 sont extraites des vidéos enregistrées par caméras rapides pour une éprouvette testée à 700 °C. On observe distinctement la couche d'oxyde de cuivre qui se forme à la surface de l'éprouvette. Cette pellicule s'écaille dès le début de l'écrasement, mais reste partiellement accrochée à l'éprouvette. Sa présence est une gêne à la détection des fissures, ainsi qu'à l'observation de l'écoulement de la matière. Bien que constatées à l'œil nu en fin d'essai, les fissures à l'extrémité de l'éprouvette sont difficilement identifiables pendant l'essai. Néanmoins, la formation de fissures au centre de la surface latérale a été constatée à partir d'environ 375 ms d'essai, soit à environ 83 % d'écrasement³.

La géométrie finale de l'éprouvette et les étapes de mise en forme décrites en sections 3.3.1 et 3.3.3 corrélerent aux observations expérimentales. Après avoir rempli l'intervalle entre les deux nervures de la matrice, la matière s'écoule latéralement le long de la pente α des nervures (figure 3.9). En parallèle, un écoulement permanent dans l'axe du cylindre se produit également.

3. L'instant de contact entre l'éprouvette et la matrice supérieure ne s'effectue pas 0 ms, la mesure de temps indiquée est donc une valeur approchée.

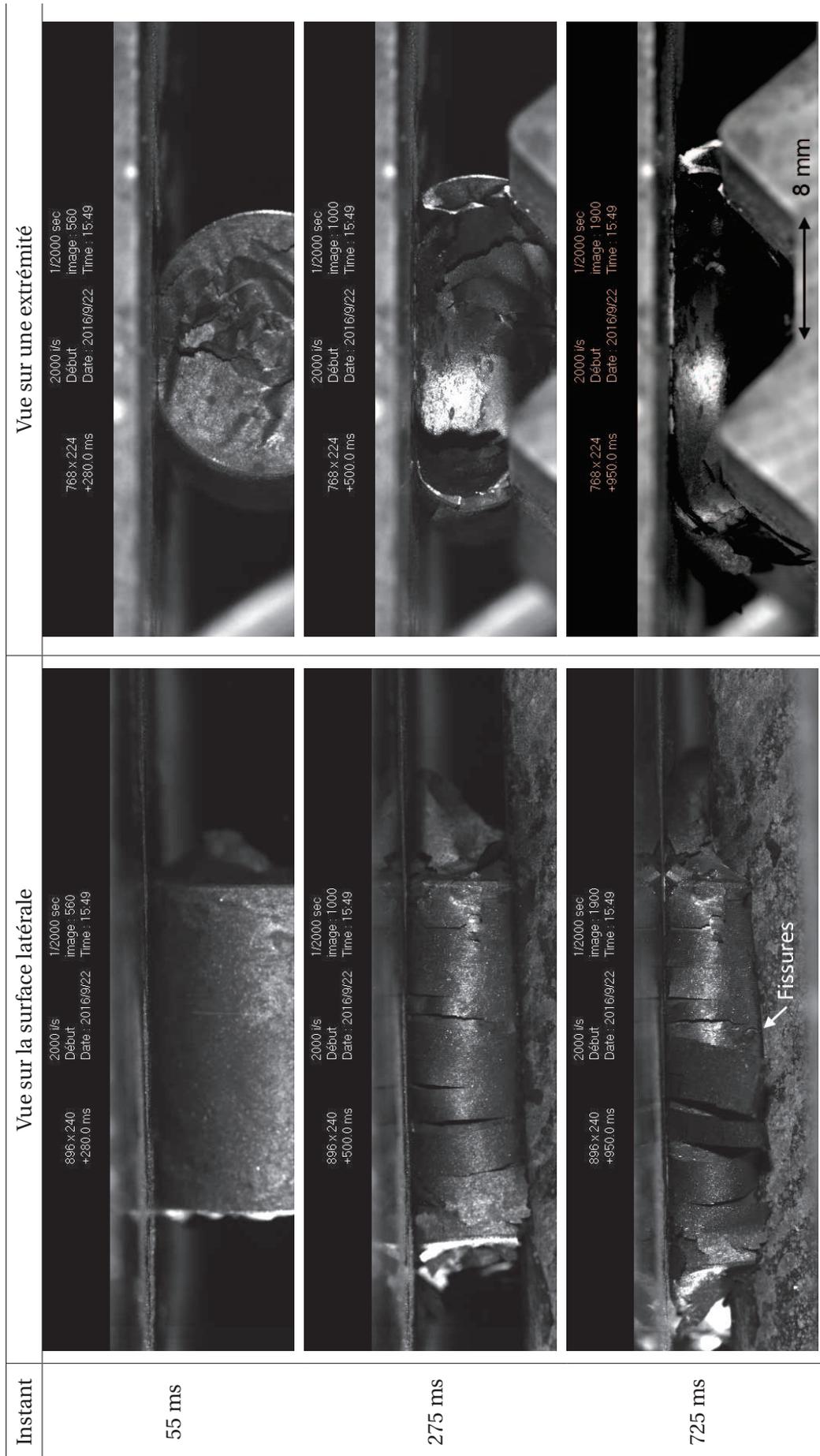


FIGURE 4.19 – Photographies extraites des vidéos par caméras rapides des deux zones critiques d'une éprouvette TEFF testée à 700 °C.

Microscope optique En fonction de leur degré d'ouverture, les fissures sont observables à deux échelles : l'échelle macroscopique et l'échelle microscopique. Lorsque l'ouverture est à peine initiée, l'utilisation d'un microscope optique est nécessaire. Le tableau 4.5 présente les fissures repérées sur des éprouvettes testées aux températures consignées de 700 °C et de 720 °C.

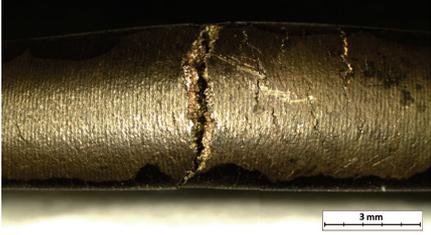
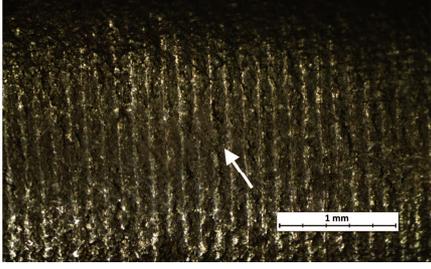
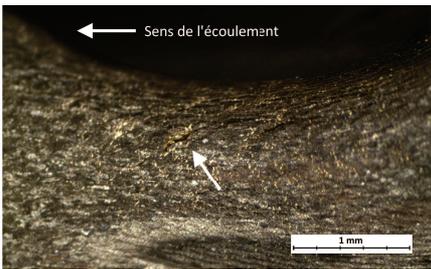
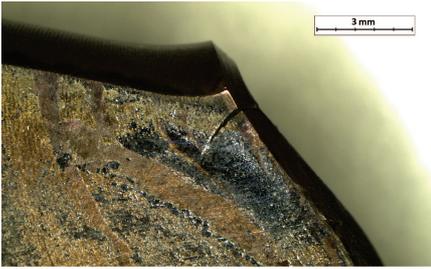
Échelle	Macroscopique	Microscopique
Z1		
Z2		
Z3		

TABLEAU 4.5 – Images de fissures macroscopiques et microscopiques des zones critiques d'une éprouvette TEFÉ

Les fissures observées sont localisées exactement dans les trois zones prédites numériquement par le critère de rupture NCL :

- au centre des surfaces latérales bombées qui correspond à la zone critique Z1 ;
- aux extrémités des éprouvettes, sous les nervures de la matrice inférieure, dans la zone nommée Z2 ;
- sur la surface en contact avec la matrice supérieure, sous les nervures, ce qui coïncide avec la zone Z3.

Les fissures microscopiques et macroscopiques dans la zone Z1 sont parallèles à la direction de compression. Elles s'ouvrent manifestement en mode I.

Dans l'éprouvette testée à 720 °C, les fissures microscopiques observées dans la zone Z2 témoignent d'une initiation à proximité de la surface en contact avec la matrice inférieure. À ce stade, les fissures sont légèrement ouvertes selon un mode I. Les photographies des fissures macroscopiques dans l'éprouvette testée à 700 °C montrent que les fissures se propagent en direction de la matrice supérieure et dans le sens de l'écoulement latéral. Lorsque la fissure est traversante, un décalage des lèvres de la fissure au niveau de la surface de contact avec la matrice supérieure est observable. Ceci témoigne d'un glissement des lèvres dans le plan de fissuration suivant un mode III. Ces indications corrélerent avec l'analyse numérique en section 3.3.4 qui identifie l'ouverture en mode I + III des fissures en zone Z2.

