

# Mise en forme à froid de soupapes en acier inoxydable austénitique ou en superalliage base fer

Olivier Séguy

▶ **To cite this version:**

Olivier Séguy. Mise en forme à froid de soupapes en acier inoxydable austénitique ou en superalliage base fer. Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2007. Français. NNT : 2007ENMP1500 . tel-00259312

**HAL Id: tel-00259312**
**https://pastel.hal.science/tel-00259312**

Submitted on 27 Feb 2008

**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.

MINES PARIS
ParisTech

ED n° 364 : Sciences fondamentales et appliquées

***N° attribué par la bibliothèque***
|__|__|__|__|__|__|__|__|__|__|__|

# T H E S E

pour obtenir le grade de
**Docteur de l'Ecole des Mines de Paris**
Spécialité "Sciences et Génie des Matériaux"

présentée et soutenue publiquement par
**Olivier SEGUY**

le 3 décembre 2007

**MISE EN FORME A FROID DE SOUPAPES EN ACIER INOXYDABLE AUSTENITIQUE OU EN SUPERALLIAGE BASE FER**

***Directeur de thèse : Yvan CHASTEL***

Jury

| | |
|---|---|
| Mme Anne-Marie CHAZE | Président |
| Mme Mirentxu DUBAR | Rapporteur |
| M Guy MONTEIL | Rapporteur |
| M Aldo BENNANI | Examinateur |
| M Yvan CHASTEL | Directeur de thèse |
| M Michel-Yves PERRIN | Co-directeur de thèse |

# Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier la société Cogne Acciai Speciali pour avoir financé cette étude et m'avoir proposé ce sujet complet et intéressant. Certaines histoires se répètent : c'est grâce à vous que j'ai obtenu mon diplôme d'Ingénieur de l'Ecole des Mines d'Albi en juin 2001, et c'est grâce à vous que j'espère obtenir mon titre de Docteur en Sciences et Génie des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris cette année. Un grand merci donc à toutes les personnes qui ont suivi de près ou de loin mon étude : Aldo Bennani, Marco Farinet, Armando Poli, Andrea Vuillermin et toute son équipe… Mes sincères remerciements à Chiara Andrianopoli avec qui, malgré tous les problèmes rencontrés, les choses semblent toujours possibles. Une pensée enfin à tous les amis que j'ai pu garder là-bas et en particulier Rocco et Umberto qui se reconnaîtront.

Mes pensées se tournent vers tous les gens qui m'ont apporté une aide précieuse au Centre de Mise en Forme des Matériaux : Yvan Chastel et Michel-Yves Perrin mes tuteurs, Monique Repoux, Suzanne Jacomet et Bernard Triger pour leur aide précieuse en métallographie, Gilbert Fiorucci, Alain Le Floc'h et toute son équipe, Marco, Eric, Jo, Christophe, Lionel, Simon… Quatre années bien trop courtes passées avec vous… Merci également à Marco Milesi dont le coup de pouce a été essentiel dans la dernière ligne droite. Une pensée également pour tous les gens qui ont fait de mon séjour au CEMEF une expérience enrichissante : les élèves du Matmef 2001-2002, Nico (je sais ça fait double), Aurélien, Christian et toutes les filles : Marianne, Abla, Magali, Véro… Merci à toutes et à tous.

Je souhaite remercier Philippe Vennegues du Centre de Recherches sur l'Hétéro-Epitaxie (CRHEA), unité dépendante du CNRS, dont la collaboration a été précieuse dans nos investigations au MET.

Je tiens également à remercier Mirentxu Dubar, de l'Université de Valenciennes, Anne-Marie Chaze, de l'Université de Nice Sophia-Antipolis, et Guy Monteil de l'Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et des Microtechniques (ENS2M) de Besançon, pour avoir accepter d'évaluer mon travail de thèse.

Un grand merci enfin à toute ma famille qui m'a toujours suivi dans mes choix et encouragé lors de ces moments de blues où on a envie de tout plaquer. Une dernière pensée pour l'amour de ma vie qui m'a porté bien plus haut que je ne pouvais l'espérer. A toi Christelle et à notre fils Nathan.

# Sommaire

**Introduction** **Page 1**

**1- Présentation du problème - Contexte industriel** **Page 3**

**2- Alliages utilisés pour les soupapes d'échappement** **Page 13**

**3- Caractérisation des nuances actuelles** **Page 39**

**4- Développement de nouvelles nuances** **Page 71**

**5- Mise en forme à froid des soupapes** **Page 87**

**Conclusion et perspectives** **Page 127**

# Introduction

Cogne élabore et transforme des demi-produits en aciers inoxydables austénitiques et martensitiques pour la fabrication de soupapes de moteurs à combustion. Ces soupapes sont actuellement mises en forme à chaud.

Dans un contexte concurrentiel de plus en plus sévère, les industriels sont à la recherche de la moindre économie. En cela, la mise en forme à froid des soupapes est une solution envisageable. Dans un souci d'économie d'énergie et plus généralement de réduction des coûts de fabrication, Cogne souhaite étudier la faisabilité de mettre en forme à froid les soupapes en acier inoxydable austénitique.

Le thème de la collaboration entre Cogne et le Centre de Mise en Forme des Matériaux est donc d'étudier la formabilité des nuances d'acier inoxydable austénitique existantes et de l'optimiser pour réussir à obtenir des soupapes en acier inoxydable austénitique. En parallèle, Cogne souhaite développer de nouvelles nuances pour cette application, dans la famille des superalliages base fer.

Cette thèse reprend les résultats de trois années de collaboration, du 1er octobre 2002 au 30 septembre 2005. Dans un premier temps, nous expliciterons le contexte de l'étude. Ensuite, nous présenterons les principaux alliages considérés lors de ce travail. Nous donnerons ensuite les résultats de la caractérisation des nuances au catalogue de Cogne. A partir de là, nous présenterons la méthode pour obtenir de nouveaux alliages ainsi que les améliorations observées. Enfin, nous aborderons la mise en forme à froid des soupapes à travers la simulation numérique via la méthode des éléments finis et la prise en compte de l'endommagement ductile.

Enfin, en conclusion, nous évoquerons les différentes perspectives pouvant découler de ce projet.

# 1- Présentation du problème - Contexte industriel

**1 - PRESENTATION DU PROBLEME - CONTEXTE INDUSTRIEL ..... 3**

1.1 - COGNE ACCIAI SPECIALI ..... 4
1.2 - LES ACIERS A SOUPAPES ..... 6
*1.2.1 - Deux applications bien distinctes ..... 6*
*1.2.2 - Procédé d'élaboration et de transformation des aciers à soupapes ..... 7*
*1.2.3 - Les nuances produites ..... 8*
*1.2.4 - Procédé de fabrication des soupapes ..... 9*
1.3 - OBJECTIFS INDUSTRIELS ..... 10
1.4 - REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES ..... 11

## 1.1- Cogne Acciai Speciali

Cogne Acciai Speciali est un groupe sidérurgique dont la maison mère est basée à Aoste, en Italie. Fondée au début du 20ème siècle, et longtemps entreprise d'état, Cogne affiche en 2006, un chiffre d'affaires de 650 millions d'euros pour une production de 205 mille tonnes d'acier. Cogne possède trois sites de production, dont deux en Italie et un en Chine, ainsi que des antennes commerciales en France, Royaume-Uni, Allemagne, Espagne, Suisse, Brésil, Corée du Sud et Chine, pour un total de 1450 collaborateurs.

Les activités sidérurgiques de Cogne sont multiples :

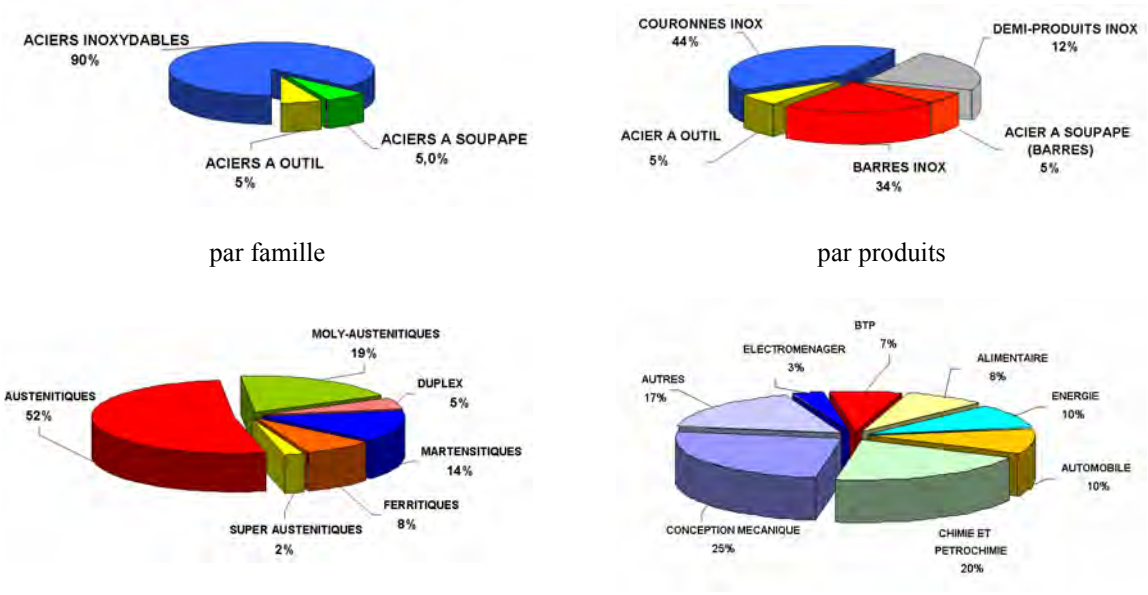
- les produits longs en acier inoxydable sous forme de couronnes, barres et demi-produits ;
- les aciers à outils sous forme de barres laminées et de blocs forgés :
- les aciers à soupapes ;
- la métallurgie des poudres ;
- les produits spéciaux…

Un aperçu de ces différents produits est fourni ci-dessous (Figure 1.1).




**Figure 1.1 : Aperçu des produits de Cogne [COG]**

La répartition du chiffre d'affaires est donnée ci-après (Figure 1.2).




par famille | par produits

par nuances | par secteurs d'activités

**Figure 1.2 : Répartition du chiffre d'affaires [COG]**

Cogne figure parmi les leaders européens et mondiaux dans le secteur des produits longs en acier inoxydable et plus particulièrement dans le secteur des aciers à soupapes.

Cogne élabore et transforme des demi-produits en aciers inoxydables austénitiques et martensitiques pour la fabrication de soupapes de moteurs à combustion. Ses clients, équipementiers automobiles, mettent aujourd'hui en forme des soupapes par forgeage à chaud.

Dans un contexte concurrentiel de plus en plus sévère, les industriels sont à la recherche de la moindre économie. En cela, la mise en forme à froid des soupapes est une solution à explorer. Dans un souci d'économie d'énergie et plus généralement de réduction des coûts de fabrication pour ses clients, Cogne souhaite ainsi étudier la faisabilité d'une mise en forme à froid de soupapes en acier inoxydable austénitique.

Le sujet de cette thèse consiste donc à étudier la formabilité à froid des nuances d'acier inoxydable austénitique existantes et de l'optimiser pour réussir à obtenir des soupapes via une ou plusieurs gammes satisfaisantes d'un point de vue économique. En parallèle, Cogne souhaite développer de nouvelles nuances pour cette application, dans la famille des superalliages base fer.

# 1.2- Les aciers à soupapes

## 1.2.1- Deux applications bien distinctes

Dans un moteur à combustion, on distingue deux types de soupapes (Figure 1.3). La soupape d'admission [A] permet au gaz frais [C] (mélange d'air et d'essence) de rentrer dans la chambre de combustion depuis le carburateur ou l'injecteur. La soupape d'échappement [B] permet aux gaz brûlés [D] de sortir de la chambre de combustion vers l'échappement.

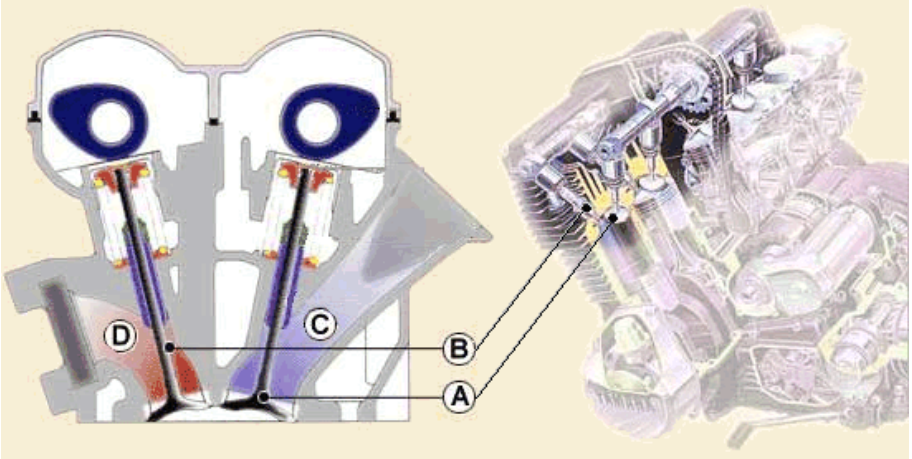



**Figure 1.3 : Schéma de principe du fonctionnement d'un moteur à combustion [MEC]**

Les soupapes en position fermée doivent assurer l'étanchéité de la chambre de combustion lors des phases de compression et de combustion des gaz frais.

Ces deux applications bien distinctes, qui supposent des sollicitations différentes, amènent à classer les aciers à soupapes en deux catégories :

- les nuances martensitiques utilisées pour les soupapes d'admission (température de travail assez basse) ;
- les nuances austénitiques pour les soupapes d'échappement (température de travail plus élevée, jusqu'à 750 °C).

Les nuances austénitiques, de par leur structure métallurgique, sont plus stables que les nuances martensitiques à haute température.

Une soupape est en fait une pièce complexe (Figure 1.4). La forme de la tête [A] permet d'assurer l'étanchéité requise. Le diamètre de la tête des soupapes d'admission est en général plus important que celui des soupapes d'échappement. La tige [B] coulisse dans les guides de soupape et permet de guider la soupape lors de son mouvement alternatif d'ouverture et de fermeture. La queue [C] dispose d'une gorge qui permet de relier la soupape au dispositif assurant son mouvement. Le collet [D] relie la tête à la tige de la soupape.

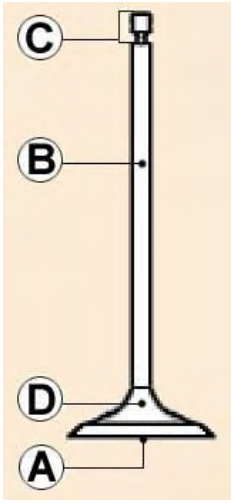



**Figure 1.4 : Schéma d'une soupape [MEC]**

Les propriétés requises pour le matériau constituant la soupape sont donc multiples :

- stabilité de la structure à chaud ;
- résistance au fluage à chaud ;
- résistance à l'usure (dureté) à chaud ;
- résistance à la fatigue thermomécanique et thermochimique ;
- résistance à la corrosion à haute température par les gaz de combustion…

## 1.2.2- Procédé d'élaboration et de transformation des aciers à soupapes

Le procédé de fabrication des deux familles d'aciers à soupapes peut être décrit par les schémas suivants (Figure 1.5 et Figure 1.6).

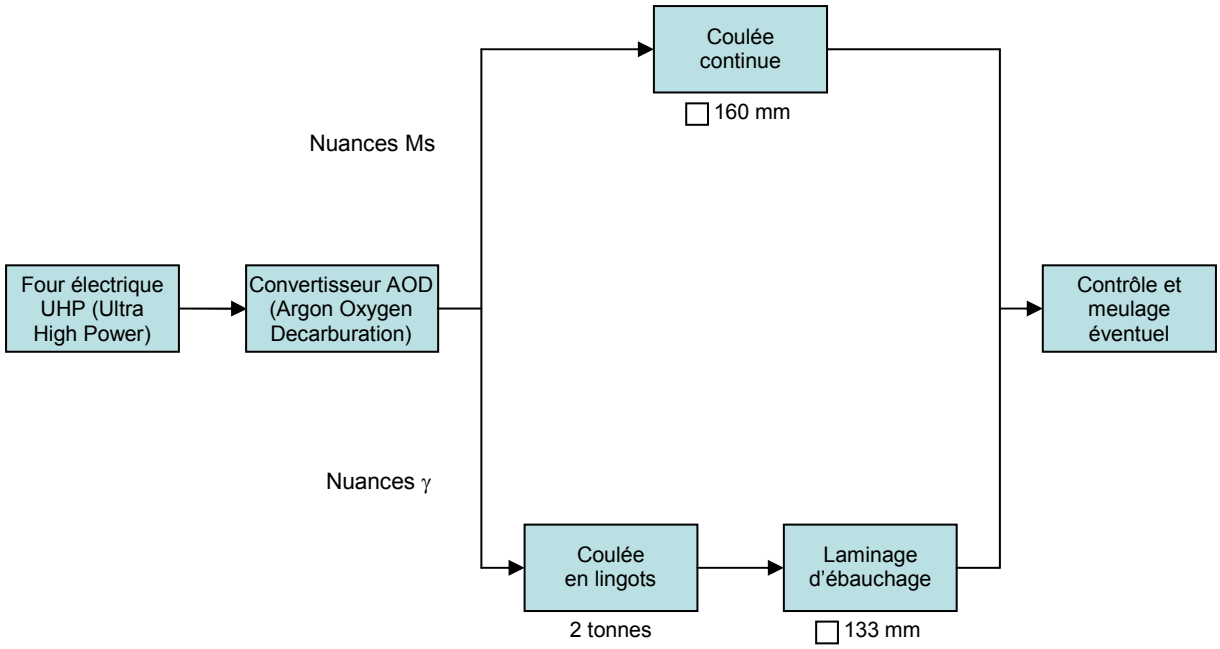



**Figure 1.5 : Elaboration et pré-transformation des aciers à soupapes**

Les nuances austénitiques ne sont pas obtenues par coulée continue. En effet, un profil de 160 mm engendrerait des problèmes au cours du laminage final, les efforts seraient trop importants, et puisque une opération d'ébauchage est nécessaire, la coulée s'effectue en lingots.

Le laminage final (Figure 1.6) aboutit à deux types de produits : les couronnes pour les petits diamètres et les barres pour les gros diamètres. Les traitements thermiques sont adaptés selon le type (barre ou couronne), la famille et le diamètre des produits. Une fois les matériaux traités, ils sont redressés et rectifiés pour être en conformité avec les tolérances dimensionnelles. Un contrôle final des défauts éventuels complète le procédé. Les défauts internes sont détectés via un contrôle par ultrasons, les défauts de surface à l'aide d'un équipement utilisant les courants induits.

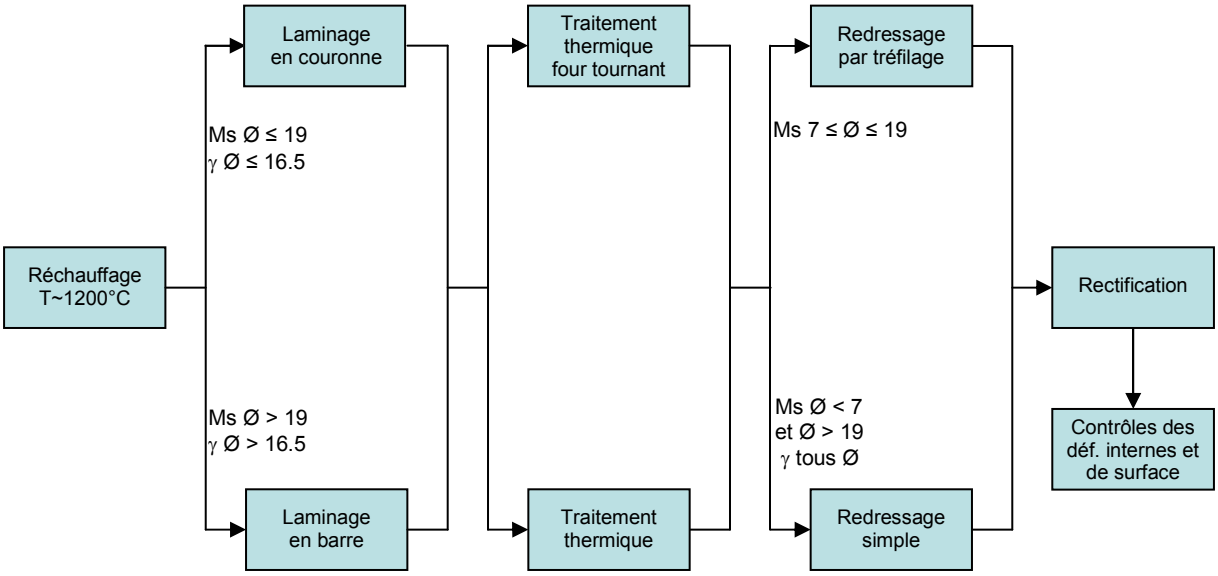



**Figure 1.6 : Elaboration et pré-transformation des aciers à soupapes**

## 1.2.3- Les nuances produites

Différents alliages ont été développés par les aciéristes en collaboration avec les motoristes. Ces nuances, parfois proches entre elles, sont liées aux marchés auxquels elles sont destinées.

| | C | Si | Mn | Cr | Mo | V | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| VM09 | 0,50 | 1,5 | 0,50 | 8,5 | --- | --- | bal. |
| VM11 | 0,45 | 2,9 | 0,50 | 9,0 | --- | --- | bal. |
| VM12D/1 | 0,42 | 2,3 | 0,50 | 9,5 | 1,0 | --- | bal. |
| VM22 | 0,85 | 0,25 | 1,3 | 17,5 | 2,3 | 0,5 | bal. |

**Tableau 1.1 : Composition chimique indicative des nuances martensitiques (% massique)**

Le VM09 et le VM11 sont utilisés pour les soupapes d'admission respectivement en Asie et en Europe. Le VM22, bien plus allié, a été développé spécifiquement pour les moteurs de camions. Enfin le VM12D/1 est utilisé en Asie pour les moteurs diesel.

| | C | Si | Mn | Cr | Ni | Nb | W | N | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| VA61 | 0,54 | 0,20 | 9,0 | 21,0 | 4,0 | --- | --- | 0,45 | bal. |
| VA66 | 0,55 | < 0,30 | 8,0 | 20,5 | 2,0 | --- | --- | 0,30 | bal. |
| VA63 | 0,52 | 0,20 | 9,0 | 21,0 | 4,0 | 2,0 | 1,0 | 0,50 | bal. |

**Tableau 1.2 : Composition chimique indicative des nuances austénitiques (% massique)**

Le VA61est la nuance austénitique la plus utilisée de par le monde. Le VA66 est une nuance très voisine utilisée aux Etats-Unis. Le VA63 a été développé à partir du VA61 et tend à le remplacer. Les additions de niobium et de tungstène ont pour but d'améliorer les propriétés mécaniques à haute température ainsi que la stabilité de la structure austénitique à haute température.

## 1.2.4- Procédé de fabrication des soupapes

Les soupapes sont aujourd'hui obtenues par déformation à chaud. On distingue plusieurs procédés d'obtention des soupapes :

- la mise en forme à partir de barres, qui conjugue extrusion, pour former la tige de la soupape, et refoulage pour former la tête de la soupape ;
- la mise en forme à partir de fils où seule la tête est déformée à chaud après un chauffage localisé par induction ;
- la soudure par friction d'une tige débitée dans du fil et d'une tête obtenue par forgeage à chaud de barres ; ce dernier procédé a donné naissance aux soupapes bi-matériaux.

Le cycle thermomécanique peut être modélisé par le schéma ci-après (Figure 1.7). L'état initial représenté correspond à l'état de livraison du matériau chez le fabricant de soupapes.

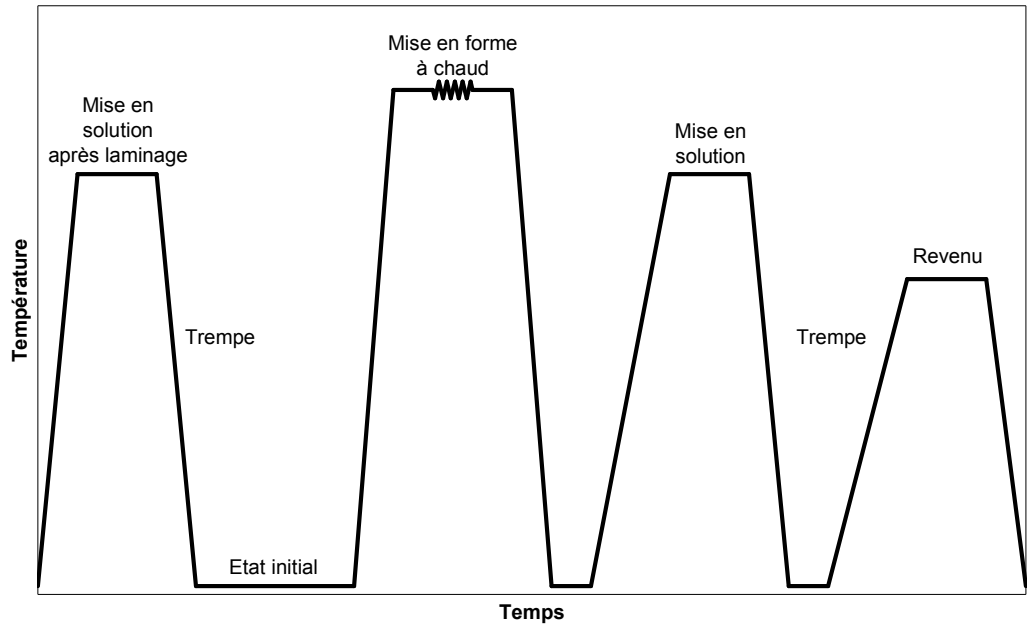



**Figure 1.7 : Mise en forme à chaud des soupapes**

## 1.3- Objectifs industriels

Aujourd'hui, Cogne fournit aux principaux fabricants de soupapes des demi-produits en aciers inoxydables austénitiques et martensitiques.

Cogne souhaite développer sa maîtrise du procédé de mise en forme à froid des soupapes. Un programme de cinq ans a été mené de 2002 à 2006, programme qui vise à aborder les différents aspects matériaux et procédé. Le but final est de développer et de valider des solutions industrielles pour la frappe à froid de soupapes en aciers martensitiques et austénitiques.

Le premier objectif de Cogne est d'étudier la faisabilité de mettre en forme à froid les soupapes en aciers austénitiques. Les intérêts de la mise en forme à froid des soupapes apparaissent multiples :

- le chauffage avant la déformation n'est plus nécessaire d'où une économie d'énergie significative ;
- la surface de la soupape n'est pas oxydée par le chauffage à la température de forgeage d'où la limitation des opérations de parachèvement (near net shape) ;
- la déformation à froid provoque un écrouissage de la matière et donc des caractéristiques mécaniques (limite élastique, dureté) plus élevées.

L'idée consiste plus précisément à modifier le procédé actuel (Figure 1.7) et à le remplacer par le procédé schématisé ci-après (Figure 1.8).

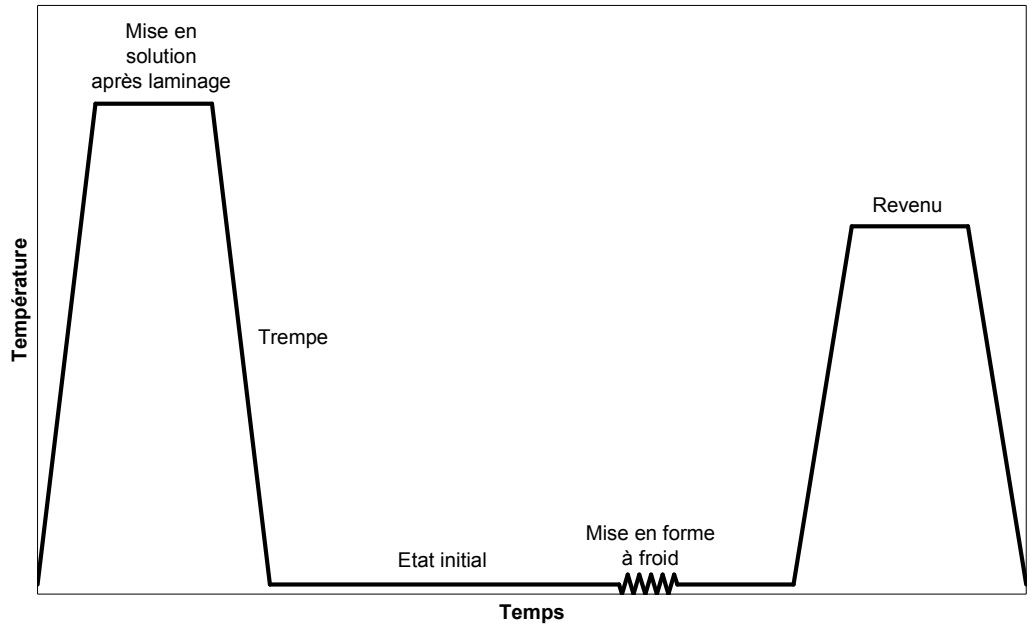



**Figure 1.8 : Mise en forme à froid des soupapes**

Le deuxième objectif est d'améliorer les nuances existantes ou de développer de nouvelles nuances pour à la fois répondre aux critères de ductilité à froid, mais également pour tenter d'améliorer les propriétés en service des soupapes tant au niveau des propriétés mécaniques que de la résistance à la corrosion.

Pour cela, et pour rester dans une fourchette de coût matière raisonnable, Cogne compte également développer de nouvelles nuances dans la famille des superalliages base fer.

## 1.4- Références bibliographiques

**[MEC]** **MECAMOTORS.** *La soupape.* Internet : <http://mecamotors.free.fr/>.

**[COG]** **COGNE.** *Présentation générale 2006.*

# 2- Alliages utilisés pour les soupapes d'échappement

**2 - ALLIAGES UTILISES POUR LES SOUPAPES D'ECHAPPEMENT ..... 13**

2.1 - INTRODUCTION ..... 14
2.2 - LES ALLIAGES CONNUS ..... 14
*2.2.1 - Structure ..... 15*
*2.2.2 - Traitements thermiques ..... 16*
*2.2.3 - Durcissement des alliages ..... 17*
*2.2.4 - Résistance à la corrosion ..... 18*
*2.2.5 - Propriétés mécaniques à haute température ..... 20*
*2.2.6 - Conclusion ..... 25*
2.3 - DEVELOPPEMENT DE NOUVEAUX ALLIAGES ..... 25
*2.3.1 - Développement d'un superalliage base fer déformable à froid ..... 25*
*2.3.2 - Autres développements notables ..... 33*
*2.3.3 - Commentaires ..... 37*
2.4 - CONCLUSION ..... 37
2.5 - REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES ..... 37

## 2.1- Introduction

La variété des nuances que nous allons aborder est très grande et il semble donc important de présenter en détail ces différents matériaux et de les comparer. Ce sera le propos de la première partie de ce chapitre où, à partir des propriétés en service visées, nous naviguerons des aciers inoxydables aux superalliages base nickel en passant par les superalliages base fer.

Dans une deuxième partie, nous présenterons certaines avancées récentes dans le domaine des alliages pour soupapes d'échappement, que ce soit dans le but de mettre en forme à froid des soupapes mais aussi de rechercher de meilleures propriétés en service à moindre coût.

## 2.2- Les alliages connus

Pour une application donnée, on choisit d'abord un alliage pour ses propriétés en service. Les soupapes d'échappement sont soumises, tout au long de leur vie, à des sollicitations mécaniques, thermiques et chimiques. Les nuances utilisées devront donc réunir de bonnes caractéristiques de résistance à ces différentes sollicitations.

Différents types d'alliages seront abordés dans cette étude. Les nuances couramment utilisées pour les soupapes d'échappement sont des aciers inoxydables austénitiques durcissables par précipitation. L'alliage 21-4N® ou 1.4871 que Cogne commercialise sous le nom VA61® en est le meilleur exemple (Tableau 2.1). Le VA61 est une nuance d'acier inoxydable austénitique durcissable par précipitation. Elle dérive de l'acier inoxydable austénitique 18-8 avec des teneurs accrues en carbone, chrome et azote.

| | C | Si | Mn | Cr | Ni | N | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| VA61 | 0,55 | 0,20 | 9,0 | 21,0 | 4,0 | 0.45 | bal. |

**Tableau 2.1 : Composition chimique nominale de l'alliage VA61 (% massique)**

Pour certaines applications spécifiques, comme les voitures de luxe, on utilise les superalliages base nickel tels que le Nimonic 80A® ou 2.4952, ou l'Inconel 751® (Tableau 2.2).

| | C | Si | Mn | Cr | Fe | Al | Ti | Nb | Co | Ni |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Nimonic 80A | 0,10 | 1,0 | 1,0 | 19,5 | 5,0 | 1,2 | 2,3 | - | 2,0 | bal. |
| Inconel 751 | 0,05 | - | - | 16,0 | 7,0 | 1,2 | 2,3 | 0,9 | - | bal. |

**Tableau 2.2 : Composition chimique nominale des alliages Nimonic 80A et Inconel 751 (% massique)**

Enfin, notre étude nous amènera à réfléchir à des alliages dérivés de l'alliage A286® ou 1.4944 commercialisé par Cogne sous le nom SF286® (Tableau 2.3). Le SF286 est un superalliage base fer, mis en forme à froid et utilisé pour la boulonnerie des moteurs à combustion.

| | C | Si | Mn | Cr | Ni | Ti | Mo | V | B | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| SF286 | 0,03 | 0,50 | 1,5 | 15,0 | 26,0 | 2,2 | 1,3 | 0,30 | 0,005 | bal. |

**Tableau 2.3 : Composition chimique nominale de l'alliage SF286 (% massique)**

## 2.2.1- Structure

Le fer, élément majoritaire des aciers, possède trois variétés de structure cristalline entre 0 K et la température de fusion :

- de 0 K à 910 °C, le fer est dit $\alpha$ de structure cubique centrée ;
- de 910 °C à 1400 °C, le fer est dit $\gamma$ de structure cubique à faces centrées ;
- de 1400 °C à 1538 °C, le fer est dit $\delta$ de structure cubique centrée.

Tous les alliages que nous venons de citer ont en commun une structure austénitique, donc cubique à faces centrées. Celle-ci peut être la structure d'équilibre comme dans le cas des superalliages base nickel, ou une structure métastable comme dans le cas des aciers inoxydables ou des superalliages base fer.

Les aciers inoxydables présentent une grande variété de structures et donc de propriétés physiques, mécaniques et surtout chimiques. Les additions majoritaires (le nickel et surtout le chrome) ainsi que les éléments à moindre teneur (le carbone, l'azote…) jouent un rôle très différent sur la structure cristallographique des alliages et donc sur leurs propriétés. Les aciers inoxydables dits austénitiques conservent à la température ordinaire la structure $\gamma$. Ils ne peuvent pas être durcis par trempe à température ordinaire, l'austénite ne se transformant pas en martensite.

**Influence des éléments d'alliage**

La structure à haute température de l'alliage ternaire Fe-Cr-Ni dépend essentiellement de la proportion relative de chrome, élément $\alpha$-gène qui réduit le domaine austénitique $\gamma$ et stabilise la ferrite, et du nickel, élément $\gamma$-gène qui étend ce même domaine $\gamma$. A titre d'exemple, on peut s'intéresser à la section isotherme à 1000 °C du diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni (Figure 2.1). L'augmentation de la teneur en chrome (équivalent) d'un acier inoxydable austénitique (point a) fait apparaître une certaine proportion de ferrite F (point b). L'augmentation de la teneur en nickel (équivalent) restitue ensuite la structure entièrement austénitique (point c).

Les autres éléments présents dans l'alliage ont un caractère $\alpha$-gène ou $\gamma$-gène. Parmi les éléments $\gamma$-gènes, outre le nickel, on retrouve le cobalt, le manganèse, le carbone, le cuivre et l'azote. Parmi les éléments $\alpha$-gènes, outre le chrome, on retrouve le silicium, le molybdène, l'aluminium, le niobium, le titane et le tungstène.

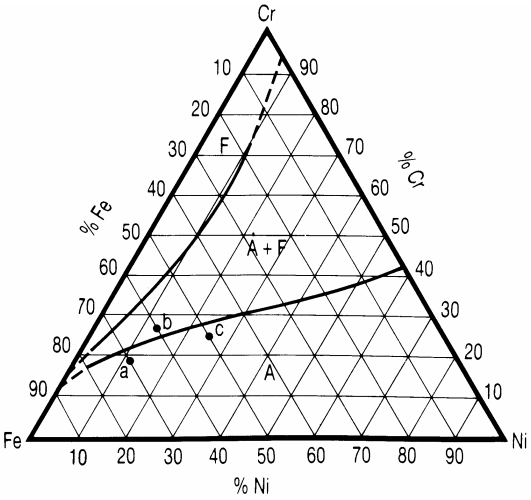



**Figure 2.1 : Section à 1000 °C du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni [BAV]**

Une méthode pour déterminer la structure de l'alliage consiste à déterminer une teneur équivalente en chrome et en nickel selon le pouvoir α-gène ou γ-gène de chaque élément. Par exemple, Harries (1981) a proposé les formules suivantes (Equation 2.1 et Equation 2.2). Chaque élément est affecté d'un coefficient qui représente son pouvoir α-gène ou γ-gène. Les coefficients d'équivalence sont définis par rapport au chrome et au nickel auxquels sont attribués arbitrairement le coefficient 1.

$$Eq.Ni(\%) = (\%Ni) + (\%Co) + 0.5(\%Mn) + 30(\%C) + 0.3(\%Cu) + 25(\%N) \quad \textbf{Equation 2.1}$$

$$Eq.Cr(\%) = (\%Cr) + 2.0(\%Si) + 1.5(\%Mo) + 5.5(\%Al) + 1.75(\%Nb) + 1.5(\%Ti) + 0.75(\%W) \quad \textbf{Equation 2.2}$$

Cependant, il faut bien prendre garde à utiliser les teneurs massiques de chaque élément de la composition exacte de la matrice, déduction faite des éléments piégés dans les précipités par exemple. Des phénomènes de ségrégation peuvent également influer sur la composition de la matrice.

Ainsi, on peut, en première approximation, prévoir la constitution des aciers inoxydables à partir des sections isothermes du diagramme d'équilibre ternaire Fe-Cr-Ni en y portant le point représentatif des valeurs des équivalents en chrome et en nickel calculées.

## 2.2.2- Traitements thermiques

### Traitement thermique de mise en solution

Les nuances austénitiques n'ont pas de point de transformation au-dessus de la température ambiante. Le traitement d'hypertrempe est le traitement thermique typique appliqué à ces différentes nuances. Ce traitement a pour but d'obtenir une phase austénitique homogène où tous les éléments et en particulier le carbone et l'azote se trouvent en solution solide.

La température de mise en solution des précipités va bien sûr dépendre de la composition chimique des alliages. Elle est, de plus, limitée, car un maintien prolongé à haute température provoquera une croissance excessive du grain austénitique. On observe, cependant, que certains carbures apparus lors de la solidification sont très stables. Ces carbures, de type MC et appelés carbures primaires, ne se remettent pas en solution.

**Traitement thermique de revenu**

Le traitement thermique de revenu permet de faire apparaître une phase précipitée dont l'action sera bénéfique sur les propriétés en service. La morphologie, la répartition et la taille de ces précipités influeront directement sur les propriétés en service des alliages.

## 2.2.3- Durcissement des alliages

**Durcissement de la solution solide**

Le durcissement de la solution solide est dû à la présence dans la matrice d'éléments en insertion (C, N) ou en substitution (Ni Cr). Ceci a pour effet de déformer la maille cristalline, et contribue à augmenter sa raideur.

Dans le cas du VA61, on peut citer l'azote dont le pouvoir durcissant est important. La solubilité de l'azote dans la matrice austénitique est de l'ordre de 0,15 %. Pour les superalliages, on peut citer le chrome, le molybdène, le vanadium…

**Durcissement par précipitation**

Lors du traitement thermique de revenu, on cherche à faire précipiter des phases durcissantes, tout en contrôlant leur répartition, leur taille et leur forme. Les meilleures caractéristiques seront obtenues avec une précipitation fine, abondante et de forme adaptée (en général sphérique ou équiaxe).

Dans le cas du VA61, les précipités sont des carbures ou des carbonitrures de type $M_7(C,N)_3$, $M_{23}(C,N)_6$, M(C,N) ou $M_6(C,N)$ où M représente un mélange de fer et de chrome. Le bore, dès une faible teneur de quelques ppm, peut contribuer à améliorer les caractéristiques mécaniques. En effet, il réduit la solubilité du carbone et augmente ainsi l'abondance et la finesse des précipités de carbures type $M_{23}C_6$ ou MC.

Dans les superalliages base nickel et les superalliages base fer, les carbures sont présents mais en quantité plus faible, du fait de la moindre teneur en carbone. La principale phase précipitée est la phase γ' $Ni_3(Al,Ti)$ parfois complétée par la phase γ'' $Ni_3Nb$. La phase γ' présente une structure cubique à faces centrées semi-cohérente avec la matrice. Elle précipite au cœur de la matrice et participe à son raidissement. Son action durcissante dépend de la quantité formée, de sa composition chimique (rapport Ti/Al) et de sa morphologie. Hochmann [HOC] parle d'une distance optimale entre les particules de l'ordre de 50 nm. Le rôle des carbures n'est cependant pas négligeable. Comme on le verra plus loin, les joints de grains jouent un rôle important dans les caractéristiques de fluage. Avec une matrice très dure et un joint de grain faible, on peut s'attendre à une rupture intergranulaire prématurée. Les carbures de type $M_{23}C_6$ ou $M_7C_3$ vont précipiter aux joints de grains et les renforcer.

## 2.2.4- Résistance à la corrosion

### 2.2.4.1- Oxydation dans l'air [HOC]

L'oxydation intervient via la mise en contact du métal et de l'oxygène de l'air. La résistance à l'oxydation des aciers et alliages pour soupapes est obtenue via la formation d'une couche d'oxyde adhérente et peu perméable.

L'adhérence est régie par le caractère plus ou moins volatil de l'oxyde formé, la perméabilité par le volume relatif de l'oxyde par rapport au volume du métal. Si le volume d'oxyde est inférieur à celui du métal, la couche d'oxyde est poreuse. L'oxygène peut alors parvenir au contact du métal et l'oxydation se poursuit. Si le volume de l'oxyde est supérieur à celui du métal, la couche est compacte et l'oxydation ne peut se faire que par diffusion de l'oxygène ou des atomes métalliques à travers la couche d'oxyde formée.

Les éléments susceptibles de former une couche stable et protectrice sont le silicium, le chrome et l'aluminium qui forment respectivement les oxydes $SiO_2$, $Cr_2O_3$ et $Al_2O_3$.

La résistance à l'oxydation à haute température des aciers à soupapes est obtenue grâce à la présence d'une couche protectrice d'un oxyde très riche en chrome, voisin de la formule $Cr_2O_3$. Cependant la formation de cette couche d'oxyde se fait via un appauvrissement en chrome du métal proche de la surface. Il faut donc un niveau assez élevé de chrome dans le matériau. Le nickel a pour effet de stabiliser la couche protectrice et permet donc de limiter la teneur en chrome. On peut donc dire que la résistance à l'oxydation à haute température sera d'autant meilleure que les teneurs en chrome et nickel seront élevées.

L'addition de silicium ou d'aluminium dans un acier au chrome permet encore d'élargir son domaine d'utilisation via la formation des oxydes $SiO_2$ et $Al_2O_3$.

### 2.2.4.2- Corrosion par les gaz de combustion [HOC]

Le problème de la résistance des aciers à l'attaque des gaz de combustion est complexe. En effet, ceux-ci peuvent contenir à la fois du dioxyde de carbone, du monoxyde de carbone et de la vapeur d'eau. On peut également y retrouver de l'azote, de l'oxygène, des produits sulfurés et même parfois des hydrocarbures non brûlés.

Diverses attaques chimiques sont donc possibles, de l'oxydation à la sulfuration en passant par la carburation. Lors du phénomène de carburation, les éléments avides de carbone, tels que le chrome, le titane ou le niobium, forment des carbures aux joints de grains et à l'intérieur des grains. La matrice dépourvue de chrome est ainsi plus sensible à l'oxydation.

### 2.2.4.3- Moyens de caractérisation [KOC]

Les soupapes sont soumises à des sollicitations thermochimiques différentes selon le carburant utilisé. Ainsi, dans un moteur essence, la température est de l'ordre de 760 °C et les gaz de combustion sont riches en oxyde de plomb. Par contre, dans un moteur diesel, les pressions exercées sont plus importantes mais la température est légèrement plus faible. Les gaz de combustion sont riches en oxygène et en soufre mais l'oxyde de plomb est absent.

**Résistance à la corrosion par l'oxyde de plomb**

Pour comparer les matériaux pour les soupapes des moteurs essence, Kocis [KOC] propose d'utiliser une immersion d'une heure dans un bain de sels fondus à base d'oxyde de plomb PbO à une température de 915 °C. L'échantillon est ensuite décapé à l'acide nitrique et on mesure la perte de masse par unité de surface.

Il mentionne le nickel, le chrome et le manganèse comme éléments favorisant la résistance à la corrosion par le PbO. Le silicium (à des teneurs supérieures à 0,25 %) est lui identifié comme élément néfaste.

**Résistance à la corrosion par les sulfures**

Pour les moteurs diesel, la résistance à la corrosion par les sulfures est testée de la même façon par une immersion d'une heure dans un bain de sels fondus riches en sulfate de sodium, calcium et/ou baryum.

Le chrome est mentionné comme l'élément qui régit la résistance à la corrosion par les sulfures.

**Résistance à l'oxydation dans l'air**

Bien que les gaz de combustion accélèrent la corrosion de la soupape, les tests d'oxydation dans l'air permettent souvent de se faire une idée assez précise sur la résistance à la corrosion des alliages.

2.2.4.4- Données numériques sur la résistance à la corrosion [KOC]

Kocis [KOC] fournit des résultats sur des essais de résistance à la corrosion pour les trois tests cités dans le paragraphe 2.2.4.3, et pour trois nuances que nous avons déjà présentées.

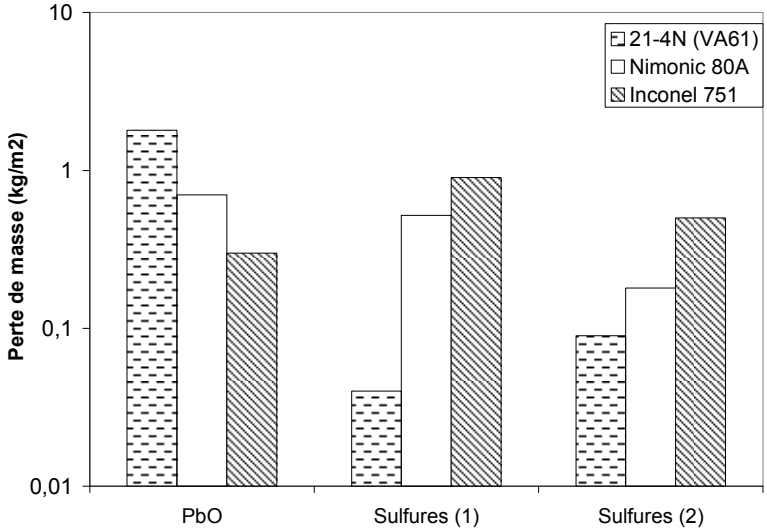



**Figure 2.2 : Résistance à la corrosion comparée des alliages [KOC]**

Sur le graphe de la Figure 2.2, la corrosion par l'oxyde de plomb PbO a été testée par immersion dans un bain de sels de PbO, à une température de 913 °C pendant 1 heure. Cet essai qui simule la corrosion des soupapes dans les moteurs à essence montre que les superalliages base nickel sont moins sensibles à ce type de corrosion.

La résistance à la corrosion par les sulfures a été testée par immersion dans un bain de sels fondus à une température de 927 °C pendant une heure. Dans le cas (1), le bain est composé de 90 % de sulfate de sodium $Na_2SO_4$ et de 10 % de chlorure de sodium NaCl. Dans le cas (2), il est composé de 10 unités de sulfate de calcium $CaSO_4$, de 6 unités de sulfate de baryum $BaSO_4$, de 2 unités de sulfate de sodium $Na_2SO_4$ et d'une unité de carbone. Pour ce type de corrosion, qui apparaît dans les moteurs diesel, la teneur plus importante en chrome de l'alliage 21-4N le rend plus résistant.

Kocis [KOC] donne également la résistance à l'oxydation des alliages 21-4N et Inconel 751 (Figure 2.3). L'essai de résistance à l'oxydation a été réalisé dans un four à air à différentes températures pour une durée d'exposition de 100 heures. On peut observer que pour l'alliage 21-4N, la température critique d'utilisation, au-delà de laquelle la corrosion augmente fortement est de l'ordre de 850 °C. L'Inconel est plus résistant.

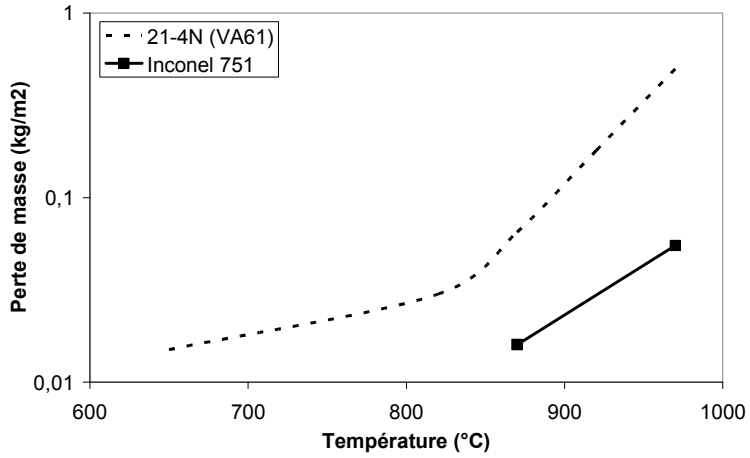



**Figure 2.3 : Résistance à l'oxydation de l'alliage 21-4N (VA61) [KOC]**

## 2.2.5- Propriétés mécaniques à haute température

Les soupapes sont soumises à des sollicitations thermomécaniques complexes, variables au cours du temps. On ne peut appréhender le problème global qu'en séparant les différentes sollicitations en sollicitations simples que l'on peut simuler plus ou moins facilement en laboratoire.

