



HAL
open science

Optimisation microstructurale d'un alliage d'aluminium à hautes performances mécaniques par utilisation du procédé CobaPress™

Mamadou Balde

► **To cite this version:**

Mamadou Balde. Optimisation microstructurale d'un alliage d'aluminium à hautes performances mécaniques par utilisation du procédé CobaPress™. Autre. Université de Lyon, 2017. Français. NNT: 2017LYSEM041 . tel-03934620

HAL Id: tel-03934620

<https://theses.hal.science/tel-03934620v1>

Submitted on 11 Jan 2023

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.



N°d'ordre NNT : 2017 LYSEM 041

THESE de DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE LYON

Opérée au sein de

L'Ecole des Mines de Saint-Etienne

**Ecole Doctorale N° 488
Sciences, Ingénierie, Santé**

Spécialité de doctorat :

Discipline : Sciences et Génie des Matériaux

Soutenue publiquement le 14/12/2017, par :

Mamadou Loïc BALDE

Optimisation microstructurale d'un alliage d'aluminium à Hautes Performances Mécaniques en utilisant le Procédé CobaPress™

Devant le jury composé de :

Présidente:	SIMAR Aude	Professeure, Université Catholique de Louvain
Rapporteurs:	CORET Michel	Professeur, Ecole Centrale de Nantes
	AVETTAND-FENOEL Marie-Noëlle	Maître de conférences, Université Lille 1
Encadrants		
Industriels:	BOUVIER Véronique	Responsable RID, Saint-Jean Industries
	PERRIER Frédéric	Ingénieur RID, Saint-Jean Industries
Directeur de thèse:	DESRAYAUD Christophe	Professeur, ENSM-SE

Spécialités doctorales	Responsables :	Spécialités doctorales	Responsables
SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX	K. Wolski Directeur de recherche	MATHEMATIQUES APPLIQUEES	O. Roustant, Maître-assistant
MECANIQUE ET INGENIERIE	S. Drapier, professeur	INFORMATIQUE	O. Boisier, Professeur
GENIE DES PROCEDES	F. Gruy, Maître de recherche	SCIENCES DES IMAGES ET DES FORMES	JC. Pinoli, Professeur
SCIENCES DE LA TERRE	B. Guy, Directeur de recherche	GENIE INDUSTRIEL	X. Delorme, Maître assistant
SCIENCES ET GENIE DEL 'ENVIRONNEMENT	D. Graillot, Directeur de recherche	MICROELECTRONIQUE	Ph. Lalevée, Professeur

EMSE : Enseignants-chercheurs et chercheurs autorisés à diriger des thèses de doctorat (titulaires d'un doctorat d'État ou d'une HDR)

ABSI	Nabil	CR	Génie industriel	CMP
AUGUSTO	Vincent	CR	Image, Vision, Signal	CIS
AVRIL	Stéphane	PR2	Mécanique et ingénierie	CIS
BADEL	Pierre	MA(MDC)	Mécanique et ingénierie	CIS
BALBO	Flavien	PR2	Informatique	FAYOL
BASSEREAU	Jean-François	PR	Sciences et génie des matériaux	SMS
BATTON-HUBERT	Mireille	PR2	Sciences et génie de l'environnement	FAYOL
BEIGBEDER	Michel	MA(MDC)	Informatique	FAYOL
BLAYAC	Sylvain	MA(MDC)	Microélectronique	CMP
BOISSIER	Olivier	PR1	Informatique	FAYOL
BONNEFOY	Olivier	MA(MDC)	Génie des Procédés	SPIN
BORBELY	Andras	MR(DR2)	Sciences et génie des matériaux	SMS
BOUCHER	Xavier	PR2	Génie Industriel	FAYOL
BRODHAG	Christian	DR	Sciences et génie de l'environnement	FAYOL
BRUCHON	Julien	MA(MDC)	Mécanique et ingénierie	SMS
CAMEIRAO	Ana	MA(MDC)	Génie des Procédés	SPIN
CHRISTIE	Frédéric	PR	Science et génie des matériaux	SMS
DAUZERE-PERES	Stéphane	PR1	Génie Industriel	CMP
DEBAYLE	Johan	MR	Sciences des Images et des Formes	SPIN
DEGEORGE	Jean-Michel	MA(MDC)	Génie industriel	Fayol
DELAFOSSÉ	David	PR0	Sciences et génie des matériaux	SMS
DELORME	Xavier	MA(MDC)	Génie industriel	FAYOL
DESRAYAUD	Christophe	PR1	Mécanique et ingénierie	SMS
DJENZIAN	Thierry	PR	Science et génie des matériaux	CMP
DOUCE	Sandrine	PR2	Sciences de gestion	FAYOL
DRAPIER	Sylvain	PR1	Mécanique et ingénierie	SMS
FAUCHEU	Jenny	MA(MDC)	Sciences et génie des matériaux	SMS
FAVERGEON	Loïc	CR	Génie des Procédés	SPIN
FEILLET	Dominique	PR1	Génie Industriel	CMP
FOREST	Valérie	MA(MDC)	Génie des Procédés	CIS
FRACZKIEWICZ	Anna	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
GARCIA	Daniel	MR(DR2)	Sciences de la Terre	SPIN
GAVET	Yann	MA(MDC)	Sciences des Images et des Formes	SPIN
GERINGER	Jean	MA(MDC)	Sciences et génie des matériaux	CIS
GOEURJOT	Dominique	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
GONDRAN	Natacha	MA(MDC)	Sciences et génie de l'environnement	FAYOL
GONZALEZ-FELIU	Jesus	MA(MDC)	Sciences économiques	FAYOL
GRAILLOT	Didier	DR	Sciences et génie de l'environnement	SPIN
GROSSEAU	Philippe	DR	Génie des Procédés	SPIN
GRUY	Frédéric	PR1	Génie des Procédés	SPIN
GUY	Bernard	DR	Sciences de la Terre	SPIN
HAN	Woo-Suck	MR	Mécanique et ingénierie	SMS
HERRI	Jean Michel	PR1	Génie des Procédés	SPIN
KERMOUCHE	Guillaume	PR2	Mécanique et Ingénierie	SMS
KLOCKER	Helmut	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
LAFOREST	Valérie	MR(DR2)	Sciences et génie de l'environnement	FAYOL
LERICHE	Rodolphe	CR	Mécanique et ingénierie	FAYOL
MALLIARAS	Georges	PR1	Microélectronique	CMP
MOLIMARD	Jérôme	PR2	Mécanique et ingénierie	CIS
MOUTTE	Jacques	CR	Génie des Procédés	SPIN
NEUBERT	Gilles			FAYOL
NIKOLOVSKI	Jean-Pierre	Ingénieur de recherche	Mécanique et ingénierie	CMP
NORTIER	Patrice	PR1	Génie des Procédés	SPIN
O CONNOR	Rodney Philip	MA(MDC)	Microélectronique	CMP
OWENS	Rosin	MA(MDC)	Microélectronique	CMP
PERES	Véronique	MR	Génie des Procédés	CMP
PICARD	Gauthier	MA(MDC)	Informatique	FAYOL
PIJOLAT	Christophe	PR0	Génie des Procédés	SPIN
PINOLI	Jean Charles	PR0	Sciences des Images et des Formes	SPIN
POURCHEZ	Jérémy	MR	Génie des Procédés	CIS
ROUSSY	Agnès	MA(MDC)	Microélectronique	CMP
ROUSTANT	Olivier	MA(MDC)	Mathématiques appliquées	FAYOL
SANAUR	Sébastien	MA(MDC)	Microélectronique	CMP
STOLARZ	Jacques	CR	Sciences et génie des matériaux	SMS
TRIA	Assia	Ingénieur de recherche	Microélectronique	CMP
VALDIVIESO	François	PR2	Sciences et génie des matériaux	SMS
VIRICELLE	Jean Paul	DR	Génie des Procédés	SPIN
WOLSKI	Krzysztof	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
XIE	Xiaolan	PR0	Génie industriel	CIS
YUGMA	Gallian	CR	Génie industriel	CMP

Remerciements

Je remercie dans un premier temps Christophe Desrayaud, mon directeur de thèse, qui a su toujours m'aiguiller et me conseiller dans les moments de doutes. Ses qualités professionnelles et humaines auront vraiment contribué à la réussite de ma thèse. J'ai également apprécié nos discussions cinéma lors de nos trajets en voiture ou du repas de midi qui se passaient toujours dans la joie et la bonne humeur.

Je souhaiterais aussi remercier mes encadrants industriels Véronique Bouvier et Frédéric Perrier pour m'avoir fait découvrir Saint-Jean Industries, son fonctionnement et ses valeurs.

Le reste de l'équipe RID avec notamment Pierre-Loup, Etienne et Hichem garants de la bonne humeur dans notre bureau.

Le bureau d'étude m'a aussi assisté techniquement. Leur savoir-faire et leur expérience m'ont initié à la forge, à la fonderie ainsi qu'au calcul numérique. Lionel, Olivier et Matthieu m'ont souvent orienté et donné des résultats de calculs quand il le fallait.

Je souhaite également remercier les personnes du laboratoire et de l'atelier de la société qui contribuent régulièrement à nos travaux.

Beaucoup de gens m'ont aussi aidé et fait passer de bons moments à l'Ecole des Mines à commencer par les techniciens et techniciennes des essais mécaniques, de la microscopie et de la métallographie. J'ai passé beaucoup de temps dans ces laboratoires, ce qui permettait de rompre avec la monotonie du travail de bureau. Je remercie donc Pauline, Séverine, Claire, Henri, Sergio, Maryline, Gilles Blanc ainsi que Delphine, Olivier, Yoann et Max en Chimie.

Les personnes de l'atelier m'ont aussi très souvent aidé quand j'avais besoin de montages, d'éprouvettes ou de solutions techniques. Je remercie donc Gilles, Marc, André et Bernard.

Les doctorants du K4, du H3 et du centre SPIN m'ont permis de passer ces années de thèse dans la joie et la bonne humeur. J'aurai du mal à citer tout le monde vu le passage, le roulement et le temps que j'y ai passé. Je pense tout de même particulièrement à Matthieu mon ancien binôme d'école d'ingénieur, Michal aka « Miguel », Julia, Jessica, Elia, Lisa, Seb, Michella, Hao, Ayoub, Jihane, Zineb, Safa, Clément et Quentin....

Je remercie mes cobureaux Joris et Diego pour les discussions et l'ambiance de travail. Diego pour m'avoir fait connaître une partie culture Brésilienne et les fou-rires que l'on a partagé. Joris pour les fous rires que nous avons eus lors des moments les plus stressants. Antonis mon partenaire OL à toutes les occasions mais encore plus lors des matchs au stade. Cindy pour les super dessins et la bonne humeur made in Japan.

Je remercie également ma troupe de théâtre et les membres mon club de taekwondo pour leur soutien infailible apporté.

Ma famille et mes amis m'ont bien évidemment apporté leur soutien lors des moments de doutes. Je remercie donc Elisa, mon frère et mes amis de Paris, Bordeaux et Lyon pour leur aide. Pour finir, je tiens à remercier tout particulièrement ma mère qui a toujours cru en moi et en mes capacités, en qui j'ai pu puiser la force nécessaire pour pouvoir aller jusqu'au bout, puisse Dieu t'accorder une longue vie.

A mon père...

Plan de thèse

Chapitre I : Bibliographie	5
I.1 Les alliages d'aluminium	5
I.1.1 Présentation de l'aluminium et de ses propriétés	5
I.1.2 Les alliages d'aluminium	6
I.1.3 Alliages de fonderie.....	8
I.1.4 Etude et influence des principaux éléments d'ajout	10
I.2 Procédés d'élaboration des alliages d'aluminium	11
I.2.1 Récapitulatif des procédés de fonderie.....	12
I.2.2 Classification des procédés de mise en forme à chaud.....	13
I.3 Défauts de fonderie	14
I.3.1 Coulabilité	15
I.3.2 Retassures	16
I.3.3 Criques.....	18
I.3.4 Macroségrégation chimique	22
I.4 Durcissement des alliages d'aluminium.....	26
I.4.1 Germination de la phase primaire aluminium	26
I.4.2 Durcissement par solution solide et conséquences sur l'énergie de faute d'empilement..	28
I.4.3 Le durcissement structural.....	30
I.4.4 Le phénomène de coalescence.....	32
I.4.5 Mécanisme de durcissement.....	32
I.5 Influence du travail à chaud sur la microstructure	34
I.5.1 Restauration et écrouissage	34
I.5.2 Recristallisation dynamique des alliages d'aluminium	35
I.5.3 Influence de la vitesse de déformation sur la microstructure	36
I.6 Influence de la microstructure lors du traitement thermique.....	38
I.6.1 Mobilité des joints et sous-joints de grains durant le traitement thermique	38
I.6.2 Epinglage Zener aux joints de grains	41
I.6.3 Epinglage par orientations similaire aux joints de grains.....	45
I.7 Influence de la microstructure sur la durée de vie en fatigue (DDVF)	46
I.7.1 Influence des phases secondaires sur la DDVF.....	47
I.7.2 Influence de la taille des grains sur la DDVF.....	50
I.7.3 Mécanismes de fatigue	51
I.7.4 Relation tenue statique / propriétés cycliques	53

I.8	Influence d'autres facteurs sur la durée de vie en fatigue	54
I.8.1	Effet de la taille des porosités.....	54
I.8.2	Effet des oxydes	56
I.8.3	Surface et rugosité	56
I.9	Conclusion.....	57
Chapitre II : Protocole expérimental		59
II.1	Techniques de caractérisation.....	59
II.1.1	La microscopie optique	59
II.1.2	La microscopie électronique à balayage.....	60
II.1.3	La Tomographie à rayons X.....	61
II.2	Essais thermomécaniques	62
II.2.1	Essai de compression plane encastrée	62
II.2.2	Essai de torsion à chaud	65
II.3	Essais mécaniques en statique et cyclique.....	66
II.3.1	Essai de traction uniaxiale	66
II.3.2	Protocole pour l'essai de fatigue	67
II.4	Conclusion.....	68
Chapitre III : Détermination de la composition chimique de l'alliage HMP		69
III.1	Compositions chimiques test.....	69
III.1.1	Présentation du tableau des compositions chimiques test	69
III.1.2	Rappel des étapes du procédé CobaPress™	70
III.2	Résultats essais de traction	72
III.2.1	Déroulement de l'essai	72
III.2.2	Résultats	73
III.3	Caractérisation métallurgique.....	74
III.3.1	Caractérisation de la crique	74
III.3.2	Caractérisation de la coulabilité	76
III.4	Influence de la vitesse de solidification sur la microstructure.....	77
III.4.1	Utilisation d'une cage à thermocouples pour la détermination de la vitesse de solidification.....	77
III.4.2	Impact de la vitesse de solidification sur la microstructure.....	81
III.5	Modélisation thermodynamique.....	83
III.5.1	Diagramme de phases.....	83
III.5.2	Potentiel de Gibbs des phases secondaires	84
III.6	Conclusion.....	85

Chapitre IV : Comportement microstructural et rhéologique de l'alliage HMP au cours du procédé CobaPress™	86
IV.1 Introduction	86
IV.2 Simulation expérimentale du procédé CobaPress™ et Caractérisation mécaniques des échantillons après déformation à Chaud.....	86
IV.2.1 Comportement microstructural lors de la compression plane	86
IV.2.2 Résultats des essais de traction simple	90
IV.2.3 Résultats de simulation Thermocalc.....	92
IV.3 Analyse microstructurale des échantillons après compression plane	94
IV.3.1 Méthode utilisée pour mener l'analyse.....	94
IV.3.2 Utilisation de la technique EBSD pour l'analyse microstructurale du HMP	95
IV.3.3 Utilisation de la technique EBSD pour la détermination du mode de recristallisation .	98
IV.4 Modélisation thermomécanique du procédé.....	102
IV.4.1 Essais de torsion à chaud.....	102
IV.4.2 Energie d'activation et sensibilité à la vitesse de déformation.....	105
IV.5 Conclusion.....	113
Chapitre V : Etude de refermeture de défauts internes lors de l'étape de forge.....	114
V.1 Simulation numérique pour la refermeture de défauts internes lors du channel die.....	114
V.1.1 Modélisation de la pièce d'essai	114
V.1.2 Tests de convergence.....	118
V.1.3 Résultats	120
V.2 Analyse par tomographie X de la refermeture des défauts.....	122
V.2.1 Protocole d'étude.....	122
V.2.2 Résultats de l'étude.....	127
V.3 Conclusion.....	129
Chapitre VI : Approche de la tenue cyclique de l'alliage HMP	130
VI.1 Essais d'endurance sur dampfergabel	130
VI.1.1 Résultats des essais de fatigue en traction	133
VI.2 Influence de la microstructure sur l'amorçage des fissures.....	134
VI.2.1 Images macroscopiques.....	134
VI.2.2 Effet de peau sur la durée de vie en fatigue.....	138
VI.2.3 Caractérisation microstructurale de la zone d'amorce en peau	139
VI.2.4 Quelques éléments sur la propagation de la fissure.....	142
VI.3 Conclusion.....	145
Conclusion et perspectives	146
Annexe : Présentation de la méthodologie CalPhad.....	149

Bibliographie 151

Introduction

Cette thèse s'intéresse au développement d'un nouvel alliage hybride d'aluminium de coulée et de forge ayant de hautes propriétés mécaniques statiques et cycliques, l'objectif étant de définir et de déterminer les paramètres optimaux du procédé CobaPress™ qui permettront l'amélioration des propriétés mécaniques de cet alliage hybride. Au cours de ce travail, nous n'étudierons pas les phénomènes tribologiques et modes propres de vibrations qui sont également importants.

Dans un contexte d'allègement de structures dans l'industrie automobile, les alliages d'aluminium sont grandement utilisés (bloc cylindre, bras d'amortisseur, culasses...). Par exemple, des alliages d'aluminium type AU5GT ou AS7G03 présentent l'avantage d'avoir des propriétés mécaniques intéressantes tout en étant trois fois plus légers que la fonte utilisée traditionnellement, mais aussi résistant à la corrosion.

Le procédé CobaPress™ consiste en premier lieu au remplissage d'un moule par un alliage d'aluminium par coulée par gravité ou par coulée sous basse pression pour créer une préforme. Une fois la préforme créée, elle est préchauffée à haute température pour lui donner un comportement visco-plastique. La préforme est ensuite forgée à cette température et refroidie à l'air. La dernière étape consiste en un traitement thermique T6 afin d'induire un durcissement structural de l'alliage. Il est ainsi possible de réaliser des pièces du type liaison-sol (Figure 1).



Figure 1 : Localisation des pièces liaison au sol dans une voiture

En Figure 2, sont présentées les différentes étapes du procédé CobaPress™.

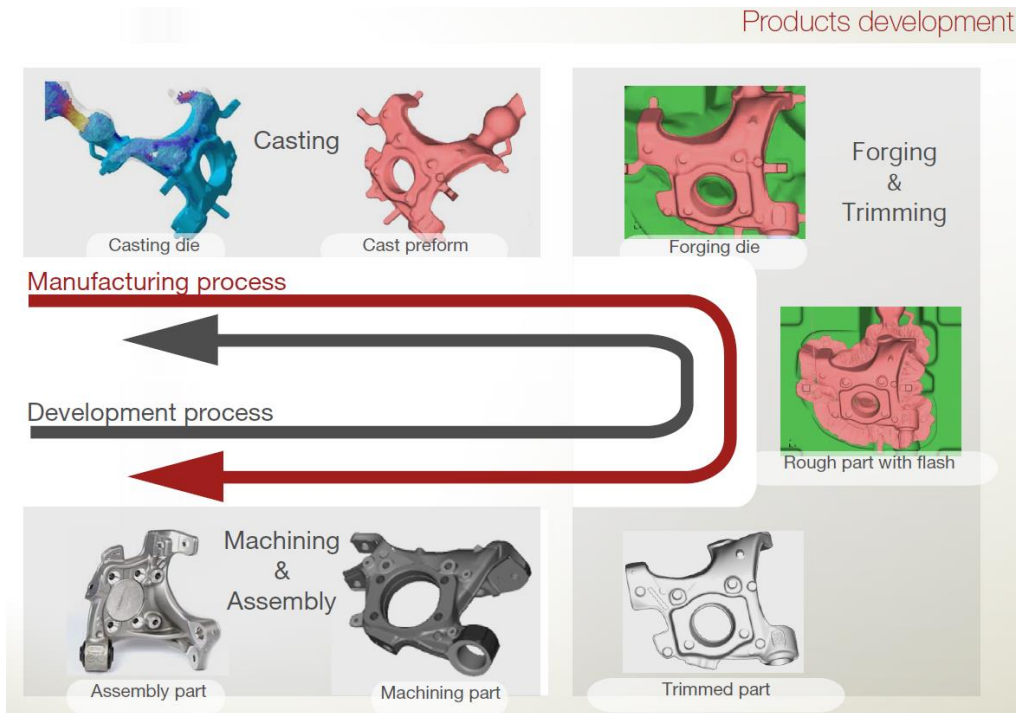


Figure 2: démarche conception et étapes du procédé CobaPress™

La flèche rouge représente les différentes étapes du procédé qui vont permettre l'élaboration de la pièce finale. L'amélioration des caractéristiques mécaniques doit tenir compte des dimensions finales recherchées. Il s'agit là d'aspects qui s'inscrivent dans une démarche de conception.

La démarche de conception commence par la pièce finale que l'on cherche à obtenir en termes de géométrie. Cette forme est déterminée grâce à un calcul réalisé par éléments finis pour créer une pièce répondant au cahier des charges du client. La démarche de fabrication va ensuite être remontée étape par étape avec notamment la fonderie et la forge qui font l'objet de simulations numériques afin d'obtenir des pièces sans défauts.

Au cours de cette thèse, 3 thèmes sont principalement abordés :

- La métallurgie au travers de la fonderie et de la forge
- La mécanique de rupture au travers des essais statiques et cycliques
- L'analyse microstructurale au travers de la technologie EBSD et la micrographie optique qui permettront d'interpréter l'amélioration des caractéristiques mécaniques

Contexte industriel

Saint-Jean Industries est un groupe innovant, implanté mondialement et spécialisé dans la conception et la fabrication de composants et sous-ensembles pour les marchés automobiles, poids lourd, motocycle, industries et aéronautique. Cette entreprise fondée en 1962 s'est développée grâce à l'innovation au travers du procédé CobaPress™. Il allie la fonderie à la forge et permet d'obtenir des pièces de formes complexes ayant de bonnes propriétés mécaniques à coûts compétitifs.

Présentation de la problématique

Cette étude s'inscrit dans une démarche de Saint-Jean Industries d'optimiser les propriétés mécaniques statiques et cycliques de leurs pièces (France Brevet n° EP0955113 A1, 1999). Une première thèse consistait à étudier les effets de la forge sur des alliages de coulée du type AS7G03 modifiés au strontium. Il a ainsi été compris le potentiel de la forge à pouvoir améliorer les propriétés mécaniques d'un alliage de coulée par le biais de la forge dont on ne modifiait pas la nature de l'alliage. Dans cette deuxième thèse, on souhaite faire évoluer l'alliage quitte à perdre un peu du potentiel de coulabilité mais pour regagner en propriété intrinsèque une fois la forge effectuée. Par ailleurs, la concurrence et la nécessité d'innovation du marché automobile pousse à la recherche de nouveaux alliages plus performants, et de ce fait les deux objectifs académiques et industriels se recoupent parfaitement dans la présente thèse.

L'objectif de cette thèse est donc :

Le développement d'un alliage d'aluminium pour l'élaboration de pièces automobiles via l'utilisation du procédé CobaPress™ aux caractéristiques générales compatibles avec la coulée et la forge, permettant un gain important au niveau des propriétés mécaniques par rapport aux nuances AS7G03.

Pour ce faire, nous commencerons par mener une recherche bibliographique sur la détermination des éléments chimiques d'ajout permettant l'augmentation des propriétés mécaniques. On doit néanmoins faire attention à l'étape de coulée pour que les défauts rémanents puissent être effacés par l'opération de forge.

A l'issue de cette recherche, une série de différentes compositions chimiques candidates pour l'alliage HMP vont être CobaPressées et leur propriétés mécaniques étudiées. Cette étude permettra de déterminer la composition chimique de l'alliage HMP.

Une fois la composition fixée une simulation expérimentale en laboratoire permet d'interpréter les bénéfices et limitations de la nouvelle nuance par des essais de compression plane encadrée (représentant le chemin thermomécanique du procédé CobaPress™). De plus, des analyses EBSD permettront de caractériser les phénomènes d'évolution microstructurale dont la restauration et la recristallisation statique et dynamique. Egalement, des essais de torsion à chaud seront réalisés afin d'étudier le comportement rhéologique et énergétique de l'alliage HMP à fort niveau de déformation ; cette étude sera menée comparativement aux résultats sur l'AS7G03.

Une approche couplée entre expérience et simulation permettra d'étudier les phénomènes de refermeture des défauts internes pour l'alliage HMP en implémentant la loi de comportement issue des essais rhéologiques, dans un logiciel de calcul éléments finis (ABAQUS). Ces résultats aideront à l'interprétation des analyses tomographiques d'échantillons pré et post forge.

Pour finir, des essais de fatigue seront menés sur l'alliage HMP afin de caractériser les zones d'amorçage et de propagation pour cet alliage, et de présenter les premières propriétés attendues en endurance, qui font partie des paramètres de dimensionnement dans le domaine automobile.

Le chapitre I dresse un bilan des connaissances actuelles sur l'impact des différents éléments chimiques d'addition sur les alliages d'aluminium et les paramètres influents sur les propriétés mécaniques.

Le chapitre II présente les différentes techniques utilisées ainsi que notre protocole expérimental.

Le chapitre III présente la campagne d'essais de coulée et d'essais mécaniques menés sur les compositions chimiques candidates pour l'alliage HMP.

A partir de la détermination de la composition chimique de l'alliage HMP au chapitre précédent, nous nous focaliserons dans ce chapitre IV sur le comportement microstructural de l'alliage HMP après déformation thermomécanique et traitement thermique.

Le chapitre V se focalisera lors de la forge sur l'étude de la refermeture des défauts du type retassure interne de coulée de l'alliage HMP.

Le chapitre VI relate les essais mécaniques cycliques réalisés où nous cherchons à déterminer les zones d'amorce de fissure au sein de l'alliage HMP.

Chapitre I : Bibliographie

L'objet de cette étude bibliographique porte sur un état de l'art à la fois sur les procédés, les alliages d'aluminium de fonderie et de forge, mais aussi sur les propriétés physico-chimiques associées. Certains aspects paraissant très théoriques sont abordés, mais toujours dans l'optique d'explicitier les paramètres importants intervenant dans notre étude. Le but consiste à mettre en évidence les paramètres intervenant dans l'élaboration et la mise en forme des alliages d'aluminium à la fois de fonderie et de forge. En effet, au cours de cette thèse nous cherchons à développer et à optimiser une microstructure afin d'en améliorer des propriétés mécaniques en statique et cyclique.

I.1 Les alliages d'aluminium

I.1.1 Présentation de l'aluminium et de ses propriétés

L'aluminium est le troisième élément de l'écorce terrestre après l'oxygène et le silicium, il s'agit du métal le plus abondant de l'écorce terrestre. Longtemps assimilé à un métal précieux, il est considéré dorénavant en tant que principal métal léger (densité à $2,70 \text{ g/cm}^3$) non ferreux industriel. Les propriétés physico-chimiques sont les suivantes (Mondolfo L.F., 1976):

Thermiques :

- Capacité thermique massique : $945 \text{ J/kg } ^\circ\text{C}$
- Conductivité thermique : $231 \text{ W/m } ^\circ\text{C}$

Electriques:

- Résistivité électrique (à $20 \text{ } ^\circ\text{C}$) : $2,8 \mu\Omega\text{cm}$
- Conductivité électrique : 62 \% IACS

Thermodynamiques:

- Point de fusion : 658°C
- Point d'ébullition : $2\ 056^\circ\text{C}$
- Coefficient de dilatation entre 20 et 300°C : $2.55.10^{-5}/^\circ\text{C}$

Mécaniques:

- Coefficient de Poisson : 0,35
- Charge à rupture: 90 MPa
- Limite d'élasticité: 40MPa
- Allongement (pourcentage) : 25 à 30%
- Densité : 2,70 g/cm³
- Module d'élasticité : 69 000 MPa

Ces propriétés peuvent être modifiées sensiblement grâce aux éléments d'alliages ainsi qu'au procédé de fabrication (élaboration / transformation). L'aluminium et ses alliages sont très utilisés dans l'industrie de la fonderie et de la forge automobile.

1.1.2 Les alliages d'aluminium

La combinaison de l'aluminium avec d'autres éléments chimiques permet la formation d'alliages qui sont utilisés pour l'obtention de pièces obtenues par différents procédés. L'aluminium se combine notamment avec des éléments chimiques tels que le silicium, le cuivre, le magnésium, le manganèse ou encore le zinc. En effet dans la littérature, les alliages d'aluminium portent le numéro XXXX, tel que (GARAT M., 2012):

- 1XXX qui correspond aux alliages essentiellement constitués de l'élément Al
- 2XXX qui correspond aux alliages essentiellement constitués des éléments Al et Cu
- 3XXX qui correspond aux alliages essentiellement constitués des éléments Al et Mn
- 5XXX qui correspond aux alliages essentiellement constitués des éléments Al et Mg
- 6XXX qui correspond aux alliages essentiellement constitués des éléments Al Mg et Si
- 7XXX qui correspond aux alliages essentiellement constitués des éléments Al et Zn

Il existe également les alliages de la série 8XXX (James C.W & Edgar A.S Jr, 2003) qui intègrent le lithium et sont principalement utilisés dans l'industrie aérospatiale et aéronautique. A partir de ces familles, des alliages principaux sont utilisés pour diverses applications industrielles (automobile, aéronautique,...). Le Tableau I-1 compile les différentes familles et leur domaine de résistance mécanique.

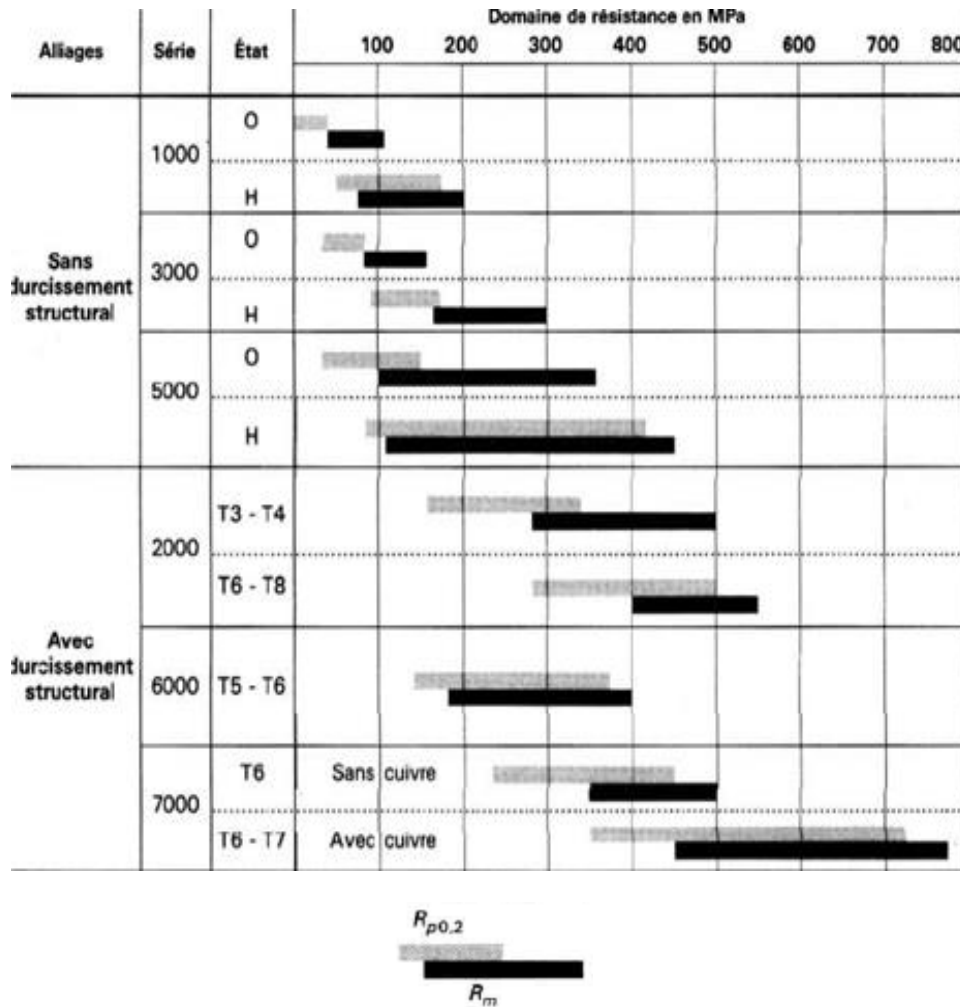


Tableau I-1 : Tableau des principales familles d'alliages d'aluminium pour corroyage
(Develays R., 1992)

Notons que ce tableau compile également le mode de traitement thermique pour l'obtention de ces alliages, mais aussi les caractéristiques mécaniques telles que la limite d'élasticité ($R_{p0.2}$) et la contrainte maximale avant rupture (R_m). Egalement, les alliages sont classifiés suivant qu'ils soient à durcissement structural ou non, ce dernier étant un phénomène important que nous cherchons à obtenir au sein de l'alliage HMP.

Nous venons de passer en revue la plupart des alliages de type « conventionnel », dans ce qui suit, nous nous intéressons à la combinaison de ces différentes familles pour l'obtention de l'alliage HMP. Nous n'avons pas répertorié dans cette partie la famille 4XXX qui correspond aux alliages essentiellement constitués des éléments Al et Si, associés aux alliages classiques de fonderie que nous allons présenter dans la suite.

I.1.3 Alliages de fonderie

Dans le cadre du CobaPress™, on utilise plutôt les alliages de fonderie au silicium, néanmoins plusieurs catégories existent et sont répertoriées quatre grandes familles d'alliages utilisés dans l'industrie, qui sont :

- Aluminium-silicium
- Aluminium-cuivre
- Aluminium-magnésium
- Aluminium-zinc

Ces quatre familles sont dites génériques mais dans cette thèse, nous nous intéresserons plus spécifiquement à la famille dérivée Al-Si-Mg (Tableau I-2).

Familles génériques	Familles dérivées
Aluminium-silicium (Al-Si)	Al-Si-Cu Al-Si-Mg Al-Si-Cu-Mg(Ni)
Aluminium-cuivre (Al-Cu)	Al-Cu-Mg Al-Cu-(Ni) (Co)
Aluminium-magnésium (Al-Mg)	Al-Mg-Si Al-Mg (Si) (Mn)
Aluminium-zinc (Al-Zn)	Al-Zn-Mg Al-Zn-Si-Mg

Tableau I-2 : Familles d'alliages de fonderie (GARAT M., 2012)

Nous allons nous focaliser sur les alliages aluminium-silicium plus particulièrement dans la suite de cette section. Les microstructures de ces alliages ont généralement des structures dendritiques comme représenté sur la Figure I-1. Cette structure dendritique est en général liée à la grande quantité de silicium qui compose ces alliages.

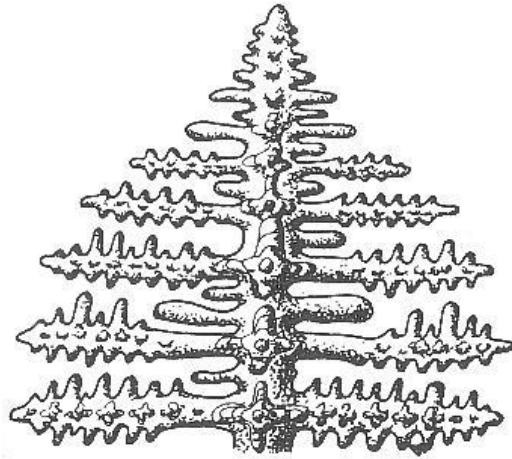


Figure I-1 : Schéma d'une dendrite (Massion D. & Constantin V., 2002)

On caractérise les dendrites par leur espacement DAS (Dendritique Arm Spacing) et les bras de dendrite par le SDAS (Secondary Dendritique Arm Spacing). Le SDAS peut être directement lié à la vitesse de refroidissement de l'alliage métallique. Plusieurs travaux, dont ceux menés par (Caton M.J. et al, 2001) ont permis de confirmer la relation suivante pour l'AS7G03 :

$$SDAS = 39,4 R^{-0,317} \quad R = \frac{dT(^{\circ}C)}{dt(s)} \quad (\text{eq I.1})$$

Plus grande est la vitesse de solidification, plus fine est la microstructure. Les pièces coulées dans des moules métalliques exhibent donc une microstructure plus fine et de meilleures propriétés mécaniques que la fonderie sable qui a une capacité de conduction thermique plus faible. L'utilisation de liants dans les autres types de procédés modifie plus ou moins la résistance thermique du moule entre le métal liquide et le moule (Shao-Chun S. et al., 2012), ce qui peut influencer sur la taille des grains. De manière générale, les alliages de fonderie peuvent être définis selon deux catégories :

- Alliages de première fusion, autrement dit élaborés à partir du métal d'électrolyse ayant un pourcentage en fer relativement faible (< 0,15%) et des faibles teneurs en éléments polluants ;
- Alliages dits de deuxième fusion, issus d'alliages recyclés avec une concentration en fer plus importante (>0.20%), mais aussi d'avantage d'impuretés (zinc, étain, plomb,..)

I.1.4 Etude et influence des principaux éléments d'ajout

Subissant différents types de traitements thermiques au travers du procédé CobaPress™ (déformation à chaud, mise en solution, trempe), les alliages d'aluminium peuvent présenter une grande variété de microstructures à différentes échelles dépendantes des paramètres du procédé de fabrication. L'ajout de différents éléments chimiques permet l'obtention de diverses microstructures à l'issue des différentes étapes du procédé CobaPress™.

- *Silicium* : élément d'addition principal et très présent dans les alliages industriels à base d'aluminium (quantité introduite entre 2% et 25%), il s'agit d'un élément aux multiples avantages permettant de diminuer de la contraction volumétrique de l'alliage lors de la solidification. Cet élément permet aussi l'augmentation de la dureté et de la résistance à l'usure. Pour finir, le silicium permet l'amélioration de la coulabilité de l'aluminium (BARLAS, 2004) ;
- *Magnésium* : ajouté en faible quantité (0,2 à 0,6 %) aux alliages contenant du silicium, il permet le durcissement structural par formation de précipités Mg_2Si (Yıldırım M. & Özyürek D., 2013). Les alliages Al-Mg sont insensibles à la corrosion atmosphérique et marine, ce qui est une qualité pour une pièce industrielle. Les alliages industriels contiennent entre 3 et 6 % de magnésium (Zuqi H. et al, 2013) Il améliore également la durée de vie en fatigue (Ding L. et al, 2015). Métallurgiquement, le magnésium diminue la contraction volumétrique à la solidification, même si cette particularité reste plus importante pour le silicium. Pour finir, le magnésium agit comme soluté lors de sa formation avec l'aluminium d'une solution solide (αAl) (Jaafar A. et al, 2011) ;
- *Titane* : peu soluble dans l'aluminium à l'état liquide et à l'état solide et ajouté en très faible quantité (de l'ordre de 10 ppm à 0,15%), le titane forme avec l'aluminium le composé Al_3Ti qui sert de germe à la cristallisation de l'aluminium (Heng-hua, 2008). Seul ou avec ajout de bore il permet un affinage efficace des grains à la solidification ;
- *Cuivre* : Il contribue à la précipitation durcissante par la formation de zones dites de Guinier-Preston. Le cuivre est un élément d'ajout sensible pouvant conduire à la formation de précipités d' Al_2Cu . Sinon il forme aussi une phase quaternaire $Al_xMg_yCu_zSi_t$ et sa présence modifie la séquence de précipitation de la solution solide sursaturée conduisant à une favorisation des phases $\beta''(Mg_5Si_6)$, Q'(clusters) et L(clusters) sources du durcissement structural du matériau (Chakrabarti D.J. et al, 2004). Cette formation peut être limitante dans notre cas en raison de sa température de

fusion (au voisinage de 520°C) qui étant donné les températures de travail, risque de mener à la brûlure de l'alliage. De plus, une quantité relativement limitée de cuivre doit être introduite, sous risque d'accroître considérablement la sensibilité à la corrosion atmosphérique ;

- *Manganèse* : peu soluble dans l'aluminium, lorsque le manganèse est ajouté en concentration adéquate sur les intermétalliques de fer, il permet la formation d'intermétalliques moins nocifs à l'allongement à la rupture par transformation des phases β -AlFeSi (intermétallique en forme d'aiguilles) en α -Al(Mn,Fe)Si (forme de « script Chinois ») (Wang E.R. et al., 2011) ;
- *Strontium* : il s'agit d'un modifiant de la structure de l'eutectique initialement lamellaire en eutectique fibreux, diminuant ainsi le risque de retassures et facilitant l'usinage et augmentant les caractéristiques mécaniques comme la durée de vie en fatigue (Wang Q.G., 2001b).

Nous avons passé en revue l'influence des différents éléments chimiques utiles pour l'élaboration des alliages de coulée, nous en tiendrons compte pour le développement de nouveaux alliages d'aluminium qui constitue l'objectif de cette thèse. Toutefois, de nombreuses impuretés résident dans les alliages d'aluminium diminuant ainsi les caractéristiques mécaniques finales.

- *Fer* : cet élément constitue un des principaux polluants de l'alliage d'étude. Présent entre 0.08% et 0.15% dans notre alliage, ce dernier forme des composés intermétalliques (du type AlFeSi) ayant une forme de plateaux ;
- *Lithium* : très sensible à l'air environnant en tant qu'élément alcalin, il regagne de manière importante les alliages d'aluminium ;
- *Etain* : augmente la porosité et diminue les caractéristiques mécaniques.

I.2 Procédés d'élaboration des alliages d'aluminium

Dans ce qui suit, nous allons rappeler brièvement les différents procédés conventionnels de fonderie existants. Chacun de ces procédés a un impact sur la microstructure résultante et il est très important d'en connaître les différents effets pour pouvoir optimiser le matériau d'élaboration.

I.2.1 Récapitulatif des procédés de fonderie

Rappelons que la coulée des alliages métalliques s'effectue soit sur des moules permanents ou sur des moules non-permanents. Le Tableau I-3 résume l'ensemble des procédés conventionnels existants.

Types de moulage	Liants	Principaux types de sable	Utilisation		Observation
			Moulage	Noyautage	
I Moulage à modèles permanents					
1. Sables restant plastiques	minéraux	{ silico-argileux sable à vert	x x	x	moulage main moulage machine
2. Sables durcissement thermique	organiques	{ huiles siccatives • Croning • boîtes chaudes	x	x x	noyautage et moulage en mottes ou carapaces
3. Sables durcissement chimique :					
— autodurcissants	minéraux	{ • ciment • plâtre • silicate-argile • silicate d'éthyle	x x x x		moulage main
— par gazage	organiques minéraux organiques	{ • furanique • silicate-CO ₂ • Ashland • Hardox-SO ₂ • Isocet • Betacet	x x	x x x x	moulage – noyautage noyautage essentiellement
4. Sables durcissement physique :					
— V process	sans liant	{ • siliceux • siliceux	x x		moulage moulage
— congélation	liant				
II Moulage à modèles perdus					
1. Polystyrène expansé	sans liant	{ • siliceux • barbotine réfractaire	x x		
2. Cire perdue	liant	{ • barbotine réfractaire	x		
3. Mercure congelé			x		
III Moulage en moules métalliques					
1. Coquille gravité	Alliages coulés				
2. Coquille basse pression	Métaux ferreux et non ferreux suivant les procédés				
3. Moulage sous pression					
4. Moulage par forgeage liquide					

Tableau I-3 : Rappel des différents procédés de fonderie (Wang Q.G., 2001b)

D'après le Tableau I-3, il existe 3 principaux types de moulage :

- à modèle permanent ;
- à modèles perdus ;
- en moules métalliques.

Dans notre cas, nous nous intéressons au moulage en moules métalliques dont l'avantage réside dans la capacité de production d'une plus grande série de pièces. De plus, la conductivité thermique est suffisamment élevée pour garantir une vitesse de refroidissement importante favorable à la finesse des microstructures.

Il existe également des procédés spéciaux tels que le squeeze-casting (direct ou indirect), ou le thixomoulage ou la rhéocoulée. Un exemple dérivé du thixomoulage est le procédé non-conventionnel SEED (Swirled Enthalpy Equilibration Device) développé par Alcan

International Limited qui est une méthode de moulage d'aluminium à l'état semi-liquide (Langlais J. et al, 2005).

1.2.2 Classification des procédés de mise en forme à chaud

Dans le procédé CobaPress™, on couple la coulée à la forge. Dans les premières études on avait travaillé sur des alliages de coulée qui voyaient leurs défauts amenuisés par la déformation. On développe dans ce travail une nuance intermédiaire entre celles utilisées pour la coulée et la forge dont il sera nécessaire d'optimiser la composition en silicium en faisant varier les autres éléments dont ceux permettant le durcissement par précipitation.

Suivant la vitesse de déformation, le niveau de déformation et la température de travail, il existe une grande variété de procédés de mise en forme qui sont résumés dans la Figure I-2. Au cours du procédé CobaPress™, il est question de matriçage à haute température. Les alliages d'aluminium matriçés mènent à des propriétés mécaniques très variées et très intéressantes suivant le domaine d'application. Les niveaux de déformation sont cependant limités et très variables dans le CobaPress™ suivant la zone de la pièce (les bavures externes par exemple sont chutées après forge).

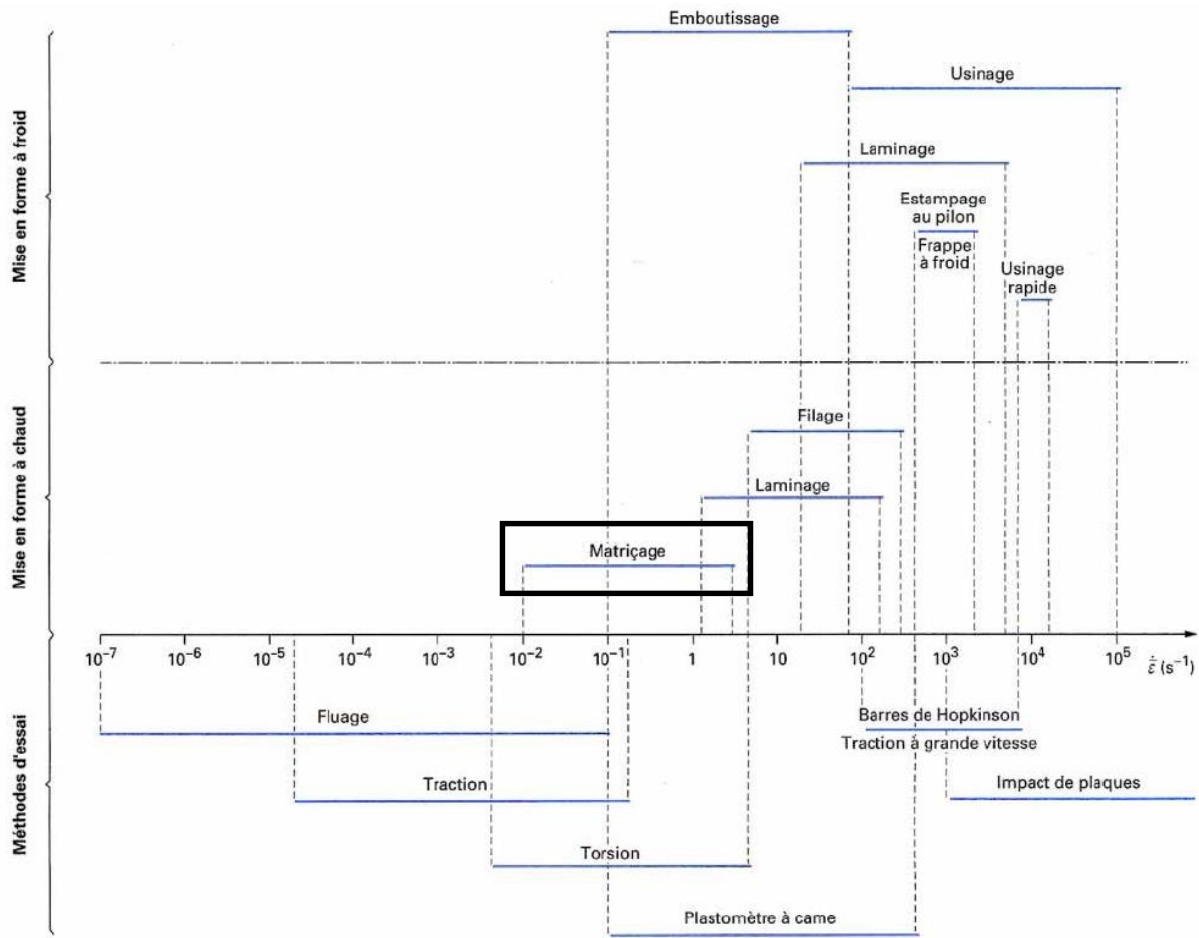


Figure I-2 : Récapitulatif des procédés de mise en forme (Montheillet F., 1996)

L'utilisation de matrices polies permet aussi d'obtenir de larges surfaces non usinées. Par exemple, les aubes de turbines sont utilisées brutes de matricage avec un état de surface optimal. Il est ainsi possible d'obtenir une qualité de surface très intéressante. Dans le cas du *CobaPress*TM cet effet est fortement utilisé pour la tenue en fatigue des pièces améliorée par l'effet de peau (F.Perrier et al, 2014).

Après avoir présenté les spécificités microstructurales des alliages de fonderie, la partie suivante de la revue bibliographique aborde les évolutions microstructurales spécifiques induites par des opérations de mise en forme de l'aluminium.

I.3 Défauts de fonderie

Les alliages de fonderie ne sont pas exempts de défauts, ces derniers peuvent avoir plusieurs origines (problème de conception ou de remplissage du moule, technologie de moulage...). La World Foundrymen Organization a classifié tous les défauts pouvant exister, cependant certains problèmes majeurs dans notre cas subsistent et nécessitent d'être corrigés.

I.3.1 Coulabilité

La coulabilité est l'aptitude d'un alliage à s'écouler pour remplir complètement l'empreinte du moule support. Dans la littérature, nous trouvons également le terme de fluidité qui correspond à la capacité d'un fluide à s'écouler le long d'une paroi solide. (Cooksey C.J. et al, 1959) ont déterminé que l'addition d'éléments chimiques avait un effet néfaste sur la fluidité comme présenté en Figure I-3.

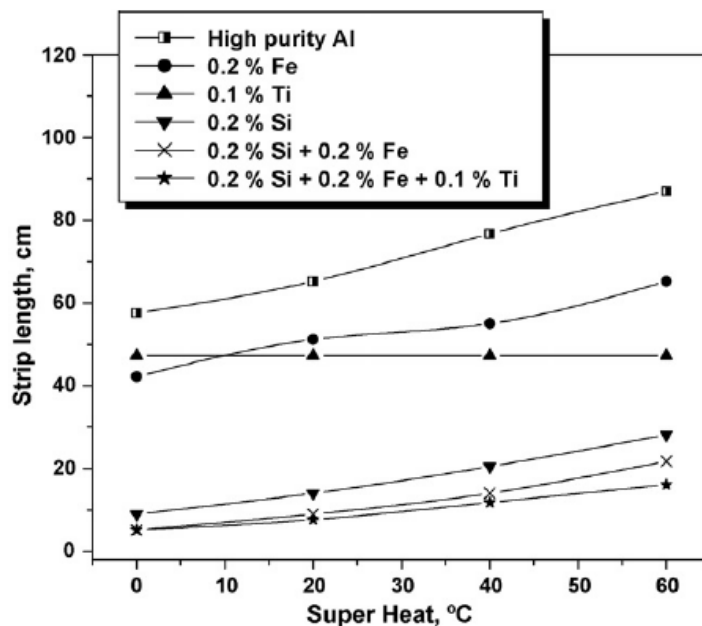


Figure I-3 : Impact de l'ajout d'éléments chimiques et de la surfusion (delta entre température de coulée et température de solidification) sur la fluidité dans un moule sable

Un ajout de silicium en grande quantité permet cependant d'améliorer la fluidité du métal, le pic de coulabilité se situe aux alentours de 15% de silicium en Figure I-4.