Les fissures dans les zones Z3 ne sont observées qu'à l'échelle macroscopique, et uniquement lorsque les fissures dans les zones Z2 juxtaposées sont traversantes, comme pour le cas illustré en tableau 4.5. On remarque d'ailleurs que les fissures de ces deux zones se rejoignent parfaitement. L'analyse du mode d'ouverture et de la propagation des fissures dans les zones Z3 n'est pas possible à ce stade, compte tenu des résultats obtenus.

Sur l'ensemble des éprouvettes testées, le degré d'ouverture des fissures en zone Z2 est systématiquement supérieur ou équivalent à celui en Z1. Cela peut signifier que les fissures en Z2 ont été initiées avant celles en Z1.

Synthèse sur l'observation des fissures Les fissures relevées par les différents moyens d'observation utilisés sont localisées précisément dans les zones prédites par le modèle numérique de référence de l'essai TEFF. Leur détection pendant la mise en forme, escomptée par l'utilisation de caméras rapides, a été empêchée par la présence d'une pellicule d'oxyde de cuivre formée à la surface des éprouvettes. L'ordre d'apparition des fissures a néanmoins été déduit des observations au microscope optique. Il s'avère que la fissure située sous la nervure de la matrice inférieure (Z2) est toujours la première à se former. Elle évolue selon les modes d'ouverture combinés I+III. La fissure dans la zone Z1 montre une ouverture en mode I. Enfin, la fissure sur la surface de contact avec la matrice supérieure présente une dépendance accentuée à l'évolution de la fissure en Z2. Tous ces résultats corrént aux prédictions numériques décrites en chapitre 3.

Micrographies et duretés

Les éprouvettes ont été coupées à mi-longueur afin d'observer leur microstructure à cœur et autour des nervures. Les coupes ont ensuite été polies puis attaquées suivant la méthode décrite en section 1.3.3. Les micrographies assemblées en figure 4.20 révèlent l'écoulement de la matière au cours d'un essai TEFF. En effet, la description de la morphologie des grains et de leur orientation, dans l'ordre chronologique du déplacement de la matière sur l'axe X, corréle les flux de matière :

- Au centre de la pièce, les grains sont homogènes, sans orientation particulière;
- En amont de la nervure, les grains deviennent plus allongés dans l'axe X;
- Sous la nervure, les grains s'orientent vers la remontée de la matière le long de la pente α des nervures et leur allongement s'accroît;
- En aval de la nervure, une bande de grains fins et très allongés d'environ 300 μm d'épaisseur borde la matière en surface.

On peut ainsi conclure que cet écoulement correspond parfaitement à celui décrit par le modèle numérique de référence en section 3.4.1.

L'allongement des grains témoigne également des fortes déformations imposées par l'essai dans cette zone qui entoure les nervures. La délimitation de cette dernière proposée en figure 4.20 est en accord avec le champ de déformation obtenu numériquement en figure 3.13a.

D'après les résultats présentés en chapitre 1, l'action éventuelle des mécanismes microstructuraux de précipitation, de restauration et de recristallisation pendant les essais TEFF peut être mise en évidence par des mesures de taille de grains et de dureté. Cependant, l'allongement des grains rend impossible les mesures de taille de grains et seules des mesures de dureté sont réalisables. Sur cinq éprouvettes testées, les microduretés moyennes dans les trois zones indiquées en figure 4.21 sont mesurées puis comparées à celles des échantillons initiaux et d'une éprouvette chauffée-trempée (tableau 4.6). Les mesures sont effectuées sur les surfaces polies avec une charge de 300 gf pendant 15 s pour les échantillons non chauffés et avec une charge de 100 gf pendant 15 s pour l'état initial. La dureté sous la nervure (en zone II) est toujours plus élevée que celles dans les deux autres zones. Ce qui confirme un écrouissage sévère dans cette zone. On constate que la chauffe augmente considérablement la dureté des éprouvettes qui passe d'une valeur moyenne

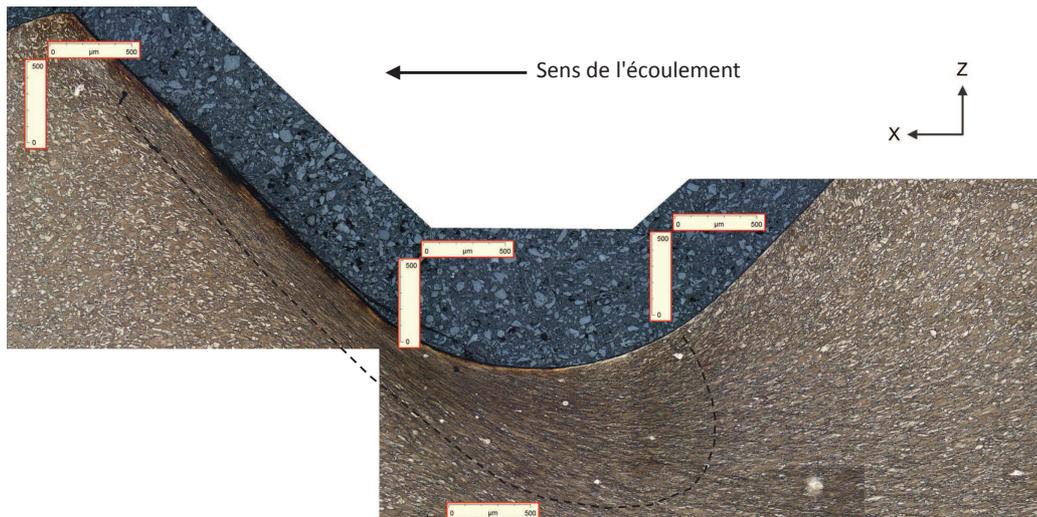


FIGURE 4.20 – Macrographies d'une éprouvette TEFF déformée à 648 °C.

de 78 HV à 186 HV. L'hypothèse d'une précipitation statique déclenchée par la chauffe pourrait expliquer ce phénomène. Blaz et al. [1994] ont mesuré une augmentation d'environ 85 HV due à la précipitation statique d'un alliage Cu-3.0Ni-1.0Si-0.8Cr-0.1Mg après seulement 10 min de chauffe stabilisée à 600 °C. D'après le modèle rhéologique développée en chapitre 2, aucun adoucissement du matériau par DRX n'est prévu pour des températures inférieures à 850 °C. La baisse de dureté mesurée dans les échantillons déformés ne peut donc pas être due à ce mécanisme dynamique. En revanche, elle pourrait être induite par un sur-revenu du matériau comme le montre Blaz et al. [1994] pour des températures de chauffe supérieure à 600 °C après 10 min.

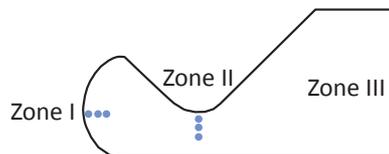


FIGURE 4.21 – Schéma des zones de mesures de dureté.

Conditions	Zone I	Zone II	Zone III
État initial	78	78	78
Chauffée à 620 °C et trempée	186.0	186.0	186.0
Déformée à 648 °C	139.4	165.0	148.4
Déformée à 678 °C	138.9	153.9	138.3
Déformée à 715 °C	137.7	161.6	141.6
Déformée à 730 °C	141.6	162.9	151.4

TABEAU 4.6 – Duretés Vickers (HV) dans trois zones d'éprouvettes TEFF pour différentes conditions expérimentales.

D'un point de vue industriel, ce durcissement par précipitation n'est pas souhaitable avant la mise en forme du matériau. Il a pour effet d'augmenter l'énergie nécessaire à sa déformation et compromet la dernière étape de fabrication de la pièce, le revenu durcissant. Une chauffe beaucoup plus rapide de l'éprouvette, en quelques secondes, permettrait d'atténuer ce mécanisme. Il serait donc intéressant d'effectuer des essais complémentaires pour évaluer la pertinence de cette proposition.

Conditions limites de formage de l'alliage CuNiSi(I)

Les observations au microscope optique ont montré que les premières fissures des éprouvettes TEFF apparaissent systématiquement dans la zone Z2. Cette zone fixe donc les conditions limites de formage de l'alliage CuNiSi(I) pour les sollicitations mécaniques reproduites par ces essais.

Les températures expérimentales correspondent aux températures initiales à la dépose de l'éprouvette sur la matrice inférieure. Elles sont mesurées par un pyromètre bichromatique. Le rapport d'émissivité K nécessaire à cette mesure est recalé suivant la méthodologie précédemment utilisée en section 4.2.2. Les valeurs identifiées sont comprises entre 1.1 et 1.15, ce qui représente pour la gamme de température testée une erreur de mesure de ± 15 °C. Les relevés de température en fonction de la force maximale de compression sont représentés en figure 4.22a. On observe que globalement la force de compression augmente lorsque la température diminue. Au-delà de 284 kN, aucune fissure n'est détectée dans les éprouvettes quelle que soit la température.