### 2.2.5.1- Caractéristiques mécaniques à chaud

Un des moyens universels pour déterminer les caractéristiques mécaniques des alliages est l'essai de traction. Kozlowski [KOZ] mentionne les caractéristiques mécaniques comparées, à chaud, de l'alliage 21-4N et du Nimonic 80 A d'après la norme NF EN 10090 (Figure 2.4 et Figure 2.5). Ces matériaux ont été hypertrempés et revenus.

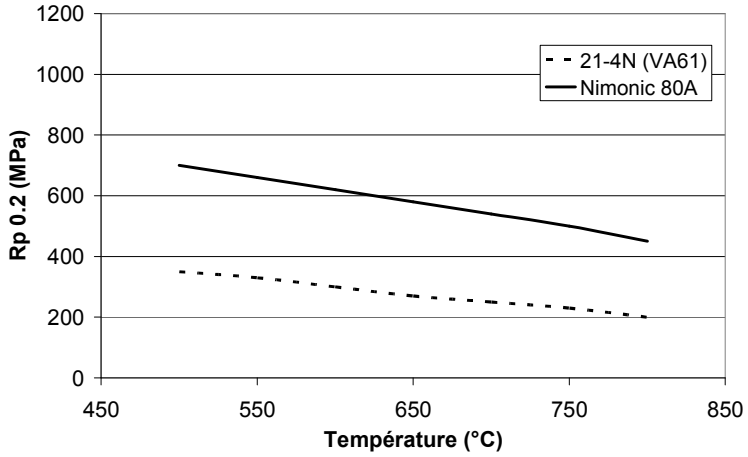



**Figure 2.4 : Limites élastiques comparées des alliages 21-4N (VA61) et Nimonic 80A [KOZ]**

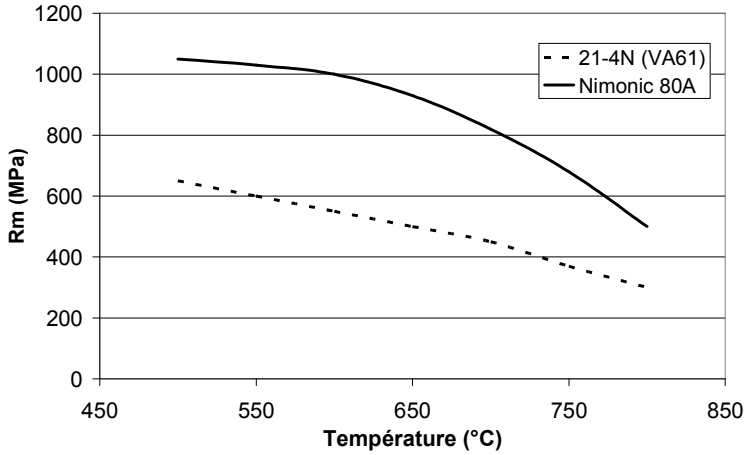



**Figure 2.5 : Limites à rupture comparées des alliages 21-4N (VA61) et Nimonic 80A [KOZ]**

On peut noter le fossé qui sépare ces deux alliages tant au niveau des limites élastiques que des limites à rupture.

Special Metals Corporation [SPE] donne des informations sur les caractéristiques mécaniques à chaud des alliages A286 et Inconel 751 (Figure 2.6 et Figure 2.7). Ces matériaux ont été hypertrempés et revenus. Il est toutefois utopique de vouloir comparer ces données aux données précédentes car l'état métallurgique et l'histoire thermomécanique de l'alliage ne sont pas nécessairement identiques. On peut cependant noter à nouveau un fossé entre ces deux alliages tant au niveau des limites élastiques qu'au niveau des limites à rupture.

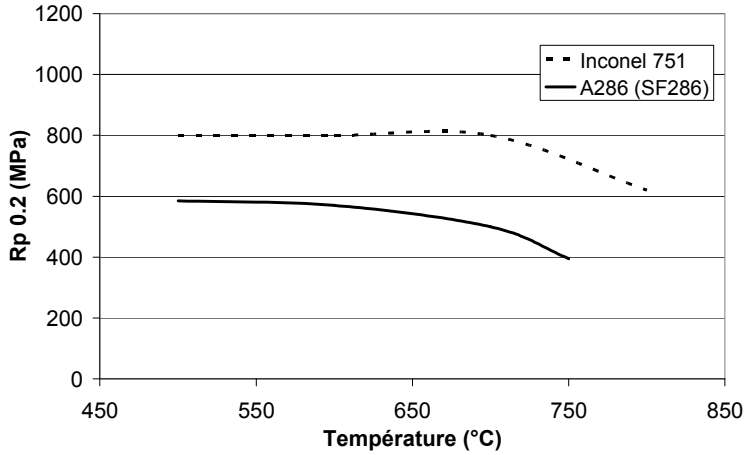



**Figure 2.6 : Limites élastiques comparées des alliages Inconel 751 et A286 (SF286) [SPE]**

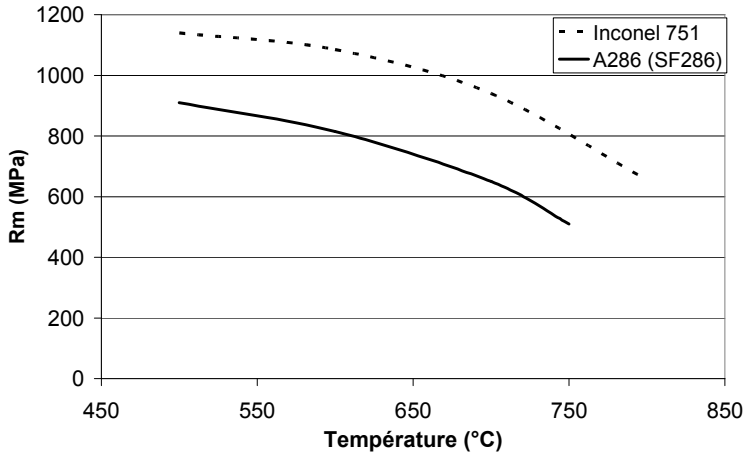



**Figure 2.7 : Limites à rupture comparées des alliages Inconel 751 et A286 (SF286) [SPE]**

### 2.2.5.2- Fluage

Tout matériau qui est soumis à un effort statique constant se déforme plastiquement au bout d'un temps plus ou moins long. Cette déformation augmente avec le temps, la charge et la température. La résistance au fluage des alliages est leur capacité à résister à cette déformation.

Un essai de fluage consiste à appliquer une charge constante à une température constante et à mesurer la déformation au cours du temps. On détermine alors les contraintes critiques qui conduisent soit à la rupture du matériau soit à une déformation plastique fixée après un temps donné d'application de la charge. Ces contraintes seront fonction du temps d'application de la charge et de la température de l'essai.

### Influence de la microstructure

La taille des grains intervient de façon significative dans les caractéristiques de fluage. Pour les aciers, à basse température (jusqu'à 600 °C), le fluage concerne essentiellement le corps des grains. Par contre à température plus élevée (750 à 850 °C), les joints de grains jouent un rôle prépondérant. On peut définir une concentration volumique de joints de grains comme le rapport du volume des joints sur le volume du matériau. Ainsi, un matériau à grains fins aura une concentration de joints de grains élevée, alors qu'un matériau à gros grains sera plus résistant au fluage aux températures élevées, car il présentera une concentration de joints de grains plus faible.

Tous les défauts de la structure, phases précipitées, inclusions, sont autant de freins au mouvement des dislocations et favorisent donc la résistance au fluage.

### Données numériques

Kozlowski [KOZ] mentionne des données sur les caractéristiques de fluage de l'alliage 21-4N et du Nimonic 80A (Figure 2.8) d'après la norme NF EN 10090. Le graphe donne, en fonction de la température d'essai, la contrainte qui provoque la rupture au bout d'un temps d'application de la charge de 1000 heures.

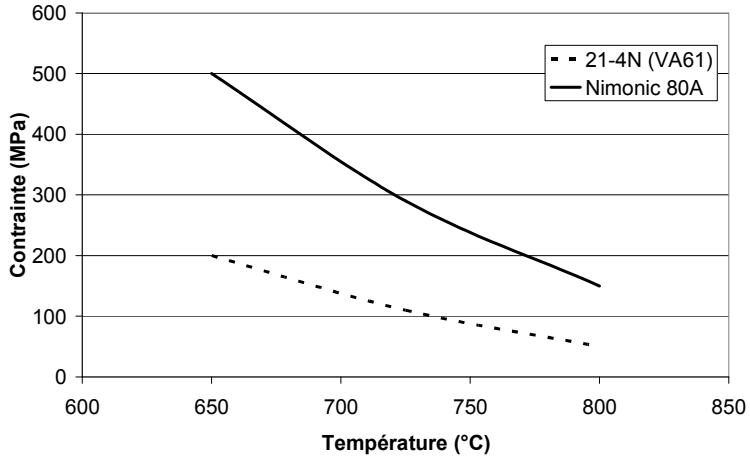



**Figure 2.8 : Caractéristiques de fluage comparées de l'alliage 21-4N (VA61) et du Nimonic Rupture à 1000 heures [KOZ]**

On remarque que là encore, les caractéristiques en fluage du Nimonic sont significativement meilleures que celles de l'alliage 21-4N.

Special Metals Corporation [SPE] donne des informations sur les caractéristiques en fluage des alliages A286 et Inconel 751 (Figure 2.9). Les caractéristiques en fluage de l'Inconel sont supérieures à celles de l'A286.

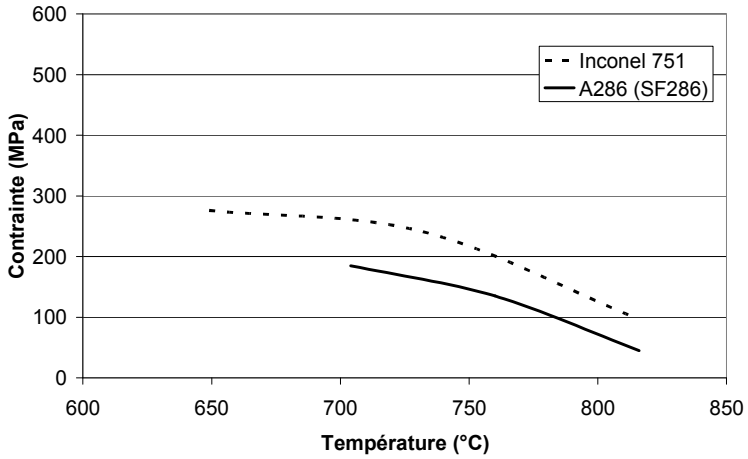



**Figure 2.9 : Caractéristiques de fluage comparées des alliages Inconel 751 et A286 (SF286) Rupture à 1000 heures [SPE]**

2.2.5.3- Fatigue mécanique à chaud

Les soupapes sont soumises à des sollicitations cycliques à haute température. Le comportement dynamique est complexe à aborder. Il dépend :

- de la résistance à la fatigue thermique ;
- de la résistance à la fatigue mécanique ;
- de la résistance à la corrosion à chaud…

Des essais de fatigue représentatifs des conditions en service sont en cela assez difficiles à contrôler, de par la quantité de paramètres à mettre en jeu (atmosphère, température, charge ou déformation imposée…). La rupture en fatigue consiste en l'apparition d'une fissure, en général à proximité d'une hétérogénéité du matériau, à la propagation de cette fissure et finalement à la ruine du matériau.

La fatigue à chaud, à l'air, est en général l'essai de référence quand on parle de fatigue des soupapes.

Hitachi [HIT] mentionne dans une plaquette commerciale les limites en fatigue comparées des alliages 21-4N et Inconel 751 en fonction du nombre de cycles pour une température d'essai de 800 °C (Figure 2.10).

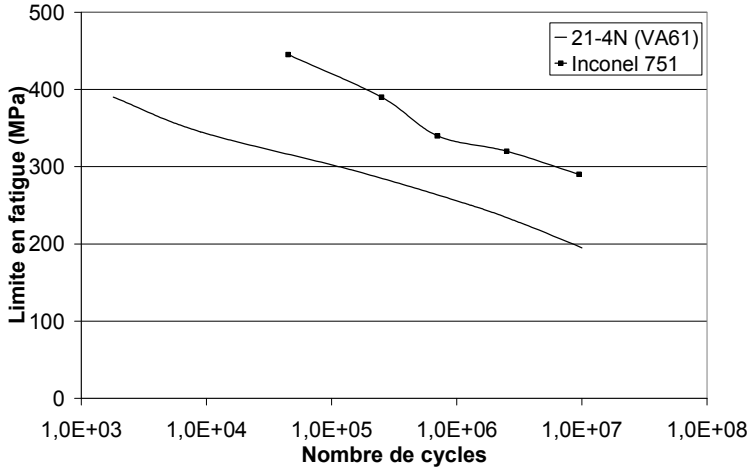



**Figure 2.10 : Limite en fatigue à 800 °C des alliages 21-4N (VA61) et Inconel 751 [HIT]**

### 2.2.6- Conclusion

Cette présentation des alliages pour soupapes d'échappement n'est pas exhaustive. On peut cependant faire un certain nombre de remarques :

- en ce qui concerne la résistance à la corrosion à chaud, les alliages riches en nickel présentent de meilleures propriétés sauf en ce qui concerne la corrosion par les sulfures (cas des moteurs diesel), la plus forte teneur en chrome de l'alliage 21-4N le rendant plus résistant ;
- en ce qui concerne les propriétés mécaniques à chaud, les superalliages base nickel ont des propriétés bien supérieures aux alliages 21-4N et A286.

## 2.3- Développement de nouveaux alliages

### 2.3.1- Développement d'un superalliage base fer déformable à froid

Ueta et al. [$UET_1$, $UET_2$] ont mené une étude sur le développement d'un nouvel alliage dédié à la mise en forme à froid des soupapes d'échappement. Ils ont testé différents alliages de la famille des superalliages base fer durcis par les phases intermétalliques $\gamma$' $Ni_3(Ti, Al, Nb)$ et $\gamma$'' $Ni_3Nb$.

Ils ont, dans un premier temps, étudié l'effet de l'addition de cuivre sur la déformabilité à froid de l'alliage. Ensuite, les quantités d'aluminium, de titane et de niobium ont été optimisées pour obtenir les meilleures caractéristiques à haute température.

| Alliage | C | Si | Mn | Cu | Ni | Cr | Al | Ti | Nb | B | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 0,03 | 0,11 | 0,11 | < 0,01 | 24,1 | 15,0 | 1,50 | 2,17 | 0,51 | 0,003 | bal. |
| 2 | 0,03 | 0,11 | 0,10 | 0,51 | 24,1 | 15,0 | 1,50 | 2,18 | 0,50 | 0,003 | bal. |
| 3 | 0,03 | 0,10 | 0,10 | 1,01 | 24,1 | 15,0 | 1,51 | 2,18 | 0,51 | 0,003 | bal. |
| 4 | 0,03 | 0,10 | 0,10 | 2,00 | 24,1 | 15,0 | 1,52 | 2,18 | 0,51 | 0,003 | bal. |
| 5 | 0,03 | 0,10 | 0,10 | 4,02 | 24,1 | 14,9 | 1,55 | 2,19 | 0,50 | 0,003 | bal. |
| 6 | 0,03 | 0,11 | 0,10 | 1,99 | 23,9 | 14,9 | 1,79 | 1,95 | 0,50 | 0,005 | bal. |
| 7 | 0,03 | 0,10 | 0,10 | 2,00 | 24,2 | 15,0 | 1,63 | 2,23 | 0,52 | 0,005 | bal. |
| 8 | 0,03 | 0,11 | 0,10 | 2,00 | 24,1 | 15,0 | 1,46 | 2,59 | 0,51 | 0,005 | bal. |
| 9 | 0,03 | 0,10 | 0,10 | 2,02 | 24,1 | 15,0 | 1,73 | 1,79 | 0,51 | 0,005 | bal. |
| 10 | 0,02 | 0,10 | 0,10 | 2,04 | 24,1 | 15,0 | 1,53 | 2,16 | 0,51 | 0,006 | bal. |
| 11 | 0,03 | 0,10 | 0,10 | 2,00 | 24,0 | 15,0 | 1,36 | 2,47 | 0,50 | 0,004 | bal. |
| 12 | 0,03 | 0,11 | 0,10 | 2,01 | 24,0 | 15,0 | 1,61 | 1,71 | 0,51 | 0,005 | bal. |
| 13 | 0,03 | 0,10 | 0,10 | 2,02 | 24,0 | 15,0 | 1,38 | 2,01 | 0,51 | 0,007 | bal. |
| 14 | 0,03 | 0,10 | 0,10 | 2,06 | 24,1 | 15,0 | 1,25 | 2,36 | 0,51 | 0,005 | bal. |

**Tableau 2.4 : Composition chimique des alliages étudiés (% massique) [UET$_1$]**

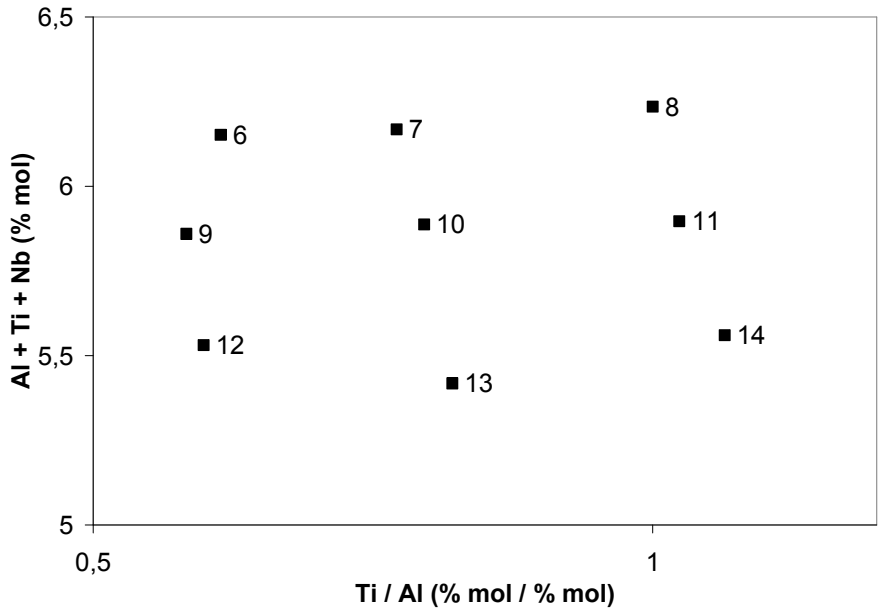



**Figure 2.11 : Ratio Ti / Al et quantité Ti + Al + Nb des alliages expérimentaux [UET$_1$]**

Les alliages 1 à 5 ont permis d'étudier l'influence de l'addition de cuivre, toutes choses égales par ailleurs, les alliages 6 à 14 (Figure 2.11) l'influence de la quantité exprimée en pourcentage molaire des éléments Al, Ti et Nb, et du rapport des quantités des éléments Ti et Al.

Différents traitements thermiques sont mentionnés :

- le traitement thermique de mise en solution correspond à un maintien de 30 minutes à 1050 °C suivi d'une trempe à l'huile ;
- le traitement thermique de vieillissement ou traitement de revenu correspond à un maintien d'une heure à 750 °C suivi d'un refroidissement à l'air ;
- enfin le traitement thermique de sur-vieillissement ou traitement de sur-revenu correspond à un maintien de 200 heures à 800 °C suivi d'un refroidissement à l'air.

2.3.1.1- Effet de l'addition de cuivre sur la formabilité à froid

Pour tester l'effet de l'addition de cuivre sur la formabilité à froid, Ueta et al. ont effectué des essais de compression à froid sur des pions en alliages 1 à 5. Les échantillons ont préalablement subi une mise en solution.

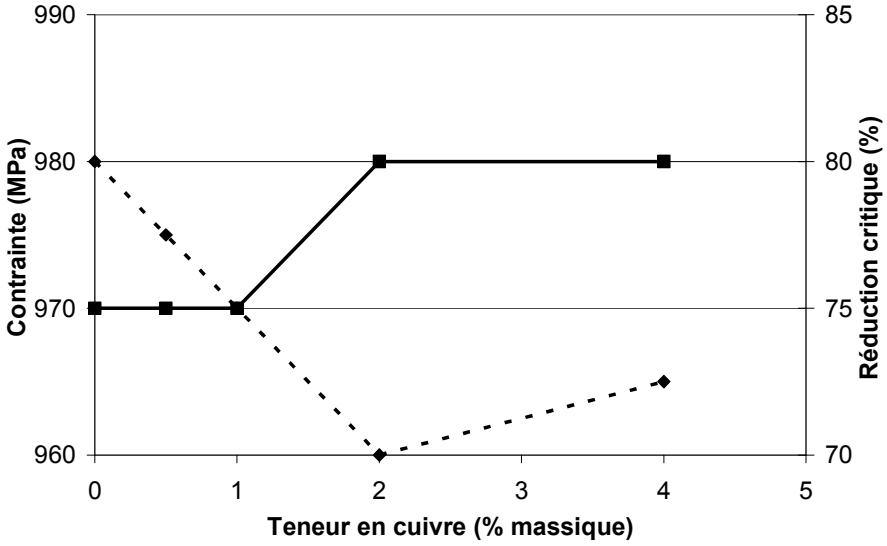



**Figure 2.12 : Effet de l'addition de cuivre sur la déformabilité à froid [$UET_1$]**

Ce graphe (Figure 2.12) donne, en fonction de la teneur en cuivre de l'alliage, les niveaux de contrainte d'écoulement correspondant à une déformation $\varepsilon = 1$, et la réduction de hauteur critique, au-delà de laquelle un endommagement visible apparaît.

Les niveaux de contrainte diminuent avec la quantité de cuivre entre 0 et 2 % et remontent ensuite légèrement avec la quantité de cuivre au-dessus de 2 %. En ce qui concerne la déformabilité à froid, on voit que l'addition de cuivre n'a pas ou peu d'effet entre 0 et 1 %, que la déformabilité à froid augmente avec l'addition de cuivre entre 1 et 2 %, puis que l'addition de cuivre n'a plus d'effet au-dessus de 2 %.

En conclusion, Ueta et al. ont fixé la quantité optimale de cuivre à une valeur de 2 % massique. C'est, en effet, celle qui, à un moindre coût, donnera le maximum de ductilité et le minimum d'effort de mise en forme.

2.3.1.2- Effet des éléments Al, Ti et Nb

Les mêmes essais de compression à froid ont été effectués sur des pions en alliages 6 à 14, préalablement mis en solution.

Comme précédemment, la Figure 2.13 présente, en fonction du rapport Ti / Al, les niveaux de contrainte correspondant à une déformation ε = 1, ceci pour les trois sous-familles d'alliages différenciées par la quantité Al + Ti + Nb. Les niveaux de contraintes correspondants augmentent à la fois avec le ratio Ti / Al et avec la quantité Al + Ti + Nb.

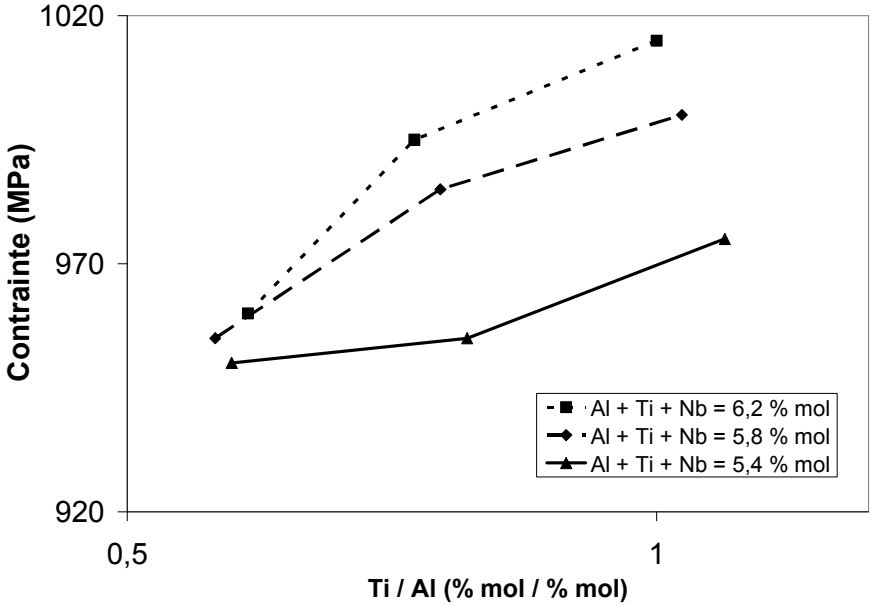



**Figure 2.13 : Effet des éléments Al, Ti et Nb sur les niveaux de contrainte correspondant à une déformation ε = 1 [UET$_1$]**

Ueta et al. ont alors testé l'effet du traitement de vieillissement sur ces mêmes alliages via des mesures de dureté. Les échantillons, après un traitement de mise en solution suivi d'une déformation ε = 1, ont subi un traitement de vieillissement. La dureté mesurée est exprimée en dureté Vickers (HV).

Sur la Figure 2.14, ils ont représenté la dureté mesurée, en fonction du rapport Ti / Al, ceci pour les trois sous-familles d'alliages différenciées par la quantité Al + Ti + Nb. On constate que les niveaux de dureté augmentent à la fois avec le ratio Ti/Al et avec la quantité Ti+Al+Nb.

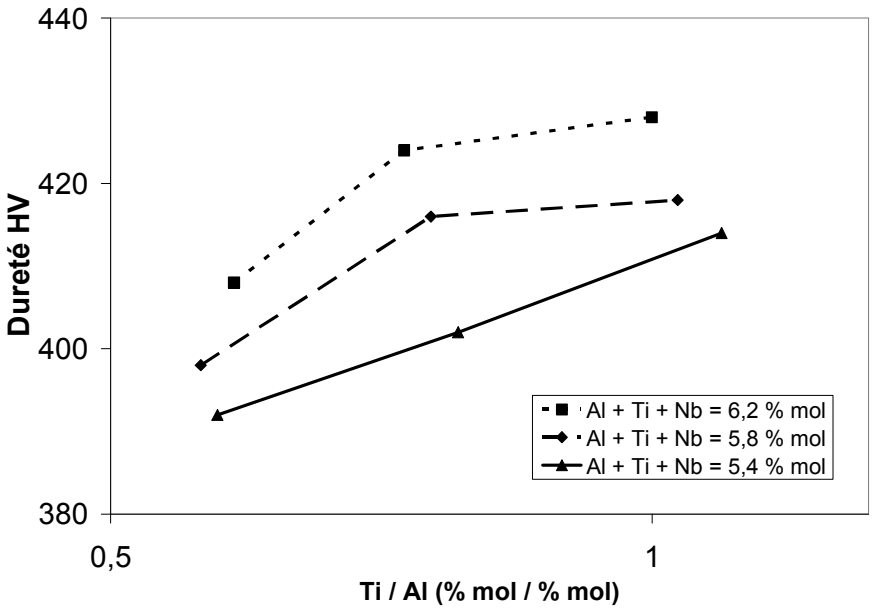



**Figure 2.14 : Effet des éléments Al, Ti et Nb sur la dureté après vieillissement [$UET_1$]**

Ils ont ensuite testé l'effet du traitement de sur-vieillissement sur ces mêmes alliages via, là encore, des mesures de dureté. Après la mise en solution suivie d'une déformation $\varepsilon = 1$ et d'un traitement de vieillissement, les échantillons ont subi un traitement de sur-vieillissement. La dureté, exprimée en dureté Vickers (HV), est représentée sur la Figure 2.15, en fonction du rapport Ti / Al, pour les trois sous-familles d'alliages différenciées par la quantité Al + Ti + Nb. On constate l'existence d'un optimum du ratio Ti / Al à 0,8, pour les niveaux de dureté maximums. Il est plus difficile de dégager une influence de la quantité Al + Ti + Nb.

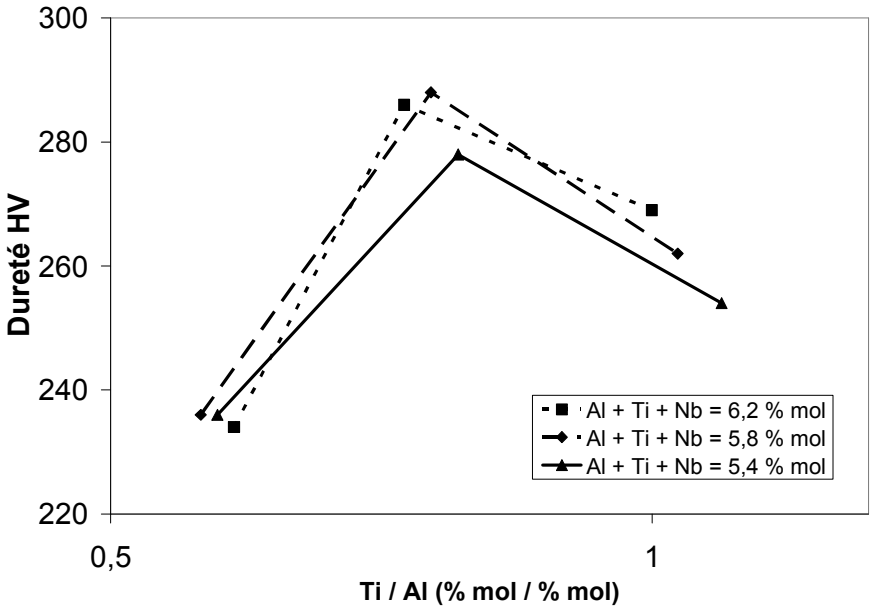



**Figure 2.15 : Effet des éléments Al, Ti et Nb sur la dureté après sur-vieillissement [$UET_1$]**

Ueta et al. ont enfin observé la structure des différents alliages au microscope électronique à balayage après un traitement de mise en solution suivi d'une déformation ε = 1 et d'un traitement de vieillissement. Le mode de préparation des échantillons n'est pas précisé.

On observe (Figure 2.16), sur chacune des micrographies, une précipitation fine et homogène, et une autre plus grossière. Pour les alliages 8 et 11 à 14, on note la présence d'une précipitation sous forme d'aiguilles qui sont, à n'en pas douter, des lieux d'amorce de fissures potentiels. Ueta et al. ont choisi d'opter pour l'alliage 10 qui donne le meilleur compromis entre caractéristiques mécaniques et microstructurales.

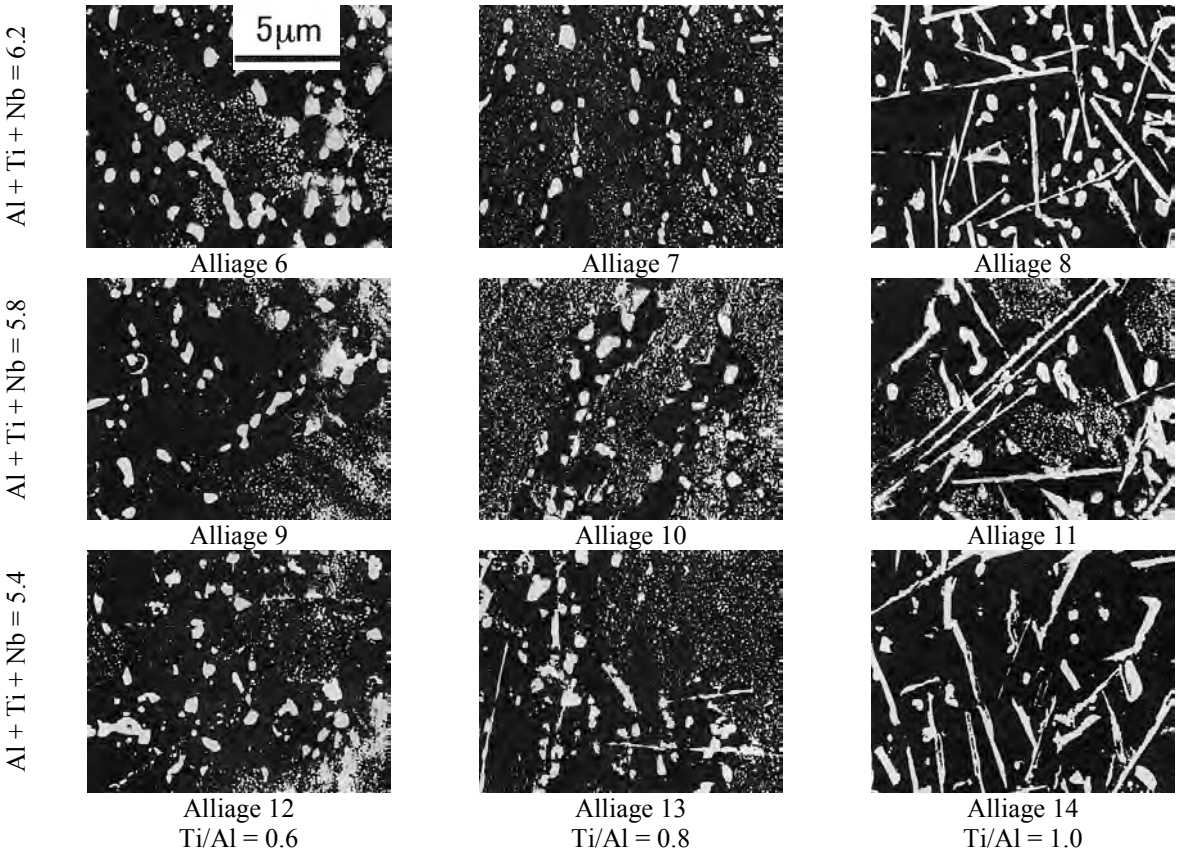



**Figure 2.16 : Effet des éléments Al, Ti et Nb sur la microstructure [UET$_1$]**

## 2.3.1.3- Composition chimique de l'alliage retenu

Finalement, Ueta et al. proposent une composition chimique pour le nouvel alliage dénommé NCF2415C (Tableau 2.5), qui offre le meilleur compromis entre formabilité à froid, caractéristiques mécaniques et qualité de la structure.

| C | Si | Mn | Cu | Ni | Cr | Ti | Al | Nb | Fe | Ti/Al | Al+Ti+Nb |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| % massique | | | | | | | | | | % molaire | |
| 0,027 | 0,10 | 0,14 | 2,15 | 24,1 | 15,0 | 2,19 | 1,46 | 0,55 | bal. | 0,84 | 5,81 |

**Tableau 2.5 : Composition chimique de l'alliage retenu [UET$_1$]**

2.3.1.4- Propriétés en service

Ueta et al. ont complété leurs recherches en déterminant les propriétés en service de l'alliage NCF2415C.

Dans un premier temps, ils ont mesuré la dureté à chaud de l'alliage sur des échantillons après une mise en solution et une extrusion à froid correspondant à une réduction de section de 65 %. Certains de ces échantillons ont été soumis à un traitement de vieillissement, les autres à un traitement de vieillissement suivi d'un traitement de sur-vieillissement.

La Figure 2.17 présente l'évolution de la dureté en fonction de la température. Ueta et al. indiquent un niveau requis de dureté objectif, à une température de 700 °C, de 270 HV pour l'alliage vieilli et de 220 HV pour l'alliage sur-vieilli. L'alliage présente dans les deux cas des résultats de dureté à chaud satisfaisants, avec une marge confortable par rapport aux objectifs.

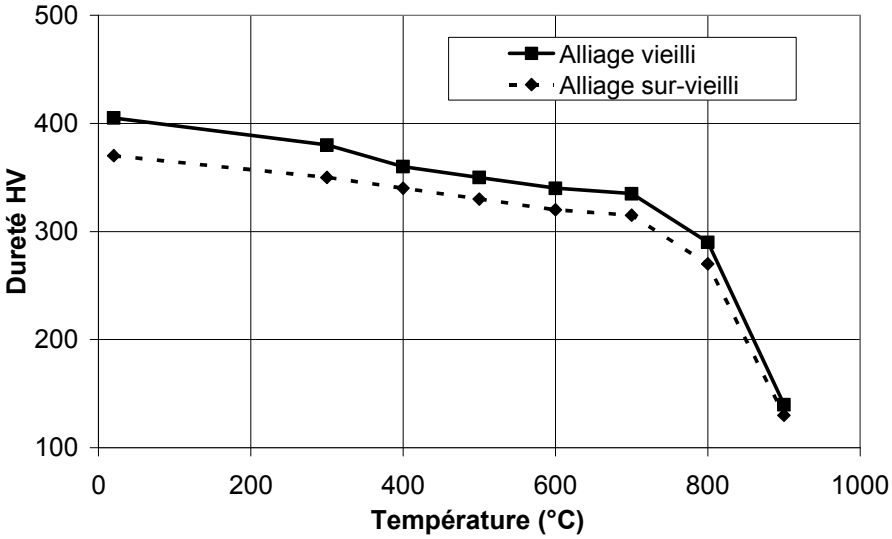



**Figure 2.17 : Dureté à chaud de l'alliage NCF2415C [UET$_1$]**

Dans un deuxième temps, ils ont déterminé, sur les mêmes échantillons, la résistance à la fatigue mécanique à chaud. La fatigue est testée par flexion rotative à une fréquence de 3500 rotations par minute.

Sur le graphe de la Figure 2.18, la contrainte de fatigue est représentée en fonction du nombre de cycles à rupture. Ueta et al. indiquent des niveaux objectifs, pour un nombre de cycles à rupture supérieur à 10 millions, de 220 MPa pour l'alliage vieilli et de 170 MPa pour l'alliage sur-vieilli. L'alliage présente, dans les deux cas, des résultats de fatigue satisfaisants mais la marge est très faible.

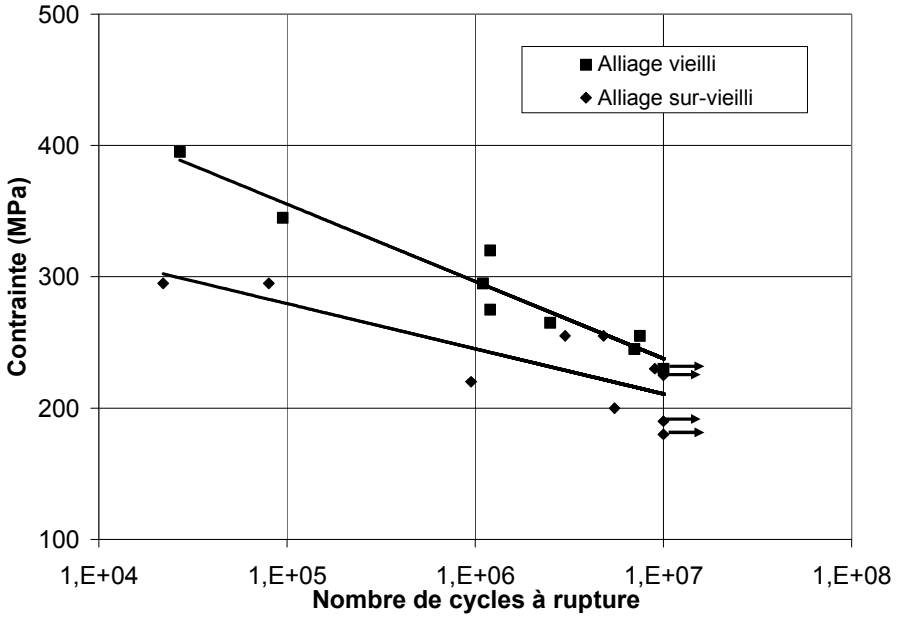



**Figure 2.18 : Limite en fatigue mécanique à 800 °C de l'alliage NCF2415C [UET$_1$]**

Enfin, ils ont comparé la résistance à la corrosion de cet alliage avec celle du 21-4N (VA61). La résistance à l'oxydation est testée dans un four à l'air. La résistance à la corrosion par l'oxyde de plomb PbO est testée par immersion dans un bain d'oxyde de plomb.

Le graphe de la Figure 2.19 donne, en fonction du temps de maintien, la perte de masse par unité de surface comparée des alliages 21-4N (VA61) et NCF2415C lors du test de résistance à l'oxydation à l'air. L'alliage développé présente des caractéristiques meilleures que celles de l'alliage 21-4N pour des temps de maintien supérieurs à 300 heures.

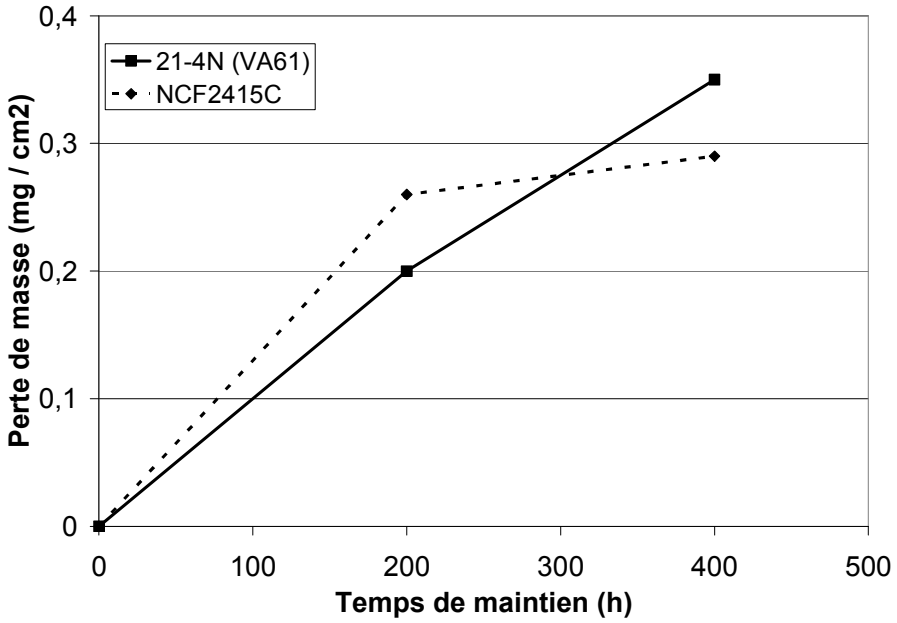



**Figure 2.19 : Résistance à l'oxydation à l'air à 800 °C des alliages 21-4N (VA61) et NCF2415C [UET$_2$]**

Le graphe de la Figure 2.20 présente en fonction de la température d'essai, la perte de masse par unité de surface des alliages 21-4N (VA61) et NCF2415C lors du test de résistance à la corrosion par l'oxyde de plomb. L'alliage développé montre des caractéristiques en tout point comparables à celles de l'alliage 21-4N (VA61).

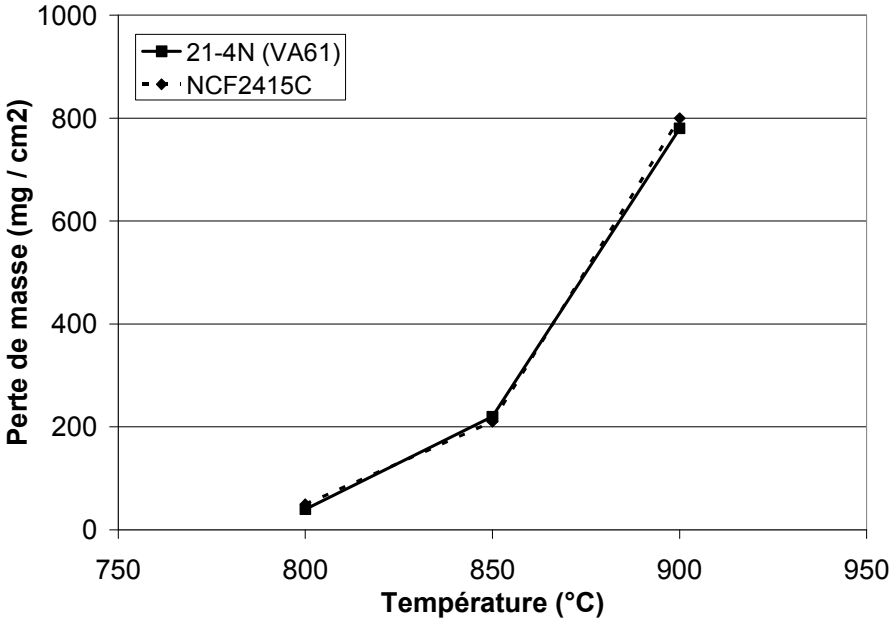



**Figure 2.20 : Résistance à la corrosion par l'oxyde de plomb des alliages 21-4N (VA61) et NCF2415C Maintien de 2 heures [$UET_2$]**

### 2.3.1.5- Commentaires

Cette étude donne une vision globale de la problématique du développement d'un nouvel alliage pour la mise en forme à froid de soupapes d'échappement. C'est la seule étude publiée à ce sujet que nous avons pu trouver dans la littérature. D'autres études mentionnent le développement de superalliages base fer, mais s'orientent spécifiquement sur l'amélioration des propriétés en service en développant un alliage de compromis entre l'alliage 21-4N et les superalliages.

Toutefois, la méthode et les essais pratiqués vont nous guider pour notre étude.

## 2.3.2- Autres développements notables

La tendance actuelle demeure la recherche de hautes caractéristiques mécaniques en limitant les coûts de fabrication et en particulier les coûts matière. On retrouve donc mention dans la littérature de développement d'alliages dérivés de l'Inconel 751.

2.3.2.1- Le HRV40 d'Hitachi [HIT]

Hitachi propose une nuance développée à partir d'un superalliage base nickel à 72 % de nickel (le NCF751 équivalent à l'Inconel 751). La teneur en nickel dans cette nouvelle nuance dénommée HRV40 a été ramenée à 41% (Tableau 2.6).

| | C | Fe | Ni | Cr | Mn | Mo | Al | Ti | Nb | N |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 21-4N | 0,55 | bal. | 4,0 | 21,0 | 9,0 | --- | --- | --- | --- | 0,40 |
| HRV40 | 0,03 | 38,0 | 41,0 | 15,0 | --- | 0,70 | 1,9 | 2,3 | 1,3 | --- |
| NCF751 | 0,05 | 7,0 | 72,0 | 16,0 | --- | --- | 1,2 | 2,3 | 0,9 | --- |

**Tableau 2.6 : Composition chimique des nuances 21-4N (VA61), HRV40 et NCF751 d'Hitachi (% massique)**

Les propriétés en service de ces trois alliages sont comparées à travers des essais de traction (Figure 2.21 et Figure 2.22) et des essais de fatigue mécanique à chaud (Figure 2.23).

Malgré une teneur en nickel bien plus faible, le HRV40 présente des caractéristiques mécaniques en traction assez proches de celles du NCF751 et bien meilleures que celles du 21-4N (VA61). Le HRV40 obtient également des bons résultats en fatigue, proches de ceux du NCF751 et bien supérieurs à celles du 21-4N (VA61).

Hitachi propose donc sur le marché un superalliage base fer-nickel pour les soupapes d'échappement. Il allie de bonnes propriétés en service et un coût matière raisonnable. Hitachi ne fait cependant pas mention de tests de formabilité à froid de cet alliage.

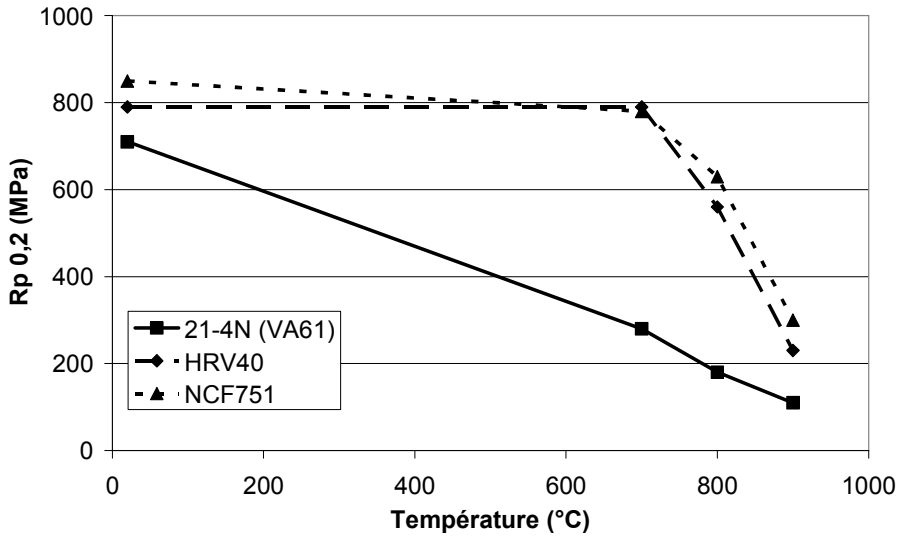



**Figure 2.21 : Limite élastique Rp 0,2 des alliages 21-4N (VA61), HRV40 et NCF751 [HIT]**

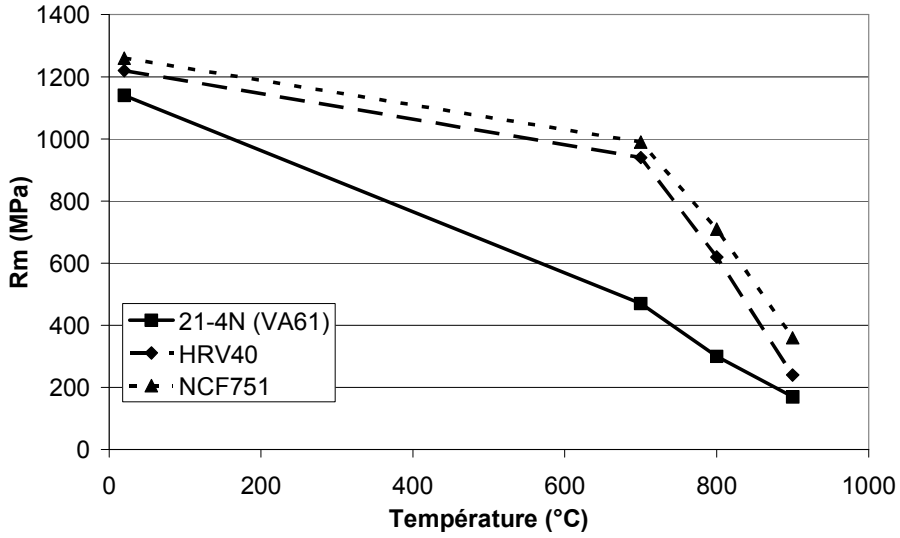



**Figure 2.22 : Limite à rupture Rm des alliages 21-4N (VA61), HRV40 et NCF751 [HIT]**

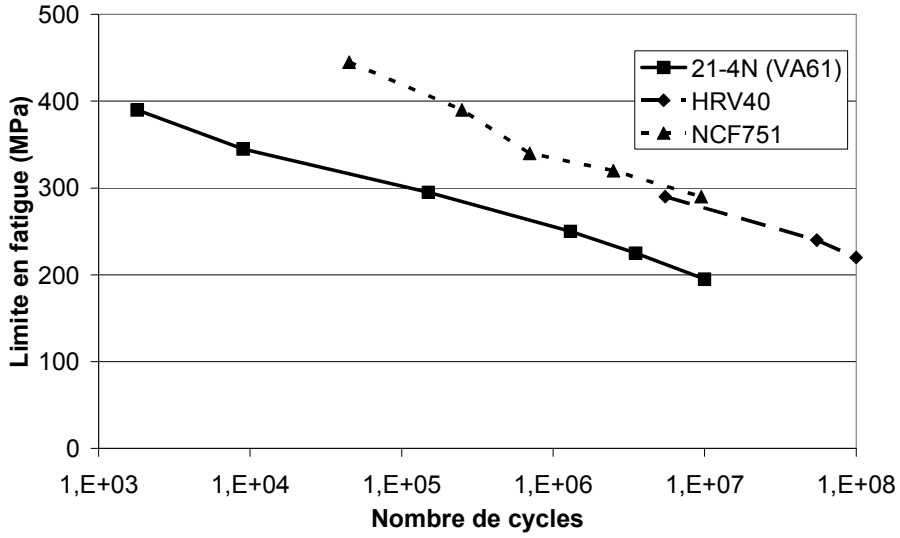



**Figure 2.23 : Limite en fatigue mécanique à 800 °C des alliages 21-4N (VA61), HRV40 et NCF751 [HIT]**

2.3.2.2- Les nuances 40Ni-15Cr et 30Ni-15Cr de Honda

Sato et al. [SAT] proposent, toujours dans le but de limiter les coûts matière, deux nuances dérivées de l'Inconel 751 (Tableau 2.7).

| | C | Si | Mn | Ni | Cr | Fe | Ti | Al | Nb | B |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 40Ni-15Cr | 0,03 | 0,10 | 0,10 | 40,0 | 15,0 | 37,0 | 2,4 | 1,6 | 1,0 | 0,004 |
| 30Ni-15Cr | 0,03 | 0,10 | 0,10 | 30,0 | 15,0 | 47,0 | 2,6 | 1,6 | 0,70 | 0,004 |

**Tableau 2.7 : Composition chimique des alliages développés chez Honda (% massique)**

La nuance 40Ni-15Cr est très proche du HRV40 d'Hitachi. Le 30Ni-15Cr est une nuance où la teneur en nickel a encore été réduite. Ce dernier alliage se rapproche de la nuance NCF2415C développée par Ueta (cf. § 2.3.1).