The Fluidity of Al - Si Alloys

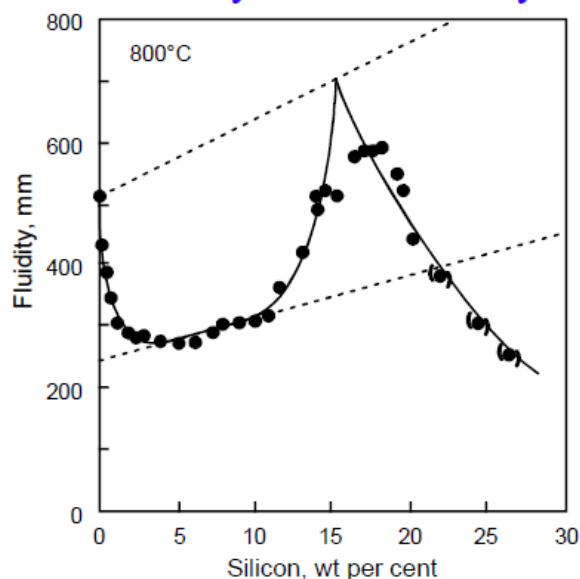
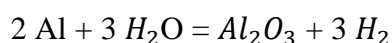


Figure I-4 : Coulabilité de l'alliage Al-Si en fonction de la quantité en silicium (Campbell J. et al, 1994)

Cependant, les éléments chimiques ne sont pas les seuls facteurs influençant la coulabilité. En effet, bien qu'un large intervalle de solidification puisse réduire au minimum la coulabilité, la température du moule, la tension de surface, la taille de grains et les traces d'éléments jouent également un rôle. La morphologie de l'eutectique dans un alliage Al-Si contribue aussi à la réduction de la fluidité comme pour l'alliage AS7G03 (Campbell J., 1991) (Lang G., 1972) (Kotte B., 1985).

I.3.2 Retassures

Lors de la solidification du métal liquide, il y a risque de formation de cavités qui correspondent principalement à de la porosité ou à de la retassure, nous allons présenter ces deux phénomènes. Le bain de fusion de l'alliage à couler contient l'eau atmosphérique qui provoque la formation de dihydrogène dans l'alliage selon la réaction chimique suivante :



La conséquence de la formation de ce gaz est la croissance de retassure interne dont la taille et la distribution peuvent augmenter de manière significative en fonction de la vitesse de solidification (John G.K. & Elwin L. R., 2004). D'après la Figure I-5, l'affinage des grains, la diminution de la quantité de H_2 et l'augmentation de la vitesse de solidification permet de réduire le risque de formation de cavités du type retassure interne.

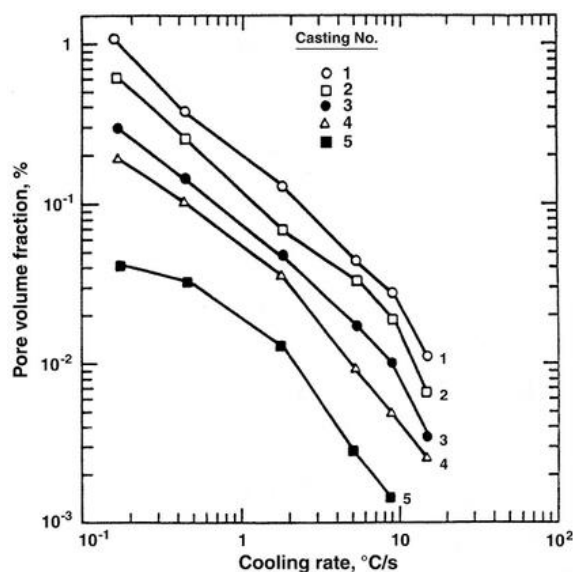


Figure I-5 : Evolution de la fraction volumique des retassures internes en fonction de la vitesse de solidification et de la concentration en hydrogène. 1(non-affinée) : $[H_2]=0.31\text{cm}^3/100\text{g}$; 2(affinée) : $[H_2]=0.31\text{cm}^3/100\text{g}$; 3(affinée): $[H_2]=0.22\text{cm}^3/100\text{g}$; 4(affinée): $[H_2]=0.18\text{cm}^3/100\text{g}$; 5(affinée): $[H_2]=0.10\text{cm}^3/100\text{g}$ (John G.K. & Elwin L. R., 2004)

Afin de limiter la formation du gaz H_2 , on utilise un bullage d'azote qui par phénomène de convection et de densité, provoque un « crémage » en surface réduisant ainsi la quantité de dihydrogène (Dispinar D. & Campbelle J., 2006).

En plus du risque de formation de cavité par formation de dihydrogène à la coulée, il y a également risque de formation de cavités du type retassure. Ce dernier s'observe dans les parties massives des pièces coulées dans lesquelles, la solidification du métal et sa contraction entraînent la formation d'une cavité. La retassure est un défaut qui résulte de la contraction volumétrique du métal à l'intérieur de laquelle une poche liquide s'est solidifiée. La Figure I-6 montre une microstructure présentant un défaut du type micro-retassure.

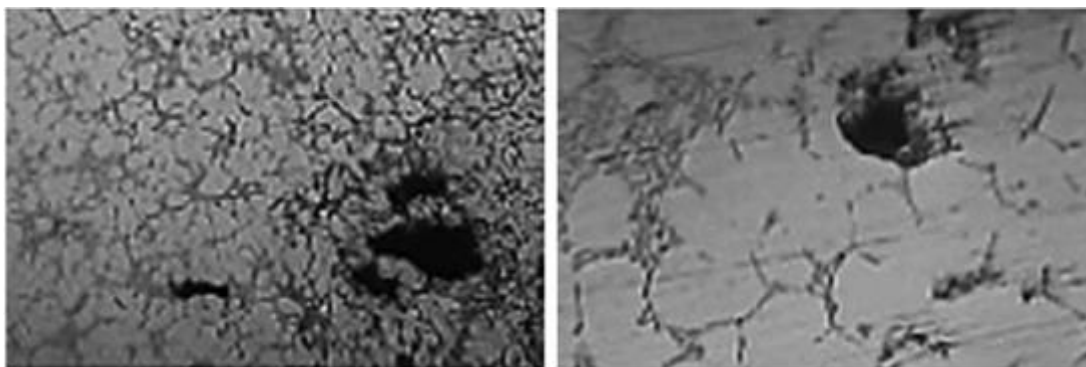


Figure I-6 : Retassure interne due à la formation de microretassures dans l'alliage de coulée (Hossein B.S. et al, 2014)

De manière générale, la retassure correspond à un défaut d'alimentation en liquide de la phase solide lors du refroidissement. La Figure I-7 illustre les différents types de retassures qui peuvent apparaître suite à la contraction volumétrique lors de la solidification.

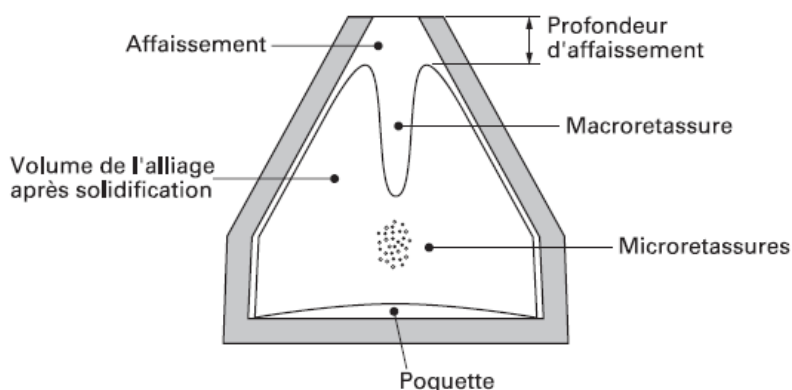


Figure I-7 : Schématisation sur une éprouvette du type Tatur des différents défauts pouvant apparaître suite à la contraction volumétrique (GARAT M., 2012)

La présence de silicium qui diminue la viscosité du liquide aide à combler les zones d'apparition potentielles de tels défauts. En dehors des phénomènes de retassure générés par la contraction volumétrique, il existe un autre défaut métallurgique résultant de la même contraction volumétrique présenté qui correspond à un défaut débouchant dont nous parlons dans la partie I.3.3.

I.3.3 Criques

(Kôrber F. & Schitzkowski G., 1928) ont été les premiers à réellement mettre en évidence ce phénomène sur des aciers. Par la suite, d'autres auteurs tels que (Briggs C. W. & Gezelius, 1934) et (Middleton J. M. & Protheroe H. T., 1951) ont affirmé que ce phénomène se produisait

en dessous de la température du solidus. Le phénomène de crique est lié à la sollicitation en traction d'une zone fragile (zone semi-liquide également appelée Brittle Zone) induit par le retrait du métal au cours de la solidification comme on peut le voir en Photo I-1.

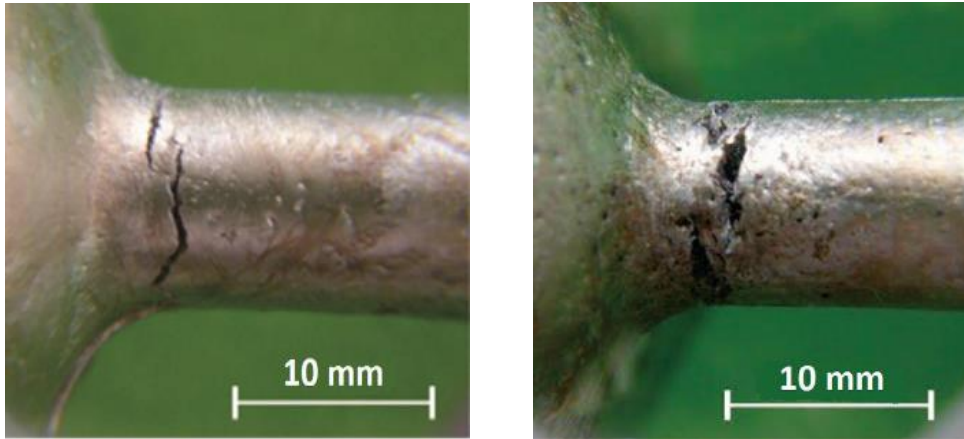


Photo I-1 : Clichés montrant la formation d'une crique (Akhyara H. et al, 2017)

(Drezet J.M. et al, 1999) ont proposé un critère pertinent (appelé critère RDG) de fissuration à chaud qui prend en compte à la fois une déformation subie par le squelette solide perpendiculairement aux dendrites et l'appel de liquide induit par le retrait de solidification. En effet, le modèle se base sur l'équation de conservation de la masse appliquée à la zone solide-liquide en l'associant à une dépression en dessous du paramètre clé de pression de cavitation P_c pour expliquer la formation de fissures (Figure I-8).

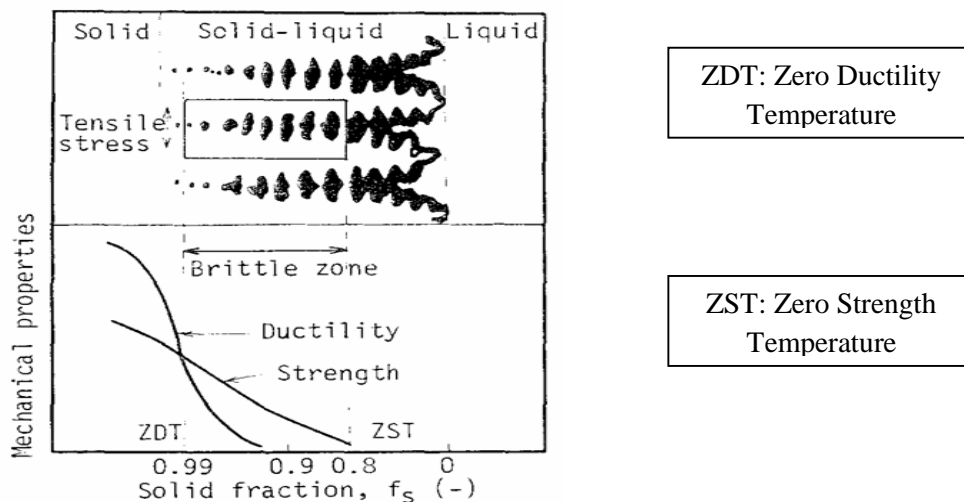


Figure I-8 : Schématisation de l'interface solide/liquide en fonction de la fraction solide (Fabrègue D et al, 2006)

Dans ce type de modélisation, on peut définir une pression de cavitation P_c . Si la pression métallostatique P_m (Figure I-9) décroît en-dessous de la pression de cavitation, un pore peut se

former dans un petit élément de volume aux racines des dendrites, donnant ainsi naissance à une fissure.

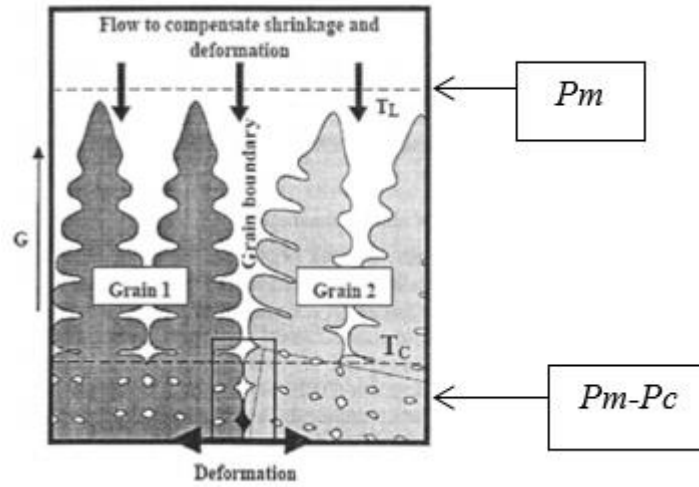


Figure I-9 : Schéma représentant la modélisation de la chute de pression à l'interface solide/liquide (Drezet J.M. et al, 1999)

Mathématiquement, le modèle de (Drezet J.M. et al, 1999) établit les relations suivantes :

$$P_c = P_m - \Delta P_{max} \quad \text{et} \quad \Delta P_{max} = \Delta P_\varepsilon + \Delta P_{sh}$$

Avec:

- ΔP_ε : la contribution de la chute de pression associée à la déformation
- ΔP_{sh} : la contribution de la chute de pression associée au retrait

L'objectif est de savoir quels sont les paramètres régissant qualitativement la chute de pression.

Dans un repère attaché aux isothermes et dans des conditions stationnaires, il vient :

$$\Delta P_\varepsilon = \frac{180}{\lambda_2^2} \frac{(1+\beta)\mu v_T}{G} \int_{T_s}^{T_L} \frac{(f_s(T))^2}{(1-f_s(T))^2} dT$$

$$\Delta P_{sh} = \frac{180}{\lambda_2^2} \frac{(1+\beta)\mu}{G} \int_{T_s}^{T_L} \frac{E(T)(f_s(T))^2}{(1-f_s(T))^3} dT$$

Avec:

- λ_2 : taille moyenne des grains (si la structure est équiaxe)
- $\beta = \frac{\rho_s}{\rho_L} - 1$: coefficient de retrait à la solidification
- μ : viscosité du liquide
- G : gradient thermique
- v_T : vitesse de l'isotherme du liquidus

- $E(T)$: intégrale de la vitesse de déformation multipliée par la fraction solide et cumulée dans la zone pâteuse
- f_s : La fraction solide de l'alliage

Le critère RDG donne ainsi la condition suivante pour l'apparition d'une fissure :

$$P_m - \left\{ \frac{180}{\lambda_2^2} \frac{(1+\beta)\mu v_T}{G} \int_{T_s}^{T_L} \frac{(f_s(T))^2}{(1-f_s(T))^2} dT + \frac{180}{\lambda_2^2} \frac{(1+\beta)\mu}{G} \int_{T_s}^{T_L} \frac{E(T)(f_s(T))^2}{(1-f_s(T))^3} dT \right\} < P_c$$

Selon ce modèle, nous constatons que l'apparition de formation des criques est régie par une dépression en deçà de la pression de cavitation P_c . Cette chute de pression est selon ce critère modulé par les paramètres suivants :

- le flux de chaleur
- les transferts de masse
- la composition chimique
- les propriétés du moule
- la microstructure
- les paramètres du procédé...

Il existe par la suite des modèles plus élaborés, qui tiennent compte d'autres phénomènes physico-chimiques tels que la rhéologie du matériau. (Grandfield J.F. et al, 2001) ont pour leur part étendu le modèle RDG aux microstructures équiaxes. En effet, l'expression de la perméabilité a été adaptée à ce type de microstructure et le terme difficilement prévisible de pression de cavitation a été remplacé par un terme plus approprié de pression de capillarité, que l'on peut aussi exprimer en fonction de la microstructure. D'autre part, ces derniers n'ont pas considéré la germination de cavités mais ont établi comme hypothèse qu'un certain nombre de microbulles pouvaient déjà être présentes au sein du métal liquide. (Suyitno E. et al., 2006) ont développé par la suite un autre critère se basant sur des considérations relativement similaires à (Drezet J.M. et al, 1999) expriment en plus la possibilité de développer une cavité si l'alimentation en liquide est insuffisante. Ce dernier fait apparaître la fraction de porosité (f_v) dans l'équation de conservation de la masse. Afin de respecter la problématique de la thèse, nous n'étudierons que l'influence de la composition chimique et du gradient thermique.

I.3.4 Macroségrégation chimique

Le phénomène de macroségrégation chimique est une macroségrégation aggravée qui provoque une hétérogénéité macrostructurale au sein d'une pièce provoquant un défaut majeur. En effet, une telle inhomogénéité de concentration en phase secondaire risque de favoriser une concentration de contraintes dans certaines zones, suivie d'un rejet total du produit solidifié. La principale cause de la macroségrégation est due à la croissance et au mouvement des grains, mais aussi à l'écoulement de la phase liquide riche en soluté dans la zone pâteuse ((Yu H. et al, 1986) (Flemings M.C., 1967)). Ce phénomène se produit dans une gamme d'échelle variant de quelques millimètres à centimètres, voire mètres suivant les pièces. La macroségrégation se produit dans pratiquement tous les processus de solidification, notamment les coulées continues à grandes dimensions, la coulée de la fonte, l'aluminium et les alliages de cuivre, la coulée de superalliages monocristallins (Figure I-10).



Figure I-10: Exemple de formation d'une macroségrégation du type freckle au sein d'un superalliage de Nickel (Courtesy A. & Giamei F.)

Pour interpréter physiquement ce phénomène, (Flemings M.C., 1967) a développé le modèle LSRE (Local Solute Redistribution Equation) qui permet de comprendre, interpréter et apporter une explication quant à la limitation de ce phénomène. Considérons un VER pris dans la zone pâteuse d'un alliage métallique comme présenté en Figure I-11.

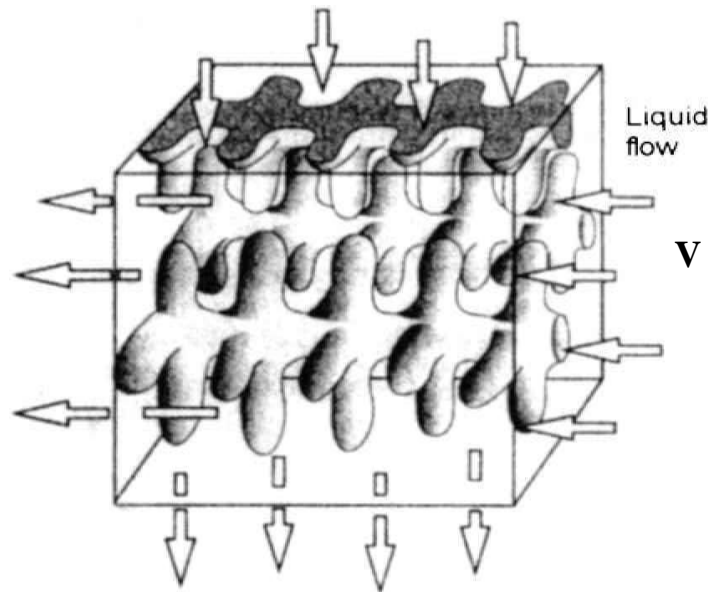


Figure I-11 : Représentation d'un VER montrant la circulation de la phase liquide entre les dendrites à la solidification (Flemings M.C., 1967).

En considérant V , le vecteur d'écoulement de la phase liquide intergranulaire, l'équation LSRE est définie par :

$$\frac{df_l}{dc_l} = - \frac{(1-\beta)}{(1-k)} * \left[1 + \frac{\langle V | \nabla \rangle T}{\partial T / \partial t} \right] * \frac{f_l}{c_l}$$

Avec :

$\beta = \frac{\rho_s - \rho_l}{\rho_l}$: Le coefficient de retrait volumique

k : Le coefficient de partage

c_l : Concentration en soluté dans la phase liquide

$f_l = 1 - f_s$: Fraction de la phase liquide en fonction de la phase solide (f_s)

∇ : Opérateur nabla

Cette équation a été reprise et améliorée par plusieurs auteurs comme (Poirier D., 1987) (Piot D., 1988) (Schneider C. et al., 1998). Au cours des décennies qui ont suivi, cette équation permet de prédire le type de macroségrégation. Le schéma en Figure I-12 ci-dessous montre à l'échelle locale les mouvements de convection de la phase liquide, mais aussi le sens de déplacement des isothermes.

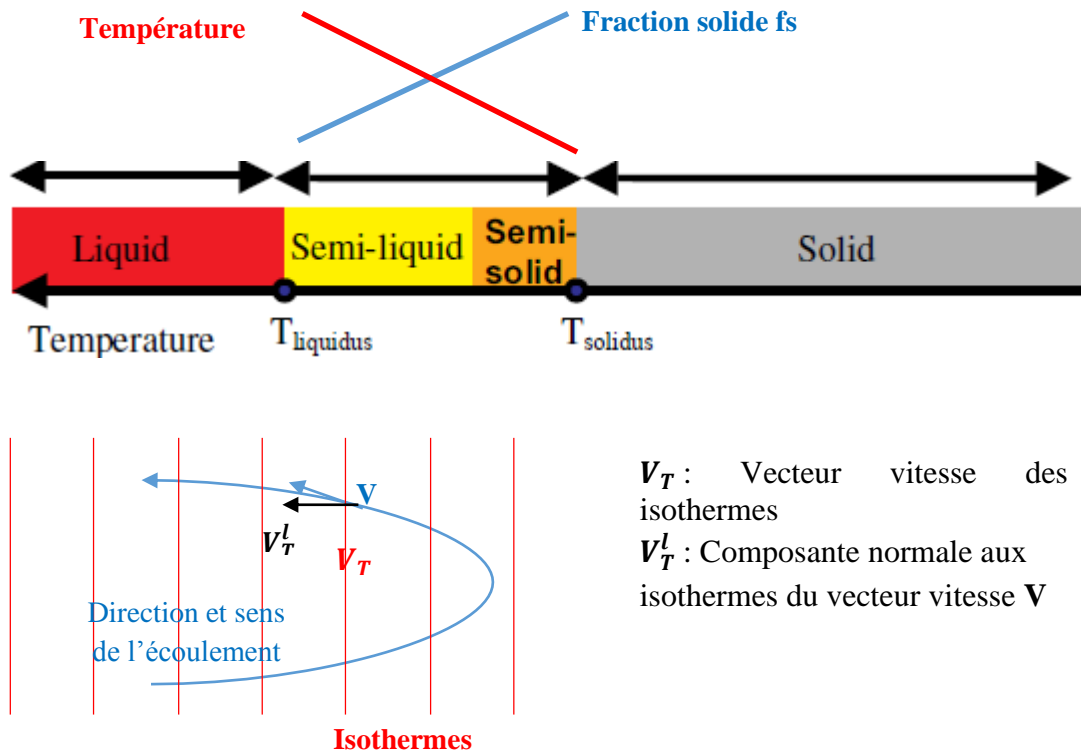


Figure I-12 : Schéma illustratif du liquide s'écoulant à travers la zone pâteuse

A cela s'ajoutent différents types de macroségrégation (positive, négative ou par canaux ségrévés) intervenant dans l'alliage. Il est possible de rendre la zone pâteuse davantage perméable en utilisant des affinants qui permettront une meilleure circulation interdendritique (Reddy A.V. & Beckermann C., 1997). La zone pâteuse peut être assimilée à une éponge, qui une fois comprimée (correspondant à une variation négative du volume) conduit à un rejet du liquide ségrévé et aboutissant à la macroségrégation négative. A l'inverse, si elle se dilate, une macroségrégation positive est obtenue par un appel de liquide plus riche en soluté. La Figure I-13 illustre schématiquement l'effet des mouvements de convection et du retrait à la solidification sur la macroségrégation pour un alliage Fe-1% wt C.

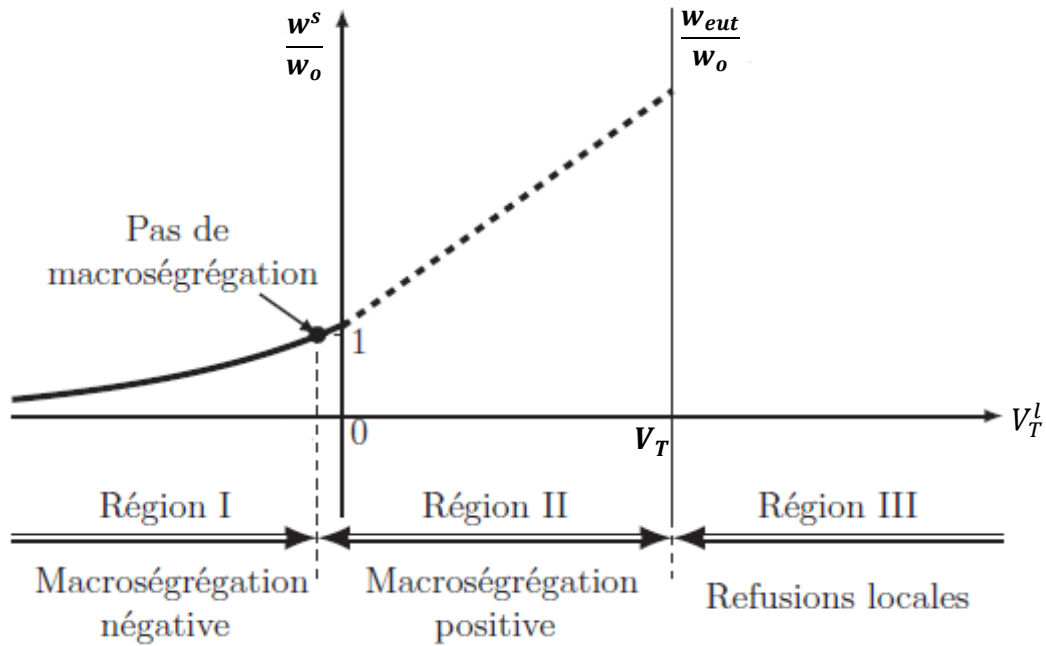


Figure I-13 : Illustration schématique de l'effet de la circulation de liquide sur la macroségrégation après solidification complète pour un alliage binaire Fe-1%wt (Lesoult G, 1989)

Avec :

w^s : Concentration massique de la phase solide

w_0 : Concentration massique à l'état initial

w_{eut} : Concentration massique de la quantité eutectique

Nous remarquons que 3 zones distinctes sont notées dépendant de la valeur prise par la norme de V_T^l , telles que en zone 1, la macroségrégation étant moins accentuée que la "normale", la macroségrégation est négative. En zone 2, la macroségrégation étant plus accentuée que la "normale", la macroségrégation est positive. En zone 3 la macroségrégation est négative, le solide refond. Pour résumer, l'interprétation du phénomène de macroségrégation est complexe et plusieurs paramètres entrent en jeu tels que :

- La perméabilité de la zone pâteuse à l'écoulement de la phase liquide
- Le retrait de la phase solide en cours de solidification
- La vitesse des isothermes
- La vitesse d'écoulement

Pour éviter théoriquement le phénomène de macroségrégation à l'échelle macroscopique, il faut :

- Supprimer le retrait de la phase solide et l'écoulement dans la direction normale aux isothermes, soit encore $\beta \rightarrow 0$ et $V \rightarrow 0$. Dans la pratique, l'usage de la masselotte comme « réservoir » de métal liquide sert à limiter le phénomène de retrait et diminue ainsi la valeur de β ;
- Que l'écoulement liquide ne serve qu'à alimenter le retrait de la phase solide au cours de la solidification dans une dimension donnée. Soit encore \mathbf{V} ayant la phase solide pour unique direction et $\|\mathbf{V}\| < \|\mathbf{V}_T\|$.

I.4 Durcissement des alliages d'aluminium

Cette partie rappelle les éléments issus de la théorie classique de la germination - croissance qui permet de comprendre, d'interpréter et d'améliorer les paramètres liés à la solidification mais aussi au durcissement structural de l'alliage.

I.4.1 Germination de la phase primaire aluminium

On s'intéresse à la germination des grains d'aluminium au cours de l'étape de coulée du CobaPress™. Thermodynamiquement, la germination est possible lorsqu'elle induit une diminution de l'énergie globale du système considérée, il s'agit de définir une fonction thermodynamique appropriée à la description de l'évolution du système chimique. Le potentiel thermodynamique G (ou énergie de Gibbs) convient, et permettra de caractériser l'équilibre du système par une valeur minimale (ou maximale) prise par la fonction. Rappelons l'expression de la fonction G , telle que :

$$G(T, P) = H - T * S$$

Avec:

- G : l'énergie libre de Gibbs (J/mol)
- T : la température (K)
- S : l'entropie ($J \cdot K^{-1} \cdot mol^{-1}$)

En définissant l'alliage d'aluminium à l'état liquide et à partir de l'expression de l'énergie libre de Gibbs, il est possible de définir un état de départ que l'on nomme G1. Lors du processus de solidification de l'alliage, la fonction G1 évolue vers un état G2 plus stable thermodynamiquement, cette évolution de fonction sera notée ΔG . Lors du refroidissement, il y a germination de grains solides qui se forment de manière uniforme dans le système, on parle alors de germination homogène. La fonction associée à ce type de germination sera notée ΔG_{hom} . La théorie classique de la germination nous dit que si l'on considère la phase solide sphérique, il vient (Philibert J. et al., 2002):

$$\Delta G_{hom} = \frac{4}{3} \pi r^3 \Delta G_v + 4 \pi r^2 \gamma \quad (\text{éq I.1})$$

Avec:

- γ la tension de surface (J/m^2)
- r rayon de la particule (phase primaire ou secondaire) (m)
- ΔG_v force motrice volumique de germination

Il existe à l'équilibre un rayon critique de germination r^* , tel que $\frac{\partial \Delta G_{hom}}{\partial r}(r^*)=0$

On a:
$$\Delta G^* = \frac{16\pi\gamma^3}{3\Delta G_v^2} \quad \text{et} \quad r^* = \frac{-2\gamma}{\Delta G_v}$$

De plus, comme mentionné en I.1.4, l'ajout en élément titane aboutit à la formation des germes Al_3Ti , ce qui provoque un phénomène de germination hétérogène. L'expression de la force motrice de germination est modifiée et s'écrit donc :

$$\Delta G_{het} = \Delta G_{hom} * f(\theta)$$

Avec $f(\theta)$ étant une fonction du germe vérifiant $0 < f(\theta) < 1$.

La conséquence immédiate est la diminution de la barrière d'énergie pour l'obtention d'un germe stable comme observé en Figure I-14.

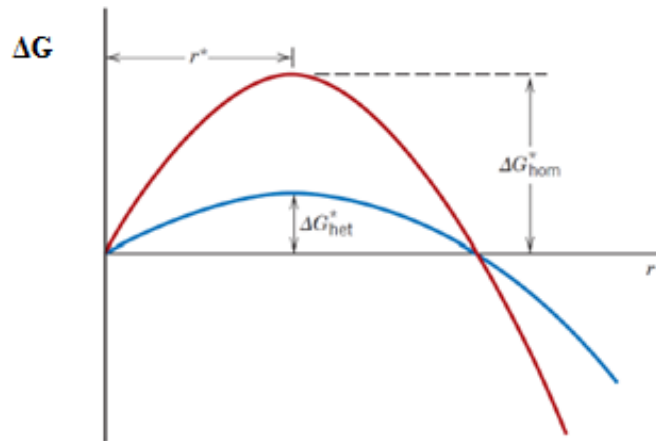


Figure I-14 : Courbes représentatives des potentiels de germination homogène et hétérogène

Avec :

ΔG^*_{het} : La barrière énergétique pour une nucléation homogène

ΔG^*_{hom} : La barrière énergétique pour une nucléation hétérogène

A noter que si $r < r^*$ il est plus simple de détruire l'embryon que de former le germe alors que si $r > r^*$ alors la diminution d'énergie se fait en augmentant la taille de l'embryon.

La présence en Al_3Ti diminue ainsi la barrière d'énergie d'activation pour l'obtention d'un germe stable et la précipitation est ainsi facilitée. Grâce à l'augmentation du nombre de germes, la relation de Hall-Petch justifie un durcissement et une augmentation de la limite d'élasticité finale, telle que :

$$\sigma_y = \sigma_o + k/\sqrt{D}$$

Avec :

D : Taille moyenne des grains

σ_o : Limite d'élasticité initiale

σ_y : Limite d'élasticité finale

k : Constante dépendant du matériau toujours positive

I.4.2 Durcissement par solution solide et conséquences sur l'énergie de faute d'empilement

Dans les matériaux métalliques, il est possible de durcir ces derniers par ajout d'éléments en solution solide. Par exemple, (Øyvind RyenBjørn et al., 2006) ont étudié l'effet de la concentration en éléments Mn et Mg dans la matrice d'aluminium. Il semblerait que ces deux

éléments contribuent à l'augmentation de la limite d'élasticité et de la contrainte maximale avant rupture. (Tokuteru U. & Kenji H., 2013) ont étudié numériquement et comparé (Figure I-15) avec des résultats expérimentaux, l'augmentation de la limite d'élasticité en fonction de l'ajout d'éléments chimiques en solution solide.

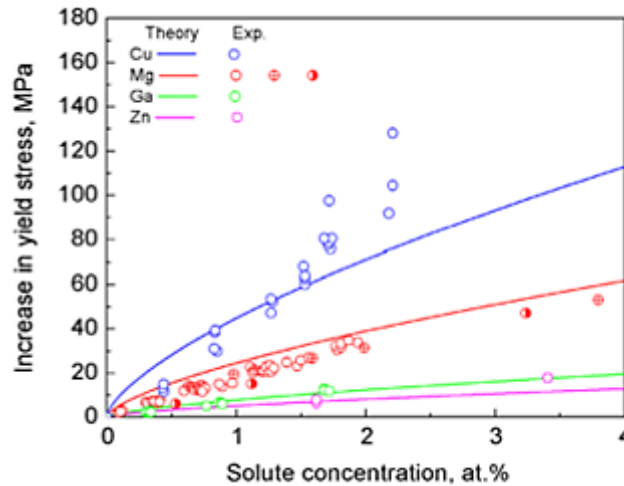


Figure I-15 : Simulation par calcul DFT comparaison avec l'expérience de l'augmentation de la limite d'élasticité grâce aux éléments en solution solide Al-Mg, Al-Zn, Al-Ga, and Al-Cu

Nous constatons bien que cette amélioration dépend également de l'élément chimique en solution, ce qui risque de présenter un compromis du point de vue métallurgique suivant l'élément chimique présent dans la matrice d'aluminium. De même, (Pedersen K. et al., 2015) ont mis en évidence au travers d'alliages Al-Mn, Al-Mg-Si l'impact des éléments en solution solide sur la dureté finale du matériau. Dans ces alliages, l'évolution de la sous-structure lors d'une déformation thermomécanique est plutôt régie par l'interaction type soluté-dislocation par des mécanismes type Coterell (Zolotarevskya N.Y. et al., 2009)).

Cependant, (Yue Q. & Raja K. M., 2007) ont mis en évidence par calcul *ab-initio* le rôle des éléments chimiques d'addition dans les alliages d'aluminium sur la variation de l'énergie de faute d'empilement (Figure I-16).

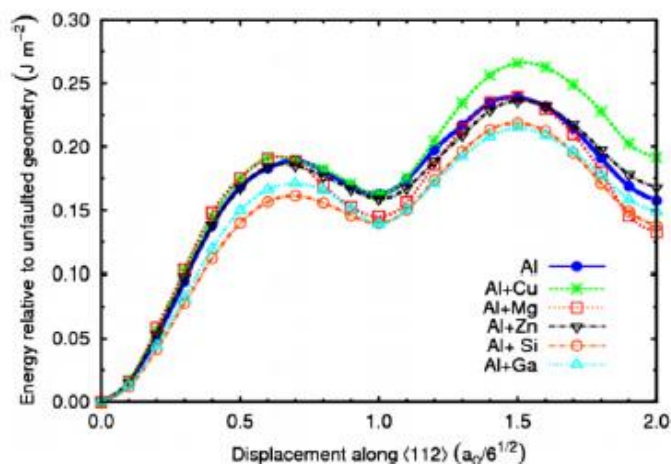


Figure I-16 : Energies de faute d'empilement des alliages d'aluminium (Muzyki M. et al, 2011)

L'ajout de magnésium, diminuerait la valeur de l'énergie de faute d'empilement entre autres. Ce phénomène pourrait avoir un impact direct sur le comportement des dislocations et donc du comportement métallurgique lors de la déformation à chaud. L'ajout d'éléments chimiques en solution solide peut ainsi diminuer ou augmenter l'énergie de faute d'empilement d'un alliage et ainsi faire varier les mécanismes, et leur intensité, de restauration et d'écroutissage.

I.4.3 Le durcissement structural

En plus du durcissement par ajout d'éléments en solution solide, l'aluminium et ses alliages au sens large peuvent être traités thermiquement permettant un durcissement structural. Pour ce faire, les étapes sont les suivantes:

- mise en solution à température suffisamment élevée
- refroidissement rapide ou trempé
- maturation ou revenu pendant lesquels se produit la décomposition de la solution solide par une séquence de précipitation

Dans le cas des précipités Mg_2Si , la séquence de précipitation est la suivante ((Marioara C.D et al, 2001) (Starink M.J. & Zahra A.M., 1998) (Andersen S.J. et al., 1998) (Vissers R. et al., 2007)):

Solution solide Sursaturée (SSS) \rightarrow amas solutés \rightarrow zones GP \rightarrow β'' \rightarrow β' \rightarrow β - Mg_2Si

Les phases les plus efficaces pour le durcissement structural sont métastables et correspondent à β' . Cependant comme mentionné en section I.1.4, l'ajout de cuivre provoque une modification de la séquence de précipitation des Mg_2Si , telle que l'on ait davantage de phases encore plus durcissantes telles que L et Q' (Torsæter M. et al, 2011):



(Magnus S. et al., 2017) ont étudié l'évolution de la dureté après un traitement T6 avec et sans ajout de cuivre et de manganèse, le Tableau I-4 résume les différentes compositions.

Alloy	Si	Fe	Cu	Mg	Mn	Mg:Si
Ref	0.95	0.22	–	0.75	–	0.91
A	1.00	0.50	0.80	0.80	–	0.92
B	1.00	0.20	–	0.66	0.55	0.76
C	0.52	0.21	0.40	1.01	0.55	2.24
D	1.00	0.50	–	0.80	–	0.92

Tableau I-4 : Compositions des alliages avec et sans cuivre et manganèse

La courbe présente en Figure I-17 montre que la présence de cuivre augmente bien la dureté finale d'un alliage d'aluminium. On constate que la formation de la phase métastable L qui pourrait être un précurseur de la phase Q' augmenterait considérablement la dureté de l'alliage lorsqu'elle est formée (Andersen S.J. et al., 1998).

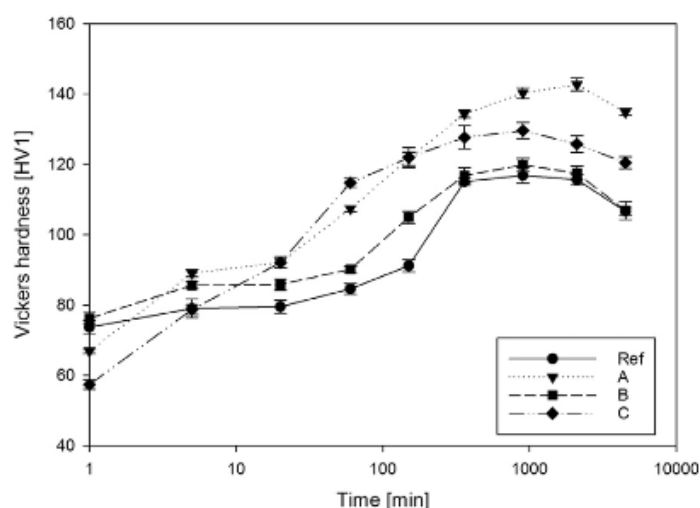


Figure I-17 : Dureté des différents alliages en fonction de la durée du revenu (à T=170°C)

Il n'est cependant pas évident de caractériser les différentes phases métastables. En utilisant la Microscopie Electronique à Transmission en champ clair, (Ding L. et al, 2015) ont identifié les phases L, β'' et Q' (Figure I-18). Le cuivre en présence de magnésium peut aussi former des phases durcissantes de type Al_2CuMg (S'' , S' puis S).

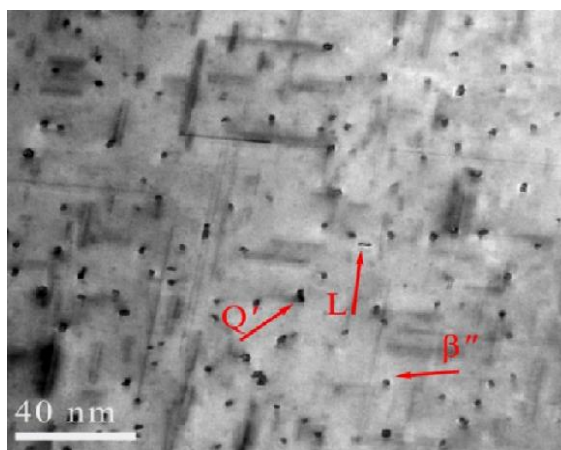


Figure I-18 : Image MET des phases précurseurs

I.4.4 Le phénomène de coalescence

Le phénomène de coalescence se produit lorsqu'un précipité de grosse taille croît au détriment des plus petits précipités qui eux se dissolvent. Les précipités plus gros formés deviennent progressivement incohérents avec la matrice d'aluminium, avec diminution de l'énergie libre globale du système.

I.4.5 Mécanisme de durcissement

Nous venons de rappeler que le traitement thermique et l'ajout d'éléments chimiques conduit à la formation de phases secondaires. La formation de ces phases conduit à l'augmentation de la limite d'élasticité finale du matériau. Il existe deux principaux mécanismes qui font intervenir l'interaction dislocation/précipité :

- Le contournement d'Orowan (ou contournement primaire sans déviation en Figure I-19 où la dislocation évite par contournement le précipité tout en restant dans son propre plan de glissement initial. Les deux extrémités de la ligne de dislocation se recombinent et permettant l'échappement de la dislocation, tout en laissant autour du précipité une boucle de dislocation ((Bruno D. & Pierre S., 1991)).

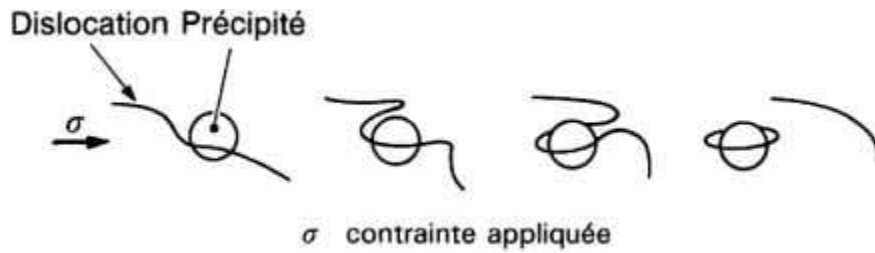


Figure I-19 : Mécanisme d'Orowan

- Le cisaillement des précipités, dans la mesure où si ces derniers sont cohérents avec la matrice, la dislocation peut franchir cet interface et se propager. Le durcissement est dû à la difficulté à franchir l'interface matrice/précipité (Figure I-20) (Bruno D. & Pierre S., 1991) .

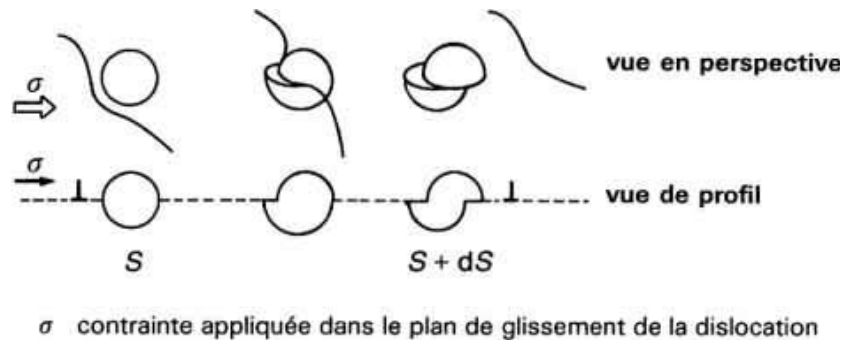


Figure I-20 : Mécanisme de cisaillement

Les traitements thermiques utilisés par la société Saint-Jean Industries pour les pièces de liaison au sol automobile sont en général de type « T6 ». En fonction des nuances cependant, les équivalences temps température étant fonction des concentrations en élément d'alliage, il faut redéfinir ces terminologies et classification pour chaque nouvelle nuance.

Nous avons pu voir dans cette partie que pour optimiser la microstructure, l'introduction de secondes phases et le contrôle de la taille de grains est essentielle à maîtriser. Industriellement, les conséquences à la maîtrise optimale des paramètres imposent d'avoir un procédé stable et maîtrisé.

I.5 Influence du travail à chaud sur la microstructure

On s'intéresse ici à l'étude du comportement microstructural lors de l'étape de déformation à chaud. Contrairement au travail à froid, le travail à chaud permet de diminuer la viscosité du matériau, ce qui contribue du point de vue macroscopique à réduire les efforts de forge et aide à la resoudure des défauts internes apparus à la coulée. Du point de vue microscopique, travailler à chaud permet de réduire l'érouissage du matériau, mais aussi favorise l'annihilation des dislocations de signe opposé et donc le phénomène de restauration. La seconde étape du procédé CobaPress™ est caractérisée par une étape de forge ou plus précisément matriçage à chaud, permettant principalement la fermeture des défauts (type microretassures) liés à la fonderie. Il s'agit là de l'un des intérêts du CobaPress™

qui permet de modifier la microstructure, notamment par création de défauts cristallins. Cette modification de microstructure peut aider à l'augmentation des propriétés mécaniques (par érouissage notamment).

I.5.1 Restauration et érouissage

Lors de la déformation à chaud, les alliages d'aluminium subissent une évolution microstructurale. En effet, une énergie thermomécanique est transmise au sein du matériau lors de l'opération. Cette énergie conduit à un réarrangement de la microstructure, traduit par soit de la restauration dynamique, soit de l'érouissage. L'évolution microstructurale résultante a pour but de minimiser l'énergie stockée présente au sein du matériau. La restauration (Figure I-21) se traduit par un adoucissement du matériau via un mécanisme de sous-structuration induit par le réarrangement des dislocations et d'une légère désorientation des sous-joints de grains (de 1 à 5°). Cet effet est dû à la forte énergie de faute d'empilement des matériaux c.f.c, favorisant l'annihilation de dislocations de signes opposés et donc la restauration, également présent dans les aciers ferritiques.

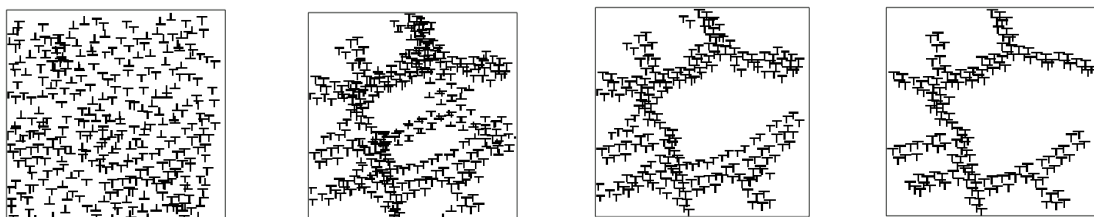


Figure I-21: Figure mécanisme de formation des sous joints de grains lors de la restauration I Microstructure érouie avec une répartition, aléatoire des dislocations, II Formation de cellules de

dislocations, III Annihilation de dislocations de signes opposés et formation des sous-joints de grains, IV Formation des sous grains (Holt D.L, 1970)

De plus lors de la forge d'un matériau, l'écroutissage contribue à l'amélioration de la limite d'élasticité. Cependant, cet effet est plus au moins marqué dans des alliages d'aluminium en raison de leur forte énergie de faute d'empilement (Nes E. et al., 2000).

I.5.2 Recristallisation dynamique des alliages d'aluminium

Les mécanismes de restauration dynamique écroutissage constituent les mécanismes principaux d'évolution microstructurale à chaud des alliages d'aluminium. Des phénomènes de recristallisation dynamique continue peuvent se produire, mais à un niveau de déformation très important. Ce mode de recristallisation spécifique des alliages à forte énergie de faute d'empilement se traduit par l'augmentation des désorientations des sous grains allant jusqu'à la transformation locale du sous-joint en joint de grains (i.e. de désorientation supérieure à 15°) photo de structure de cristallites (Montheillet F., 1996).

Pour les matériaux à plus faible énergie de faute d'empilement déformés à haute température (tel que le cuivre ou les aciers austénitiques), un phénomène différent de recristallisation dynamique discontinue a lieu, se traduisant par la formation de nouveaux grains recristallisés au niveau des joints de grain (Figure I-22).