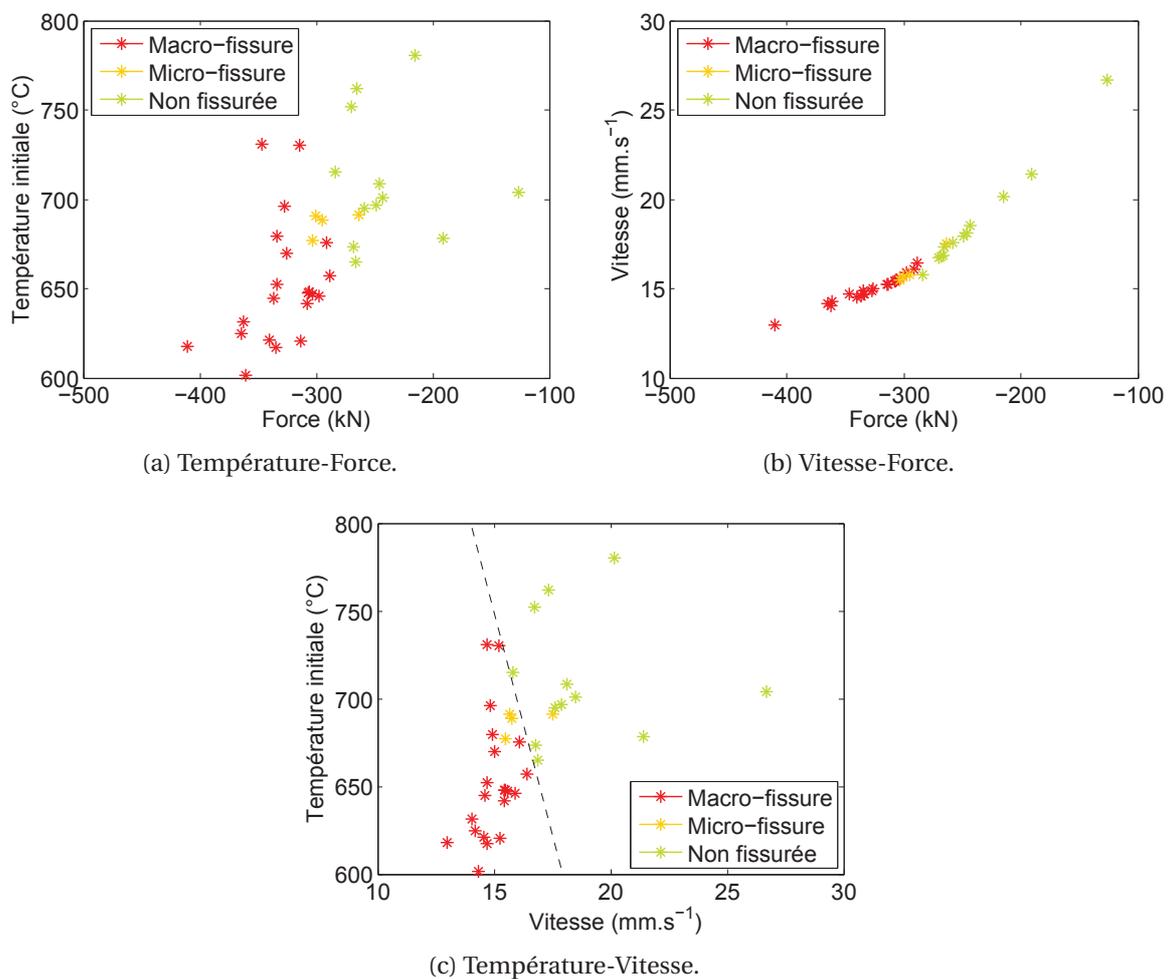


FIGURE 4.22 – Résultats expérimentaux de la campagne d'essai TEFF, analyse de la zone de fissuration Z2.

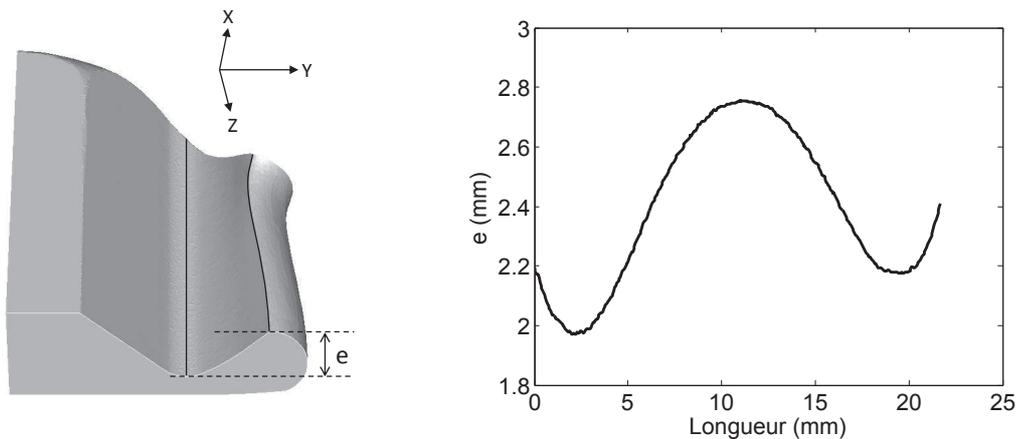
Bien que la consigne de vitesse de déplacement soit fixée à $25 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$, l'inertie de la machine induit des variations de vitesse effective entre essais. La figure 4.22b montre une augmentation de l'effort lorsque la vitesse de déformation diminue. Cette tendance est contraire au comportement de l'alliage identifié en section 2.3, qui montre une augmentation de la contrainte d'écoulement pour une augmentation de la vitesse de déformation. Elle peut néanmoins s'expliquer par la compétition entre l'effet de la température et de la vitesse de déformation sur l'effort. Plus la vitesse V est faible, et plus le refroidissement de l'éprouvette est important, car la durée des échanges thermiques augmente. Cette augmentation de l'effort traduit en réalité une baisse des températures

de déformation induite par une baisse de la vitesse.

La représentation des points de mesures sur un graphique (T,V) en figure 4.22c permet de définir des conditions limites de formage. Lorsque la vitesse de déformation augmente, la température limite de formage diminue; elle passe de 715.2 °C à $V = 15.8 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$ à 665.1 °C à $V = 16.9 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$.

Estimation du coefficient de frottement

Une sélection d'éprouvettes TEFF testées et non fissurées sont analysées dans le but d'estimer le coefficient de frottement f à l'interface éprouvette - matrices. Telle que décrite en section 3.4.2, la méthode vise à mesurer la différence maximale de hauteur e_{max} entre le sommet de la nervure et la pointe de la remontée de matière (figure 4.23a). A partir d'un abaque défini numériquement, cette mesure permet ensuite d'estimer la valeur de f pour un taux d'écrasement donné.



(a) Schéma de mesure expérimentale de e . (b) Mesure de e sur la longueur d'une éprouvette.

FIGURE 4.23 – Mesure profilométrique de la différence de hauteur e sur une éprouvette TEFF testées.

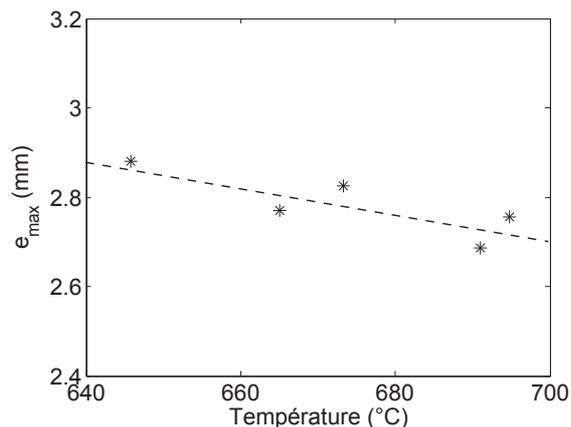


FIGURE 4.24 – Différences de hauteur e_{max} mesurées sur des éprouvettes TEFF testées à différentes températures.

La topographie des surfaces en contact avec la matrice inférieure est mesurée à l'aide d'un profilomètre 3D. Le post-traitement de ces mesures permet de calculer la hauteur e sur la longueur (sur X) des éprouvettes comme illustré en figure 4.23, et d'en extraire la valeur maximale e_{max} . Les résultats pour cinq éprouvettes testées à différentes températures sont donnés en figure 4.24. On observe une diminution de e_{max} avec une augmentation de la température. Ce comportement peut s'expliquer par une augmentation de la couche d'oxyde de cuivre avec l'augmentation de la

température qui tend à diminuer le frottement [Felder, 2014] [Zhu et al., 2002]. Les hauteurs e_{max} relevées varient entre 2.686 mm et 2.88 mm, ce qui correspond d'après l'abaque en figure 3.25 à un coefficient de frottement compris entre 0.48 et 0.58.