Sato et al. comparent les propriétés en service du 30Ni-15Cr à celles du 21-4N (VA61) et de l'Inconel 751, à travers des mesures de dureté à chaud et des essais de fatigue mécanique à chaud.

La dureté à température ambiante de l'alliage 30Ni-15Cr est faible. Mais, malgré sa faible teneur en nickel, la dureté de l'alliage 30Ni-15Cr est meilleure que celle de l'alliage 21-4N (VA61) au-dessus de 200 °C. Enfin, à des températures de l'ordre de 700 °C, la dureté de l'alliage 30Ni-15Cr est comparable à celle de l'Inconel 751, ce qui en fait un candidat sérieux pour cette application. Les caractéristiques en fatigue mécanique de l'alliage 30Ni-15Cr sont satisfaisantes et cet alliage se situe comme un bon intermédiaire entre l'alliage 21-4N et l'Inconel 751.

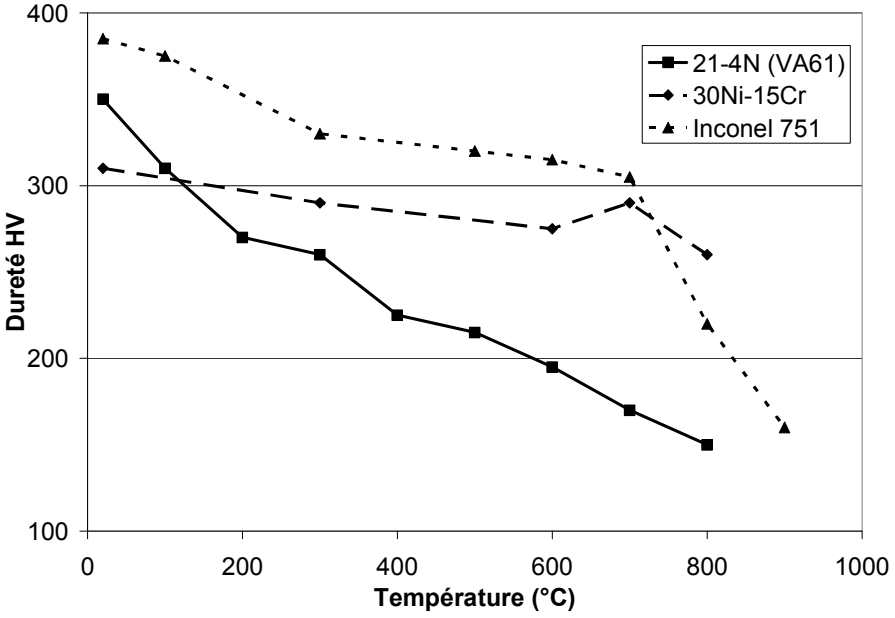



**Figure 2.24 : Dureté HV des alliages 21-4N (VA61), 30Ni-15Cr et Inconel 751**

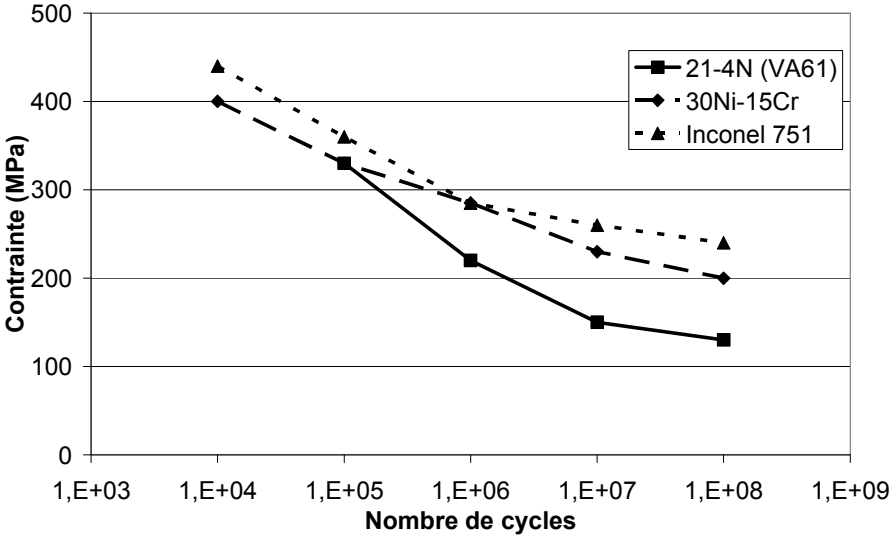



**Figure 2.25 : Limite en fatigue mécanique à 800 °C des alliages 21-4N (VA61), 30Ni-15Cr et Inconel 751**

### 2.3.3- Commentaires

Ces différentes nuances, étudiées soit par le producteur soit par l'utilisateur de l'alliage, montrent bien quel est l'intérêt économique de la diminution de la teneur en nickel des superalliages pour soupapes. Les alliages proposés restent cependant proches, et seul le ratio Fe/Ni change de manière notable.

Aujourd'hui, seul Denki-Seiko a publié des recherches sur la mise en forme à froid des soupapes. La nuance étudiée est proche de la nuance A286 (SF286) que Cogne produit aujourd'hui. Nous nous concentrerons donc sur ce type de nuance pour nos développements de nouvelles nuances destinées à la mise en forme à froid de soupapes.

## 2.4- Conclusion

Cette étude bibliographique nous a permis de présenter les alliages sur lesquels nous allons travailler par la suite. L'acier inoxydable austénitique durci par précipitation du type 21-4N est aujourd'hui le matériau le plus courant pour l'application soupape d'échappement. Il allie à la fois une bonne résistance à la corrosion et des propriétés en service satisfaisantes jusqu'à des températures de 700 °C. Les superalliages tels que le Nimonic 80A ou l'Inconel 751 sont utilisés pour des applications plus restreintes nécessitant des performances accrues. Ces alliages ont une résistance à la corrosion et des propriétés en service accrues jusqu'à des températures de 800 °C. Cependant, leur coût matière reste élevé, ce qui limite leur utilisation.

Beaucoup s'intéressent aujourd'hui au développement d'alliages dérivés des superalliages base nickel qui offriraient une alternative en terme de propriétés en service et de coût matière.

## 2.5- Références bibliographiques

**[BAV]** **BAVAY, J.C.** *Aciers inoxydables austénitiques*. In : **LACOMBE, P., BAROUX, B., BERANGER, G. eds.** *Les aciers inoxydables.* Paris : Les éditions de physique, 1990, p. 567-610.

**[HOC]** **HOCHMAN, Joseph.** *Aciers et alliages réfractaires*. Paris : Techniques de l'Ingénieur, traité M325, 37 p.

**[KOC]** **KOCIS, J.F. et MATLOCK, W.M.** *Some Characteristics of Automobile Exhaust Valve Alloys.* Weinheim : Z. Werkstofftech, Vol. 9, no. 4, 1978, p. 132-140.

**[KOZ]** **KOZLOWSKI, A.** *Données numériques sur les aciers et alliages de nickel réfractaires.* Paris : Techniques de l'Ingénieur, traité M4570, 22p.

**[MUZ]** **MUZYKA, D.R.** *The Metallurgy of Nickel-Iron Alloys.* In : **SIMS, C.T., HAGEL, W.C. eds.** *The superalloys.* New-York : Wiley-Interscience, 1972, p. 113-143.

**[HIT]** **HITACHI METALS, Ltd.** *High strength Iron-Nickel base superalloys for Exhaust Valves : HRV40.* Documentation commerciale, 6 p.

**[MON]** **MONTHEILLET, Franck et BRIOTTET, Laurent.** *Endommagement et ductilité en mise en forme.* Paris : Techniques de l'Ingénieur, traité M601, 13p.

**[SAT]** **SATO, K. et al.** *The progress of valvetrain design and exhaust valve material research for automobiles.* Tochigi (Japan), Honda R&D Co., Ltd., 11 p.

**[UET$_1$]** **UETA, Shigeki et al.** *Developement of Cold-formable Iron-based Spueralloy for Exhaust Valves of Motorcycles*. In : *Heat and Corrosion Resistant Materials Vol. 70 n° 3.* Japan : Denki-Seiko, 1999.

**[UET$_2$]** **UETA, Shigeki et al.** *Trends in Engine Valve Developement for Automobile and Motorcycles*. In : *SAE Technical Paper Series n° 2000-01-0907.* Detroit (Michigan-USA) : SAE International, Mars 2000.

**[SPE]** **SPECIAL METALS, Corp.** *Products : High Performance Alloys.* Internet : <http://www.specialmetals.com/products/>, 2003.

# 3- Caractérisation des nuances actuelles

**3 - CARACTERISATION DES NUANCES ACTUELLES ..... 39**

3.1 - NUANCES ETUDIEES ..... 40
*3.1.1 - Les nuances d'acier inoxydable austénitique ..... 40*
*3.1.2 - La nuance de superalliage base fer ..... 41*
3.2 - TRAITEMENTS THERMIQUES ..... 41
3.3 - TECHNIQUES EXPERIMENTALES ..... 42
*3.3.1 - Techniques d'observation de la structure ..... 42*
*3.3.2 - Essais de traction ..... 43*
*3.3.3 - Essais de compression ..... 44*
*3.3.4 - Essais de torsion ..... 45*
*3.3.5 - Mesures de dureté ..... 46*
3.4 - RESULTATS ..... 46
*3.4.1 - Observation des structures ..... 46*
*3.4.2 - Essais de traction ..... 54*
*3.4.3 - Essais de compression ..... 57*
*3.4.4 - Essais de torsion ..... 60*
*3.4.5 - Mesures de dureté ..... 66*
*3.4.6 - Discussion ..... 67*

## 3.1- Nuances étudiées

La stratégie adoptée pour ce projet nous amène à étudier deux types d'alliages : les aciers inoxydables austénitiques et les superalliages base fer.

Cogne a souhaité étudier quatre nuances disponibles au catalogue : trois nuances d'acier inoxydable austénitique dénommées VA34, VA61 et VA66 et une nuance de superalliage base fer dénommée SF286.

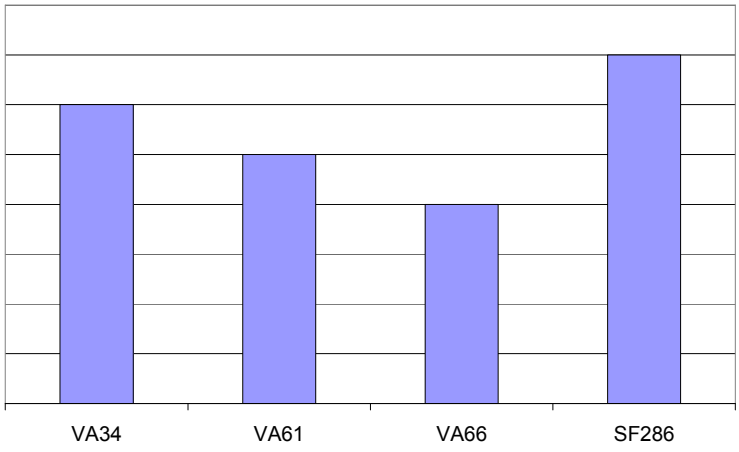



**Figure 3.1 : Coûts comparés des alliages étudiés**

### 3.1.1- Les nuances d'acier inoxydable austénitique

Les compositions chimiques de ces trois aciers sont données ci-après (Tableau 3.1).

| | C | Si | Mn | Cr | Ni | N | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| VA34 | 0.33 | 0.60 | 3.3 | 23.0 | 7.5 | 0.35 | bal. |
| VA61 | 0.54 | 0.20 | 9.0 | 21.0 | 4.0 | 0.45 | bal. |
| VA66 | 0.55 | < 0.30 | 8.0 | 20.5 | 2.0 | 0.30 | bal. |

**Tableau 3.1: Composition chimique des nuances VA34, VA61 et VA66 (% massique)**

L'étude de ces trois nuances doit nous permettre d'enrichir notre connaissance sur leurs comportements respectifs, et sur l'influence de la teneur en certains éléments comme le chrome, l'azote, le manganèse ou le nickel.

Les traitements thermiques appliqués à ces alliages sont les suivants :
- traitement thermique d'adoucissement à 1050 °C puis trempe à l'eau ;
- traitement thermique de mise en solution à 1150-1180 °C puis trempe à l'eau ;
- traitement thermique de revenu à 760 °C puis refroidissement à l'air.

Les matériaux sont fournis sous forme de barres laminées de diamètre compris entre 14 et 16 mm. Un traitement thermique d'adoucissement a été réalisé après laminage.

### 3.1.2- La nuance de superalliage base fer

La composition chimique de cette nuance est donnée ci-après (Tableau 3.2).

| | C | Ti | Si | Mn | Cr | Ni | Mo | V | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| SF286 | 0.03 | 2.2 | 0.50 | 1.5 | 15.0 | 26.0 | 1.3 | 0.30 | bal. |

**Tableau 3.2 : Composition chimique de la nuance SF286 (% massique)**

L'étude de cette nuance doit nous donner une base de réflexion pour le développement de nouvelles nuances de superalliage base fer.

Les traitements thermiques préconisés pour cet alliage sont les suivants :
- traitement thermique d'adoucissement à 980 °C puis trempe à l'eau ;
- traitement thermique de mise en solution à 980 °C puis trempe à l'eau ;
- traitement thermique de revenu à 720 °C puis refroidissement à l'air.

Le matériau est fourni sous forme de barres laminées de diamètre 22 mm. Un traitement thermique d'adoucissement a été réalisé après laminage.

## 3.2- Traitements thermiques

Cette étude va également nous permettre d'étudier la ductilité des alliages en fonction de la température de mise en solution. Ainsi, nous avons déterminé, pour chaque alliage, une gamme de températures (Tableau 3.3). Dans chaque cas, les barres ont été introduites dans le four préchauffé à la température visée.

| | Mise en solution | | Trempe |
|---|---|---|---|
| | T (°C) | t (min) | |
| VA34 | 1050 | 30 | Eau |
| VA61 | 1115 | | |
| VA66 | 1180 | | |
| SF286 | 880 | 30 | Eau |
| | 970 | | |
| | 1060 | | |

**Tableau 3.3 : Traitements thermiques**

Nous nous intéresserons aussi à l'influence de ces traitements thermiques sur la structure des alliages et notamment sur la taille de grains.

## 3.3- Techniques expérimentales

Différents essais et observations visent à déterminer la réponse des alliages en terme de ductilité et de microstructure en fonction de la température de mise en solution. Ces essais nous permettront de balayer différents chemins de déformation dans une gamme de température donnée.

### 3.3.1- Techniques d'observation de la structure

#### 3.3.1.1- Microscopie optique

La structure des alliages est observée sur une coupe longitudinale des barres. A l'aide de la microscopie optique, nous allons déterminer la taille de grains par comparaison avec des planches-types, et la précipitation de manière qualitative.

En ce qui concerne la préparation métallographique, les échantillons sont tout d'abord polis mécaniquement sur papier puis sur feutre avec une pâte diamantée de granulométrie 1 micron. Les échantillons de VA34, VA61 et VA66 sont attaqués avec le réactif n°1. Les échantillons de SF286 subissent une attaque électrolytique avec le réactif n°2. La composition de ces deux réactifs est donnée ci-dessous :

Réactif n°1 :
- 100 mL d'éthanol
- 10 mL d'acide chlorhydrique
- 6 mL d'acide acétique
- 2 g d'acide picrique

Réactif n°2 :
- 10 mL d'acide oxalique
- 90 mL d'eau

#### 3.3.1.2- Microscopie Electronique

A l'aide de la microscopie électronique à balayage (MEB), nous pouvons aller plus loin dans l'observation et l'identification des particules précipitées.

Le MEB du CEMEF est, de plus, équipé du système EBSD (*Electron Back-Scattered Diffraction*) qui permet d'observer de manière semi-automatique la texture du matériau. Le faisceau d'électrons entre en contact avec la matière et produit des électrons rétro diffusés. Ces électrons sont ensuite captés par une caméra sous forme d'un spectre de lignes entrecroisées appelées lignes de Kikuchi. L'analyse automatique de ces spectres par un PC relié au dispositif permet de remonter à la texture cristallographique locale du matériau.

Pour la microscopie électronique à balayage, les échantillons sont préparés via un polissage mécanique sur papier puis via un polissage électrolytique. La composition chimique du bain de polissage et les conditions opératoires sont données ci-dessous.

Bain :
- 700 mL d'éthanol
- 140 mL d'eau
- 60 mL d'acide perchlorique
- 100 mL de glycérol

Conditions opératoires :
- T = -10 / 0 °C
- U = 40 V
- t = 30 s

Pour des analyses encore plus fines, nous avons également utilisé la Microscopie Electronique en Transmission (MET).

La préparation des échantillons de microscopie électronique en transmission est une opération très délicate, en effet, l'épaisseur de la zone observée doit être de l'ordre de 100 nm. Sur la barre laminée, on vient usiner un petit pion de 3 mm de diamètre et de longueur suffisante (> 7 mm). Ensuite ce pion est découpé avec une scie à fil en fines tranches d'épaisseur 300 microns, tranches qui seront par la suite amincies par polissage mécanique jusqu'à 100-150 microns environ.

La machine de polissage électrolytique utilisée permet de régler entre autres :
- la tension ;
- le flux de l'électrolyte ;
- la lumière limite qui est fonction de la taille du perçage…

L'objectif est d'obtenir une zone très mince (100 nm) avec un polissage électrolytique satisfaisant. Une tension trop élevée peut provoquer des piqûres et une tension trop faible peut provoquer des figures d'attaque. On a également pu observer l'importance de la température du bain de polissage. Une différence de 2-3 °C produit souvent une lame de mauvaise qualité.

Finalement, le mode opératoire utilisé est le suivant :
- bain de polissage :
  - éthanol
  - eau
  - acide perchlorique
  - butyglycol
- conditions de polissage :
  - tension 24 V
  - flux de la pompe 30
  - lumière max 40
  - température - 10 °C

## 3.3.2- Essais de traction

Les éprouvettes sont prélevées dans le sens long de la barre. La géométrie des éprouvettes est donnée ci-dessous (Figure 3.2). Les essais sont réalisés à température ambiante et à 400 °C. Le chauffage est assuré par un four à résistance. Les éprouvettes sont introduites dans le four préchauffé à la température visée et on observe un temps de maintien de 10 minutes avant l'essai. La vitesse de traverse est fixée à 0.1 $mm.s^{-1}$.

Les contraintes et les déformations sont obtenues via les formules :

$$\varepsilon(t) = \ln\left(\frac{L(t) - L_0}{L_0}\right) \qquad \textbf{Equation 3.1}$$

$$\sigma(t) = \frac{F}{S(t)} \qquad \textbf{Equation 3.2}$$

$$S(t) \times L(t) = S_0 \times L_0 \qquad \textbf{Equation 3.3}$$

Les courbes représentant la contrainte en fonction de la déformation sont obtenues via la mesure du déplacement de la traverse et la mesure de l'effort.

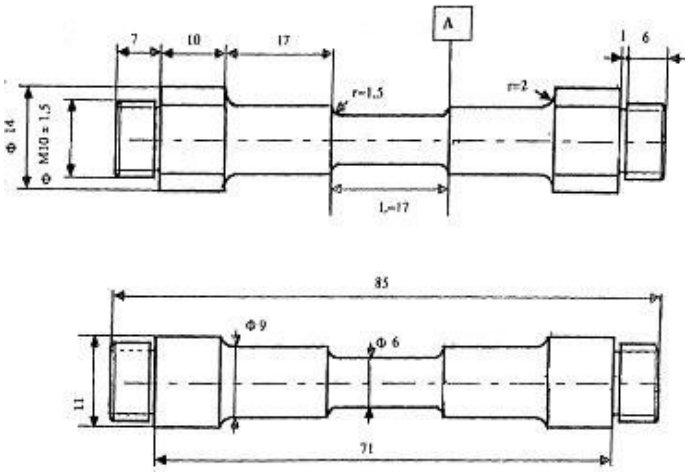



**Figure 3.2 : Schéma de l'éprouvette de traction**

## 3.3.3- Essais de compression

Les pions de compression sont usinés dans le sens long de la barre. Les éprouvettes sont des cylindres de diamètre 6 mm et de hauteur 9 mm (Figure 3.3).

Les essais sont réalisés à température ambiante et à 400 °C. Le chauffage est assuré par contact avec les outils, eux-mêmes chauffés par des colliers régulés. Le pion est mis en contact avec les deux outils environ 10 minutes avant l'essai. La vitesse de traverse est fixée à 0.5 $mm.s^{-1}$. Les plateaux de compression sont rectifiés et aucun lubrifiant n'est utilisé.

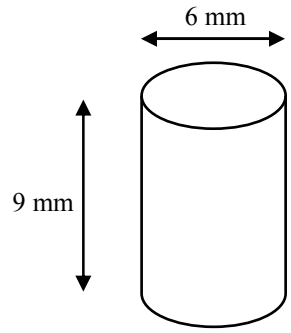



**Figure 3.3 : Schéma de l'éprouvette de compression**

Les contraintes et les déformations sont obtenues via les formules :

$$\varepsilon(t) = \ln\left(\frac{h_0 - h(t)}{h_0}\right) \qquad \textbf{Equation 3.4}$$

$$\sigma(t) = \frac{F}{S(t)} \qquad \textbf{Equation 3.5}$$

$$S(t) \times h(t) = S_0 \times h_0 \qquad \textbf{Equation 3.6}$$

Les courbes représentant la contrainte en fonction de la déformation sont obtenues via la mesure du déplacement de la traverse et la mesure de l'effort. La rupture ou non de l'éprouvette est détectée en fin d'essai.

## 3.3.4- Essais de torsion

Les éprouvettes sont à nouveau, comme pour les essais de traction, prélevées dans le sens long de la barre. La géométrie des éprouvettes est semblable à celles des éprouvettes de traction (Figure 3.4). L'éprouvette (a) est l'éprouvette classique. L'éprouvette (b) est l'éprouvette de gradient thermique. Elle est percée plus profond pour permettre de mesurer la température le long de la partie utile de l'éprouvette et de régler ainsi le chauffage par induction.

Les essais sont réalisés à température ambiante et à 400 °C. Le chauffage est assuré par un inducteur. Un temps de maintien de 10 minutes, une fois la température visée atteinte, est observé avant l'essai. La vitesse de déformation est fixée à 0,1 et 0,5 $s^{-1}$.

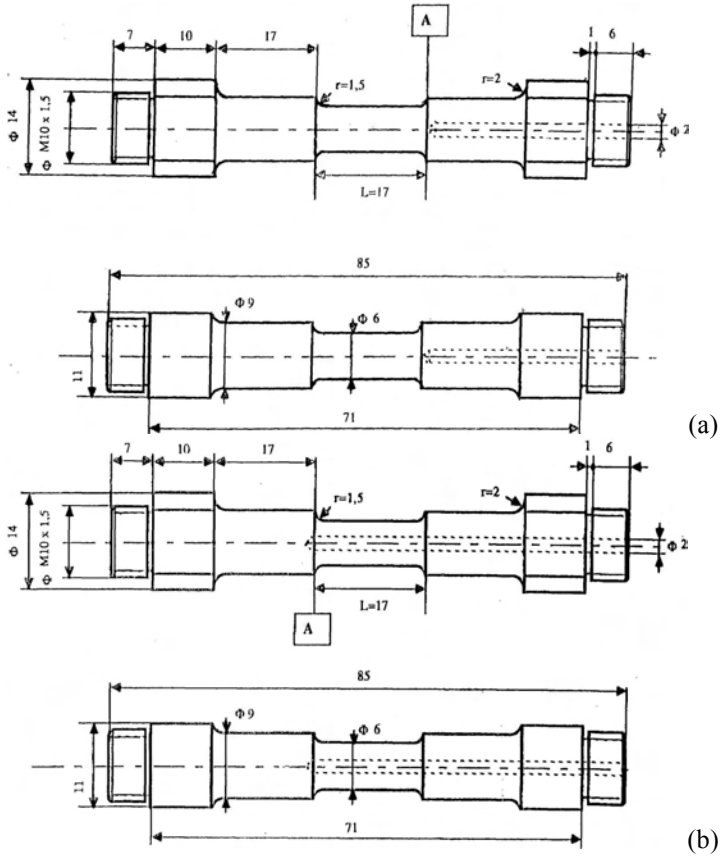



**Figure 3.4 : Schéma de l'éprouvette de torsion**

Ces essais vont nous permettre à la fois d'estimer la ductilité des différentes nuances, mais également d'obtenir les lois rhéologiques qui donnent la contrainte en fonction de la déformation. Ces lois nous seront utiles pour la simulation numérique. Le dépouillement de l'essai de torsion n'est pas simple. Nous utiliserons la méthode de Fields et Backoffen [FIE].

Les contraintes et les déformations sont obtenues via les formules :

$$\varepsilon(t) = \frac{2\pi N(t) R}{\sqrt{3} L} \quad \textbf{Equation 3.7}$$

$$\widetilde{m} = \left( \frac{\partial \ln \Gamma}{\partial \ln \dot{N}} \right) N, T \quad \textbf{Equation 3.8}$$

$$\widetilde{n} = \left( \frac{\partial \ln \Gamma}{\partial \ln N} \right) \dot{N}, T \quad \textbf{Equation 3.9}$$

$$\sigma(t) = \frac{\sqrt{3}}{2\pi R^3} \Gamma(t) (3 + \widetilde{m} + \widetilde{n}) \quad \textbf{Equation 3.10}$$

$\widetilde{m}$ et $\widetilde{n}$ sont respectivement les coefficients de sensibilité du couple $\Gamma$ à la vitesse de rotation $\dot{N}$ et au nombre de tours $N$.

### 3.3.5- Mesures de dureté

Les mesures sont réalisées sur une coupe transverse de la barre. Les échantillons sont polis mécaniquement sur papier. On mesure une dureté Vickers HV 0.5, c'est-à-dire avec une masse de 500 grammes.

## 3.4- Résultats

### 3.4.1- Observation des structures

#### 3.4.1.1- Microscopie optique

Les échantillons de VA34, VA61 et VA66 présentent tous une précipitation importante de carbures et carbonitrures de chrome essentiellement. Les précipités évoluent peu pour les états bruts et mis en solution (MES) à 1050 °C. Ils commencent à disparaître dans l'état MES à 1115 °C, et la mise en solution est réellement efficace à 1180 °C.

Les échantillons de VA34 (Figure 3.5) présentent une taille de grains fine, supérieure à 8 selon la norme ASTM pour les états bruts, MES à 1050 °C et à 1115 °C. Cette taille de grains atteint 2 à 5 pour l'état MES à 1180 °C. La taille des grains des échantillons de VA61 (Figure 3.6) et de VA66 (Figure 3.7) est également fine, supérieure à 8 selon la norme ASTM, pour les états bruts et MES à 1050 °C, et de l'ordre de 6 à 8, pour l'état MES à 1115 °C. Cette taille de grains atteint 3 à 6 pour l'état MES à 1180 °C.

Sur le SF286 (Figure 3.8), on observe une précipitation plus sporadique. Les échantillons présentent une taille de grains de l'ordre de 6 à 8 selon la norme ASTM pour les états bruts, MES à 880 °C et à 970 °C. Cette taille de grains atteint 1 à 5 selon la norme ASTM pour l'échantillon MES à 1060 °C. La précipitation évolue peu avec la température de mise en solution.

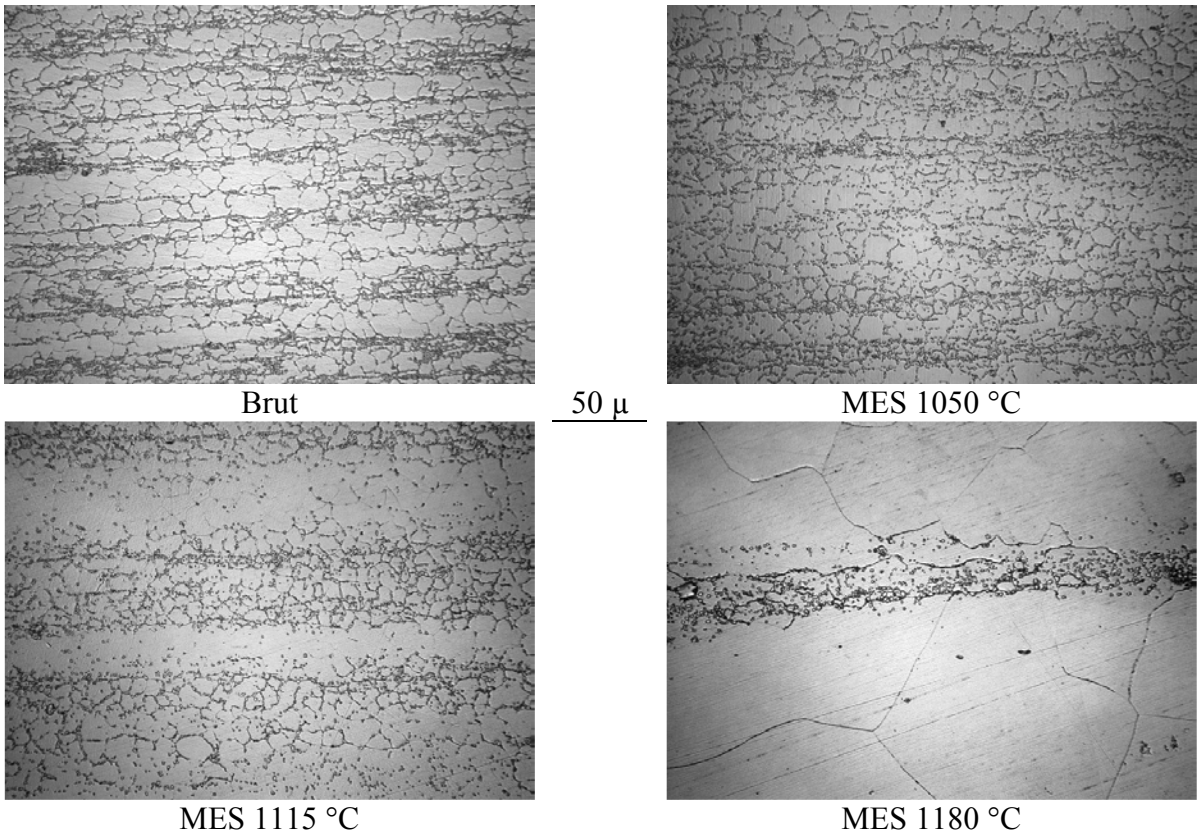



**Figure 3.5 : Structure des échantillons de VA34 (microscopie optique)**

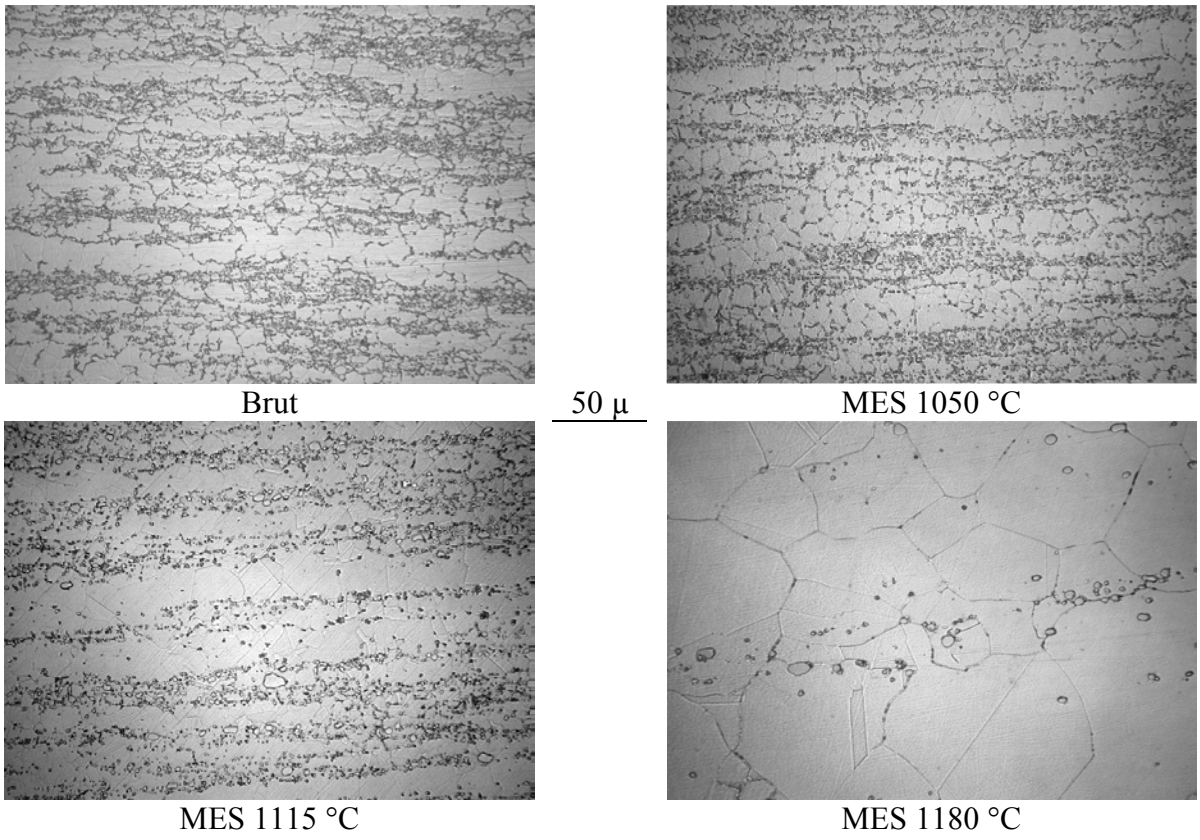



**Figure 3.6 : Structure des échantillons de VA61 (microscopie optique)**

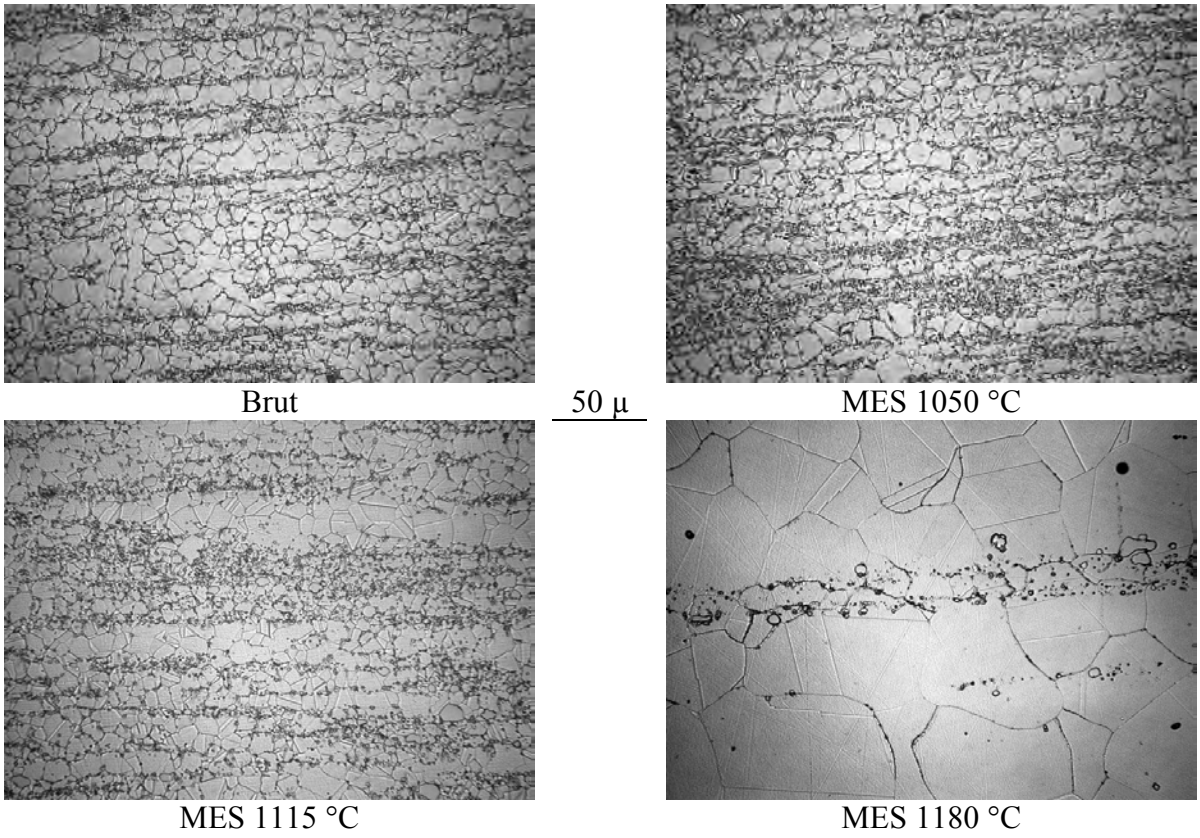



**Figure 3.7 : Structure des échantillons de VA66 (microscopie optique)**

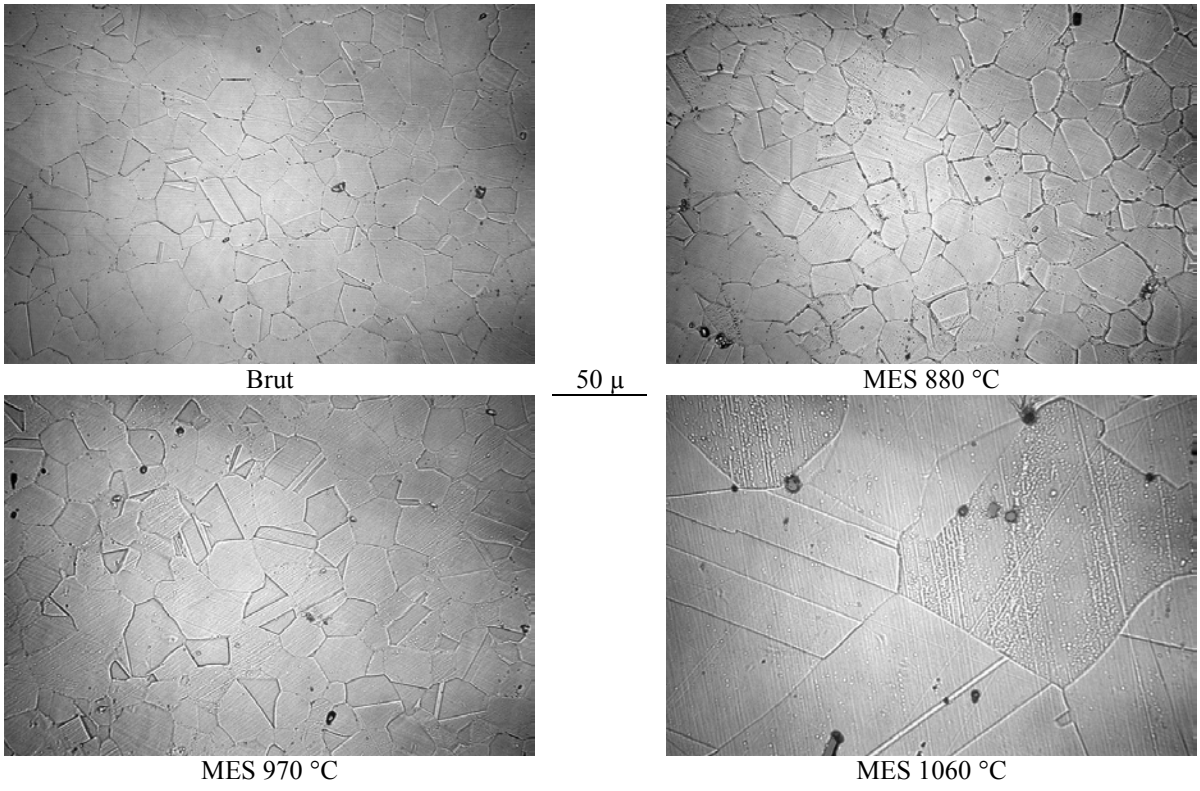



**Figure 3.8 : Structure des échantillons de SF286 (microscopie optique)**

### 3.4.1.2- Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage permet d'observer et de caractériser par analyse chimique EDS les carbures dont la taille est supérieure à 1 micron.

Sur les nuances de VA34, VA61 et VA66, on met en évidence une population importante de précipités quasi sphériques riches en chrome, en fer et en manganèse (Figure 3.9). La taille de ces précipités peut atteindre 8 microns.

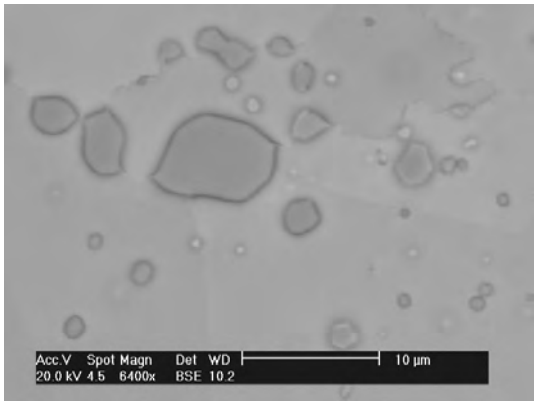



**Figure 3.9 : Observation des carbures sur un échantillon de VA61**

Sur les nuances de SF286, on met en évidence une population de précipités de taille disparate, souvent de forme anguleuse, riches en titane et en molybdène. La taille de ces précipités peut atteindre 15 microns.

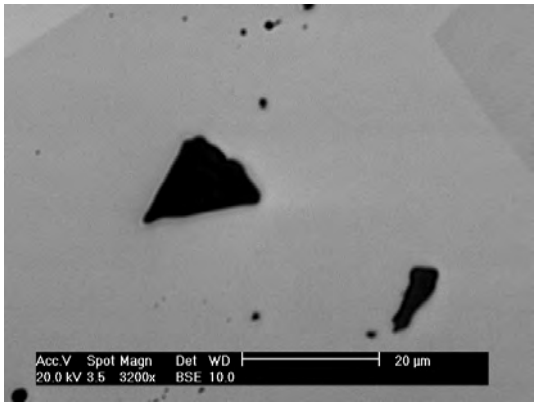



**Figure 3.10 : Observation des carbures sur un échantillon de SF286**

### 3.4.1.3- Microscopie électronique à balayage et analyse EBSD

Le système d'exploitation des résultats permet de représenter la texture cristallographique des zones analysées de l'échantillon par des figures de pôle.

Les points représentés sur ces différentes figures de pôle (Figure 3.11) sont répartis de façon aléatoire. On est donc en présence d'une structure recristallisée et non orientée. La densité de points est faible pour les échantillons de VA34, VA61 et VA66 mis en solution à 1180 °C, et pour les échantillons de SF286 mis en solution à 1030 et 1060 °C, ce qui est à mettre en relation directe avec la taille de grains et donc le nombre de grains analysés.

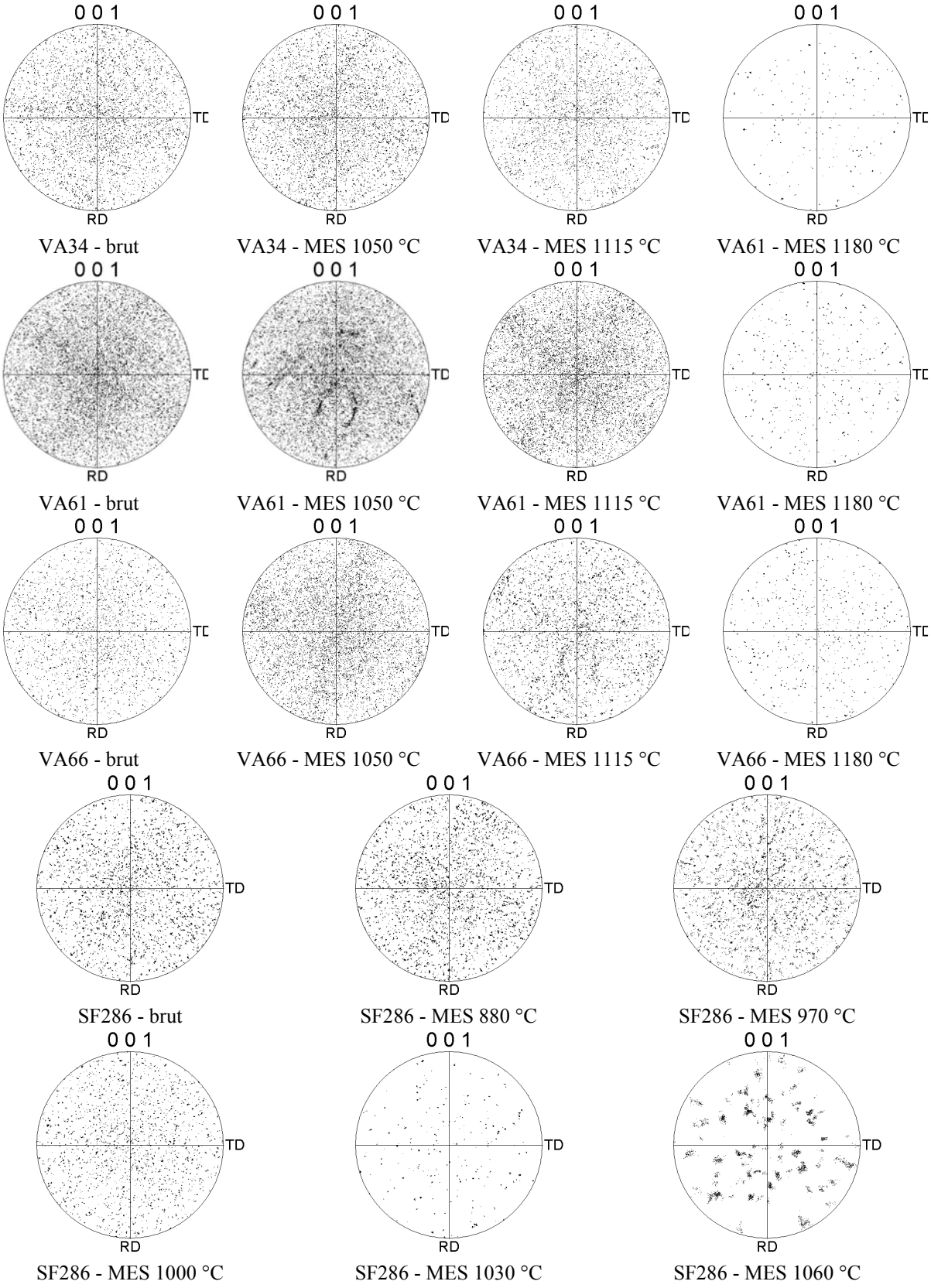



**Figure 3.11 : Figures de pôle (0 0 1) des échantillons de VA34, VA61, VA66 et SF286**

### 3.4.1.4 - Microscopie électronique en transmission (MET)

La microscopie électronique en transmission permet d'observer les particules à partir de quelques nanomètres.

En mode diffraction, le diagramme obtenu permet de remonter aux distances inter réticulaires du cristal. Un plan est noté (h k l) et les distances inter réticulaires d'une famille de plan sont notées $D_{hkl}$ et sont exprimées en Angström (1 Å = $10^{-10}$ m). Ces distances dépendent à la fois de la taille des atomes et de leur disposition dans l'espace.