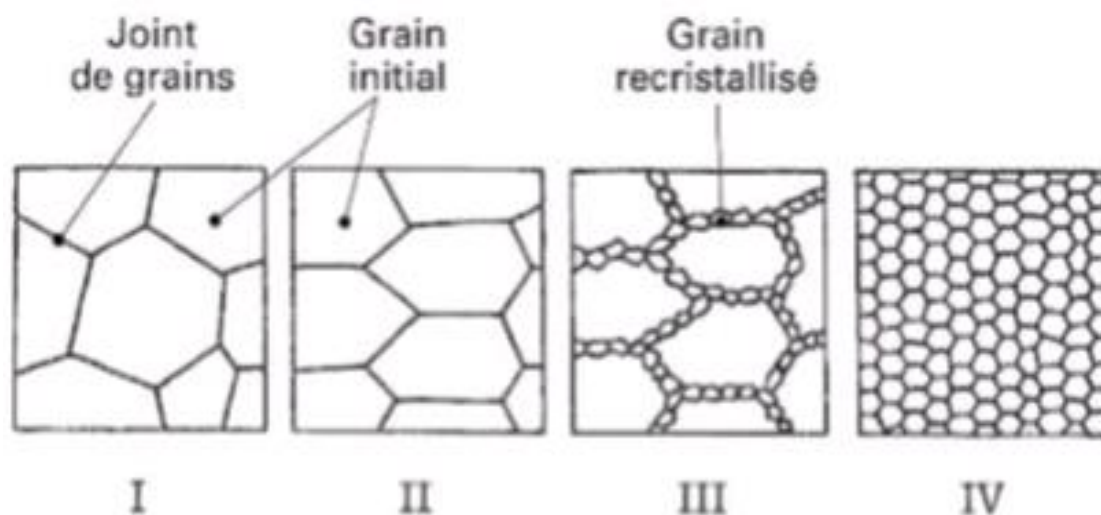


Figure I-22 : Étapes de recristallisation I microstructure initiale, II déformation plastique des joints de grains suite au mouvement des dislocations, III germination et croissance de nouveaux grains sur les plans de joint, IV obtention d'une structure recristallisée

I.5.3 Influence de la vitesse de déformation sur la microstructure

Un aspect important dans la déformation à chaud, est la sensibilité à la vitesse de déformation. (Furu T et al., 1996) ont lié le paramètre de Zener-Hollomon à l'évolution de la taille des sous-grains par le système d'équation suivant :

$$\left\{ \begin{array}{l} Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT) \\ \langle \delta \rangle^{-1} = a \ln Z + b \end{array} \right. \quad (\text{éq I.2})$$

Avec :

δ : taille moyenne des sous-grains (en μm)

$\dot{\epsilon}$: vitesse de déformation moyenne

Q : énergie d'activation

R : constante des gaz parfait

T : température absolue

a et b sont deux constantes

Plusieurs travaux dont ceux menés par (Sellars C.M. & McTegart W.J., 1966) ont permis de comprendre que l'énergie stockée au cours de la déformation à chaud, permettait aux dislocations de se restructurer au sein-même d'un sous-grain. La déformation à chaud implique à l'échelle de la microstructure une réorganisation de la densité de dislocation créée au sein même d'un sous-grain, tel que nous avons l'équation suivante :

$$\rho_i = \rho_r + \rho_g$$

Avec :

$\rho_r = f(Z)$: densité « aléatoire »

ρ_g : densité « géométriquement nécessaire »

Le terme ρ_r traduit le fait que le paramètre de Zener-Hollomon contribue à l'énergie totale stockée dans un sous-grain et à la contrainte d'écoulement du matériau. La Figure I-23 illustre en effet le fait que l'augmentation de la valeur du paramètre de Zener-Hollomon induit une diminution de la taille moyenne des sous-grains. De plus, en augmentant la vitesse de

déformation, le terme ρ_g augmente mais d'après (Glez J.Ch. & Driver J.H., 2003), ρ_g et ρ_r se stabilisent au-delà d'une certaine valeur de Z .

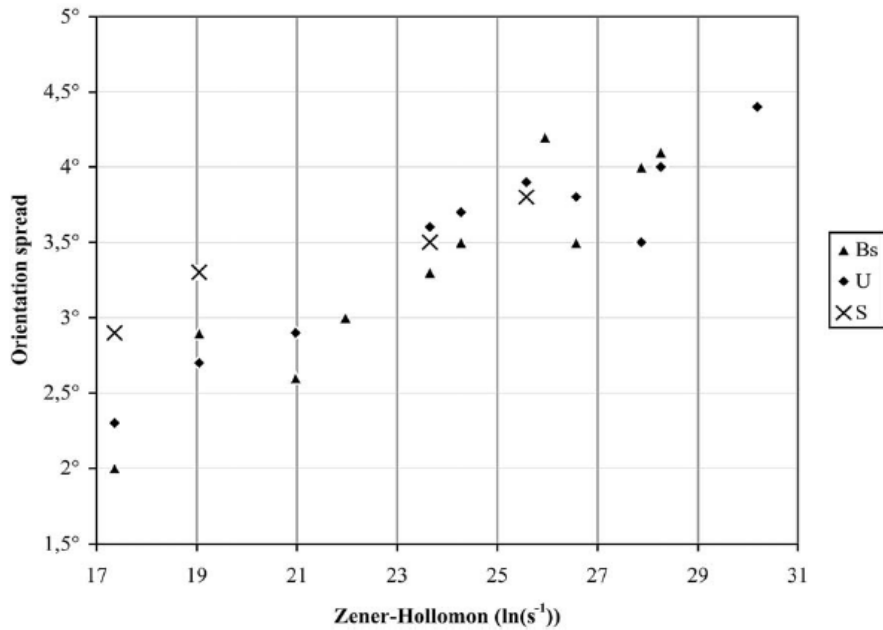


Figure I-23 : Orientation prise par les systèmes $\{110\} \langle 112 \rangle$ (Bs), $\{110\} \langle 1\bar{1}0 \rangle$ (U) et $\{123\} \langle 412 \rangle$ (S) en fonction du paramètre de Zener Hollomon (Glez J.Ch. & Driver J.H., 2003)

D'après la Figure I-24, au plus la déformation augmente, au plus la sous-structuration est prononcée.

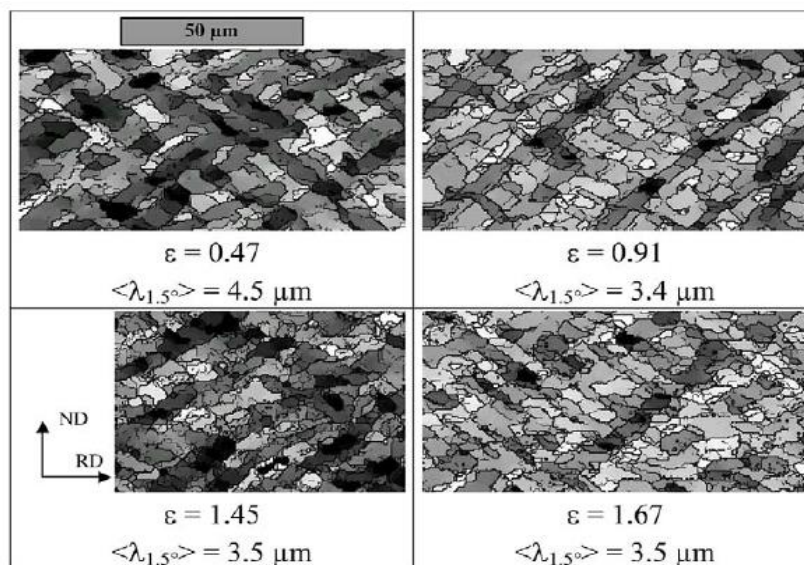


Figure I-24 : Evolution de la sous-structure en fonction de la déformation pour un monocristal Al-1%Mn à $T=400^\circ\text{C}$ et $\dot{\epsilon}=0.1\text{s}^{-1}$ (Glez J.Ch. & Driver J.H., 2003)

I.6 Influence de la microstructure lors du traitement thermique

Nous avons vu précédemment le comportement de la microstructure des alliages d'aluminium soumis à une déformation à chaud. La dynamique des dislocations au sein des grains agit sur la formation des cellules des sous-joints de grains. Au cours d'un recuit, les sous-joints de grains constituent des zones instables, favorisant la croissance et coalescence de nouveaux grains et conduisant à la recristallisation progressive de la microstructure.

La croissance des grains se produit à partir de sous-grains dont la désorientation peut augmenter en premier lieu par restauration. Dans la plupart des situations, après la mise en forme de type matriçage par exemple, ce phénomène se produit lors d'un recuit du matériau post déformation, on parle dans ce cas de recristallisation statique.

La conséquence immédiate est une baisse du R_{p02} et du R_m , mais une augmentation de la ductilité. La force motrice de la recristallisation statique est le différentiel de densité de dislocations entre l'arrière et l'avant du joint de grain. Lorsque le matériau a été déformé à chaud cette force motrice peut diminuer et la désorientation des joints et sous joints de grains devient prépondérante sur la mobilité des joints de grains. Deux mécanismes supplémentaires peuvent expliquer la croissance cristalline :

- L'effet solute drag (ou blocage par les solutes)
- La pression Zener

I.6.1 Mobilité des joints et sous-joints de grains durant le traitement thermique

De nombreuses études ont été menées afin de comprendre l'efficacité de différents éléments chimiques d'ajout tel que l'apport en manganèse, en silicium, et magnésium. (Maurice C. & Driver J., 1993) ont étudié l'effet de la quantité des éléments Mn sur la mobilité des dislocations au cours d'un recuit. En se basant sur la théorie CLS (Cahn, Lücke et Stuwe) (Cahn J et al., 1962) qui stipule que la vitesse de migration des grains est proportionnelle à leur mobilité, la relation suivante a été établie :

$$V = M_{int} \times P \text{ (eq I.3)}$$

Avec :

M_{int} : la mobilité intrinsèque d'un joint de grain pur

P : la pression motrice du joint de grain

Cependant, la présence d'éléments en solution solide au sein de la matrice d'aluminium implique la présence d'une force de pression motrice (P_i) qui s'oppose à la pression motrice du joint de grains en croissance. Cette pression est fonction du volume et de la concentration en éléments solutés, tel que : $P_i=f(V, C)$.

L'équation (eq I.3) devient :

$$V=M_{int} x [P-P_i(V, C)]$$

Pour déterminer une expression de la contre pression P_i Cahn a supposé que l'énergie d'interaction soluté-joint de grain avait un profil rectangulaire. Plus tard, Lücke et Stuwe ont supposé que cette interaction présentait un profil énergétique rectangulaire, si la concentration en soluté était plus élevée (eq I.2). En conséquence, deux expressions de la contre pression P_i existent, telles que :

$$\left\{ \begin{array}{l} \text{(a)} \quad P_i(V, C) = \frac{\alpha CV}{1 + \beta^2 V^2} \\ \text{(b)} \quad P_i(V, C) = \frac{1/2(\varphi(\psi^2 + \psi - \bar{\psi} - \bar{\psi}^2) + \varphi^2(\psi - \bar{\psi}))}{(\psi + \varphi)(1 + \varphi)(\bar{\psi} + \varphi)} CNE_0 \end{array} \right.$$

Avec :

$$\left\{ \begin{array}{l} \psi = \exp(E_0/2kT) \\ \bar{\psi} = \exp(-E_0/2kT) \\ \varphi \approx bV/D_{eff} \end{array} \right.$$

α et β sont deux paramètres dépendant de la forme du profil de l'énergie d'interaction

C : concentration en atomes

V : vitesse de croissance du joint de grains

N : nombre d'atomes par unité de volume

E_0 : énergie d'interaction de l'atome soluté au centre du joint

k : constante de Boltzman

b : vecteur de Burgers

D_{eff} : diffusivité d'un soluté aux joints de grains

Les représentations graphiques sont représentées en Figure I-25. Dans les deux cas, les calculs aboutissent à la même conclusion concernant les domaines de croissance cristalline. Les calculs

de la mobilité des joints de grain au cours de la mise en solution ont été effectués en divisant la vitesse de croissance des joints de grains V , par $[P-P_i(V, C)]$.

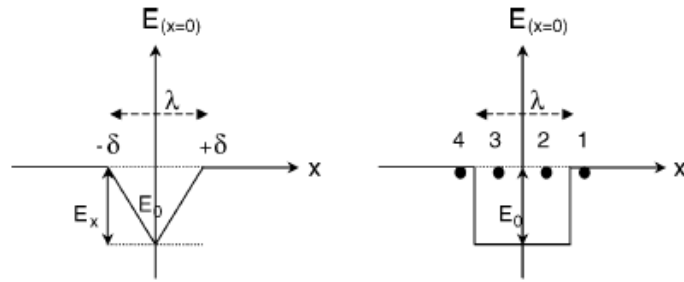


Figure I-25 : Profil énergétique au niveau de l'interface joint de grain/soluté lors de la croissance des grains recristallisés selon les modèles des équations (a) et (b) (Maurice C. & Driver J., 1993)

Le graphe de la Figure I-26 nous montre que l'ajout de soluté réduit la mobilité des sous-joints de grains et du coup la croissance de ces derniers pour une durée de traitement thermique donnée. Par exemple, pour une plage de température vérifiant $1000/T \in [1.8 ; 2.2]$, il semblerait qu'une faible quantité de manganèse (0.1% wt) provoquerait une légère ré-augmentation de la mobilité des joints de grains par rapport à Al-0.3Mn, ce qui expliquerait la nécessité d'un apport minimal en Mn pour avoir un blocage efficace.

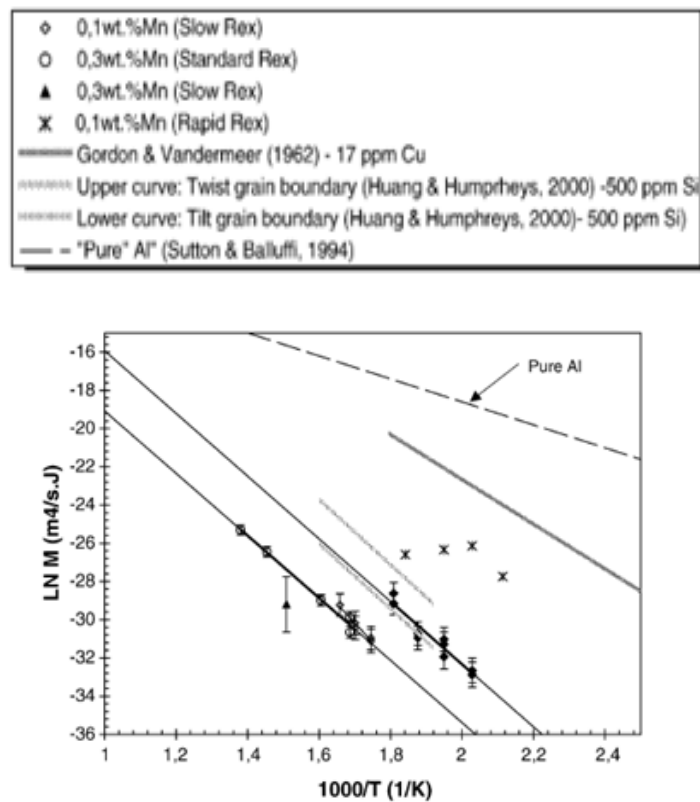


Figure I-26 : Evolution de la mobilité des sous-joints en fonction de la température pour différentes quantités de manganèse (Glez J.Ch. & Driver J.H., 2003)

Cette résistance à la croissance des grains a également été étudiée par (Zhang G.W et al., 2017) qui ont déterminé une fraction recristallisée inférieure à 30% après augmentation de la quantité de manganèse, mais également en présence de chrome et de magnésium.

1.6.2 Epinglage Zener aux joints de grains

L'épinglage Zener (ou Zener pinning), peut être défini comme étant un frein à la mobilité des sous-joints de grains, qui peut empêcher la recristallisation en cours de mise en solution et pénaliser la ductilité des alliages d'aluminium de la série 6XXX. Contrairement à l'effet solute drag qui est dû aux éléments en solution solide, le Zener pinning est dû à la présence de particules fines type précipités ou d'éléments eutectique. L'expression de la force Zener exercée par un précipité sur un sous-joint de grains a pour expression (Duval P. & De la Chapelle S., 2002) :

$$P_Z = \frac{3F_v\gamma}{2r}$$

Avec:

- F_v : Fraction volumique des particules
- r : rayon équivalent des particules si l'on considère qu'elles sont sphériques
- γ : Energie de surface entre les sous-joints de grains formé après restauration

(Duval P. & De la Chapelle S., 2002) ont étudié l'effet de la durée et de la température du traitement thermique sur la précipitation dans un alliage 6060. Après deux traitements de mise en solution à 400°C pendant 1 heure et 24 heures les échantillons ont été soumis à une compression plane à 400°C et à une vitesse de déformation de $1s^{-1}$. Les deux échantillons recuits à 400°C pendant 10 minutes après la déformation sont présentés en Figure I-27.

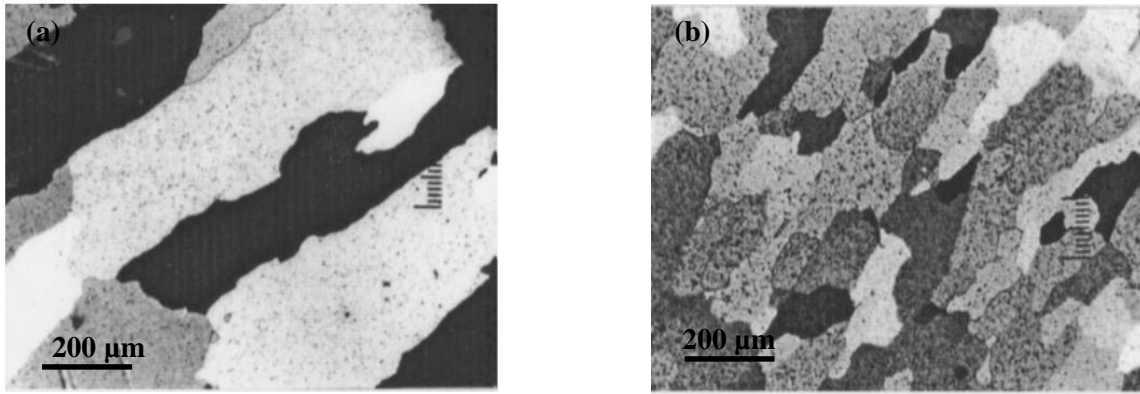


Figure I-27 : Clichés de micrographie optique des échantillons comprimés à chaud après un recuit à 400°C ; (a) microstructure après recuit de 1h ; (b) microstructure après recuit de 24h (Duval P. & De la Chapelle S., 2002)

L'effet de la durée du recuit pré-déformation a pour conséquence de moduler l'effet de la pression Zener sur la croissance des grains. Plus longtemps dure le recuit, au plus la taille des précipités augmente par phénomène de coalescence et réversion de la précipitation, diminuant ainsi l'épinglage par les précipités Mg_2Si . Il est donc important, pour s'assurer de la recristallisation en cours de mise en solution, d'optimiser la durée du recuit afin de limiter l'intensité du mécanisme de Zener pinning des précipités. Pour y parvenir, (Yu H. et al, 1986) ont proposé 4 différents types de traitement d'homogénéisation (Figure I-28) pour comparer les différentes valeurs de pression Zener obtenues.

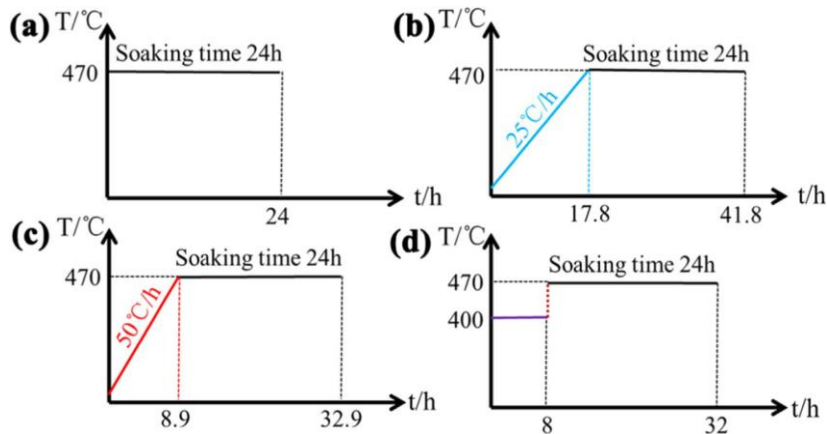


Figure I-28: Différents traitements thermiques (Yu H. et al, 1986)

Ces variations de traitement thermique entraînent un changement au niveau de la dispersion, la taille, la fraction volumique et la largeur de la PFZ (Precipitation Free Zone). D'après le Tableau I-5, la pression Zener semble être la plus efficace dès lors que le traitement d'homogénéisation commence par une rampe rapide en température et continue en palier.

Homogenization treatments	d (nm)	N_V (10^{21} m^{-3})	f_V (%)	f_V/r (μm^{-1})	P_Z (kJ m^{-3})
HT	16.71	0.92	0.225	0.269	120.8
HT25	15.44	1.79	0.344	0.446	200.6
HT50	13.69	3.47	0.466	0.681	306.4
DHT	14.73	1.89	0.316	0.429	193

Tableau I-5 : Impact du traitement thermique sur les précipités

D'après la théorie de Becker-Döring (Wolfgang D. & Frank D., 2006), l'augmentation du nombre de sites de germination dépend de la vitesse de montée en température. La théorie classique de la germination permet de détailler d'avantage le comportement de la phase secondaire au sein de la matrice.

Egalement, l'étude comparative entre l'efficacité du solute drag et le Zener pinning a été effectuée sur des aciers type ferrite et austénitique. Pour ce faire, (Hutchinson C.R et al., 2008) ont développé une formule semi-quantitative permettant de mettre en évidence la compétition Solute drag/Zener pinning intervenant au sein d'une microstructure lors de la croissance d'un grain. Cette étude a été menée sur la formation du soluté niobium (Nb) et du précipité de carbure de niobium (NbC) dans une matrice austénitique et ferritique en fonction de la température. En supposant que la vitesse de croissance d'un joint de grains est proportionnelle à la force motrice agissant au joint, on peut écrire :

$$V = M * DF_{Net}$$

De cette relation, on définit la fonction Ω vérifiant :

$$\Omega = \alpha * M_0 * X_p \left(DF - \frac{X_0}{X_p} \frac{3\gamma}{R} \right) - \frac{3\gamma}{R}$$

Avec :

$DF_{Net} = DF - F_z$ (DF représente la force motrice de croissance cristalline et F_z est la force d'épinglage)

V : la vitesse de croissance cristalline

M : la mobilité du joint de grains telle que $M = \frac{M_0}{1 + M_0 * \alpha * X_s}$

α : l'intensité de l'épinglage des joints de grains

X_s : la fraction solide en soluté en solution solide

M_o : mobilité intrinsèque du joint en l'absence de soluté

X_o : la fraction solide en soluté en solution solide et en précipités

X_p : la fraction solide en précipités

γ : énergie surfacique

R : taille moyenne des précipités

La fonction Ω représente l'effet de l'augmentation du volume de la taille des particules (précipités et secondes phases). Si la fonction Ω :

- est positive, l'effet solute drag est plus efficace que l'épinglage Zener
- est négative, l'épinglage Zener est plus efficace que l'effet solute drag

(Hutchinson C.R et al., 2008) ont appliqué cette formule sur un acier (représenté à la Figure I-29), on constate une augmentation exponentielle de la valeur de Ω avec la diminution de la température de recuit. Dans ce cas, l'effet du solute drag est prédominant et ce d'autant plus lorsque la taille moyenne des précipités augmente.

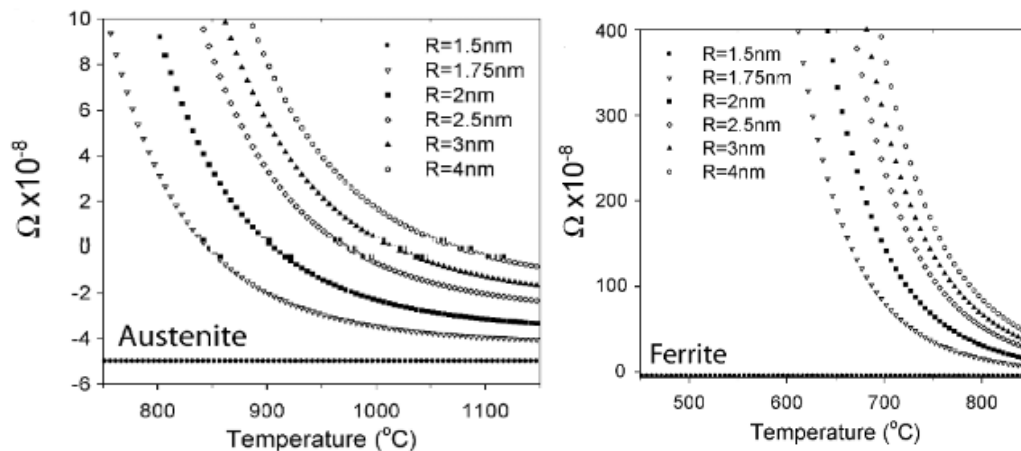


Figure I-29 : Représentation graphique de Ω en fonction de la température lors d'un traitement thermique pour $DF=0.5$ MPa et une concentration en Nb égale à 0.05% atomique (Hutchinson C.R et al., 2008)

A partir de cette étude, nous comprenons l'importance du paramètre température sur le mécanisme de blocage des joints de grain en croissance. Pour les alliages d'aluminium aussi en fonction des températures de dissolution des précipités de tels compromis s'observent et donnent lieu à des modifications de mobilité des joints de grains.

I.6.3 Epinglage par orientations similaire aux joints de grains

En dehors de l'effet des phases secondaires dans l'inhibition ou le ralentissement de la croissance des nouveaux grains, la faible orientation entre grains contribue également au ralentissement de la cinétique de recristallisation. Ce blocage appelé orientation pinning a été notamment étudié par (Doherty et al., 1997) qui est illustré en Figure I-30. Lors de la croissance d'un grain, les sous-grains ayant une orientation semblable génèrent un blocage par phénomène d'orientation pinning.

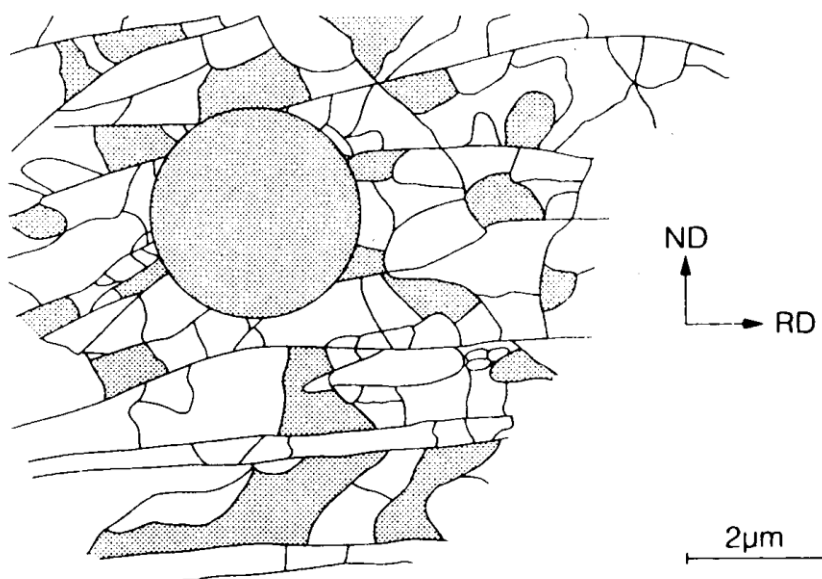


Figure I-30 : Orientation pinning d'un nouveau grain circulaire recristallisé, à la rencontre d'autres petits grains (en gris également) ayant un angle de désorientation plus faible et ralentissant la croissance (Doherty et al., 1997)

La Figure I-31 présente une micrographie optique d'un alliage d'aluminium très peu chargé en éléments chimiques secondaires et déformé à $\epsilon=40\%$, ce qui permet de générer le phénomène de recristallisation.

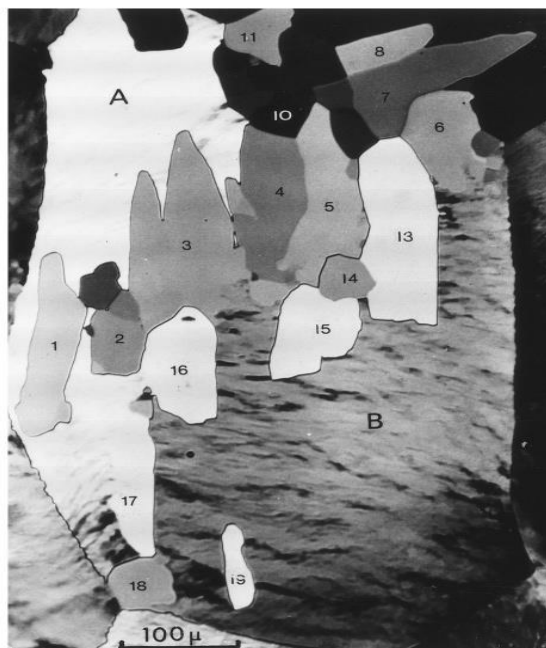


Figure I-31 : Micrographie Optique d'une microstructure partiellement recristallisée (Doherty et al., 1997)

Nous constatons bien un phénomène de recristallisation partielle due à une cinétique de croissance inhomogène. Deux principaux grains recristallisés sont observés (A et B), des grains clairs (13–17 et 19) qui ont une orientation proche du grain A mais ont une taille plus faible. Egalement, les grains gris (1–8, 11 et 18) ont une orientation proche de celle de B avec de même une taille plus faible.

I.7 Influence de la microstructure sur la durée de vie en fatigue (DDVF)

Le présent travail vise à développer une nouvelle nuance proche des alliages de coulée et nous considérons l'alliage AS7G03 comme référence de notre revue bibliographique concernant la fatigue.

Dans cette partie, nous nous intéressons à l'impact de la microstructure sur la durée de vie en fatigue. Rappelons que le nombre de cycles à l'amorçage avant rupture dépend des conditions de chargement. En effet, suivant que l'on impose des essais de traction-compression (rapport de charge $R=-1$ par exemple) ou en traction (rapport de charge $R=0.1$ par exemple), la durée de vie en fatigue varie. La fatigue d'un matériau comporte les 3 étapes suivantes (Verdu C., 1996):

- Amorçage
- Propagation
- Rupture

Dans ce qui suit, nous passerons en revue les recherches menées sur les différents facteurs d'amorce de fissure. Pour ce qui est de l'étape de propagation, il existe trois modes de propagation principaux :

- Propagation interdendritique de la fissure entre la matrice et le long des interfaces matrice/particules « dures » (type silicium, phases α -Al (Mn,Fe)Si et β -AlFeSi)
- Propagation intradendritique de la fissure
- Propagation interdendritique rapide avec endommagement des particules « dures »

Industriellement, des petits défauts de longueur pouvant varier entre la dizaine et quelques centaines de micromètres peuvent apparaître lors de la fabrication de pièces, qui sont considérées comme des fissures courtes. Ces « petites fissures » sont à l'origine de la rupture de la plupart des pièces produites qui se développent dans la majorité des cas à partir de défauts propres aux structures et qui se propagent une fois soumis à des sollicitations cycliques.

Par la suite, l'étude bibliographique portera principalement sur l'impact de la microstructure sur la durée de vie en fatigue.

1.7.1 Influence des phases secondaires sur la DDVF

En section I.2.1, nous avons mentionné le fait qu'une faible vitesse de solidification augmentait le SDAS (Secondary Dendritic Arm Spacing). Une augmentation de la taille du SDAS favorise la formation de la phase β -AlFeSi due à l'augmentation de la présence de l'élément fer. La conséquence de cette formation est une diminution (Figure I-32) de la durée de vie en fatigue due à un amorçage des fissures prématuré par clivage ou décohésion au niveau des phases β ou à l'interface β /matrice aluminium.

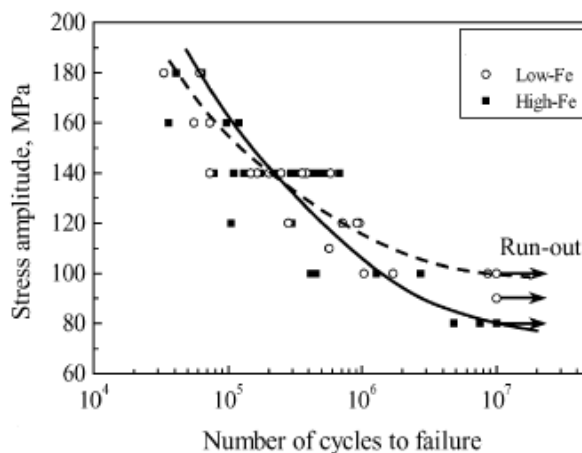


Figure I-32 : Courbe de Wöhler d'un alliage A356-T6 soumis à un essai de flexion 4 points à $\sigma_a=120\text{MPa}$ et $R=0.1$ (Yi J.Z. et al., 2004)

La Figure I-33 montre en A la zone d'amorce au niveau du bâtonnet β , suivi d'une propagation intergranulaire de la fissure en B.

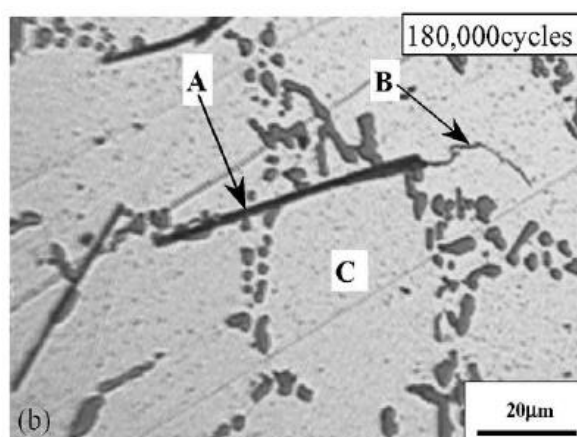


Figure I-33 : Amorçage de fissures au voisinage d'intermétalliques $\beta\text{-AlFeSi}$

Dans une étude menée par (Moustafa M.A., 2009), l'alliage binaire Al-Si a été utilisé avec différentes teneurs en fer (Tableau I-6) dans le but d'étudier la formation de la phase β , en fonction du DAS (Dendritic Arm Spacing). Il a été constaté une augmentation progressive de la teneur de la phase β ainsi que de la taille de ces phases en fonction de la teneur en fer à DAS constant.

Fe%	Average DAS (μm)	Dimensions of $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ needles		
		Average maximum length (μm)	Average maximum width (μm)	Average surface area (μm^2)
0.23	23 \pm 4	50 \pm 10	1.0 \pm 0.2	50
1.18	25 \pm 2	300 \pm 30	1.5 \pm 0.3	450
	23 \pm 5	400 \pm 24	1.7 \pm 0.4	680
1.44	24 \pm 2	420 \pm 20	2.0 \pm 0.3	840
	23 \pm 3	500 \pm 30	2.2 \pm 0.3	1100
2.33	26 \pm 4	680 \pm 60	5.0 \pm 0.4	3400
	25 \pm 4	820 \pm 60	5.5 \pm 0.4	4510
>2.52	23 \pm 2	720 \pm 75	5.7 \pm 0.6	4104
	25 \pm 3	950 \pm 45	6.1 \pm 0.5	5795

Tableau I-6 : Mesures de DAS moyens, taille caractéristiques par la méthode des interceptes en micrographie optique des bâtonnets $\beta\text{-AlFeSi}$ en fonction de la teneur en fer (Moustafa M.A., 2009)

Plusieurs travaux dont ceux de (Narayanan L.A. et al, 1995) ont montré sur des alliages biphasés Al-Si, que pour une vitesse de solidification de l'ordre de 10°C/s , la transformation de la phase β en phase $\alpha\text{-Al(Mn,Fe)Si}$ était possible. Cependant, pour atteindre de tels niveaux de refroidissement en coulée gravité, il est nécessaire d'utiliser des refroidisseurs efficaces afin d'augmenter l'extraction de calories du métal (Kasprzak W. et al, 2009). Afin d'optimiser la durée de vie en fatigue, il est ainsi nécessaire de favoriser une solidification rapide de l'alliage, mais également de limiter au maximum la teneur en élément fer, sous risque de formation de précipités $\beta\text{-AlFeSi}$ limitant la durée de vie en fatigue. Egalement, suivant la quantité de magnésium présente, la fraction volumique de la phase $\pi\text{-AlMgFeSi}$ varie comme illustré sur la Figure I-34. Rappelons qu'à l'instar de la phase $\beta\text{-AlFeSi}$, les phases $\pi\text{-AlMgFeSi}$ contribuent également à la détérioration de la durée de vie en fatigue.

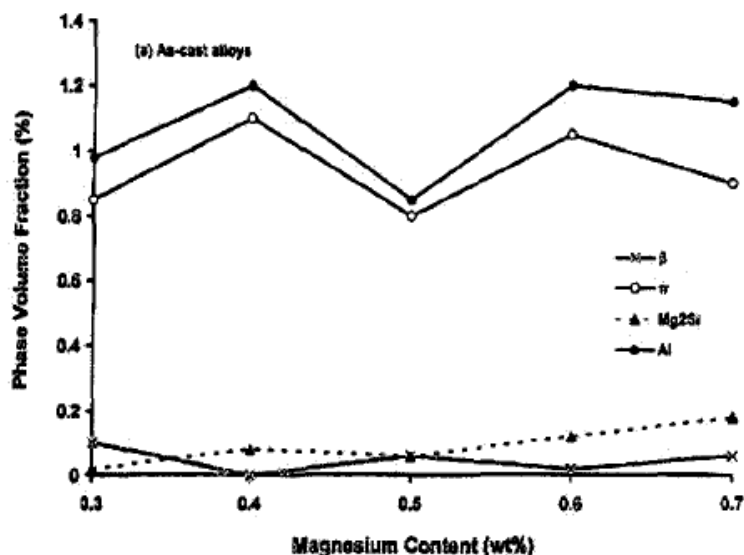


Figure I-34 : Fractions volumiques des phases Mg_2Si , β -AlFeSi et π -AlMgFeSi en fonction de la quantité de magnésium (Kasprzak W. et al, 2009)

Faire passer le taux de magnésium de 0.5 à 0.6% va augmenter le nombre de composés intermétalliques contenant du fer. D'après (Wang, Apelian, & Lados, 2001), ce type de détérioration sera plus marqué dans les alliages non modifiés.

De plus, comme mentionné précédemment, la présence de Cuivre dans un alliage du type Al-Mg-Si-X (avec X= Sr, B ou Cu) modifie la séquence de précipitation lors du revenu (Viet-Duc L. et al, 2016). Pour l'alliage A, la conséquence est une augmentation de la fraction volumique en phases dures telles que β'' , Q' et L. L'augmentation de dureté de la matrice d'aluminium principale a pour conséquence d'augmenter la contrainte maximale résolue afin de causer les premiers amorçages de fissure.

1.7.2 Influence de la taille des grains sur la DDVF

La taille des grains joue sur la vitesse de propagation de fissure dont la morphologie de la fissure dépendrait de ce paramètre. Egalement, un phénomène de ralentissement de la propagation de fissure dû à cette rugosité induite par la taille des grains peut se produire (Shou W.B. et al., 2016). (Kamp N. et al, 2007) ont également étudié l'influence de la taille des grains sur la durée de vie en fatigue, en particulier la cinétique de propagation de fissure sur différents alliages à différents taux de recristallisation. Des alliages A1, A2 et A3 (Tableau I-7) avec différentes tailles de grain ont été soumis à des essais de fatigue en traction et comparés à l'alliage 2024 T351.

Alliage	Cu	Mg	Li	Zr	Mn	Sc	Caractéristique des grains
1	2.27	1.03	1.56	0.106	-	-	Gros recristallisés
2	2.24	0.94	1.60	-	0.42	-	Fine, partiellement recristallisée
3	2.08	0.97	0.55	0.11	-	0.21	Très fine , Partiellement recristallisée

Tableau I-7 : Composition des alliages et taille des grains (Kamp N. et al, 2007)

Les résultats issus de la Figure I-35 montrent que la microstructure a une influence sur la vitesse de propagation des fissures, qui interfère très certainement avec les autres paramètres microstructuraux dont l'écrouissage qui n'est semble-t-il que partiellement effacé dans les alliages 2 et 3.

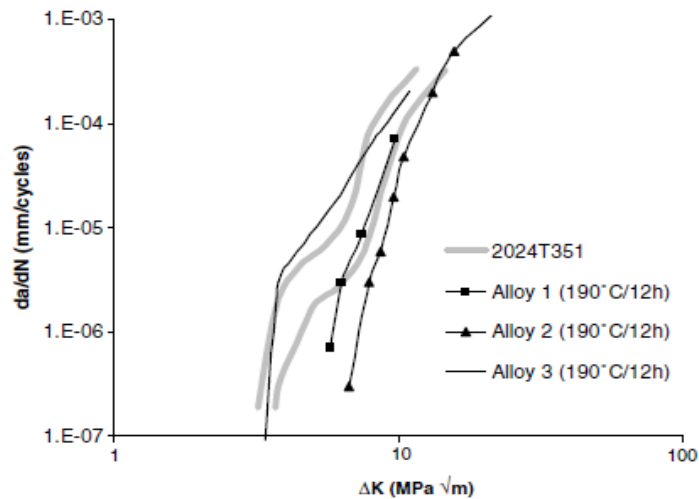


Figure I-35 : Vitesses de propagation de fissure à 20 Hz R= 0.1 (Kamp N. et al, 2007)

I.7.3 Mécanismes de fatigue

Lors d'un chargement mécanique, les dislocations sont mises en mouvements, dont ces derniers sont très liés à la microstructure du matériau. Plusieurs études expérimentales (Winter A.T, 1974) (Melisova D. et al., 1999) (Neumann P. & Tönnessen A., 1989) ont permis de comprendre l'organisation de ces dislocations avec le chargement cyclique. Elles s'arrangent principalement sous forme de bandes de glissement persistantes (ou encore PSB pour Persistent

Slip Bands) qui sont situées dans des plans bien particuliers de la structure cristalline de l'alliage en surface et volume de la pièce. La fréquence d'apparition de ces bandes dépend de la valeur prise par la contrainte résolue de cisaillement τ_s pour une certaine plage de valeurs prises par le cisaillement plastique résolu plastique du matériau γ_{pl} (Figure I-36).

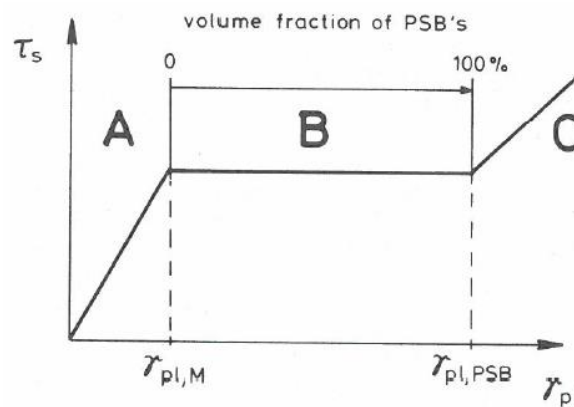


Figure I-36 : Modèle de courbe d'écrouissage idéal d'un monocristal de cuivre illustrant le palier de formation des PSB. (Winter A.T, 1974)

Ce modèle simplifié illustre bien qu'au-delà d'une certaine valeur de τ_s , il existe bien un domaine de formation des PSB. Lors de la présence des PSB, les dislocations possèdent une structure présentant des murs (noté m) et des canaux (noté c) comme présenté sur la Figure I-37. Ce mécanisme de formation de fissures a été étudié depuis plusieurs décennies, dont notamment par (Mughrabi H. et al, 1978).

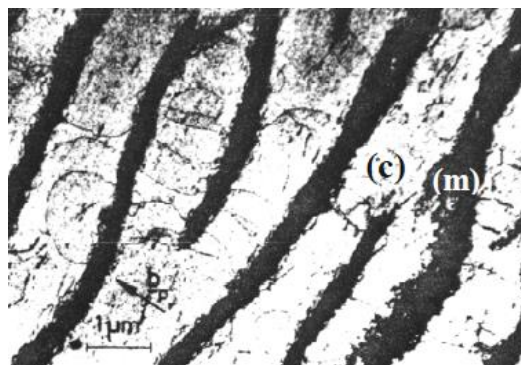


Figure I-37 : Micrographie représentant une structure à murs au sein d'une structure à canaux d'une PSB dans du cuivre monocristallin. (Mughrabi H. et al, 1978)

Ce mécanisme amène à l'amorçage en surface dans la matrice d'aluminium.

I.7.4 Relation tenue statique / propriétés cycliques

Relier les propriétés mécaniques statiques d'un matériau à la durée de vie en fatigue a été étudié par plusieurs auteurs tel que (Zhang G.W et al., 2017). Récemment, (Sung Hyuk Park & Chong Soo Lee, 2017) ont relié le RP02 et le Rm, à la durée de vie en fatigue. Le Tableau I-8 montre les propriétés mécaniques statiques et cycliques obtenus sur différentes microstructures d'aciers.

Steel	Material	Microstructure	Hardness (HV)	YS (MPa)	UTS (MPa)	EL. (%)	Fatigue limit (MPa)
SCr430B	AR	Pearlite+Ferrite	229	478	605	15.1	525
	AT	Bainite	479	1200	1375	10.4	900
	QT390	Tempered martensite	468	1191	1343	9.2	875
	QT495		346	979	1068	13.8	750
SAE1055	AR	Pearlite+Ferrite	319	770	1055	8.3	775
	AT	Bainite	479	1316	1511	10.3	875
	QT300	Tempered martensite	558	1580	1868	8.8	975
	QT430		497	1198	1290	10.9	975
	QT525		369	930	1006	14.6	825
TWIP1	AR	Austenite	210	414	950	75	475
TWIP2	AR	Austenite	226	471	1004	78	575
	10% pretensioned		351	749	1129	50	750
	30% pretensioned		417	1152	1357	20	800

Tableau I-8 : Microstructure, dureté, limite d'élasticité et durée de vie en fatigue de différents aciers (Sung Hyuk Park & Chong Soo Lee, 2017)

Les courbes S-N représentées en Figure I-38 montrent bien que les propriétés statiques et cycliques sont liées. Notons que l'érouissage induit une amélioration de la durée de vie en fatigue, ce qui est le cas par exemple pour l'acier bainitique.

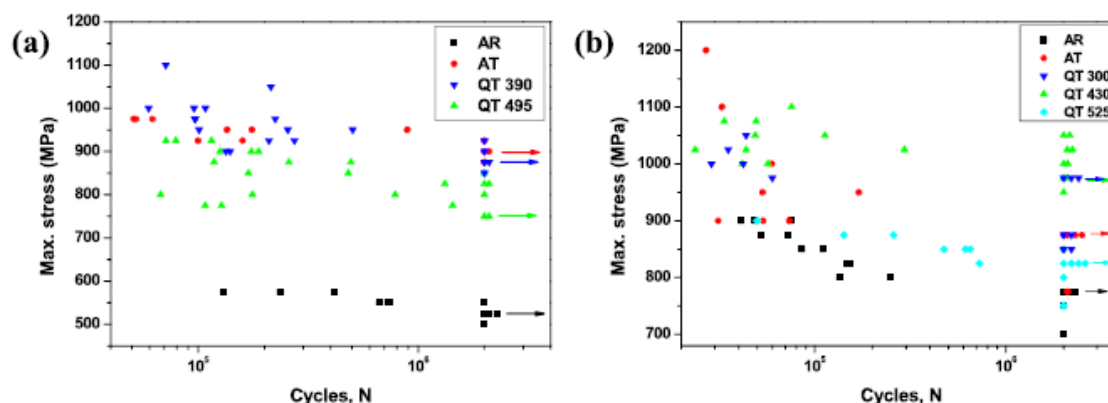


Figure I-38 : Courbes S-N pour (a) l'acier SCr430B et (b) l'acier SAE1055 (Sung Hyuk Park & Chong Soo Lee, 2017)

Nous constatons ainsi qu'il existe un fort lien entre la microstructure et la durée de vie en fatigue, ce qui permet de comprendre l'importance des paramètres de mise en forme sur la durée de vie en fatigue d'un matériau.

I.8 Influence d'autres facteurs sur la durée de vie en fatigue

I.8.1 Effet de la taille des porosités

La probabilité d'amorçage des fissures dépend de la présence et du type de défaut. La Figure I-39 montre un ensemble de courbes de Weibull à deux paramètres montrant que suivant le type de défaut, la DDVF peut durer de 5 à 25 fois plus longtemps.

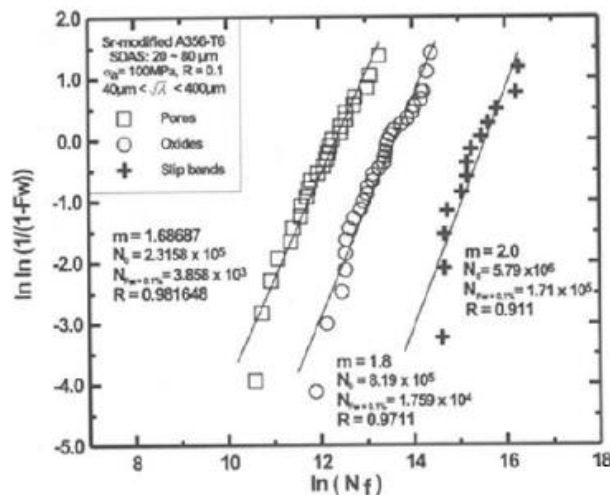


Figure I-39: Courbes statistiques de probabilité d'amorçage de fissure en fonction du type de défaut

Le meilleur scénario d'amorçage des fissures est dû aux mécanismes d'intrusion-extrusion générés par les bandes de glissement persistantes (Mughrabi H. et al, 1978). D'après (Wang, Apelian, & Lados, 2001), les matériaux exempts de défaut peuvent atteindre une durée de vie 25 fois supérieure à celle de pièces présentant des porosités du type retassure.

(Dezecot S. et al, 2017) ont étudié l'impact des retassures internes et des particules fragiles (type silicium) sur la durée de vie en fatigue. La Figure I-40 montre un essai de fatigue oligocyclique mené sur l'alliage AS7U3G, montrant (en zone A) l'amorçage par clivage en zone eutectique.

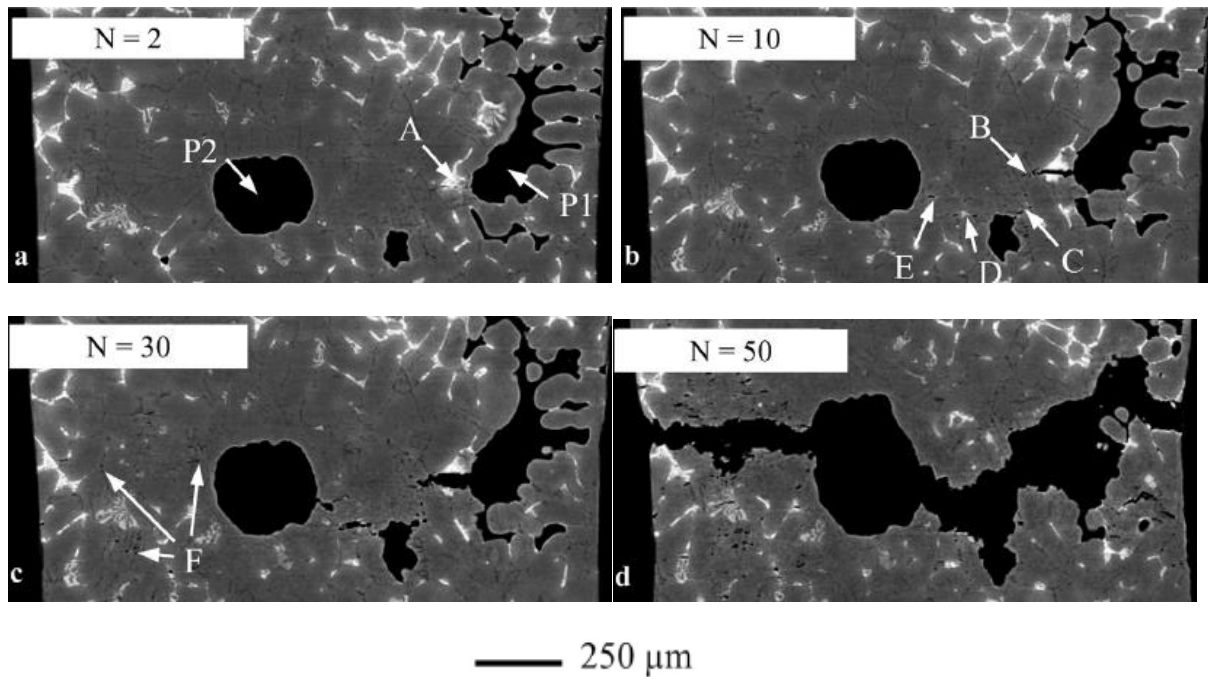


Figure I-40: Coupe tomographique sur l'alliage AS7U3G sur le plan présentant les dommages subis par ce dernier ($R=0.1$ à 350 N). (a) 2 cycles, (b) 10 cycles, (c) 30 cycles, et (d) 50 cycles. La direction de chargement est verticale. P1 et P2 sont les retassures internes. A et D sont les eutectiques $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$. B, C, E et F sont les particules de silicium. (Dezecot S. et al, 2017)

La taille et la morphologie des pores jouent ainsi un rôle essentiel sur la durée de vie en fatigue. D'autres auteurs comme (Teng X. et al., 2009) ou encore (Tiryakioglu M., 2008) ont mené une étude statistique sur la probabilité de rupture, en fonction de la taille des retassures internes (Figure I-41).