4.4 Conclusion

La griffe de jonction est une référence de la gamme des connecteurs de caténares, notamment pour sa complexité géométrique, son matériau l'alliage CuNiSi(I), mais aussi pour son procédé de fabrication. Une campagne de mesure sur site industriel a permis de recueillir les informations nécessaires à la connaissance du procédé de matriçage de la pièce. La caractérisation de la presse à vis est effectuée par des mesures de force et de déplacement au cours du temps en fonction du seul paramètre de la presse, à savoir son énergie maximale disponible à la déformation. Les températures des lopins de matière et des matrices sont également mesurées. Un modèle numérique du procédé a ensuite été mis au point sous le logiciel éléments finis FORGE® NxT 1.0. Il intègre le modèle rhéologique de l'alliage CuNiSi(I) développé en chapitre 2. Les paramètres thermiques du modèle sont recalés par rapport aux mesures sur site. La validation du modèle est effectuée par comparaison de mesures expérimentales et numériques de l'évolution de la force au cours du temps et de dimensions d'une pièce finale. Cette première partie du chapitre se termine par une discussion autour du modèle rhéologique utilisé. Le chapitre 2 a montré les limites de ce modèle implémenté sous forme intégrée et utilisé sous conditions évolutives de température et de vitesse de déformation. Ces conditions sont évidemment établies dans le cadre d'une modélisation d'un procédé de matriçage. Un calcul de l'erreur sur la contrainte engendrée par cette formulation du modèle rhéologique a donc été fait, et donne une valeur globalement inférieure à 15 %. L'intérêt de tenir compte de l'adoucissement du matériau par DRX est ensuite prouvé en comparant les résultats obtenus avec ceux d'un modèle Hansel-Spittel.

Les sollicitations mécaniques induites par le procédé de matriçage sur l'alliage CuNiSi(I) ont été déterminées à partir du modèle numérique. Les grandeurs représentatives du procédé (ϵ , σ_I) ont permis d'identifier les paramètres expérimentaux pour une campagne d'essais TEFF. Cette dernière avait pour but de déterminer les conditions limites de formabilité de l'alliage CuNiSi(I) dans le cadre du forgeage de la griffe, mais aussi également de confronter les résultats numériques du TEFF décrits en chapitre 3 aux résultats expérimentaux. L'observation des fissures dans les éprouvettes a validé les prédictions numériques concernant les emplacements des fissures, leur mode d'ouverture et leur ordre d'apparition. Les essais conduits avec un seul jeu de matrices ont permis d'identifier les températures limites de formage de 715 °C et de 665 °C pour les vitesses de déplacement effectives de 15.8 mm·s⁻¹ et de 16.9 mm·s⁻¹ respectivement.

Des mesures de dureté dans une coupe transversale d'une éprouvette testée ont révélé l'activation d'une précipitation statique lors des chauffes aux températures comprises entre 620 °C et 730 °C. Or, ce mécanisme de durcissement structural décrit en chapitre 1 n'est pas souhaitable à l'étape de mise en forme. L'utilisation d'un moyen de chauffe plus rapide est proposée afin d'atténuer ce mécanisme. Cela permettrait également de réduire la couche d'oxyde de cuivre formée à la surface des éprouvettes pendant la chauffe.

4.5 Références

- Altan, T., H. Henning et A. Sabroff. 1969, «A study of the mechanics of closed-die forging. important factors in selection and use of equipment for forging.», Cahier de recherche, Battelle Memorial Institute.
- Bay, N. et T. Wanheim. 1990, «Contact phenomena under bulk plastic deformation conditions», *Advanced Technology of Plasticity*, vol. 4, p. 1677 – 1688.
- Blaz, L., E. Evangelista et M. Niewczas. 1994, «Precipitation effects during hot deformation of a copper alloy», *Metallurgical and materials transactions*, vol. 25A, p. 257 – 266.
- Chauvin, C. 2010, *Contribution à la mesure de température des matériaux sous choc modéré par pyrométrie optique*, Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers.
- CIDEC. 1972, «Cu Ni₂ Si», Cahier de recherche, Centre d'information cuivre, laiton, alliages.
- Felder, E. 2014, «Effet thermique de la mise en forme - théorie et phénomènes volumiques», *Techniques de l'Ingénieur*.
- Jensen, J., R. Stewart, W. Tuttle, H. Brechna, B. N. Laboratory et U. A. E. Commission. 1980, *Brookhaven National Laboratory Selected Cryogenic Data Notebook : Sections X-XVIII*, vol. 2, Brookhaven National Laboratory.
- Khalifa, A.-J. N. 2001, «Natural convective heat transfer coefficient - a review. I. isolated vertical and horizontal surfaces», *Energy Conversion and Management*, vol. 42, p. 491 – 504.
- Lévêque, R. 2013, «Aciers à outils - classification et évolution», Cahier de recherche m4588, Techniques de l'Ingénieur.
- Medjedoub, F., S. L. Roux, G. Dour et F. Rezai-Aria. 2014, «Effect of local stress on the heat-checking morphology in high temperature tool steels under thermal fatigue : Transition from multi-axiality to uniaxiality», *Mechanics of Materials*, vol. 69, n° 1, p. 159 – 172, ISSN 0167-6636.
- Sakatani, N., K. Ogawa, Y. ichi Iijima, M. Arakawa et S. Tanaka. 2016, «Compressional stress effect on thermal conductivity of powdered materials : Measurements and their implication to lunar regolith», *Icarus*, vol. 267, p. 1 – 11, ISSN 0019-1035.
- Vieilledent, D. 1999, *Optimisation des outils en forgeage à chaud par simulation éléments finis et méthode inverse : applications à des problèmes industriels*, Thèse de doctorat, Ecole nationale supérieure des mines de Paris.
- Zhu, Y., K. Mimura et M. Isshiki. 2002, «Oxidation mechanism of copper at 623-1073 K», *Materials Transactions*, vol. 43, n° 9, p. 2173 – 2176.

Conclusion générale

Conclusion

Les travaux présentés dans ce mémoire s'inscrivent dans un contexte industriel d'optimisation de la gamme de connecteurs de caténares en cuivre. Une réduction de l'impact environnemental de fabrication et une amélioration de la fiabilité de ces pièces sont recherchées. La griffe de jonction, en alliage Cu-Ni-Si mis en forme à chaud, est la pièce de référence de ce projet industriel. L'objectif de ces travaux est de contribuer à une meilleure compréhension des couplages matériaux-procédés associés aux alliages Cu-Ni-Si pour permettre à terme de faire évoluer le procédé de forgeage à chaud de ces pièces.

L'étude bibliographique présentée dans le premier chapitre a identifié trois mécanismes microstructuraux principaux pouvant intervenir au cours d'un procédé de forgeage à chaud : la précipitation, la restauration et la recristallisation. Chacun d'entre eux peut être de type statique déclenché par un traitement thermique de revenu, ou de type dynamique déclenché par déformation à chaud ou mi-chaud. La précipitation conduit à un durcissement structural par formation de la phase δ -Ni₂Si, mais n'est possible que si le matériau est à l'état de solide sursaturée. La précipitation statique en étape finale du procédé de fabrication est bénéfique pour les propriétés mécaniques et électriques de la pièce. La composition de l'alliage, la présence d'impureté, les températures, ainsi que les vitesses de déformations sont des facteurs influents sur ces trois mécanismes.

L'alliage étudié dans la suite du manuscrit est de composition Cu-2.4Ni-0.67Si-0.26Cr. Il a été extrait du procédé de fabrication de la griffe de jonction à l'étape précédant l'opération de matriçage. À ce stade, le matériau est à l'état filé-trempé et en solution solide sursaturée. La microstructure des échantillons de matière prélevés contient de nombreuses macles de recuit associées à une recristallisation dynamique activée lors de l'opération de filage.

À l'aide des résultats du premier chapitre, le comportement rhéologique de l'alliage a ensuite été caractérisé par le biais d'une campagne expérimentale de compression à chaud. Sur les plages de température 800 - 950 °C et de vitesse de déformation 0.1 - 10 s⁻¹, les mécanismes d'écrouissage, de restauration dynamique et de recristallisation dynamique discontinue sont identifiés. Pour décrire le comportement thermoviscoplastique constaté et tenir compte des mécanismes précédents, un modèle rhéologique à base physique a été développé. La procédure de traitement des courbes expérimentales et d'identification des paramètres du modèle est décrite précisément dans ce deuxième chapitre. La formulation différentielle proposée dans ce modèle est adaptée aux conditions évolutives de températures et de vitesses de déformation.

Une variabilité de composition, et plus particulièrement de proportions d'impuretés, en fonction de la provenance des échantillons dans les barres coulées et filées a été relevée dans le premier chapitre. L'étude rhéologique a montré une influence de cette variabilité sur le comportement de l'alliage, qui se traduit par un retardement de la recristallisation dynamique. Une augmentation significative de la contrainte d'écoulement du matériau aux températures inférieures à 800 °C a également été constatée. Ce phénomène pourrait s'expliquer par l'activation de la précipitation dynamique.