L'ensemble de ces distances permet le plus souvent de déterminer, à l'aide de bases de données, la nature du composé observé. Dans le cas contraire, on peut utiliser le MET en mode analyse (EDS), mais cette option n'est pas disponible au CEMEF.

Pour exploiter un diagramme de diffraction, on mesure les distances entre le faisceau transmis et les différents points visibles. Les points les plus proches permettent en général de déterminer la nature du matériau. Ces distances sont directement converties en $D_{hkl}$ par le MET.

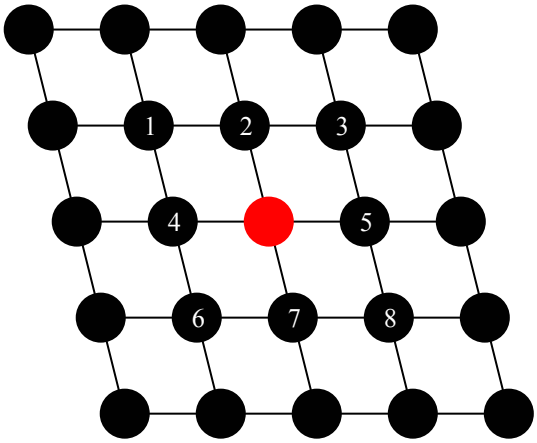



**Figure 3.12 : Schéma d'un diagramme de diffraction**

Ensuite, une fois le matériau candidat identifié, on peut reconstruire le réseau de plans du cristal à l'aide des tables disponibles dans la littérature. Par exemple, en reprenant le schéma précédent, on peut remonter aux premières familles de plans.

On note O le point correspondant au faisceau transmis. Deux règles simples permettent de remonter aux plans :

Soit un point A correspondant, selon la table, au plan ($h_A$ $k_A$ $l_A$),
- si on considère le point B défini tel que $\vec{OB} = 2\vec{OA}$,
- alors le point B correspond au plan ($2h_A$ $2k_A$ $2l_A$),
- et on vérifie alors cette propriété via la table.

Soit deux points A et B correspondant respectivement, selon la table, aux plans ($h_A$ $k_A$ $l_A$) et ($h_B$ $k_B$ $l_B$) et définis tels que O, A et B ne sont pas alignés,
- si on considère le point C défini tel que $\vec{OA} = \vec{BC}$ (OACB est un parallélogramme),
- alors le point C correspond au plan ($h_A$+$h_B$ $k_A$+$k_B$ $l_A$+$l_B$),
- et on vérifie alors cette propriété via la table.

Par exemple, on peut appliquer ces règles au diagramme de la Figure 3.12. Si le plan correspondant au point 5 est ($h_5$ $k_5$ $l_5$) et si le plan correspondant au point 2 est ($h_2$ $k_2$ $l_2$), alors :

- le point 4 correspond au plan ($-h_5$ $-k_5$ $-l_5$) ;
- le point 7 correspond au plan ($-h_2$ $-k_2$ $-l_2$) ;
- le point 3 correspond au plan ($h_5+h_2$ $k_5+k_2$ $l_5+l_2$) ;
- et ainsi de suite…

Dans le cas du VA61, nous observons des carbures de taille diverses jusqu'à 8 microns. Les carbures présentés en Figure 3.13 ont des tailles de l'ordre de 2 à 3 microns.

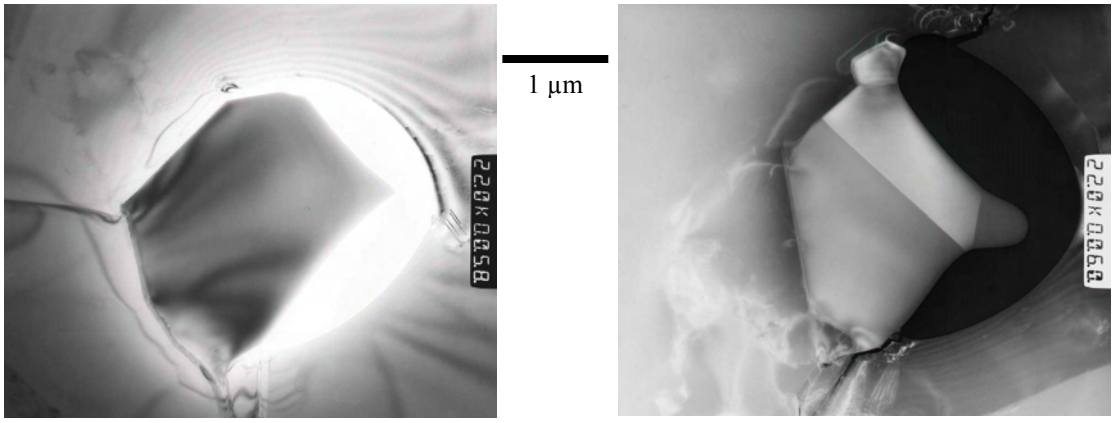



**Figure 3.13 : Examen au MET de carbures dans un échantillon de VA61**

Le polissage électrolytique attaque préférentiellement la matrice au bord du précipité. C'est pour cela que l'on observe un trou autour de celui-ci. Les diagrammes de diffraction vont nous permettre de déterminer le type de précipités.

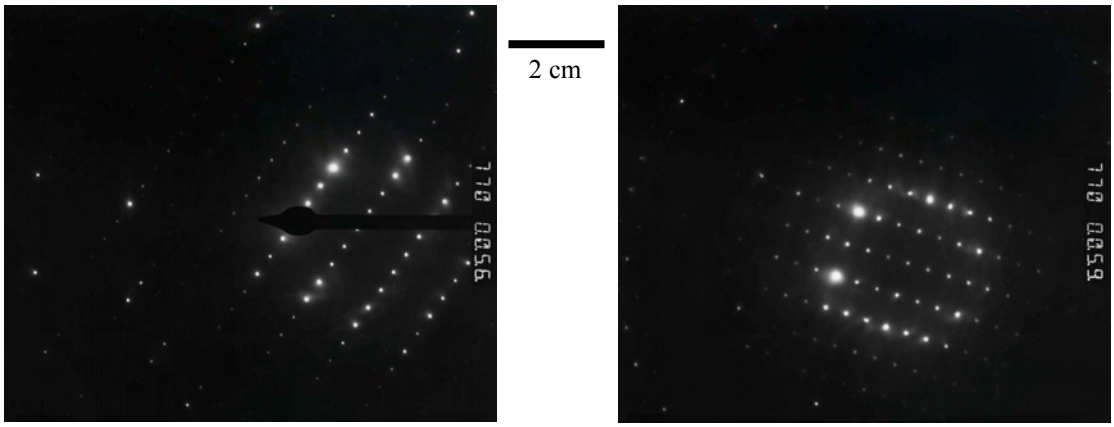



**Figure 3.14 : Diagrammes de diffraction correspondant aux composés observés Figure 3.13**

Pour analyser ces diagrammes, il faut mesurer les distances entre le faisceau transmis et chacun des autres points. Ensuite les $D_{hkl}$ sont obtenues, dans notre cas, via la formule :

$$R_{hkl} \times D_{hkl} = \lambda \times L = 24.4$$

avec

| | |
|---|---|
| $R_{hkl}$ (mm) | distance mesurée |
| $D_{hkl}$ (Å) | distance inter-réticulaire |
| λ (Å) | longueur d'onde |
| L (mm) | longueur de la chambre |

L'analyse de ces diagrammes nous amène à conclure à la présence de carbures de types $M_{23}C_6$.

Pour le SF286, on observe également des carbures de tailles diverses. Les carbures présentés en Figure 3.15 ont des tailles de l'ordre du micron.

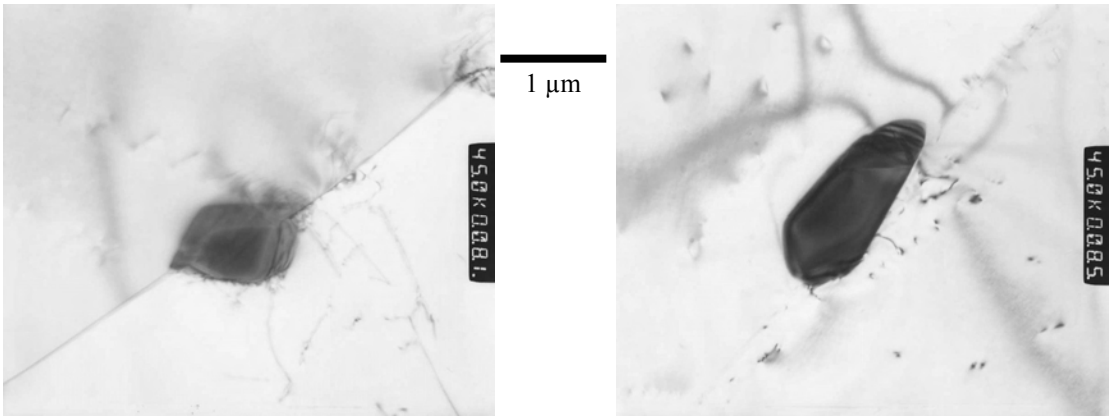



**Figure 3.15 : Examen au MET de carbures dans un échantillon de SF286**

Par contre les clichés de diffraction ne nous suffisent pas pour déterminer la nature de ces précipités. L'analyse chimique est donc nécessaire. Celle-ci a été réalisée au Centre de Recherches sur l'Hétéro-Epitaxie et ses Applications (CRHEA), unité dépendant du CNRS. Ces précipités sont riches en carbone, titane et molybdène. Ce sont donc les précipités déjà observés au MEB.

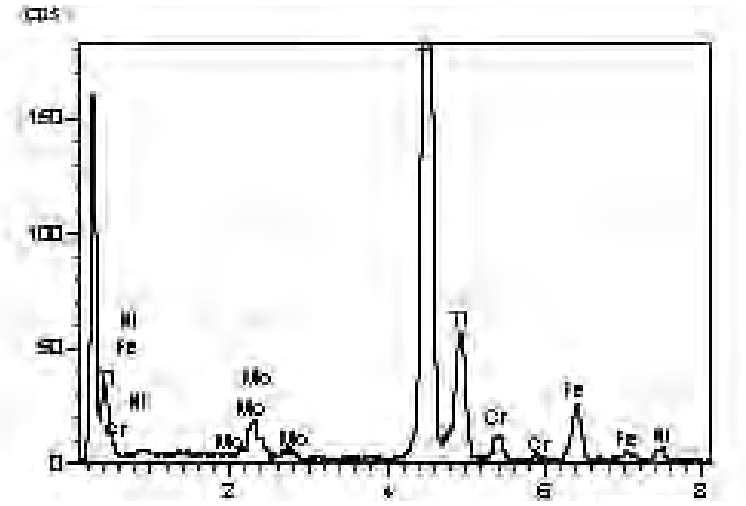



**Figure 3.16 : Analyse chimique d'un carbure dans un échantillon de SF286**

## 3.4.2- Essais de traction

### 3.4.2.1- Essais de traction à la température ambiante

On observe que l'allongement à rupture, mesuré sur chaque courbe (Figure 3.17), augmente généralement avec la température de mise en solution. Les niveaux atteints pour les nuances VA34, VA61 et VA66, sont relativement proches pour les états bruts et MES à 1050 et à 1115 °C et on observe un saut de la ductilité pour les états MES à 1180 °C. Cette observation n'est pas vérifiée pour la nuance VA66, mais l'éprouvette correspondante a rompu dans le congé de raccordement. Les niveaux atteints pour la nuance SF286 sont sensiblement les mêmes pour tous les états.

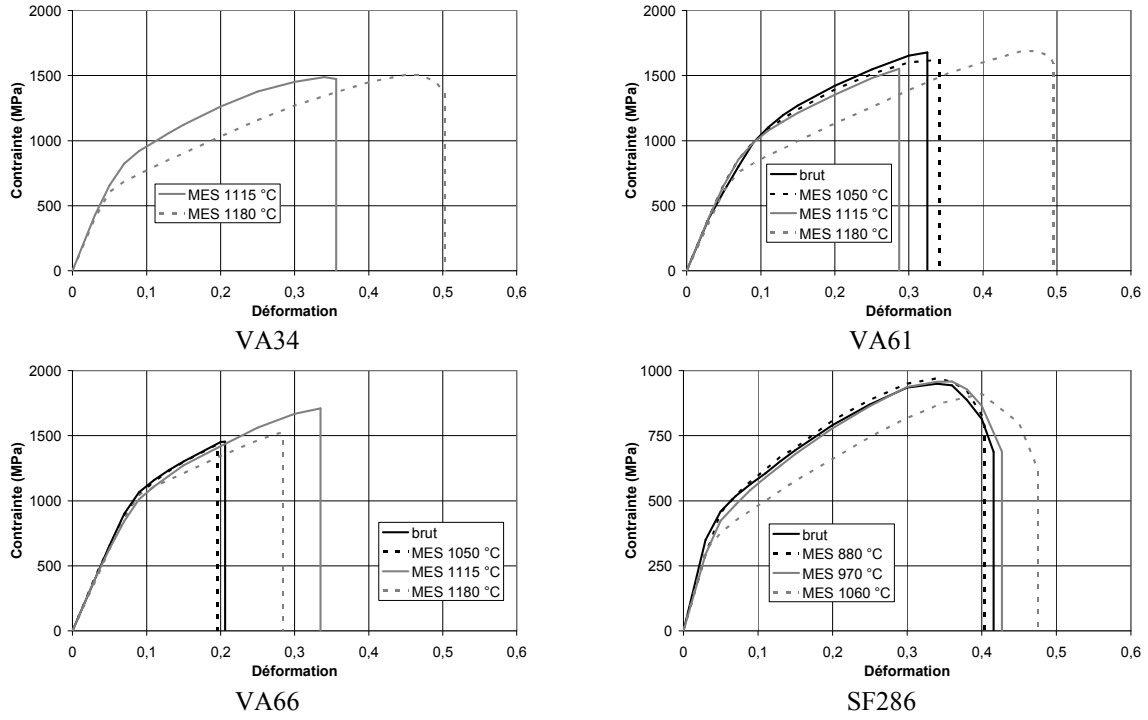



**Figure 3.17 : Courbes de traction à température ambiante des différentes nuances**

Les niveaux de contrainte à déformation donnée diminuent lorsque la température de mise en solution augmente. Enfin, on peut remarquer la très grande différence entre les contraintes à 0,3 de déformation observées pour le VA34, le VA61 et le VA66, de l'ordre de 1200 à 1700 MPa suivant les nuances et les états, et les contraintes à 0,3 de déformation observées pour le SF286, de l'ordre de 800 à 900 MPa suivant les états.

Pour quantifier la ductilité du matériau, nous nous intéresserons plus précisément à l'allongement global à rupture et à la striction, mesurés sur l'éprouvette en fin d'essai (Figure 3.18). On peut classer les nuances selon leur ductilité. Les nuances les moins ductiles sont les nuances de type VA avec, dans l'ordre, le VA66 avec un allongement à rupture et une striction compris entre 15 et 30 %, le VA61 avec des valeurs comprises entre 20 et 50 %, et enfin le VA34 avec des valeurs comprises entre 30 et 60 %. Le SF286 est la nuance la plus ductile avec un allongement à rupture et une striction compris entre 45 et 70 %.

On notera que la déformation à rupture peut être obtenue, soit via l'allongement à rupture, soit par la striction via les formules :

$$\varepsilon_R = \ln(1+A) \qquad \textbf{Equation 3.11}$$

$$\varepsilon_R = -\ln(1-Z) \qquad \textbf{Equation 3.12}$$

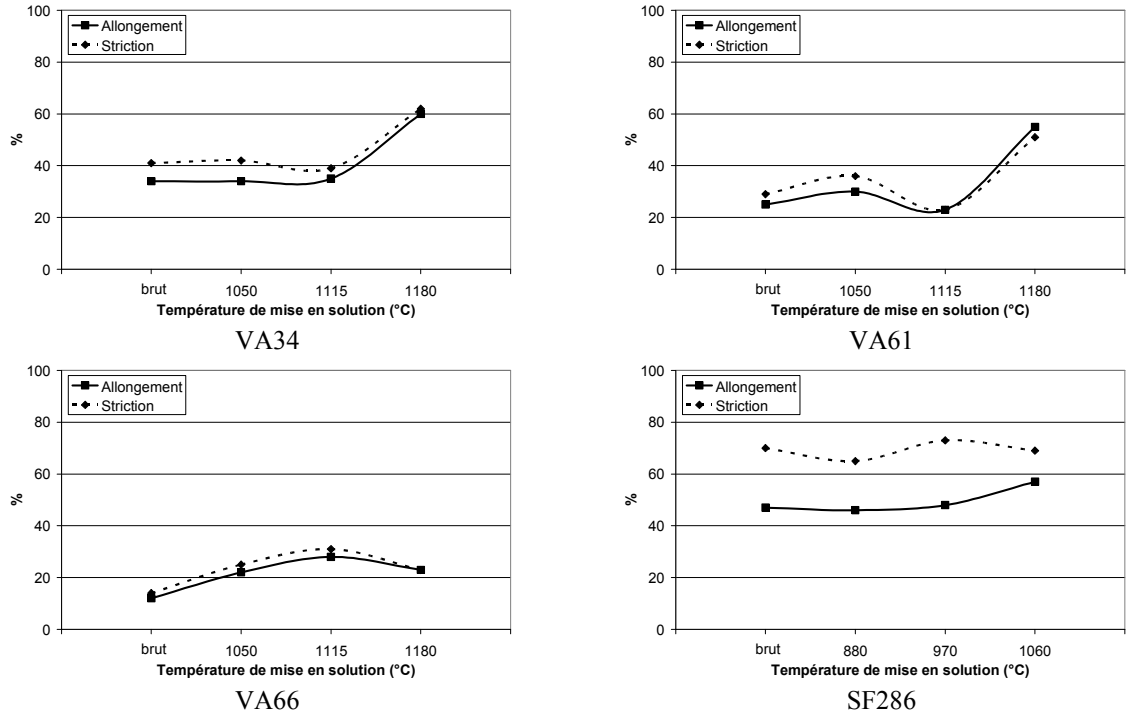



**Figure 3.18 : Allongement à rupture et striction à température ambiante des différentes nuances**

## 3.4.2.2- Essais de traction à 400 °C

On observe, sur les essais à 400 °C (Figure 3.19), une légère amélioration de l'allongement à rupture mesuré sur chaque courbe, tout du moins pour les nuances VA34, VA61 et VA66.

Mais l'effet le plus remarquable reste la diminution sensible des contraintes à une déformation donnée. Ainsi pour le VA34, le VA61 et le VA66, celles-ci sont de l'ordre de 900 à 1200 MPa à 0,3 de déformation, contre 1250 à 1700 MPa à température ambiante. Pour le SF286, cette diminution est plus limitée avec des contraintes de l'ordre de 750 à 800 MPa à 0,3 de déformation, contre 800 à 900 MPa à température ambiante.

En ce qui concerne l'allongement à rupture et la striction mesurés sur l'éprouvette en fin d'essai (Figure 3.20), on note une légère amélioration des valeurs observées pour les nuances VA34, VA61 et VA66, de l'ordre de 25 à 60 % contre 20 à 30 % à température ambiante. Mais, étonnamment, on ne note qu'une légère diminution des valeurs pour le SF286, de l'ordre de 40 à 60 % contre 45 à 70 % à température ambiante. Cette diminution est surtout marquée pour la striction.

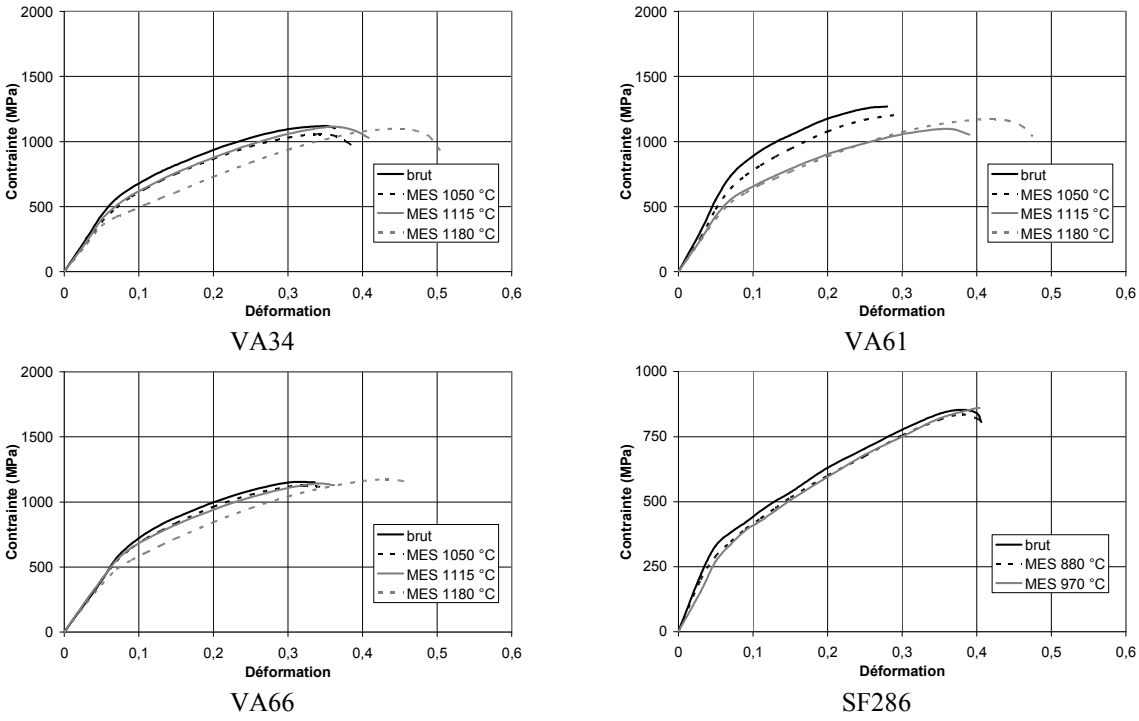



**Figure 3.19 : Courbe de traction à 400 °C des différentes nuances**

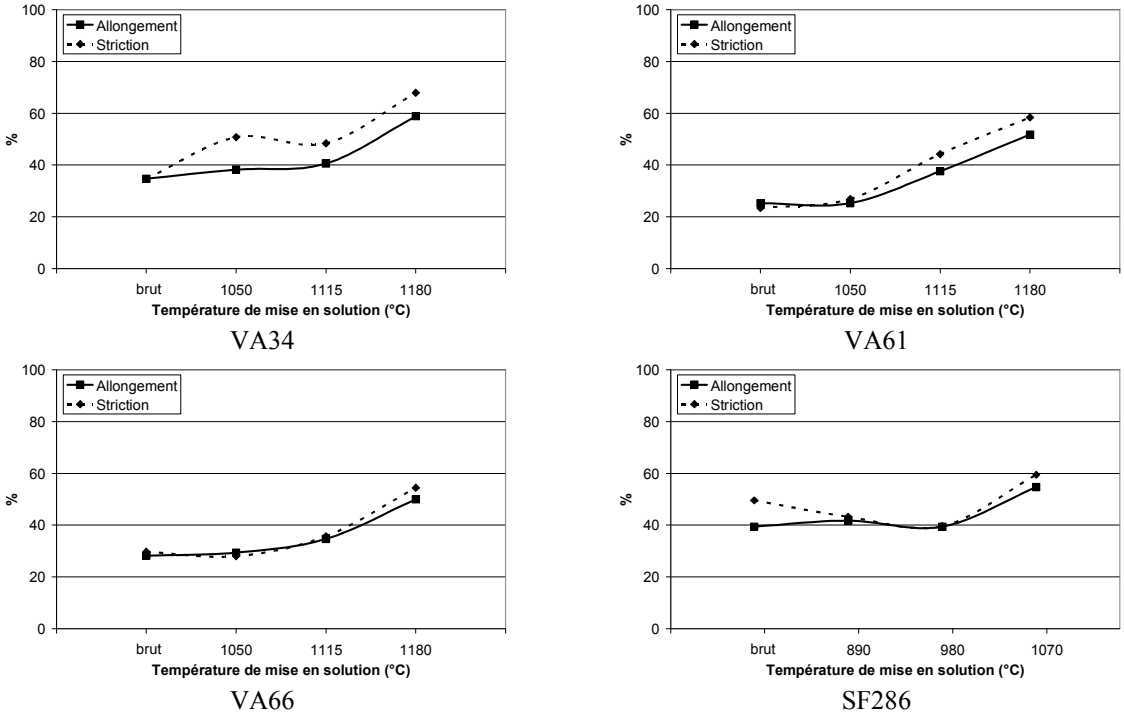



**Figure 3.20 : Allongement à rupture et striction à 400 °C des différentes nuances**

## 3.4.3- Essais de compression

### 3.4.3.1- Essais de compression à la température ambiante

La première remarque que l'on peut formuler est qu'il est difficile de détecter avec précision l'instant de la rupture. Celle-ci apparaît en général sur le bombé de l'échantillon, lorsque la surface libre de l'échantillon est soumise à un état de traction localisée, et est observée en fin d'essai. Ainsi, un certain nombre d'essais sont nécessaires pour déterminer la limite à rupture, frontière entre les éprouvettes rompues et non rompues.

Les éprouvettes des nuances VA34, VA61 et VA66 atteignent une déformation à rupture de l'ordre de 0,7 (Figure 3.21), mise à part l'éprouvette de VA34 mise en solution à 1180 °C qui n'a pas rompu après une déformation de l'ordre de 1,3. En ce qui concerne le SF286, aucune des éprouvettes n'a rompu après une déformation de l'ordre de 1,5. Il est donc difficile de mettre en évidence une influence de la température de mise en solution.

Enfin, la température de mise en solution a une influence limitée sur les contraintes à déformation donnée. On retrouve, à 0,5 de déformation, des niveaux de l'ordre de 1500 MPa pour le VA34, de l'ordre de 1700 MPa pour les nuances VA61 et VA66, et de l'ordre de 900 MPa pour le SF286.

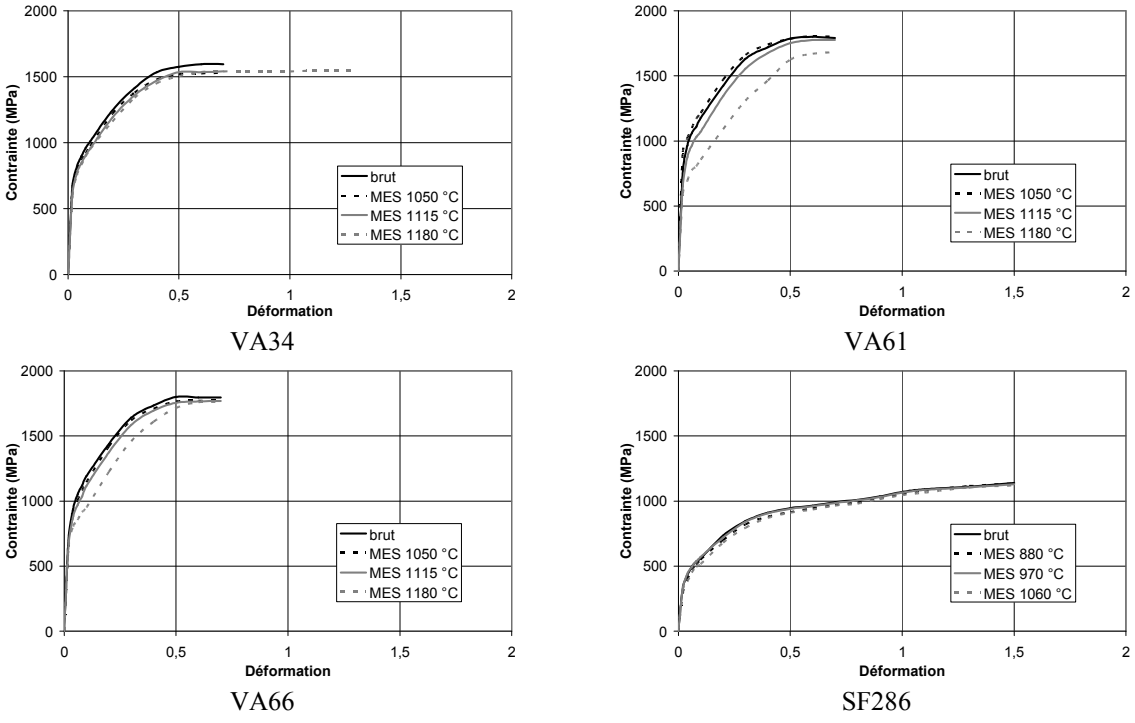



**Figure 3.21 : Courbes de compression à température ambiante des différentes nuances**

### 3.4.3.2- Essais de compression à 400 °C

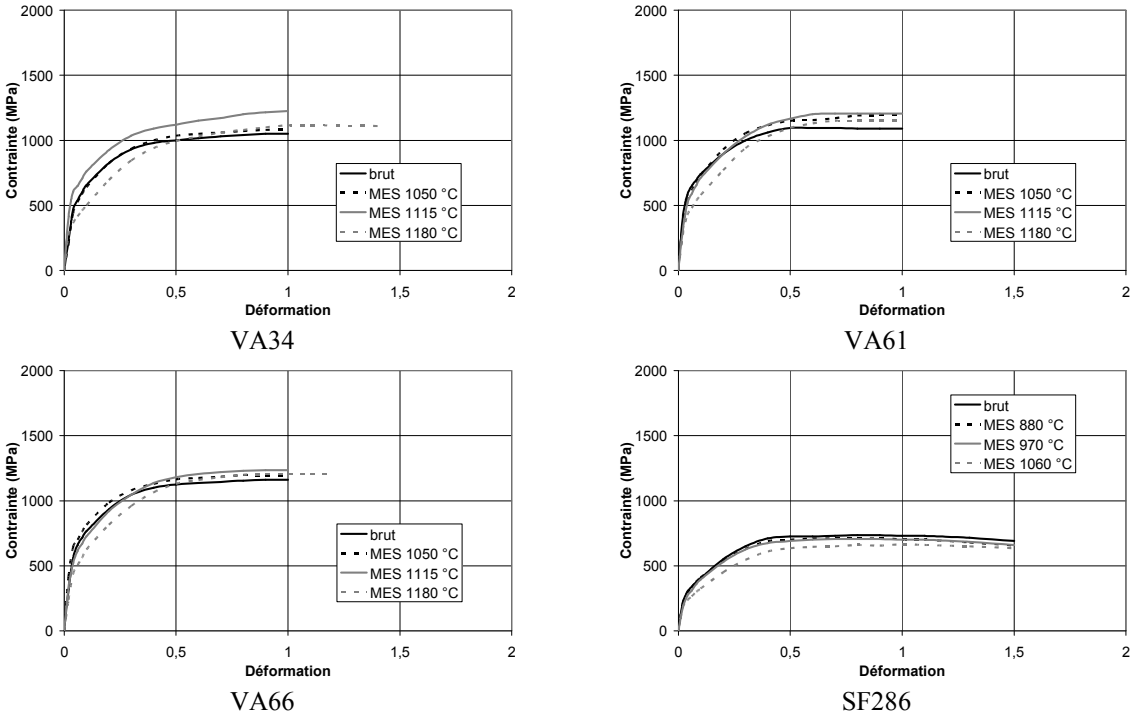



**Figure 3.22 : Courbes de compression à 400 °C des différentes nuances**

On note cette fois-ci (Figure 3.22) une influence positive de la température d'essai sur la ductilité des nuances de VA34, VA61 et VA66. En effet, l'ensemble des éprouvettes correspondantes affichent une déformation à rupture de l'ordre de 1 contre 0,7 à température ambiante, mises à part l'éprouvette de VA34 mise en solution à 1180 °C qui affiche une déformation à rupture de l'ordre de 1,4 contre 1,3 à température ambiante, et l'éprouvette de VA66 mise en solution à 1180 °C qui affiche une déformation à rupture de l'ordre de 1,2 contre 0,7 à température ambiante.

La température d'essai a également une influence importante sur les niveaux de contrainte à déformation donnée. On a ainsi, à 0,5 de déformation, des niveaux de l'ordre de 1100 à 1200 MPa pour les nuances VA34, VA61 et VA66, contre 1500 à 1700 MPa à température ambiante. Le SF286 atteint, à 0,5 de déformation, des niveaux de l'ordre de 750 MPa contre 900 MPa à température ambiante.

### 3.4.3.3- Observation des faciès de rupture

Nous avons observé en détail le faciès de rupture pour tenter de comprendre le mécanisme d'endommagement (Figure 3.23). La rupture intervient sous forme de chevrons sur le bombé des échantillons comprimés. L'état de traction auquel est soumise la surface libre du bombé sera mis en évidence, via la simulation numérique, au chapitre 5.

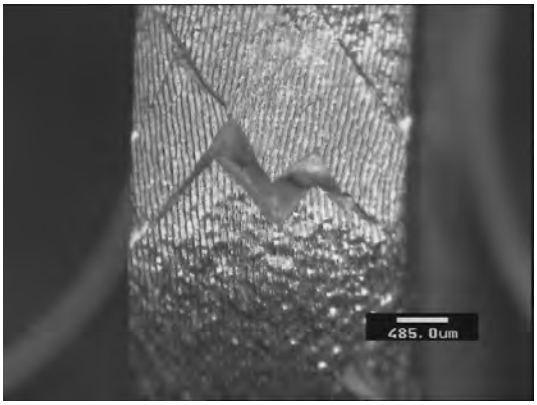



**Figure 3.23 : Observation des faciès de rupture d'un échantillon de VA61 à la binoculaire**

L'observation des faciès de rupture au MEB met en évidence des cupules, caractéristiques d'une rupture ductile (Figure 3.24). Un examen attentif de ces cupules révèle la présence d'une particule dans un grand nombre de cavités. La distance entre deux cupules, de l'ordre de 5 microns environ, peut être mise en relation avec la distance entre deux précipités (cf. Figure 3.9).

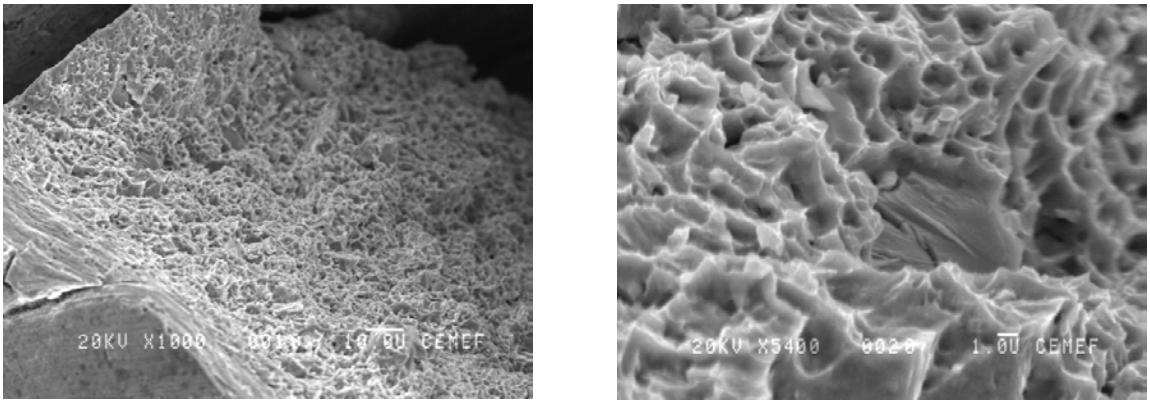



**Figure 3.24 : Observation des faciès de rupture d'un échantillon de VA61 au MEB**

Si on effectue alors une coupe transversale des échantillons, l'observation permet cette fois de suivre les fissures dans le plan médian. On observe à nouveau une propagation des fissures favorisée par la présence de précipités.

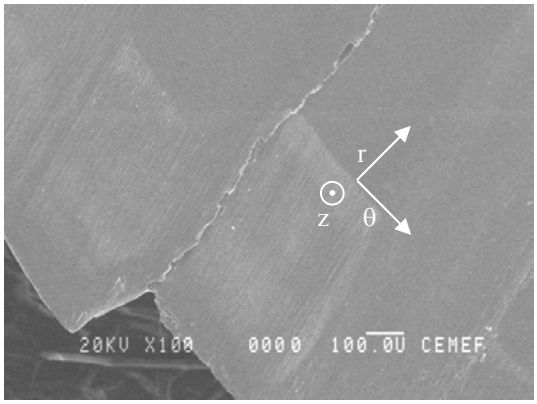



**Figure 3.25 : Observation de la fissure dans un plan de coupe**

## 3.4.4- Essais de torsion

### 3.4.4.1- Essais de torsion à température ambiante

La température de mise en solution a une influence non négligeable sur la ductilité affichée par chaque nuance. Pour les essais réalisés à 0,1 $s^{-1}$ (Figure 3.26), on remarque que, à chaque fois, l'éprouvette mise en solution à la température la plus haute affiche la ductilité maximale. On observe ainsi, pour les éprouvettes de VA34, VA61 et VA66, MES à 1180 °C, des valeurs de l'ordre de 1,3 de déformation pour le VA34, des valeurs de l'ordre de 1,2 de déformation pour le VA61, et des valeurs de l'ordre de 0,6 de déformation pour le VA66. Cette dernière a rompu dans le congé de raccordement de l'éprouvette. Pour l'éprouvette de SF286 MES à 1060 °C, on observe des valeurs de l'ordre de 2,6 de déformation.

La température de mise en solution a une influence sur les contraintes à déformation donnée pour les nuances VA34, VA61 et VA66 ; l'éprouvette MES à 1180 °C affiche toujours la contrainte la plus faible. Cette influence est inexistante pour le SF286. A 0,5 de déformation, on observe des contraintes de l'ordre de 1150 à 1300 MPa pour le VA34, de l'ordre de 1200 à 1500 MPa pour les nuances VA61 et VA66, et de l'ordre de 850 MPa pour le SF286.

La vitesse de déformation a une influence négative sur la ductilité de chaque nuance. Pour les essais réalisés à 0,5 $s^{-1}$ (Figure 3.27), on observe ainsi une diminution des valeurs affichées pour les éprouvettes de VA34, VA61 et VA66, mises en solution à 1180 °C, de 1,3 à 0,9 de déformation pour le VA34, et de 1,2 à 0,9 de déformation pour le VA61. Pour l'éprouvette de VA66, la ductilité augmente avec la vitesse de déformation, mais comme la première a rompu dans le congé de raccordement, on ne peut pas conclure. Enfin, la vitesse de déformation a une influence limitée sur la ductilité de l'éprouvette de SF286 mise en solution à 1060 °C, avec des valeurs de l'ordre de 2,6 dans les deux cas.

L'influence néfaste de la vitesse de déformation sur la ductilité peut être liée à un effet d'inertie et au comportement viscoplastique sur la localisation de la déformation. A une vitesse plus faible, le matériau accommode plus facilement la déformation.

La vitesse de déformation n'a pas d'influence notable sur les contraintes d'écoulement à une déformation donnée.

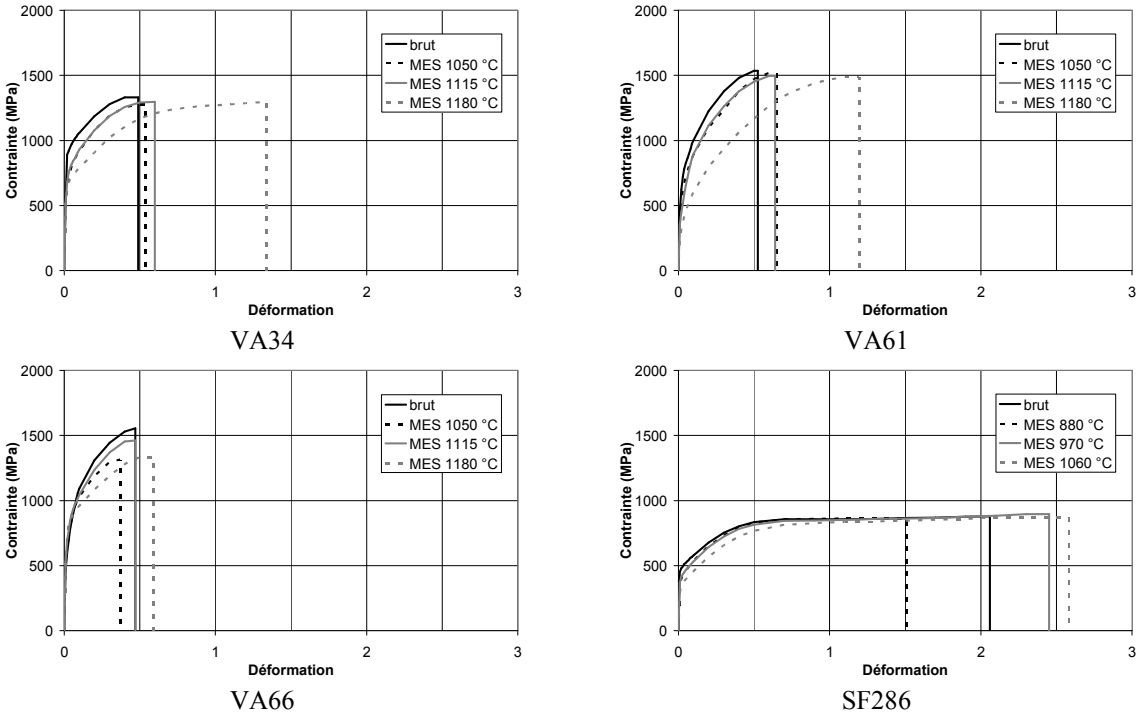



**Figure 3.26 : Courbes de torsion (0,1 $s^{-1}$) à température ambiante des différentes nuances**

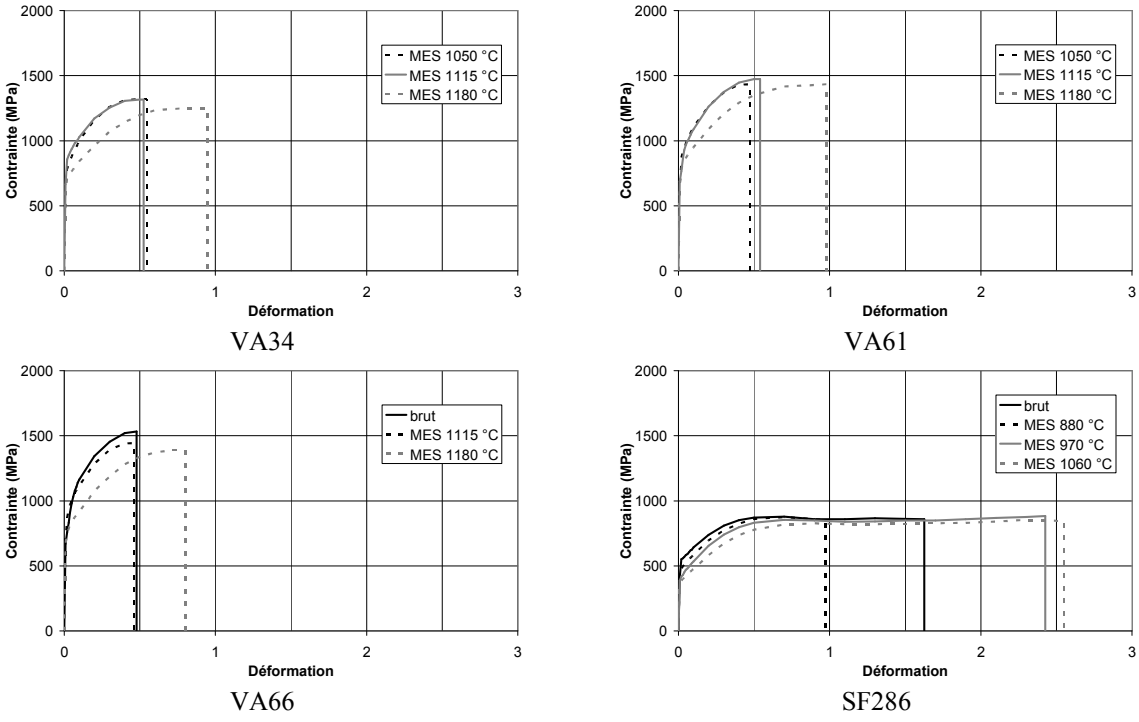



**Figure 3.27 : Courbes de torsion (0,5 $s^{-1}$) à température ambiante des différentes nuances**

### 3.4.4.2- Essais de torsion à 400 °C

Les mêmes commentaires que précédemment peuvent être faits sur l'influence de la température de mise en solution. Ainsi, pour les essais réalisés à 0,1 $s^{-1}$(Figure 3.28), c'est encore une fois les éprouvettes MES à la température la plus haute qui affiche la ductilité maximale. Par exemple, pour les éprouvettes de VA34, VA61 et VA66, MES à 1180 °C, les déformations à rupture sont de l'ordre de 1,8 pour le VA34, de l'ordre de 1,2 pour le VA61, et de l'ordre de 1 pour le VA66. Pour l'éprouvette de SF286 MES à 1060 °C, on observe des valeurs de l'ordre de 2,2 de déformation.

La température de mise en solution a encore une fois une influence limitée sur la contrainte d'écoulement à une déformation donnée. A 0,5 de déformation, les valeurs de contraintes d'écoulement sont de l'ordre de 800 à 1050 MPa pour le VA34, de l'ordre de 1050 à 1150 MPa pour les nuances VA61 et VA66, et de l'ordre de 650 à 750 MPa pour le SF286.

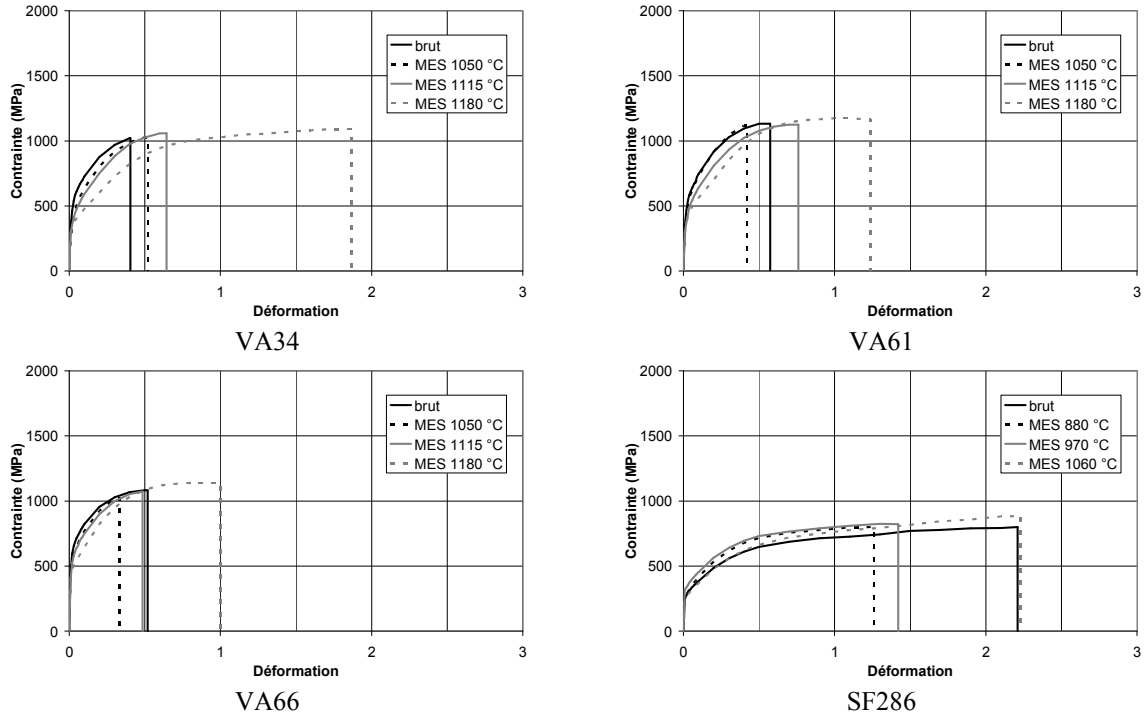



**Figure 3.28 : Courbes de torsion (0,1 $s^{-1}$) à 400 °C des différentes nuances**

La vitesse de déformation a, là encore, une influence négative sur la ductilité (Figure 3.29). On retrouve ainsi, pour les éprouvettes des nuances VA34, VA61 et VA66, mises en solution à 1180 °C, des valeurs de l'ordre de 1,2 de déformation contre 1,8 à 0,1 $s^{-1}$ pour le VA34, et des valeurs de l'ordre de 0,9 de déformation contre respectivement 1,2 et 1 à 0,1 $s^{-1}$ pour les nuances VA61 et VA66. Pour l'éprouvette de SF286 brute, on retrouve des valeurs de l'ordre de 1,6 contre 2,2 à 0,1 $s^{-1}$.

La vitesse de déformation a une influence limitée sur la contrainte à déformation donnée. Ainsi, on retrouve, à 0,5 de déformation, des valeurs de l'ordre de 900 MPa pour le VA34 contre 800 à 1050 à 0,1 $s^{-1}$, des valeurs de l'ordre de 1050 à 1100 MPa pour les nuances VA61 et VA66 contre 1050 à 1150 à 0,1 $s^{-1}$, et des valeurs de l'ordre de 700 MPa pour le SF286 contre 650 à 750 à 0,1 $s^{-1}$.