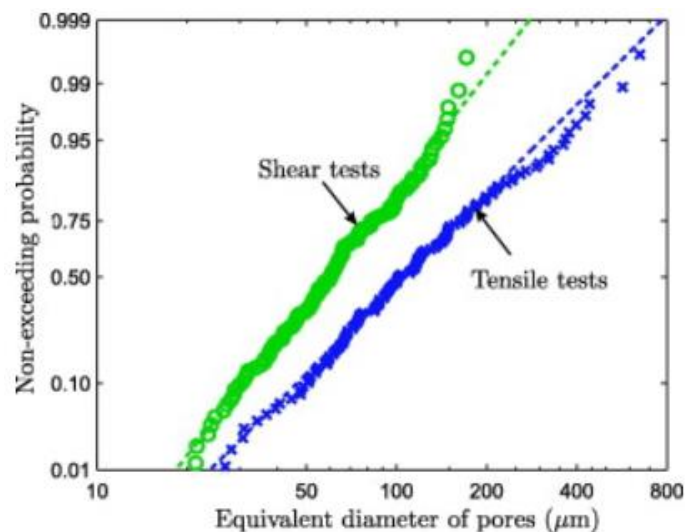


Figure I-41 : Courbe de probabilité type Log-normal en fonction du diamètre équivalent de tous les pores observés en surface lors d'essai de fatigue en tension et cisaillement. (Teng X. et al., 2009)

Dans le cas de ruptures en tension, on constate une relation de linéarité entre la probabilité de rupture et la taille des pores. Pour des pores de faible dimension (de l'ordre de 50 μ m), la probabilité de rupture est inférieure à 10%.

1.8.2 Effet des oxydes

Lors du procédé de coulée gravité, la formation des oxydes dans les alliages d'aluminium est principalement due aux turbulences créées par le remplissage. Au sein de la société Saint-Jean Industries, l'étape de bascule est optimisée pour limiter les phénomènes de turbulences. Les inclusions sont systématiquement présentes au niveau des pièces de fonderie due à la formation d'oxydes dans le bain métallique. Il s'agit d'éléments présentant une dureté nettement plus importante que celle de la matrice d'aluminium. La conséquence immédiate est une déformation localisée au sein de l'interface inclusion/aluminium, à l'instar d'une détérioration eutectique/aluminium. Une alimentation par un canal cylindrique (Dai X., 2005) ou une diminution de la hauteur du versement (Dispinar D. & Campbelle J., 2006) peut diminuer le nombre de ces défauts dans les alliages de fonderie.

1.8.3 Surface et rugosité

Lors d'essais en fatigue, l'amorce des fissures est favorisée par les défauts en surface. En effet, pour un type de chargement donné, on peut définir le coefficient K_t correspondant au rapport entre la contrainte réelle et la contrainte nominale.

$$K_t = \frac{\sigma_{réel}}{\sigma_{nom}}$$

Avec :

$\sigma_{réel}$: Contrainte réelle maximale

σ_{nom} : Contrainte nominale maximale

Le coefficient théorique de concentration de contraintes K_t dépend uniquement de la géométrie de la pièce et du type de sollicitation. (Li J.K. et al., 1992), ont développé dans le cas d'une rugosité due au grenailage, la relation suivante :

$$K_t = 1 + 4 \left(\frac{R_t}{D_p} \right)^{1,3}$$

Avec R_t correspondant à la rugosité totale et D_p la distance moyenne entre les pics. D'après (Cazaud R. et al., 1969), la diminution de la valeur de concentration des contraintes diminue la limite d'endurance σ_D moyenne des aciers (Figure I-42). Dans le cas des alliages d'aluminium, la détermination de σ_D est délicate mais ce graphique permet de manière qualitative de justifier l'importance de l'état de surface pour la durée de vie en fatigue.

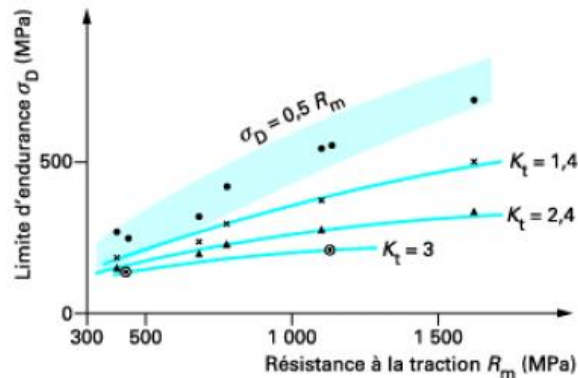


Figure I-42 : Evolution de la durée de vie en fatigue en fonction de la valeur de K_t . (Cazaud R. et al., 1969)

Egalement du fait du contact avec le milieu extérieur, à la surface il y a risque de corrosion pour l'alliage d'aluminium, d'usure, de grippage ou de matage. C'est donc dans cette zone que la pièce va subir le plus d'influence en réduisant la durée de vie en fatigue de la pièce. Il est donc important de s'intéresser à l'ensemble de tous ces paramètres lors de la conception des pièces.

I.9 Conclusion

Cette étude bibliographique a permis de mettre en évidence les multiples aspects de la métallurgie et de la mécanique à mettre en œuvre dans notre démarche d'optimisation. Cette partie donne un aperçu de l'étendue des connaissances nécessaires à avoir sur l'évolution des propriétés mécaniques des alliages de fonderie et de forge en fonction de l'évolution de la microstructure. Les principaux effets de la composition chimique, les traitements thermiques, les défauts internes, les phénomènes de germination, croissance et coalescence ont été étudiés. En dehors de l'importance de ces divers paramètres microstructuraux de fonderie et de forge, nous avons mis en évidence le rôle de la nature des phases mises en jeu sur le comportement global de l'alliage. En effet, ce sont bien ces dernières après traitement thermique qui contribuent à l'amélioration des caractéristiques mécaniques. Il est cependant nécessaire d'éviter la formation des phases néfastes qui réduisent les propriétés à la fois statique et cyclique. Le terme « optimisation » prend ainsi tout son sens car il s'agit à l'échelle locale et

globale de déterminer des paramètres pour que la microstructure ne présente que les phases désirées.

Le développement de l'alliage HMP nous amènera ainsi à de multiples compromis dans différents secteurs tels que le comportement métallurgique tout au long du procédé CobaPress™, l'importance de la vitesse et du niveau de déformation, le comportement mécanique en statique et cyclique et la rhéologie.

Chapitre II : Protocole expérimental

Dans ce chapitre, nous nous intéressons aux différentes procédures expérimentales utilisées dans notre étude.

II.1 Techniques de caractérisation

II.1.1 La microscopie optique

Dans le but de caractériser les différentes microstructures obtenues lors des essais, nous avons eu recours à l'utilisation de la microscopie optique. Il a ainsi été possible d'y mener des oxydations anodiques pour révéler les grains. L'avantage à révéler les grains peut permettre d'une éventuelle recristallisation de la microstructure post T6 comme le montre la Figure II-1.

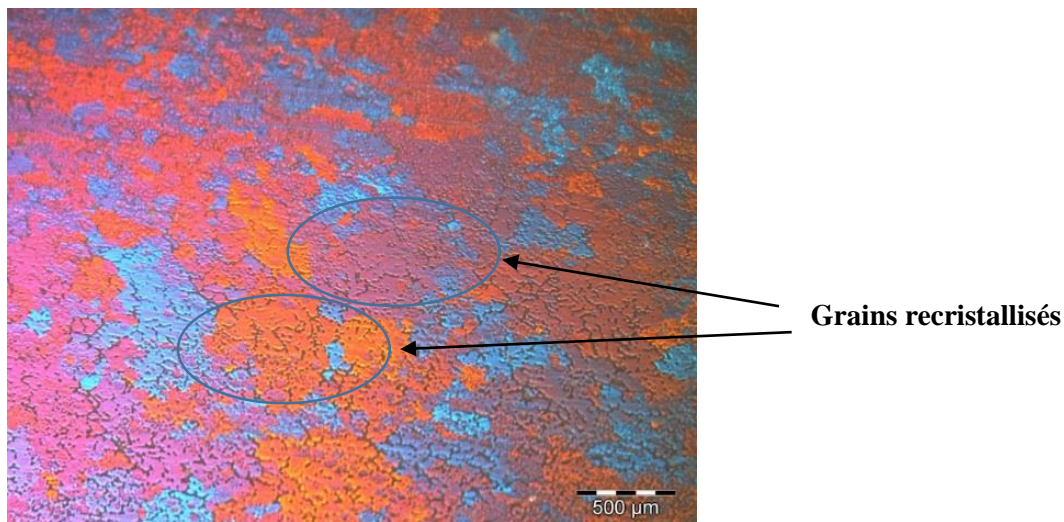


Figure II-1 : Micrographie Optique alliage HMP à 0.2% wt de manganèse

Après polissage, nous avons eu recours à l'oxydation anodique pour révéler les grains. Cette technique nécessite l'utilisation d'une solution à 1.18% HBF_4 dilué dans l'eau. L'échantillon est placé à l'anode et l'oxydation est réalisée sous une tension de 30V à une densité de courant de l'ordre de 1 A/cm^2 durant 4 minutes et à une température de solution comprise entre 6°C et 10°C . La croissance en épitaxie d'une couche d'alumine biréfringente, à épaisseur plus ou moins variable selon l'orientation des grains révèle la microstructure en lumière polarisée. Une lame d'onde est placée dans le microscope pour obtenir des couleurs différentes en fonction de l'orientation des différents grains.

II.1.2 La microscopie électronique à balayage

Afin de caractériser de manière qualitative les phases, la microscopie électronique à balayage est employée. Cette technique (couramment appelé MEB) utilise le faisceau d'électron qui se projette à la surface de l'échantillon sous une incidence normale (hors analyse EBSD). A travers ce microscope, il existe la technique d'analyse par diffraction des électrons rétrodiffusés que l'on nomme EBSD. La technique EBSD utilise le faisceau d'électrons d'un microscope électronique à balayage pour l'analyse des orientations cristallines des grains. Un faisceau stationnaire d'électrons du microscope électronique à balayage est projeté sur la surface de l'échantillon tilté à 70° sous une faible incidence afin d'augmenter l'intensité des électrons rétrodiffusés. Ces derniers vont diffracter sur les plans cristallographiques dans la position de Bragg puis être collectés sur un écran de phosphore (Figure II-2). On parle alors de diagramme de diffraction de Kikuchi qui est indexé par un logiciel spécialisé permettant de déterminer la nature de la maille cristalline ainsi que l'orientation locale du cristal. Les résolutions spatiales et angulaires de la technique sont respectivement de l'ordre du micromètre et d'environ 1° . Les mesures ont été réalisées avec un MEB FEG JEOL 6500 équipé d'un système EBSD hkl Technology et du logiciel de dépouillement channel 5. A l'aide du pilotage automatique du faisceau incident, il est possible d'effectuer une cartographie des orientations sur toute une plage de l'échantillon. Dans notre cas, le pas de déplacement utilisé était toujours de $0.8\mu\text{m}$ et les plages étudiées étaient de l'ordre de $250\mu\text{m} \times 480\mu\text{m}$.

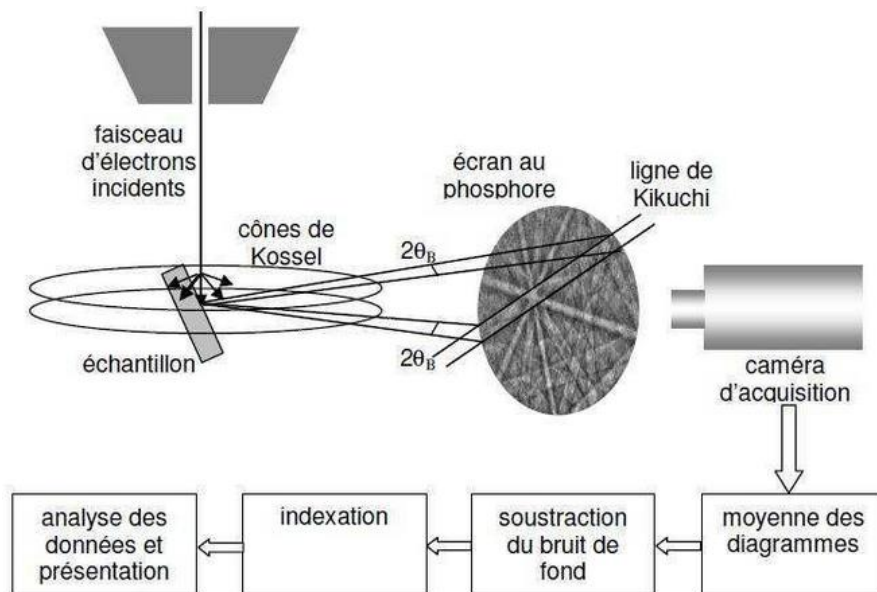


Figure II-2 : Principe de la technique EBSD

Afin de garantir une indexation optimale, les échantillons ont subi un polissage jusqu'au P4000 suivi d'un polissage électrolytique à 18V à température ambiante, à une densité de courant de l'ordre de 0.8 A/cm^2 et pendant 45 secondes, dans une solution 5% massique HBF_4 . Il était ainsi possible d'obtenir une bonne détection des diagrammes de diffraction.

II.1.3 La Tomographie à rayons X

Afin d'étudier qualitativement la refermeture des retassures apparues lors de la coulée des pièces, nous avons eu recours à l'analyse par tomographie des rayons X. Il s'agit d'une technique d'analyse de contrôle non destructive, permettant la reconstruction d'images « en coupe » d'un objet en 3 dimensions. L'autre avantage de cette technique réside dans le fait qu'elle permet également de localiser très finement toute hétérogénéité, singularité, vide ou inclusion présents dans un objet. Cette propriété est très utile dans le contrôle qualité des pièces dans l'industrie. Le schéma principe est rappelé en Figure II-3.

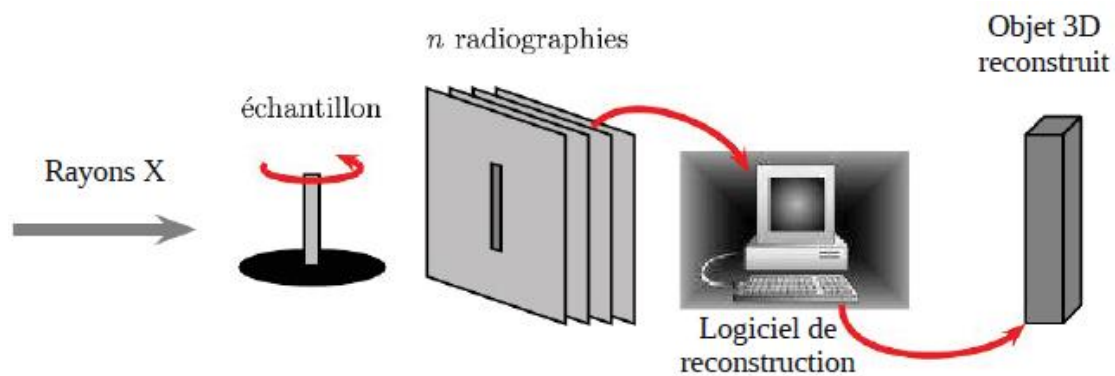


Figure II-3 : Représentation schématique du principe de la tomographie par rayons X

Théoriquement, la tomographie par rayons X s'appuie essentiellement sur la loi d'absorption de Beer-Lambert. Considérons un faisceau d'énergie E , le nombre n_i de photons transmis en fonction du nombre de photons incidents n_o et du coefficient d'absorption μ du matériau, il vient :

$$n_i(E) = n_o(E) \exp \left(- \int_l \mu_E(x_i, y_i, z_i) dx \right)$$

Avec l , le chemin du faisceau au sein de l'échantillon. Le coefficient d'absorption μ varie le long de la traversée du matériau. Ce dernier dépend de la masse volumique ρ et du numéro atomique Z du matériau ainsi que de l'énergie E du faisceau, tel que l'on ait :

$$\mu_E(x, y, z) = f(\rho, Z)$$

Au cours de cette thèse, l'appareil de tomographie utilisé est un Phoenix Nanotom à résolution maximale de $1\mu\text{m}$ (Photo II-1). L'avantage de cet appareil est la capacité à analyser des pièces de grande dimensions mais à géométrie simple (cube, sphère,...).



Photo II-1 : Appareil de Tomographie X du centre SPIN de l'Ecole des Mines de Saint-Etienne

Dans notre cas, il sera intéressant d'utiliser cette technologie afin de mener une étude comparative entre l'état d'une pièce coulée et une pièce comprimée à chaud. Ce qui permettra de caractériser qualitativement l'effet du CobaPressTM sur la refermeture des défauts apparus à la coulée.

II.2 Essais thermomécaniques

II.2.1 Essai de compression plane encastrée

Afin de mener des essais de compression plane encastrée, les éprouvettes de compression ont été usinées de sorte à avoir une géométrie parallélépipédique pour 7mm de large pour pouvoir entrer dans le canal. Toutes les éprouvettes ont le même volume, cependant les dimensions exactes ont été déterminées en fonction du niveau de déformation de Von Mises. En effet, nous cherchons à obtenir des échantillons après déformation aux dimensions suivantes $h=4 \times L=7 \times l=28 \text{ mm}^3$ (Figure II-4), afin de pouvoir usiner des mini-éprouvettes de traction en leur sein.

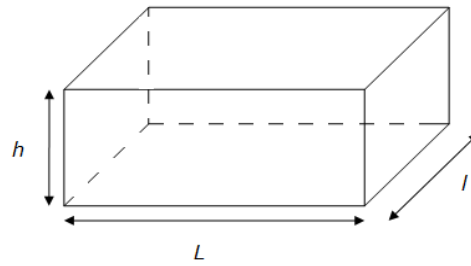


Figure II-4 : Géométrie des pièces pour le channel-die

D'après la Figure II-5, le cœur du montage est constitué d'un couloir de compression et d'un poinçon en acier inox réfractaire. Des résistances chauffantes et des thermocouples sont logés à l'intérieur de ces pièces au voisinage immédiat de l'échantillon. Le contrôle de la température est assuré par des régulateurs du type PID. Tout le dispositif est installé sur une machine d'essai servo-hydraulique Schenk d'une capacité de 100kN et pouvant atteindre des vitesses de déformation de l'ordre de $10s^{-1}$.

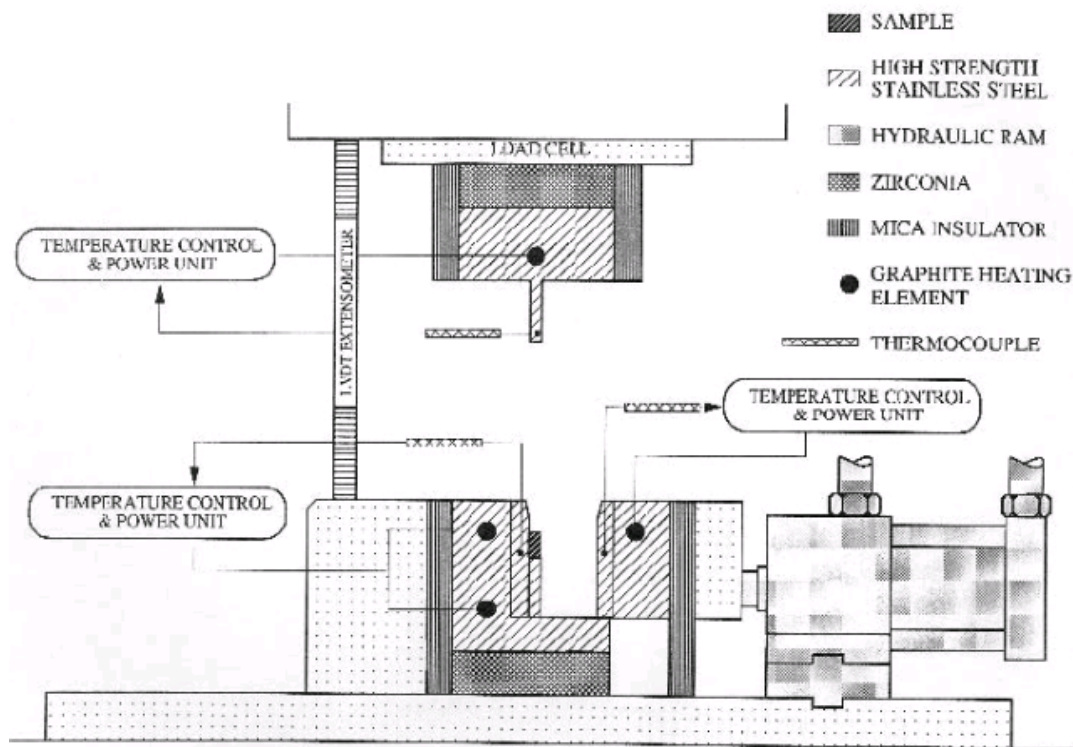


Figure II-5 : Schéma du principe du dispositif de compression plane bi-encastée à chaud (Maurice C. & Driver J., 1993)

Lors de l'essai de compression encastée, il y a risque de frottement élevé en raison de la grande surface de contact entre l'éprouvette, le couloir et le poinçon. La conséquence est une forte hétérogénéité de déformation entre la surface et le cœur de l'échantillon notamment lors de

charges importantes. Du spray graphite ainsi que du Téflon sous forme de ruban (polytétrafluoroéthylène) ont été utilisés comme lubrifiant. L'éprouvette a d'abord été enduite de graphite, après un séchage d'environ 10 minutes, l'échantillon était recouvert de trois couches de Téflon successivement appliquées parallèlement aux directions d'allongement, transverse et normal. Afin de s'affranchir des inhomogénéités de déformation dues au frottement, la peau des échantillons était retirée après l'essai lors de l'usinage des éprouvettes de traction.

Le couloir de compression ainsi que le poinçon sont initialement chauffés à vide (sans l'échantillon) jusqu'à la température désirée. Une fois la température stabilisée, la paroi mobile du couloir de compression est écartée et l'éprouvette est placée au centre du couloir. Après fermeture de la paroi, une légère précharge (0.8kN) sur l'échantillon permet un bon échange thermique et sa montée en température est très rapide (de l'ordre de 20 secondes). L'essai de compression est déclenché environ 2 minutes après la fermeture du couloir afin de s'assurer que la température est homogène mais aussi pour éviter une dégradation trop importante du Téflon. L'échantillon est ensuite laissé pendant 10 minutes dans le montage ouvert sans chauffage pour simuler le refroidissement lent d'une pièce de production (Photo II-2).

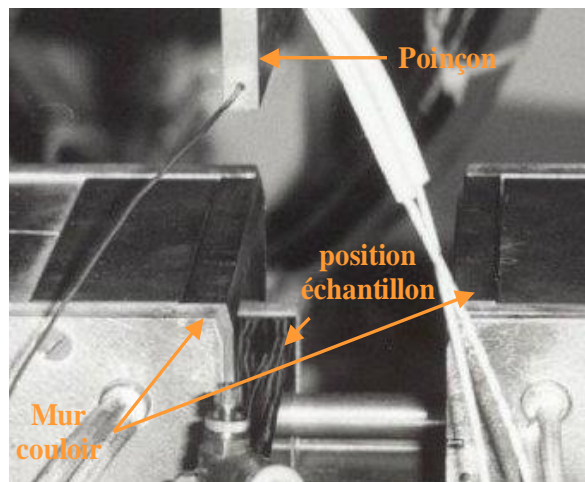


Photo II-2 : Zoom sur la zone de compression au channel die

Il est possible grâce à ce système de garantir la mobilité d'une des parois du couloir de compression. Durant l'essai, la paroi est fermée à l'aide d'un vérin hydraulique dont ce dernier applique une force suffisante pour s'opposer aux contraintes engendrées par la déformation souhaitée. A la fin de l'essai, la paroi mobile se retire et l'échantillon se refroidit à l'air mais tout restant dans le montage pendant 10 minutes pour avoir une vitesse de refroidissement à l'air similaire aux pièces massives de production.

Le déplacement du vérin est piloté par un ordinateur afin d'obtenir une vitesse de déformation constante. Le suivi de la consigne de déplacement est assuré tout au long de l'essai par une régulation avec demande adaptable.

II.2.2 Essai de torsion à chaud

L'essai de torsion permet la caractérisation rhéologique de matériaux pour de grands niveaux de déformation $\varepsilon > 1$, ce qui est un avantage par rapport à la compression (plane ou uniaxiale). L'avantage à utiliser ce type d'essai est de pouvoir s'abstenir des frottements que l'on retrouve en compression plane encastrée. Les Figure II-6 (a) et Figure II-6 (b) montrent le schéma des éprouvettes de torsion utilisés, dont le diamètre et la longueur de la zone utile valent respectivement $\Phi=6\text{mm}$ et $L_u=27\text{mm}$.

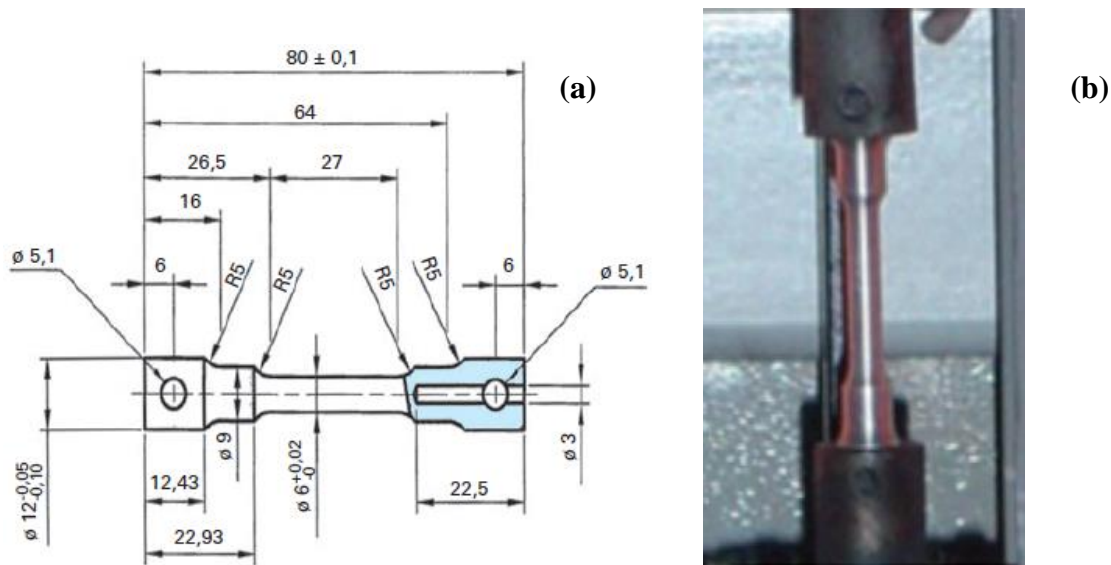


Figure II-6 : (a) Schéma de l'éprouvette de torsion (échelle en mm), (b) montage de l'éprouvette de torsion lors d'un essai à chaud

Au cours de la torsion usuelle, la longueur de l'échantillon est maintenue constante, de telle sorte que la forme globale de celui-ci demeure inchangée (conservation du volume en plasticité). Il est donc possible d'imposer de très grandes déformations à chaud, à condition toutefois que l'on puisse assurer l'uniformité et la constance de la température tout au long de l'essai afin d'éviter une localisation de la déformation. En revanche, le caractère non uniforme du tenseur des vitesses de déformation implique un traitement informatique et mathématique des données expérimentales pour en extraire les courbes contrainte/déformation, ce qui rend son utilisation plus lourde.

En effet, les essais étant effectués à haute température, l'approximation de Fields et Backofen (Fields D.S & Backofen W.A, 1957) consiste à considérer la scission τ du matériau en fonction du rayon r de la pièce et permet de déduire la contrainte d'écoulement au cours de l'essai. Si l'on considère un rayon de partie utile R , la contrainte d'écoulement σ a pour expression :

$$\sigma (R) = \frac{\sqrt{3} \Gamma}{2\pi R^3} \left(3 + \frac{\partial \ln(\Gamma)}{\partial \ln(N)} + \frac{\partial \ln(\Gamma)}{\partial \ln(\dot{N})} \right) \text{ équation (II.1)}$$

Avec:

- Γ le couple de torsion
- N la rotation imposée et \dot{N} la vitesse de rotation imposée (en tr/s)

Un Fichier Excel contenant cette formule est à disposition pour représenter la loi de comportement théorique de l'essai. La courbe de la loi de comportement est filtrée à l'aide du solveur d'Excel qui nous permet d'obtenir un lissage optimal.

II.3 Essais mécaniques en statique et cyclique

II.3.1 Essai de traction uniaxiale

Pour le choix de la géométrie de l'éprouvette, nous avons tenu compte de la géométrie finale des pièces soumises au channel die. En effet, les éprouvettes de traction ont été extraites des pièces post-channel die. La Figure II-7 (a) montre la géométrie de l'éprouvette qui a ensuite été montée sur des pinces. Un extensomètre a été placé sur la partie utile de l'éprouvette pour mesurer la déformation, comme le montre la Figure II-7 (b). Le dispositif utilisé est un appareil de traction Instron, dont la vitesse de déformation imposée est de 5×10^{-3} mm/s.

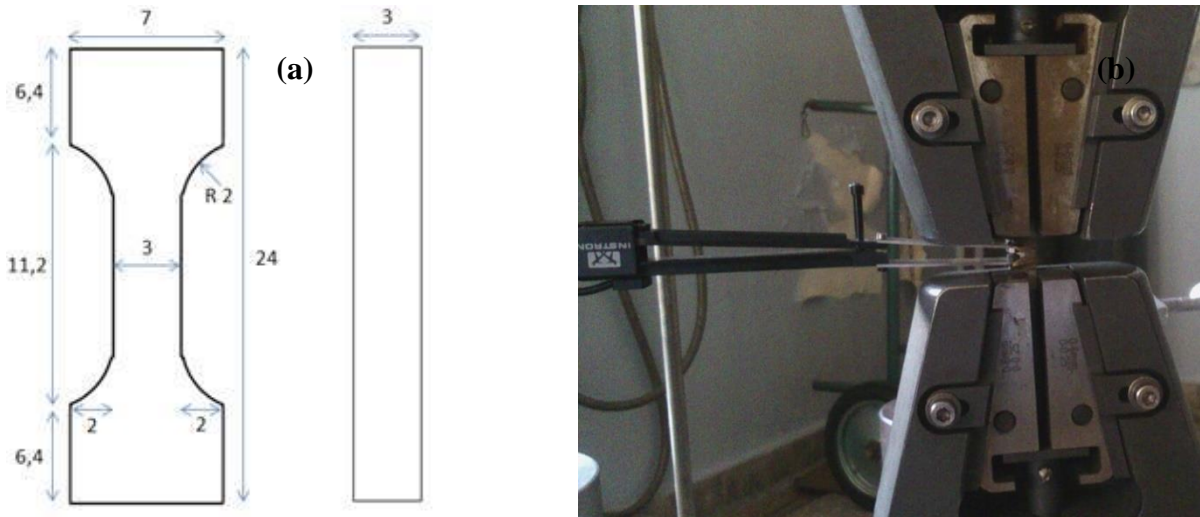


Figure II-7 : (a) Mini-éprouvette de traction (échelle en mm). (b) Montage de traction avec extensomètre

II.3.2 Protocole pour l'essai de fatigue

La géométrie des éprouvettes de fatigue est présentée sur la Figure II-8. Les têtes ont été filetées avec un pas de vis M16 pour pouvoir être visées dans le montage. Des contre-écrous étaient alors serrés lorsque l'éprouvette était en traction à sa charge maximale pour assurer une fixation efficace et limiter la fatigue du filetage.

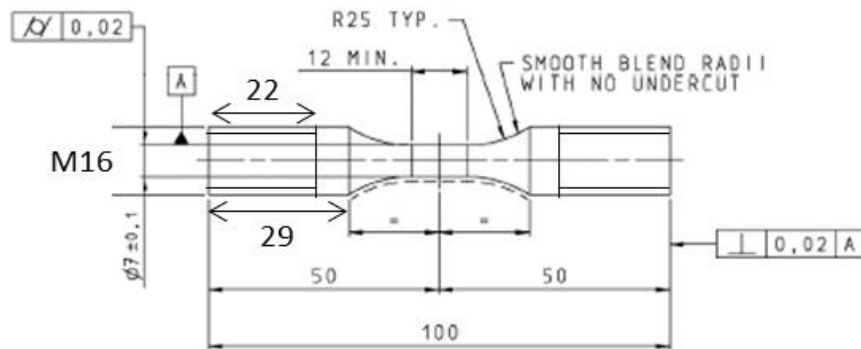


Figure II-8 : Schéma éprouvette de fatigue

Les essais de fatigue en traction ont été réalisés à l'aide d'une machine d'essai servo-hydraulique Tema Concept aux fréquences de 5 et 10 Hz présentée en Figure II-9. Les essais de fatigue ont été effectués avec un rapport d'amplitude $R=0.1$ ou $R=-1$. La cellule de force a été contrôlée par comparaison à l'aide d'une cellule de référence calibrée par le Laboratoire A+ métrologie (Lyon, France), avec une précision de 0.2% sur toute la plage de mesure du capteur.



Figure II-9 : Montage essai de fatigue

II.4 Conclusion

Nous venons de passer en revue les techniques expérimentales utilisées lors de cette thèse. La combinaison des techniques d'analyses avec les essais mécaniques permet de mener au mieux l'étude de l'évolution microstructurale au sein de l'alliage HMP.

Chapitre III : Détermination de la composition chimique de l'alliage HMP

Dans ce chapitre nous expliquons la démarche ayant été adoptée pour la détermination de la composition chimique de l'alliage HMP. Dans un premier temps et en se basant sur le rapport bibliographique, nous avons considéré 5 compositions chimiques tests qui vont être détaillées dans cette section. Une série de bras d'amortisseur a été CabaPressée à partir de ces compositions tests. Des essais mécaniques du type traction simple seront effectués afin de déterminer leur tendance à former des criques, la coulabilité, le RP02, le Rm et l'allongement à rupture de chacun de ces alliages. Dans un second temps et à partir de ces résultats et de ceux de l'analyse en micrographique, nous pourrions affiner la composition chimique finale de l'alliage HMP.

III.1 Compositions chimiques test

III.1.1 Présentation du tableau des compositions chimiques test

Afin de déterminer la composition exacte de l'alliage HMP, dans l'objectif de diminuer la quantité de silicium pour améliorer la tenue mécanique sans trop pénaliser la coulabilité, nous avons commencé par considérer les combinaisons présentées dans le Tableau III-1. Les échantillons ont été préparés et fournis par la société Saint-Jean Industries.

Composition souhaitée (en %massique)								
	Si	Fe	Mg	Mg/Si	Cu	Ti	Mn	Sr (ppm)
Compositions	+ 0,1 - 0,05	-	+ 0,1 - 0,05	+ 0,1 - 0,05	+ 0,05 - 0,05	0,150 maxi	+ 0,05 - 0,05	+ 10 - 10
C1	0,77	-	0.9	1.17	0,25	0,12	0,2	0
C2	1,5	-	0.8	0.53				0
C3	2,5	-	0.7	0.28				60
C4	3,5	-	0.7	0.2				80
C5	4,5	-	0.6	0.13				100

Tableau III-1 : Compositions chimiques candidates

Nous avons choisi un ratio Mg / Si variable afin de tenir compte des précipités et des eutectiques qui se forment lors de l'étape de coulée. La plupart des phases secondaires sont constituées de l'élément silicium (α -AlMnFeSi et β -AlFeSi) et magnésium (Mg_2Si et π -AlMgFeSi). Un rapport de Fe / Si est optimal pour la formation de phase alpha équivalente si la valeur est

comprise entre 3 ou 4 ((Gorny A. et al, 2013), (Mikolajczak P. & Ratke L., 2011)). Une faible quantité de cuivre est ajoutée afin de favoriser la formation des phases durcissantes et d'éviter des problèmes liés à la corrosion (Ding L. et al, 2015). Le strontium est rajouté à partir d'une certaine quantité de silicium introduite afin de modifier efficacement la phase eutectique (Kotte B., 1985). Toutes les compositions chimiques ont été contrôlées par spectrométrie d'émission optique Thermo Scientific ARL 3460.

Dans l'étude qui suit, un bras d'amortisseur ou encore pièce dampfergabel est utilisée comme préforme support à l'étude (Figure III-1).

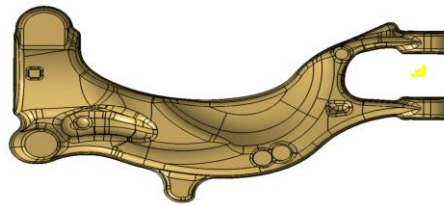
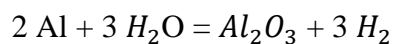


Figure III-1 : Pièce dampfergabel

III.1.2 Rappel des étapes du procédé CobaPress™

Le procédé CobaPress™ présente l'avantage d'allier la coulée et la forge. Ce procédé innovant consiste en premier lieu au remplissage d'un moule par un alliage d'aluminium par coulée gravité ou par coulée sous basse pression pour créer une préforme. Une fois la préforme créée, elle est préchauffée à haute température pour lui donner un comportement visqueux-plastique. La préforme est ensuite forgée à cette température et refroidie à l'air. La dernière étape consiste en un traitement thermique T6 afin d'induire un durcissement structural de l'alliage.

Le bain de fusion de l'alliage à couler contient l'eau atmosphérique, ce qui provoque le risque de formation de dihydrogène dans l'alliage selon la réaction chimique suivante :



Afin de limiter la formation du gaz H_2 on utilise un bullage d'azote qui par phénomène de convection et de densité, provoque un « crémage » en surface réduisant ainsi la quantité de dihydrogène. Egalement, l'affinant Al_3Ti est utilisé dans le but de démultiplier le nombre de sites de germination à la solidification, mais aussi pour garantir une morphologie équiaxe des grains (Figure III-2).

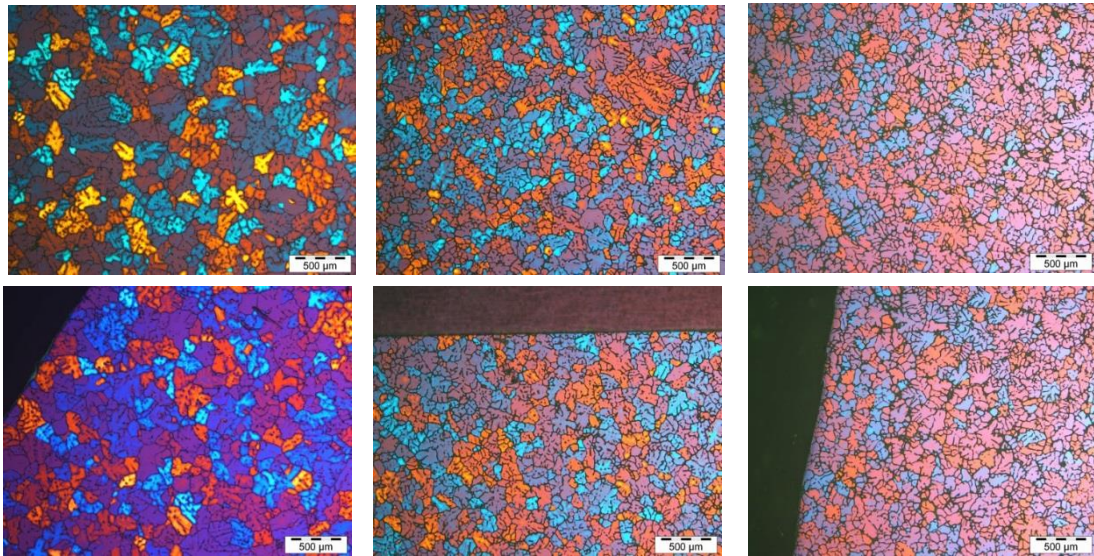
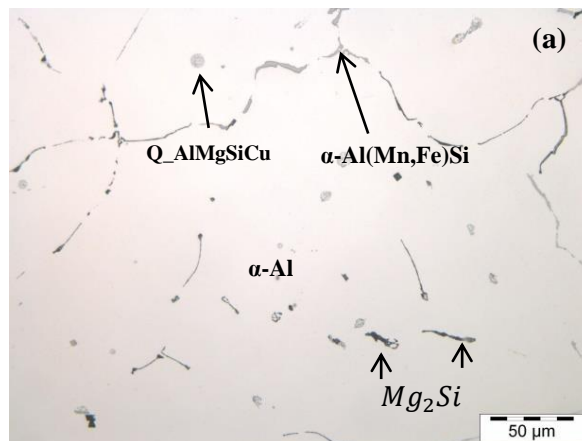


Figure III-2 : Microstructures des pièces d'étude après Oxydation Anodique

L'avantage de ce type de configuration est double : limiter les phénomènes de macroségrégation chimique, mais aussi augmenter les caractéristiques mécaniques par relation de Hall-Petch grâce à la réduction moyenne de la taille des grains.

A la suite de la solidification des différentes compositions, suivie d'un polissage et de l'utilisation de la silice colloïdale, l'analyse sous micrographie optique nous permet de révéler les éléments chimiques de la microstructure. La Figure III-3 nous montre les différentes phases formées après coulée, dont celles mentionnées lors de l'étude bibliographique.



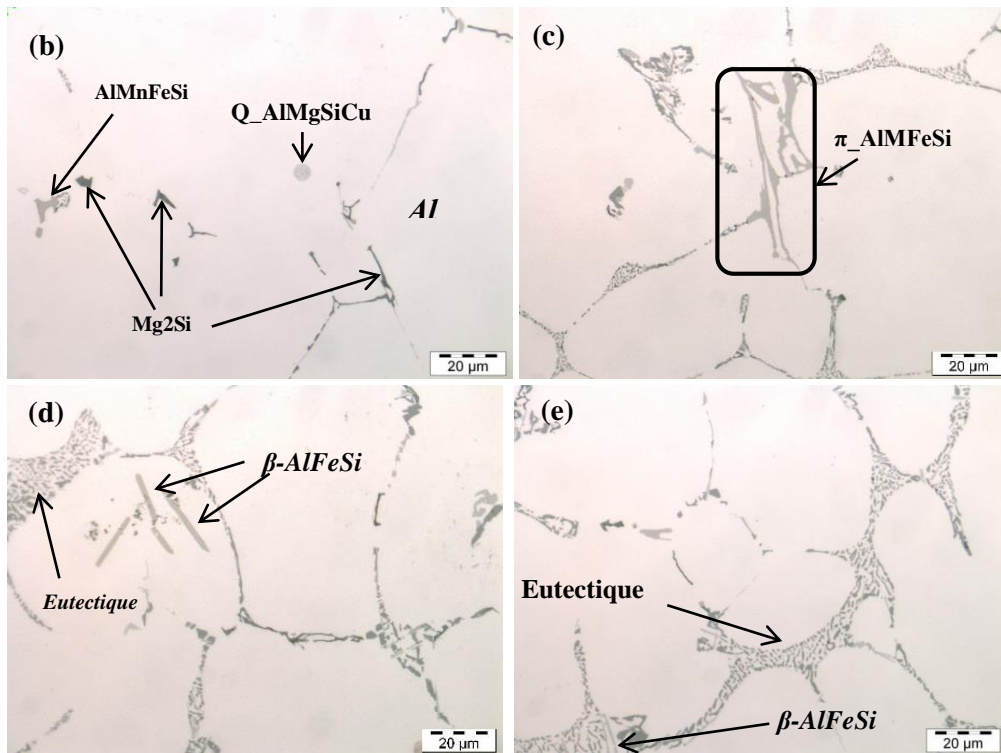


Figure III-3 : Micrographies Optiques des différentes compositions. (a) pour C1, (b) pour C2, (c) pour C3, (d) pour C4 et (e) pour C5

Les analyses morphologiques des précipités et les résultats de la sonde EDX nous permettent de constater que les compositions C1 et C2 ne présentent pas de phase β -AlFeSi mais plutôt la phase α -Al(Mn,Fe)Si, ce qui laisse présager un meilleur allongement à la rupture par rapport aux compositions C3, C4 et C5. En effet, ces trois dernières présentant la phase π -AlMgFeSi et β -AlFeSi contribuant à la réduction l'allongement à rupture final. Egalement, la phase quaternaire Q-ALMgSiCu est présente pour les faibles quantités de silicium, ce qui permet d'anticiper sur la contribution non-négligeable en phase L, Q' et β'' pour le durcissement structural final des alliages aux compositions C1 et C2. Au travers de cette première analyse, nous constatons qu'en termes de compromis sur l'allongement et l'augmentation de la valeur du Rp02 et du Rm, les phases formées pour C1 et C2 conviennent le mieux. Les essais mécaniques en traction simple nous permettront de confirmer les hypothèses qui viennent d'être énoncées.

III.2 Résultats essais de traction

III.2.1 Déroulement de l'essai

Afin de confirmer les hypothèses énoncées précédemment, une série de pièces de Dampfergabel a été CobaPressée, aux différentes compositions chimiques. Dans un premier temps, nous avons

réalisé des essais de traction simple sur chacune des compositions tests à l'aide d'éprouvettes cylindriques. En effet, au sein de la pièce Dampfergabel, deux éprouvettes par compositions ont été extraites et moyennées (Figure III-4). Des éprouvettes cylindriques de diamètre $\Phi=8\text{mm}$ ont été extraites. Des essais de traction simple ont été réalisés au sein de la société Saint-Jean Industries.

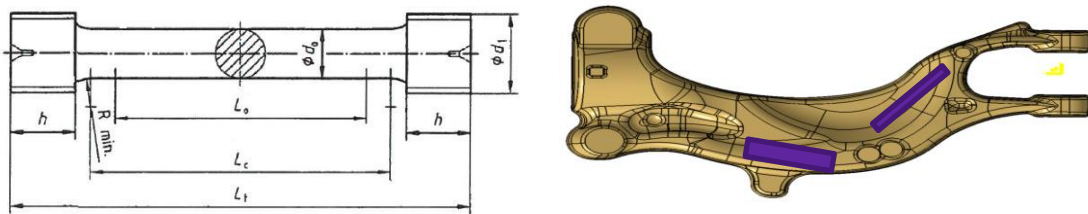


Figure III-4 : (Gauche) Schéma éprouvette de traction. (Droite) Dampfergabel

III.2.2 Résultats

Les résultats d'essai sont reportés sur la Figure III-5.

Limites d'élasticité et allongements en fonction de la composition

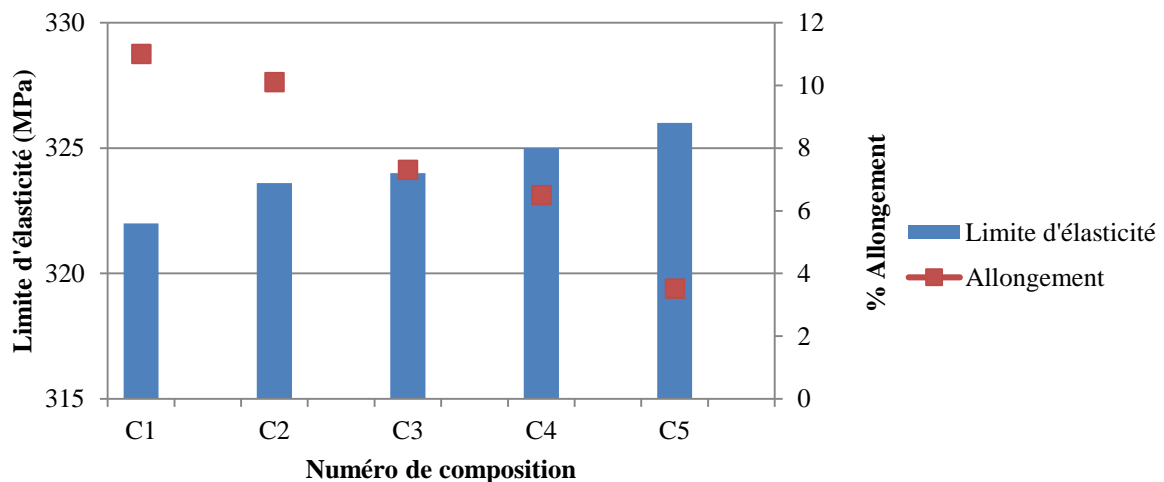


Figure III-5 : Résultats des essais en traction simple sur les différentes compositions

Nous constatons dans un premier temps que les limites d'élasticité de toutes les compositions sont au-dessus de 300MPa, ce qui est une valeur relativement élevée comparé aux alliages d'aluminium de fonderie utilisés classiquement dans l'industrie automobile (pour l'AS7G03, nous avons $RP02=300\text{MPa}$, $Rm=300\text{MPa}$ et $\% A=7\%$). Dans un second temps, les compositions C1 et C2 présentent un allongement à rupture au-delà de 8%, ce qui combiné à la limite d'élasticité présage des très hautes performances mécaniques pour le futur alliage HMP. En conséquence, l'hypothèse de la contribution des phases chimiques dans l'amélioration des

propriétés mécaniques observées en micrographie optique se confirme. Cependant, les valeurs sont données à titre indicatif dans le but de comparer les différentes compositions mais ne permettent pas de confirmer que la composition C1 ou C2 correspondra à la valeur finale de la composition de l'alliage HMP. La prochaine étape est l'étude du comportement métallurgique (criquabilité et coulabilité) des différentes compositions afin de confirmer le choix de la composition chimique finale entre C1 / C2 voire C3.

III.3 Caractérisation métallurgique

III.3.1 Caractérisation de la crique

Pour mener une étude de la criquabilité des différentes compositions, nous avons utilisé un moule (Figure III-6) en forme de barreau ayant tendance à accentuer le phénomène au sein de l'alliage. On définit la sensibilité d'un alliage à la crique par un indice de criquabilité I . Il s'agit d'une appréciation qualitative qui se base sur l'examen visuel de la série d'éprouvettes réalisées dans le moule métallique.