Le troisième chapitre est consacré au développement d'un nouvel essai de formabilité. L'essai est nommé TEFF pour "Testing of Environmentally Friendly Formability". Son objectif est d'identifier les conditions limites de formabilité d'un couple matériau-procédé. L'essai consiste à comprimer une éprouvette cylindrique entre une matrice plane et une matrice de géométrie particulière. L'écoulement de matière engendré et les sollicitations mécaniques imposées sont semblables à ceux d'un procédé de forgeage. L'analyse numérique proposée dans ce chapitre identifie trois zones de l'éprouvette susceptibles d'ouvrir des fissures en mode I et en mode combiné I+III. Les paramètres géométriques de la matrice et les paramètres d'essai (vitesse, hauteur comprimée) sont définis de manière à reproduire une ou plusieurs grandeurs mécaniques caractéristiques du procédé étudié (déformation, vitesse de déformation, contrainte principale) dans ces zones critiques. Une condition expérimentale est jugée valide si aucune fissure n'est observée dans ces zones.

Ce nouvel essai TEFF est ensuite appliqué à l'étude du procédé de matriçage de la griffe de jonction. À l'aide de mesures recueillies sur site industriel, un modèle numérique du procédé de matriçage de la pièce est mis au point. Il intègre le modèle rhéologique de l'alliage Cu-Ni-Si développé dans ces travaux. Une comparaison des résultats numériques et expérimentaux des dimensions des pièces et des efforts a permis de montrer la fiabilité du modèle ainsi créé. Les sollicitations mécaniques induites par le procédé sont analysées numériquement. Les grandeurs caractéristiques retenues pour cette campagne d'essai TEFF sont la déformation et la première contrainte principale. Enfin, les paramètres expérimentaux sont déterminés à partir de l'analyse numérique décrite dans le troisième chapitre. Les résultats expérimentaux concernant les emplacements des fissures, leur mode d'ouverture et leur ordre d'apparition corrént parfaitement les prédictions numériques. Les essais conduits avec une seule configuration expérimentale ont permis d'identifier une température limite de formage pour l'alliage Cu-Ni-Si.

Perspectives

Le modèle rhéologique de l'alliage Cu-Ni-Si développé dans ces travaux permet de décrire de façon fiable le comportement de l'alliage sollicité à des températures comprises entre 800 °C et 950 °C et à des vitesses de déformation de 0.1 à 10 s⁻¹. Une formulation différentielle adaptée aux conditions évolutives de températures et de vitesses de déformation est proposée. L'implémentation du modèle dans le logiciel éléments finis FORGE® NxT 1.0 a nécessité l'utilisation d'une formulation intégrée adaptée préférentiellement aux conditions constantes de températures et de vitesses de déformation. L'erreur engendrée par cette formulation sur le calcul de la contrainte d'écoulement a été estimée à une valeur moyenne de 15 % dans le cas de la modélisation du procédé de matriçage de la griffe de jonction. Une évolution du modèle permettant une implémentation différentielle des trois équations fondamentales qui décrivent la cinétique de recristallisation et la contrainte d'écoulement améliorera les prédictions numériques.

La caractérisation rhéologique de l'alliage a montré une augmentation significative de la contrainte d'écoulement aux températures inférieures à 800 °C. Pour expliquer ce comportement, l'hypothèse d'une précipitation dynamique est formulée. Des observations complémentaires au MET pour détecter la présence des précipités durcissants δ -Ni₂Si permettrait de valider cette hypothèse et améliorerait la compréhension du comportement de l'alliage.

La première campagne expérimentale TEFF menée avec l'alliage Cu-Ni-Si a mis en évidence des difficultés liées à la chauffe de ce matériau. Un four électrique est utilisé pour chauffer les éprouvettes. Durant le temps de chauffe fixé à 10 min, une importante couche d'oxyde se forme à la surface des éprouvettes. Une chauffe plus rapide ou l'utilisation d'un four sous vide permettrait de limiter cet effet. De plus, des mesures de dureté sur des éprouvettes chauffées à des températures inférieures ou égales à 730 °C ont montré un durcissement lors de la chauffe. Une activation du mécanisme de précipitation statique est supposée. D'un point de vue industriel, ce mécanisme n'est pas souhaitable à l'étape du forgeage. À nouveau, une chauffe plus rapide permettrait de li-

miter ce phénomène. Pour ces raisons, un moyen de chauffe plus rapide et plus efficace doit être recherché.

Ces essais TEFM ont été paramétrés de façon à reproduire deux grandeurs caractéristiques du procédé de matriçage : la déformation et la première contrainte principale. La prise en compte des gammes de vitesse de déformation améliorerait la reproductibilité des sollicitations mécaniques du procédé. Pour cela, la vitesse de déplacement et la géométrie de la matrice doivent être adaptées. À ce jour, un seul jeu de matrices a été usiné, ce qui limite les gammes de déformation et de vitesse de déformation. Définir plusieurs géométries de référence permettrait de simplifier et d'accélérer l'identification des paramètres expérimentaux.

L'étude bibliographique dans le premier chapitre a révélé l'influence de la composition de l'alliage sur la cinétique de recristallisation dynamique, ce dernier mécanisme ayant lui-même une influence sur la formabilité. Il serait donc intéressant de poursuivre l'étude de formabilité associée au procédé de matriçage de la griffe de jonction en testant différents alliages Cu-Ni-Si de compositions légèrement variables. Cela permettrait d'identifier une composition optimisée en vue de baisser les températures de matriçage.

ANNEXE **A**

Composition des échantillons de matière

Echantillon	D1	D2	D3	M1	M2	M3	F1	F2	F3
Cu	96.339825	96.377993	96.357821	96.392452	96.391657	96.384305	96.391094	96.398983	96.469877
Ni	2.449809	2.428288	2.435292	2.422137	2.422628	2.458852	2.414371	2.405412	2.38573
Si	0.655746	0.652592	0.651698	0.643936	0.632593	0.657659	0.66297	0.660438	0.660038
Cr	0.368409	0.358157	0.373538	0.352364	0.367781	0.352771	0.314255	0.314888	0.304055
Impuretés	0.170517	0.171659	0.169703	0.180119	0.174114	0.138251	0.207782	0.21115	0.171928
Fe	0.054267	0.05607	0.056659	0.055347	0.053333	0.052637	0.061651	0.062685	0.06325
Zn	0.019132	0.020698	0.021022	0.024537	0.02022	0.018431	0.039169	0.041797	0.04279
Sn	0.008074	0.008365	0.008392	0.009103	0.008198	0.007793	0.010699	0.010144	0.010756
Se	0.004756	0.005634	0.005383	0.004962	0.005004	0.004923	0.005039	0.004121	0.004872
S	0.003447	0.003432	0.003064	0.00329	0.00621	0.002783	0.002984	0.003011	0.002428
Pb	0.005282	0.005781	0.005339	0.005857	0.005142	0.005135	0.007004	0.00599	0.007112
Mn	0.0138	0.014334	0.014429	0.014581	0.014618	0.013872	0.015984	0.016069	0.016387
Co	<0.0015	<0.0015	0.00157	0.00154	<0.0015	<0.0015	0.004556	0.005756	0.004528
Al	0.003193	0.001342	0.0006	0.002441	0.005544	0.000744	0.002247	0.000718	<0.0005
Mg	0.000575	0.000542	0.000494	0.000454	0.00059	0.000437	0.00042	0.000445	0.000379
Cd	0.000215	0.000224	0.00021	0.000281	0.000224	0.000224	0.000286	0.000265	0.000264
Te	0.003047	0.003205	0.003121	0.002763	0.002522	0.003164	0.002942	0.003063	0.003419
Zr	0.002556	0.002501	0.00273	0.002402	0.002644	0.002274	0.002335	0.001996	0.002053
B	0.000777	0.00106	0.000761	0.000541	0.000473	0.000872	0.00062	0.000665	0.000687
C	0.045082	0.04217	0.04113	0.047219	0.043092	0.018663	0.047045	0.049625	0.007703
Nb	0.008343	0.00411	0.004718	0.001619	0.003168	<0.001	0.001961	0.001946	0.001327
Ti	0.004252	0.004102	0.004131	0.004273	0.004959	0.004062	0.004467	0.004083	0.003945

Dimensionnement des matrices TEFF

Le dimensionnement des matrices est basé sur des validations mécanique et thermique. Les matrices doivent être capables de résister à la charge maximale admissible par le banc d'essai à savoir 500 kN. De plus, le positionnement des cartouches chauffantes sous la surface de contact des matrices doit assurer une chauffe homogène de cette même surface, sans pour autant fragiliser mécaniquement les matrices.

À titre d'exemple, le dimensionnement de matrices en alliage X37CrMoV5 a été réalisé. Après un traitement thermique d'un ou deux revenus, sa dureté maximale peut atteindre 52 HRC et ses propriétés mécaniques en fonction de la température sont celles données en tableau B.1.