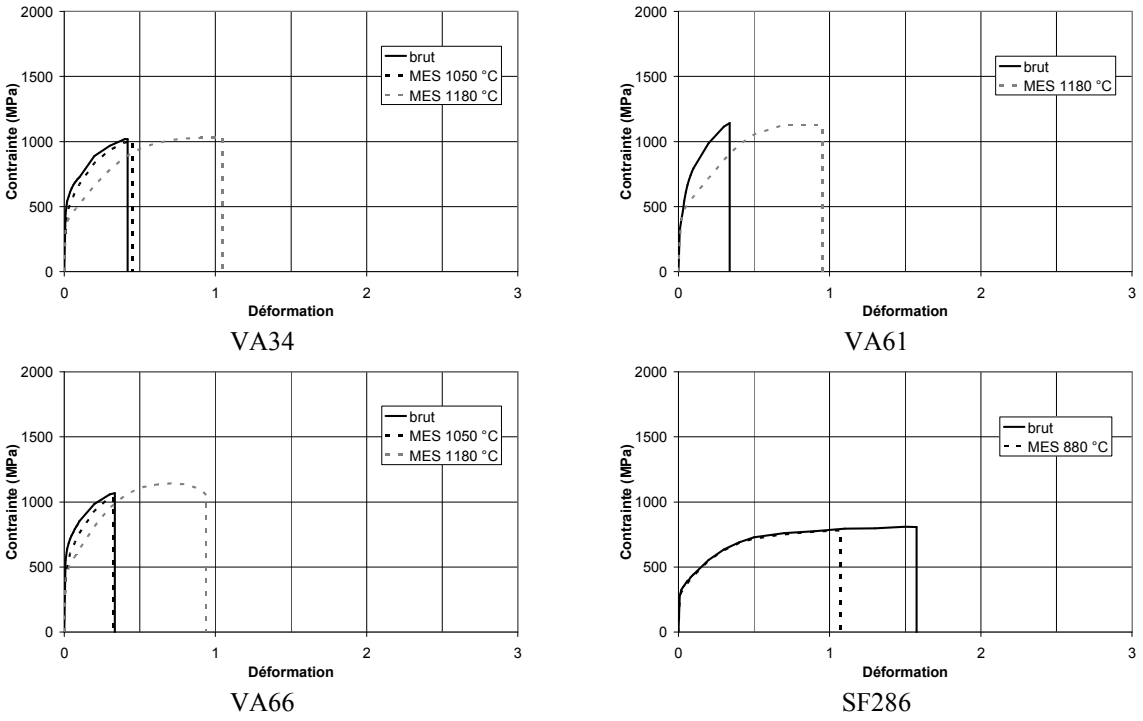



**Figure 3.29 : Courbes de torsion (0,5 $s^{-1}$) à 400 °C des différentes nuances**

Enfin, un dernier commentaire peut être fait sur la température d'essai. L'influence de la température d'essai sur la ductilité est difficile à cerner. Elle semble avoir une influence positive sur la ductilité des nuances VA34, VA61 et VA66, avec, pour les essais à 0,1 $s^{-1}$ et pour les éprouvettes mises en solution à 1180 °C, des valeurs de l'ordre de 1,3 de déformation à température ambiante contre 1,8 à 400 °C pour le VA34, des valeurs de l'ordre de 1,2 à température ambiante contre 1,3 à 400 °C pour le VA61, et des valeurs de l'ordre de 0,6 à température ambiante contre 1 à 400 °C pour le VA66. La température d'essai a étonnamment une influence négative sur la ductilité du SF286, avec pour les essais à 0,1 $s^{-1}$ et pour les éprouvettes mises en solution à 1060 °C, des valeurs de l'ordre de 2,6 de déformation à température ambiante contre 2,2 à 400 °C. Toutefois la reproductibilité de cet état de fait n'a pas été testée.

### 3.4.4.3- Rhéologies

Les essais de torsion nous permettent d'obtenir les rhéologies des différents matériaux. Pour les nuances de VA34, VA61 et VA66, nous nous intéresserons à l'état qui affiche le maximum de ductilité, c'est-à-dire l'état mis en solution à 1180 °C. Pour le SF286, qui affiche une bonne ductilité pour tous les états, nous nous intéresserons à l'état brut.

Dans un premier temps, nous avons considéré les courbes de torsion jusqu'à une déformation de l'ordre de 1,5. Pour les essais n'ayant pas fourni des informations jusqu'à ce niveau de déformation, nous avons extrapolé de manière intuitive en considérant que, pour les nouveaux points, la contrainte est constante à partir du dernier point mesuré. Pour les autres, nous avons pris en compte uniquement les informations pour les déformations jusqu'à 1,5.

A partir de ces courbes, nous allons déterminer une loi rhéologique qui permettra de relier, la température, la déformation et la vitesse de déformation. A l'aide d'un tableur de type Excel, on calcule les paramètres de chacune de ces lois afin d'obtenir la meilleure modélisation du comportement du matériau.

Deux types de loi ont été testés : la loi classique de type puissance (Equation 3.13) et la loi de Hansel et Spittel (Equation 3.14) qui est utilisée dans la base de données de Forge 2.

$$\sigma = K\left(\varepsilon_0 + \varepsilon\right)^n \dot{\varepsilon}^m \exp\left(\frac{\beta}{T}\right)$$

**Equation 3.13**

5 paramètres $K\left(MPa.s^m\right),\ \varepsilon_0,\ n,\ m,\ \beta(K)$

$$\sigma = A\exp\left(m_1 T\right) T^{m_9} \varepsilon^{m_2} \exp\left(\frac{m_4}{\varepsilon}\right)\left(1+\varepsilon\right)^{m_5 T} \exp\left(m_7 \varepsilon\right)\dot{\varepsilon}^{m_3}\dot{\varepsilon}^{m_8 T}$$

**Equation 3.14**

9 paramètres $A\left(MPa.s^{m_3+m_8 T}\right),\ m_1\left(K^{-1}\right), m_2,\ m_3,\ m_4,$
$m_5\left(K^{-1}\right),\ m_7,\ m_8\left(K^{-1}\right),\ m_9$

L'erreur mentionnée est la moyenne des distances entre les contraintes mesurées et les contraintes calculées, distances normalisées par les contraintes mesurées.

$$erreur = \sqrt{\sum_{i=1}^{N} \frac{1}{N}\left(\frac{\sigma - \sigma_{fit}}{\sigma}\right)^2}$$

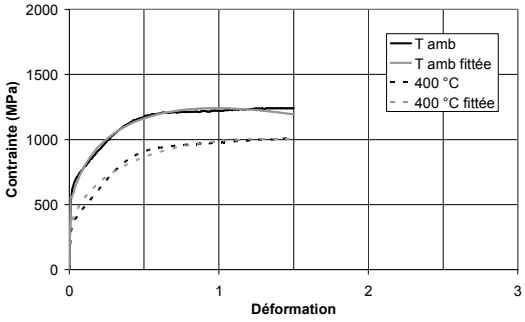
**Equation 3.15**

Quand nous considérons une pré-déformation $\varepsilon_0$ nulle dans l'Equation 3.13, elle constitue une formulation réduite de l'Equation 3.14. Donc, comme nous le verrons ci-dessous, la loi de Hansel et Spittel (Equation 3.14) fournira des identifications avec moins d'erreur.

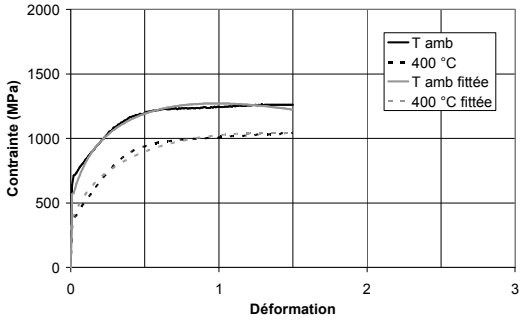
**Rhéologie du VA34**

| $K$ | $\varepsilon_0$ | $n$ | $m$ | $\beta$ | erreur |
|---|---|---|---|---|---|
| 832,4 | 0 | 0,176 | 1,84e-2 | 127,3 | 12,6 % |

| $A$ | $m_1$ | $m_2$ | $m_3$ | $m_4$ | $m_5$ | $m_7$ | $m_8$ | $m_9$ | erreur |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 498,7 | -1,64e-3 | 0,330 | 9,14e-3 | 4,26e-3 | 6,15e-4 | -0,422 | 2,11e-5 | 0,303 | 5,7 % |




0,1 $s^{-1}$



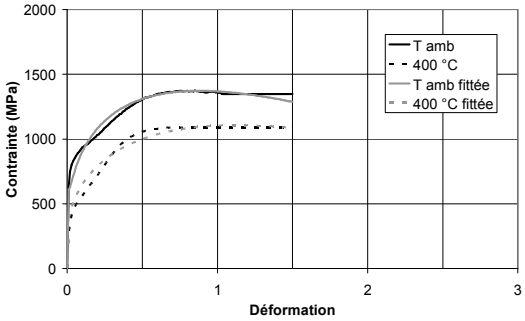

0,5 $s^{-1}$

**Figure 3.30 : Courbes de rhéologie du VA34 mis en solution à 1180 °C**

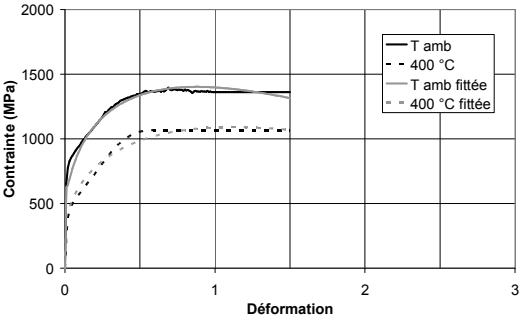
## Rhéologie du VA61

| $K$ | $\varepsilon_0$ | $n$ | $m$ | $\beta$ | erreur |
|---|---|---|---|---|---|
| 883,9 | 0 | 0,155 | 5,17e-3 | 132,0 | 14,8 % |

| $A$ | $m_1$ | $m_2$ | $m_3$ | $m_4$ | $m_5$ | $m_7$ | $m_8$ | $m_9$ | erreur |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 604,8 | -1,70e-3 | 0,339 | 3,05e-2 | 4,05e-3 | 5,07e-4 | -0,460 | -5,79e-5 | 0,299 | 7,0 % |




0,1 $s^{-1}$



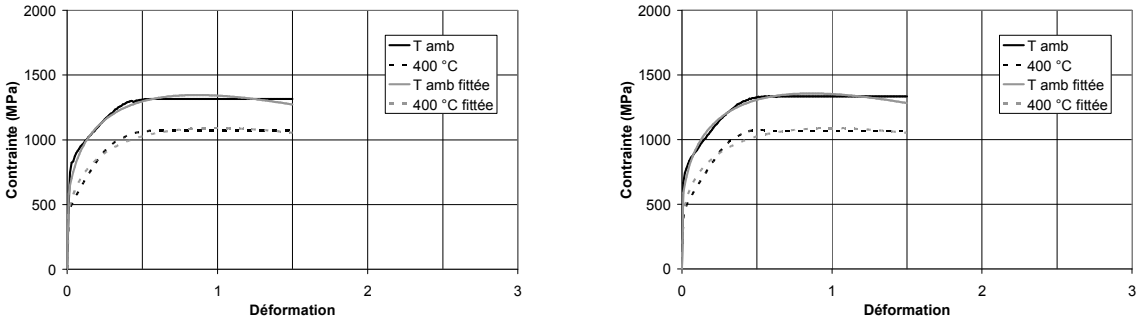

0,5 $s^{-1}$

**Figure 3.31 : Courbes de rhéologie du VA61 mis en solution à 1180 °C**

## Rhéologie du VA66

| $K$ | $\varepsilon_0$ | $n$ | $m$ | $\beta$ | erreur |
|---|---|---|---|---|---|
| 905,2 | 0 | 0,131 | 2,71e-3 | 116,4 | 11,7 % |

| $A$ | $m_1$ | $m_2$ | $m_3$ | $m_4$ | $m_5$ | $m_7$ | $m_8$ | $m_9$ | erreur |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 604,8 | -1,34e-3 | 0,291 | 1,07e-2 | 1,86e-3 | 2,38e-4 | -0,372 | -1,80e-5 | 0,268 | 5,1 % |



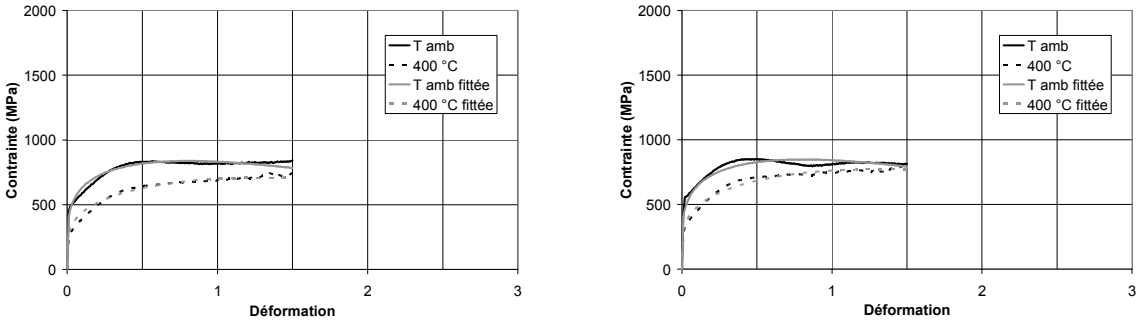

0,1 $s^{-1}$ 0,5 $s^{-1}$

**Figure 3.32 : Courbes de rhéologie du VA66 mis en solution à 1180 °C**

### Rhéologie du SF286

| $K$ | $\varepsilon_0$ | $n$ | $m$ | $\beta$ | erreur |
|---|---|---|---|---|---|
| 647,8 | 0 | 0,128 | 2,64e-2 | 88,6 | 13,8 % |

| $A$ | $m_1$ | $m_2$ | $m_3$ | $m_4$ | $m_5$ | $m_7$ | $m_8$ | $m_9$ | erreur |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 518,1 | -1,17e-3 | 0,213 | -2,77e-2 | 1,53e-4 | 8,35e-4 | -0,400 | 1,20e-4 | 0,187 | 6,3 % |




0,1 $s^{-1}$ 0,5 $s^{-1}$

**Figure 3.33 : Courbes de rhéologie du SF286 brut**

## 3.4.5- Mesures de dureté

Les duretés sont mesurées à cœur et en surface de l'échantillon (Figure 3.34). Tout d'abord, la température de mise en solution a peu d'influence sur la dureté pour les températures basses. Pour les traitements à des températures hautes, 1180 °C pour les nuances VA34, VA61 et VA66, et 1060 °C pour le SF286, on observe une chute de dureté.

Pour des traitements à des températures basses, la dureté en surface est supérieure à la dureté à cœur. Ce phénomène est lié à l'écrouissage en surface dû au procédé de finition des barres par usinage. Ensuite, pour les températures plus élevées, ce phénomène est compensé, à la fois par une annihilation de l'écrouissage et par une légère décarburation de la surface lors des traitements thermiques en four à air.

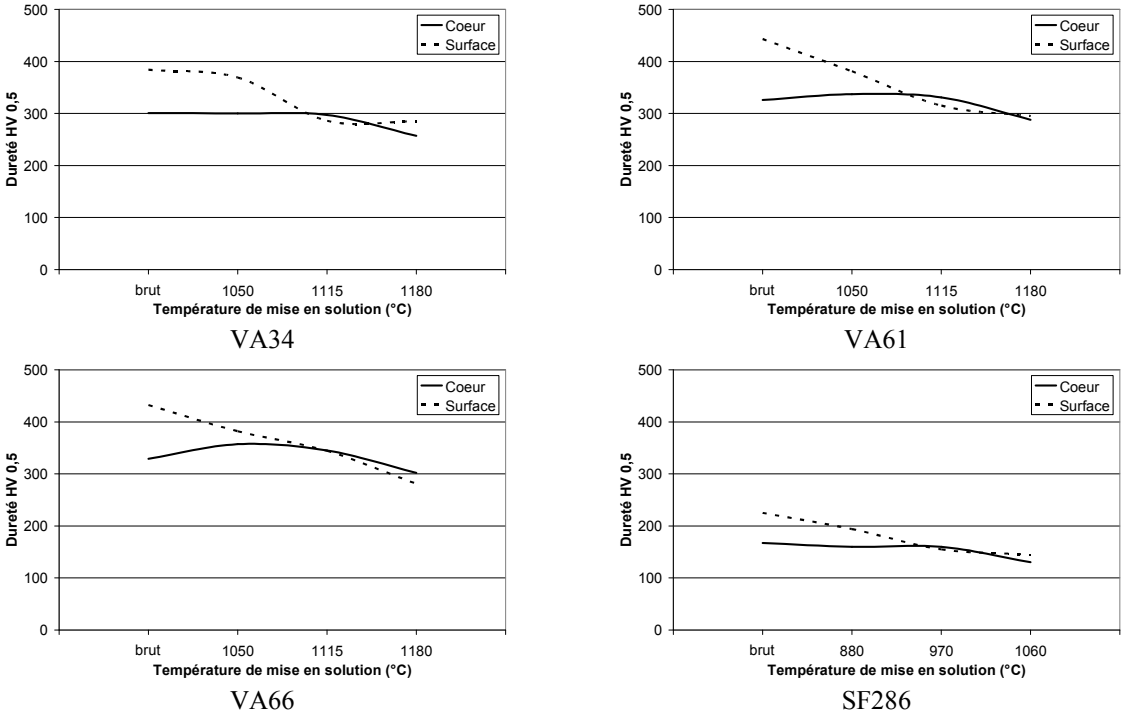



**Figure 3.34 : Courbes de dureté des différentes nuances**

## 3.4.6- Discussion

### 3.4.6.1- Température de mise en solution

La température de mise en solution a une influence importante sur la taille du grain austénitique de chacun des alliages. Or, on ne peut se permettre de présenter à l'utilisateur final un matériau présentant une taille de grains excessive, supérieure de plusieurs classes dans la norme ASTM à l'état de livraison initial. En effet, un grossissement exagéré du grain aura une influence néfaste sur les caractéristiques mécaniques, de fatigue en particulier. Ainsi, la structure des échantillons des nuances VA34, VA61 et VA66 mises en solution à 1180 °C, et du SF286 mis en solution à 1060 °C ne nous satisfont pas.

La température de mise en solution affecte également la ductilité des éprouvettes des nuances VA34, VA61 et VA66. En effet, l'éprouvette mise en solution à 1180 °C affiche le maximum de ductilité. Pour le SF286, le constat est différent et la température de mise en solution a une influence plus limitée. Le matériau brut affiche ainsi une ductilité satisfaisante.

Les nuances VA61 et VA66 sont très proches. Le VA61, nuance d'acier à soupapes reconnue, affiche une ductilité plus importante. Pour les essais qui suivent, nous avons donc abandonné le VA66.

Il nous faut donc déterminer un compromis, pour les nuances VA34 et VA61, entre taille de grains et ductilité. Nous avons étudié des températures intermédiaires afin de déterminer le seuil à partir duquel le grossissement devient inacceptable. Les échantillons correspondants ont également été testés via des essais de compression à froid.

Les nouvelles températures de mise en solution étudiées sont reportées dans le tableau ci-dessous (Tableau 3.4). Sur les micrographies suivantes (Figure 3.35), on observe l'évolution de la structure des deux nuances avec la température de mise en solution.

| Nuance | Mise en solution | | Trempe |
|---|---|---|---|
| | T (°C) | t (min) | |
| VA34<br>VA61 | 1140 | 30 | Eau |
| | 1160 | | |
| | 1180 | | |

**Tableau 3.4 : Traitements thermiques**

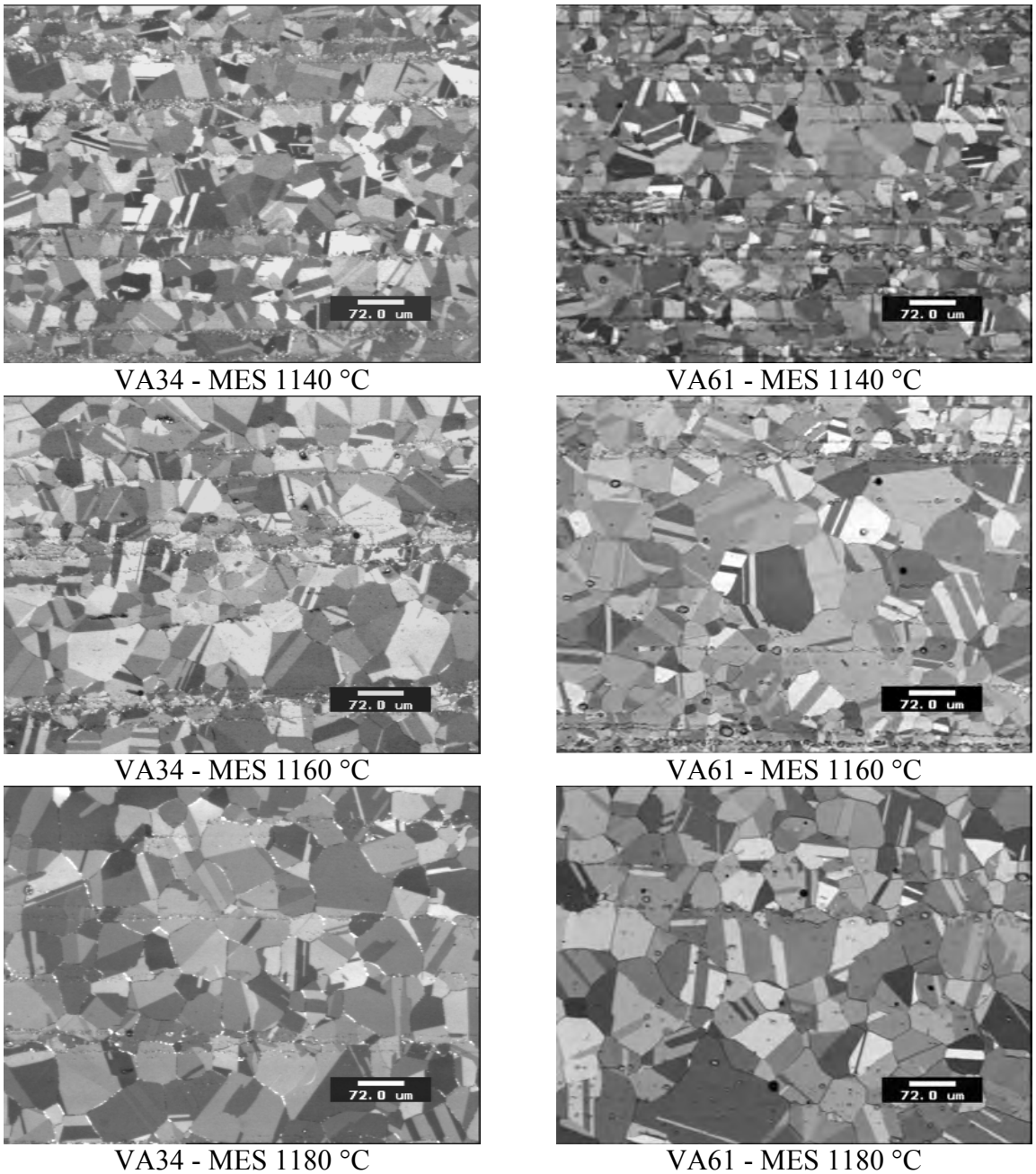



**Figure 3.35 : Structure des échantillons de VA34 et de VA61 (microscopie optique)**

Pour le VA34 la taille de grains est de l'ordre de 5 à 8 selon la norme ASTM pour l'échantillon MES à 1140 °C, de l'ordre de 5 à 7 pour l'échantillon MES à 1160 °C et de l'ordre de 2 à 5 pour l'échantillon MES à 1180 °C. Le VA61 présente une taille de grains de l'ordre de 6 à 7 selon la norme ASTM pour l'échantillon MES à 1140 °C, de l'ordre de 4 à 6 pour l'échantillon MES à 1160 °C et de l'ordre de 3 à 5 pour l'échantillon MES à 1180 °C.

Nous fixerons donc un seuil de température de mise en solution amenant un accroissement exagéré du grain austénitique qui se situe donc entre 1140 et 1160 °C pour ces deux nuances.

Les essais de compression effectués (Figure 3.36) montrent une augmentation de la déformation à rupture avec la température de mise en solution. Ainsi, pour le VA34, on observe une augmentation brusque de la déformation à rupture entre l'échantillon mis en solution à 1140 °C à 0,9 de déformation, et l'échantillon mis en solution à 1160 °C à 1,2 de déformation. La mise en solution à 1180 °C n'apporte pas d'amélioration. Pour le VA61, l'augmentation est constante, de 0,8 de déformation pour l'échantillon mis en solution à 1140 °C, à 0,9 de déformation pour l'échantillon mis en solution à 1180 °C.

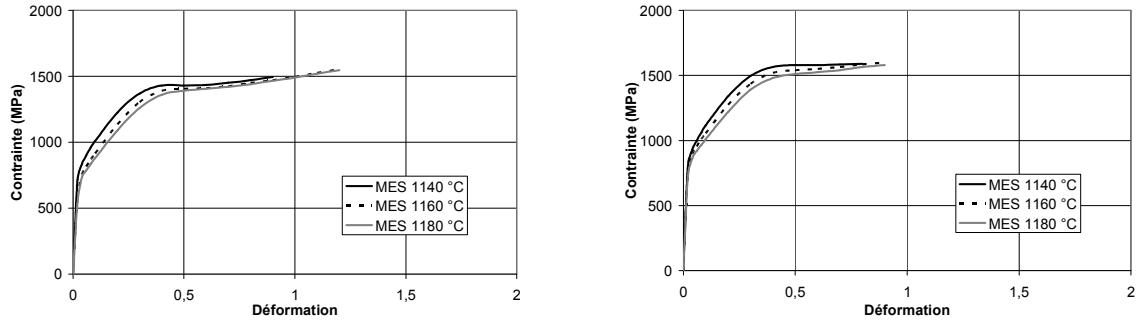



**Figure 3.36 : Courbes de compression à température ambiante du VA34 et du VA66**

### 3.4.6.2- Température de déformation

L'influence de la température de déformation sur la ductilité en traction et en torsion des matériaux est limitée, avec, selon les cas, une amélioration ou une dégradation de celle-ci. Nous pouvons considérer que ces fluctuations constituent la dispersion des résultats. En compression, par contre, on observe une amélioration sensible de la ductilité, de l'ordre de 40 à 50 % pour le VA61 et le VA66, amélioration plus limitée pour les deux autres nuances.

La température de déformation a néanmoins une influence importante sur les niveaux de contrainte. L'idée de travailler à une température de l'ordre de 400 °C reste donc intéressante dans la mesure où elle permet de limiter la capacité des presses et de limiter les contraintes mécaniques sur les outils, ce qui devrait permettre de leur assurer une meilleure longévité.

### 3.4.6.3- Nuances et perspectives de mise en forme à froid

Les nuances VA61 et VA66 ont une ductilité assez faible qui semble insuffisante pour la mise en forme à froid des soupapes. La nuance VA34 a une ductilité un peu plus importante et reste candidate pour cette application. Enfin, la nuance SF286 se prête bien à la mise en forme à froid mais ses caractéristiques mécaniques sont plus faibles que pour les trois autres nuances.

# 4- Développement de nouvelles nuances

**4 - DEVELOPPEMENT DE NOUVELLES NUANCES ..... 71**

4.1 - INTRODUCTION ..... 72
4.2 - OBTENTION DES NOUVEAUX ALLIAGES ..... 72
*4.2.1 - Le projet C3P ..... 72*
*4.2.2 - Matières premières ..... 73*
*4.2.3 - Nuances visées ..... 73*
*4.2.4 - Fusion et coulée des lingots ..... 74*
*4.2.5 - Transformation à chaud ..... 76*
4.3 - RESULTATS ..... 77
*4.3.1 - Composition chimique ..... 77*
*4.3.2 - Essais de compression ..... 78*
*4.3.3 - Microstructure ..... 79*
*4.3.4 - Caractérisation des propriétés en service ..... 80*
4.4 - CONCLUSION - PERSPECTIVES ..... 86

# 4.1- Introduction

Suite à notre étude bibliographique et à nos travaux sur les nuances actuelles, il nous est apparu nécessaire d'explorer de nouveaux alliages, à même de mieux répondre à notre cahier des charges :

- bonne aptitude à la mise en forme à froid ;
- bonnes caractéristiques mécaniques à chaud ;
- bonne résistance à l'oxydation à chaud ;
- bonne résistance à la corrosion à chaud par les produits de combustion ;
- prix matière raisonnable.

L'élaboration de nouveaux alliages est donc nécessaire, mais le coût prohibitif de ces essais sur site nous amène à une solution plus humble, au moyen d'essais en laboratoire sur des lingots de petite taille.

Nous allons d'abord présenter le mode d'obtention de ces alliages ainsi que la méthode de transformation pour approcher l'état de livraison. Des essais de caractérisation, semblables à ceux pratiqués sur les nuances actuelles, nous permettront ensuite de sélectionner une ou plusieurs nuances.

# 4.2- Obtention des nouveaux alliages

## 4.2.1- Le projet C3P

Le CEMEF s'est doté à la fin de l'année 2003 d'un plateau de fusion et de coulée d'alliages métalliques baptisé *C3P* pour *CEMEF Custom Casting Platform*. Ce système, développé et mis en place par la société CELES, spécialiste du chauffage par induction, est constitué d'un inducteur de 25 kW et d'un creuset basculant en graphite, d'une capacité nominale de 2 litres, permettant de couler le liquide en fusion dans une lingotière. Le contrôle de la température est assuré par une lunette pyrométrique.

La mise en route et le réglage de ce dispositif a nécessité un temps important. Il a fallu, dans un premier temps, maîtriser les réglages du chauffage par induction pour le mettre en adéquation avec la nuance et la géométrie des barres constituant la matière première. Pour assurer une qualité satisfaisante des lingots coulés, un travail important a été réalisé sur la maîtrise de l'atmosphère de fusion, ainsi que sur la géométrie de la lingotière. Enfin, un certain temps a été nécessaire pour mettre en place une procédure d'essai permettant d'assurer la sécurité des opérateurs.



**Figure 4.1 : Vue générale du plateau de coulée**

## 4.2.2- Matières premières

Cogne nous a fourni une certaine quantité de matières premières pour l'obtention de nouveaux alliages :

- du VA61 en barres ;
- du SF286 en barres ;
- ainsi que différents éléments purs ou composés métalliques :
    - du fer pur ;
    - du nickel pur ;
    - du cuivre pur ;
    - un alliage fer titane à 70 % de titane ;
    - de l'aluminium pur ;
    - un alliage fer niobium à 66 % de niobium ;
    - du carbone pur…

## 4.2.3- Nuances visées

A partir des conclusions du chapitre concernant la caractérisation des nuances existantes, deux pistes s'offrent à nous. La première est de modifier la composition chimique du VA61 afin d'augmenter sa ductilité, tout en conservant ses bonnes propriétés d'emploi. La deuxième est de modifier la composition chimique du SF286 afin d'améliorer ses propriétés mécaniques finales, tout en conservant sa bonne ductilité à froid.

Pour la modification du VA61 (cf. Tableau 4.1), nous allons :

- diminuer les teneurs des éléments qui tendent à raidir la matrice (chrome, manganèse, carbone, azote) tout en restant dans la fourchette de la norme de cet alliage ;
- incorporer du cuivre, en s'inspirant des travaux de Ueta et al. [$UET_1$, $UET_2$] sur les superalliages base fer.

Pour la modification du SF 286, nous nous sommes encore une fois inspirés des travaux de Ueta et al. en testant deux alliages (cf. Tableau 4.2) :

- un alliage dopé à l'aluminium et au niobium ;
- un alliage dopé à l'aluminium, au niobium et au cuivre.

Pour pouvoir découpler l'influence du mode d'élaboration et de transformation de l'alliage, nous avons également obtenu les alliages de référence par la même voie.

| | C | Si | Mn | Cr | Ni | N | Cu | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| VA61 | 0.54 | 0.20 | 9.0 | 21.0 | 4.0 | 0.45 | - | bal |
| VA61 « bas de fourchette » | 0.50 | 0.20 | 8.0 | 20.0 | 5.0 | 0.42 | - | bal |
| VA61 + Cu | 0.54 | 0.20 | 9.0 | 21.0 | 4.0 | 0.45 | 2.0 | bal |

**Tableau 4.1 : Compositions chimiques visées pour les nuances dérivées du VA61**

| | C | Ti | Si | Mn | Cr | Ni | Mo | V | Al | Nb | Cu | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| SF286 | 0.03 | 2.2 | 0.50 | 1.5 | 15.0 | 26.0 | 1.3 | 0.30 | 1.45 | 0.55 | - | bal |
| SF286 + Al, Nb | 0.03 | 2.2 | 0.50 | 1.5 | 15.0 | 26.0 | 1.3 | 0.30 | 1.45 | 0.55 | - | bal |
| SF286 + Al, Nb, Cu | 0.03 | 2.2 | 0.50 | 1.5 | 15.0 | 26.0 | 1.3 | 0.30 | 1.45 | 0.55 | 2.0 | bal |

**Tableau 4.2 : Compositions chimiques visées pour les nuances dérivées du SF286**

## 4.2.4- Fusion et coulée des lingots

Une fois la composition chimique visée fixée, des calculs de proportionnalité nous permettent de déterminer la charge.

La fusion est effectuée sous un balayage d'argon pour limiter l'oxydation du bain. La coulée s'effectue dans une lingotière démontable en acier doux. On équipe la lingotière de deux tôles également en acier doux : une tôle de chemisage d'épaisseur 1 mm et une tôle de fond d'épaisseur 5 mm. Ceci permet de limiter le phénomène d'adhérence du lingot sur les parois de la lingotière. La lingotière est préchauffée dans un four annexe à 200 °C pour éliminer toute trace d'humidité.



**Figure 4.2 : Equipements de sécurité**

Les opérateurs sont équipés de vêtements et d'accessoires de sécurité : tablier, guêtres et gants isolants, casque avec visière anti-projection, et lunettes de sécurité anti-rayonnement type lunettes de soudure.

Au début de l'opération, le creuset est chargé des matières premières préalablement dégraissées, séchées et pesées. La fusion nécessite un chauffage de 2 heures environ. Lorsque la température de coulée est atteinte, la lingotière est placée sous le bec verseur du creuset basculant et l'opérateur actionne le mécanisme.



**Figure 4.3 : Vue de la coulée**

Le temps de refroidissement est de 4 à 5 heures. Le lingot obtenu n'est pas exempt de défauts. Il existe deux types de défauts :

- les défauts internes type retassure ou porosités ;
- les défauts de surface dus à la fusion superficielle de la tôle de chemisage et de la tôle de fond, et à l'oxydation.

Ces défauts sont éliminés par usinage sur un tour.



**Figure 4.4 : Examen macroscopique du lingot**



**Figure 4.5 : Vue du lopin après usinage**

## 4.2.5- Transformation à chaud

Au laboratoire de Cogne, on effectue tout d'abord une analyse chimique par spectrophotométrie puis un contrôle des défauts éventuels par ultrasons.

Le lingot est tout d'abord réchauffé par passages successifs à différents paliers jusqu'à la température de forge :

- 1250 °C pour les nuances dérivées du VA61 ;
- 980 °C pour les nuances dérivées du SF 286.

Le lingot est ensuite pétri à l'aide d'une presse de 200 tonnes spécialement dédiée à ce type d'opérations, dans le but de détruire la structure dendritique issue de la solidification et d'obtenir une structure recristallisée à grains fins. Le lingot est refroidi en fin de forgeage.



**Figure 4.6 : Vue du forgeage du lingot**

Enfin, pour obtenir une structure adéquate, le lingot est réchauffé à la température d'austénitisation (1180 °C pour les nuances dérivées du VA61, 1060 °C pour les nuances dérivées du SF286) puis trempé à l'eau.

# 4.3- Résultats

## 4.3.1- Composition chimique

Les lingots de nuances dérivées du VA61 ont été assez difficiles à obtenir. Le bain de fusion très réactif a eu tendance à dissoudre de manière importante le creuset. Ce phénomène a conduit à une pollution du bain de fusion et à une modification non désirée de la composition chimique de la nuance. Pour remédier à cela, nous avons remplacé les creusets de fusion en silice graphitée par des creusets de fusion en alumine plus résistante à ce type de bain.

Les résultats de l'analyse chimique par spectrophotométrie des lingots de nuances dérivées du VA61 sont donnés ci-après (Tableau 4.3).

| | | C | Si | Mn | Cr | Ni | N | Cu | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| VA61 | visée | 0.54 | 0.20 | 9.0 | 21.0 | 4.0 | 0.45 | - | bal |
| | mesurée | 0.49 | 0.25 | 8.1 | 21.0 | 3.7 | 0.39 | - | bal |
| VA61 « bas de fourchette » | visée | 0.50 | 0.20 | 8.0 | 20.0 | 5.0 | 0.42 | - | bal |
| | mesurée | 0.46 | 0.21 | 7.7 | 19.6 | 3.7 | 0.38 | - | bal |
| VA61 + Cu | visée | 0.54 | 0.20 | 9.0 | 21.0 | 4.0 | 0.45 | 2.0 | bal |
| | mesurée | 0.49 | 0.25 | 8.0 | 21.2 | 3.7 | 0.40 | 1.9 | bal |

**Tableau 4.3 : Compositions chimiques mesurées pour les nuances dérivées du VA61**

Les résultats de l'analyse chimique par spectrophotométrie des lingots de nuances dérivées du SF286 sont donnés ci-après (cf. Tableau 4.4).

| | | C | Ti | Si | Mn | Cr | Ni | Mo | V | Al | Nb | Cu | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| SF286 | visée | 0.03 | 2.2 | 0.50 | 1.5 | 15.0 | 26.0 | 1.3 | 0.30 | 1.45 | 0.55 | - | bal |
| | mesurée | 0.09 | 1.9 | 0.60 | 1.4 | 14.8 | 25.6 | 1.2 | 0.20 | - | - | - | bal |
| SF286 + Al, Nb | visée | 0.03 | 2.2 | 0.50 | 1.5 | 15.0 | 26.0 | 1.3 | 0.30 | 1.45 | 0.55 | - | bal |
| | mesurée | 0.06 | 2.0 | 0.60 | 1.3 | 13.5 | 23.8 | 1.1 | 0.20 | 1.30 | 0.60 | - | bal |
| SF286 + Al, Nb, Cu | visée | 0.03 | 2.2 | 0.50 | 1.5 | 15.0 | 26.0 | 1.3 | 0.30 | 1.45 | 0.55 | 2.0 | bal |
| | mesurée | 0.05 | 2.0 | 0.60 | 1.3 | 13.7 | 23.8 | 1.1 | 0.20 | 1.30 | 0.60 | 2.0 | bal |

**Tableau 4.4 : Compositions chimiques mesurées pour les nuances dérivées du SF286**

On note sur ces résultats un enrichissement en carbone de l'ensemble des nuances dérivées du SF286. Ceci peut s'expliquer par la présence de carbone dans le creuset de fusion. Certains éléments apparaissent volatils comme le chrome, le titane ou l'aluminium, et leur teneur a tendance à baisser.

## 4.3.2- Essais de compression

Les essais sont effectués sur des pions prélevés à mi-rayon dans le sens long du lingot forgé. Les pions ont une hauteur de 9 mm et un diamètre de 6mm. Les plateaux de compression sont rectifiés. La vitesse de traverse est fixée à 5 $mm.s^{-1}$. Les déformations et les contraintes sont obtenues via les formules :

$$e = \frac{\Delta h}{h_0} \qquad \varepsilon = -\ln(1+e) \qquad \sigma = \frac{F(1+e)}{S_0}$$

La ductilité des nuances dérivées du VA61 et fabriquées en laboratoire (Figure 4.7) est comparable à celle du VA61 commercialisé par Cogne. Elle reste assez faible et, en tout cas, bien éloignée de la ductilité à froid suffisante pour la mise en forme de la soupape.

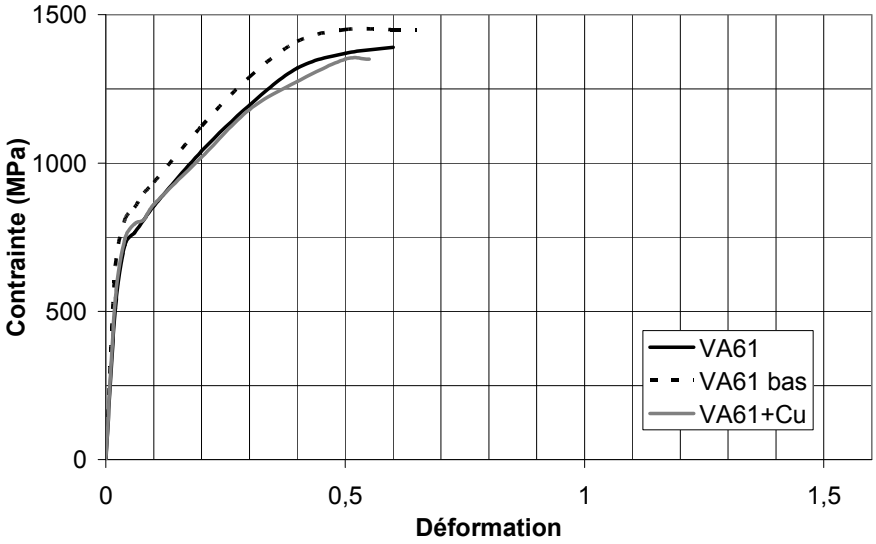



**Figure 4.7 : Résultats des essais de compression des nuances dérivées du VA61**

Comme pour les échantillons testés sur la nuance de SF286 commerciale, on n'observe pas de fissure apparente sur les échantillons des nuances dérivées du SF286. La ductilité à froid de ces nuances fabriquées en laboratoire (Figure 4.8) est donc comparable, aux niveaux maximaux testés. L'incorporation des éléments aluminium et niobium conduit à une légère augmentation de la contrainte à déformation donnée. L'ajout de cuivre, que Ueta et al. ont décrit comme élément améliorant la ductilité, n'a pas d'influence visible.

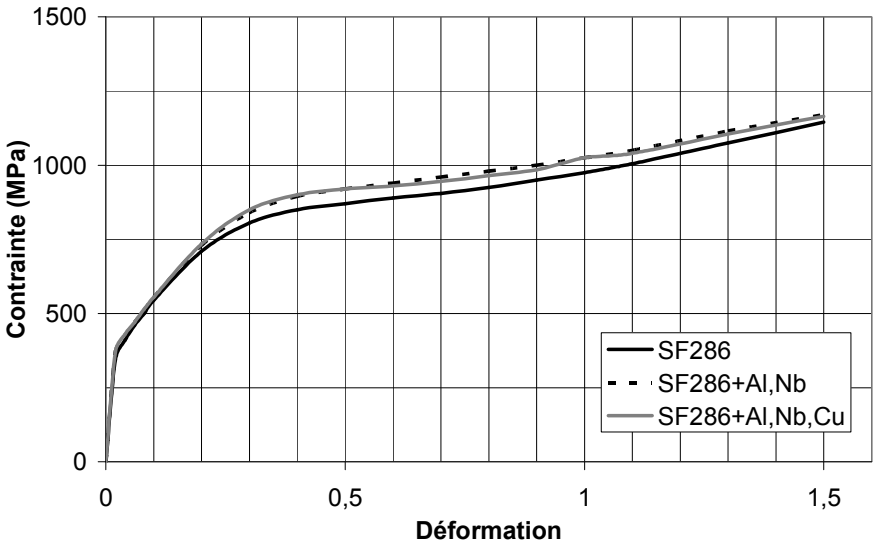



**Figure 4.8 : Courbes de compression à température ambiante des trois nuances**

## 4.3.3- Microstructure

Nous observons une structure recristallisée grossière avec une taille de grains de l'ordre de 4-5 selon la norme ASTM pour la nuance VA61 et pour la nuance VA61 bas, et de l'ordre de 3 pour la nuance VA61 dopée au cuivre (Figure 4.9).

Le même commentaire peut être fait sur les structures des nuances dérivées du SF286, avec une taille de grains de l'ordre de 3-4 selon la norme ASTM pour la nuance SF286, de l'ordre de 2-3 pour la nuance SF286 dopée à l'aluminium et au niobium, et de l'ordre de 4-5 pour la nuance SF286 dopée à l'aluminium, au niobium et au cuivre (Figure 4.9).

La cause la plus probable de cette structure grossière est bien sûr la technique de transformation à chaud bien éloignée en terme de rapidité et de maîtrise du laminage industriel pratiqué en série. Les conclusions qu'apporteront les différents essais qui suivent resteront donc à valider sur une coulée test industrielle.

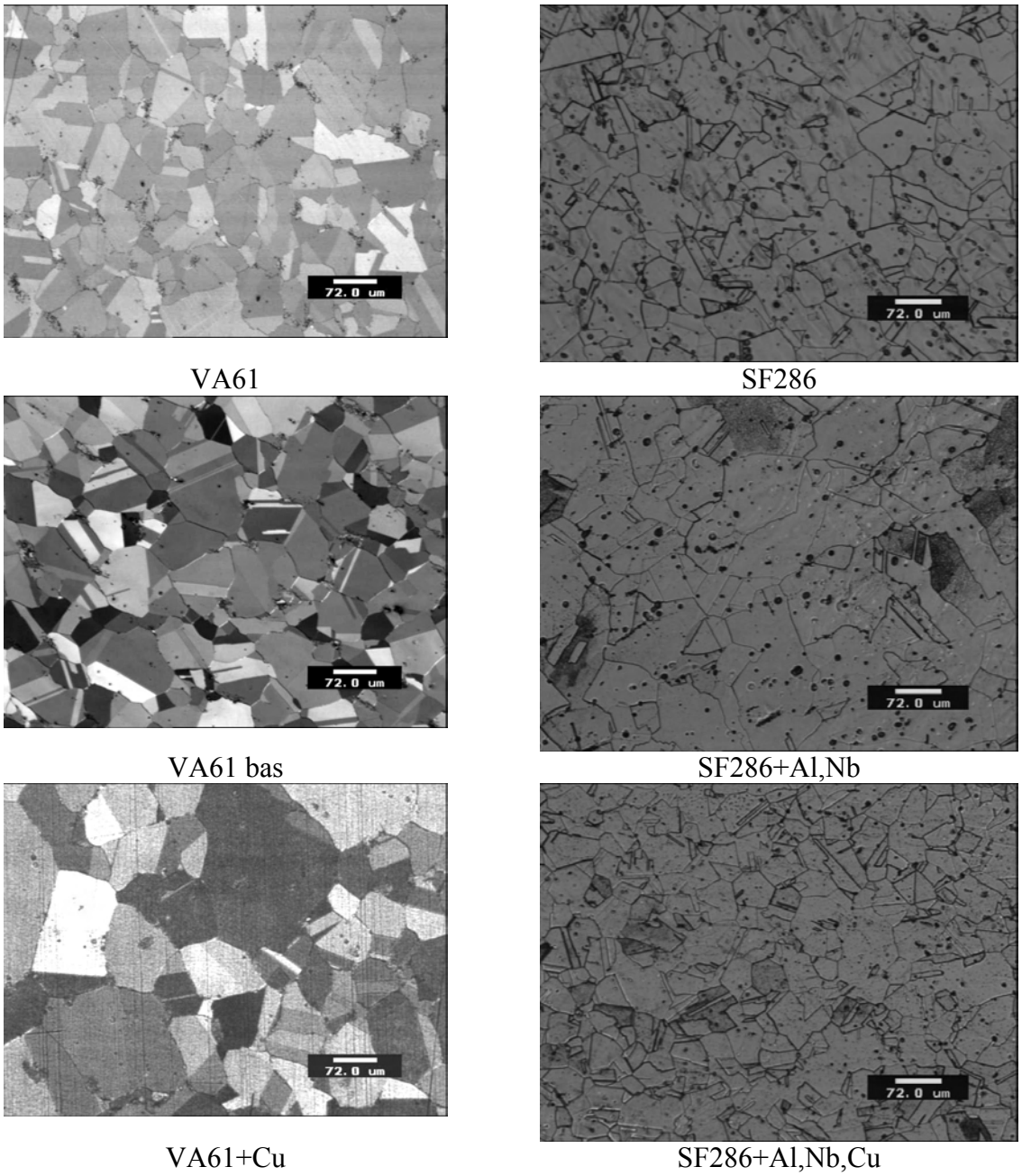



**Figure 4.9 : Microstructure des différents échantillons**

## 4.3.4- Caractérisation des propriétés en service

La capacité limitée du dispositif de fusion ainsi que la difficulté d'obtenir une coulée exempte de défauts macroscopiques nous imposent des échantillons de taille limitée. Les échantillons en notre possession sont des pions de compression de diamètre 6 mm et de hauteur 9 mm. Nous nous sommes employés à comparer les caractéristiques mécaniques en service à l'aide de mesures de dureté.

En outre, au vu des résultats de ductilité, nous nous concentrons sur les échantillons des nuances dérivées du SF286.

4.3.4.1- Influence du procédé de mise en forme à froid

Nous nous sommes, dans un premier temps, intéressés à l'influence de la déformation à froid sur la dureté du matériau. Nous allons étudier 4 états pour chacune des nuances :

- un état *initial* : mise en solution à 1060 °C et trempe à l'eau ;
- un état *déformé* : mise en solution à 1060 °C, trempe à l'eau, et déformation à froid par compression (80 % de réduction en hauteur) ;
- un état *revenu* : mise en solution à 1060 °C, trempe à l'eau, et revenu d'une heure à 750 °C ;
- un état *déformé et revenu* : mise en solution à 1060 °C, trempe à l'eau, déformation à froid par compression (80 % de réduction en hauteur), et revenu d'une heure à 750 °C.

La dureté est mesurée sur chaque pion sur une coupe équatoriale. Les résultats, présentés en Figure 4.11 à Figure 4.14, donnent l'évolution de la dureté en fonction de la position radiale de la mesure en allant du centre vers la périphérie du pion (cf. Figure 4.10).



**Figure 4.10 : Schématisation de la surface de mesure**

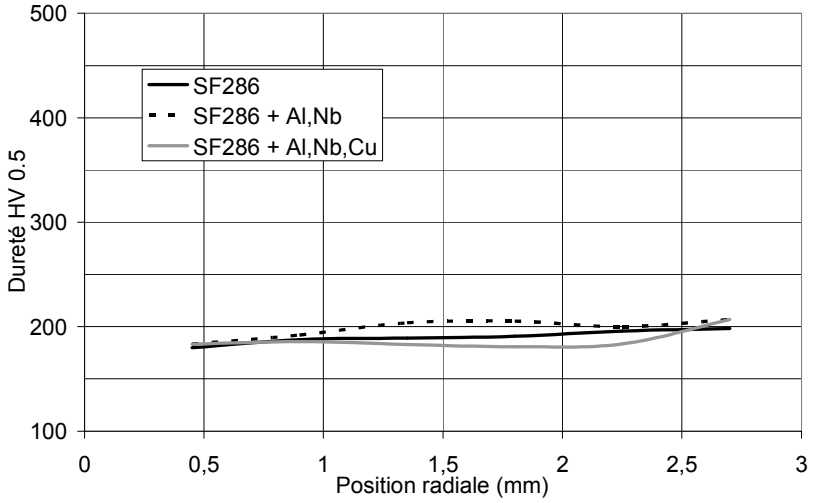



**Figure 4.11 : Evolution de la dureté sur les états initiaux**

La dureté à l'état initial est de l'ordre de 180-210 HV pour toutes les nuances (Figure 4.11). On observe une légère augmentation de la dureté à proximité de la surface. On ne note pas de décarburation superficielle éventuelle lors de la mise en solution car celle-ci a été préalable à l'usinage du pion.