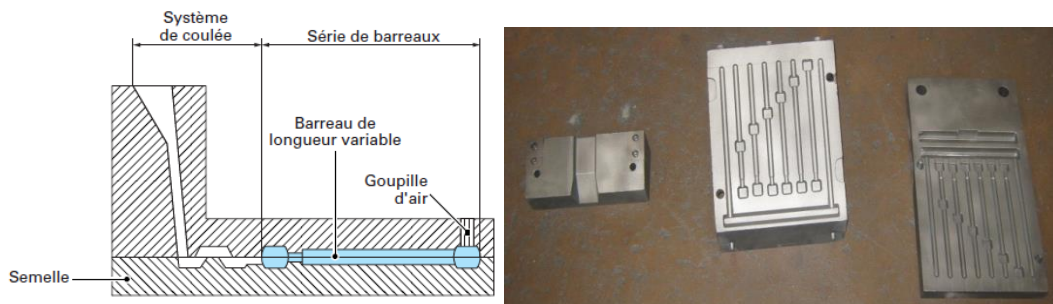


Figure III-6 : Schéma éprouvette de criquabilité (à gauche) et photo de l'éprouvette de criquabilité utilisée (à droite) (GARAT M., 2012)

La tendance à la crique est basée sur l'aspect visuel des criques décelées dans chacun des six barreaux différents. On définit ainsi la valeur I_k correspondant au degré de crique attribué au $k^{\text{ième}}$ barreau, l'indice de criquabilité I_{tot} d'un alliage est donné par la formule :

$$I_{tot} = \sum_{k=1}^{k=6} I_k$$

Le barème dégressif suivant est appliqué à chaque barre au Tableau III-2:

Valeur de I	0	0.25	0.40	0.60	0.80	1
Etat	pas d'amorce de rupture décelée	Amorce de rupture décelée seulement au ressuage	amorce de rupture d'un seul côté de l'éprouvette	Amorce de rupture sur le dessus et le dessous de l'éprouvette	rupture complète sous un faible effort	rupture complète due à la crique

Tableau III-2 : Quantification de la sévérité de la crique

Dans notre cas, nous avons effectué l'essai en chauffant le moule à 250°C pour tenter d'affiner la microstructure pour améliorer le RP02, mais aussi à 400°C qui correspond à la température à laquelle les moules sont chauffés en production chez Saint-Jean Industries. L'essai a été effectué en effectuant 3 coulées par composition et une valeur moyenne a été retenue. A l'issue d'une analyse à la fois visuelle et après ressuage / UV, nous en avons déduit les résultats présents à la Figure III-7.

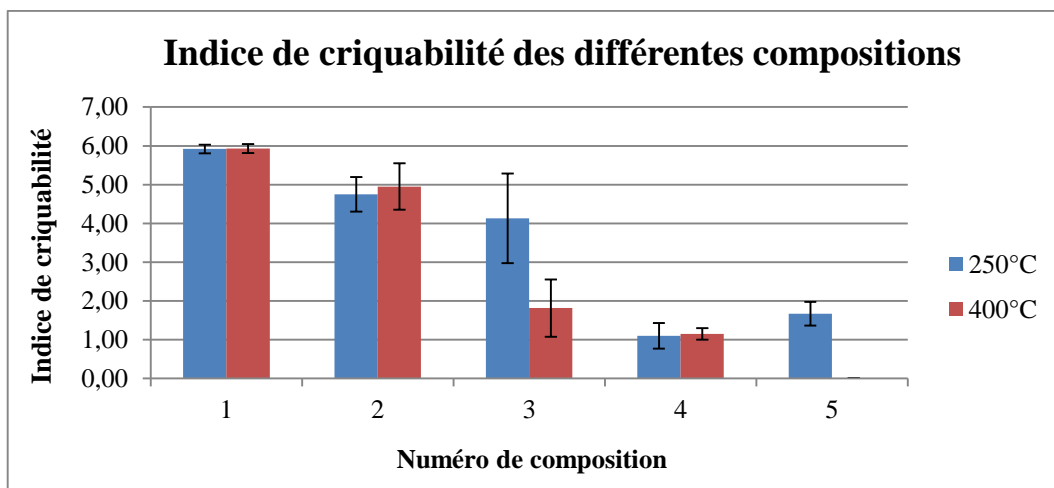


Figure III-7 : Indice de criquabilité des différents alliages

Nous constatons que la criquabilité décroît plus lentement suite à l'ajout de silicium pour une température de 250°C, comparativement à une température de l'éprouvette à 400°C. Les amplitudes d'erreurs peuvent être dues à la dégradation du poteyage entre deux coulées, ce qui accentue les échanges thermiques et peut modifier les conditions d'essais. Il est également intéressant de noter qu'à partir de C3, la tendance à la crique est presque trois fois plus faible comparativement à une composition à $w(\text{Si})=1.5\%$. Pour conclure, les compositions C3, C4 et C5 présentent un comportement intéressant vis-à-vis de la crique et constitue ainsi un alliage pertinent pour notre étude.

III.3.2 Caractérisation de la coulabilité

Afin de quantifier la capacité des alliages à remplir un moule, nous avons utilisé une éprouvette dite de coulabilité ou également appelée Spirale de Cury. Ce dispositif très simple nous permet de déterminer la coulabilité d'un alliage métallique, en évaluant la longueur parcourue au travers d'une spirale. Augmenter la quantité de silicium au sein de l'alliage, permet d'améliorer la coulabilité de ce dernier (Figure III-8).

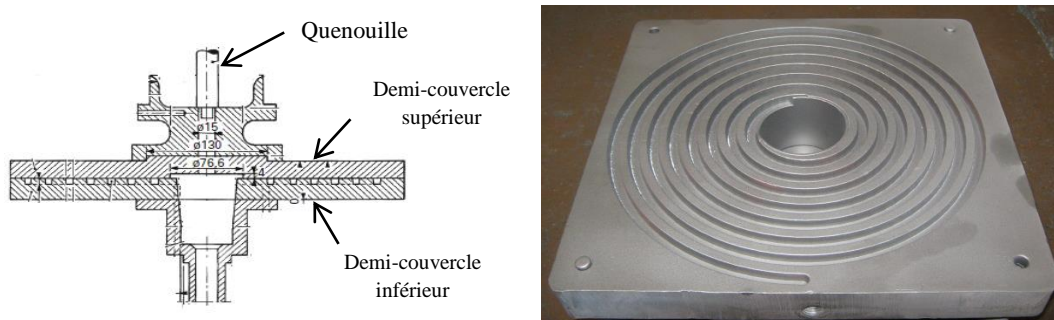


Figure III-8 : Spirale de Cury vue du dessus (à gauche) et de profil (à droite) (GARAT M., 2012)

Nous constatons d'après la Figure III-9 qu'un moule chauffé à 400°C améliore la coulabilité de toutes les compositions, ce qui est cohérent avec la diminution de la viscosité avec une température croissante. Nous remarquons une augmentation et une diminution de la valeur de la coulabilité qui pourrait être attribuée à la présence de strontium. Il semblerait que la composition C3 (correspondant à $w(\text{Si})=2.5\%$) présente une meilleure coulabilité.

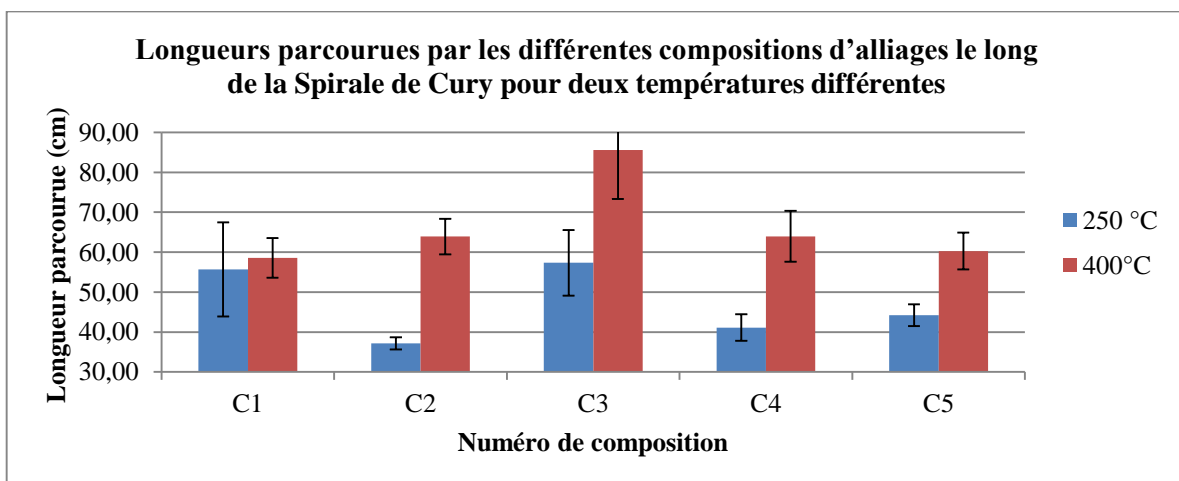


Figure III-9 : Longueurs parcourues par les différents alliages le long de la spirale de Cury

En ne considérant uniquement l'étude du comportement métallurgique des différentes compositions, nous constatons que la composition C3 présente le meilleur compromis en termes

de coulabilité, mais aussi en termes de résistance à la crique. Cependant les caractéristiques mécaniques (Figure III-5) sont plus intéressantes au sein de la composition C2 qui de son côté, présente une sensibilité à crique plus importante.

III.4 Influence de la vitesse de solidification sur la microstructure

III.4.1 Utilisation d'une cage à thermocouples pour la détermination de la vitesse de solidification

Dans ce qui suit et compte tenu des résultats précédents, nous nous concentrons essentiellement sur la composition chimique C2 (Tableau III-3). Nous avons très sensiblement réduit la valeur en %wt de Mg de 0.8% à 0.7% et augmenté la valeur en %wt de silicium de 1.5% à 1.7% de la composition C2 afin de diminuer d'avantage le risque de formation de la phase π -AlMgFeSi et de crique.

% massique	Si	Mg	Cu	Mn	Ti	Fe	Zn
Composition C2 bis	1.5	0.7	0.25	0.17	0.13	0.08	-

Tableau III-3 : Composition chimiques de l'alliage C2bis

Nous allons dans cette partie utiliser des refroidisseurs afin d'affiner la microstructure et de limiter la formation des micro-retassures internes par solidification dirigée. Cette procédure permettra également de confirmer les résultats obtenus en partie précédente concernant le RP02 et le Rm.

L'avantage de travailler avec la pièce dampfergabel est qu'il s'agit d'une géométrie simple, présentant une longueur convenable pour caractériser l'action de la coulée gravité sur la formation de la préforme. Afin de confirmer l'impact de la vitesse de solidification sur la taille moyenne des grains, nous avons utilisé une cage à thermocouple qui correspond à un grillage sur lequel des thermocouples sont placés, comme en Photo III-1 par exemple sur une pièce B8.

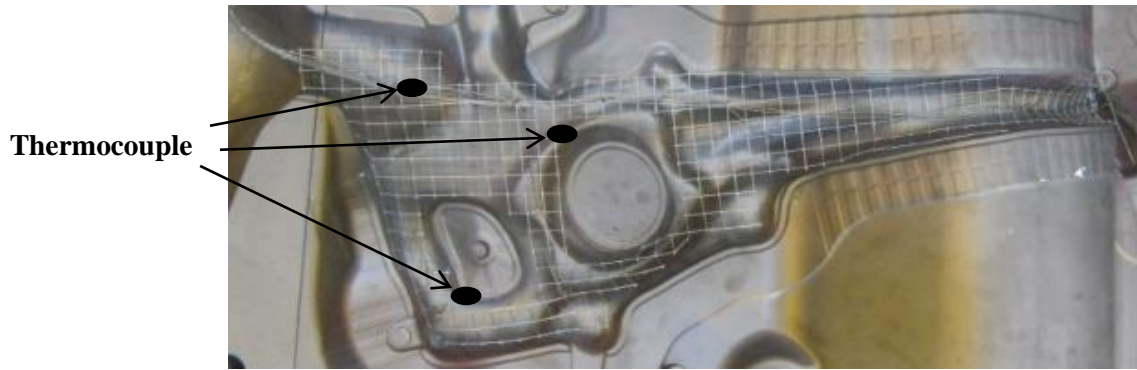


Photo III-1 : Cage à thermocouple

Ce dispositif permet une lecture de la température à différents endroits de la pièce au cours de la solidification du métal. Sur la Figure III-10 sont représentées en bleu les zones où les thermocouples ont été placés.

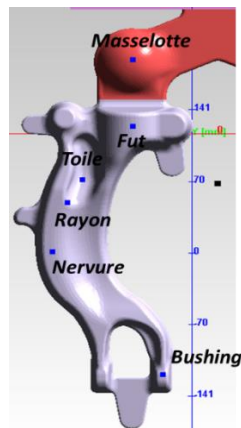


Figure III-10 : Emplacement des thermocouples de mesure sur le bras d'amortisseur

Les données récupérées présentant des niveaux de bruits significatifs, l'utilisation d'un filtre passe-bas du premier ordre à l'aide de la fonction polynomiale de Savitzky-Golay sous MatLab a permis de tracer et de lisser à la fois les courbes de refroidissement et les courbes dérivées (Figure III-11) dans les différentes zones de la pièce.

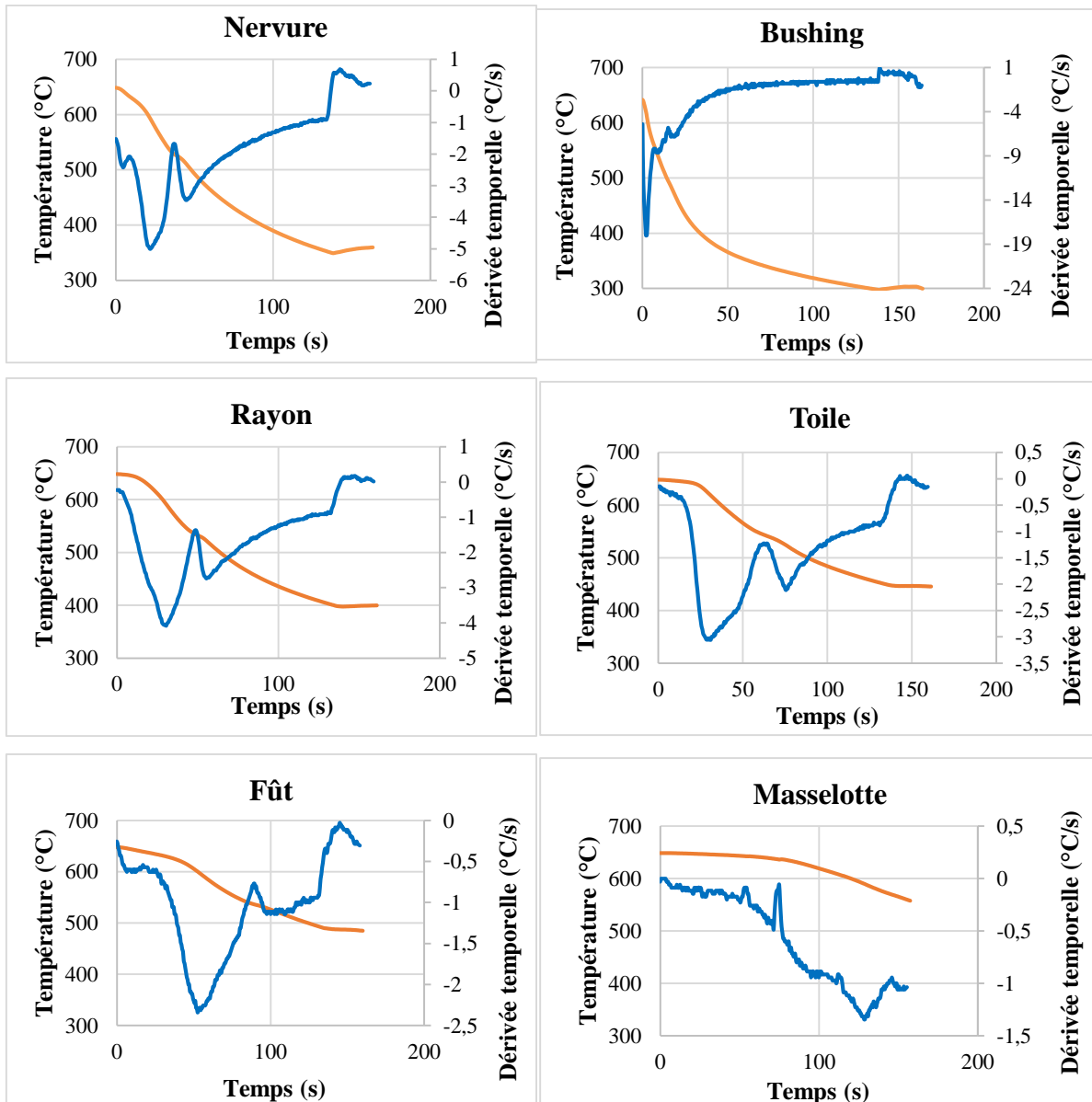


Figure III-11 : Courbes de refroidissement (en marron) et dérivée temporelle première (en bleu) de la température en différents points de la pièce dampfergabel

Nous savons que la température de fin de fusion des alliages d'aluminium à faible quantité de silicium se situe aux alentours de 550°C d'après le diagramme de phase, ce qui est une information importante dans le cadre de la recherche du temps de solidification. A partir du premier pic maximal de la dérivée de la courbe correspondant au premier changement de phase, il est ainsi possible de remonter aux temps de solidification de la pièce dampfergabel par zone (Figure III-12). Le temps de solidification de la zone masselotte a été pris supérieur à 160s en extrapolant la courbe de solidification de cette zone.

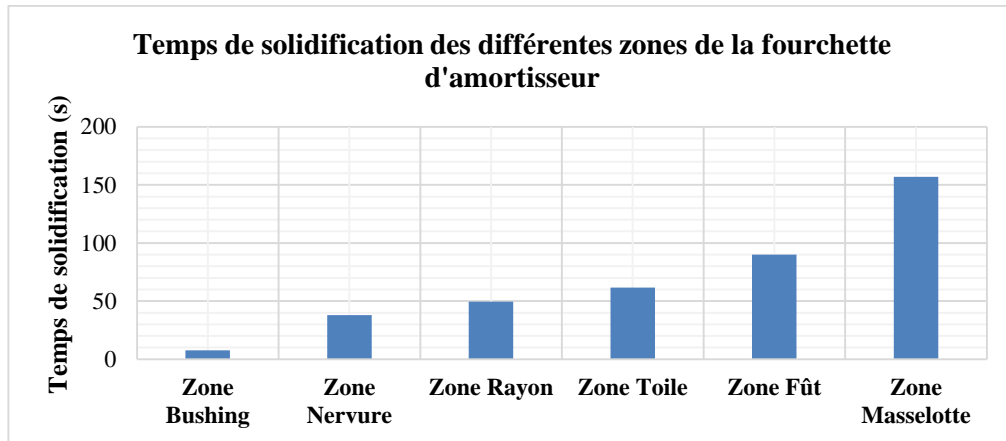


Figure III-12 : Temps de solidification en différents points du dampfergabel

Grâce au temps de solidification on peut déduire les vitesses de refroidissement et déterminer quel aurait été le SDAS si nous avions coulé cette pièce en alliage AS7G03. En effet, en utilisant l'éq III.1, il est aussi possible de représenter le SDAS théorique pour l'AS7G03 et la vitesse de solidification par zone de la pièce (Figure III-13).

$$\text{SDAS} = 39.4 R^{-0.317} \text{ avec } R = \frac{dT(^{\circ}\text{C})}{dt(\text{s})} \text{ (éq III.1)}$$

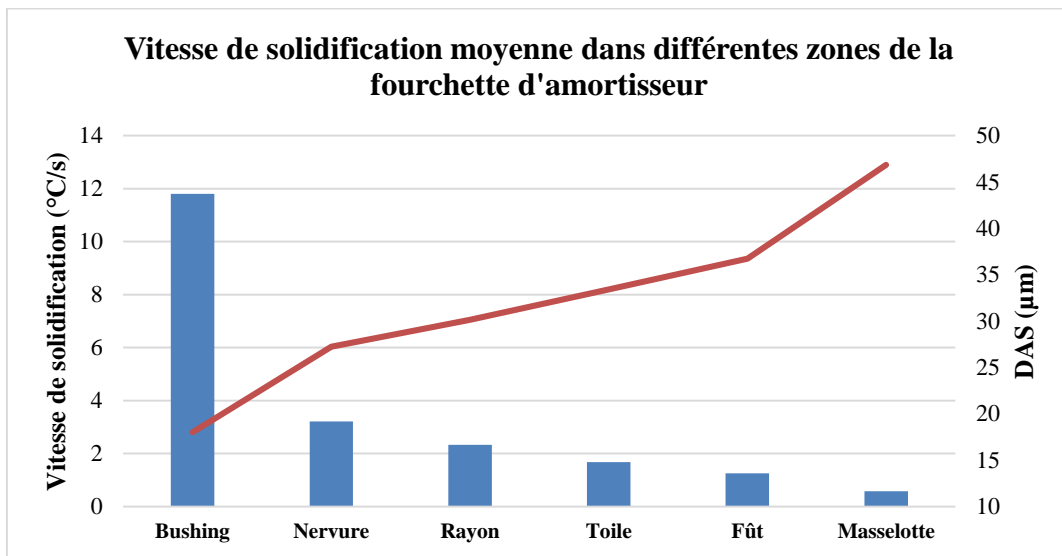


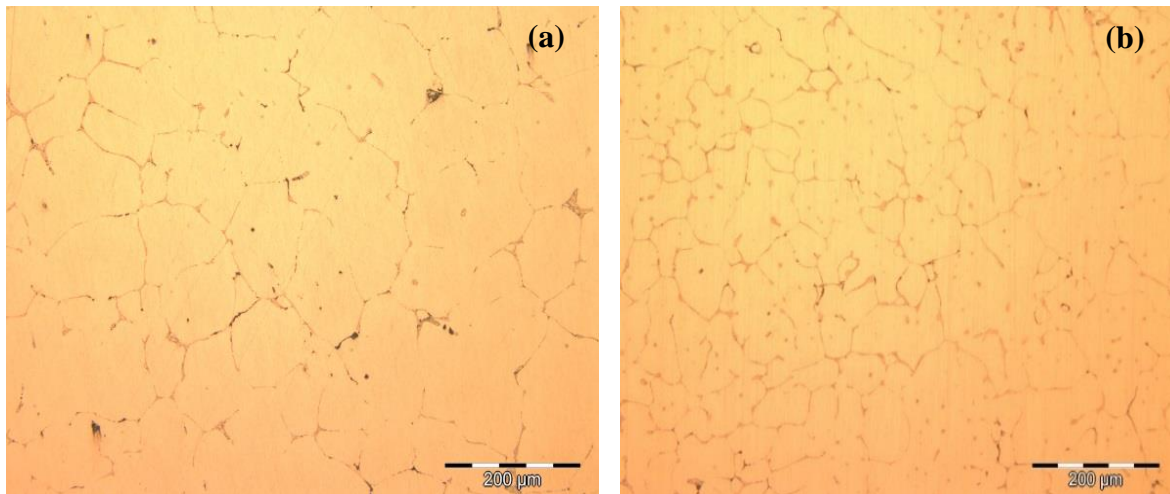
Figure III-13: Vitesse de solidification en différents points du dampfergabel (en bleu). SDAS moyen par zone de la pièce (en rouge)

Ces valeurs théoriques de SDAS peuvent être en première approche associées à la finesse de la microstructure obtenue en fonction des différentes zones de la pièce. Nous constatons bien l'utilité des refroidisseurs qui nous permettent de diriger le front de solidification jusqu'à la masselotte. La conséquence directe est une limitation des retassures internes au sein de la pièce,

mais aussi la réduction de la fraction volumique de quantité eutectique due à la diminution du SDAS. En effet, les premières zones de la pièce refroidies rapidement vont avoir une plus grande quantité d'éléments mis en solution et les éléments qui ne sont pas en solution vont ségréger en partie vers des zones plus chaudes de la pièce.

III.4.2 Impact de la vitesse de solidification sur la microstructure

La vitesse de solidification est un paramètre important lors de l'étape de coulée pour l'obtention d'une microstructure fine, permettant l'augmentation des caractéristiques mécaniques (RP02, Rm). Par augmentation du gradient thermique, on obtient une taille moyenne de grains plus faible, ce qui par relation de Hall-Petch permet d'augmenter la limite d'élasticité. Les précipités formés sont aussi de tailles plus fines, ils seront donc plus faciles à mettre en solution et nous créerons moins de concentration de contrainte et de risque d'amorce de fissure. Nous avons vu précédemment que l'utilisation de refroidisseurs permet de créer un gradient de vitesse de solidification au sein de la pièce. En conséquence, la microstructure finale de la pièce varie d'une zone à une autre avec différentes valeurs moyennes de RP02 et de Rm suivant la zone de la pièce (Figure III-14).



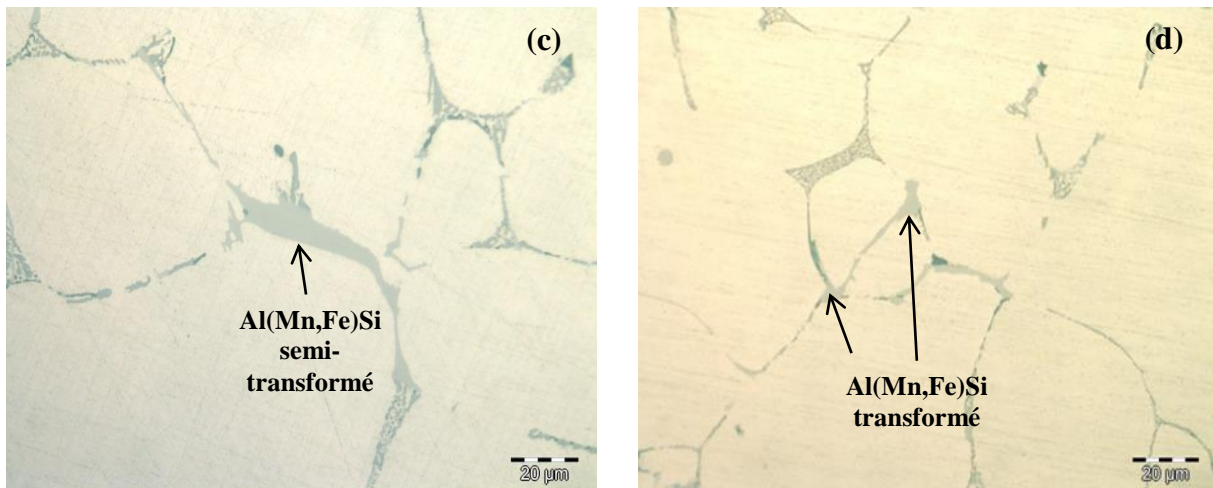


Figure III-14 : Impact de la vitesse de solidification sur la microstructure. Zone fût (en (a) et (c)) et Zone bushing en (b) et (d))

Nous constatons bien que la transformation β en α de la phase AlFeSi dépend de la vitesse de solidification. Il semblerait qu'en augmentant la vitesse de solidification, il est possible de former davantage la formation de l'intermétallique $\alpha\text{-Al(Mn,Fe)Si}$.

A la suite de ces résultats, nous avons CodaPressé une série de 20 dampfergabel à partir de la composition C2 bis. En Figure III-15, nous constatons que les éprouvettes extraites de la zone 1 (zone épaisse et refroidie en dernier) présentent un RP02 supérieur aux autres zones, mais ont un allongement plus faible et même inférieur aux 8% recherchés. Celles de la zone 2 (zone fine refroidie en premier) ont une RP02 plus faible, mais un allongement plus élevé. La zone 3 (zone intermédiaire) est celle présentant le meilleur compromis entre les zones mentionnées précédemment, car les éprouvettes ont une RP02 supérieure à 300MPa mais un allongement moyen de 8%.

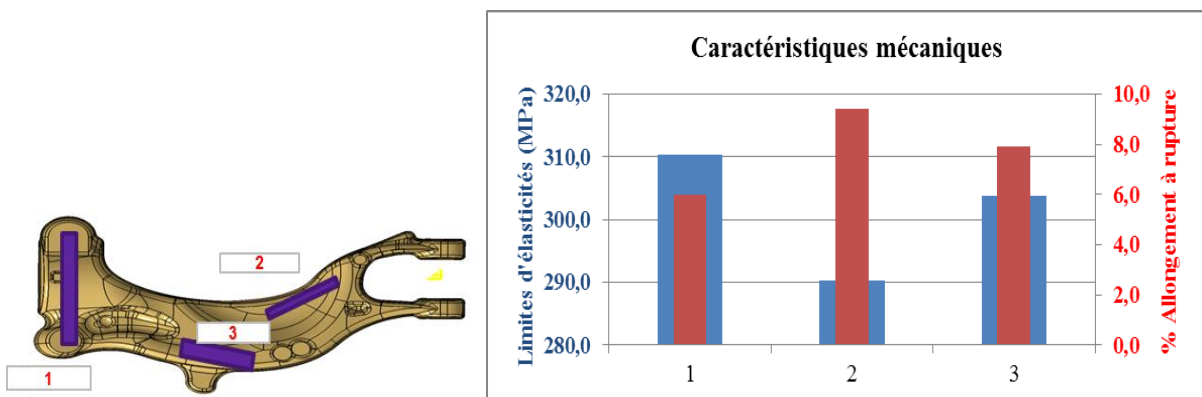


Figure III-15 : Dampfergabel (gauche) et limite d'élasticité dans différentes zones (droite)

Pour conclure, nous constatons que l'utilisation de refroidisseurs est très intéressante et nous permet dans un premier temps, l'élaboration d'un front de solidification limitant la formation de microretassures. L'utilisation de refroidisseurs conduit également à la formation de différentes microstructures à différents niveaux des pièces produites dont les caractéristiques mécaniques diffèrent. Du point de vue industriel, ces hétérogénéités peuvent ne pas constituer un problème dans le sens où les pièces ne sont pas sollicitées mécaniquement sur toutes les zones.

III.5 Modélisation thermodynamique

III.5.1 Diagramme de phases

Dans le cadre de notre étude d'identification des phases de la composition C2bis, nous avons représenté sous Thermocalc© son diagramme de phase à l'aide du module Poly_3 (Figure III-16). L'avantage à représenter ce diagramme de phase réside dans le fait qu'il est possible de déterminer et confirmer par simulation la température de brûlure et de mise en solution des différentes phases en présence.

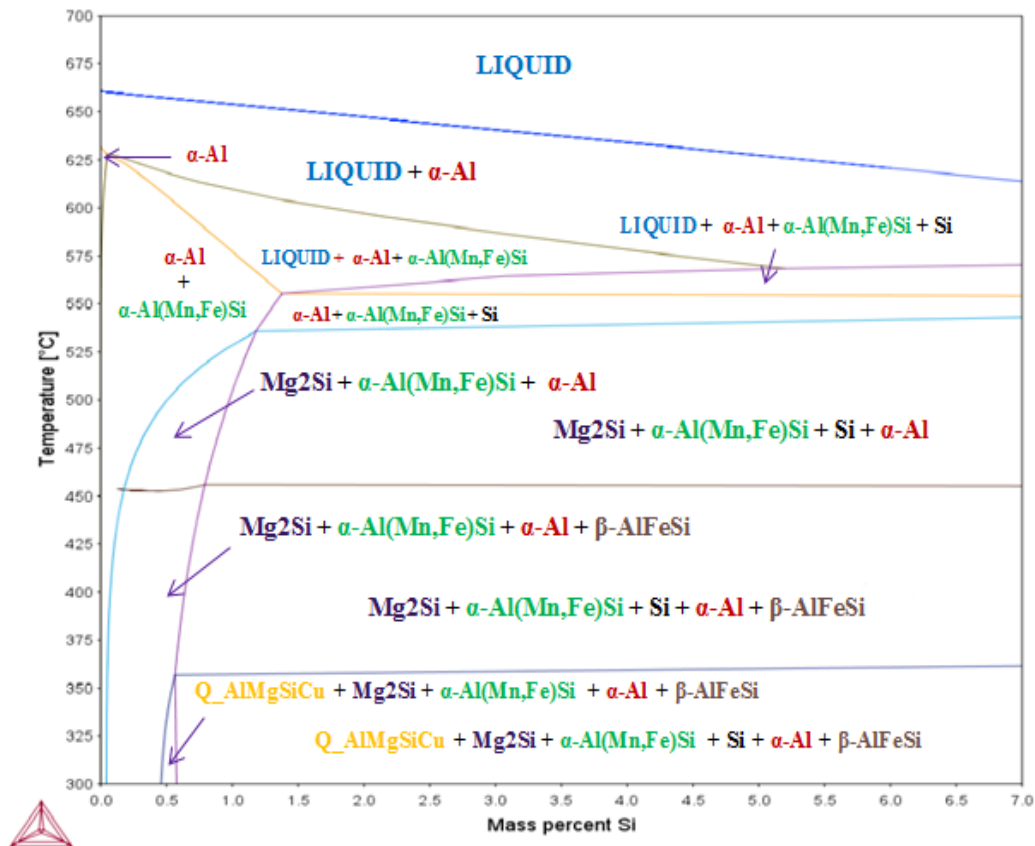


Figure III-16 : Diagramme de phase de l'alliage C2bis

Ce diagramme de phase nous permet de confirmer la formation des phases observées en micrographie optique. Nous avons également une meilleure idée de la valeur de la température de brûlure pour dissoudre dans la matrice efficacement les précipités Mg_2Si . Egalement, il y a bien la formation des phases $Q_AlMgSiCu$ et $\alpha-Al(Mn,Fe)Si$.

III.5.2 Potentiel de Gibbs des phases secondaires

Les potentiels de Gibbs de la phase $\alpha-Al(Mn,Fe)Si$ (en 1), liquide (en 2) et $\beta-AlFeSi$ (en 3) ont été tracés en fonction de la température dans la Figure III-17.

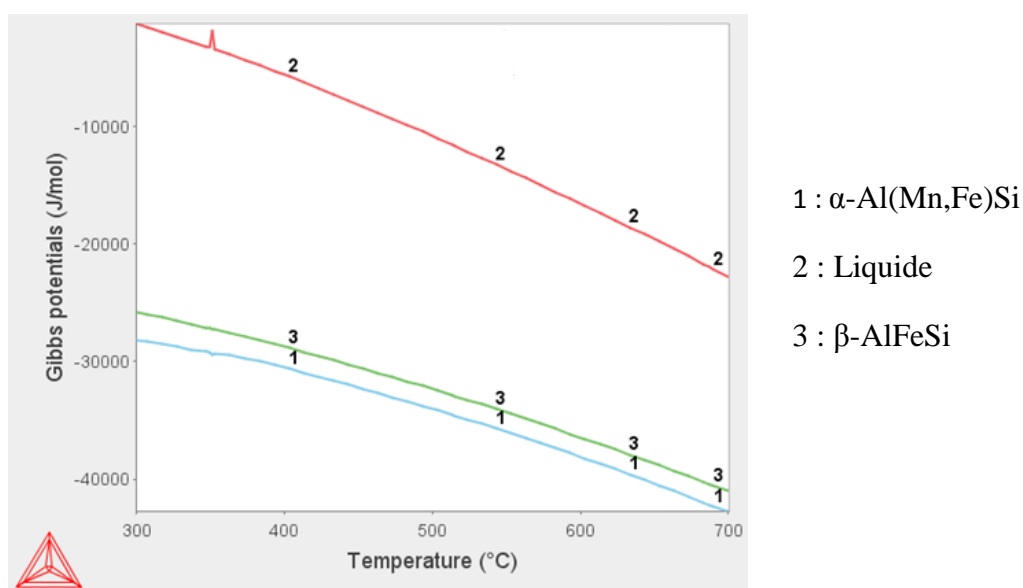


Figure III-17 : Potentiels de Gibbs des phases eutectiques

Nous constatons que sur le domaine de température compris entre $300^{\circ}C$ et $700^{\circ}C$, que le potentiel G de la phase α est légèrement inférieure à la phase β . Au sein de l'alliage C2bis, la formation de la phase α est donc favorisée au détriment de la phase β .

III.6 Conclusion

La simulation sous Thermocalc ainsi que les différents essais expérimentaux ont permis de déterminer une composition de l'alliage HMP optimale. Cette composition a été choisie car elle présentait un bon compromis en termes de caractéristiques mécaniques de la pièce et la possibilité de sa mise en œuvre. En effet, l'étape de fonderie du procédé CobaPress™ impose d'utiliser un alliage qui a une coulabilité et une criquabilité acceptable.

Les effets des traitements thermomécaniques, principalement l'étape de forge va être étudiée dans le prochain chapitre. Nous nous intéresserons plus particulièrement à la rhéologie de l'alliage et à ses évolutions microstructurales. Les éléments d'alliage présents vont nécessairement jouer un rôle dans ces phénomènes. Il est donc important de caractériser le comportement de ce nouvel alliage innovant.

Chapitre IV : Comportement microstructural et rhéologique de l'alliage HMP au cours du procédé CobaPress™

IV.1 Introduction

La détermination des caractéristiques mécaniques de l'alliage HMP au cours du chapitre précédent nous a permis de comprendre l'importance du rôle des phases secondaires. L'impact de la vitesse de solidification, la simulation thermodynamique et l'analyse micrographique nous ont permis de valider la formation des phases nécessaires à l'optimisation des caractéristiques mécaniques finales de l'alliage HMP. Dans ce chapitre, nous nous intéressons au comportement microstructural de l'alliage HMP soumis à une déformation thermomécanique. Nous allons principalement démontrer au travers des résultats d'essais thermomécaniques et d'analyse EBSD qu'il existe des paramètres optimaux de mise en forme qui permettent de concevoir des microstructures intéressantes vis-à-vis de l'obtention de valeurs intéressantes en termes de RP02, Rm et d'allongement.

IV.2 Simulation expérimentale du procédé CobaPress™ et Caractérisation mécaniques des échantillons après déformation à Chaud

L'étude bibliographique nous a permis de comprendre que l'évolution microstructurale dépendait de trois principaux paramètres : le niveau de déformation, la température et la vitesse de déformation. Dans cette sous-partie, nous nous sommes principalement intéressés aux paramètres de niveau et de vitesse de déformation notés respectivement $\bar{\epsilon}$ et $\dot{\epsilon}$). La température a été fixée à 520 °C, ce qui correspond à la température de forge des pièces habituellement CobaPressées.

IV.2.1 Comportement microstructural lors de la compression plane

Dans le but de caractériser au mieux l'étape de matriçage à chaud, nous avons travaillé avec un dispositif de compression plane encastrée (le channel-die). A l'aide de ce dernier, nous avons pu effectuer un ensemble de tests à différents niveaux et vitesses de déformation sur l'alliage HMP pour étudier son comportement microstructural. Le but dans un premier temps était d'étudier ce phénomène dans une plage de déformation correspondant aux niveaux atteints en forge industrielle sur des pièces de production. Pour déterminer cette plage de déformation,

nous avons simulé en volumes finis à l'aide du logiciel de forge Simufact, les champs de contrainte et de déformation effectifs sur une pièce forgée dampfergabel AS7G03. Bien qu'il ne s'agisse pas de l'alliage HMP, des données de référence étaient nécessaires pour déterminer la plage d'essai pour la compression plane. La Figure IV-1 montre en vue de dessus que la déformation se produit principalement en zone de bavure. Il semblerait que l'on atteigne des niveaux de déformation de l'ordre de 50%. Ce niveau de déformation est également observé en zone toile de la pièce, dont on peut s'attendre à une microstructure différente dans cette zone par rapport aux autres zones.

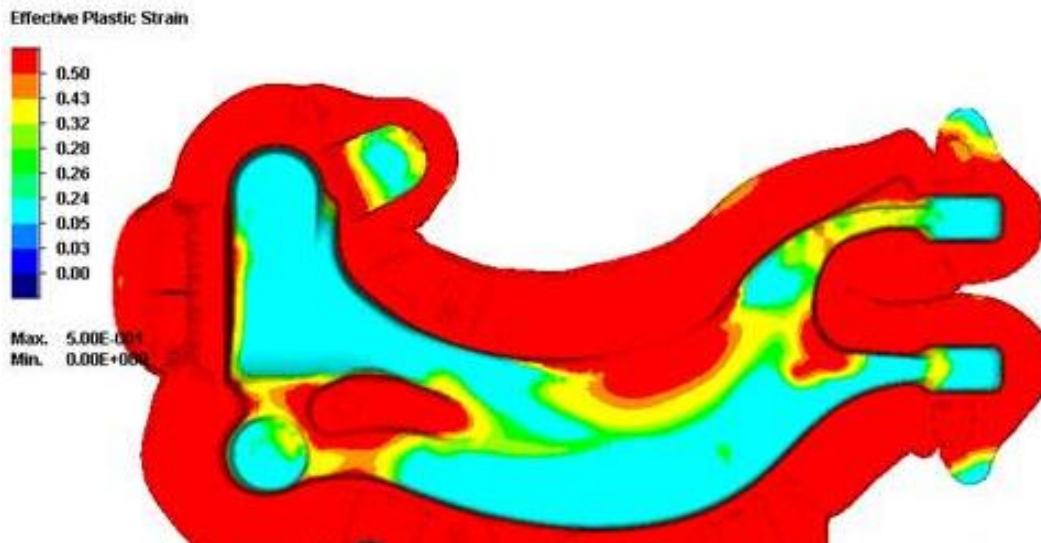


Figure IV-1 : Vue du dessus de la répartition du champ de contrainte sur le bras d'amortisseur

Dans le but de caractériser l'intérieur de la pièce, nous avons effectué une coupe 2D à mi-hauteur de la pièce dampfergabel représentée en Figure IV-2.

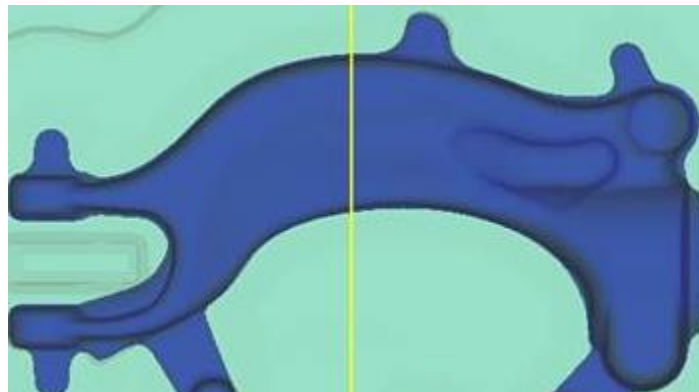


Figure IV-2 : Zone d'analyse de section sur le bras d'amortisseur

En termes de déformation, nous constatons d'après la Figure IV-3 qu'en peau de pièce le niveau de déformation est de l'ordre de grandeur de 5%. Proche du cœur, les valeurs varient entre 25% et 40% de déformation.

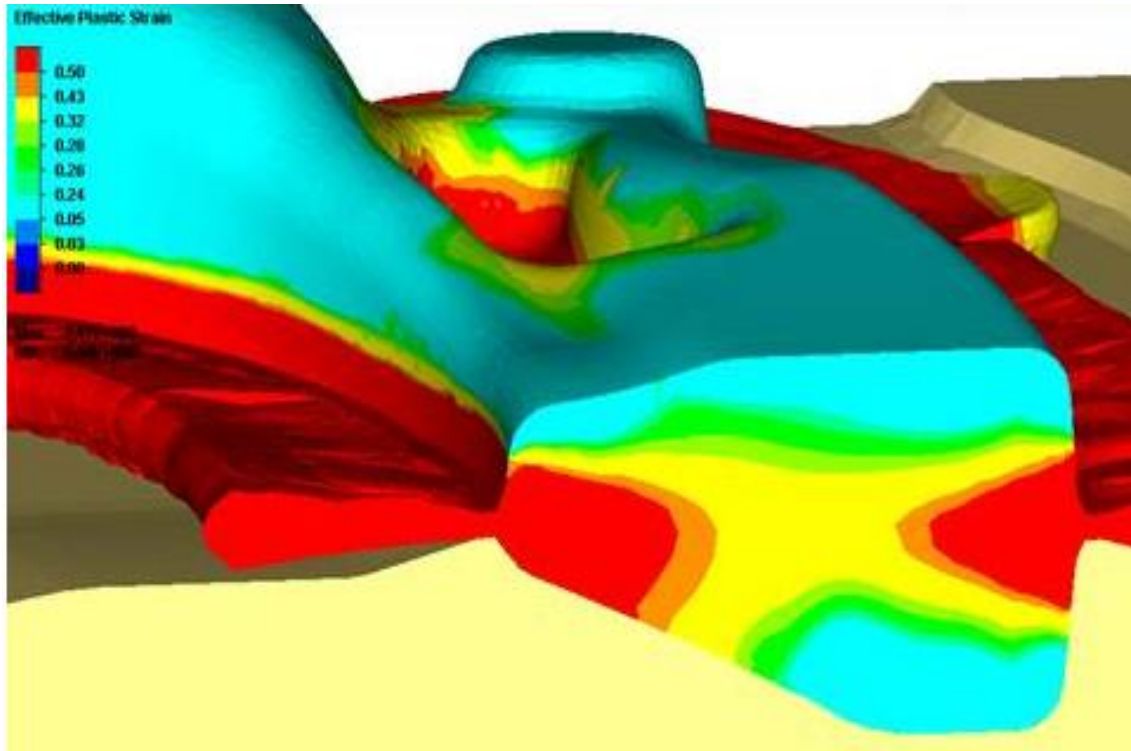


Figure IV-3 : Répartition du champ de déformation sur une section du bras d'amortisseur

Les résultats de cette simulation nous auront permis de déterminer un intervalle d'étude de niveau de déformation pour l'alliage HMP. A partir de ces résultats, nous décidons de mener l'étude du comportement microstructural de l'alliage HMP sur une plage de déformation comprise entre 0% et 60% de déformation. Nous avons précédemment vu que la largeur du couloir de compression était de 7mm. Afin de garantir l'obtention des déformations souhaitées, mais aussi suffisamment de matière pour usiner les mini-éprouvettes de traction, nous avons choisi les dimensions présentées au Tableau I-10.

N° éprouvette	a	b	c	d	e
Déformation visée (%)	0	10	20	40	60
Vitesse de déformation (s^{-1})	0	1	2	4	6
Epaisseur avant déformation (mm)	4,00	4,42	4,89	5,97	7,29
Longueur avant déformation (mm)	28,00	25,34	22,92	18,77	15,37

Tableau IV-1 : Dimensions des éprouvettes pour la compression plane

D'autre part il faut noter que la forge est réalisée en un temps donné qui est subi par toutes les parties de la pièce de manière identique. Au plus la déformation est faible au plus la vitesse de déformation appliquée doit l'être. Le Tableau IV-2 montre les conditions expérimentales ayant été appliquées lors des essais de compression plane.

n°pièce	a	b	c	d	e
Déformation visée (%)	0	0,1	0,2	0,4	0,6
Vitesse de déformation (s^{-1})	0	1	2	4	6
Epaisseur avant déformation (mm)	4,00	4,42	4,89	5,97	7,29
Longueur (mm)	28,00	25,34	22,92	18,77	15,37
Volume total (mm^3)	784				

Tableau IV-2: Paramètres expérimentaux pour le channel die

La Figure IV-4 illustre les valeurs de contrainte d'écoulement en fonction de la déformation pour des essais se déroulant en moyenne sur 0.1s, proche d'un temps de forge classique (d'où le facteur 10 entre déformation et vitesse de déformation).

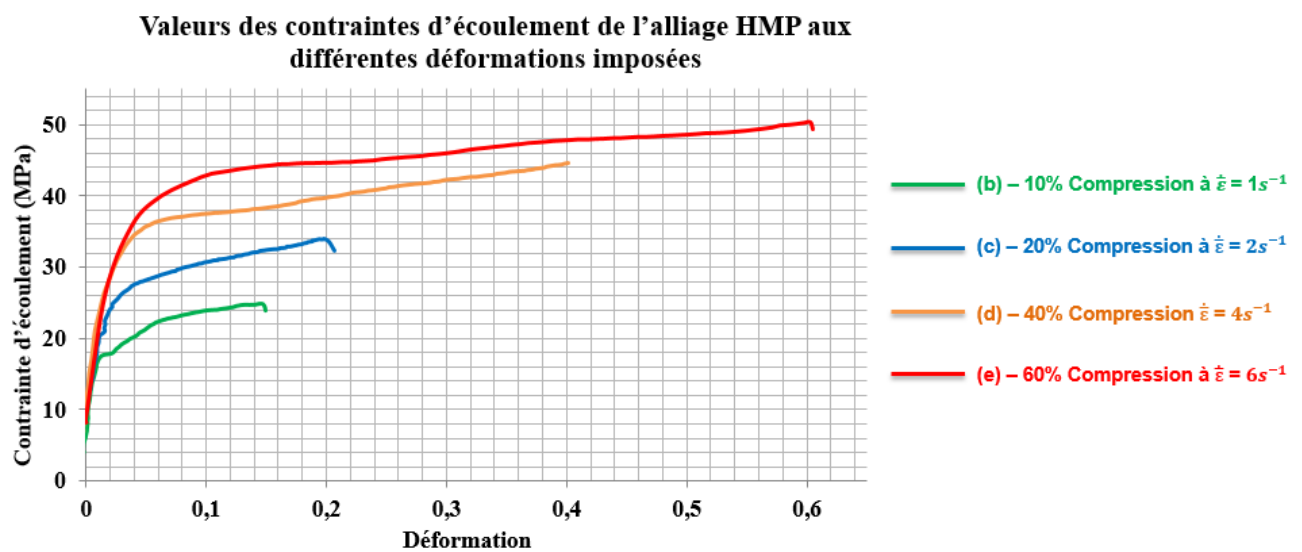


Figure IV-4 : Contraintes d'écoulement appliquées à différentes vitesses de déformation

L'absence de restauration dynamique et de recristallisation est attestée par l'absence d'effet d'adoucissement pendant la déformation de l'alliage HMP. Nous pouvons principalement noter qu'un écrouissage à chaud qui bien que faible semble se produire notamment entre 10% et 20% de déformation.

IV.2.2 Résultats des essais de traction simple

Rappelons que le traitement thermique appliqué lors du procédé CobaPress™ est du type T6 correspondant à une mise en solution, une trempe et un revenu. Dans les conditions de production, les temps et températures ont déjà été optimisés (tenant compte de la température de brûlure de l'alliage HMP). Les paramètres de traitement thermique sont les suivants :

- Mise en solution : temps 5h20 / température 545°C
- Trempe : à l'eau
- Revenu : temps 6h20 / température 170°C

Après ce traitement thermique T6 et l'usinage, des essais de traction ont été effectués, les courbes de traction sont présentées sur la Figure IV-5.

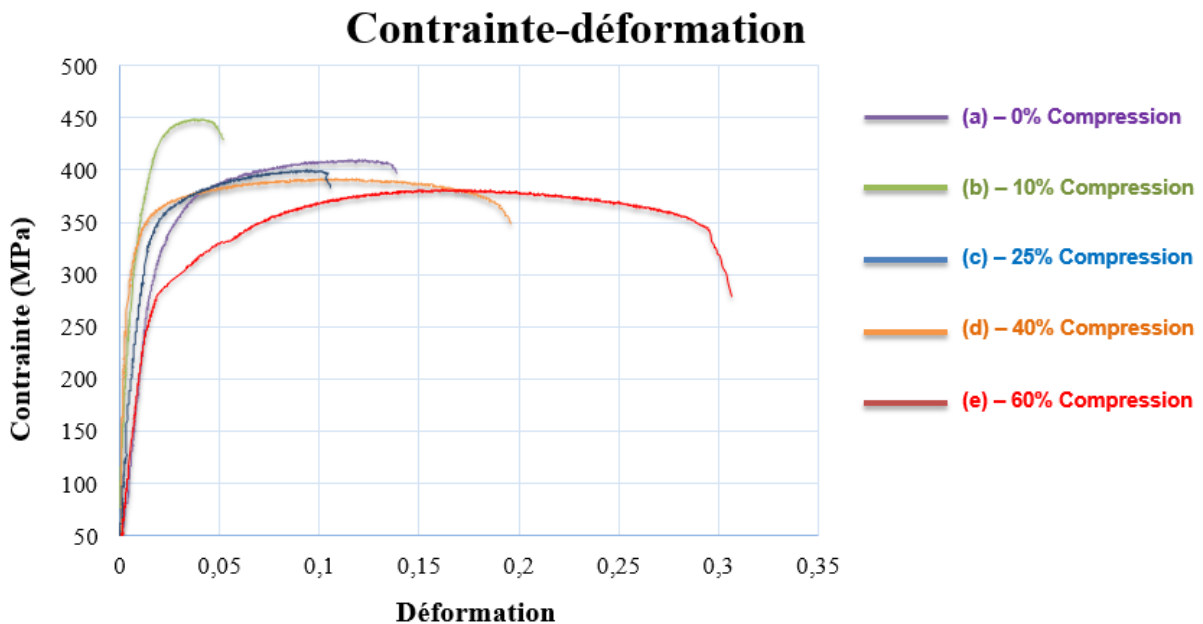


Figure IV-5 : Loi de comportement en traction de l'alliage HMP

Nous constatons pour l'éprouvette déformée à 10%, que l'alliage HMP a un comportement fragile avec un allongement à rupture relativement faible de l'ordre de 5%. Le R_{P02} et le R_m ont les valeurs maximales à ce niveau de déformation, ce qui peut être lié à un écrouissage maximum. A niveau de déformation plus élevé (à chaud), nous constatons que l'alliage a un comportement plus ductile en (traction à froid) qui peut être lié au phénomène d'adoucissement lors des traitements thermiques pour appliquer le traitement T6 (mise en solution revenu). A froid, après que l'alliage HMP ait été déformé à chaud à 60%, ce dernier possède un allongement plus élevé, mais une limite d'élasticité plus faible, ce qui pourrait s'expliquer par

de la recristallisation. A 60% de déformation, ce phénomène est accentué en raison d'un allongement très élevé par rapport aux autres niveaux de déformation.