Température (°C)	20	200	400	500	600
Masse volumique	7800	-	-	7640	7600
Chaleur spécifique	460	-	-	550	590
Limite d'élasticité (MPa)	1450	1244*	1014*	900	600
Module d'élasticité (GPa)	215	-	-	176	165
Conductivité thermique	-	32.6	-	32.1	30.5
Dilatation thermique	-	12.0	-	12.9	13.0

TABLEAU B.1 – Propriétés mécaniques et thermiques de l'acier X37CrMoV5 (* valeurs interpolées).

Les deux cartouches chauffantes doivent être placées ni trop loin de la surface de contact, car le temps de chauffe serait trop long pour ces pièces relativement volumineuses, ni trop proches pour limiter la formation de point chaud. Des simulations numériques effectuées à l'aide du logiciel éléments finis ABAQUS® ont permis de définir un positionnement correct. Ainsi, les cartouches sont insérées perpendiculairement aux nervures, et sont distantes de 11.5 mm de la surface de dépose de l'éprouvette. De plus amples précisions sont données sur le plan d'usinage.

Pour les simulations numériques, des cartouches chauffantes de 150 W, de diamètre 6.5 mm et de longueur chauffée 55 mm, à une température de 200 °C sont considérées. Le flux de chaleur de $0.13 \text{ W}\cdot\text{mm}^{-2}$ généré par chacune de ces cartouches est intégralement transmis au milieu ambiant, ce qui permet d'atteindre un régime stationnaire en 100 s. La figure B.1 illustre les résultats numériques pour cette géométrie retenue. Des points chauds se forment au-dessus des cartouches (figure B.1a) mais le placement perpendiculaire aux nervures les exclut du centre de la surface. La matière autour des cartouches est évidemment la plus chaude (figure B.1b) et la température au centre de la surface de contact est inférieure d'environ 20 °C à la consigne. Pour conclure, ce placement de cartouches garantit une température homogène au centre de la zone prévue pour

la dépose de l'éprouvette, et la régulation des cartouches par mesure de la température à la surface de la matrice est nécessaire pour plus de précision.

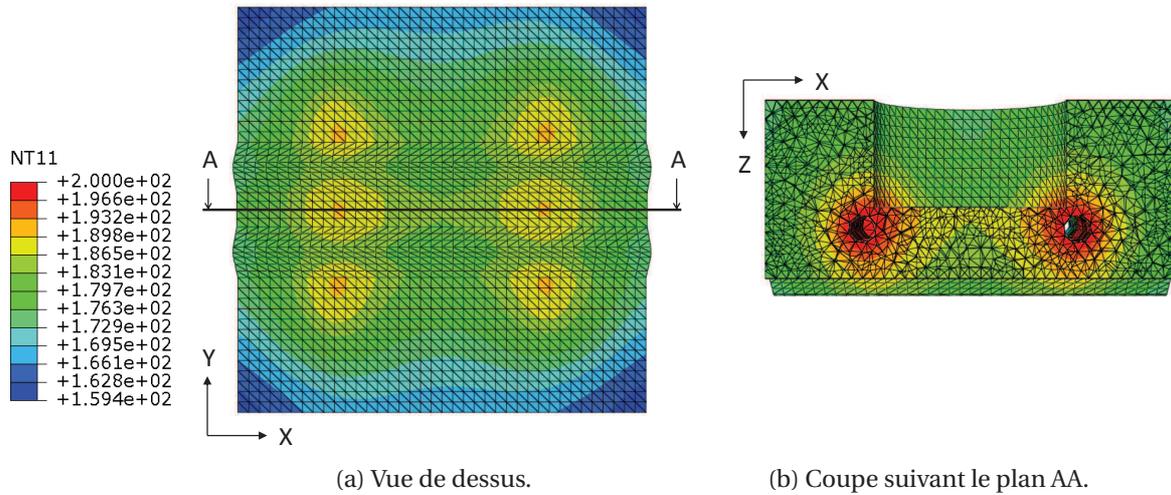


FIGURE B.1 – Carte d'isovaleurs de température (°C) d'une matrice inférieure TEF en X37CrMoV5, pour une chauffe simulée à 200 °C.

La matrice inférieure est potentiellement la plus résistante des matrices, car sa hauteur totale est surélevée du paramètre h (figure 3.10) par rapport à la matrice supérieure. C'est pourquoi la validation mécanique du dimensionnement des matrices est réalisée à partir de la matrice supérieure. D'après les simulations numériques, un effort de 500 kN appliqué à une surface équivalente à la surface de contact de la matrice inférieure engendre au maximum une contrainte équivalente de 1054 MPa. Cette dernière se localise à proximité des perçages des cartouches (figure B.2b). D'après le tableau B.1, les matrices peuvent donc être chauffées au maximum à environ 400 °C sans risquer de les déformer plastiquement pour un effort maximal de 500 kN.

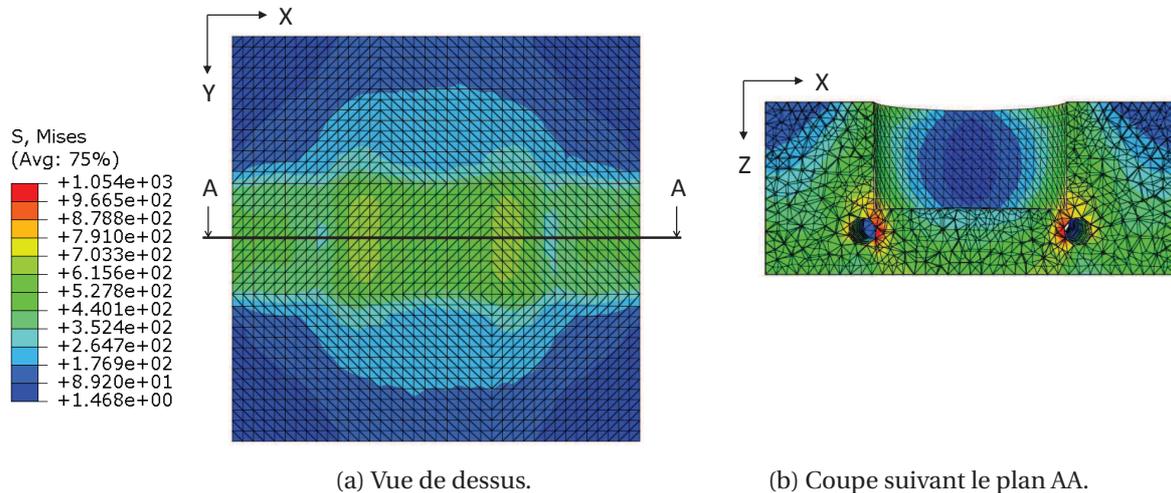


FIGURE B.2 – Simulation numérique du champ de contrainte dans une matrice supérieure en alliage X37CrMoV5.

Équations relatives aux modèles numériques sous FORGE® NxT 1.0

Modèle de frottement de Bay

Bay et Wanheim [1990] ont proposé un modèle généralisé valable à la fois à basse et à forte pression de contact. Il suppose que la surface du matériau est rugueuse, et donc formée d'aspérités impliquant une aire de contact réelle A_r plus faible que l'aire apparente A_a . Le ratio de ces deux aires $\bar{\alpha} = A_r/A_a$ est introduit. Lorsque la pression de contact augmente, ce ratio tend vers 1 car les aspérités se déforment plastiquement et s'aplatissent. Le modèle décrit l'évolution de τ en fonction d'un seul coefficient de frottement f , du ratio $\bar{\alpha}$ et de la contrainte d'écoulement en cisaillement pur k (selon le critère de von Mises), par la relation suivante :

$$\tau = (f \cdot \bar{\alpha}) \cdot k \quad (\text{C.1})$$

avec

$$k = \frac{\sigma}{\sqrt{3}} \quad (\text{C.2})$$

Le terme $(f \cdot \bar{\alpha})$ est conditionné par le rapport entre la contrainte normale σ_n et la contrainte d'écoulement σ tel que :

$$(f \cdot \bar{\alpha}) = \frac{\tau}{k} = \begin{cases} \frac{\tau'}{k} \cdot \frac{\sigma_n/\sigma}{\sigma'_n/\sigma} & \text{si } \frac{\sigma_n}{\sigma} \leq \frac{\sigma'_n}{\sigma} \\ \frac{\tau'}{k} + \left(f - \frac{\tau'}{k}\right) \cdot \left[1 - \exp\left(\frac{(\sigma'_n/\sigma - \sigma_n/\sigma) \cdot \tau'/k}{(f - \tau'/k) \cdot \sigma'_n/\sigma}\right)\right] & \text{si } \frac{\sigma_n}{\sigma} > \frac{\sigma'_n}{\sigma} \end{cases} \quad (\text{C.3})$$

Les limites de proportionnalité (τ' , σ'_n) en fonction de f sont définies par :

$$\frac{\sigma'_n}{\sigma} = \frac{1 + \pi/2 + \arccos(f) + \sqrt{1 - f^2}}{\sqrt{3} \cdot (1 + \sqrt{1 - f})} \quad (\text{C.4})$$

et

$$\frac{\tau'}{k} = 1 - \sqrt{1 - f} \quad (\text{C.5})$$

L'évolution des contraintes τ/k et σ_n/σ respectivement nommées contrainte de frottement adimensionnelle et contrainte normale adimensionnelle est tracée en figure C.1 pour différentes valeurs de f . Aux faibles pressions de contact, la contrainte tangentielle est proportionnelle à la contrainte normale selon une relation assimilable à un modèle de frottement de Coulomb.