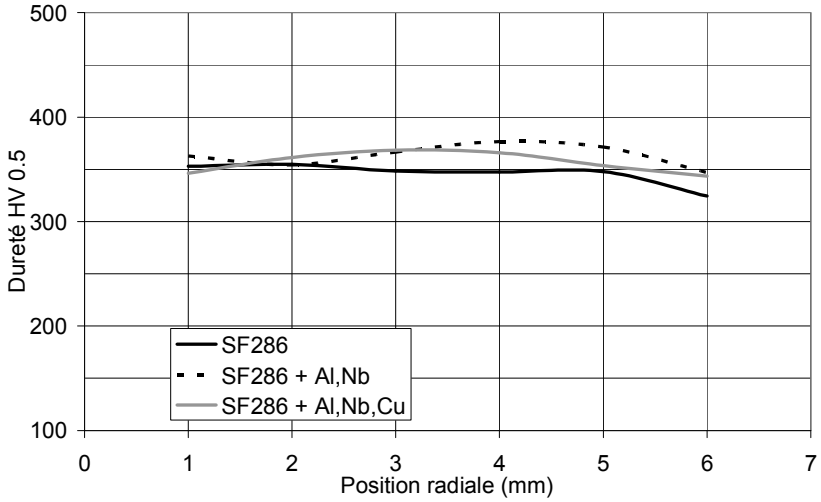



**Figure 4.12 : Evolution de la dureté sur les états comprimés**

Sur les états comprimés (Figure 4.12), la déformation permet d'atteindre une dureté de l'ordre de 350-380 HV, soit une augmentation de 170 HV environ par rapport à l'état initial, pour toutes les nuances. On observe cependant une légère chute de la dureté à proximité de la surface reliée à la cartographie de déformation lors de la compression d'un pion cylindrique, autrement appelée croix du forgeron. Cette zone correspond en effet à une zone peu déformée.

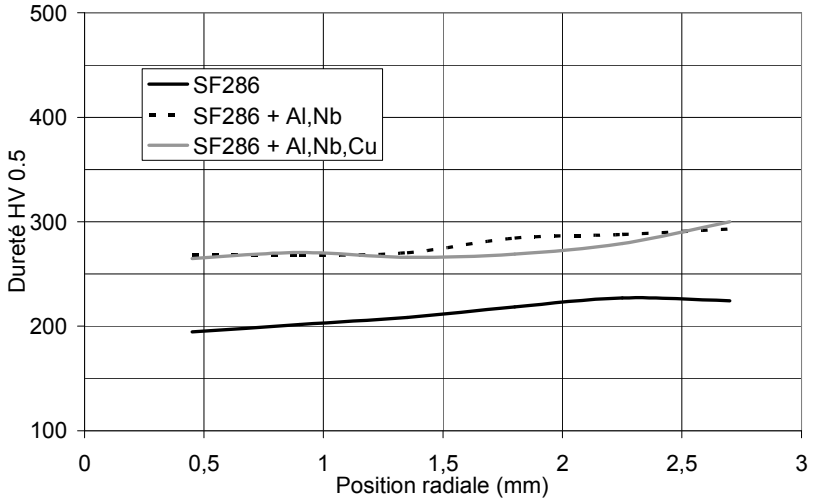



**Figure 4.13 : Evolution de la dureté sur les états revenus**

Sur les états non déformés mais revenus (Figure 4.13), le traitement thermique permet d'atteindre une dureté de l'ordre de 190-230 HV pour le SF286, soit une augmentation limitée à 10-20 HV par rapport à l'état initial, et une dureté de l'ordre de 270-300 HV pour les deux autres nuances, soit une augmentation de 90 HV par rapport à l'état initial. On observe une légère remontée de la dureté à proximité de la surface.

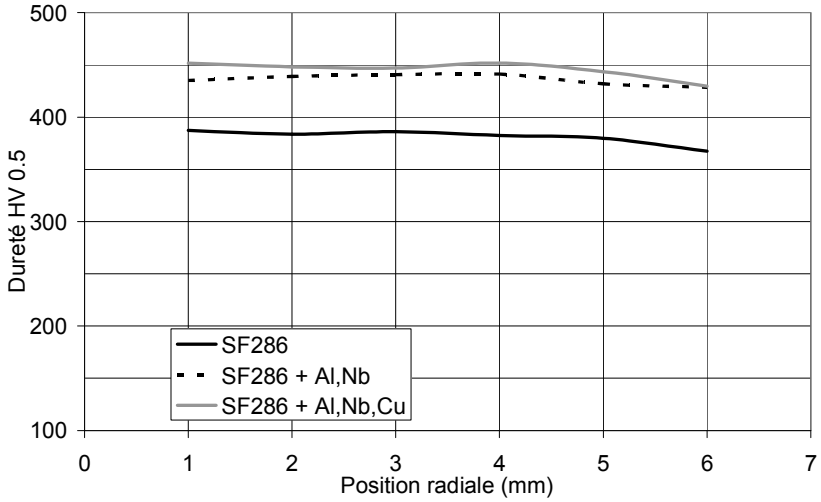



**Figure 4.14 : Evolution de la dureté sur les états déformés et revenus**

Sur les états où l'on combine à la fois une déformation à froid et un revenu (Figure 4.14), la dureté atteint des valeurs de l'ordre de 370-390 HV pour le SF286, soit une augmentation cumulée de 180-190 HV par rapport à l'état initial, et de l'ordre de 430-450 HV pour les deux autres nuances, soit une augmentation de 240-250 HV par rapport à l'état initial. On observe toujours une légère chute de la dureté à proximité de la surface reliée à la zone superficielle peu déformée.

Ces résultats mettent bien en évidence l'influence positive de la mise en forme à froid de la soupape et du traitement thermique de revenu qui assure la précipitation des phases durcissantes. Ils mettent également en évidence l'influence bénéfique de l'ajout d'aluminium et de niobium sur les propriétés mécaniques des nuances dérivées du SF286. Cette influence se chiffre par un gain de 70-80 HV sur un état revenu et de 60 HV sur un état déformé et revenu.

Ces résultats ne mettent pas en évidence d'influence du cuivre, que Ueta et al. ont décrit comme élément améliorant la ductilité.

### 4.3.4.2- Influence des paramètres du traitement thermique de revenu

Pour compléter ces premiers résultats, nous nous sommes intéressés à l'influence de deux paramètres majeurs du traitement thermique de revenu : le temps et la température.

Pour cela, nous nous sommes concentrés sur le SF286 dopé à l'aluminium et au niobium.

Nous avons effectué des revenus à différentes températures et à différents temps de maintien. Les résultats seront présentés sous deux formes :

- influence de la température de revenu pour des traitements d'une heure ;
- influence du temps de maintien (de 1 heure à 100 heures) pour des températures de traitement de 700, 725, 750, 775 et 800 °C.

L'ensemble de ces essais a été réalisé sur des états déformés tels que définis dans le paragraphe 4.3.4.1.

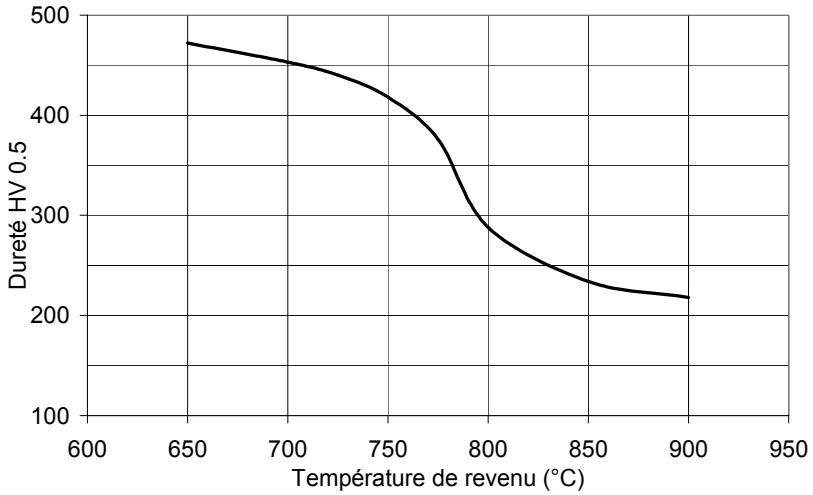



**Figure 4.15 : Evolution de la dureté en fonction de la température de revenu (durée 1h)**

La courbe de la Figure 4.15 met en évidence une forte chute de la dureté lorsque la température de revenu s'élève à plus de 750 °C. Aujourd'hui, la température préconisée pour le traitement thermique de revenu de ce type d'alliage est de 750 °C. De plus, la température de travail n'est pas censée dépasser cette valeur. Ces résultats sont donc en accord avec nos attentes.

Les courbes des Figure 4.16 à Figure 4.20) montrent une chute de la dureté avec le temps de maintien. Il est important de noter que l'échelle de temps est logarithmique. Pour un temps de maintien de 100 heures, on observe ainsi des niveaux de dureté de l'ordre de :

- 380-420 pour un revenu à 700 °C ;
- 350-380 pour un revenu à 725 °C ;
- 320-340 pour un revenu à 750 °C ;
- 250-280 pour un revenu à 775 °C ;
- et 230-240 pour un revenu à 800°C.

Au bilan, on note que la dureté diminue de 20 à 50 HV par décade.

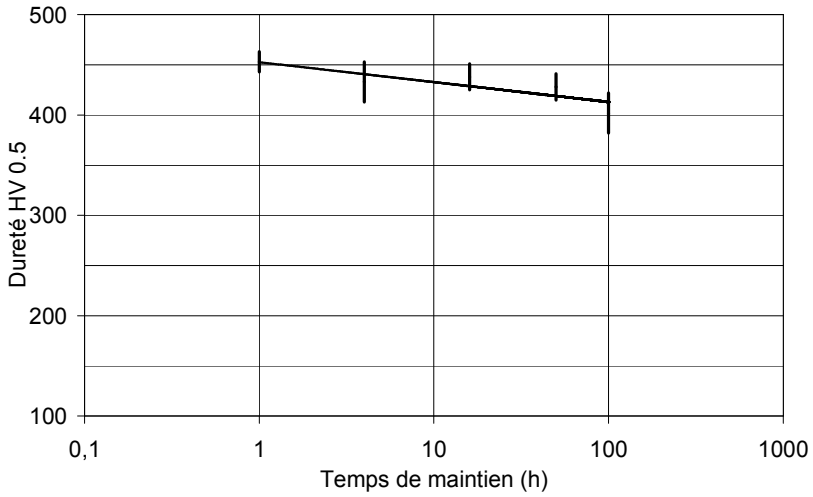



**Figure 4.16 : Evolution de la dureté en fonction du temps de maintien (température 700 °C)**

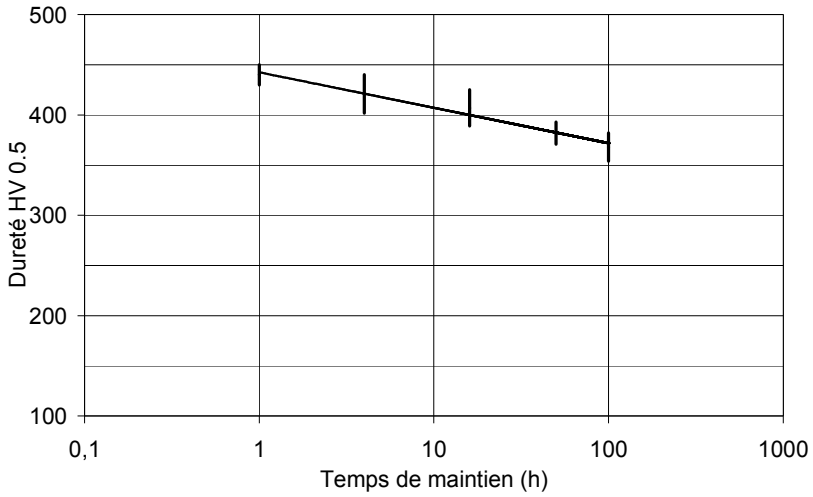



**Figure 4.17 : Evolution de la dureté en fonction du temps de maintien (température 725 °C)**

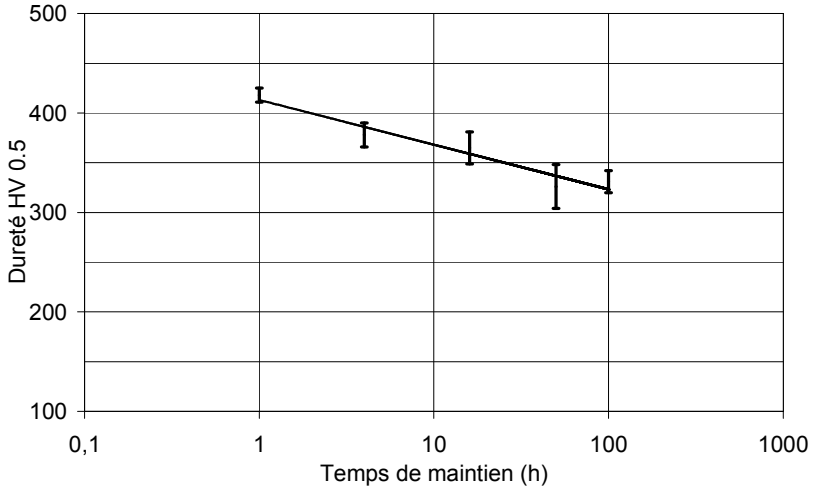



**Figure 4.18 : Evolution de la dureté en fonction du temps de maintien (température 750 °C)**

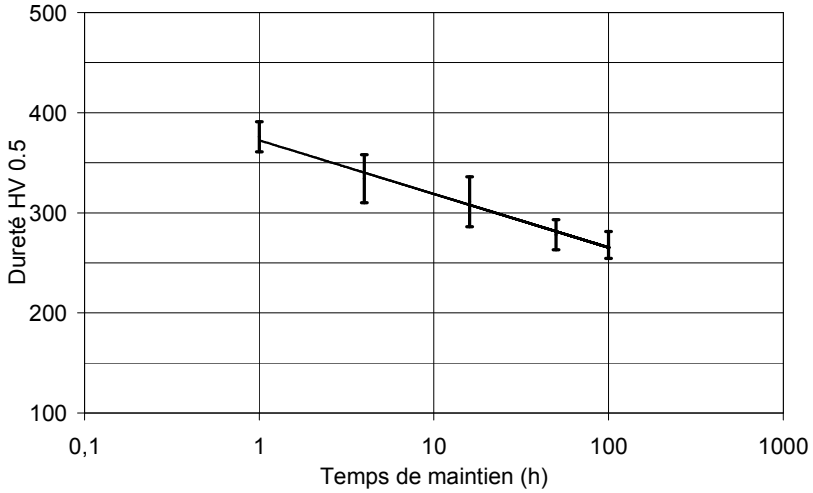



**Figure 4.19 : Evolution de la dureté en fonction du temps de maintien (température 775 °C)**

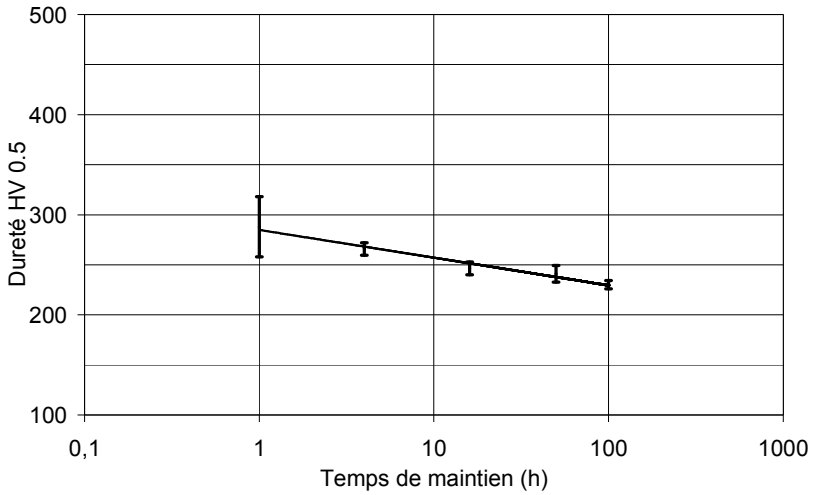



**Figure 4.20 : Evolution de la dureté en fonction du temps de maintien (température 800 °C)**

## 4.4- Conclusion - Perspectives

Ces essais ne se suffisent pas à eux-mêmes et devraient être validés par une coulée industrielle. Cogne a plusieurs fois envisagé cette option mais la perspective de risquer une coulée de 80 tonnes a souvent modéré ses ardeurs.

Deux solutions de contournement ont été envisagées :

- l'incorporation des éléments dans la lingotière sous forme de petits paquets de poudre dispersés le long du lingot ; cette solution a été testée mais n'a pas donné satisfaction, les éléments incorporés, très volatils, ayant disparu ;
- l'incorporation des éléments lors de la refusion ESR à travers le laitier ; cette solution n'a pas été retenue pour les mêmes raisons qui ont fait échouer la première.

Une fois cette coulée et la transformation en barres réalisées, on pourrait compléter et valider la piste mise en avant grâce à :

- la caractérisation fine de la rhéologie de la nouvelle nuance via des essais de torsion ;
- la mesure de ductilité sur la base d'essais de compression dans un premier temps ;
- des essais de mise en forme à froid de soupapes in-situ ;
- la caractérisation des propriétés mécaniques en service : dureté à chaud, fatigue…
- la caractérisation de la résistance à la corrosion à chaud…

# 5- Mise en forme à froid des soupapes

**5 - MISE EN FORME A FROID DES SOUPAPES ..... 87**

5.1 - INTRODUCTION ..... 88
5.2 - MISE EN FORME A FROID DE L'ACIER ..... 88
*5.2.1 - Procédé de forgeage à froid de l'acier [$BOS_1$, $BOS_2$] ..... 88*
*5.2.2 - Choix de l'acier ..... 89*
*5.2.3 - Opérations élémentaires [$BOS_1$] ..... 90*
*5.2.4 - Endommagement en mise en forme ..... 91*
5.3 - CHOIX D'UNE GAMME DE FABRICATION ..... 96
*5.3.1 - Plan pièce ..... 96*
*5.3.2 - Gamme de fabrication ..... 96*
5.4 - UTILISATION DE LA SIMULATION NUMERIQUE ..... 97
*5.4.1 - Introduction ..... 97*
*5.4.2 - Détermination des valeurs critiques des variables d'endommagement ..... 97*
*5.4.3 - Simulation numérique de la mise en forme de la soupape ..... 105*
*5.4.4 - Simulation microscopique de l'endommagement ..... 115*
5.5 - ESSAI DE MISE EN FORME A FROID DE SOUPAPE ..... 118
5.6 - BIBLIOGRAPHIE ..... 125

# 5.1- Introduction

La mise au point d'une gamme de fabrication a longtemps été une science empirique, une affaire de spécialistes qui s'appuyaient sur une longue expérience. En effet, plusieurs paramètres sont à prendre en considération tels que, dans le cas de la fabrication des soupapes :

- la géométrie du lopin ;
- la géométrie des différents outils (gamme) ;
- la lubrification…

Pour de nouvelles pièces, cette façon de faire peut amener à un certain nombre d'essais, souvent coûteux, qui permettent de déterminer le meilleur compromis. Les essais sur site sont, en effet, difficiles à mettre en œuvre. Outre les changements des réglages de la machine, il faut fabriquer de nouveaux outils ou modifier les outils existants, faire varier la géométrie des pièces… Ces essais correspondent donc la plupart du temps à des pertes importantes de productivité. Pour pallier cela, ont été développées des méthodes de simulation, tout d'abord via des matériaux modèles comme la plasticine, puis plus récemment via des méthodes de calcul numérique.

Le logiciel Forge2 (et ses différentes versions), développé au Centre de Mise en Forme des Matériaux et commercialisé par Transvalor permet de réaliser la simulation numérique en deux dimensions du forgeage à chaud, à mi-chaud et à froid de pièces axisymétriques, telles que les cylindres, les anneaux ou encore les soupapes, et de pièces longues dont l'étude peut se limiter à une section représentative (déformations planes).

# 5.2- Mise en forme à froid de l'acier

## 5.2.1- Procédé de forgeage à froid de l'acier [$BOS_1$, $BOS_2$]

La mise en forme par forgeage consiste à faire s'écouler le métal dans une ou plusieurs directions à l'aide d'un outillage. On distingue les procédés de forgeage selon la température :

- $T < 0{,}5\ T_f$, le forgeage est dit à froid ;
- $0{,}5\ T_f < T < 0{,}7\ T_f$, le forgeage est dit à mi-chaud ;
- $T > 0{,}7\ T_f$, le forgeage est dit à chaud.

En considérant un acier présentant une température de fusion de 1530 °C soit environ 1800 K, on a une classification qui devient :

- $T < 900$ K (soit 630 °C), le forgeage est dit à froid ;
- $900\ K < T < 1260$ K (soit 990 °C), le forgeage est dit à mi-chaud ;
- $T > 1260$ K, le forgeage est dit à chaud.

Dans le cas du forgeage à froid des aciers, les pressions sur les outillages, directement reliées à la consistance du matériau, peuvent atteindre des valeurs importantes, de l'ordre de 2 à 3 GPa. De ce fait, les pièces forgées à froid présentent en général au moins deux plans de symétrie dont l'intersection constitue l'axe de forgeage. Dans le cas contraire, la dissymétrie des efforts sur l'outillage conduirait à la ruine de celui-ci au bout de quelques pièces seulement.

La formabilité du métal est également un facteur limitant. On cherchera à l'optimiser par des traitements thermomécaniques adaptés. L'opération de forgeage à froid est ainsi le plus souvent précédée d'un traitement thermique de recuit d'adoucissement plus ou moins poussé.

La matière première se présente en général sous forme de barres ou couronnes. Les lopins sont débités par sciage ou par cisaillage. Une opération de sciage peut prendre environ 20 secondes pour des diamètres de l'ordre de 15 mm contre moins d'une seconde pour une opération de cisaillage. Le lopin cisaillé présentera par contre une géométrie moins précise du fait de la déformation inhérente au procédé de cisaillage, et nécessitera donc une opération de conformage en amont du procédé de forge pour maîtriser sa géométrie.

Les lopins subissent un traitement de surface visant à déposer un film solide de lubrifiant. On utilise la phosphatation pour les aciers au carbone ou faiblement alliés. La résistance chimique des aciers spéciaux les rend insensibles à ce type de traitement. A défaut, on peut utiliser un autre procédé : l'oxalation.

L'oxalation se décompose en trois phases :
- le décalaminage par grenaillage et/ou décapage chimique ;
- un décapage acide (couramment un décapage nitrofluorhydrique à 50 °C) ;
- l'oxalation par immersion.

La réaction chimique d'oxalation peut être résumée de la façon suivante :

$$Fe + 2\ H^{+} \rightarrow Fe^{++} + H_2$$
$$Fe^{++} + (COO)_2^{--} \rightarrow [Fe(COO)_2]$$

L'oxalate ferreux forme une couche poreuse de couleur jaune-vert à gris-vert. La couche doit être séchée à 100-120 degrés pour éviter sa décomposition. La masse des couches déposées est de l'ordre de 10 à 20 grammes par mètre carré.

## 5.2.2- Choix de l'acier

Le choix de l'acier est un compromis entre les besoins du client final et les limites du procédé de forgeage à froid. Du point de vue du client, l'acier présentera un excellent rapport entre caractéristiques mécaniques, résistance à la corrosion… et tout ceci au meilleur prix bien entendu.

Du point de vue du forgeron, l'acier devra présenter une formabilité optimale. Une consistance faible permettra de limiter les efforts de forgeage et ainsi la puissance des presses et la sollicitation des outillages. Une ductilité importante permettra de réduire les risques de rupture de la pièce lors de sa fabrication. Dans cette optique, on recherchera une structure adoucie présentant une précipitation limitée ou maîtrisée sous forme de particules à géométrie sphérique.

## 5.2.3- Opérations élémentaires [$BOS_1$]

Une opération d'extrusion peut être décomposée en une association d'une ou de plusieurs opérations simples. Les principales opérations d'extrusion sont rassemblées ci-après (Figure 5.1). Ainsi, la mise en forme d'une soupape peut se décomposer en une opération de filage pour former la tige, et une ou plusieurs opérations d'écrasement adaptées pour former la tête.

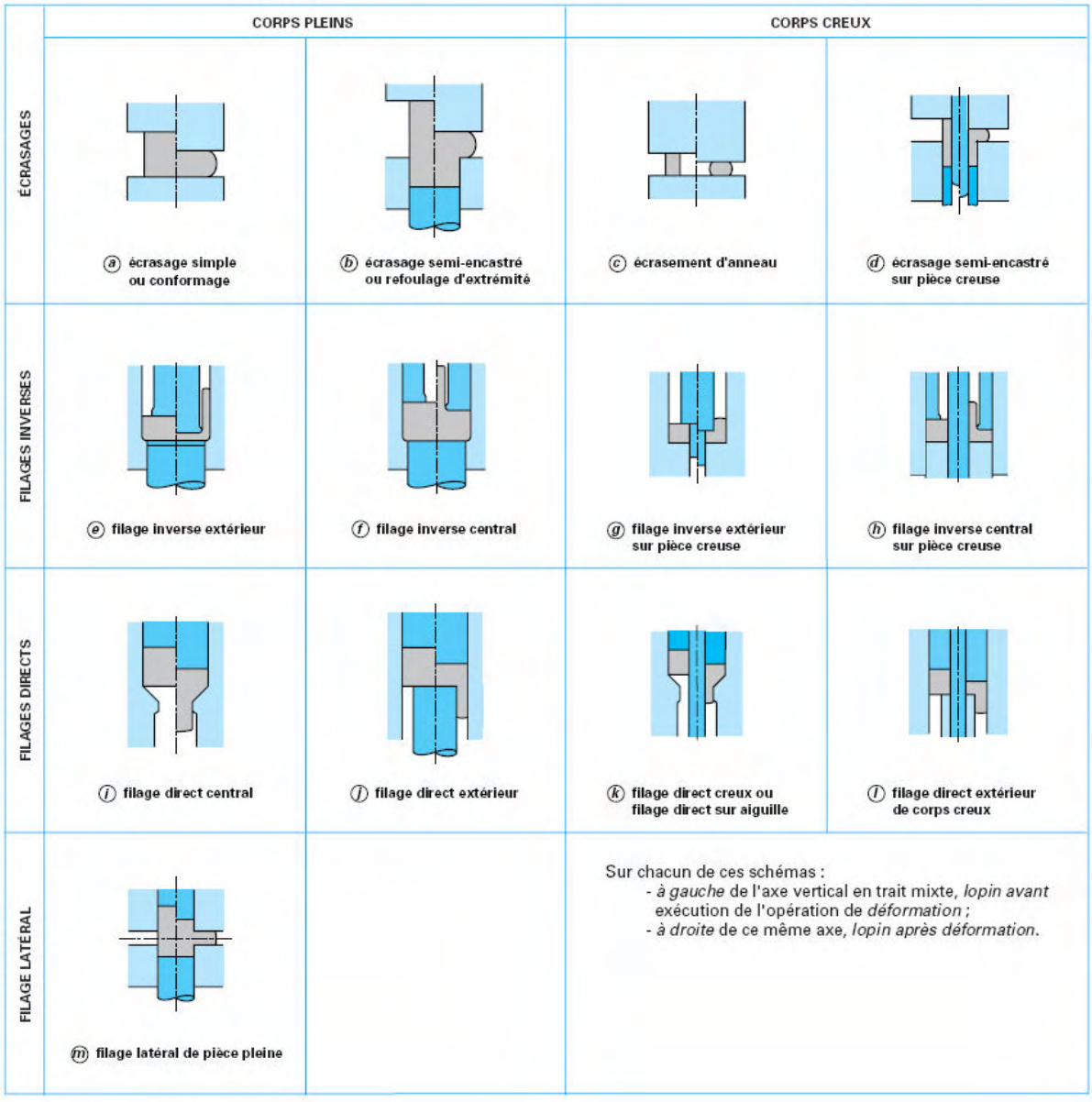



**Figure 5.1 : Principales opérations d'extrusion [$BOS_1$]**

## 5.2.4- Endommagement en mise en forme

Comme nous l'avons précisé au paragraphe 5.2.1, la capacité de l'acier à se déformer est un facteur essentiel dans le procédé de mise en forme à froid. Ceci nous amène à évoquer les notions d'endommagement.

### 5.2.4.1- Notions d'endommagement [MON]

L'endommagement consiste en l'apparition de microcavités qui croissent et finissent par coalescer, ce qui amène à la rupture ductile du matériau. Les microcavités se développent autour d'un défaut de la structure du matériau : une particule non métallique ou un précipité par exemple.

Les risques d'apparition et de croissance de ces microcavités sont d'autant plus grands que l'état local des contraintes, caractérisé par la triaxialité ζ, est plus dépressif. On définit la triaxialité ζ comme le rapport entre la pression hydrostatique et la contrainte d'écoulement de Von Mises (Equation 5.1). Plus l'état est dépressif, c'est-à-dire plus la pression est négative, plus la triaxialité est grande.

$$\zeta = \frac{-p}{\sigma_0} \qquad \textbf{Equation 5.1}$$

Plusieurs types d'observations et de mesures permettent de déterminer l'endommagement des matériaux. On peut citer :

- l'observation des surfaces d'éprouvettes déformées ;
- l'observation de coupes polies d'éprouvettes déformées ;
- l'examen des faciès de rupture ;
- l'utilisation de mesures indirectes telles que les mesures de densité ou les mesures de module d'Young.

L'endommagement dépend du matériau (état métallurgique, présence de défauts…) et des conditions thermomécaniques de la mise en forme.

### 5.2.4.2- Essais de caractérisation [MON]

Les essais mécaniques classiques comme l'essai de traction, l'essai de compression ou l'essai de torsion, tous trois décrits au chapitre 3 permettent de se faire une idée de la ductilité des matériaux.

On peut rappeler que l'essai de traction permet d'identifier trois critères : l'allongement à rupture (Equation 5.2), la striction (Equation 5.3) et la déformation à rupture (Equation 5.4).

$$e = \frac{L - L_0}{L_0} \qquad \textbf{Equation 5.2}$$

$$Z = \frac{S_0 - S}{S_0} \qquad \textbf{Equation 5.3}$$

$$\overline{\varepsilon_R} = \ln\left(\frac{S_0}{S}\right) = -\ln(1 - Z) \qquad \textbf{Equation 5.4}$$

L'essai de compression permet de déterminer la réduction de hauteur critique (Equation 5.5) et la déformation moyenne à rupture (Equation 5.6). L'essai de torsion permet de déterminer le nombre de tours et la déformation à rupture mesurée en périphérie (Equation 5.7).

$$r = \frac{h_0 - h}{h_0} \qquad \textbf{Equation 5.5}$$

$$\overline{\varepsilon_R} = \ln\frac{h}{h_0} = -\ln(1 - r) \qquad \textbf{Equation 5.6}$$

$$\overline{\varepsilon_R} = \frac{2\pi N_R R}{\sqrt{3}L} \qquad \textbf{Equation 5.7}$$

5.2.4.3- Critères d'endommagement [MON][BOU][MAS]

Plusieurs modèles d'endommagement ont été élaborés.

**Modèles basés sur une analyse macroscopique**

Dans un premier temps, nous nous intéresserons plus particulièrement aux modèles fondés sur une analyse macroscopique. La définition de critères de rupture ductile est alors basée sur la détermination d'une valeur critique constante supposée indépendante du chemin suivi. Le critère de rupture fait intervenir l'état de contrainte et l'intègre sur le chemin de déformation sous la forme :

$$\int_0^{\varepsilon} f(\sigma_{ij})\, d\bar{\varepsilon} = C \qquad \text{avec} \quad \begin{array}{ll} C & \text{Valeur du critère} \\ \sigma_{ij} & \text{Tenseur des contraintes} \\ \bar{\varepsilon} & \text{Déformation équivalente} \end{array} \qquad \textbf{Equation 5.8}$$

Le critère de Latham et Cockroft (1966) prend en considération la contrainte principale maximale et l'intègre sur le chemin de déformation (Equation 5.9). Ce modèle est basé sur l'hypothèse que seules les contraintes de traction provoquent l'endommagement.

$$C = C_0 + \int_0^{\varepsilon} \Sigma\, d\bar{\varepsilon} \qquad \Sigma = \sup(\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3, 0) \qquad \text{avec} \quad \begin{array}{ll} C_0 & \text{Valeur initiale} \\ \sigma_1, \sigma_2, \sigma_3 & \text{Contraintes principales} \\ \bar{\varepsilon} & \text{Déformation équivalente} \end{array} \qquad \textbf{Equation 5.9}$$

On trouve enfin une variante à ce dernier critère, le critère de Latham et Cockroft normalisé, où la contrainte principale maximale $\Sigma$ est normalisée par la contrainte d'écoulement $\sigma_0$.

Le critère d'Oyane (1972) prend lui en compte la triaxialité des contraintes et l'intègre sur le chemin de déformation (Equation 5.10).

$$C = C_0 + \int_0^{\varepsilon} (1 + a\zeta) d\bar{\varepsilon} \qquad \text{avec} \quad \begin{array}{ll} C_0 & \text{Valeur initiale} \\ a & \text{Paramètre réel (~ 3)} \\ \zeta & \text{Triaxialité} \\ \bar{\varepsilon} & \text{Déformation équivalente} \end{array} \qquad \textbf{Equation 5.10}$$

Sekiguchi (1973) présente un critère très proche de celui d'Oyane (Equation 5.11).

$$C = C_0 + \int_0^{\varepsilon} (1 + a\zeta) \bar{\varepsilon} d\bar{\varepsilon} \qquad \text{avec} \quad \begin{array}{ll} C_0 & \text{Valeur initiale} \\ a & \text{Paramètre réel (~ 3)} \\ \zeta & \text{Triaxialité} \\ \bar{\varepsilon} & \text{Déformation équivalente} \end{array} \qquad \textbf{Equation 5.11}$$

Pour identifier ces critères, il faut déterminer à la fois la rhéologie des matériaux, c'est-à-dire la courbe $\sigma = f(\varepsilon)$, mais aussi la limite à rupture des matériaux. Des essais simples (traction, compression, torsion) en laboratoire permettent de déterminer ces deux caractéristiques. Cependant, les résultats obtenus pour les critères sont dépendants du chemin de déformation et les critères obtenus ne sont donc valables que dans le cas où les essais sont proches de la sollicitation effective du matériau.

Une fois déterminés, ces critères d'endommagement peuvent être implémentés dans des codes de calcul, fournissant pour une gamme donnée les champs de contrainte et de déformation, pour prévoir la rupture lors de la mise en forme des soupapes.

**Modèles auto-couplés au comportement**

Ces modèles sont basés sur la définition d'un coefficient d'endommagement D. Si l'on considère un volume élémentaire représentatif (VER) de taille suffisante pour qu'il intègre un nombre représentatif d'hétérogénéités et qu'on désigne par S l'aire d'une section de ce VER coupé par un plan de normale $\vec{n}$, et par $S_D$, la surface endommagée (cavités, fissures), on peut définir une surface résistante effective $\widetilde{S} = S - S_D$.

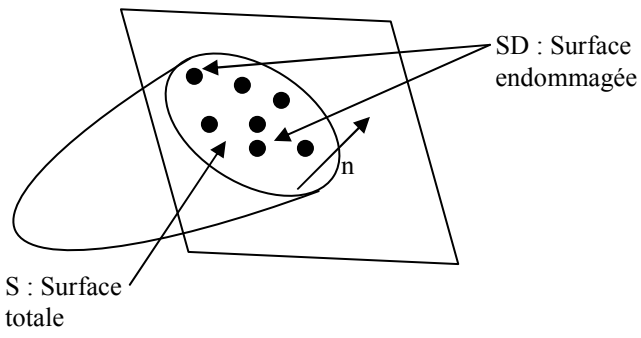



**Figure 5.2 : Coupe d'un élément endommagé**

Le coefficient d'endommagement suivant la direction normale $\vec{n}$ s'écrit alors :

$$D = \frac{S_D}{S}$$ **Equation 5.12**

On peut à partir de ces considérations définir une contrainte effective et le module d'Young effectif comme :

$$\widetilde{\sigma} = \frac{\sigma}{1-D}$$ **Equation 5.13**

$$\widetilde{E} = E(1-D)$$ **Equation 5.14**

A partir de ces définitions, et en se plaçant dans le cadre de la thermodynamique des milieux continus, Lemaître [LEM] utilise l'énergie libre comme potentiel thermodynamique d'état sous la forme :

$$\psi = \psi\left(\varepsilon_{ij}^e, D\right)$$ avec $\varepsilon_{ij}^e$ Tenseur des déformations élastiques **Equation 5.15**

La loi de comportement couplée à l'endommagement devient :

$$\sigma_{ij} = \rho \frac{\partial \psi}{\partial_{\varepsilon ij}^e}$$ **Equation 5.16**

Dans le cas d'un matériau élastique isotrope, l'Equation 5.16 devient :

$$\sigma_{ij} = \frac{(1-D)E}{(1+\nu)}\left(\varepsilon_{ij}^e + \frac{\upsilon}{1-2\upsilon}\varepsilon_{ij}^e \delta_{ij}\right)$$

avec :

| | | |
|---|---|---|
| | $D$ | Variable d'endommagement |
| | $E$ | Module d'Young |
| | $\upsilon$ | Coefficient de Poisson |
| | $\rho$ | Masse volumique du matériau |
| | $\delta_{ij}$ | Symbole de Kronecker (1 pour i=j, 0 sinon) |

**Equation 5.17**

La variable y, associée à D est définie par :

$$y = \rho \frac{\partial \psi}{\partial D} = -\frac{{\sigma_{eq}}^2}{2E(1-D)^2} R_\upsilon$$

avec : $\sigma_{eq}$ Contrainte équivalente **Equation 5.18**

$$R_\upsilon = \frac{2}{3}(1+\nu) + 3(1-2\nu)\zeta^2$$

Lemaître introduit une contrainte équivalente d'endommagement :

$$\sigma^* = \sigma_{eq}\sqrt{R_\upsilon} \qquad \textbf{Equation 5.19}$$

Il définit ensuite un potentiel d'endommagement $f_D$ reliant l'évolution de l'endommagement à la valeur de sa variable y en fonction du taux de déformation plastique :

$$\dot{D} = \dot{\lambda}\frac{\partial f_D}{\partial y} = \frac{-y}{S_0}\dot{\varepsilon}^p_{eq} \qquad \textbf{Equation 5.20}$$

avec : $S_0$ Coefficient dépendant du matériau

$\dot{\lambda}$ Multiplicateur plastique

Finalement, l'évolution de l'endommagement est donnée après intégration par la relation :

$$D = D_c\left\langle\frac{R_\upsilon\varepsilon^p_{eq} - \varepsilon_D}{\varepsilon_R - \varepsilon_D}\right\rangle \qquad \textbf{Equation 5.21}$$

avec : $D_c$ Valeur critique de D entraînant une rupture pour une déformation $\varepsilon_R$

$\varepsilon_D$ Seuil d'apparition de l'endommagement

L'Equation 5.18 montre une influence égale de la triaxialité quel que soit son signe. Or, on s'accorde à dire que un état de contrainte compressif provoque moins d'endommagement qu'un état de contrainte dépressif (un état de contrainte compressif aura tendance à refermer fissures et cupules).

Mariage [MAR], parmi d'autres, propose ainsi de redéfinir :

$$R_\upsilon = \frac{2}{3}(1+\nu) + 3(1-2\nu)\langle\zeta\rangle^2 \qquad \textbf{Equation 5.22}$$

avec : $$\langle\zeta\rangle = \begin{cases} 0 \Leftarrow \zeta < 0 \\ \zeta \Leftarrow \zeta \geq 0 \end{cases}$$

**Modèles numériques microscopiques**

Le projet DIGIMAT vise à développer un outil numérique permettant de représenter la structure d'un matériau métallique via la génération d'un maillage anisotrope. On définit un volume élémentaire représentatif qui peut être soit découpé en grains et sous-grains, soit additionné d'inclusions. Le logiciel DigiMicro utilise la technique des cellules de Voronoï pour réaliser ce découpage. On peut ensuite affecter des propriétés différentes à chaque sous-domaine du maillage. Nous montrerons dans la suite de ce chapitre comment ces techniques peuvent nous permettre de déterminer les concentrations de contraintes et les localisations de déformation, et donc les risques d'endommagement.

# 5.3- Choix d'une gamme de fabrication

## 5.3.1- Plan pièce

Nous disposons d'un plan pièce fourni par Cogne. Nous considérerons que la géométrie correspond à un plan brut de forge à froid.

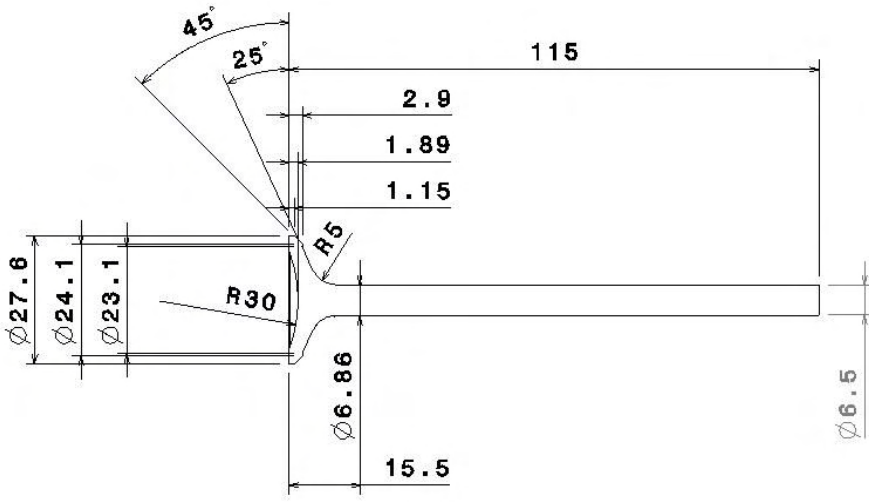



**Figure 5.3 : Plan de la soupape**

Le poids de la pièce est d'environ 44 grammes.

## 5.3.2- Gamme de fabrication

En nous inspirant de gammes de fabrication existantes, nous avons choisi de définir une gamme de forgeage à froid de la soupape en 3 opérations :

- filage avant de la tige ∅ 6,5 mm ;
- écrasement de la tête avec un poinçon plat ;
- écrasement de la tête avec un poinçon à géométrie sphérique.

Une représentation de la gamme est donnée en Figure 5.4.

Le lopin est de géométrie cylindrique. Son diamètre est calculé en fonction du diamètre de la tête et du diamètre de la tige. Nous testerons des lopins de diamètre allant de 11 à 15 mm.

La géométrie de la première opération est imposée par le diamètre du lopin et le diamètre de la tige. Nous pouvons cependant faire varier le demi angle de la filière d'extrusion.

La géométrie de la deuxième opération est figée avec un diamètre d'ébauche de tête de 18 mm.

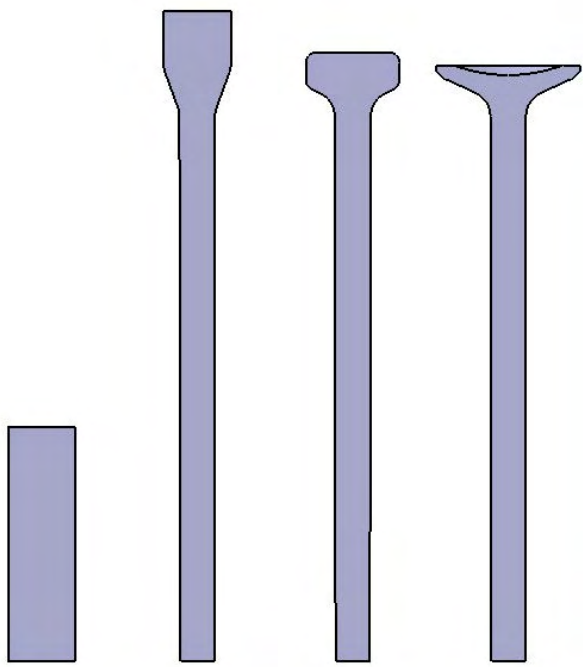


**Figure 5.4 : Représentation schématique de la gamme de fabrication envisagée**

## 5.4- Utilisation de la simulation numérique

### 5.4.1- Introduction

La méthode des éléments finis, développée dans Forge 2®, permet de résoudre les équations d'équilibre thermique et mécanique. La discrétisation de la pièce est faite au moyen d'éléments triangulaires à trois nœuds. Un remaillage automatique permet d'étudier des pièces complexes. Forge 2 possède un module de résolution viscoplastique pour le forgeage à chaud et élasto-viscoplastique pour le forgeage à froid.

### 5.4.2- Détermination des valeurs critiques des variables d'endommagement

La simulation numérique des essais de compression va nous donner les champs de contrainte et de déformation à tout instant de l'essai, ce qui permettra de déterminer la valeur critique des variables d'endommagement.

Les pions de compression ont une géométrie cylindrique de diamètre 6 mm et de hauteur 9 mm. Ces pions ont donc une géométrie axisymétrique qu'ils conservent au cours de l'essai. Nous pouvons également définir un plan de symétrie horizontal au centre du pion. Nous nous contenterons donc de simuler un « quart » de pion soit une surface rectangulaire de dimensions 3 x 4.5 mm (Figure 5.5).

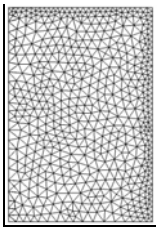


**Figure 5.5 : Maillage initial du pion de compression**

Les rhéologies utilisées sont issues des essais de torsion. Le frottement n'ayant pas été mesuré lors de ces essais, nous utiliserons différentes lois de frottement, de l'absence de frottement via le contact glissant, à un frottement maximal via le contact collant, en passant par des frottements intermédiaires prédéfinis dans le logiciel. Ces lois sont dites de *Coulomb limitée Tresca* (Equation 5.23) et font varier les deux paramètres $\mu$ et $\overline{m}$ :

$$\tau = \mu\sigma_n \text{ si } \mu\sigma_n \le \frac{\overline{m}\,\sigma_0}{\sqrt{3}} \text{ et } \tau = \frac{\overline{m}\,\sigma_0}{\sqrt{3}} \text{ si } \mu\sigma_n \ge \frac{\overline{m}\,\sigma_0}{\sqrt{3}} \qquad \textbf{Equation 5.23}$$

| Type de frottement | Caractéristiques | |
|---|---|---|
| Contact glissant | $\tau = 0$ | |
| Faible | $\overline{m} = 0.05$ | $\mu = 0.02$ |
| Phosphate | $\overline{m} = 0.07$ | $\mu = 0.035$ |
| Huile | $\overline{m} = 0.2$ | $\mu = 0.1$ |
| Fort | $\overline{m} = 0.4$ | $\mu = 0.2$ |
| Tresca fort | $\overline{m} = 0.4$ | |
| Tresca sans lubrification | $\overline{m} = 0.8$ | |
| Contact collant | $\tau = \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}}$ | |

**Tableau 5.1 : Caractéristiques des lois de frottement utilisées**

Les conditions aux limites thermiques sont fixées comme suit :

- température du lopin : 25 °C ;
- température de l'outil : 25 °C ;
- échanges thermiques type *acier froid moyen* ($\alpha_T = 1\times10^4$).

Nous pouvons représenter ces lois dans un graphique (Figure 5.6).

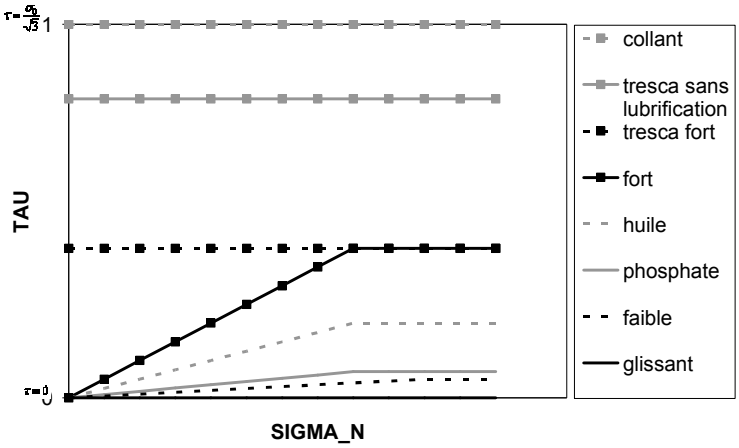



**Figure 5.6 : Représentation des différentes lois de frottement**

5.4.2.1- Essais de compression du SF286

Les essais de compression nous amènent à une réduction de hauteur de 7 mm pour cette nuance. Cette réduction n'est pas critique, l'échantillon n'étant pas fissuré. Nous allons nous intéresser à 4 variables calculées par le logiciel : la déformation, la température, ainsi que deux critères d'endommagement, le critère d'Oyane et le critère de Latham et Cockroft normalisé. Pour une lecture plus aisée, nous avons choisi d'uniformiser les échelles pour chaque figure.

- **Champs de déformation (Figure 5.7)**

En l'absence de frottement, la déformation est homogène dans le pion. Plus le frottement augmente et plus la déformation est hétérogène. De plus, la déformation est maximale au centre du pion et augmente avec le frottement. Pour un essai non lubrifié, la déformation peut atteindre des valeurs élevées, de l'ordre de 2,8. Ces résultats mettent en évidence la difficulté de dépouiller un essai de compression à partir des seules courbes effort déplacement.