Sur la plage de déformation étudiée, l'alliage HMP possède différents comportements mécaniques statiques. Il est intéressant de comparer les valeurs obtenues avec celles de l'AS7G03 afin de quantifier le gain obtenu. La Figure IV-6 et la Figure IV-7 illustrent les caractéristiques mécaniques obtenues sur les éprouvettes à la composition de l'AS7G03 et mis à comparaison avec l'alliage HMP

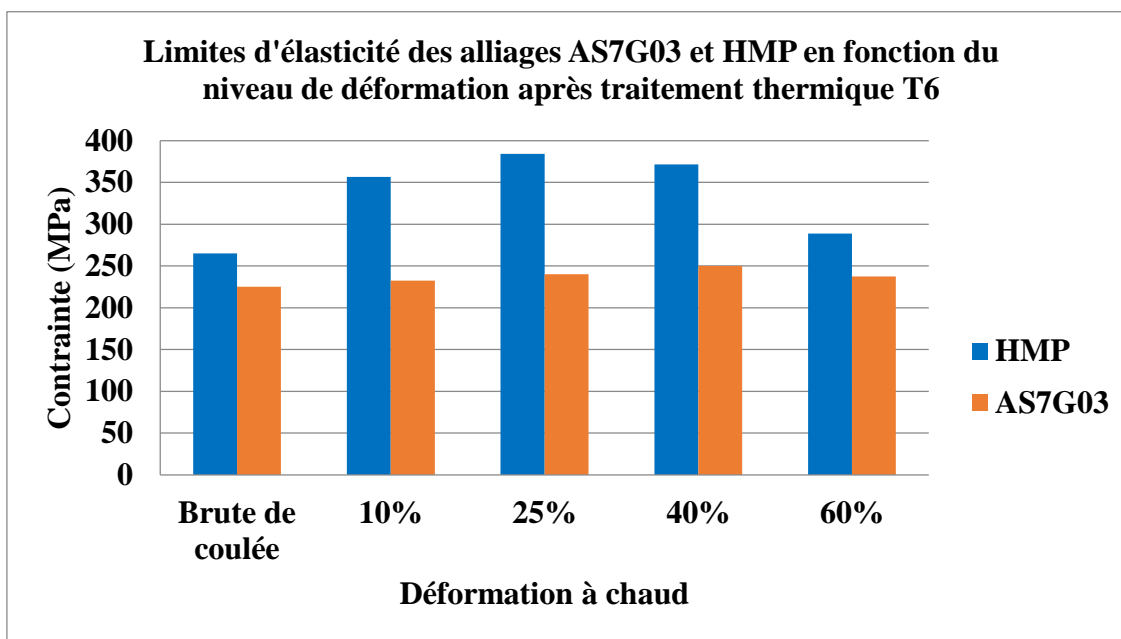


Figure IV-6 : Limites d'élasticité des alliages HMP et AS7G03.

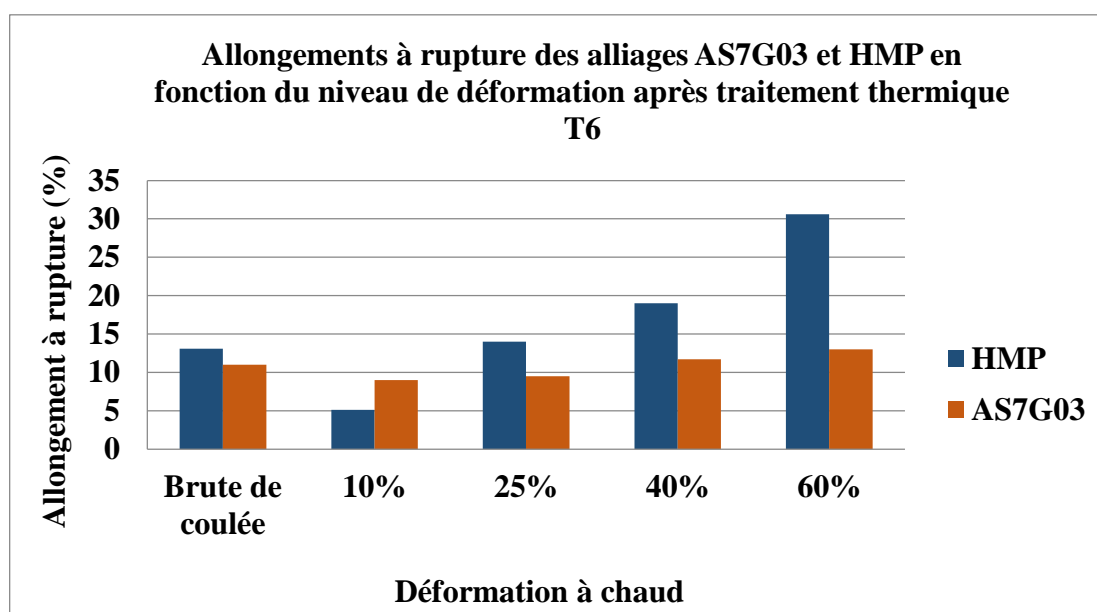


Figure IV-7 : Allongements à rupture des alliages HMP et AS7G03

Nous constatons bien un gain important en termes de RP02 et de Rm avec l'alliage HMP. Cependant, l'alliage HMP possède un allongement légèrement plus faible à froid (lorsqu'il est déformé préalablement à 10% à chaud), par rapport à l'AS7G03 dans des conditions similaires, ce qui confirmerait une tendance à l'érouissage plus important. Néanmoins la tendance est à l'avantage de l'alliage HMP. Plusieurs raisons peuvent expliquer le gain obtenu:

- Une concentration élevée en magnésium dans la matrice d'aluminium menant à un effet solute drag ;
- Un effet de durcissement structural augmenté par la présence du Cu, du magnésium et silicium aussi.
- L'épinglage des grains par effet Zener Pinning ;
- La baisse de l'énergie de faute d'empilement dans l'alliage HMP qui contribue à l'augmentation du phénomène d'érouissage (en pénalisant parfois l'allongement (c'est le cas à 10% de déformation à chaud).

Afin d'étayer les hypothèses émises on présente dans la partie suivante les résultats de simulation sous Thermocalc qui permettront de confirmer les deux premières hypothèses et de quantifier les éléments présents en solution solide à haute température.

IV.2.3 Résultats de simulation Thermocalc

Des simulations sous Thermocalc (à l'équilibre) ont été réalisées dans le but de rendre compte de l'évolution de la concentration des phases secondaires au cours du traitement thermique de l'alliage HMP. Sur la base de la composition de l'alliage. Ceci constitue une approximation qui nous permet de mener une étude comparative entre l'AS7G03 et l'alliage HMP. Comme traité précédemment, nous savons que les éléments silicium, magnésium et cuivre contribuent au durcissement structural mais également au retard des mécanismes entraînant la restauration et la recristallisation (mobilité des dislocations et des parois) post déformation. La Figure IV-8 montre que la concentration en élément silicium en fonction de la température dans la matrice évolue de la même façon entre l'alliage HMP et l'AS7G03. Cependant, nous constatons la présence en solution solide à haute température de cuivre (issu de la dissolution de la phase Q_{AlMgSiCu}) dans la matrice d'aluminium de l'alliage HMP qui pourrait affecter la mobilité des joints de grains et contribuer au ralentissement de la croissance des grains lors du recuit de l'alliage.

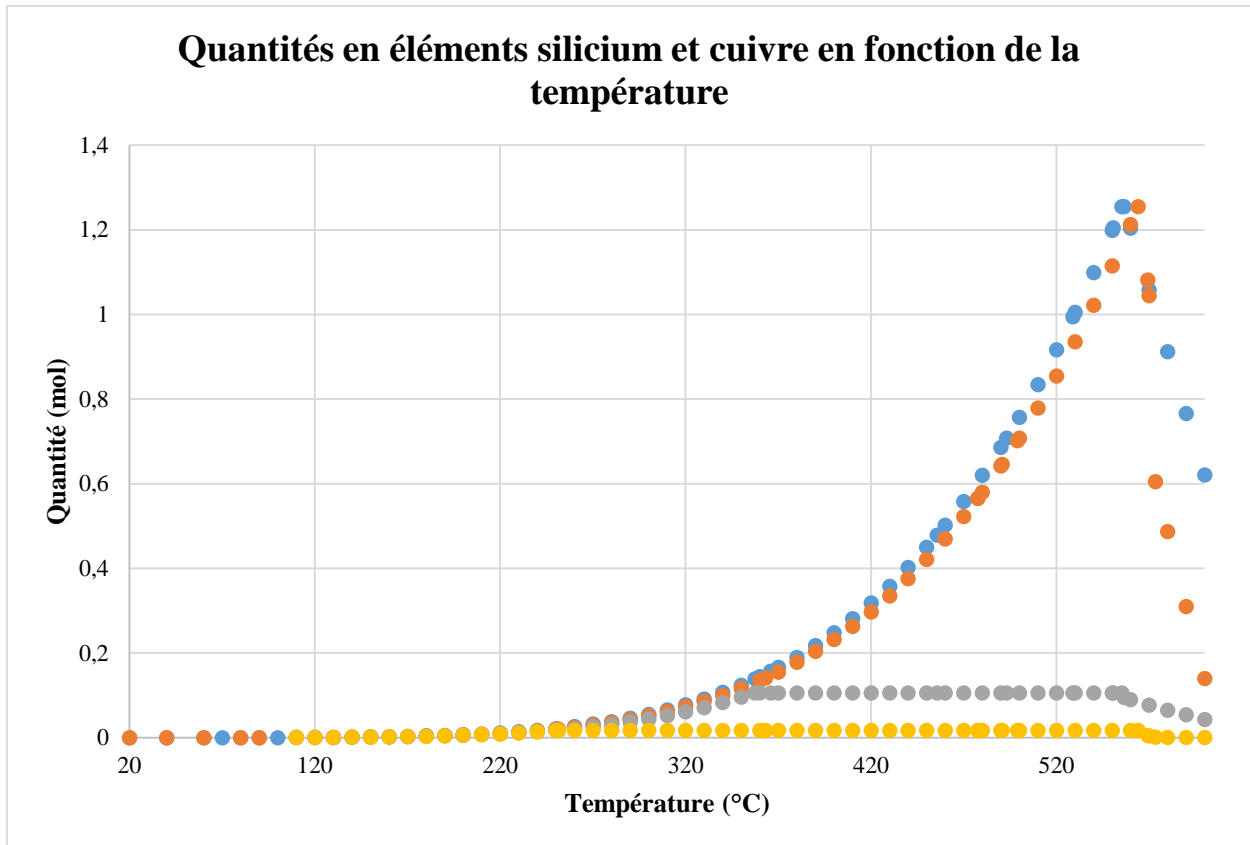


Figure IV-8 : Concentration en élément silicium dans la matrice d'aluminium à l'équilibre. Bleu et orange : Silicium dans les matrices HMP et ASG03. Gris et jaune : Cu dans les matrices HMP et AS7G03.

De plus, nous constatons d'après la Figure IV-9 que la concentration en élément Mg est plus grande dans l'alliage HMP que dans l'alliage AS7G03 (du fait de la composition et de la plus faible proportion en silicium et cuivre). Nous avons donc une autre composante de l'effet solute drag, plus important pour l'alliage HMP qui s'explique par une concentration en magnésium et en cuivre plus importante à haute température (température de forge). Ces différences sont liées à la composition initiale plus élevée en cuivre et magnésium, la pression à appliquer pour favoriser la mobilité des joints de grains est donc plus élevée pour l'alliage HMP par rapport à l'alliage AS7G03 Figure IV-9.

En ce qui concerne le silicium, les deux alliages sont saturés et contiennent une quantité de cet élément en solution solide identique. Ces quelques éléments viennent étayer la comparaison entre les deux alliages du point de vue de leur comportement microstructural à haute température. Il permet aussi de comprendre l'origine des bénéfices acquis avec la nuance HMP, ainsi que les limitations de l'alliage : une légère perte de ductilité quand il est insuffisamment déformé à chaud.

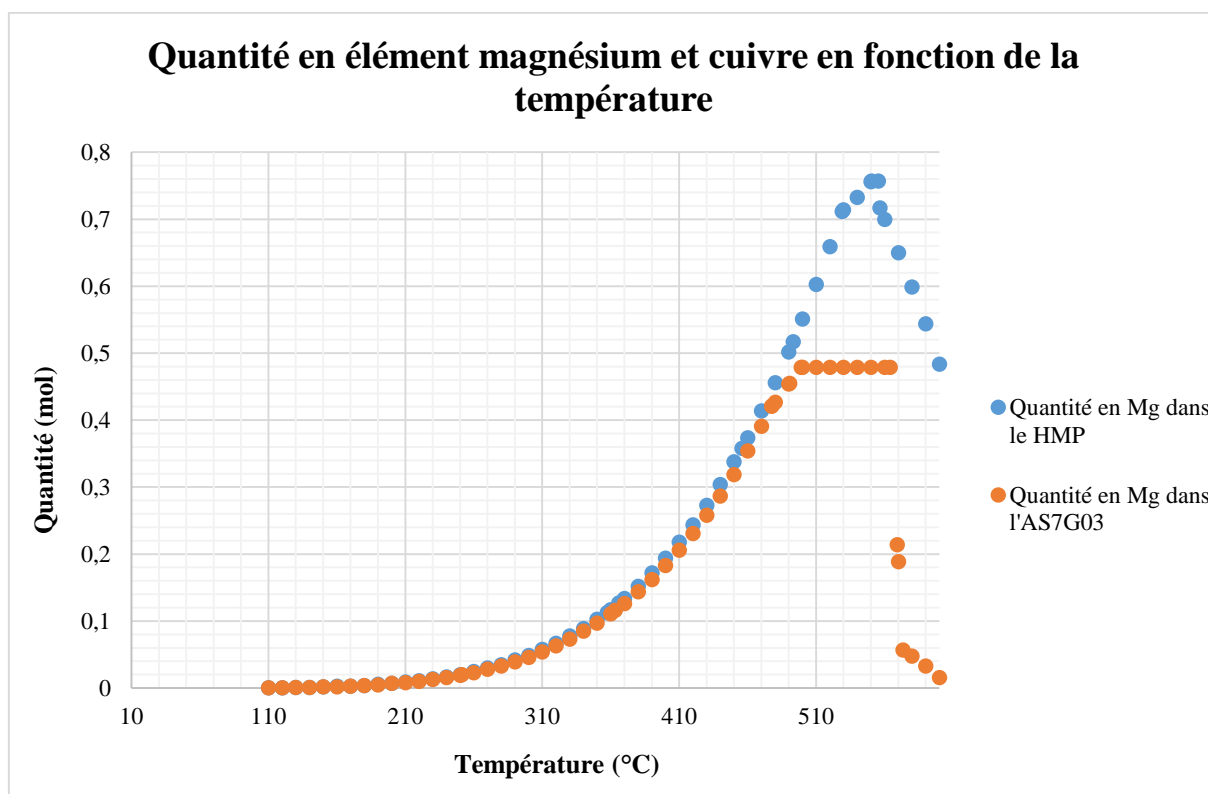


Figure IV-9 : Concentration en élément magnésium dans la matrice d'aluminium à l'équilibre

IV.3 Analyse microstructurale des échantillons après compression plane

Dans cette section nous nous intéressons à l'impact de la déformation à chaud sur le comportement microstructural de l'alliage HMP. L'objectif étant une meilleure compréhension du lien existant entre la mise en forme, la microstructure et par la suite le comportement en traction à froid.

IV.3.1 Méthode utilisée pour mener l'analyse

Afin de garantir une analyse efficace de la microstructure à des niveaux de déformations identiques utilisés lors de la compression plane, une extraction directe sur les mini-éprouvettes de traction a été réalisée. La Photo IV-1 montre les mini-éprouvettes post rupture après avoir mené les essais de traction.

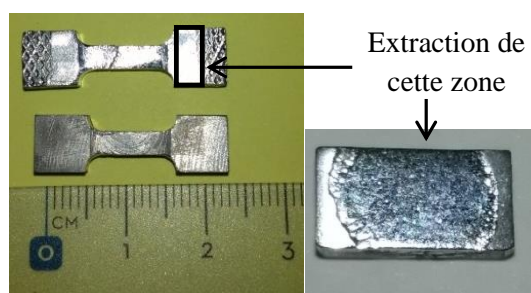
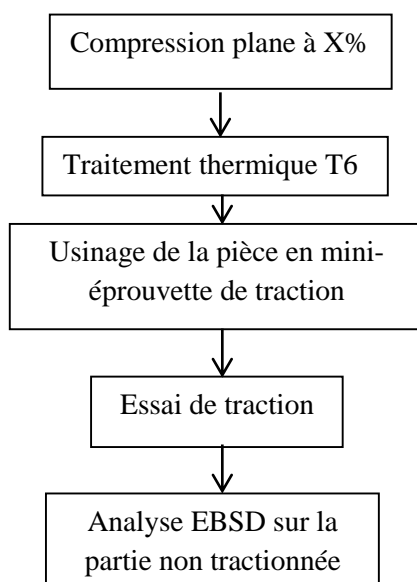


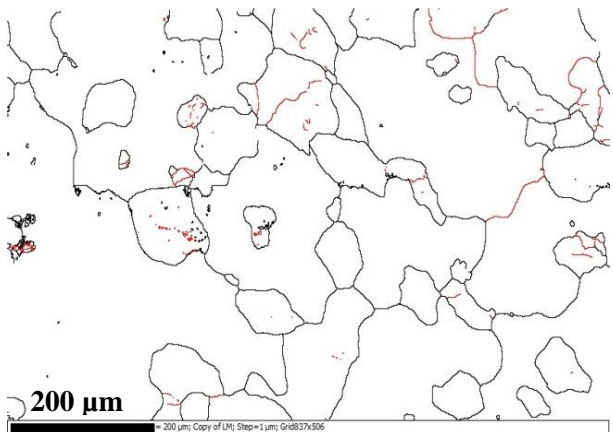
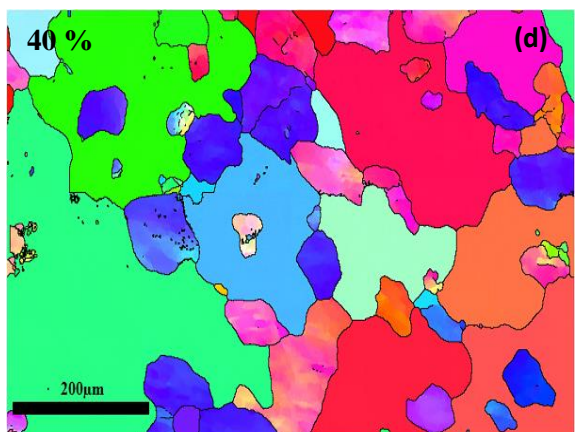
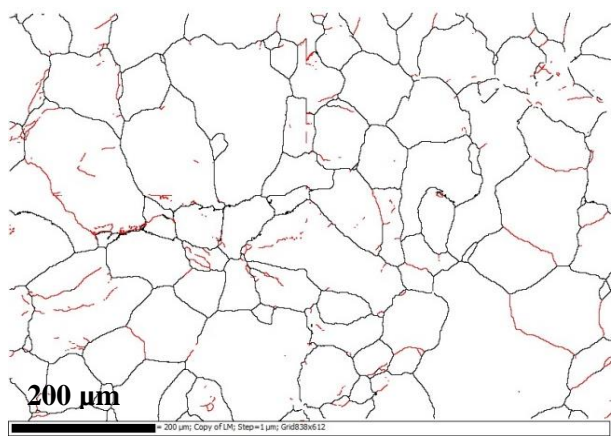
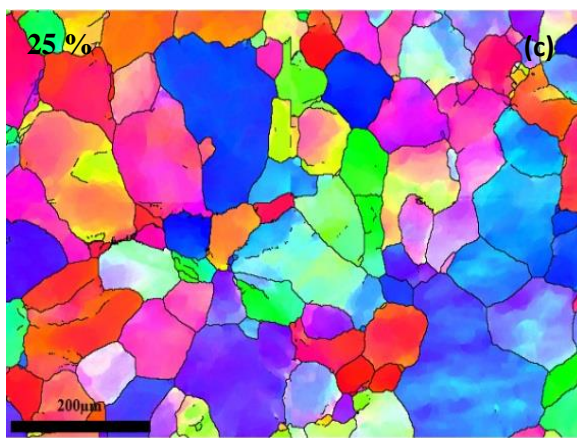
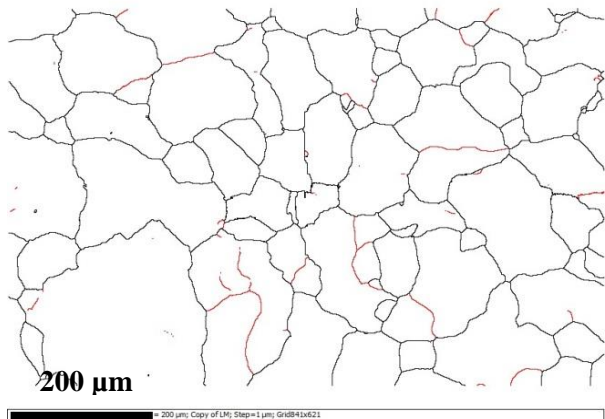
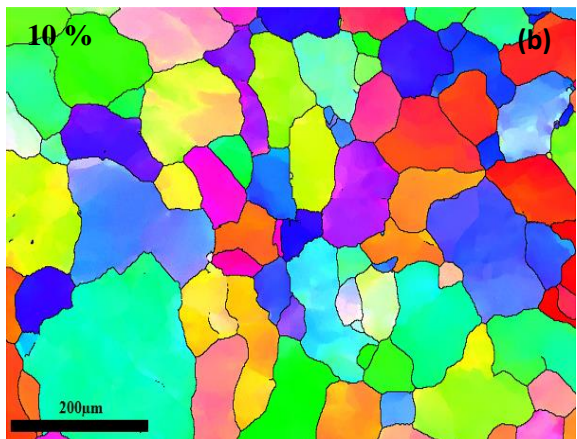
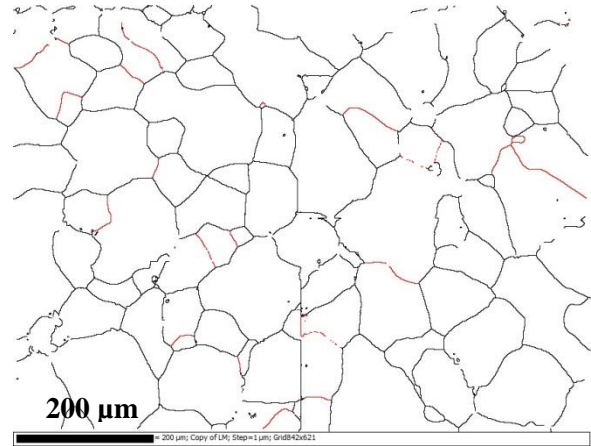
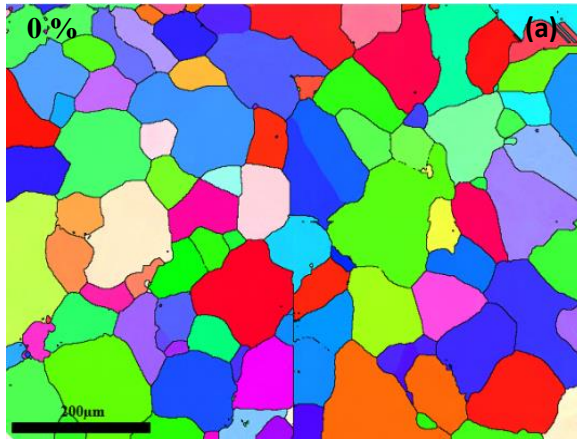
Photo IV-1: Zone d'extraction pour l'EBS

A partir de ces dernières, nous avons découpé une zone intermédiaire entre les mors et la partie utile à la scie à fil pour récupérer un échantillon non soumis à la traction à froid et y mener les analyses EBSD. On aura ainsi uniquement la signature de la déformation à chaud avant la traction à froid. Pour résumer, nous avons procédé de la manière suivante :



IV.3.2 Utilisation de la technique EBSD pour l'analyse microstructurale du HMP

Afin d'étudier les phénomènes microstructuraux engendrés par déformation à chaud et le traitement thermique T6 (mais avant la traction), des analyses EBSD ont été effectuées selon la procédure précitée sur les échantillons ep0_brut (0% brut de coulée), ep1_10 (déformée à 10%), ep2_25 (déformée à 25%), ep3_40 (déformée à 40%) et ep4_60 (déformée à 60%), et les résultats sont rapportés sur la Figure IV-10.



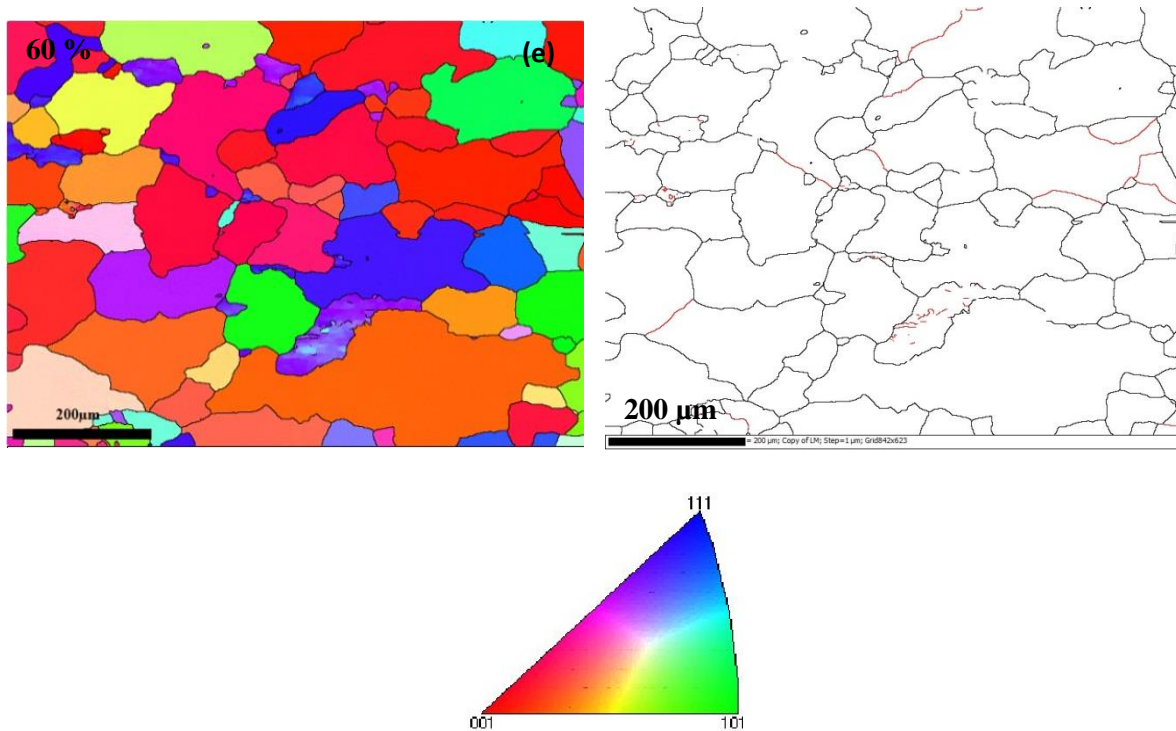
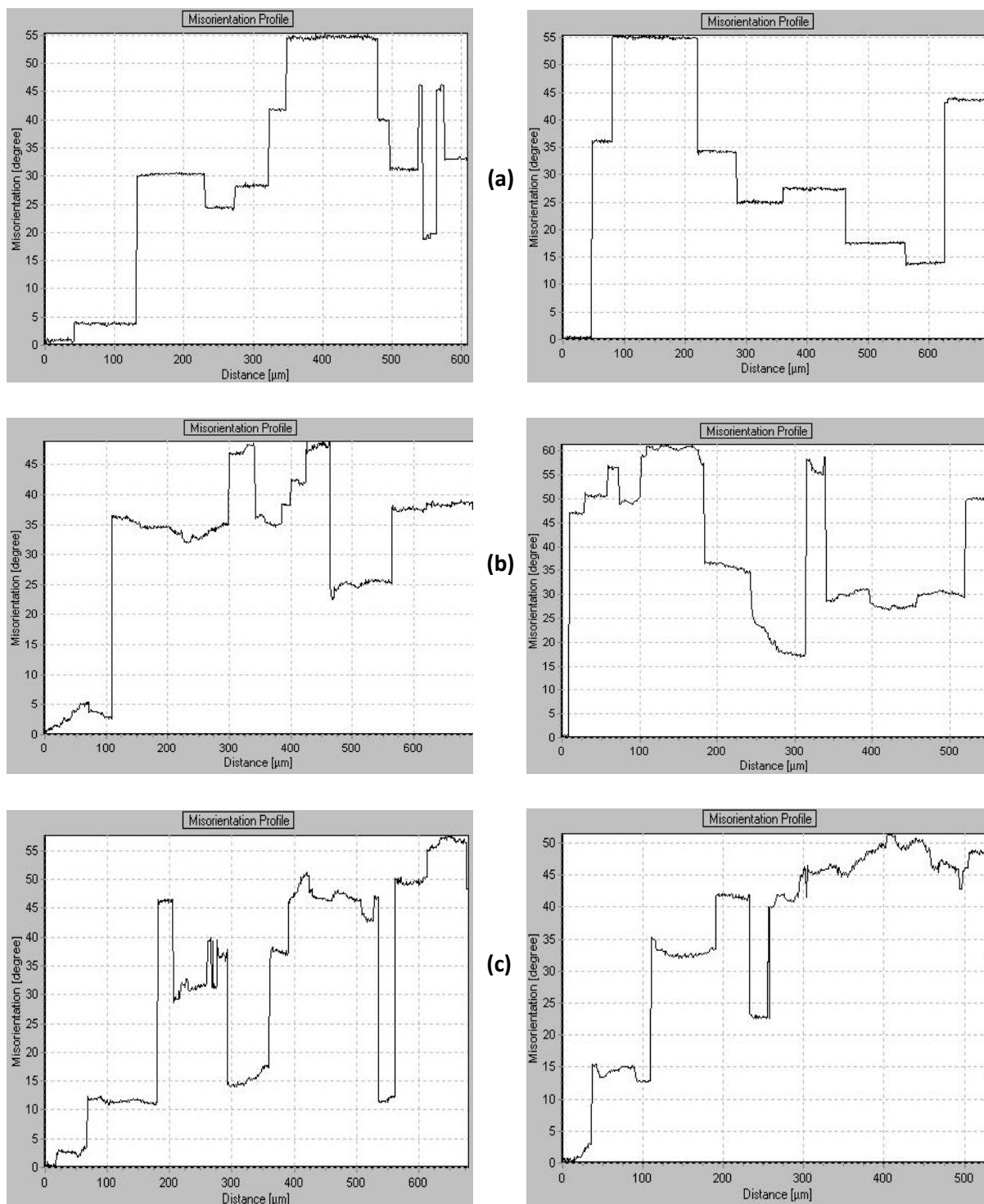


Figure IV-10 : Images EBSD en figure de pôle inverse et carte désorientation des grains ($>15^\circ$ en noir pour les grains et $>5^\circ$ en rouge pour les sous-grains) de l'alliage HMP à différents niveaux de déformation à chaud. (a): ep0_brut, (b): ep2_10, (c): ep3_25, (d): ep4_40 et (e): ep5_60

Nous constatons la présence de zones d'orientation stable séparées par des parois de désorientations parfois très élevées (en noir). Dans le cas présent, nous avons un début de sous-structuration à 10% de déformation, ce qui se traduit par un début de formation des sous-grains en figure de pôle inversé à faible niveau de déformation. A 25% de déformation, quelques sous-grains supplémentaires ont été formés au sein de la microstructure mais toujours en faible présence. Jusque-là, nous constatons que le phénomène de restauration dynamique est peu présent dans l'alliage HMP, notamment en raison de la présence des éléments en solution solide ce qui favoriserait dans ce cas plutôt le phénomène d'écrouissage. A 40% de déformation, des grains plus importants ont été observés (en raison de la croissance statique du grain pendant la mise solution du TTH), ce qui explique la ductilité du matériau observée précédemment. A 60% (de déformation à chaud), la structure est complètement recristallisée, ce qui est en accord avec le pic d'allongement observé précédemment.

IV.3.3 Utilisation de la technique EBSD pour la détermination du mode de recristallisation

Dans le but de déterminer au mieux la sous-structuration se produisant au sein de la microstructure, nous avons représenté des profils de désorientation des grains. Nous nous sommes basés sur l'évolution de la désorientation le long d'une ligne horizontale et le long d'une ligne verticale pour chaque niveau de déformation comme représenté à la Figure IV-11.



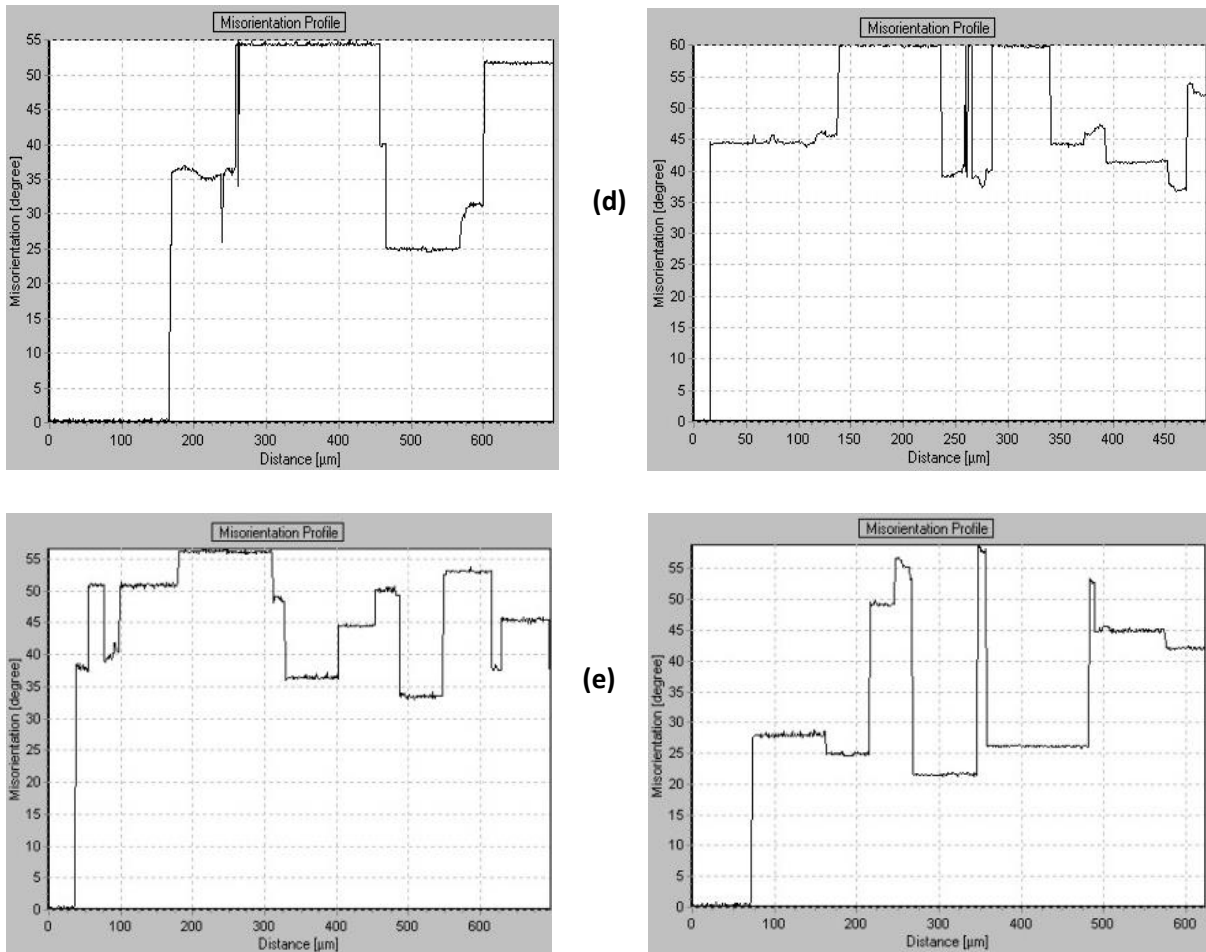


Figure IV-11 : Profils de désorientation à l'horizontale (à gauche) et à la verticale (à droite). (a): ep0_brut, (b): ep2_10, (c): ep3_25, (d): ep4_40 et (e): ep5_60

Les observations des profils de désorientation confirment la difficulté de l'alliage à restaurer correctement. En effet, le lien avec les images de la Figure IV-10 peut être établi par le fait que les dislocations aient du mal à former des sous-joints de grain (par réarrangement) qui correspond à un mauvais « nettoyage » de la microstructure. Ce phénomène s'explique par des zones de désorientation progressive et continues sur les profils de désorientation entre 10% et 40% de déformation. En effet, nous constatons à 25% que la désorientation évolue de manière continue ce qui témoigne de la difficulté à former les sous grains par restauration dynamique. Néanmoins on commence quand même à voir apparaître des zones d'orientation proches qui quand elles seront complètement restaurées, formeront le cœur des sous-grains. Cette formation des sous-grains en cours peut ainsi être attribuée au phénomène de restauration dynamique très certainement ralenti par la présence des éléments en solution solide. Egalement, nous avons représenté graphiquement la proportion de grains recristallisés en fonction du niveau de déformation sur la Figure IV-12.

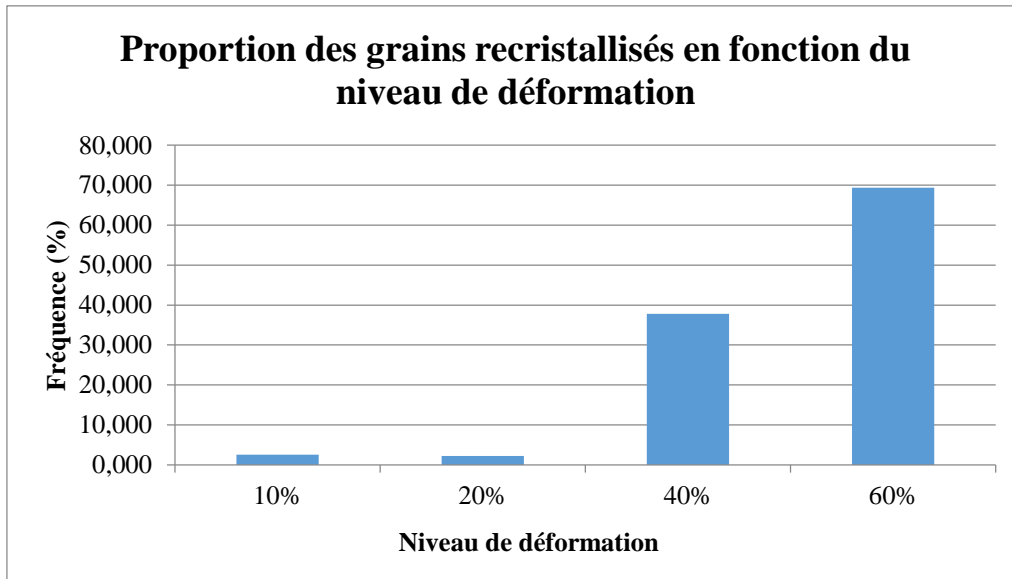


Figure IV-12: Grains recristallisés en fonction du niveau de déformation

Nous constatons bien une recristallisation statique importante à partir de 40% de déformation sur l'alliage HMP.

De plus, des analyses EBSD à 20% et 60% de déformation post compression plane sans traitements thermiques T6 ont été menées et ont permis de constater l'absence de formation de grains recristallisés et donc de phénomène de recristallisation dynamique hors traitement thermique de l'alliage HMP (Figure IV-13).

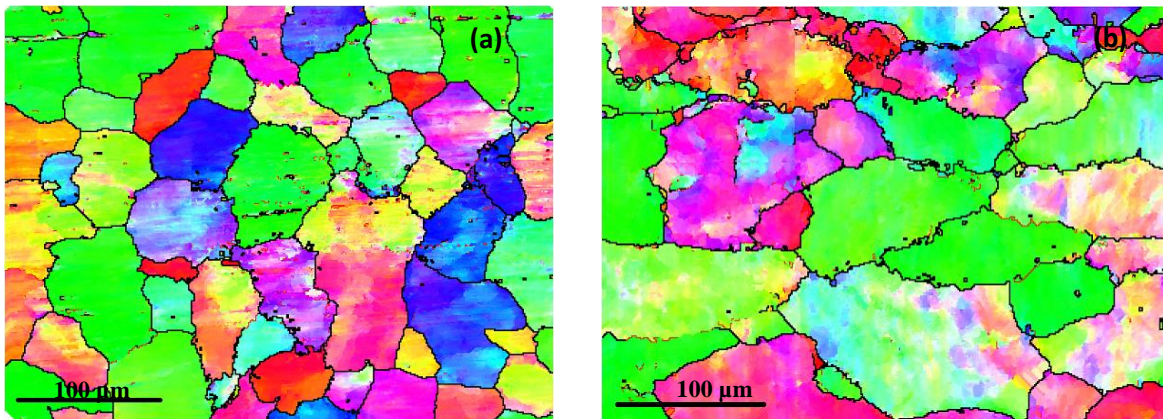


Figure IV-13: Microstructure post compression plane : (a) 20% de déformation. (b) 60% de déformation

A chacun des niveaux de déformation, nous constatons la présence de grains présentant plusieurs couleurs d'orientation. Ce phénomène peut se référer aux mécanismes d'écroutissage et de restauration (peu marqués dans notre alliage) qui devraient conduire à la formation de

sous-grains lors de la déformation à chaud. En Figure IV-14, nous avons représenté les profils de désorientation à 20% et 60% de déformation post channel die.

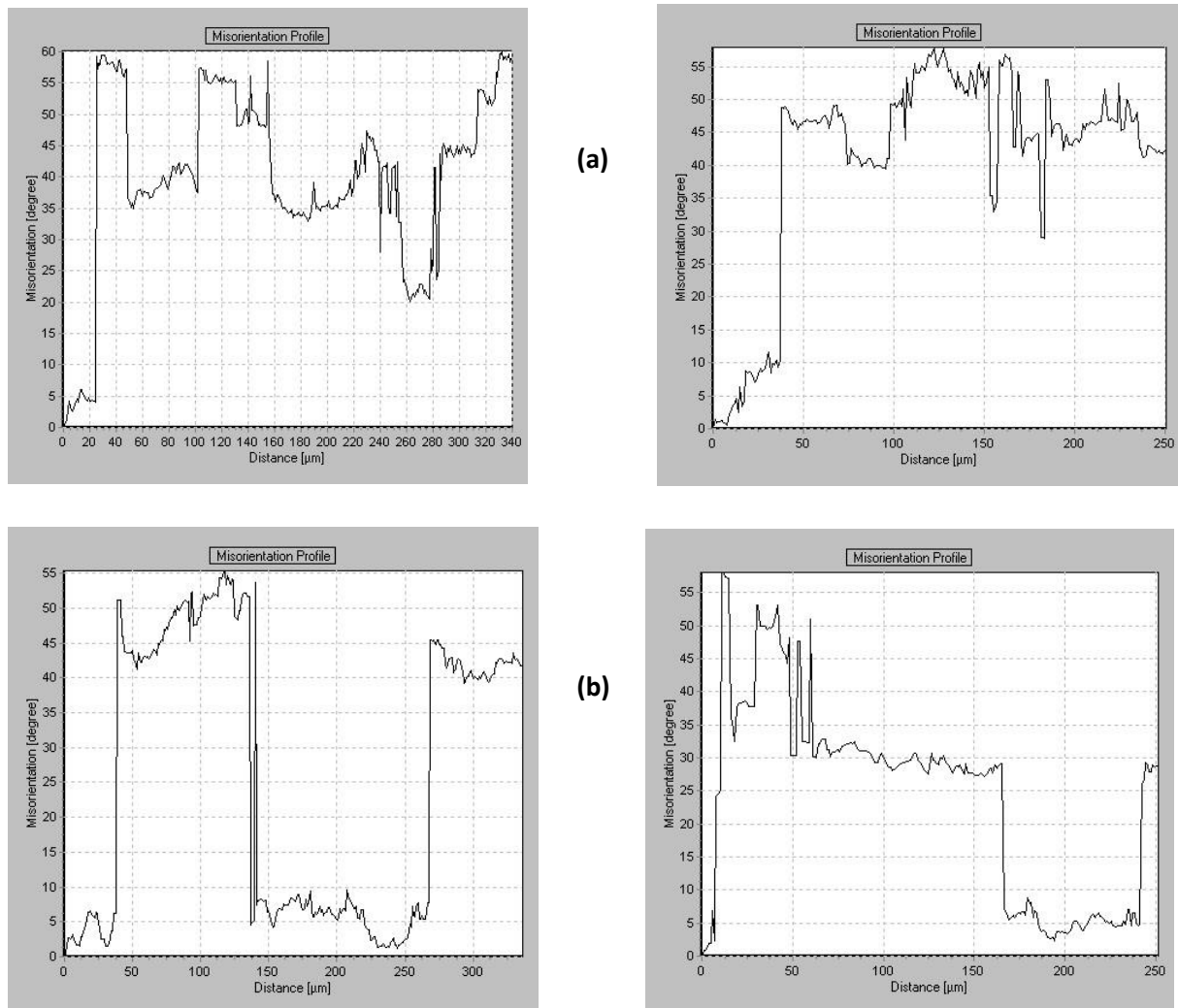


Figure IV-14 : Profils de désorientation : à gauche en ligne horizontale, à droite en ligne verticale. (a): 20% de déformation, (b): 60% de déformation

Comme observé sur les profils de désorientations précédentes, nous avons des difficultés à faire aboutir la restauration efficacement pour l'alliage HMP sans procéder à un traitement thermique ultérieur (qui permet le nettoyage du cœur des sous grains quand ils ne sont pas « effacés » par de nouveaux grains). Le tracé des profils de désorientation nous permet de confirmer la faible restauration dynamique présente au sein de l'alliage HMP et ceci même à 60% de déformation. L'histogramme de la Figure IV-15 justifie également l'absence de recristallisation juste après la compression plane de l'alliage HMP.

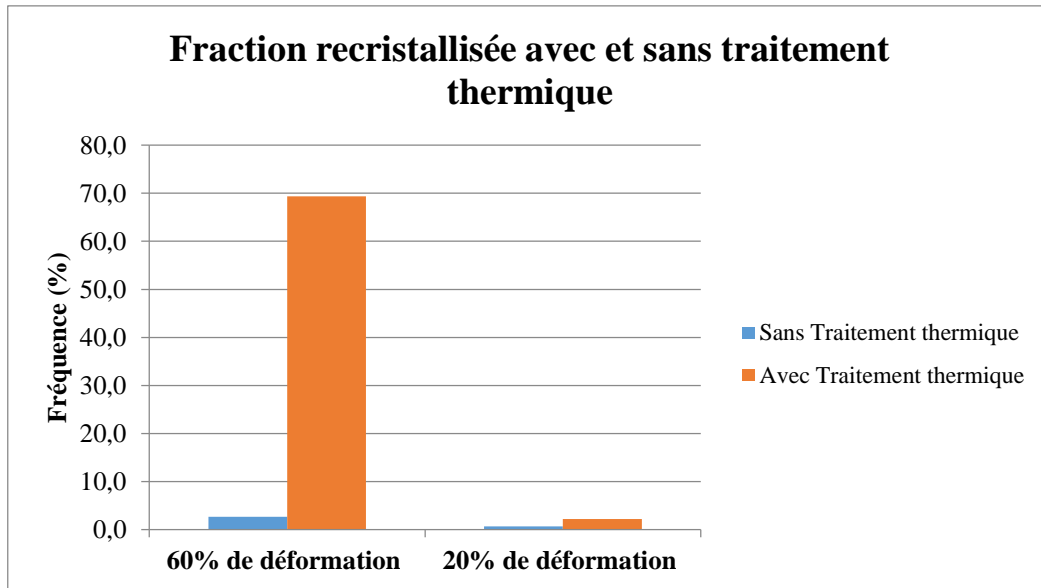


Figure IV-15 : Fraction de grains recristallisés à 20% et 60% de déformation avec et sans traitement thermique

Cette observation nous permet de conclure quant à l'intérêt du traitement thermique afin de provoquer la recristallisation de la microstructure et afin favoriser la ductilité à froid de l'alliage HMP. En effet, il ne serait pas avantageux de développer une pièce présentant une dureté trop importante sous risque d'être trop fragile.

Nous venons d'étudier le comportement microstructural de l'alliage HMP à faible niveau de déformation, où la sous-structuration occupe une place prépondérante, notamment pour expliquer le comportement dur à froid de l'alliage HMP. Cependant, à fort niveau de déformation la rhéologie du matériau constitue un aspect essentiel dans le cadre de la démarche de conception et d'élaboration de pièces automobiles.

IV.4 Modélisation thermomécanique du procédé

De manière plus générale la rhéologie du matériau est nécessaire pour la modélisation des étapes du procédé et la définition des gammes de forge.

IV.4.1 Essais de torsion à chaud

Des essais de torsion à chaud ont été réalisés sur l'alliage HMP afin d'en déterminer les contraintes d'écoulement à des niveaux de déformation élevés et ont été aussi comparés aux résultats de l'alliage AS7G03 (mais aussi à l'alliage de forge AA6060 à l'occasion).

Les températures utilisées lors des essais étaient de 490°C et 520°C à des vitesses de $0.1s^{-1}$, $1s^{-1}$ et $10s^{-1}$. Les éprouvettes dont la géométrie a été représentée en Figure II-6 (a) ont été chauffées puis maintenues à la température souhaitée pendant 10 minutes avant l'essai afin de s'assurer de l'homogénéité de température.