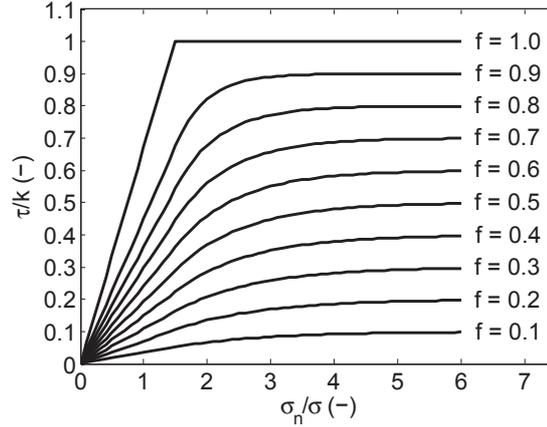


FIGURE C.1 – Courbes de contrainte normale adimensionnelle en fonction de la contrainte de frottement adimensionnelle pour différentes valeurs de f . [Bay et Wanheim, 1990]

Échanges thermiques

La puissance dissipée par le frottement de corps en contact est définie par la relation :

$$\Phi_{fr} = \frac{b_1}{b_1 + b_2} \cdot \tau \cdot V_g \quad (C.6)$$

où b_1 et b_2 sont les effusivités des corps en contact et V_g est la vitesse de glissement relative des corps. L'effusivité b_1 est attribuée au corps dans lequel le bilan thermique est effectué. Le paramètre d'effusivité se déduit de l'équation C.7 avec λ la conductivité thermique du matériau, ρ sa masse volumique et c sa capacité thermique massique.

$$b = \sqrt{\lambda \cdot \rho \cdot c} \quad (C.7)$$

Les flux thermiques de convection Φ_{conv} et de rayonnement Φ_{ra} échangés avec l'air ambiant sont formulés par les équations suivantes :

$$\Phi_{ra} = \varepsilon_r \cdot \sigma_r \cdot S \cdot (T^4 - T_a^4) \quad (C.8)$$

$$\Phi_{conv} = h_{conv} \cdot S \cdot (T - T_a) \quad (C.9)$$

où ε_r est l'émissivité du matériau, σ_r est la constante de Stéphan Boltzmann, S représente la surface d'échange, T est la température du matériau, T_a est la température de l'air ambiant et h_{conv} est le coefficient d'échange thermique de convection.

Les échanges thermiques de conduction Φ_{cond} dus au simple contact entre la pièce et l'outil suivent une loi générique fonction de la différence de température de ces corps :

$$\Phi_{cond} = K_{cond} \cdot (T - T_{outil}) \quad (C.10)$$

avec T_{outil} la température de l'outil et K_{cond} est le coefficient d'échange thermique de conduction.

ANNEXE **D**

Plans d'usinage des matrices TEFF

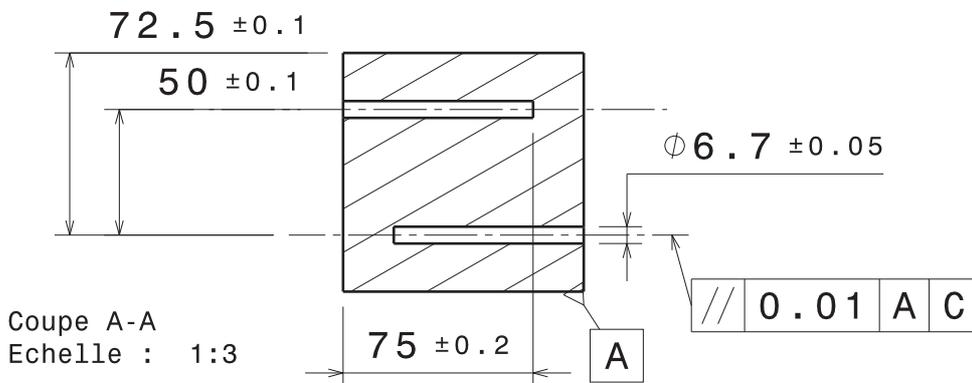
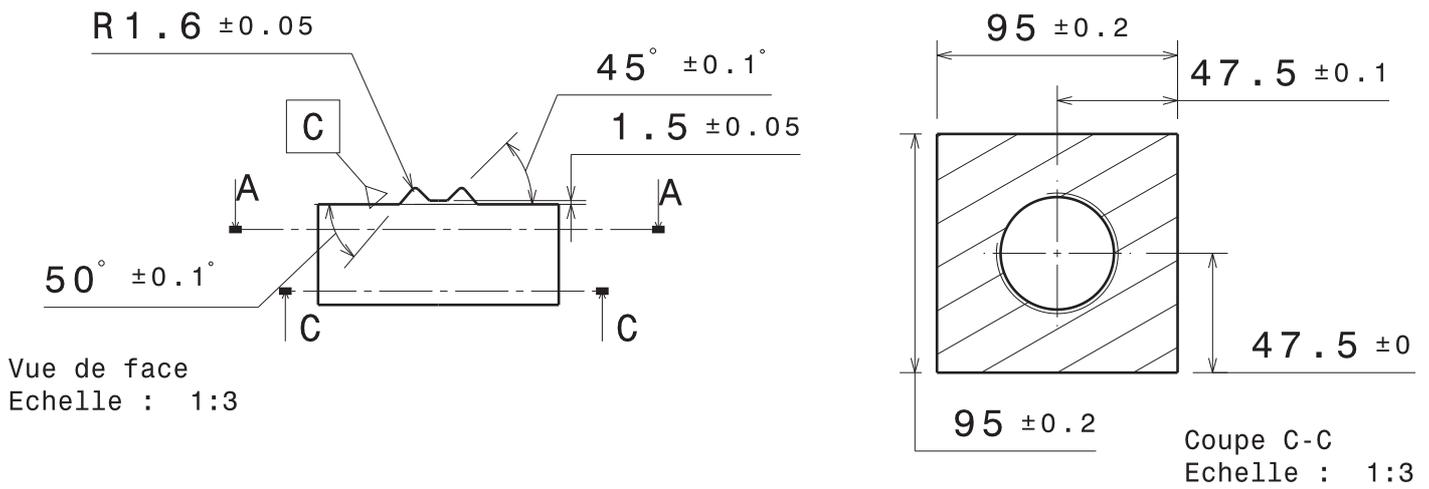
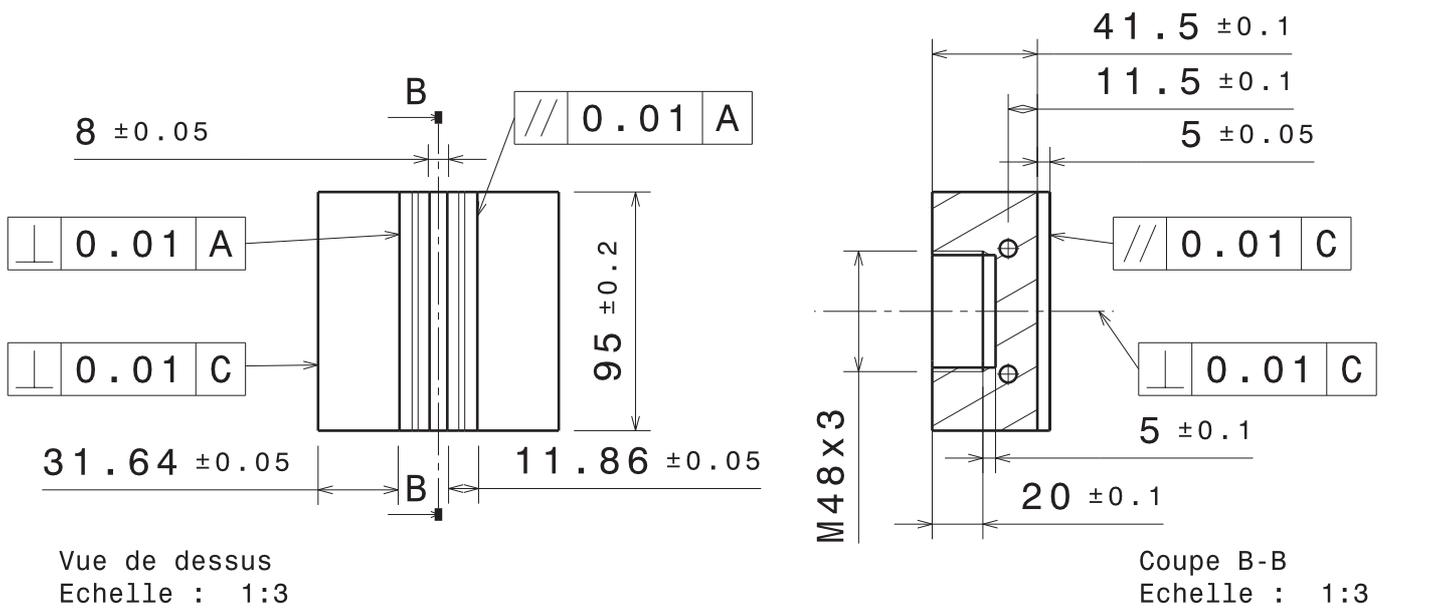


FIGURE D.1 – Plan d'usinage de la matrice inférieure.