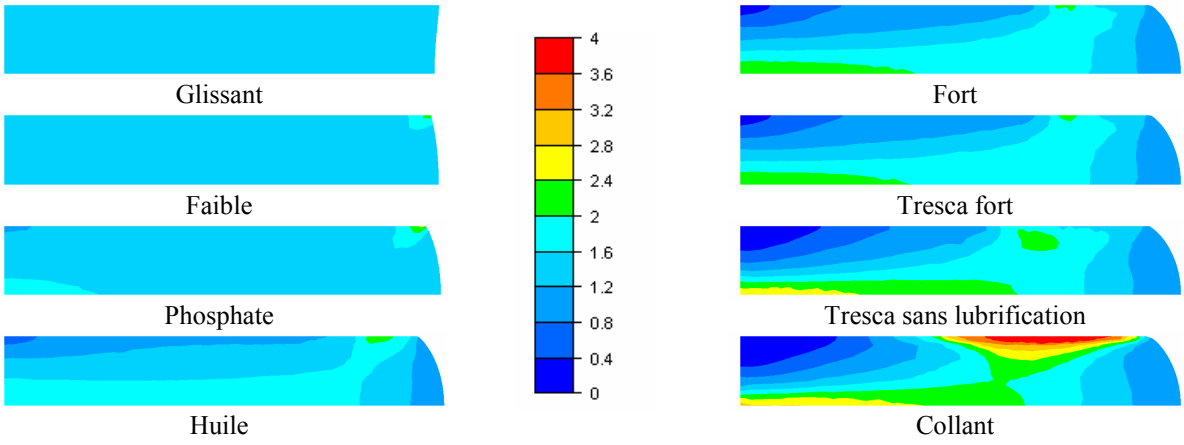



**Figure 5.7 : Champs de déformation**

### ➢ Champs de température (Figure 5.8)

La température globale de l'échantillon augmente lors de l'essai par l'auto-échauffement. Ensuite, il y a compétition entre auto-échauffement et échanges thermiques avec les outils et le milieu environnant. Dans le cas du contact glissant, le gradient de température obtenu est lié aux échanges thermiques avec les outils. Plus le frottement augmente, plus la déformation est hétérogène dans le pion et plus la température moyenne augmente. Pour un essai non lubrifié, la température peut atteindre 280 °C au centre du pion.

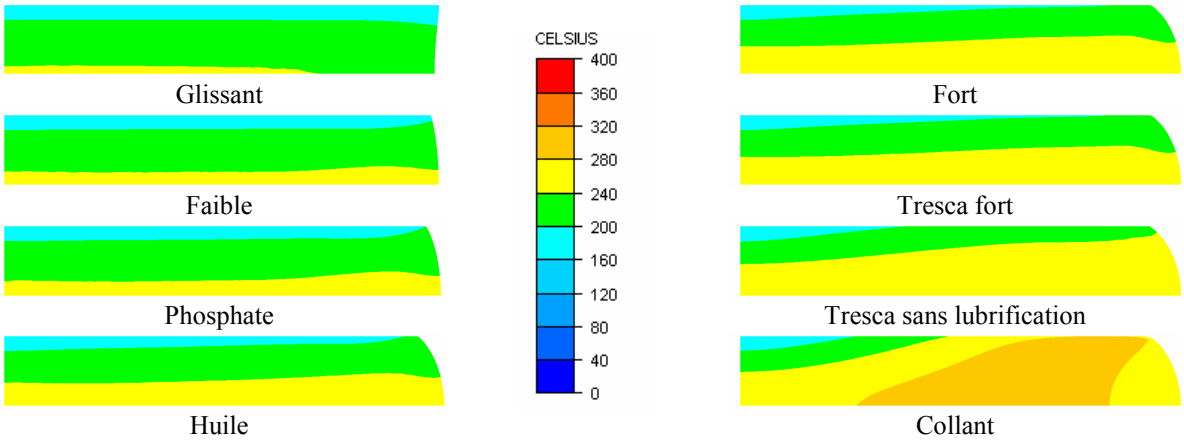



**Figure 5.8 : Champs de température**

### ➢ Critère d'Oyane (Figure 5.9)

On met en évidence les zones critiques dans le pion : elles ne correspondent pas aux zones présentant le maximum de déformation, zones plutôt situées au centre du pion. Le critère d'Oyane est nul en l'absence de frottement et augmente avec le frottement pour atteindre des valeurs de l'ordre de 1,2 sur le bombé pour un essai non lubrifié.

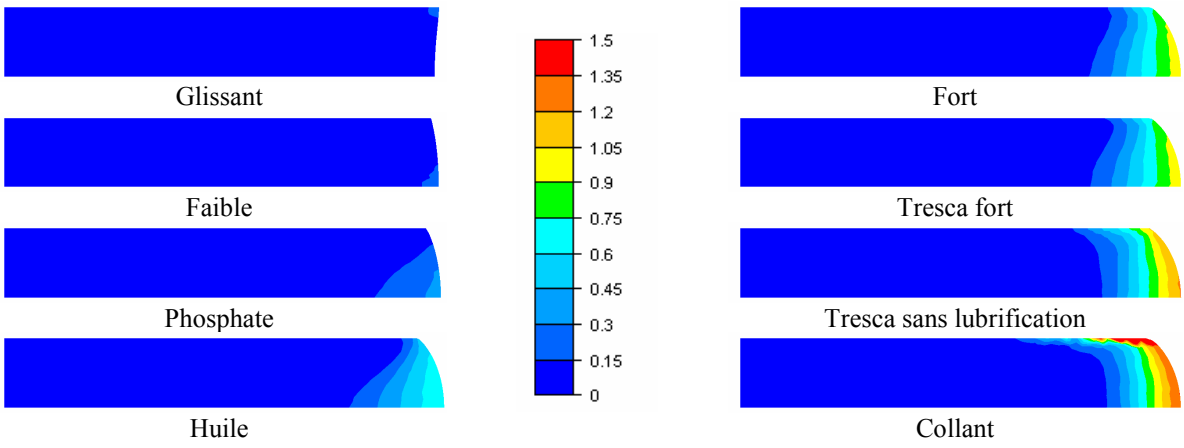



**Figure 5.9 : Critère d'Oyane**

### ➢ Critère de Latham et Cockroft normalisé (Figure 5.10)

Le même commentaire que précédemment peut être fait pour la prédiction des zones endommagées. Le critère de Latham et Cockroft normalisé est nul en l'absence de frottement et augmente avec le frottement pour atteindre des valeurs de l'ordre de 0,6 pour un essai non lubrifié.

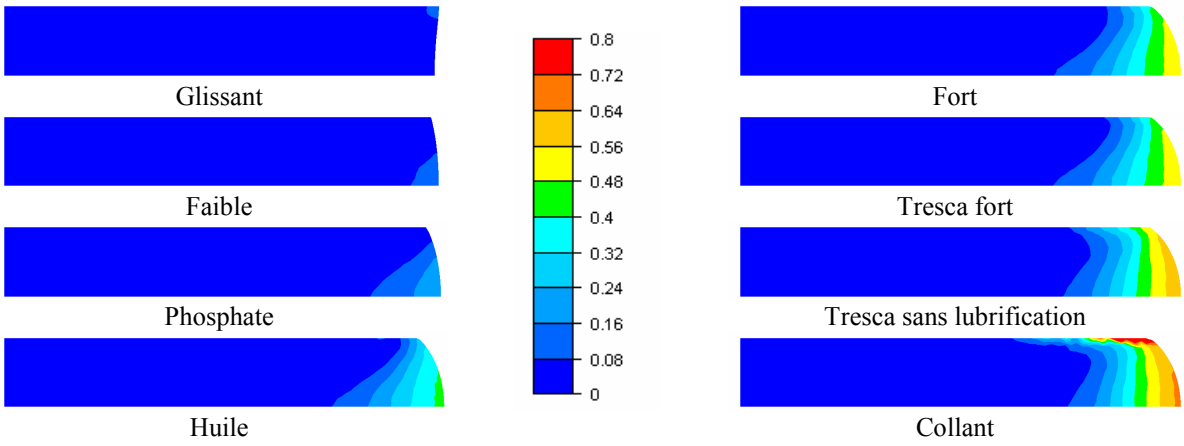



**Figure 5.10 : Critère de Latham et Cockroft normalisé**

### ➢ Commentaires

Ces essais mettent en évidence la grande influence du frottement sur les grandeurs calculées. On peut, par exemple, chercher à représenter l'influence du frottement sur les critères d'endommagement (Figure 5.11).

Notre essai de compression n'a pas été lubrifié. Nous considèrerons donc que le frottement dit de *Tresca sans lubrification*, avec un coefficient $\overline{m} = 0.8$, est le plus représentatif. Aux alentours de la valeur $\overline{m} = 0.8$, l'évolution des critères est limitée. On choisit donc de fixer les valeurs critiques à prendre en compte par la suite à 1,2 pour le critère d'Oyane et à 0,6 pour le critère de Latham et Cockroft normalisé.

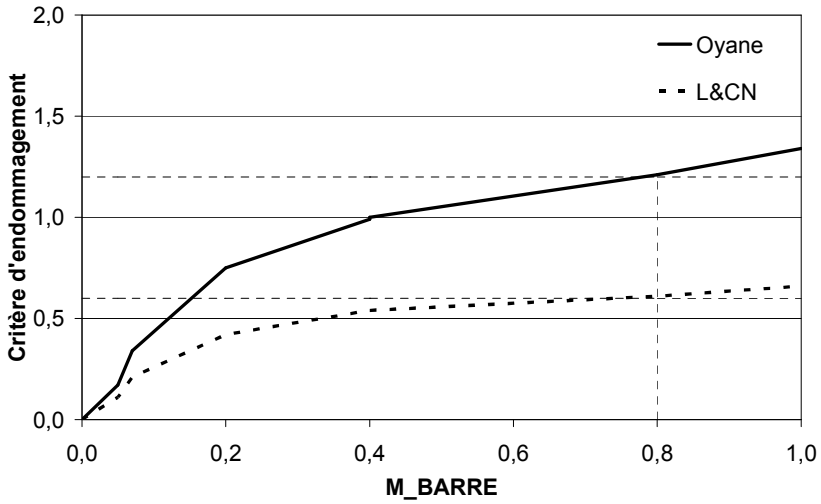



**Figure 5.11 : Influence du frottement sur la valeur maximale des critères d'endommagement**

5.4.2.2- Essais de compression du VA61

Les essais de compression nous amènent à une réduction de hauteur de 6,3 mm pour cette nuance. Cette réduction est critique : tout échantillon subissant une réduction supérieure présente des fissures.

- **Champs de déformation (Figure 5.12)**

Les mêmes commentaires que précédemment peuvent être faits. La déformation est cependant globalement plus faible, du fait du taux de réduction considéré.

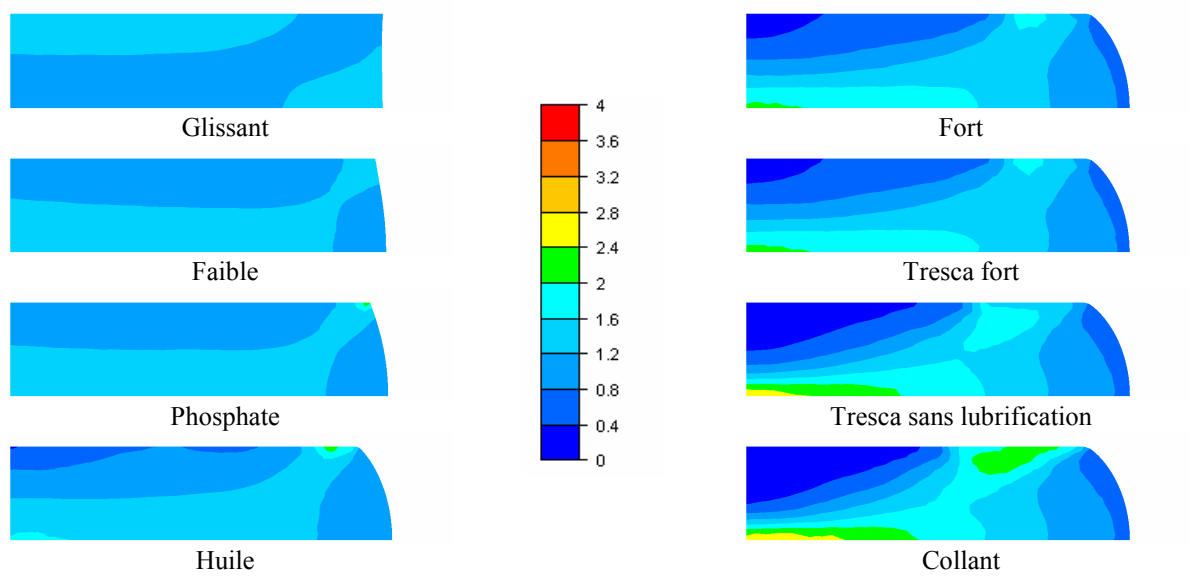



**Figure 5.12 : Champs de déformation**

- **Champs de température (Figure 5.13)**

Les mêmes commentaires que précédemment peuvent être faits, à savoir que la température moyenne augmente avec le frottement. La température observée ici est plus importante bien que la déformation soit plus faible. Ceci peut s'expliquer par une contrainte d'écoulement bien plus importante d'où une puissance dissipée plus importante. Pour un essai non lubrifié, la température peut dépasser 400 °C au centre du pion.

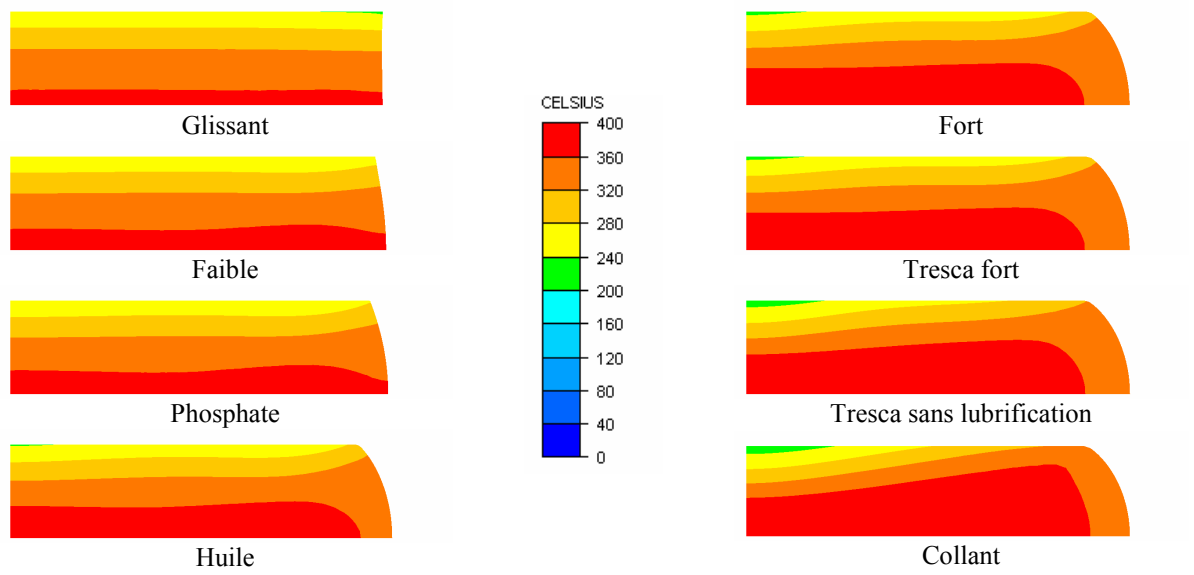



**Figure 5.13 : Champs de température**

### ➢ Critère d'Oyane (Figure 5.14)

Le critère d'Oyane atteint des valeurs maximales de l'ordre de 0,9 pour un essai non lubrifié. Cette valeur est plus faible que la valeur de 1,2 mesurée pour le SF286. On rappellera que la formulation de ce critère implique qu'il est peu dépendant de la rhéologie car la grandeur considérée, ici la pression, est normalisée par la contrainte équivalente. Ce critère dépend donc essentiellement du chemin de déformation et du frottement.

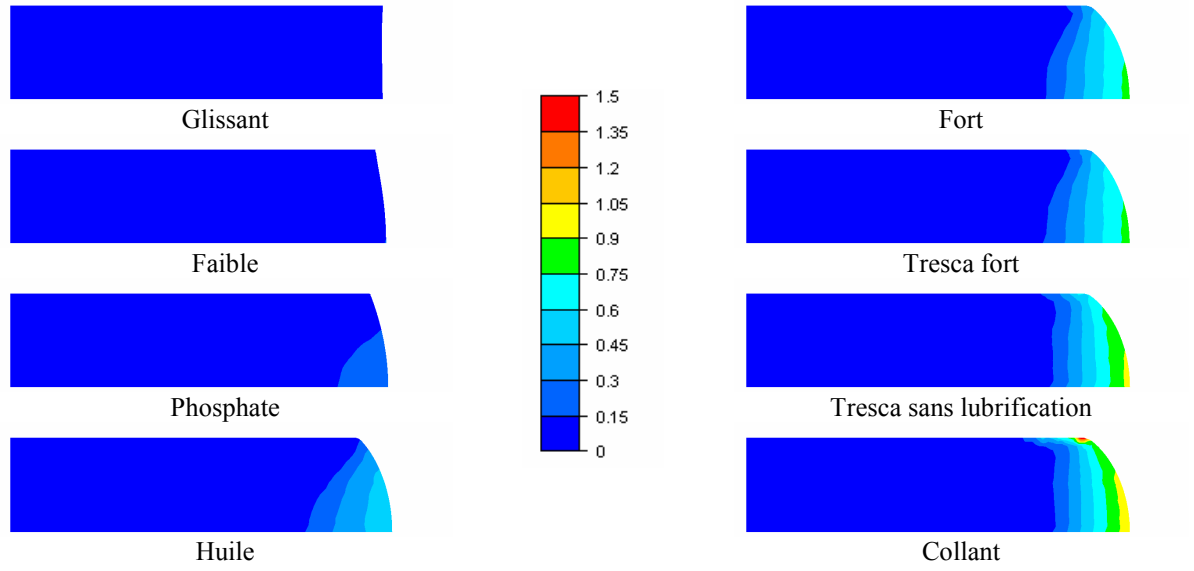



**Figure 5.14 : Critère d'Oyane**

### ➢ Critère de Latham et Cockroft normalisé (Figure 5.15)

Le critère de Latham et Cockroft atteint une valeur de 0,5 pour un essai non lubrifié à comparer à la valeur de 0,6 observée pour le SF286.

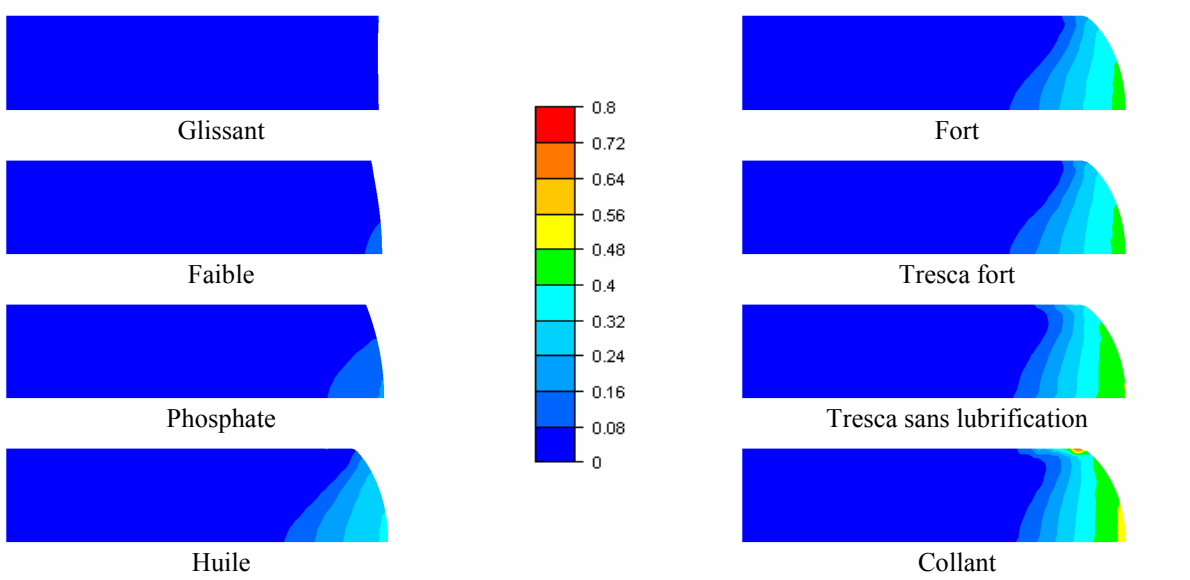



**Figure 5.15 : Critère de Latham et Cockroft normalisé**

### ➢ Commentaires

Si on représente comme précédemment la valeur des critères en fonction du coefficient de frottement, on peut fixer la valeur critique des critères à 0,9 pour le critère d'Oyane et à 0,5 pour le critère de Latham et Cockroft normalisé.

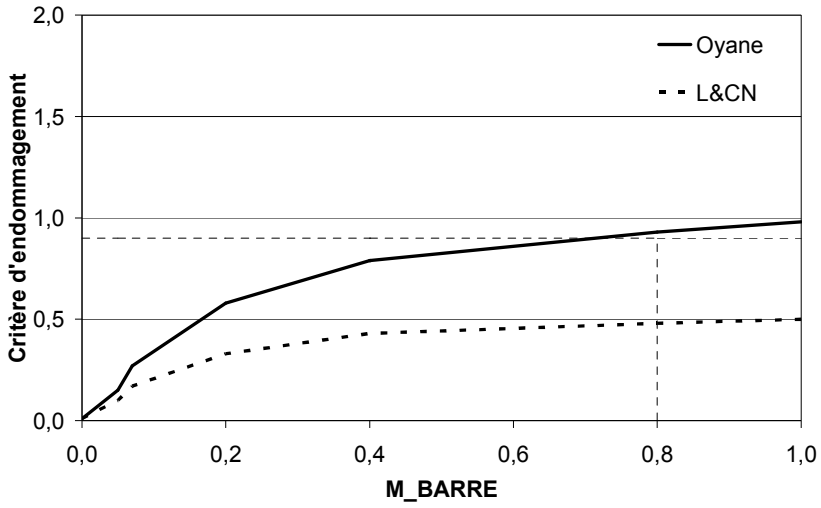



**Figure 5.16 : Influence du frottement sur la valeur maximale des critères d'endommagement**

## 5.4.3- Simulation numérique de la mise en forme de la soupape

### 5.4.3.1- Configuration standard

La gamme considérée est définie par :

- une rhéologie type SF286 ;
- un lopin de diamètre 13 mm ;
- un demi angle de filière de 20 degrés en OP1 ;
- un frottement type phosphate ( $\mu = 0{,}035$ , $\overline{m} = 0{,}07$ ) ;
- une température initiale du lopin de 25 °C ;
- une température moyenne des outils estimée à 80 °C ;
- des échanges thermiques type *acier froid moyen* ( $\alpha_T = 1 \times 10^4$ ).

La gamme de fabrication est représentée en Figure 5.17.

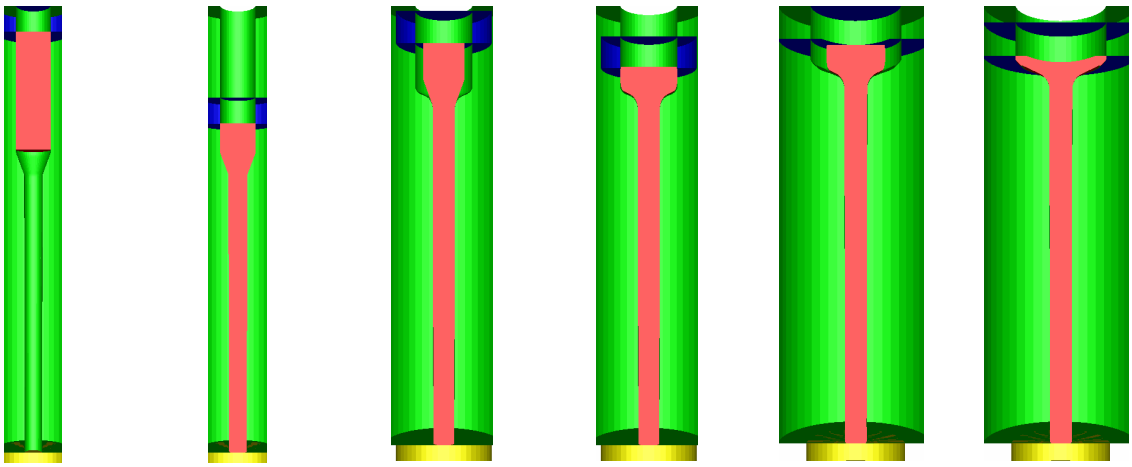



**Figure 5.17 : Gamme de fabrication à partir d'un lopin de diamètre 13 mm**

La déformation (Figure 5.18) est importante et atteint des valeurs de l'ordre de 1,5 dans la tige et jusqu'à 2,5 dans la tête au centre de celle-ci.

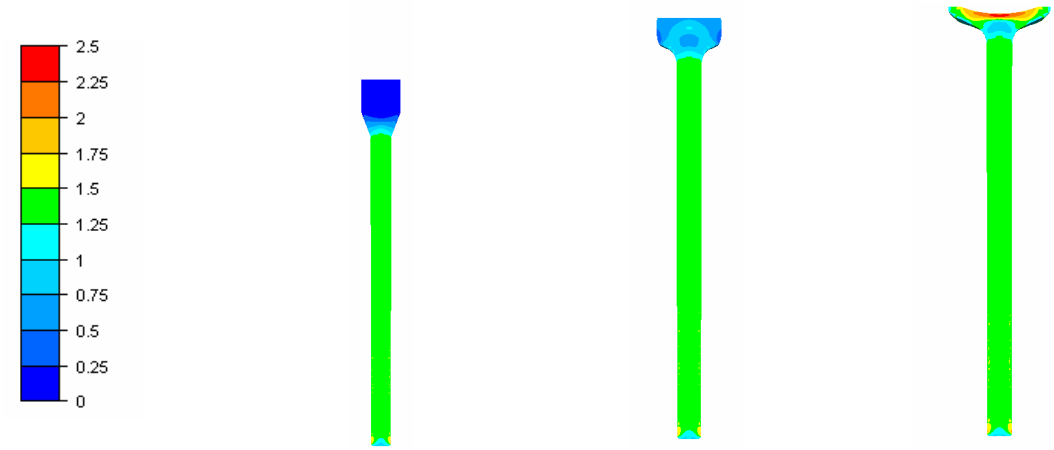



**Figure 5.18 : Champs de déformation (lopin de diamètre 13 mm)**

Si on présente les résultats de température (Figure 5.19), on observe une augmentation importante de la température pouvant atteindre 400 degrés lors du filage et des valeurs jusqu'à 600 degrés lors du refoulage de la tête. On s'aperçoit ici que les effets d'auto échauffement rendent la notion de mise en forme à froid toute relative.

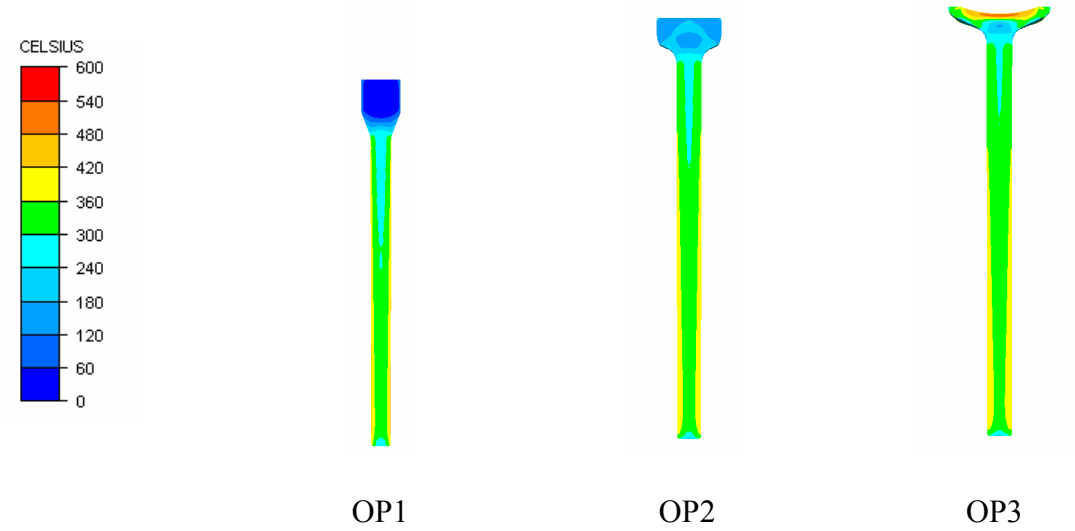



**Figure 5.19 : Champs de température (lopin de diamètre 13 mm)**

Les iso valeurs de critère de rupture d'Oyane (Figure 5.20) et de Latham et Cockroft normalisé (Figure 5.21) mettent en évidence deux zones à risques :

- la première à la périphérie de la tête avec des valeurs de critère d'Oyane de l'ordre de 0,88 et des valeurs de critère de L&CN de l'ordre de 0,46 ;
- la deuxième au bout de la tige avec des valeurs de critère d'Oyane de l'ordre de 0,123 et des valeurs de critère de L&CN de l'ordre de 0,043.

Ces zones sont en adéquation avec les zones à risques identifiées lors des essais de mise en forme à froid de soupape déjà réalisés par Cogne sur des nuances martensitiques.

La disparité de niveau des critères de rupture, avec un ordre de grandeur d'écart entre la tige et la tête, ne reflète pas, par contre, la probabilité de rupture observée lors de ces essais (Figure 5.22).

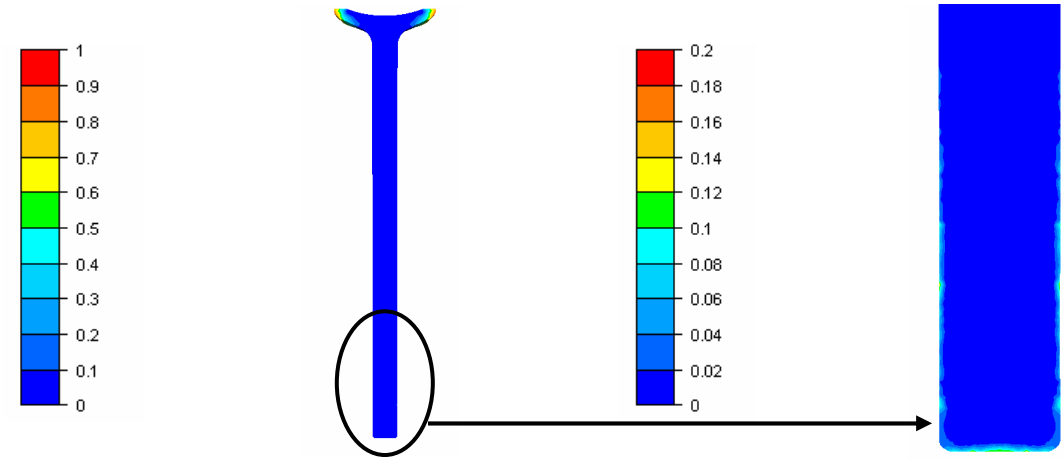



**Figure 5.20 : Critère d'Oyane (OP3 - lopin de diamètre 13 mm)**

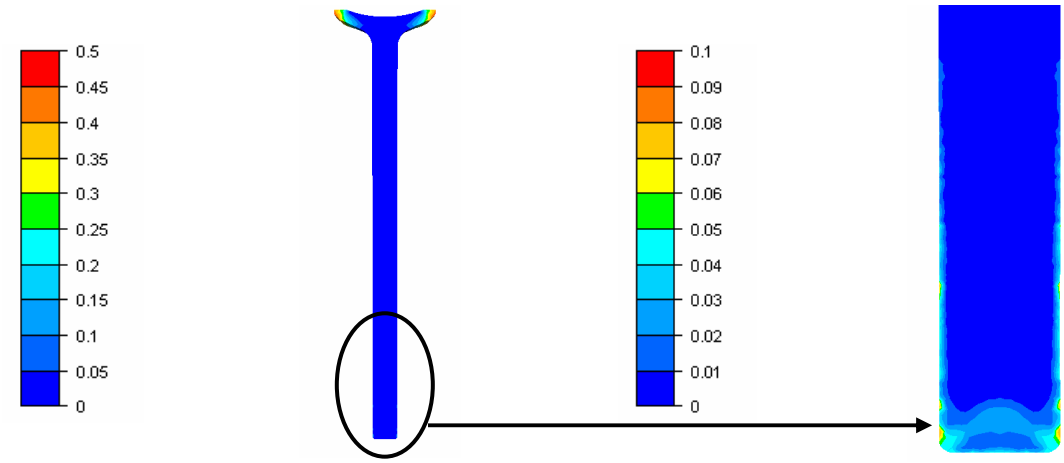
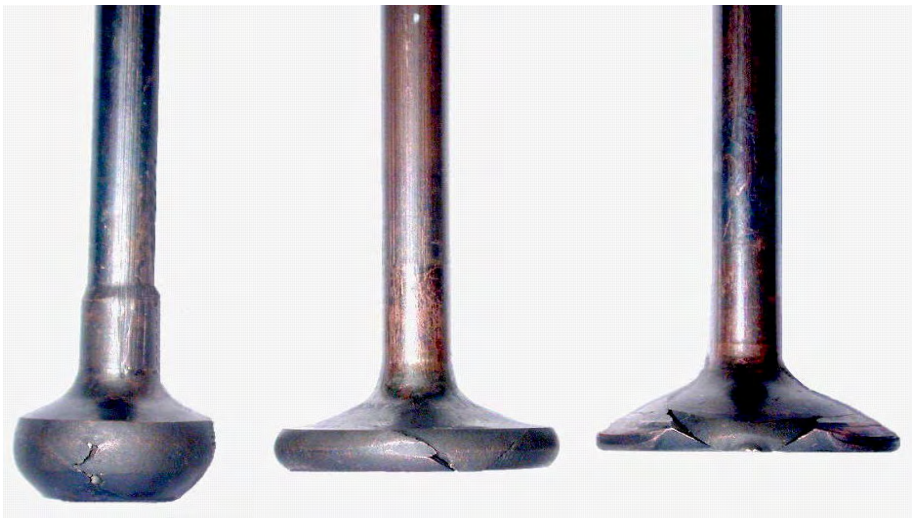


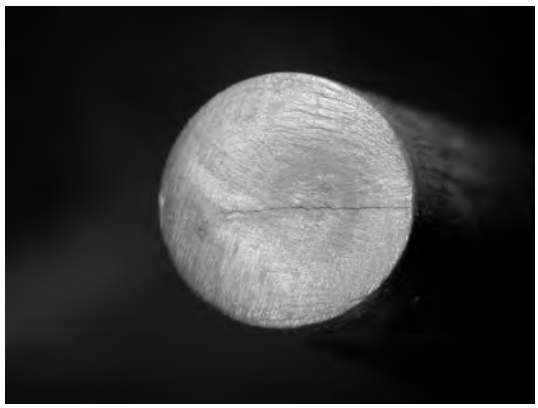

**Figure 5.21 : Critère de Latham et Cockroft normalisé (OP3 - lopin de diamètre 13 mm)**



Rupture sur le bombé



Rupture sur le bombé (détail)



Rupture dans la tige

**Figure 5.22 : Observation de zones de rupture lors de l'essai de mise en forme à froid de soupapes**

Pour la suite de la discussion, nous choisirons de présenter deux valeurs des critères de rupture :

- la valeur en extrémité de la tige sur l'axe de symétrie ;
- la valeur maximale globale relevée dans la tête.

Les courbes d'effort de forgeage pour chaque opération sont fournies en Figure 5.23. L'effort de la première opération augmente avec le temps car la pièce est dessinée avec une dépouille (cf. Figure 5.3) pour l'extraire plus aisément des outillages. De fait, la surface de contact augmente avec le temps et donc l'influence du frottement sur l'effort de forgeage croît. Dans une gamme à froid classique, on cherchera à éliminer ce phénomène en créant un dégagement dans l'outillage à la sortie de la filière. Nous ne l'avons pas fait ici car cela conduirait à modifier le plan de la pièce.

L'influence du frottement sera étudiée plus en détail par la suite.

Les efforts des deuxième et troisième opérations augmentent avec le temps car la surface en contact avec le poinçon augmente au cours de l'opération. On peut rappeler la relation :

$$F = \sigma \times S = \sigma \times \frac{\pi \times D^2}{4} \qquad \textbf{Equation 5.24}$$

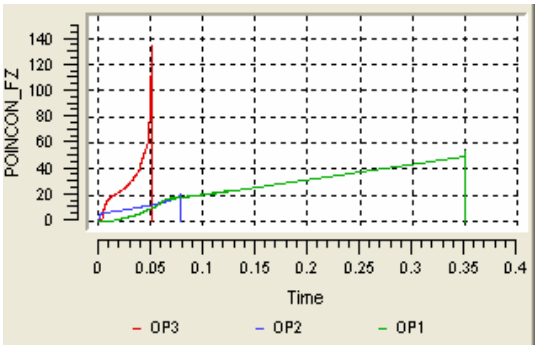



**Figure 5.23 : Courbes d'effort de forgeage pour chaque opération**

## 5.4.3.2- Influence du diamètre du lopin

En faisant varier le diamètre du lopin, toutes choses égales par ailleurs, on influe sur le taux de réduction de section lors du filage ainsi que sur le taux de réduction de hauteur lors du refoulage de la tête.

Les résultats des critères d'endommagement sont donnés ci après (Figure 5.24 et Figure 5.25). On observe une augmentation des valeurs des critères de rupture dans la tige avec le diamètre du lopin en relation directe avec l'augmentation du taux de réduction de section en filage. On observe une diminution des valeurs des critères de rupture dans la tête avec le diamètre du lopin liée à la diminution du taux de réduction de hauteur lors du refoulage de la tête.

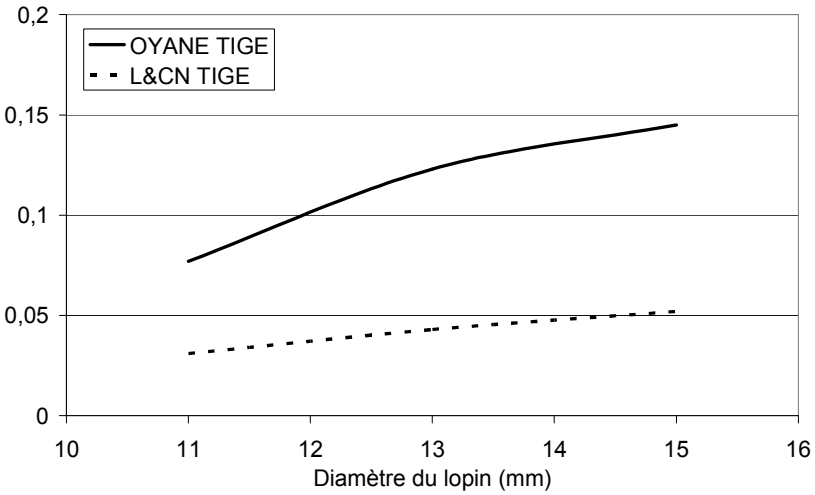



**Figure 5.24 : Influence du diamètre du lopin sur les critères de rupture observés en extrémité de la tige**

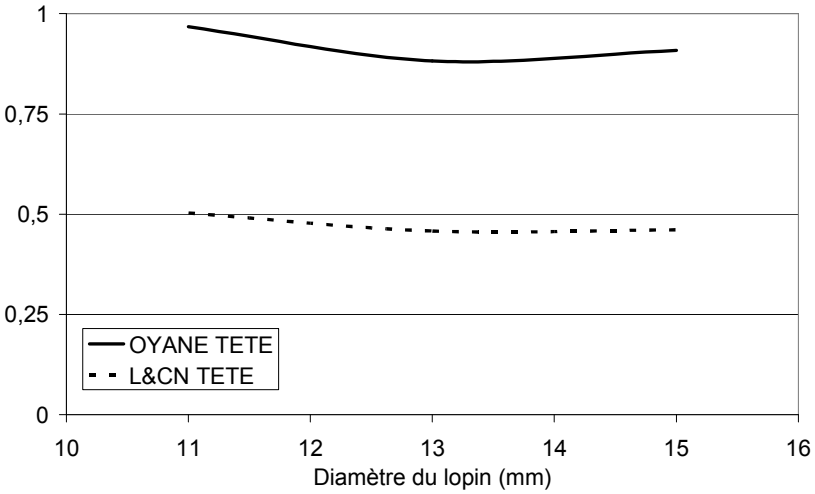



**Figure 5.25 : Influence du diamètre du lopin sur les critères de rupture observés dans la tête (valeurs maximales)**

On peut également s'intéresser à l'influence du diamètre du lopin sur les efforts de forgeage de chaque opération (Figure 5.26).

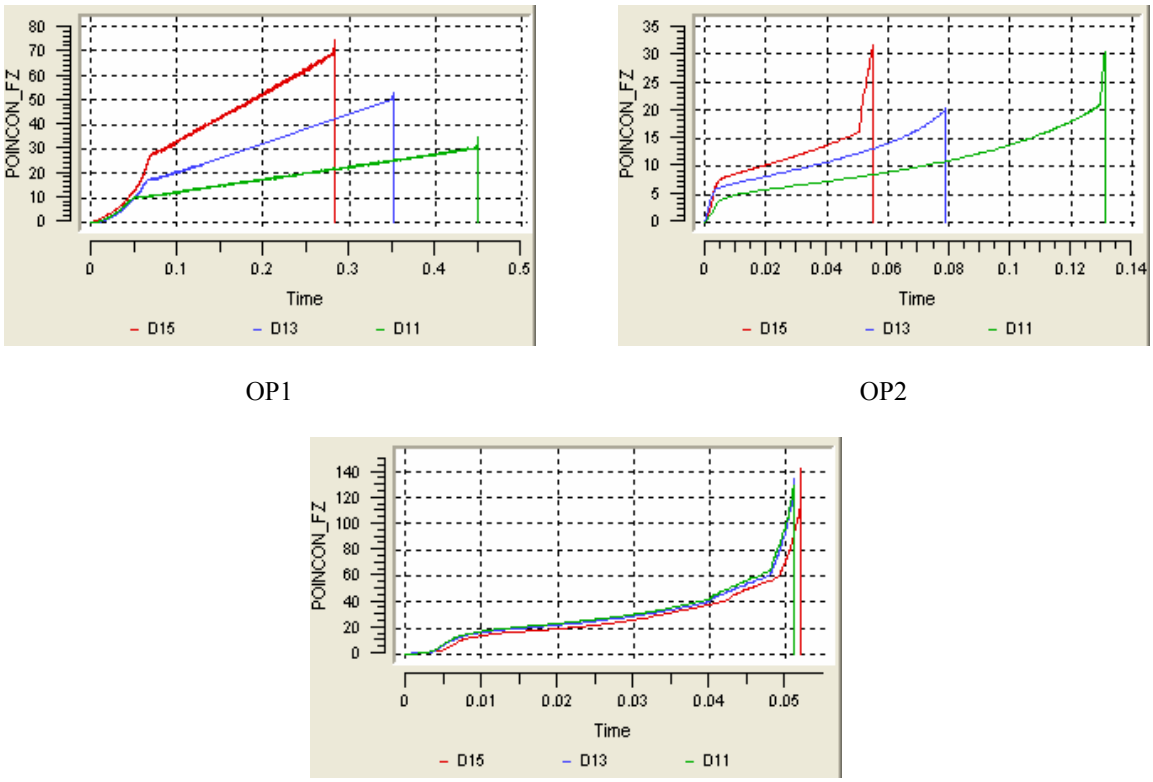



**Figure 5.26 : Courbes des efforts de forgeage en fonction du diamètre du lopin pour chaque opération**

L'influence du diamètre du lopin est surtout sensible sur l'effort de filage en OP1 via la relation mentionnée plus haut (Equation 5.11). Ainsi, pour un diamètre de lopin de 11 mm, l'effort maximal de forgeage observé est de l'ordre de 30 tonnes, contre 50 tonnes pour un diamètre de lopin de 13 mm et 65 tonnes pour un diamètre de lopin de 15 mm.

En OP2 et OP3, cette influence n'est plus aussi marquée. Les courbes des efforts de l'OP2 sont décalées l'une par rapport à l'autre du fait de la géométrie de l'OP1 correspondante, elle-même reliée à la géométrie du lopin initial. Les trois courbes des efforts de l'OP3 sont quasiment identiques.

### 5.4.3.3- Influence du demi-angle de filière

En faisant varier le demi-angle de filière, toutes choses égales par ailleurs, on influe sur les niveaux de contrainte dans le convergent. On modifie également, mais dans une moindre mesure, le taux de réduction de hauteur lors du refoulage de la tête, la hauteur de l'ébauche filée après l'OP1 étant reliée au demi angle de filière.

Les résultats des critères d'endommagement sont donnés ci-après (Figure 5.27 et Figure 5.28).On montre une augmentation des valeurs des critères de rupture dans la tige avec le demi-angle de filière liée à la diminution des niveaux de contrainte dans le convergent. De même, nous observons une diminution des valeurs des critères de rupture dans la tête liée à la diminution de la hauteur de l'ébauche laminée et donc à la diminution du taux de réduction de hauteur lors du refoulage de la tête.

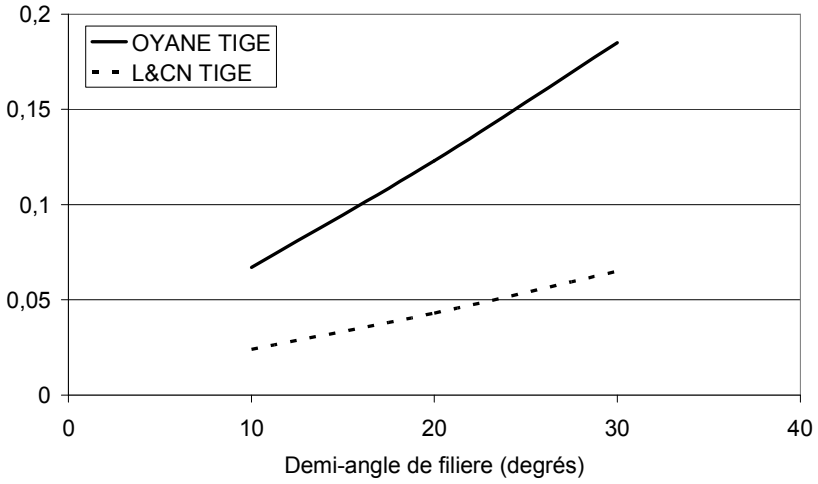



**Figure 5.27 : Influence du demi-angle de filière sur les critères de rupture observés en extrémité de la tige**

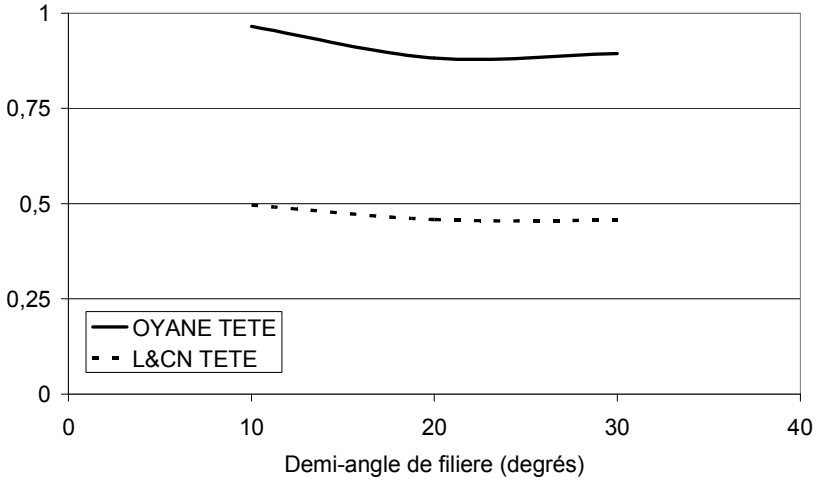



**Figure 5.28 : Influence du demi-angle de filière sur les critères de rupture observés dans la tête (valeurs maximales)**

L'influence du demi-angle de filière sur les efforts de forgeage de chaque opération est donnée ci-après (Figure 5.29). On s'aperçoit finalement que le demi-angle de filière n'a pas une influence notable sur l'effort de filage en OP1. En effet, même si la contrainte est globalement plus importante lorsque le demi-angle de filière augmente, la surface du cône de la filière diminue et un effet compense l'autre (cf. Equation 5.24).

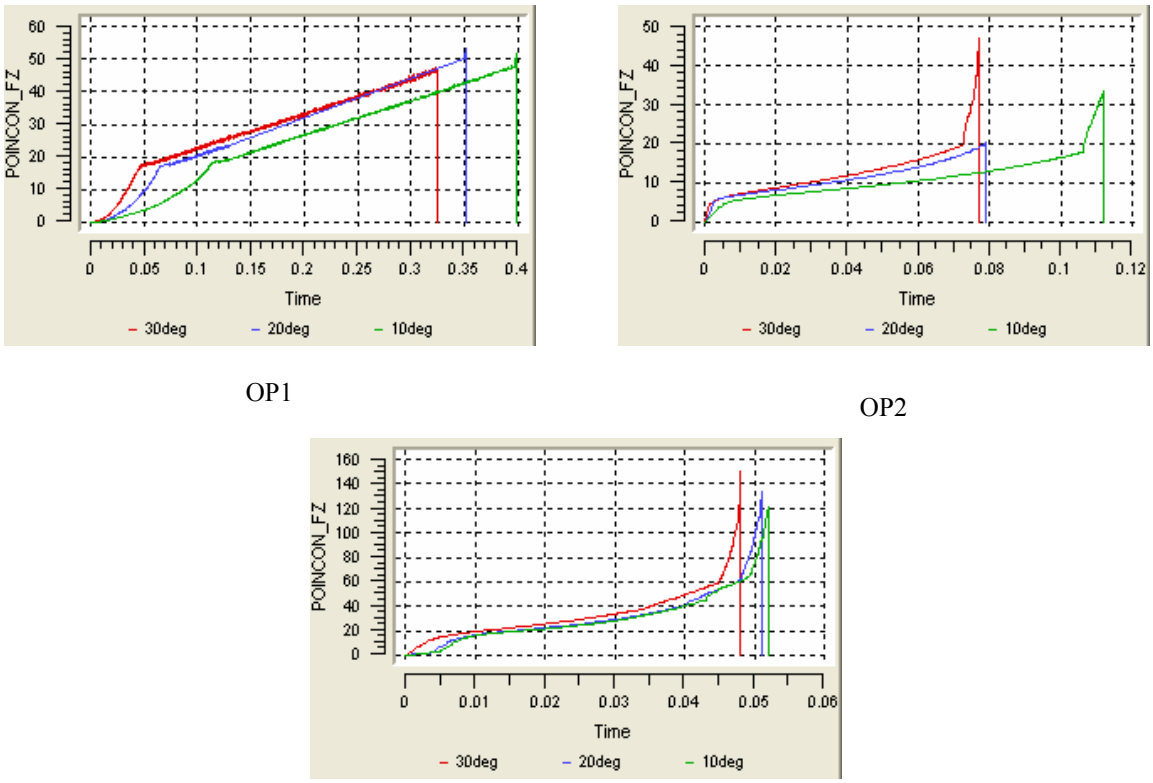



**Figure 5.29 : Courbes des efforts de forgeage**
**en fonction du demi-angle de filière pour chaque opération**

## 5.4.3.4- Influence du frottement

En faisant varier le frottement, toutes choses égales par ailleurs, on modifie les niveaux de contrainte. Le frottement s'opposant au mouvement de la matière le long de l'outillage, l'opération nécessite un effort d'autant plus grand que le frottement est important.