L'objectif de cette campagne d'essais en torsion est de déterminer le comportement rhéologique de l'alliage HMP. Les résultats ont par la suite été comparés aux valeurs obtenues pour l'alliage 6060 et comparés aussi à l'AS7G03, l'idée étant d'évaluer le comportement de l'alliage HMP avec un alliage de forge ayant une composition chimique plus proche que celle de l'AS7G03, d'où l'intérêt du 6060. Les résultats obtenus pour une température de 490°C sont représentés en Figure IV-16.

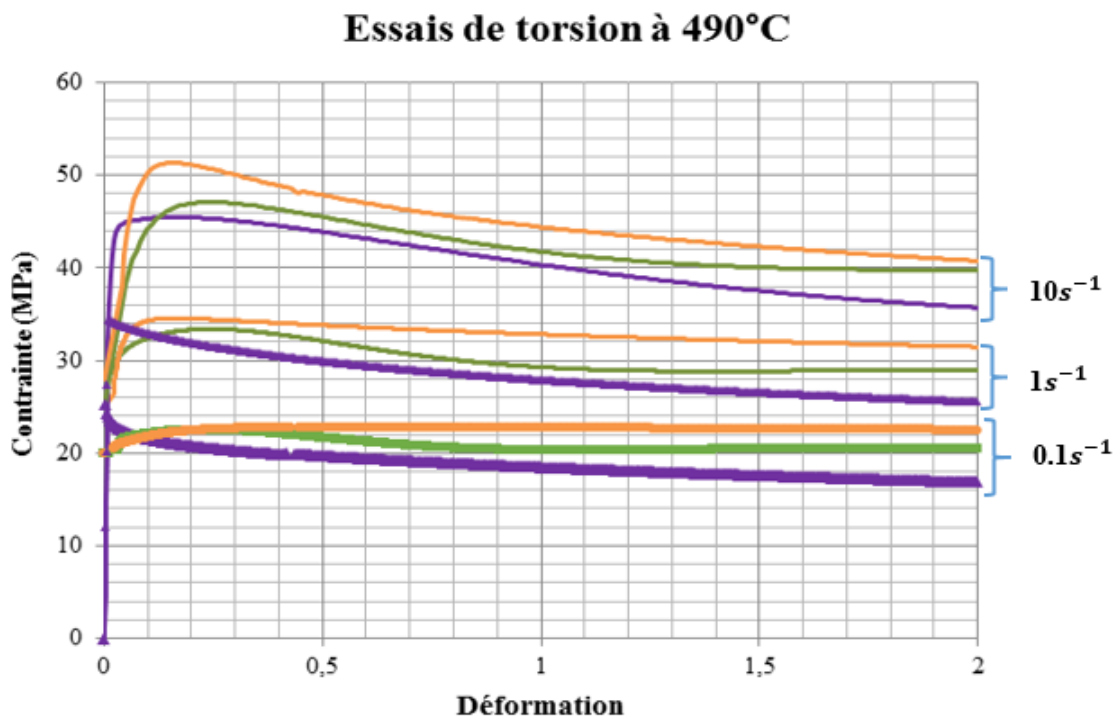


Figure IV-16 : Résultats d'essais de torsion à 490°C sur les alliages AS7G03, HMP et 6060. En orange: alliage AS7G03, en vert : alliage 6060 et en violet : alliage HMP

De même, les résultats des essais menés à 520°C sont présentés ci-dessous en Figure IV-17.

Essais de torsion à 520°C

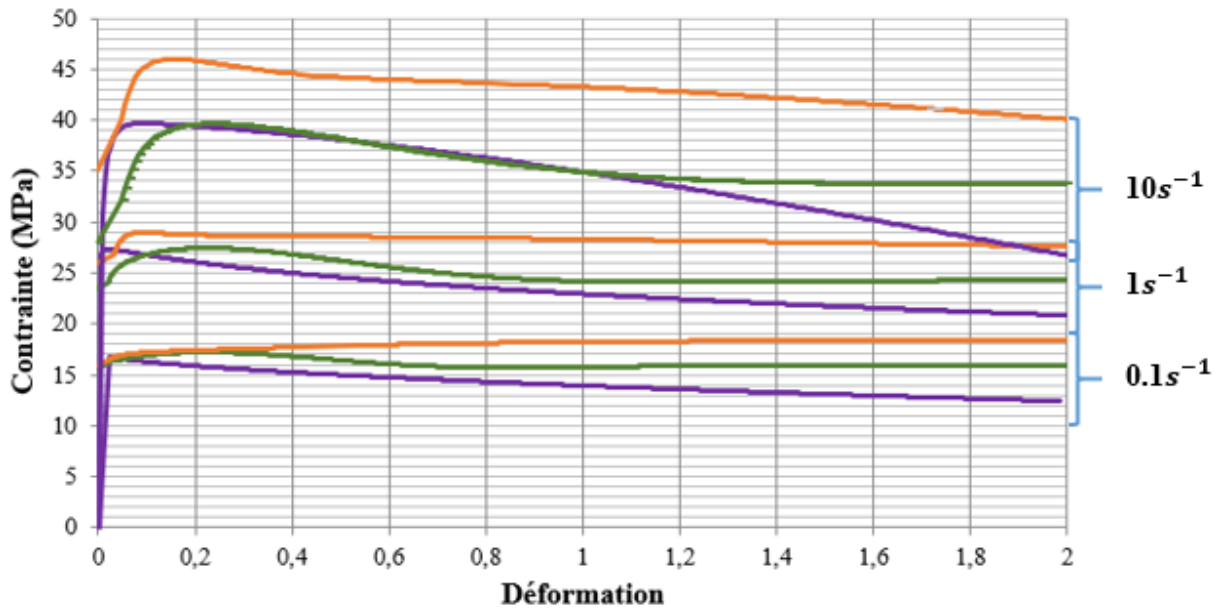


Figure IV-17 : Résultats d'essais de torsion à 520°C sur les alliages AS7G03, HMP et 6060. En orange: alliage AS7G03, en vert : alliage 6060 et en violet : alliage HMP.

Dans un premier temps, nous pouvons constater que les courbes obtenues lors des essais de torsion sont cohérentes d'un point de vue physique avec une contrainte d'écoulement qui augmente quand la température diminue et la vitesse de déformation augmente.

Les comportements des trois alliages sont relativement proches, avec cependant une contrainte légèrement inférieure pour l'alliage HMP et un adoucissement un peu plus marqué (diminution de contrainte à partir d'un certain niveau de déformation). Nous pouvons expliquer cet adoucissement plus marqué pour l'alliage HMP par de la texturation ou par une possible restauration dynamique facilitée en l'absence d'eutectiques de silicium à haut niveau de déformation ou encore un auto-échauffement local dans les éprouvettes à l'alliage HMP. On favoriserait donc plus facilement la restauration dynamique dans l'alliage HMP. En effet, bien que la mobilité des dislocations soit réduite par la diminution de l'énergie de faute d'empilement en raison de la plus grande concentration de magnésium, ces dernières peuvent se réarranger plus librement que dans l'AS7G03 ou le 6060. On favoriserait donc plus facilement la restauration dynamique dans l'alliage HMP.

IV.4.2 Energie d'activation et sensibilité à la vitesse de déformation

Au cours des essais de torsion, nous nous sommes intéressés au comportement rhéologique des alliages AS7G03 et HMP. Pour mener cette étude à terme, nous avons cherché à déterminer l'énergie d'activation Q .

A partir de la validité de la loi de comportement, nous avons utilisé la loi de Sellar et Tegart pour la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ permettant d'obtenir Q , tel que :

$$\dot{\epsilon} = A(T, \dot{\epsilon}) [\sinh(\alpha\sigma_p)]^{n(T)} \exp\left(\frac{-Q(T, \dot{\epsilon})}{RT}\right) \quad (\text{eq IV.1})$$

Avec :

- α , $A(T, \dot{\epsilon})$ et $n(T)$ des constantes dépendant du matériau
- R : la constante des gaz parfaits (8.314 KJ/mol)
- σ_p : la contrainte maximale pour une vitesse de déformation donnée
- T : la température absolue (K)

La méthode et l'approximation de Sellars et Tegart sur les alliages d'aluminium nous permet de simplifier l'équation IV.1, de telle sorte que l'expression de Q devienne :

$$Q(T, \dot{\epsilon}) = R n(T) \left[\frac{\partial \ln(\sinh(\alpha\sigma_p))}{\partial (1/T)} \right] \Big|_{\dot{\epsilon}} \quad (\text{eq IV.2})$$

L'équation IV.2 permet ainsi de déterminer l'énergie d'activation à température et vitesse de déformation donnée. Sur le Tableau IV-3, nous avons représenté les différentes valeurs de Q pour les deux alliages aux températures de 490°C et 520°C, mais aussi aux vitesses de 0.1s⁻¹, 1s⁻¹ et 10s⁻¹.

	AS7G03	HMP
Q (KJ/mol)	213,4	265,8

Tableau IV-3 : Energies d'activation

Nous constatons que les valeurs d'énergie d'activation sont plus élevées pour l'alliage HMP par rapport à l'AS7G03. Un tel comportement peut s'expliquer par le fait que les valeurs de σ_p sont prises à de faibles niveaux de déformation. Rappelons que dans ce domaine les phénomènes du type solute drag sont très présents au sein de l'alliage de HMP et limitent la mobilité des dislocations. Un tel ralentissement est moins présent dans l'AS7G03 en raison

d'une concentration en magnésium plus faible. A partir des résultats de torsion et sachant que le temps de forge moyen est de 0,1s, il a été possible de déterminer des valeurs moyennes de contrainte équivalente d'écoulement $\bar{\sigma}$ représentatifs du matériau soumis au procédé. Pour ce faire, à vitesse de déformation imposée, nous avons considéré une déformation dix fois plus faible que $\dot{\epsilon}$ et relevé la contrainte pour cette valeur (F.Perrier et al, 2014). Le Tableau IV-4 résume les valeurs de contrainte d'écoulement relevées pour ensuite approcher la loi de comportement.

		Déformation	Température (en K)	
			763	793
AS7G03	Contrainte (MPa)	0,1 (a 1s-1)	34	29
		1 (à 10 s-1)	33	28
HMP		0,1 (a 1s-1)	33	27
		1 (a 10s-1)	28	23

Tableau IV-4 : Contraintes expérimentales en fonction de la température, du niveau et de la vitesse de déformation

Dans le but de pouvoir extrapoler la loi de comportement expérimentale, la loi puissance utilisée chez Saint-Jean Industries a été considérée, telle que :

$$\bar{\sigma} = \text{Max}(S, C\dot{\epsilon}^M) \quad (\text{eq IV.3})$$

Avec :

S : limite d'élasticité (en MPa)

C : constante du matériau dépendant de la température (en MPa)

$\dot{\epsilon}$: vitesse de déformation (en s^{-1})

M : coefficient de la sensibilité à la vitesse de déformation

La constante C a été déterminé en se plaçant à une vitesse de déformation de $1s^{-1}$. En considérant un comportement élasto-visco-plastique des deux alliages, les valeurs de S ont été prises à faible vitesse de déformation. Le Tableau IV-5 résume les paramètres d'entrées utilisés pour la simulation et les valeurs obtenues pour les contraintes d'écoulement des deux matériaux en fonction de la température et de la vitesse de déformation.

Alliage	Temperature (K)	763			793			S (MPa)
	ln(Vit.déformation)	C (MPa)	M	Contrainte calculée (MPa)	C (MPa)	M	Contrainte calculée (MPa)	
AS7G03	-2,30	33,00	0,14	23,91	28,00	0,19	18,23	17,00
	0,00			33,00			28,00	
	2,30			45,55			43,01	
	4,61			62,88			66,06	
HMP	-2,30	28,00	0,16	19,60	23,00	0,20	14,68	14,00
	0,00			28,00			23,00	
	2,30			40,01			36,04	
	4,61			57,17			56,46	

Tableau IV-5: Données d'entrées pour la Simulation sous Simufact

La comparaison entre les valeurs mesurées et les valeurs calculées est donnée en

Figure IV-18 et Figure IV-19 pour les alliages HMP et AS7G03. Comme C a été calculé pour une vitesse de $1s^{-1}$ l'erreur est nulle.

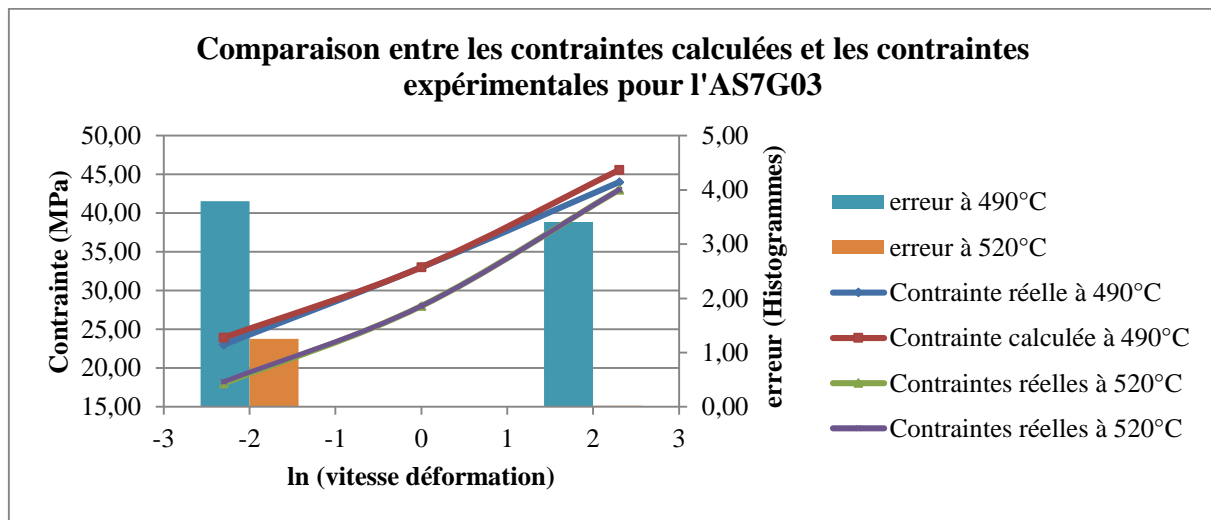


Figure IV-18: Ecart entre les contraintes théoriques et expérimentales pour l'alliage AS7G03

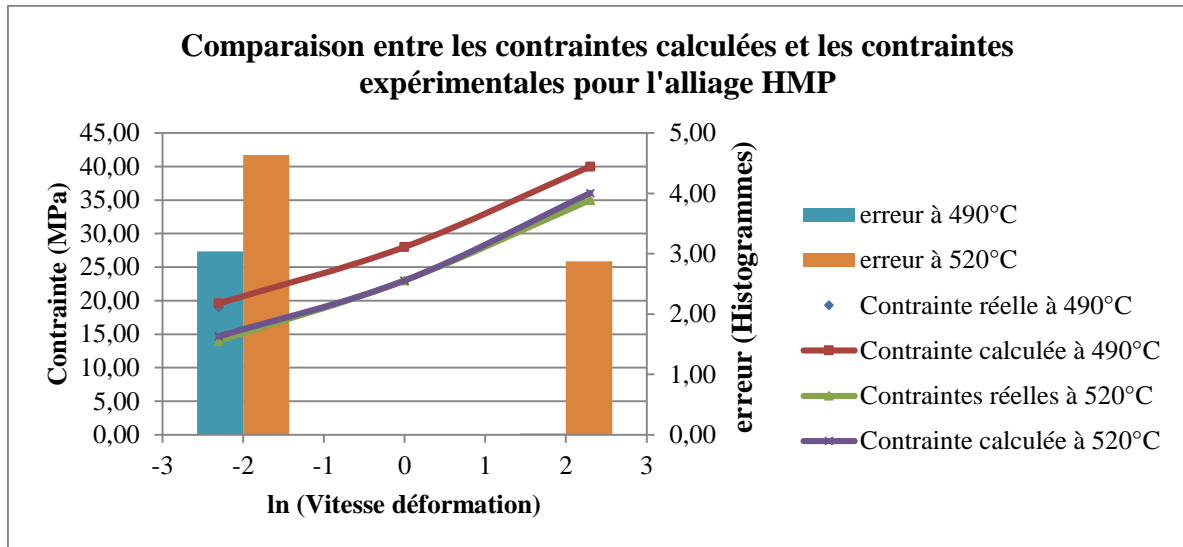


Figure IV-19 : Ecart entre les contraintes théoriques et expérimentales à 520°C pour l'alliage HMP

Nous constatons en général des valeurs de contrainte relativement proches avec une erreur n'excédant pas 4%, que l'on peut attribuer au fait que nous avons considéré un comportement purement visqueux en simulation. A partir de ces deux lois de comportement il a été possible de modéliser les champs de contrainte ((Figure IV-20 (a) et Figure IV-20 (b)), de déformation Figure IV-21 (a) et Figure IV-21 (b)) et de vitesse de déformation (Figure IV-22 (a) et Figure IV-22 (b)) à l'aide du logiciel Simufact. On en extrait les répartitions des champs de contrainte équivalent, de déformation équivalente et de vitesse de déformation équivalente lors de la forge du dampfergabel.

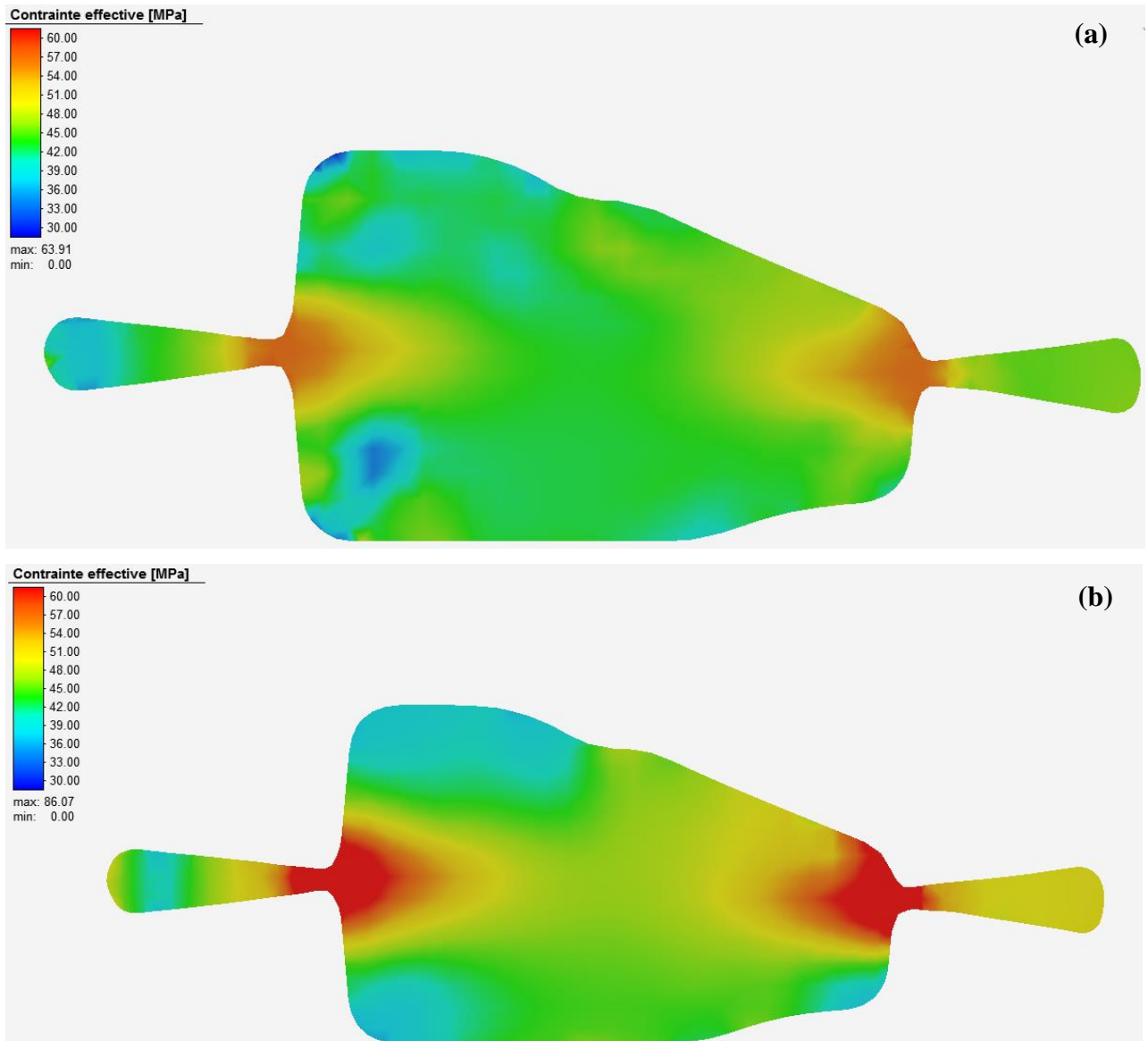


Figure IV-20 : Coupe 2D montrant le champ de contrainte : (a) alliage HMP. (b) alliage AS7G03

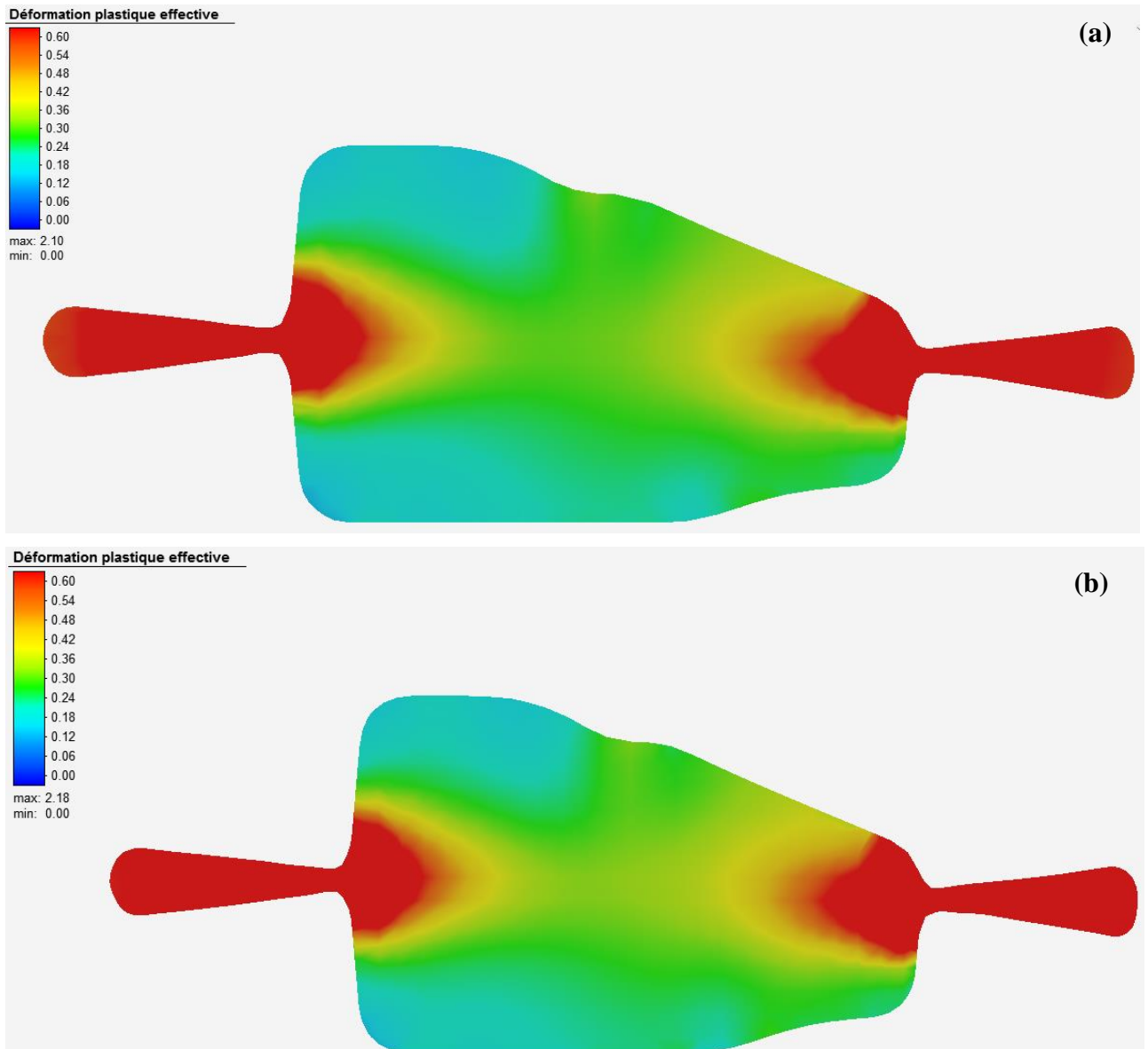


Figure IV-21 : Coupe 2D montrant le champ de déformation plastique équivalent : (a) de l'alliage HMP et (b) de l'alliage AS7G03

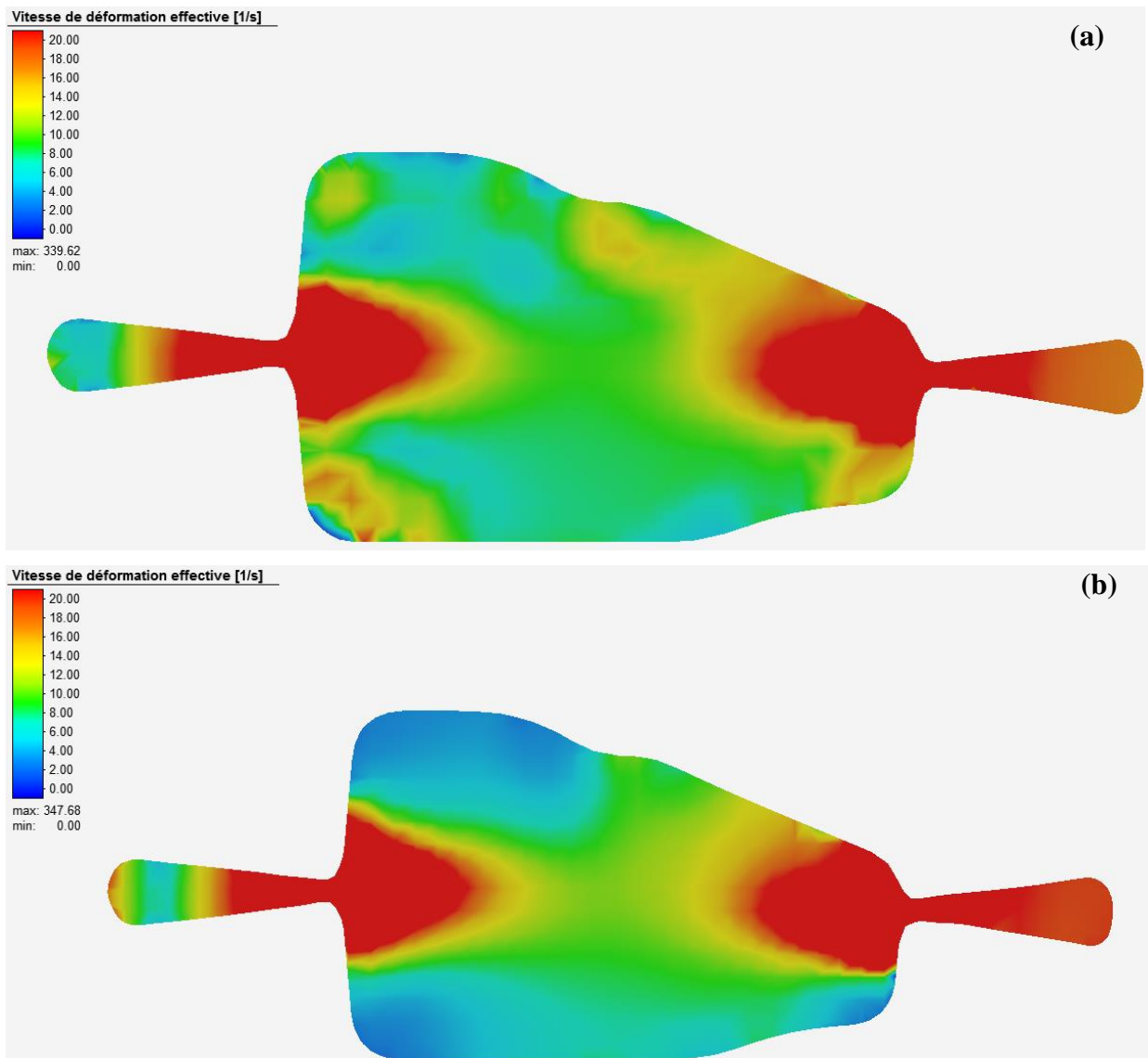


Figure IV-22 : Coupe 2D montrant le champ de vitesse de déformation équivalent : (a) de l'alliage HMP et (b) de l'alliage AS7G03

Pour une section donnée, nous constatons peu de différences en termes de répartition des champs de déformation et de vitesse de déformation pour chacun des deux alliages. Par contre, le champ de déformation montre des valeurs plus élevées pour l'AS7G03 que pour l'alliage HMP. Ce résultat confirme la validité de la loi de comportement utilisée pour la simulation, mais également les résultats expérimentaux des essais de torsion. D'après le logiciel Simufact, nous avons également pu en déduire l'énergie de frappe pour les deux alliages d'étude telle que :

- $E_{AS7G03} = 57.4 \text{ KJ}$
- $E_{HMP} = 49.3 \text{ KJ}$

Soit :

$$\Delta E = \frac{57.4 - 49.3}{49.3} \times 100 \approx 16\%$$

Nous avons ainsi pour l'alliage HMP une réduction de l'énergie de forge d'environ 16% émanant des plus faibles valeurs de contraintes d'écoulement pour le HMP à chaud, tout en présentant à froid une meilleure limite d'élasticité, résistance mécanique et un meilleur allongement.

Ceci montre que l'alliage HMP ainsi développé n'engendre pas de surdimensionnement des efforts voire même les limiterait par rapport à l'alliage AS7G03 tout en présentant de meilleures caractéristiques à froid. Ceci est un atout supplémentaire à mettre à l'avantage de l'alliage HMP.

IV.5 Conclusion

En conclusion de ce chapitre, nous comprenons mieux le comportement microstructural de l'alliage HMP au cours d'une déformation thermomécanique. La température, le niveau et la vitesse de déformation sont des paramètres déterminants pour la réalisation d'une pièce présentant un compromis entre l'allongement et les caractéristiques statiques qui résulte d'une compétition entre recristallisation statique (pendant la mise en solution) et écrouissage restauration dynamique (pendant la forge). Nous avons également pu mettre en évidence la complexité des phénomènes rhéologiques lors de grandes déformations, hors du domaine balayé par le procédé.

Ces essais rhéologiques ont permis de définir la rhéologie du matériau HMP pour mise en œuvre de la modélisation du procédé et de comparer avec les résultats obtenus sur l'AS7G03.

On pourrait peut-être réaliser des essais à plus grandes vitesses de déformation pour rendre compte des comportements dans des zones spécifiques comme les bavures ou des configurations extrêmes de gammes de forge.

Chapitre V : Etude de refermeture de défauts internes lors de l'étape de forge

Dans cette partie, nous nous intéressons à la refermeture de défauts du type retassures internes apparues lors de l'étape de coulée. Dans un premier temps, nous modélisons en éléments finis à l'aide du logiciel ABAQUS le phénomène de refermeture des défauts sur une pièce modèle. En effet, dans notre démarche conception le bon dimensionnement des pièces lors de l'étape de mise en forme est important. Cette étape de simulation permettra ainsi de déterminer le niveau de déformation minimal à la refermeture des défauts de l'alliage HMP. Dans un second temps, nous effectuerons la compression plane d'une pièce automobile présentant des cavités pour confirmer l'efficacité de la refermeture à un niveau de déformation donné. A l'issue de cette partie, nous déterminerons l'existence d'un compromis entre la refermeture des défauts de coulée et le phénomène de recristallisation statique mis en évidence à la partie précédente.

V.1 Simulation numérique pour la refermeture de défauts internes lors du channel die

V.1.1 Modélisation de la pièce d'essai

Dans le but d'étudier l'impact du déplacement imposé par les outils sur la géométrie de l'éprouvette à proximité de la cavité lors de l'étape de forge, une modélisation éléments finis à l'aide du logiciel ABAQUS a été effectuée. Pour ce faire, nous avons considéré une pièce de référence dont une cavité interne a été modélisée par une sphère au centre de la pièce comme présenté en Figure V-1. Rappelons que le but de cette modélisation ne constitue pas la réalité étant donné les hypothèses considérées dans cette étude.

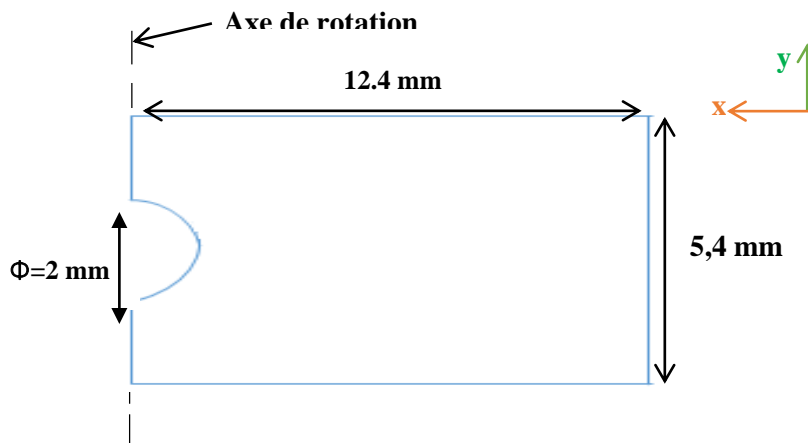


Figure V-1 : Coupe 2D de la section représentée sous ABAQUS avant rotation

En effet, nous avons choisi un modèle mécanique avec présence d'une cavité à géométrie simple. Pour modéliser la pièce, nous avons considéré un solide de révolution et représenté une demi-cavité circulaire sur le côté comme illustré en Figure V-2.

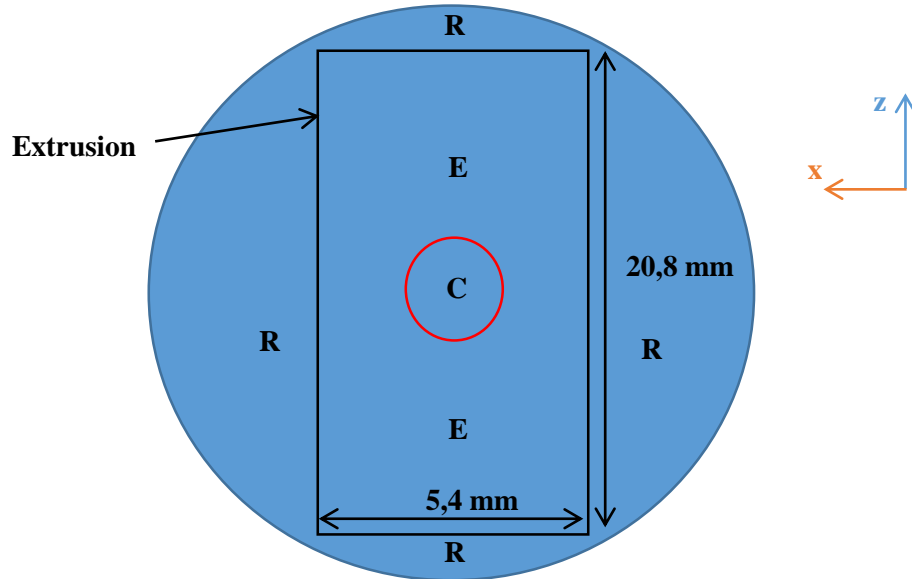


Figure V-2 : Coupe 2D du dessus montrant l'application de l'extrusion (E : zone extrudée ; C : cavité ; R : rebut)

Une rotation de 360° a ensuite été effectuée pour obtenir une forme cylindrique avec une cavité centrée. La dernière étape consistait à mener une extrusion rectangulaire afin d'obtenir la pièce finale voulue. Les dimensions finales de la pièce sont les suivantes (Figure V-3) :

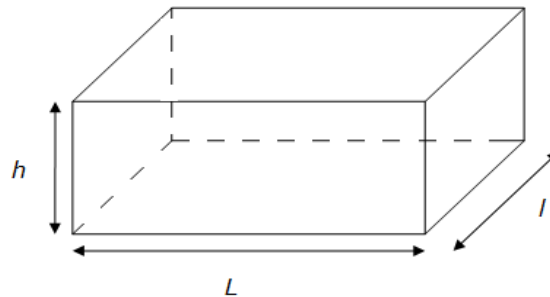


Figure V-3 : Modélisation du parallélépipède

Les paramètres du modèle sont les suivants :

- $h = 5,4 \text{ mm}$
- $L = 20,8 \text{ mm}$
- $l = 7 \text{ mm}$

- Solid 3D deformable
- Implicit/static calculation

Afin d'anticiper sur un maillage plus fin au voisinage de la cavité, une partition a été appliquée sur l'objet post extrusion comme illustré en Figure V-4.

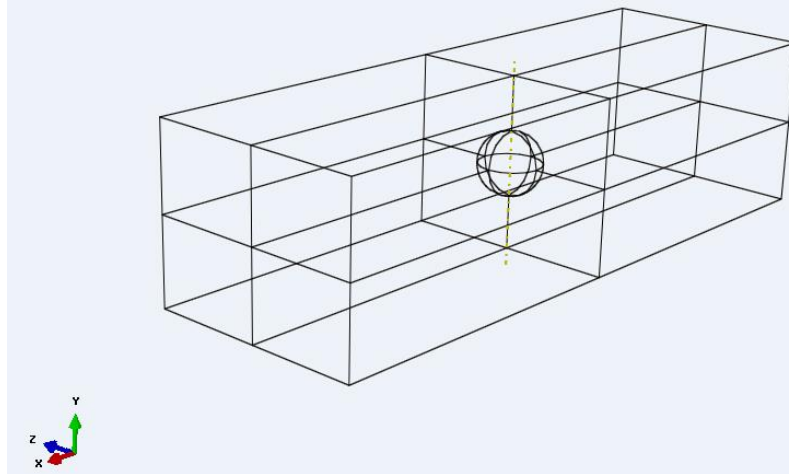


Figure V-4 : Pièce finale avec les zones de partition

Par la suite, nous avons utilisé la loi de comportement expérimentale illustrée en Figure V-5 qui a été déduite des essais de compression plane de la partie IV.2.1 précédente afin de modéliser la compression du matériau. Ce dernier a été assimilé à un modèle élasto-viscoplastique pour tenir compte des conditions expérimentales de compression plane.

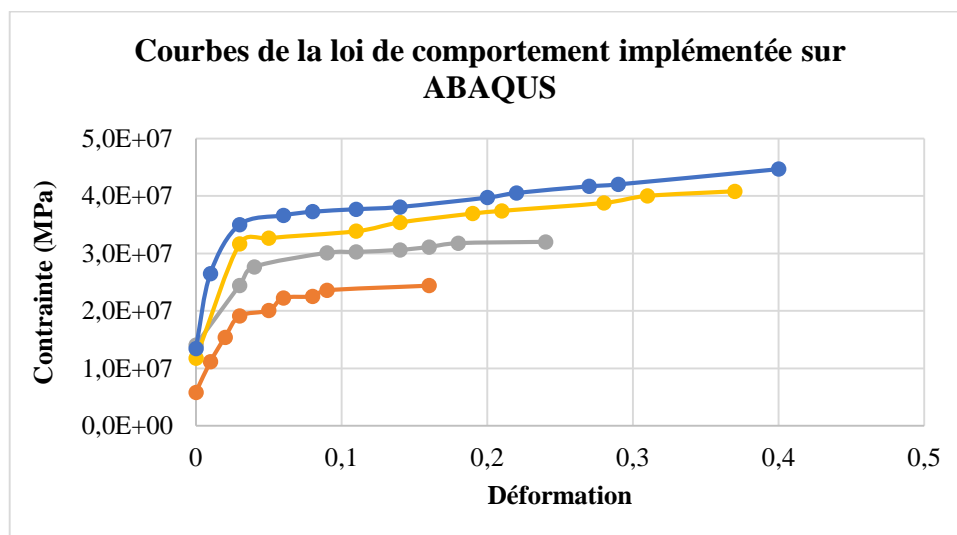


Figure V-5 : Loi de comportement issue des essais de compression plane. En orange : 1 s^{-1} ; en gris 2 s^{-1} ; en jaune : 3 s^{-1} ; en bleu : 4 s^{-1}

Afin de simuler l'effet compression plane, 3 plans fixes et 1 plan mobile ont été placés sur les faces du matériau (Figure V-6).

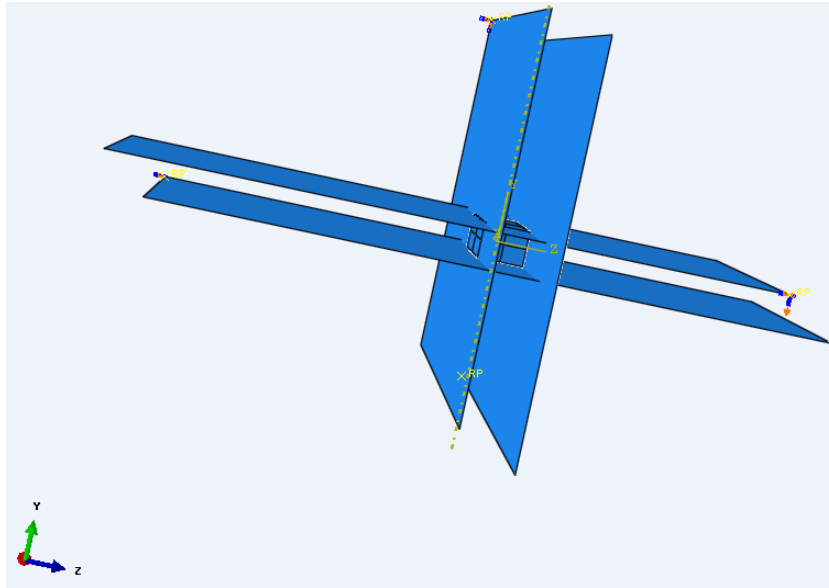


Figure V-6 : Pièce encastrée entre les 3+1 plans

Une telle configuration permet d'assurer deux degrés de libertés à la pièce. Egalement, un coefficient de frottement de Coulomb à chaud de 0.15 a été appliqué. Nous avons considéré une modélisation en statique étant donnée la très faible valeur des effets dynamiques même à 7 s^{-1} . Concernant le maillage, les éléments utilisés sont du type *C3D8R* à 8 nœuds qui correspondent à des éléments 3D de forme cubique dont on a appliqué un maillage du type structuré sur toute la pièce. Afin d'améliorer la précision des calculs et d'éviter un risque de distorsion trop élevé des éléments, nous avons affiné le maillage au voisinage de la cavité comme illustré en Figure V-7.

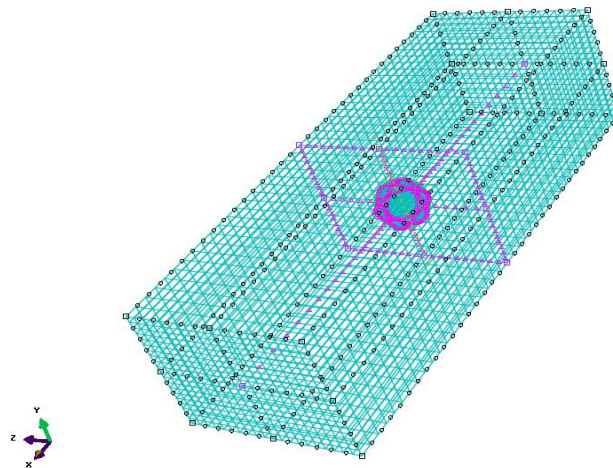


Figure V-7 : Maillage de la pièce avec (en violet) la zone affinée au voisinage de la cavité

L'algorithme de la procédure de résolution est ici du type Newton-Raphson implicite et considéré le matériau visqueux.

V.1.2 Tests de convergence

Afin de s'assurer de la précision du calcul, nous avons effectué plusieurs tests de convergence en utilisant 7 maillages différents sur la même pièce. Nous nous sommes fixés à un niveau de déformation de 40% pour effectuer les tests. Le Tableau V-1 montre les différents maillages sur lesquels l'étude a été menée.

Maillage	Nombre d'éléments
Mesh 0	976
Mesh 1	1264
Mesh 2	5576
Mesh 3	11368
Mesh 4	21112
Mesh 5	21488
Mesh 6	25112

Tableau V-1 : Nombre d'éléments par maillage

Nous avons choisi trois critères principaux pour effectuer les tests de convergence :

- Valeur minimale du champ de contrainte sur la pièce en fonction du nombre d'éléments
- Valeurs maximales et minimales du champ de déformation au sein de la pièce en fonction du nombre d'éléments

Nous constatons d'après la Figure V-8 qu'au-delà de 5000 éléments, la déformation minimale appliquée sur la pièce reste constante et tend vers une valeur de 1.39^{-3} . Ce premier résultat permet de comprendre qu'un maillage à plus de 5000 éléments convient.

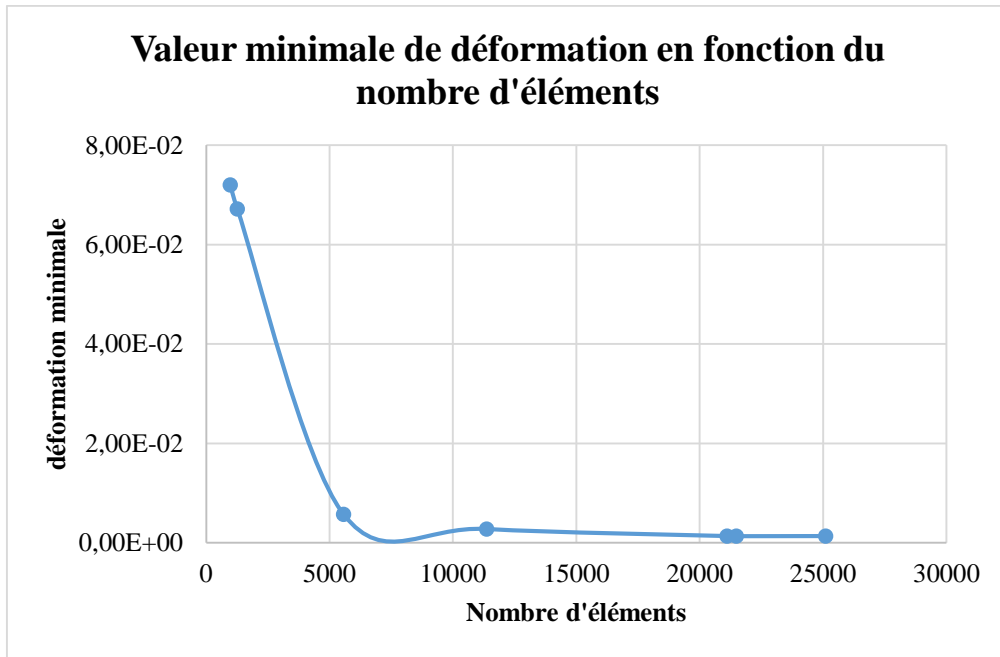


Figure V-8 : Résultat test de convergence avec pour critère l'évolution du champ de contrainte minimal

La Figure V-9 illustre l'évolution des champs de déformation maximale et minimale en fonction du nombre d'éléments. Nous constatons que les valeurs sont relativement stables à partir de 20 000 éléments.

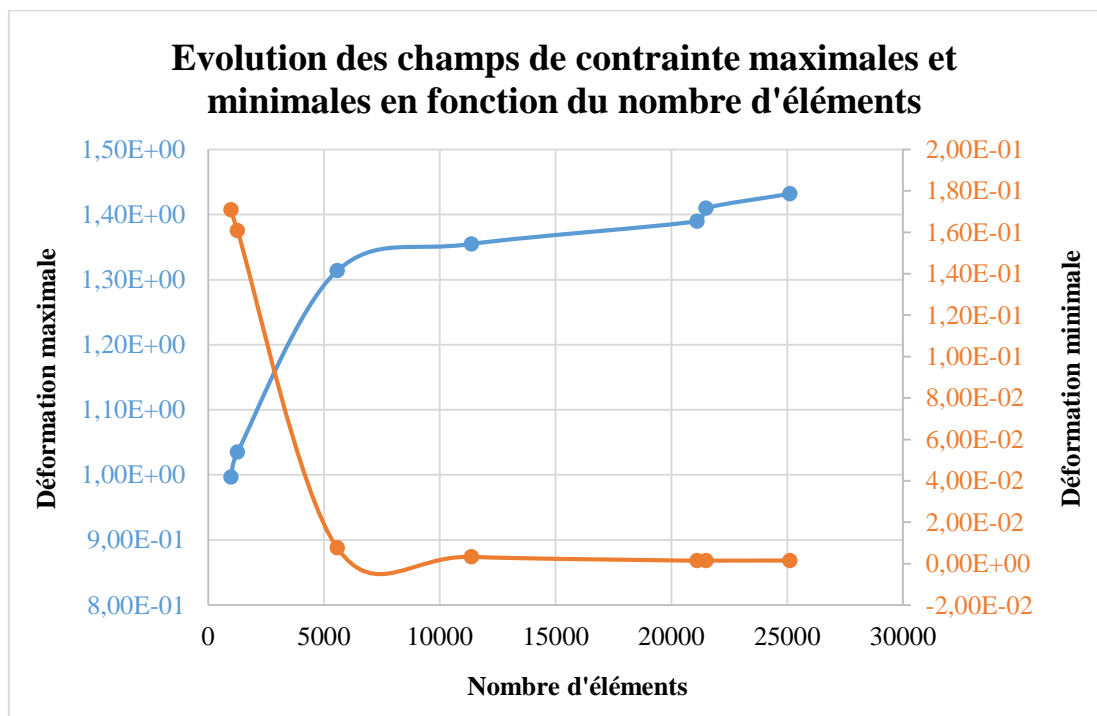
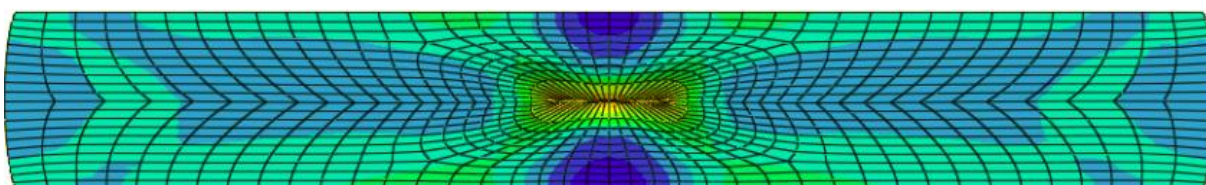
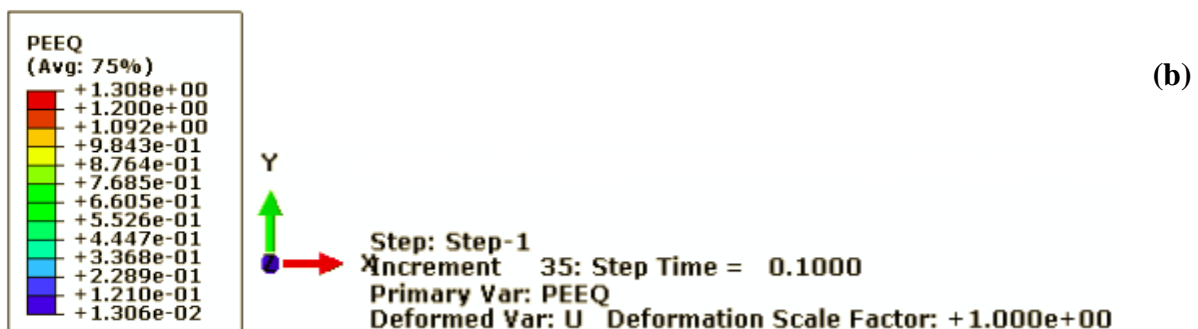
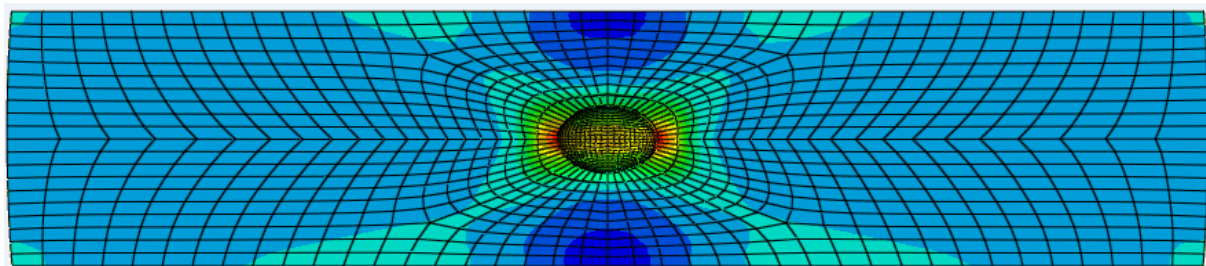
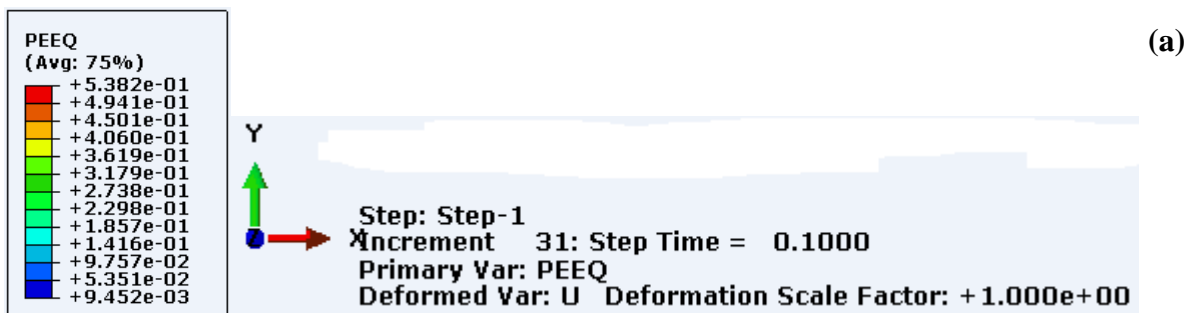


Figure V-9: Résultat des tests de convergence sur l'évolution du champ de déformation

Dans ce qui suit, nous travaillons avec le mode de maillage Mesh 5 du Tableau V-1 afin de garantir une bonne précision des calculs mais aussi dans le cadre de la recherche de l'optimisation du temps de calcul.