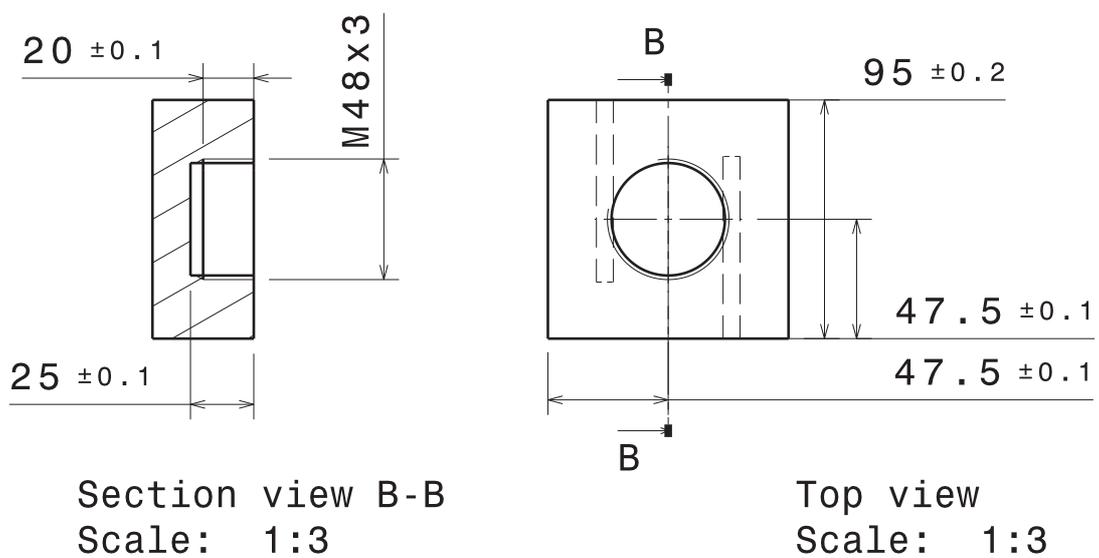
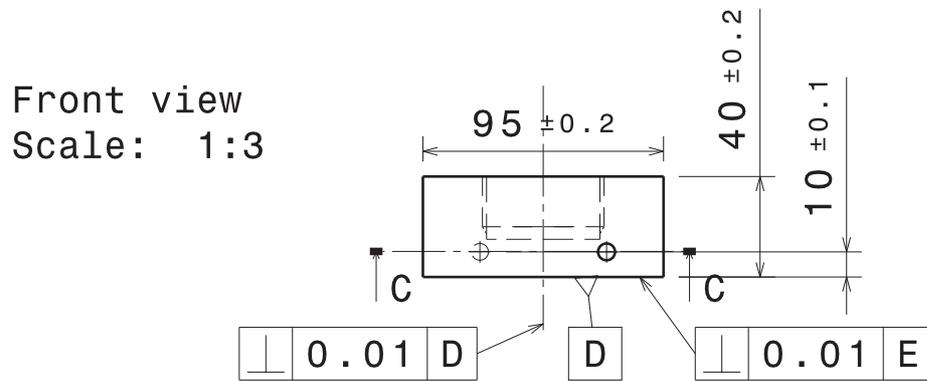
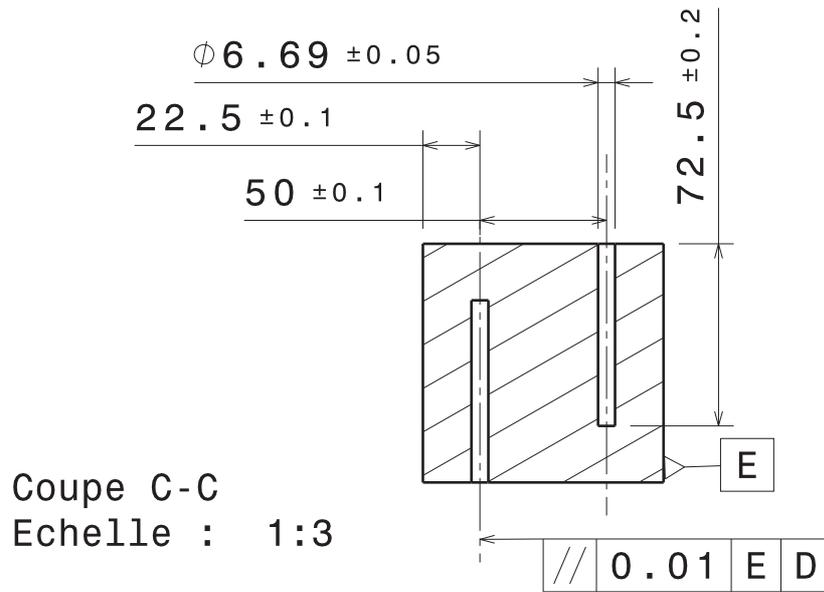


FIGURE D.2 – Plan d'usinage de la matrice supérieure.

Résumé

Les raccords et connexions de caténares ont un rôle important dans l'intégrité électrique et mécanique des caténares. Ces pièces sont pour la plupart constituées d'un alliage de cuivre Cu-Ni-Si mis en forme par forgeage à chaud. Dans un contexte de fiabilisation du réseau ferroviaire, l'amélioration de leurs performances et de leurs procédés de fabrication est recherchée. Ces travaux se concentrent sur l'étape de mise en forme de ces pièces, et ont pour objectif de mieux comprendre les couplages matériaux-procédés des alliages Cu-Ni-Si.

Une campagne expérimentale de compression est menée. Elle permet de développer un modèle rhéologique à base physique décrivant le comportement d'un alliage Cu-Ni-Si dans les gammes de température 800 - 950 °C et de vitesse de déformation 0.1 - 10 s⁻¹. Il tient compte des phénomènes d'adoucissement par restauration et recristallisation dynamiques. Le modèle ainsi créé est ensuite implémenté dans un logiciel éléments finis.

Un nouvel essai de formabilité est proposé. Il permet de reproduire les sollicitations mécaniques rencontrées lors d'un procédé de forgeage et vise à déterminer les conditions limites de formabilité d'un matériau. La mise en forme d'une pièce de référence est étudiée par le biais de cet essai. Sa caractérisation précise en matière de champ de déformations et de contraintes permet d'identifier les paramètres expérimentaux. Les résultats identifient une température limite de forgeage en-deçà de laquelle des fissures sont prédites dans la pièce.

Mots clés : Cuivre, Cu-Ni-Si, Rhéologie, Recristallisation dynamique, Précipitation dynamique, Formabilité, Forgeage

Abstract

Contact wire splices play a leading role in the electric and mechanical integrity of the catenary systems. Most of these parts are made of Cu-Ni-Si alloys and manufactured by a hot forging process. With the aim of increasing the reliability of the railway network, the improvement of their performances and their manufacturing processes is sought. This work is focused on the forming stage of these parts and aims to give a better understanding of the materials-processes couplings for the Cu-Ni-Si alloys.

An experimental campaign including compression tests is conducted. It allows the development of a physically-based model to describe the rheological behavior of a Cu-Ni-Si alloy deformed in the temperature range between 800 °C and 950 °C, at strain rates in the range of 0.1 - 10 s⁻¹. It takes into account the work-softening implied by dynamic recovery and dynamic recrystallization. The model thus created is then implemented in a finite element software.

A new workability test is proposed. Its purpose is to reproduce the mechanical conditions encountered in a forming process and to determine the critical conditions of workability related to a material. The forging process of a reference part is studied by means of this test. An accurate characterization of the process in terms of strain magnitude and stress field allows the identification of the experimental parameters. The results lead to the identification of a limit temperature of workability below which fractures are predicted in the part.

Keywords : Copper, Cu-Ni-Si, Rheology, Dynamic recrystallization, Dynamic precipitation, Workability, Hot forging