Les résultats des critères d'endommagement sont donnés ci après (Figure 5.30 et Figure 5.31). Les résultats donnés pour la tête correspondent au maximum des critères. Les résultats donnés pour la tige correspondent au point situé en extrémité sur l'axe de symétrie.

On observe une augmentation des critères de rupture dans la tige ainsi que dans la tête avec le coefficient de frottement.

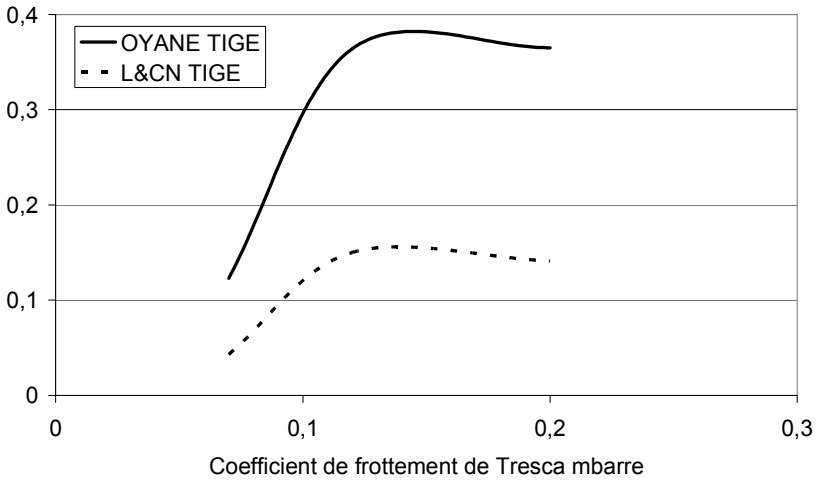



**Figure 5.30 : Influence du frottement sur les critères de rupture observés dans la tige**

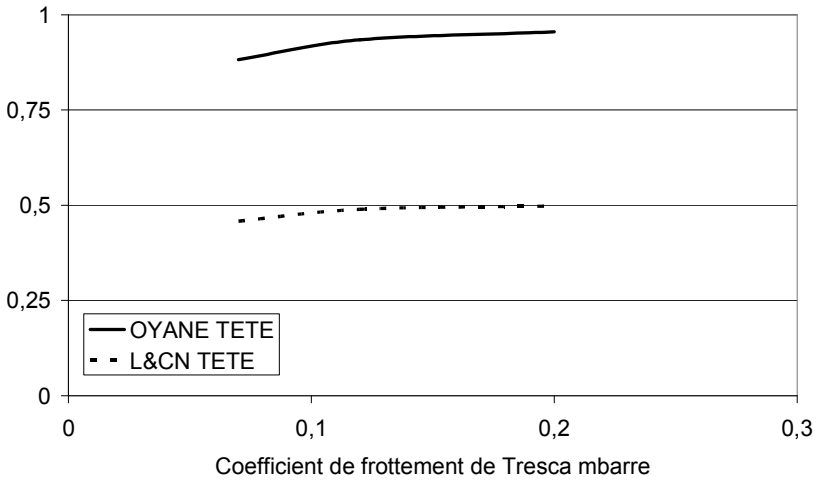
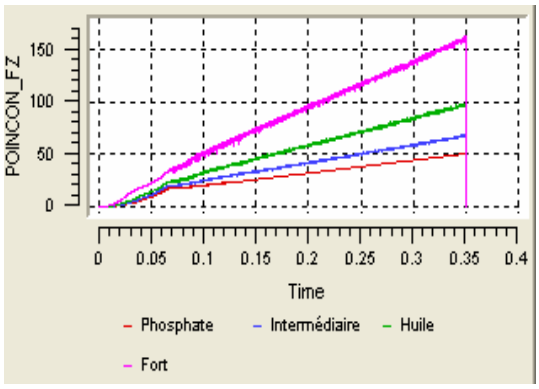
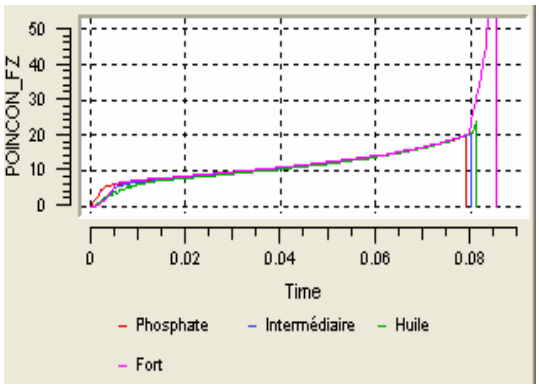



**Figure 5.31 : Influence du frottement sur les critères de rupture observés dans la tête**

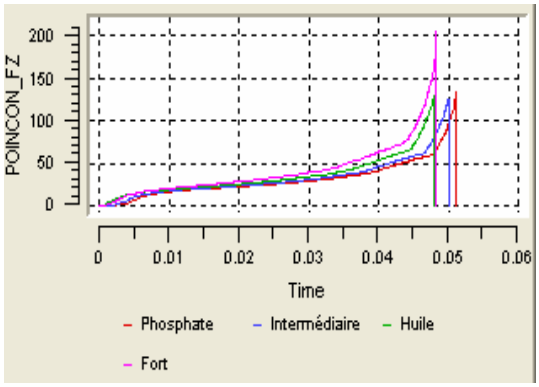
L'influence du frottement sur les efforts de forgeage de chaque opération est représentée sur la Figure 5.32. Le frottement a une influence très importante sur les efforts de filage en OP1. Cette observation n'est pas étonnante, compte tenu que c'est l'opération où le déplacement matière le long de l'outillage est le plus important.




OP1




OP2




OP3

**Figure 5.32 : Courbes des efforts de forgeage**
**en fonction du coefficient de frottement pour chaque opération**

## 5.4.3.5- Commentaires

Cette étude paramétrique nous amène à certains commentaires :

- le diamètre du lopin est un compromis entre filage de la tige et refoulage de la tête ;
- l'angle de filière doit être minimum sans toutefois amener à une hauteur exagérée de la hauteur de l'ébauche filée ;
- le frottement doit être minimisé.

A partir de ces observations, nous pouvons considérer que notre configuration standard, présentée au paragraphe 5.4.3.1, est une bonne solution pour réussir à former les soupapes à froid.

## 5.4.4- Simulation microscopique de l'endommagement

Nous allons considérer un volume élémentaire représentatif de la microstructure déjà présentée en Figure 3.8.

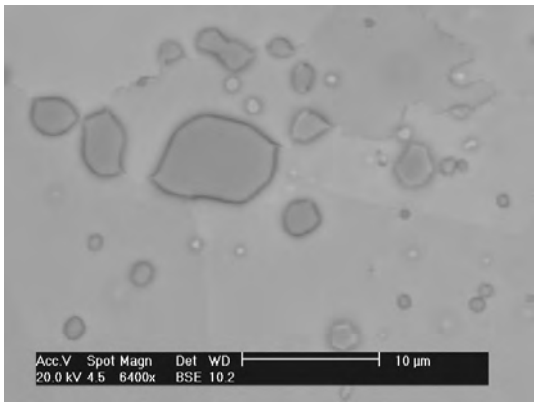



**Figure 5.33 : Observation des carbures sur un échantillon de VA61**

A partir de cette observation, nous allons définir arbitrairement une population volumique de particules dans un VER adimensionnel. Le logiciel Digimicro permet ensuite de générer un maillage anisotrope tout en conservant la liaison entre les nœuds du maillage et les particules.

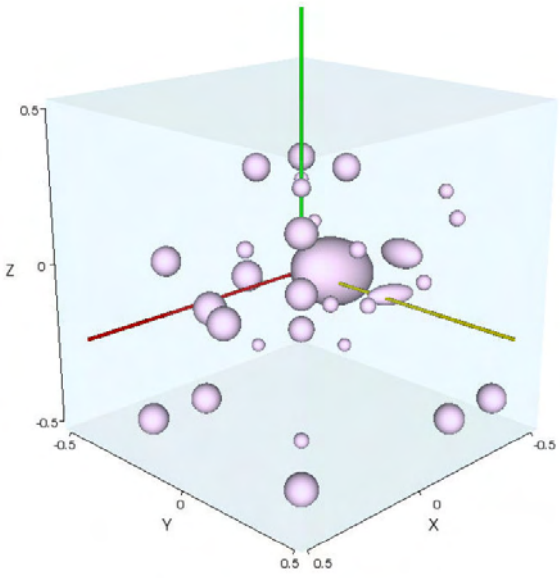
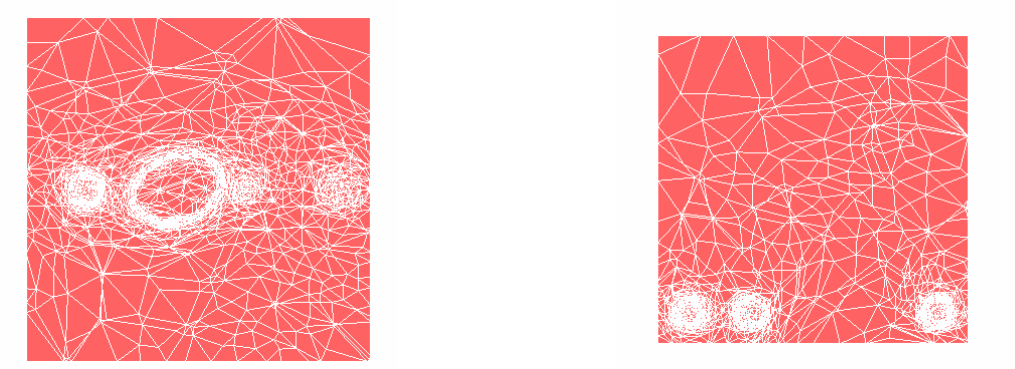



**Figure 5.34 : Représentation des particules dans le VER adimensionnel**

Le résultat du maillage est un premier fichier de points pour l'ensemble du VER, et un fichier de points pour chaque particule. On peut alors, à travers une modification du code source de Forge 3, appliquer des propriétés différentes à chacune des zones ainsi créées. Le maillage, anisotrope s'adapte à la morphologie inclusionnaire (Figure 5.35).



Coupe // zx point 0 0.1 0 Coupe // zx point 0 0.4 0

**Figure 5.35 : Maillage anisotrope du VER**

Nous avons choisi, encore une fois arbitrairement, de considérer que les particules et la matrice suivaient une loi élasto-viscoplastique dite EVP. La différence de comportement entre les particules plus dures et la matrice plus ductile est modélisée via une consistance et un module d'Young doublé pour les particules par rapport à la matrice.

Finalement, les lois utilisées sont des lois de Norton-Hoff dont on peut rappeler l'expression (Equation 5.25).

$$\sigma = K\left(\varepsilon_0 + \varepsilon\right)^n \dot{\varepsilon}^m \exp\left(\frac{\beta}{T}\right)$$

**Equation 5.25**

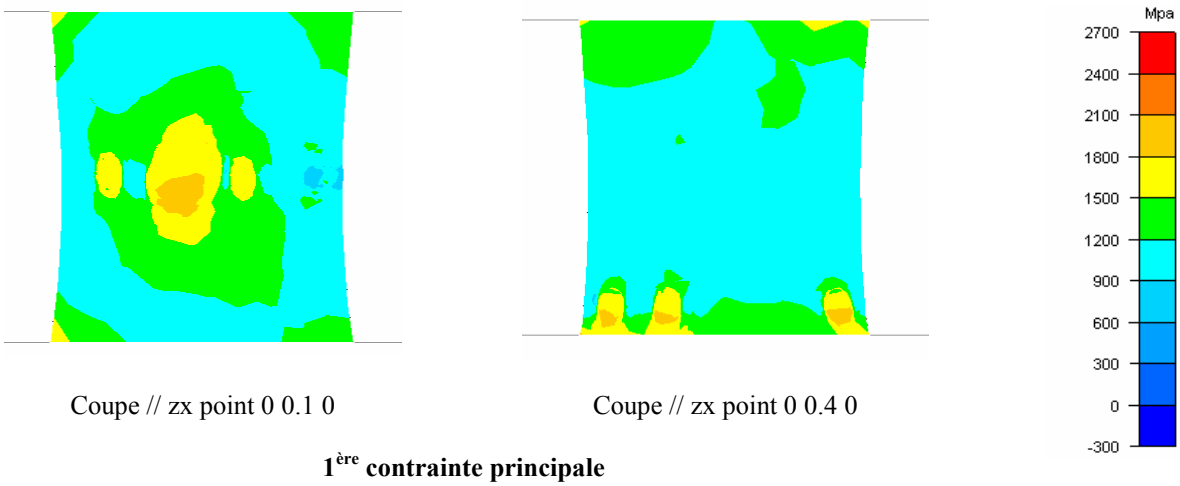
5 paramètres $K\left(MPa.s^m\right)$, $\varepsilon_0$, $n$, $m$, $\beta(K)$

Les paramètres de la matrice et des inclusions sont donnés ci-après (Tableau 5.2). On donne un intervalle de confiance pour les paramètres des inclusions et le logiciel va affecter à chaque inclusion une valeur aléatoire dans cet intervalle.

| | Matrice | Inclusion |
|---|---|---|
| $K\left(MPa.s^m\right)$ | 510,3 | 1010-1030 |
| $\varepsilon_0$ | $1x10^{-5}$ | 0 |
| $n$ | 0,155 | 0,15-0,16 |
| $m$ | $5,17x10^{-3}$ | 0 |
| $\beta(K)$ | 132 | 131-132 |
| $E(GPa)$ | 210 | 410-430 |
| $\upsilon$ | 0,3 | 0,29-0,30 |

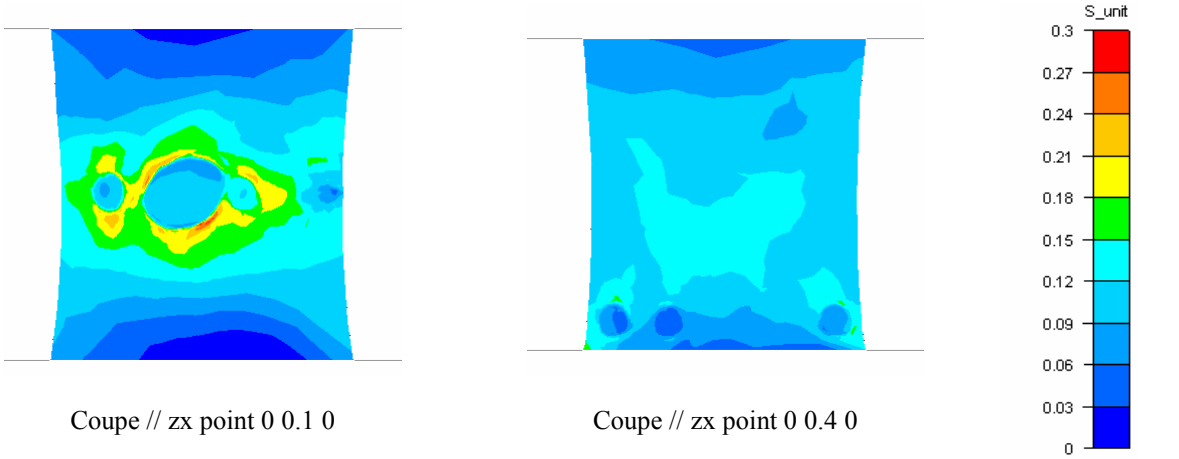
**Tableau 5.2 : Rhéologie de la matrice et des inclusions**

Nous avons testé le comportement du VER ainsi modélisé en traction et en cisaillement (Figure 5.36 et Figure 5.37).




Coupe // zx point 0 0.1 0 Coupe // zx point 0 0.4 0

**1ère contrainte principale**



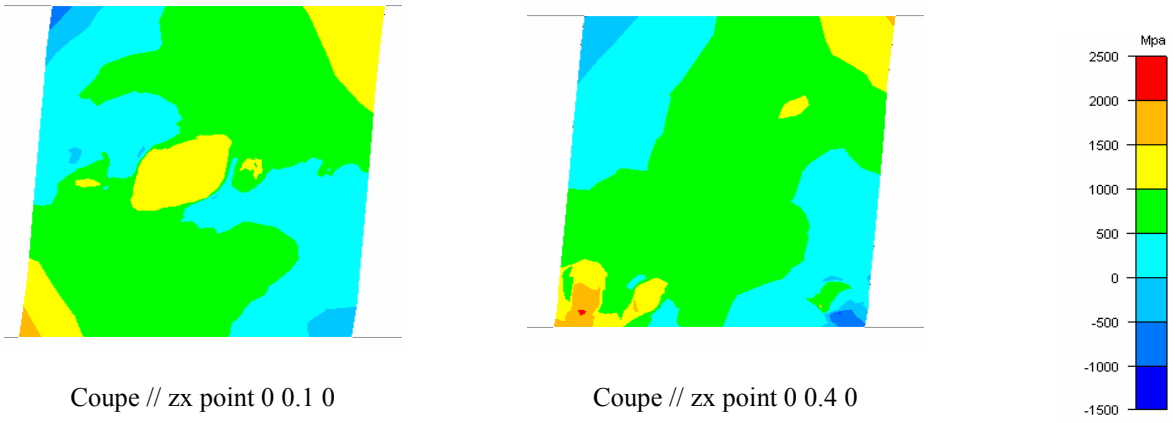

Coupe // zx point 0 0.1 0 Coupe // zx point 0 0.4 0

**Déformation équivalente**

**Figure 5.36 : Simulation de la traction du VER adimensionnel**

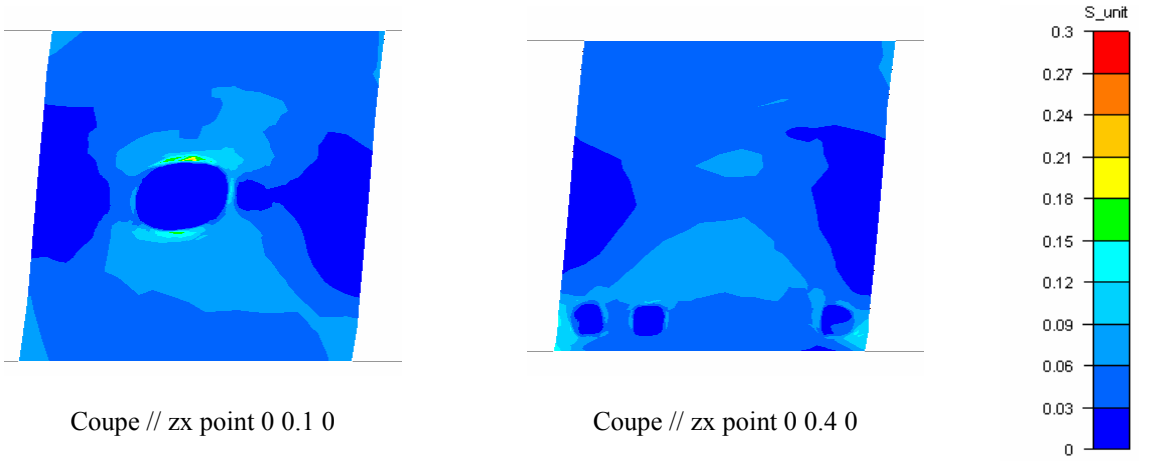
Les niveaux moyens de contraintes dépendent de la sollicitation appliquée. L'amplitude des gradients de contraintes dépend de la différence de comportement entre particules et matrice. Cependant, dans chaque cas, on met en évidence une concentration de la contrainte appliquée autour des particules, mais également des bandes de concentration de contraintes entre les particules. La déformation est localisée sur les mêmes zones. Via la simulation numérique, on peut donc remonter à la cause de l'endommagement ductile.

Digimicro permet de tester d'autres configurations avec par exemple des morphologies d'inclusions variées.




Coupe // zx point 0 0.1 0 Coupe // zx point 0 0.4 0

**1ère contrainte principale**




Coupe // zx point 0 0.1 0 Coupe // zx point 0 0.4 0

**Déformation équivalente**

**Figure 5.37 : Simulation du cisaillement du VER adimensionnel**

La simulation microscopique de l'endommagement est en devenir. Pour aller plus loin dans la précision des calculs, il faudrait tout d'abord collecter des données rhéologiques pour la matrice seule, pour les particules seules et des caractéristiques pour les interfaces matrice particules et les joints de grains. Ensuite, il serait nécessaire de cumuler les effets d'une structure granulaire anisotrope avec la présence de particules.

## 5.5- Essai de mise en forme à froid de soupape

Il apparaît à présent indispensable de pouvoir caractériser la ductilité de nos matériaux via des essais de mise en forme à froid de soupapes. La question de la collaboration avec le client final et de sa collaboration pour des essais de mise en forme à froid de soupapes est très complexe. Devant l'impossibilité de faire des essais sur un site industriel dans un délai raisonnable, il nous est apparu nécessaire d'avoir à disposition un outil de mise en forme à froid de soupapes en laboratoire.

5.5.1.1- Principe

Ne disposant pas des ressources nécessaires au développement d'un outillage industriel, nous avons choisi de simplifier la gamme de fabrication. Nous avons considéré une gamme en deux opérations : filage de la tige et refoulage de la tête.

Nous disposons, dans le laboratoire du Cemef, d'une machine d'essais DARTEC de capacité 30 tonnes. Au vu des résultats présentés au chapitre 5.4.3, il apparaît nécessaire de travailler à échelle réduite, par exemple à échelle 1/2.

Le principe de l'outillage est donné en Figure 5.38. La pièce 1 permet de relier l'outillage supérieur à la mâchoire supérieure de la machine d'essais et d'en assurer le centrage. La pièce 2 permet de brider le poinçon (pièce 3 ou 4) sur la pièce 1. Les matrices (pièce 5 ou 6) sont déposées sur la pièce 7 qui assure le dégagement de la pièce en sortie de matrice. Les plans de détails des pièces 1 à 7 sont donnés de la Figure 5.39 à la Figure 5.45.

La pression exercée sur les outillages peut atteindre 3000 MPa. C'est un paramètre important à prendre en compte lors du choix des matériaux constituant l'outillage. Nous avons choisi, parmi les matériaux à notre disposition, un carbure de tungstène donné pour résister à 5000 MPa en compression. Les outillages en carbure de tungstène sont obtenus par frittage de poudre et sont fournis par la société Mouton.

A défaut de phosphatation ou d'oxalation des lopins, la lubrification a été réalisée à l'aide d'une huile type vaseline à viscosité faible.

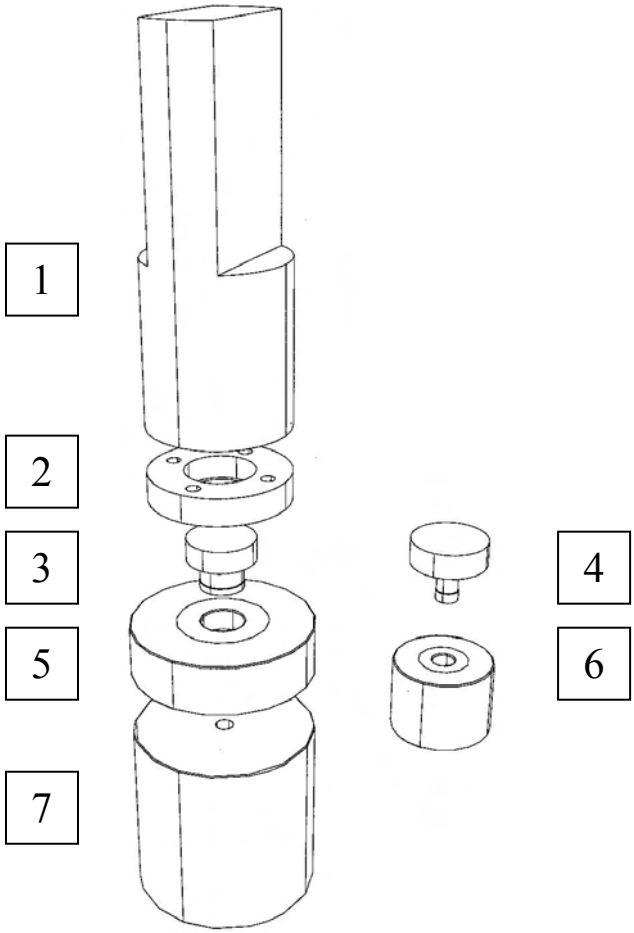



**Figure 5.38 : Principe de l'outillage**

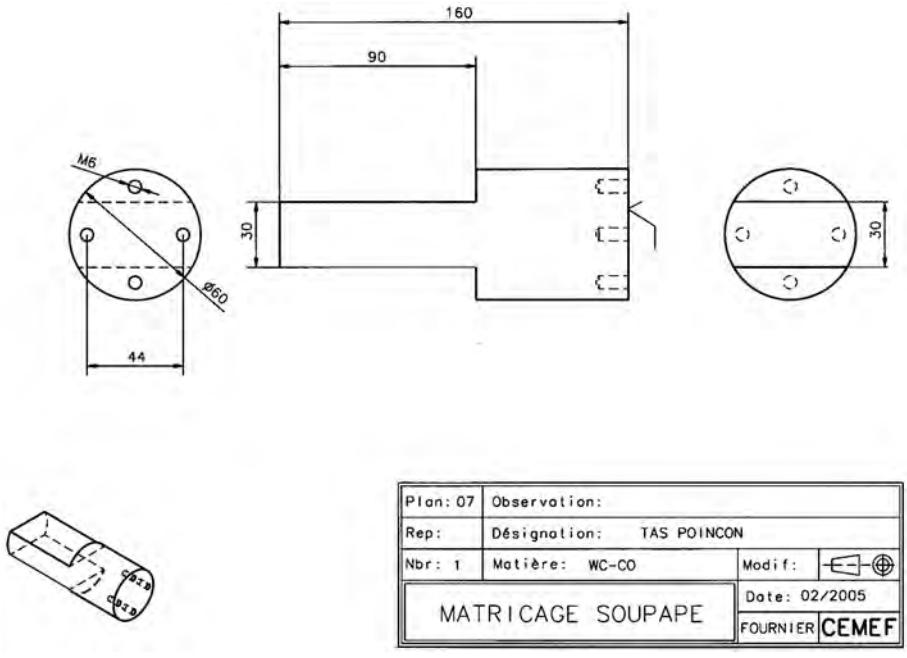



**Figure 5.39 : Plan de détail de la pièce 1**

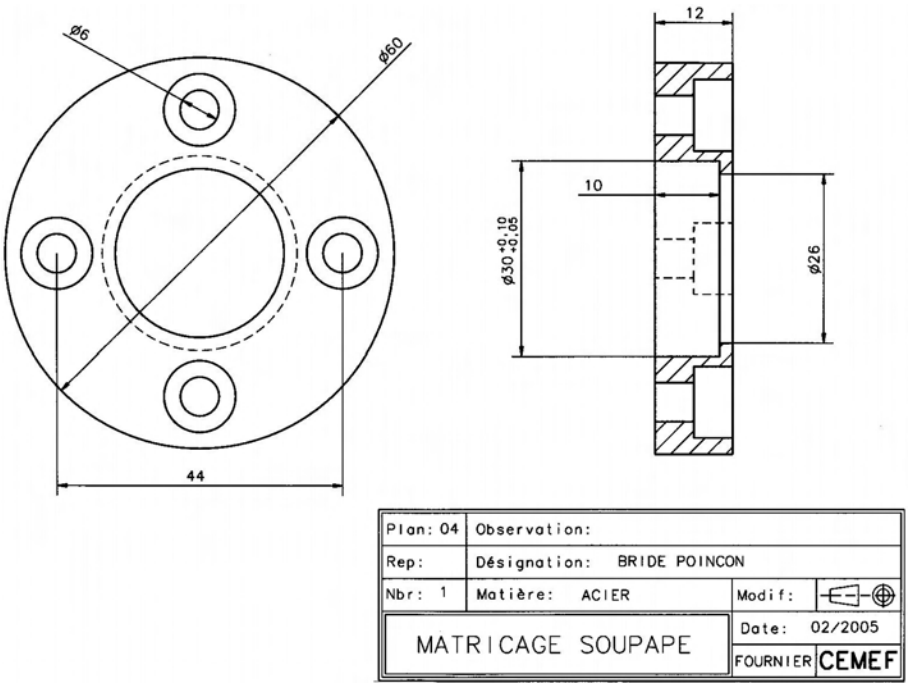



**Figure 5.40 : Plan de détail de la pièce 2**

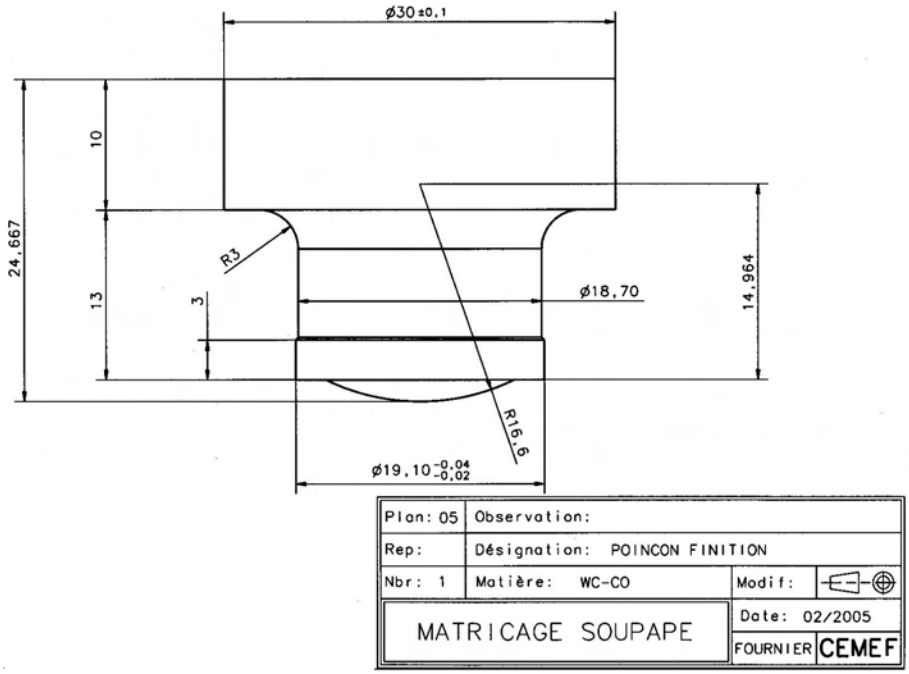



**Figure 5.41 : Plan de détail de la pièce 3**

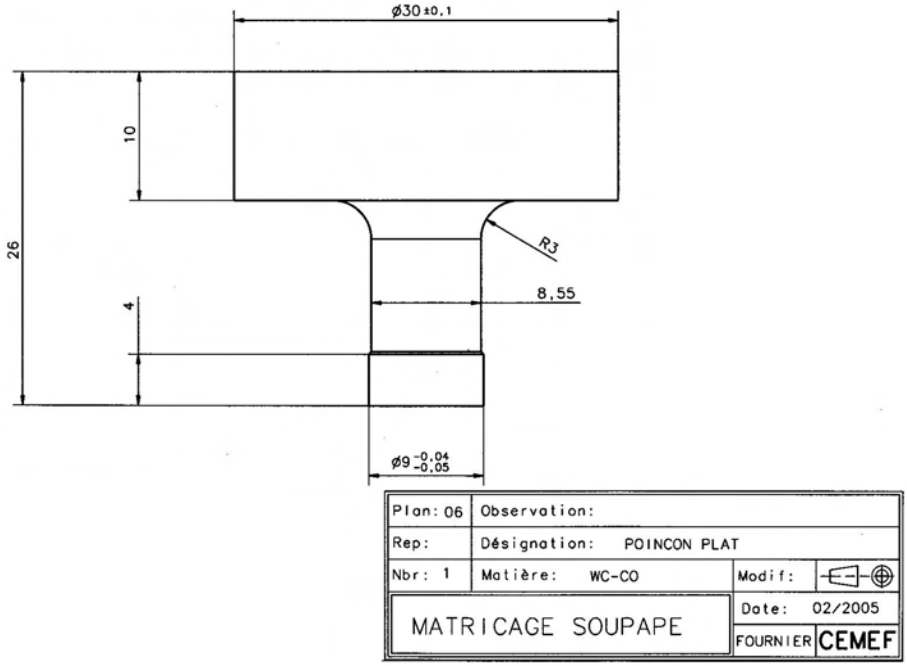



**Figure 5.42 : Plan de détail de la pièce 4**

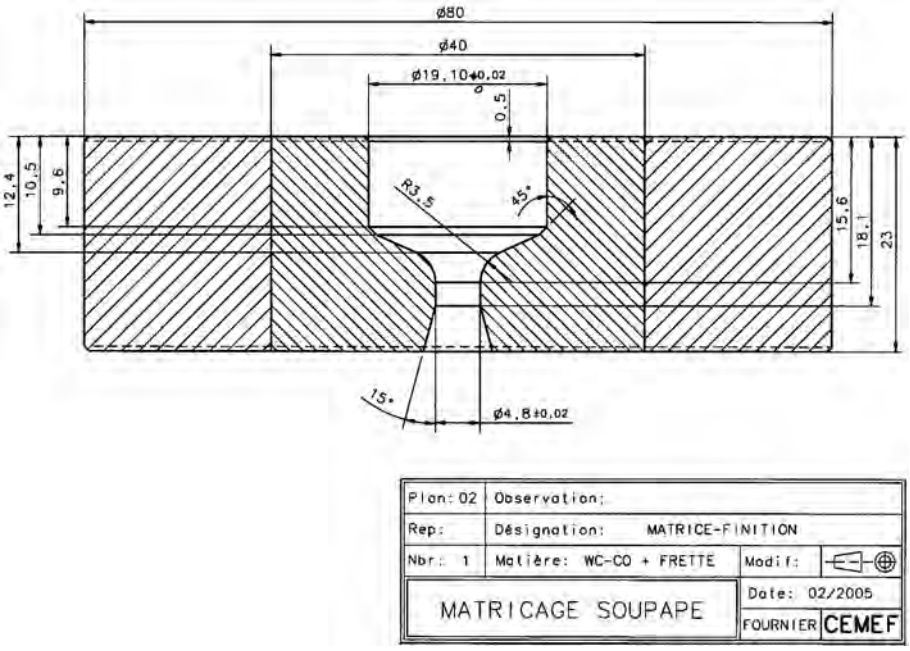



**Figure 5.43 : Plan de détail de la pièce 5**

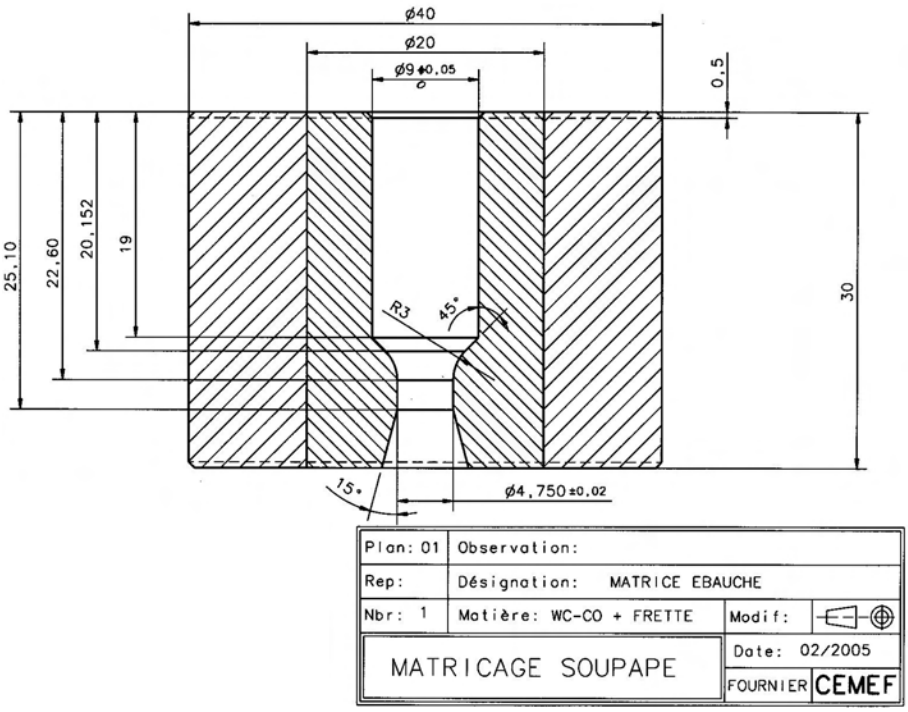



**Figure 5.44 : Plan de détail de la pièce 6**

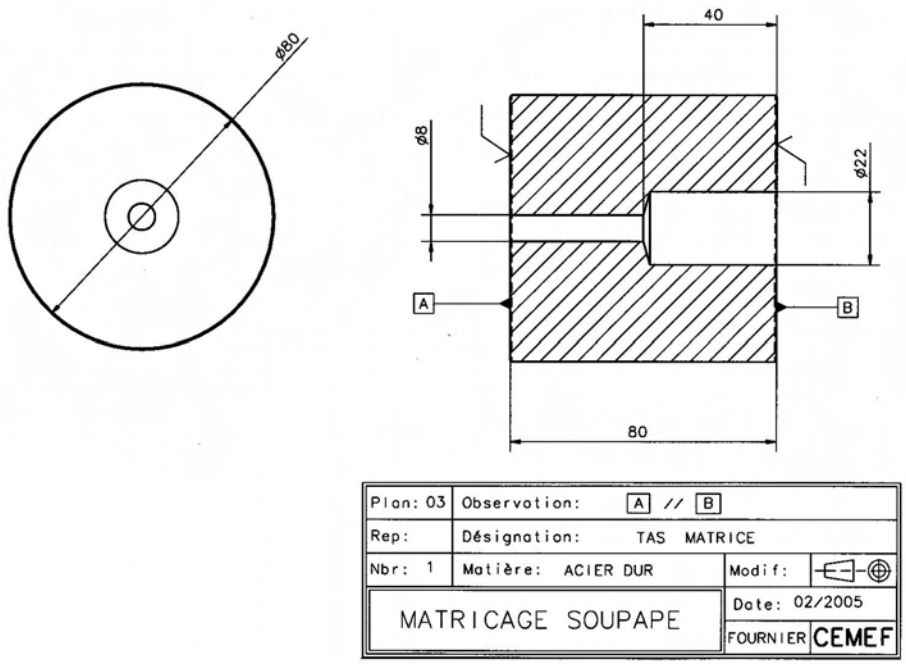



**Figure 5.45 : Plan de détail de la pièce 7**

5.5.1.2- Résultats

Cet outillage nous a permis de mettre en forme des mini-soupapes. La gamme est présentée ci-dessous (Figure 5.46).



**Figure 5.46 : Gamme de mise en forme de soupapes en laboratoire**

L'outillage d'ébauche n'a pas résisté à l'essai. Nous pouvons donc seulement présenter les deux échantillons de gauche sur lesquels aucun endommagement n'a été détecté. La gamme de finition, illustrée par les cinq échantillons de droite ne présente pas non plus d'endommagement.

Une fois la mise en forme à froid réalisée, la mini-soupape a subi un revenu à 750 °C d'une durée de 16 heures. Un relevé des duretés a ensuite été réalisé à la fois sur la tige et sur la tête de la soupape (cf. Figure 5.47).

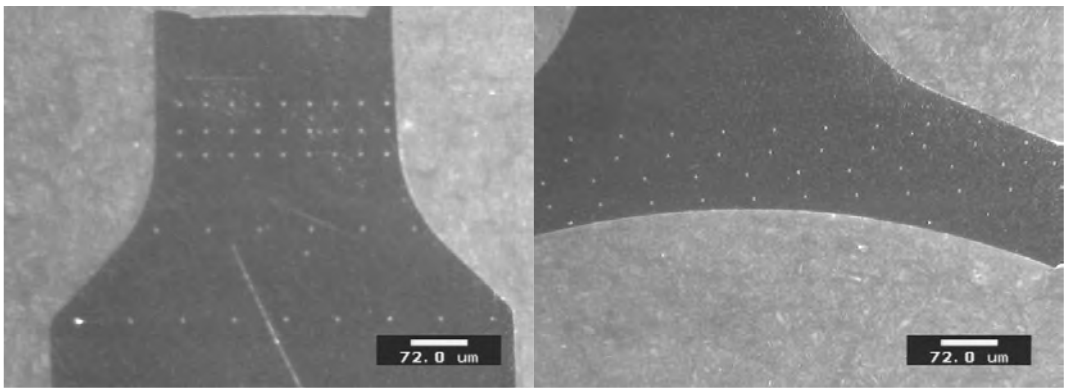



**Figure 5.47 : Visualisation des mesures de dureté sur la tige et la tête de la mini soupape**

Les duretés dans la tige filée sont de l'ordre de 385 HV +/- 10. Les duretés dans la tête sont de l'ordre de 380 HV +/- 15, soit une augmentation de 200 HV environ par rapport à un état initial non écroui et non traité. Ce résultat est en accord avec les résultats présentés au paragraphe 4.3.4.1.

5.5.1.3- Commentaires

L'étude complète de la mise en forme industrielle de soupapes n'a pas été effectuée car le client forgeron de Cogne n'est pas intervenu dans le processus de validation de notre solution.

Cette étude permet malgré tout de donner des arguments pour la poursuite du développement de la mise en forme à froid de soupapes en superalliage base fer type SF286 :

- la ductilité à froid satisfait aux exigences du procédé ;
- l'alliage SF286 peut être dopé pour atteindre des caractéristiques plus élevées via des ajouts d'aluminium et de niobium ; ces éléments n'altèrent pas la ductilité à froid de l'alliage ;
- le prix de cet alliage s'inscrit comme un compromis entre les nuances d'acier inoxydables type VA 61 utilisées aujourd'hui et les superalliages base nickel utilisé pour des applications spéciales.

Reste toutefois à valider les caractéristiques en service des soupapes ainsi obtenues par des mesures de dureté à chaud, des essais de fatigue…

## 5.6- Bibliographie

**[BOS$_1$] BOSTBARGE, G., FAURE, H., GOBARD, Y.** *Forgeage à froid de l'acier - Choix de l'acier et procédés.* Paris : Techniques de l'Ingénieur, traité M3085, 20 p.

**[BOS$_2$] BOSTBARGE, G., FAURE, H., GOBARD, Y.** *Forgeage à froid de l'acier - Gamme de forgeage et pièces extrudées.* Paris : Techniques de l'Ingénieur, traité M3086, 18 p.

**[MON] MONTHEILLET, F., BRIOTTET, L.** *Endommagement et ductilité en mise en forme.* Paris : Techniques de l'Ingénieur, traité M601, 14 p.

**[BOU] BOURGEON, L.** *Modélisation numérique de l'endommagement en forge à froid - Mémoire d'avancement de recherche.* Sophia-Antipolis : Centre de Mise en Forme des Matériaux, 23 p. 2005.

**[MAS] MASSE, T.** *Mécanismes et modèles d'endommagement : effet du fibrage et de l'anisotropie – Mémoire bibliographique.* Sophia-Antipolis : Centre de Mise en Forme des Matériaux, 25p. 2007.

**[LEM] LEMAITRE, J., CHABOCHE, J.L.** *Mécanique des matériaux solides 2$^{ème}$ édition.* Editions Dunod. 390-403. 1985.

**[MAR] MARIAGE, J.F.** *Simulation numérique de l'endommagement ductile en formage de pièces massives – Thèse de Doctorat.* Université Technologique de Troyes. 2003.

# Conclusion et perspectives

Notre étude bibliographique nous a permis de recenser différents types d'alliage utilisés pour l'application soupapes d'échappement. L'acier inoxydable austénitique durci par précipitation du type 21-4N est aujourd'hui le matériau le plus couramment employé : il allie bonne résistance à la corrosion et propriétés en service satisfaisantes jusqu'à des températures de travail de 700 °C. Les superalliages Nimonic 80A ou Inconel 751 sont utilisés dans des niches où le coût est secondaire par rapport à la qualité du produit : ces alliages ont une résistance à la corrosion et des propriétés en service accrues jusqu'à des températures de 800 °C. Enfin, les superalliages base fer ou base fer-nickel constituent un compromis intéressant. Nous nous sommes plus particulièrement orientés vers ce type d'alliage dans notre étude.

La caractérisation des nuances actuelles, type acier austénitique VA34, VA61 ou VA66, a montré la faible ductilité des nuances d'acier à soupapes actuelles. Un traitement de mise en solution poussé permet d'accroître cette ductilité mais provoque, au-delà d'une température critique évaluée à 1140 °C, un grossissement exagéré du grain austénitique. Le superalliage base fer SF286 présente une ductilité satisfaisant aux conditions de la mise en forme à froid de soupapes. Deux pistes ont alors émergées : doper, par des ajouts d'éléments chimiques, la ductilité des nuances actuelles type VA61 et les caractéristiques mécaniques du superalliage base fer SF286, en retrait par rapport aux nuances à soupapes classiques.

Nous avons alors, à l'aide d'un système de fusion acquis récemment par le CEMEF, testé différents alliages dérivés des nuances VA61 et SF286. Il est apparu très tôt que les nuances développées autour de la composition chimique du VA61 ne donnaient pas satisfaction. Nous nous sommes donc concentrés sur les nuances type SF286 et avons réussi à doper les caractéristiques mécaniques de ce superalliage à des niveaux pouvant satisfaire les exigences de l'application soupapes d'échappement. Nous pourrions bine sûr pousser plus loin nos investigations, et avancer plusieurs idées d'actions permettant de compléter notre étude :

- Une coulée industrielle ainsi qu'une transformation par laminage de l'alliage de SF286 dopé est essentielle pour pouvoir valider nos premières conclusions.

- Une fois le matériau sain obtenu, nous pourrons définir une campagne de caractérisation complète permettant à la fois de valider la bonne ductilité observée ainsi que les propriétés en service de l'alliage, domaine que nous avons seulement dégrossi via nos mesures de dureté à froid.

- Une fois ces essais en laboratoire réalisés, nous pourrons envisager de tester ce matériau de manière industrielle via la mise en forme à froid de soupapes et à leur caractérisation sur des bancs d'essais industriels.

Dans la dernière partie de cette thèse, nous avons montré l'utilité de la simulation numérique dans la mise au point du procédé de forgeage à froid de soupapes. Nous nous sommes plus particulièrement employés à montrer l'influence des différents paramètres étudiés sur le risque d'endommagement ductile du matériau. Nous avons enfin, à l'aide des dernières avancées numériques dans la simulation à l'échelle microscopique, mis en évidence des concentrations de contrainte et une localisation de la déformation à la périphérie des particules et entre les différentes particules, révélant ainsi la source de l'endommagement ductile. Pour aller plus loin dans ces analyses, un certain nombre de développements restent à mener :

- la caractérisation du comportement de la matrice et des inclusions ainsi que de l'interface entre l'une et les autres ;
- la prise en compte de l'effet de la structure granulaire ;
- le développement d'un module de remaillage permettant de suivre l'évolution du VER en grandes déformations.

Ces modèles numériques seraient alors utilisables pour relier, de façon explicite, les caractéristiques topologiques et micro-mécaniques de la microstructure et la formabilité de différents alliages au cours de grandes déformations, et pour des chemins de déformation complexes. Voici une aide possible, également, à la définition de microstructures et d'alliages plus propices à la mise en forme à froid. Mais restera encore à élaborer réellement ces microstructures ! Et on voit bien l'étendue de la tâche à mener au niveau expérimental, tant pour la coulée et la transformation, que pour les caractérisations métallurgiques et mécaniques très fines des alliages ainsi développés.

# Résumé

Une soupape est une pièce complexe, aujourd'hui obtenue par mise en forme à chaud à partir d'une barre ou d'un fil. Dans un contexte concurrentiel de plus en plus sévère, les industriels du domaine sont à la recherche de la moindre économie. Ce travail de recherche à permis d'étudier la faisabilité de la mise en forme à froid de soupapes d'échappement. Deux objectifs à ce nouveau procédé : une économie d'énergie thermique conséquente et un état de livraison *near net shape*. Deux obstacles à surmonter : une ductilité de la matière limitée et une sollicitation mécanique des outillages plus importante.

Les soupapes d'échappement courantes sont en acier inoxydable austénitique, mais certaines applications niches ont amené à utiliser des superalliages base nickel à plus hautes caractéristiques, dont le coût matière reste cependant trop élevé pour se démocratiser. Entre les deux se situent les superalliages base fer aux caractéristiques et au coût matière intermédiaires.

L'exposé débutera par un bref rappel des enjeux du projet et de une présentation de l'état de l'art. A partir de la caractérisation des nuances existantes, de nouvelles nuances ont été développées et obtenues via le plateau de fusion et coulée *C3P* du Cemef. Les essais menés sur ces nouvelles nuances ont mis en évidence la possibilité d'obtenir des soupapes mises en forme à froid.

En parallèle, l'étude du procédé de mise en forme a permis de mettre en évidence les risques d'apparition de rupture, et d'étudier l'influence des paramètres du procédé sur les risques d'apparition de rupture. Une simulation à l'échelle micro a enfin permis de mettre en évidence la source de la rupture ductile.