V.1.3 Résultats

A partir des données d'entrée mentionnées précédemment, il a été possible de simuler la compression en déplacement imposé de la paroi supérieure à la pièce. Une coupe 2D par niveau de déformation a été réalisée en Figure V-10 (où les contacts ne sont pas représentés) au niveau de la zone contenant la cavité pour rendre compte de sa refermeture.



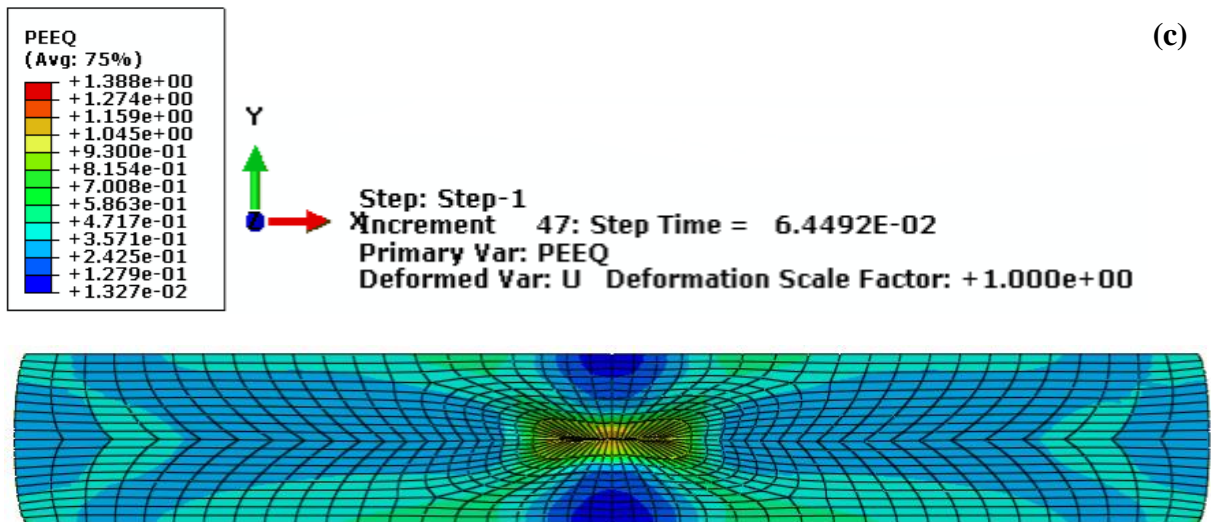


Figure V-10 : Coupe en section 2D de la cartographie des champs de déformation en fonction du niveau de déformation imposé. (a) 10% (b) 25% et (c) 40%

D'après la figure, nous constatons dans un premier temps que le champ de déformation est principalement concentré au voisinage de la cavité centrale. A 10% de déformation imposé, une refermeture progressive de la porosité avec une concentration locale de la déformation se produit. A partir de 25% de déformation, nous avons une refermeture totale de la cavité et à 40% également.

Grâce à ces informations, à l'aide de ce modèle une refermeture de la cavité à partir de 25% de déformation a été effectuée, ce qui d'après le chapitre IV correspond à un fort durcissement avec des valeurs maximales du Rp02 et du Rm mais un faible allongement à rupture à froid de l'alliage HMP. Nous savons également que la loi de comportement de l'alliage HMP est sensible à la vitesse de déformation, il est donc intéressant de s'intéresser au cas de l'absence de sensibilité à la vitesse de déformation en considérant un matériau parfaitement plastique, et donc en fixant une seule vitesse de déformation. Le Tableau V-2 montre que la valeur du niveau de déformation minimal pour refermeture est presque similaire à un matériau parfaitement plastique.

	% déformation
Matériau sensible à la vitesse déformation	25
Matériau parfaitement plastique	26

Tableau V-2 : Niveau de déformation minimal pour refermeture de cavité

Cette similitude confirme la faible influence de la limite d'élasticité du matériau à 520°C, qui correspond à la température à laquelle la loi de comportement a été déduite. Pour conclure, malgré toutes les approximations et hypothèses prises dans cette modélisation, nous comprenons néanmoins l'existence d'un compromis entre la refermeture efficace des défauts apparus lors de la coulée et le risque de perte des propriétés mécaniques de l'alliage HMP à froid. Notons également que d'autres aspects aidant à la refermeture des défauts n'ont pas été pris en compte par le modèle tels que :

- La refermeture chimique
- La soudure thermomécanique

Ces éléments laissent présager une déformation à 40% pour la disparition de la majorité des retassures internes apparues à la coulée. Dans ce qui suit, nous allons nous intéresser à ce phénomène sur pièce réelle.

V.2 Analyse par tomographie X de la refermeture des défauts

La technologie de la tomographie à rayon X a été utilisée afin de caractériser la refermeture des défauts apparus lors de la coulée. Dans cette partie, nous menons une étude qualitative de ce phénomène sur une fourchette d'amortisseur ayant été coulée à l'entreprise Saint-Jean Industries.

V.2.1 Protocole d'étude

La Figure V-11 montre la fourchette d'amortisseur ayant été coulée et présentant une masselotte dans la partie supérieure contribuant à l'alimentation matière de la pièce.



Figure V-11 : Fourchette d'amortisseur

Afin de déterminer la localisation de retassures internes de manière grossière, une première analyse RX a été menée. Nous pouvons constater d'après la Figure V-12 des retassures internes dans la zone du bas gauche de la pièce, mais également au niveau du bras droit après coulée.

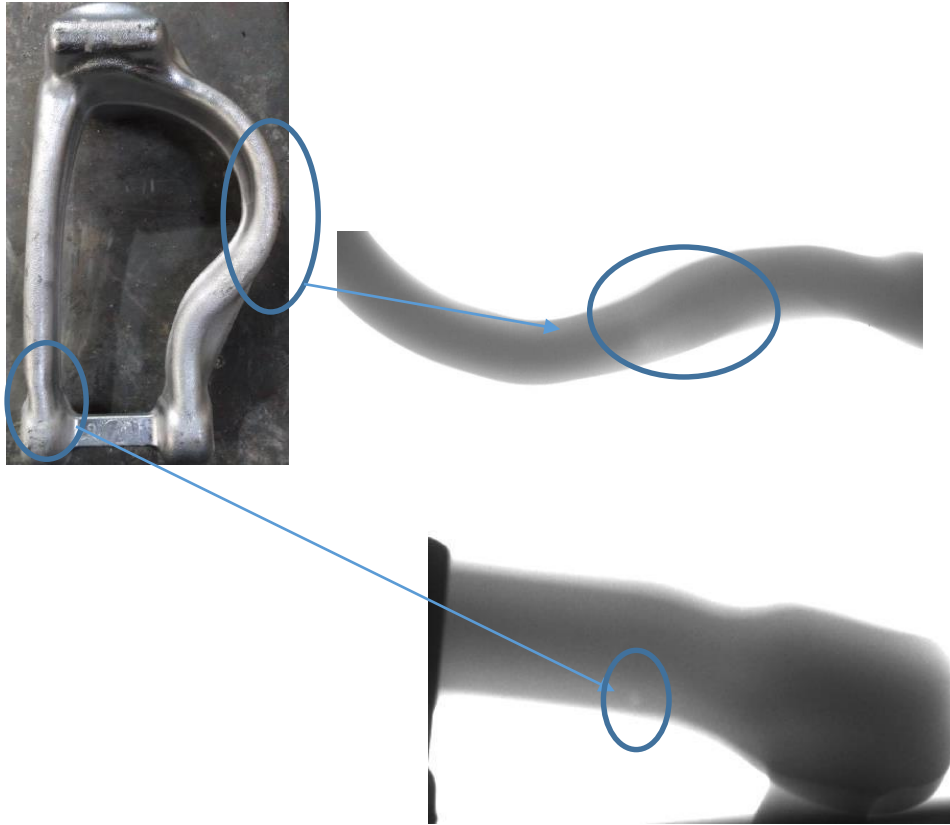


Figure V-12: Analyse RX menée sur la fourchette de direction. Apparition de retassures internes dans les deux bras

Pour appuyer les observations et pour préciser la localité des porosités, une modélisation à l'aide du logiciel de fonderie Magmasoft a été réalisée (Figure V-13). Ce dernier est un logiciel de simulation de fonderie qui permet d'évaluer la présence de défauts métallurgiques du type criques ou encore des retassures.

Il a ainsi été possible de détecter les zones de la pièce susceptibles d'être le berceau de retassure interne. En choisissant un critère de remplissage adéquat, il a été possible de déterminer et de confirmer théoriquement la localité des retassures internes.



Figure V-13 : Résultats de simulation sous MagmaSoft de la localité des retassures internes (représentée en bleu)

Nous constatons que les zones présentant les retassures internes correspondent à celles observées visuellement sous contrôle RX au sein de la société Saint-Jean Industries. A partir de la confirmation de la localité des retassures internes, nous avons extrait une pièce parallélépipédique au niveau du bras gauche de la pièce. En effet, l'objectif est de caractériser par tomographie à rayons X l'évolution d'une zone poreuse avant et après déformation thermomécanique. Il était cependant nécessaire de travailler avec une géométrie simple afin de garantir une résolution optimale pour l'analyse. La Figure V-14 montre les dimensions du parallélépipède extrait au sein de la fourchette de direction.

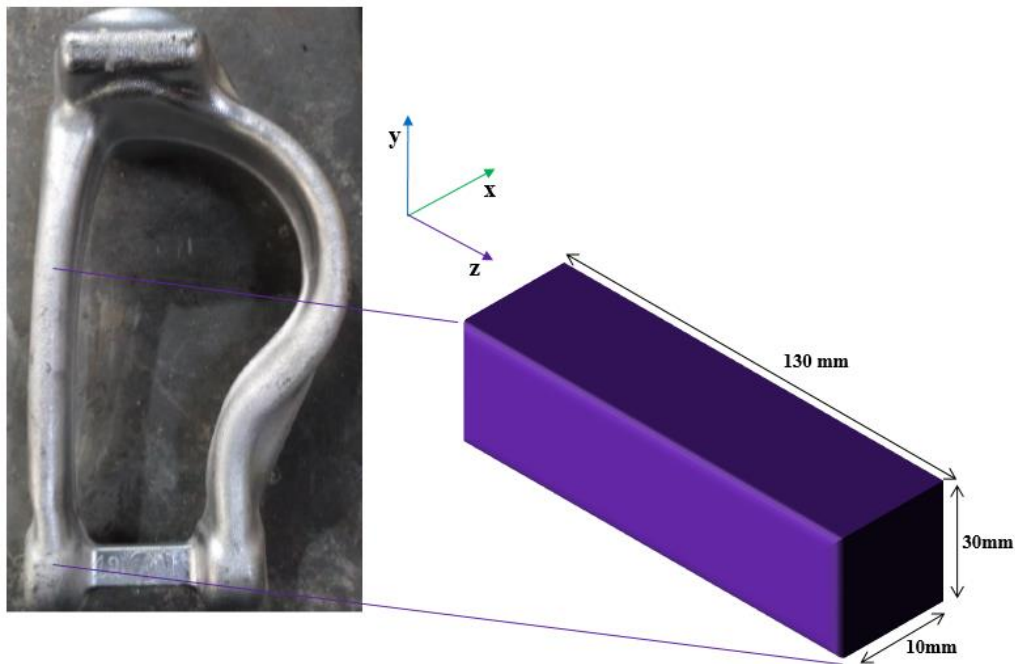


Figure V-14 : Extraction d'un parallélépipède pour analyse sous tomographie X

Une fois la pièce extraite et dans un souci de gain de temps d'analyse, nous avons effectué une première coupe pour affiner la zone d'analyse qui est représentée en rouge dans la Figure V-15. Nous avons également pu déterminer les plages d'analyses suivantes dans chacune des 3 directions:

- sur O_x : de 0 à 10 mm
- sur O_y : de 0 à 30 mm
- sur O_z : de 0 à 21 mm

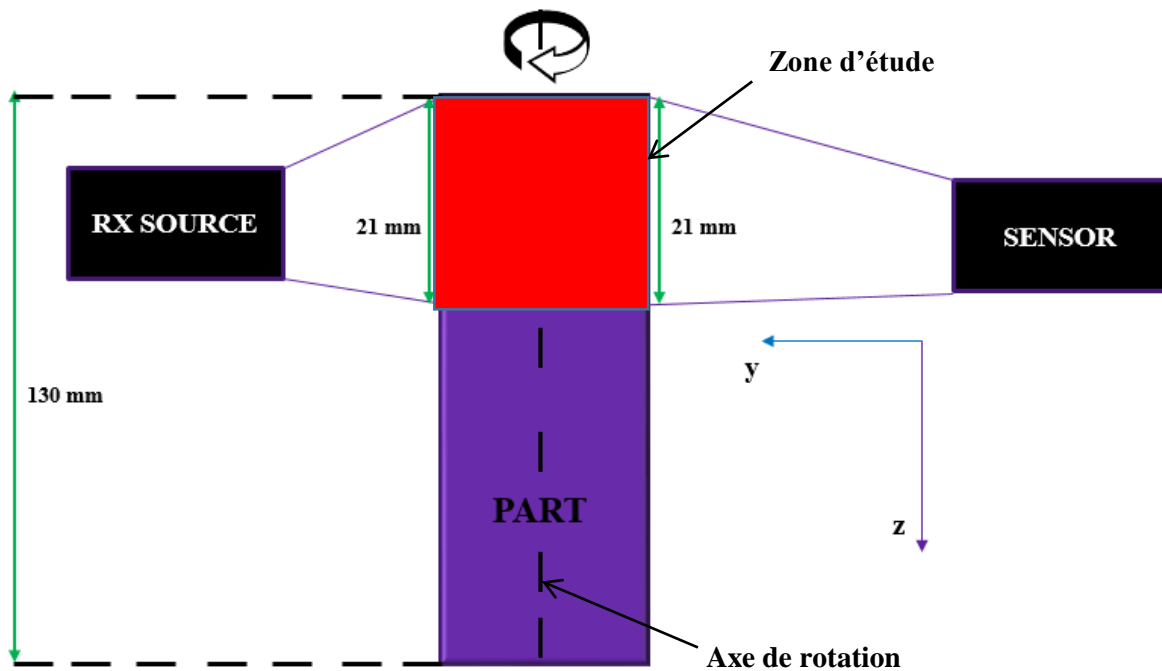


Figure V-15 : Schéma illustrant l'analyse par tomographie X du parallélépipède

La Figure V-15 montre bien la présence de retassures au sein de l'échantillon analysé que ce soit sur le plan xOz ou le plan yOz . Il est intéressant de noter les ordres de grandeur des retassures internes qui sont de l'ordre de 1 à 2 mm sur le plan, ce qui correspond aux résultats obtenus par la simulation sous Magmasoft. L'analyse coupe par coupe a permis de confirmer qu'il s'agissait des plus grandes retassures internes observées avec une résolution de $17\mu\text{m}$. Cependant, la morphologie des retassures internes n'est pas sphérique contrairement à ce qui a été modélisé sous ABAQUS, nous nous attendons donc à des résultats différents de ce qui a été obtenu précédemment.

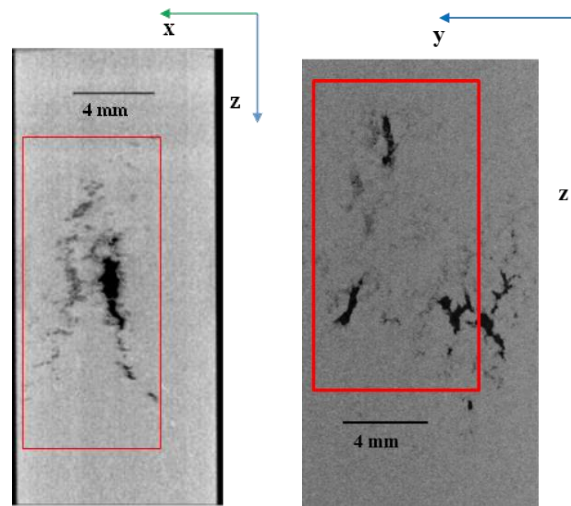


Figure V-16 : Coupes représentant les retassure interne de la zone d'extraction. A gauche sur le plan xOz et à droite sur le plan yOz

Dans le but d'évaluer l'efficacité de la déformation à 40%, nous avons extrait dans la zone encadrée en rouge une éprouvette de compression plane. Les dimensions de l'éprouvette de compression plane ont été choisies en tenant compte de deux principaux aspects :

- Les frottements parois-pièce
- La quantité de retassures internes à l'intérieur de l'éprouvette

De plus, connaissant le nombre exact de coups portés sur les différentes directions, il a été possible avec une précision raisonnable d'extraire et de confirmer la présence de retassures internes sur la pièce extraite. En tenant compte de toutes ces informations, nous avons considéré une éprouvette aux dimensions définies en Figure V-17.

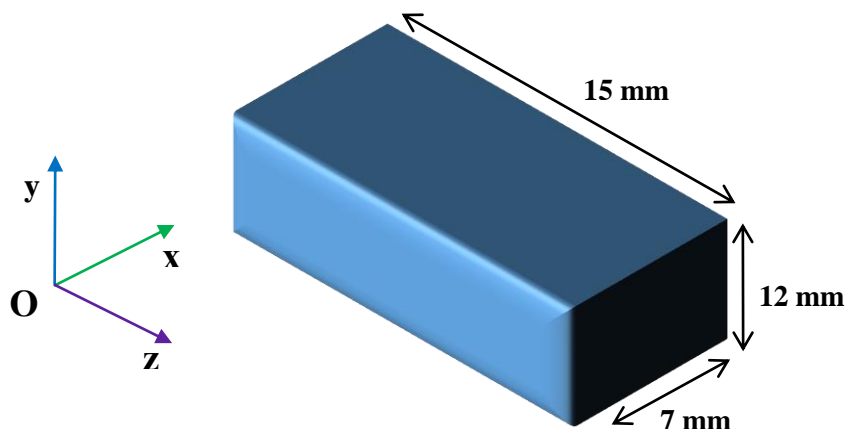


Figure V-17 : Dimensions choisies pour la pièce d'étude

V.2.2 Résultats de l'étude

Le dispositif de compression plane est identique à celui utilisé pour l'étude de la compression plane. La pièce a été comprimée selon le plan zOy comme précisé dans la Figure V-18.

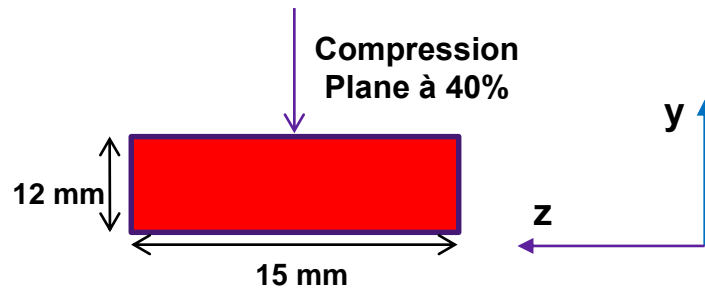


Figure V-18: Compression plane dans le plan yOz

Une fois comprimée, une tomographie X a été effectuée pour analyser l'évolution de la taille des retassures internes post compression plane au sein de la pièce. La Figure V-19 montre les sections présentant les tailles maximales de porosité selon les plans yOz et xOz . La remarque principale est une refermeture efficace mais pas totale.

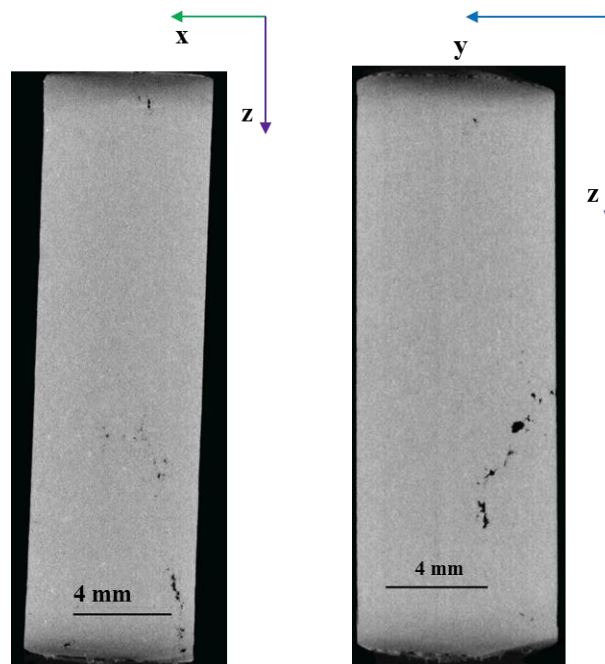


Figure V-19: Coupes représentant les retassures internes de la pièce comprimée à chaud. A gauche sur le plan xOz et à droite sur le plan yOz

D'après ces clichés, il s'agirait d'une refermeture menant à une taille des retassures internes de l'ordre de $500\mu\text{m}$. La principale conclusion réside dans le fait que la viscosité de l'alliage HMP

permet une refermeture efficace mais pas totale des défauts de coulée à 40 % de déformation. Avant de souligner l'évolution de la refermeture des retassures internes, nous avons représenté un graphe permettant de montrer la réduction du volume des retassures internes présentes au sein de la pièce avant et après compression plane (Figure V-20).

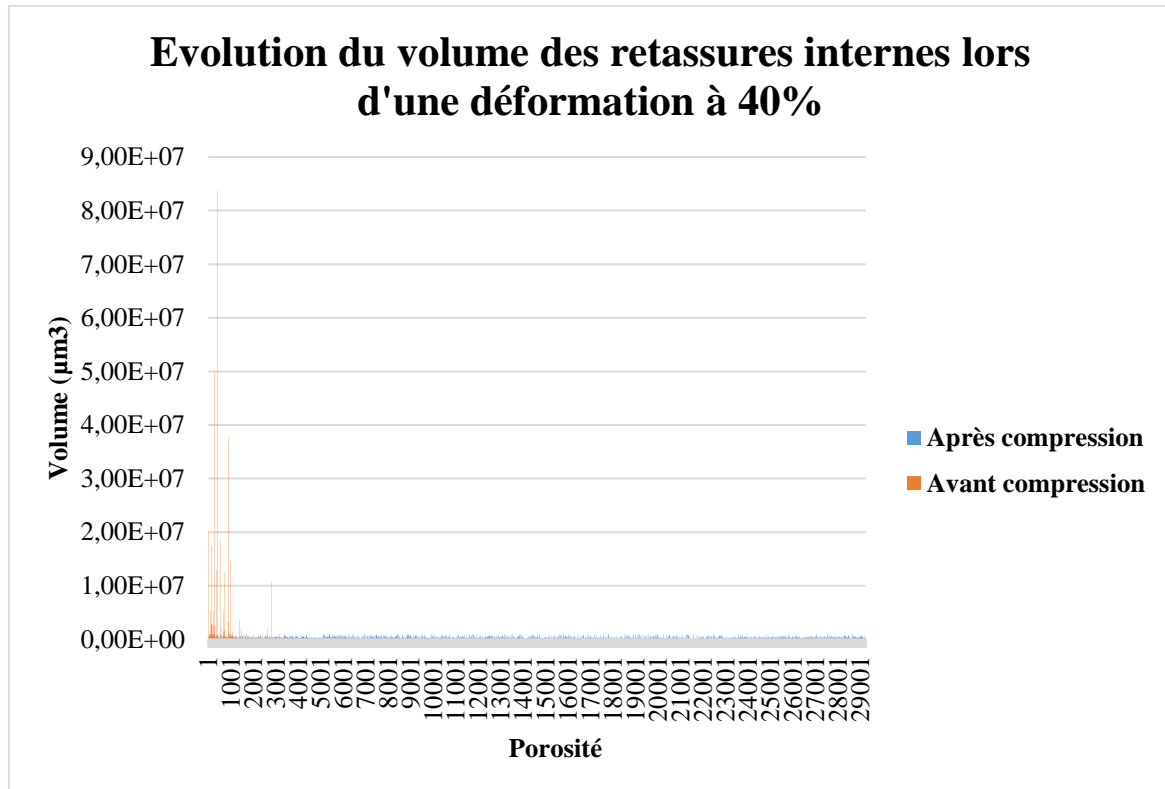


Figure V-20 : Evolution du volume des retassures internes de la pièce passé sous tomographie X avant et après compression (résolution à 10µm)

Nous constatons bien une refermeture efficace des retassures internes en imposant une déformation à 40% de déformation. La refermeture des retassures internes est cependant probablement plus efficace lors de l'étape de forge du procédé CobaPress™ qui est en réalité un matriçage. Lors de cette étape nous avons une formation de bavure qui engendre une montée en pression très importante au sein du matériau. Les simulations de forge réalisées sous Magmasoft ont montré des pressions isostatiques de l'ordre de 600MPa lors du matriçage des pièces. Cette pression importante aide très probablement la fermeture et la soudure des défauts comparés à la compression plane qui laisse échapper la matière dans une des directions. De plus, l'étude bibliographique nous a permis de comprendre l'existence d'une taille moyenne critique des pores à partir de laquelle les amorces de fissures en fatigue se produisent. Ici, nous comprenons que la taille moyenne des retassures internes est suffisamment réduite pour limiter le risque d'amorçage de futures fissures dans cette zone en fatigue. En effet, cette taille de

défauts est non négligeable mais ces retassures de fonderie se situent en cœur du matériau proche de la fibre neutre des pièces. En effet, les pièces de liaisons au sol réalisées par CobaPress™ sont généralement sollicitées de façon complexe et les zones de peau porche de la surface sont les plus sollicitées. Même s'il reste des retassures internes celles-ci sont acceptables du fait de leur localisation dans la pièce.

V.3 Conclusion

Cette partie nous aura permis de dimensionner les niveaux de déformation dans le procédé CobaPress™ suffisants pour refermer les défauts internes de manière efficace. Les aspects de ressoudage (terme utilisé dans la pratique mais pas en simulation) n'ont pas été regardés en détail et pourraient constituer une perspective intéressante. Néanmoins la forge constitue un aspect intéressant et essentiel du procédé permettant la suppression des défauts internes de coulée de manière efficace. La loi de comportement semble avoir peu d'effet sur les niveaux requis pour la refermeture (contact paroi – paroi). L'étude en tomographie X nous aura permis d'évaluer qualitativement et quantitativement l'évolution, la localisation et la géométrie des défauts internes avant et après compression plane. De manière qualitative on retrouve une refermeture quasi complète de tous les défauts après 40% de déformation. Un suivi incrémental de l'échantillon (beaucoup plus lourd expérimentalement) permettrait d'améliorer la précision de définition du seuil expérimental exact de fermeture.

En outre, la simulation de refermeture a été effectuée sur un défaut interne « modèle » à géométrie sphérique, ce qui n'est pas forcément représentatif de la réalité. Afin de fiabiliser l'étude effectuée dans un cadre industriel, il serait intéressant d'effectuer des essais numériques sur des géométries de défauts plus complexes et des pièces industrielles. Pour ce faire, une reconstitution 3D en se basant sur les résultats obtenus par tomographie X et un maillage plus adapté serait intéressant, mais nécessite un temps de travail beaucoup plus conséquent.

Chapitre VI : Approche de la tenue cyclique de l'alliage HMP

Dans ce dernier chapitre nous étudions en première approche le comportement en tenue cyclique de l'alliage HMP, l'objectif principal étant d'estimer le potentiel de cet alliage en sollicitation d'endurance. Il s'agit dans un premier temps de comparer la tenue en service entre l'alliage HMP et l'AS7G03 en utilisant la pièce dampfergabel comme pièce support. Dans un second temps, nous nous intéressons à la durée de vie en fatigue sur éprouvette et analysons les effets de la métallurgie sur l'amorçage de fissure.

VI.1 Essais d'endurance sur dampfergabel

Pour conduire des essais d'endurance, 2 pièces de référence dampfergabel avec les compositions chimiques de l'alliage HMP et AS7G03 ont été montées sur des bancs de sollicitation cyclique après avoir été CobaPressés. Les points de fixation sont situés aux deux extrémités de la pièce (Figure VI-1) comme on peut le voir sur le schéma.

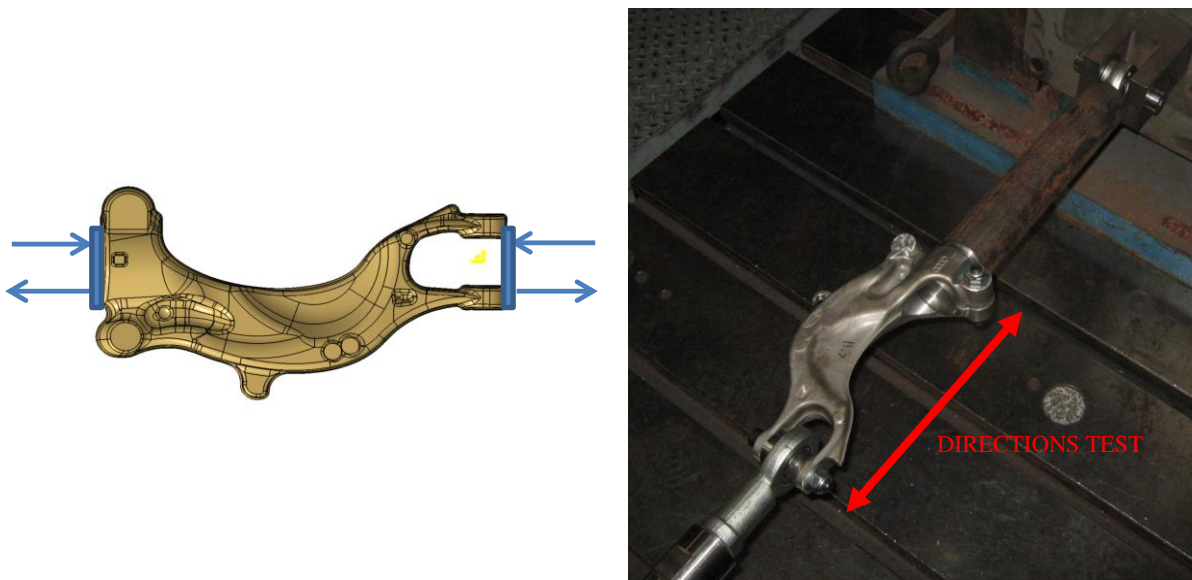


Figure VI-1 : Points de fixation sur le dampfergabel pour essais de fatigue

La pièce « dampfergabel » a été soumise à une charge mécanique uniaxiale alternée qui vise à s'approcher des conditions du type $R=-1$. L'objectif de cet essai macroscopique est de comparer l'endurance du dampfergabel à partir des alliages HMP et AS7G03. Les résultats en Figure VI-2 montrent que la durée d'endurance de l'alliage HMP est au moins deux fois supérieure à celle de l'alliage AS7G03.

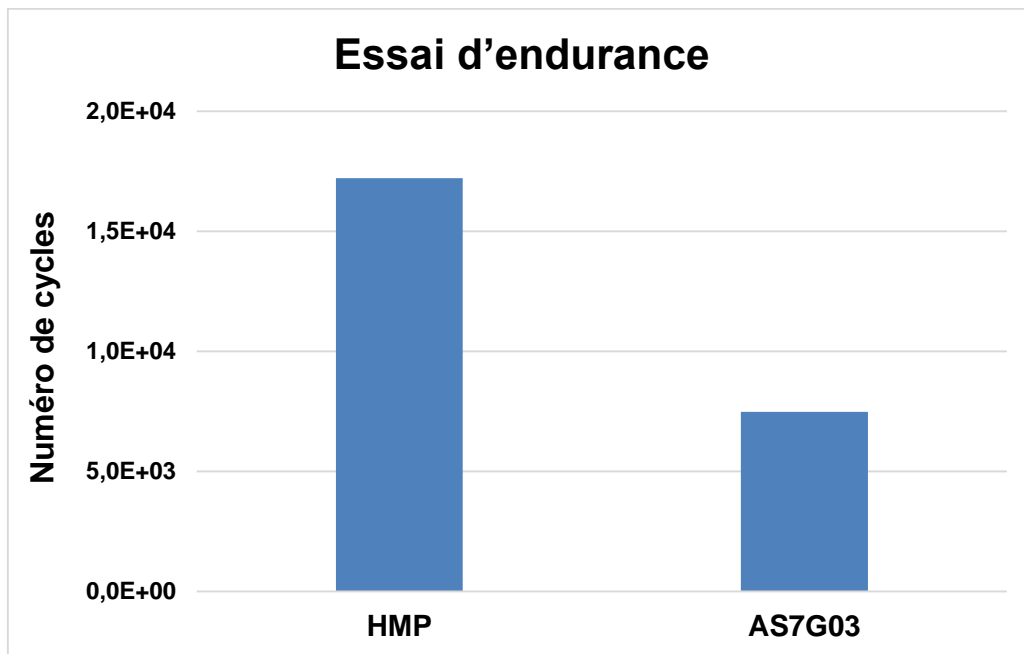


Figure VI-2 : Résultats essais de fatigue en compression-traction sur le dampfergabel

Un tel écart de résultat peut être interprété à l'aide des quatre éléments suivants :

- le $RP02$ et le R_m sont plus élevés au sein de l'alliage HMP due à la présence de cuivre et de la quantité optimale en magnésium et silicium permettant la formation des phases durcissantes $Q_AlMgSiCu$ et Mg_2Si ;
- une plus faible présence en élément silicium dans l'alliage HMP par rapport à l'alliage AS7G03. En effet, le silicium présente une dureté nettement supérieure à celle de la matrice d'aluminium, ce qui favorise la concentration de contrainte au voisinage des phases de silicium, et le risque d'amorce de fissure par clivage ou décohésion à l'interface avec l'aluminium. Dans l'alliage AS7G03, la présence de cet élément entraîne la formation des phases eutectiques Al-Si qui constituent des sites favorables à l'amorce et surtout la propagation de fissures ;
- la composition en Manganèse (contrôlée dans l'alliage HMP) permettant une concentration plus élevée en phase $\alpha-Al(Mn,Fe)Si$ au détriment des phases $\beta-AlFeSi$. Cette phase constitue un site de concentration de contraintes moins important par rapport à la phase $\beta-AlFeSi$.

Des simulations sous ThermoCalc ont en effet permis de représenter les quantités respectives de ces deux phases à l'équilibre : α -Al(Mn,Fe)Si et β -AlFeSi dans les alliages AS7G03 et au sein de l'alliage HMP (Figure VI-3 et Figure VI-4).

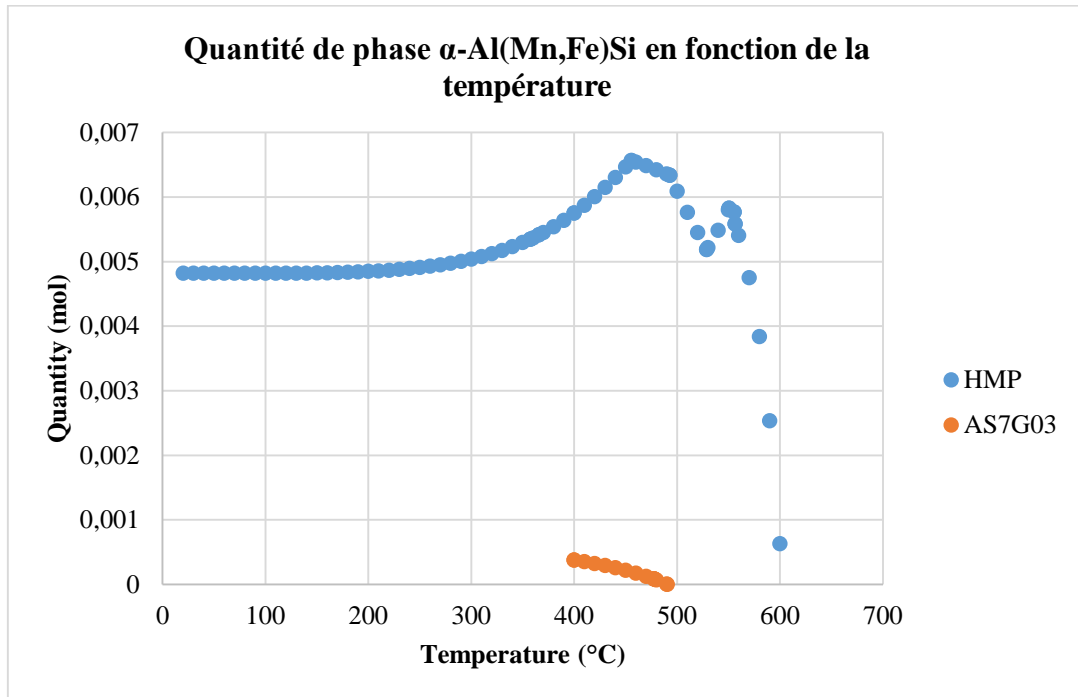


Figure VI-3 : Simulations ThermoCalc illustrant la présence des phases α -Al(Mn,Fe)Si en fonction de la température

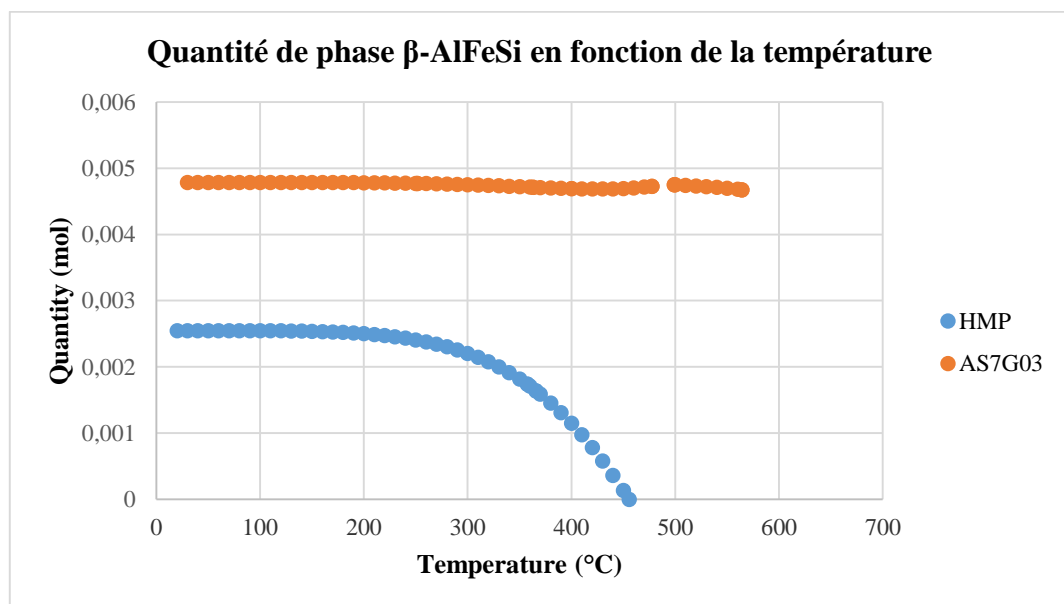


Figure VI-4 : Simulations ThermoCalc illustrant la présence des phases β -AlFeSi en fonction de la température

Nous constatons bien que la concentration en phase β -AlFeSi est environ deux fois plus élevée dans l'alliage AS7G03, comparativement à l'alliage HMP. Ce résultat illustre ainsi une proportion plus importante en phases dures dans l'alliage AS7G03, constituant ainsi des sites privilégiés d'amorçage de fissure. Au contraire, la forte présence en phase α -Al(Mn,Fe)Si dans l'HMP pourrait expliquer une meilleure tenue en charge cyclique car moins fragilisant. Du fait que l'alliage HMP présente une meilleure tenue en endurance, il est intéressant d'étudier les éléments de mécanismes d'amorçage et propagation pendant une série d'essais de fatigue.

VI.1.1 Résultats des essais de fatigue en traction

Afin de caractériser les zones d'amorces sur l'alliage HMP, des éprouvettes cylindriques ont été extraites du dampfergabel post CobaPress™ dans la zone du rayon illustrée en Figure VI-5. Le but étant d'analyser l'état de la microstructure en surface et en volume au voisinage de la zone d'amorce. Une fois extraites, les éprouvettes ont subi un polissage au tour en surface jusqu'à une rugosité $1\mu\text{m}$ (Ra) dans le respect des conditions du protocole expérimental énoncé en II.3.2.

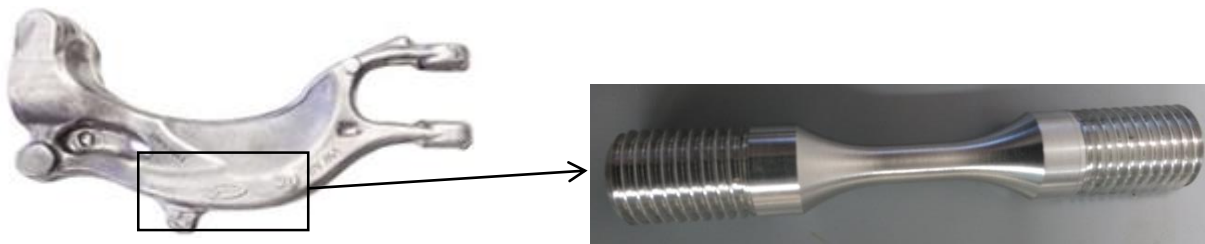


Figure VI-5 : zone d'extraction des éprouvettes de fatigue M16

Une fois polies, les éprouvettes ont été montées sur le dispositif de fatigue et une fois cassées, ces dernières ont été conservées et analysées au moyen de la microscopie optique et électronique à balayage. Les essais ont été menés dans les conditions suivantes :

- 5Hz et 10Hz
- 275MPa, 220MPa et 180MPa.

Les résultats de ces essais sont ainsi représentés en Figure VI-6.

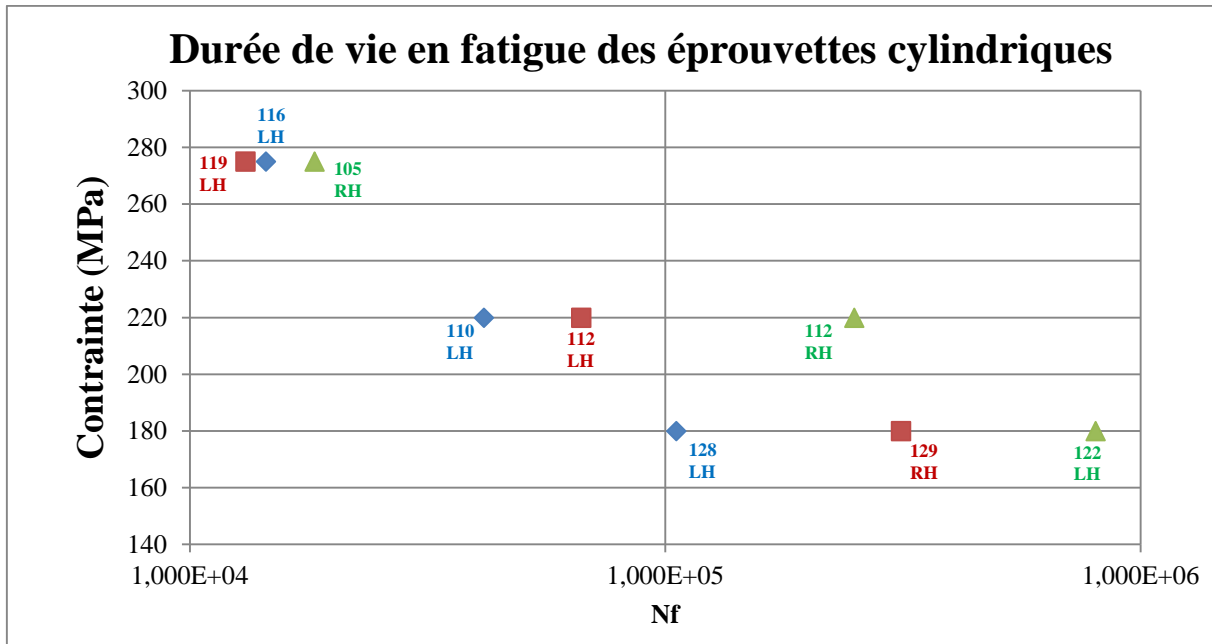


Figure VI-6 : Résultats d'essai de fatigue en traction $R=0.1$ à 5Hz (en rouge et bleu) et à 10Hz (en vert)

Dans un premier temps, nous pouvons constater un abattement du nombre de cycles avant rupture lorsque la charge augmente. Dans un second temps, nous constatons que plus la contrainte est élevée (au maximum à 275MPa), au moins les résultats sont dispersés, contrairement à 220MPa et 180MPa où une plus grande variabilité apparaît. Dans la section suivante, nous allons tenter de comprendre l'origine de cette dispersion qui peut représenter un écart de l'ordre de plus de 1000 cycles.

VI.2 Influence de la microstructure sur l'amorçage des fissures

Dans cette sous-partie, nous nous intéressons aux zones d'amorces des fissures de l'alliage HMP en menant des observations 2D (microscopie, fractographie). L'objectif étant une meilleure compréhension de la bonne tenue en fatigue de l'alliage.

VI.2.1 Images macroscopiques

Dans le but de caractériser microscopiquement et d'interpréter la meilleure durée de vie en fatigue de l'alliage HMP comparativement à l'AS7G03, les faciès des éprouvettes cassés après essai ont été analysés à la loupe binoculaire.

Pour commencer, nous analysons les faciès de rupture représentées en Figure VI-7 des pièces endommagées lors d'un chargement à 275MPa.

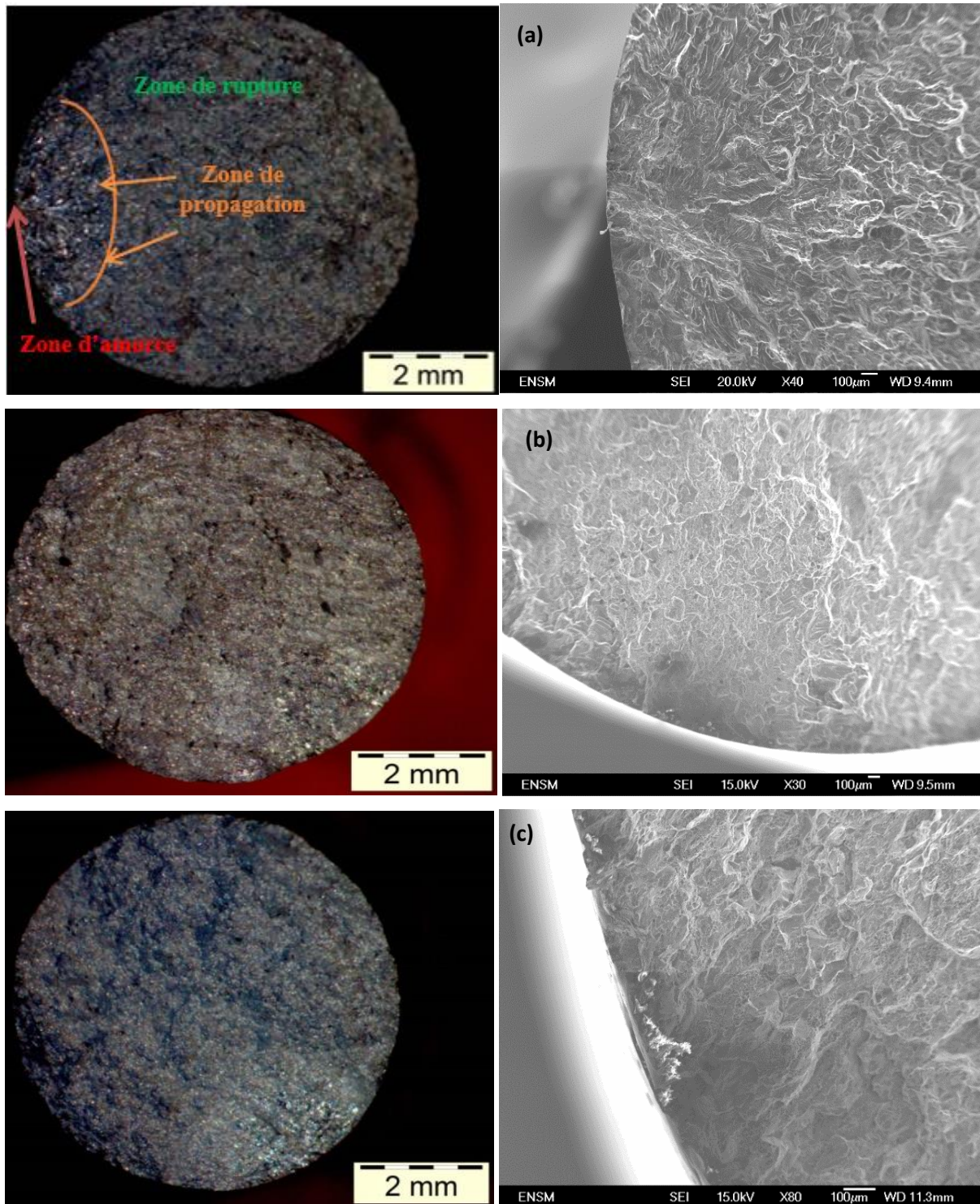


Figure VI-7 : Clichés pris à la loupe binoculaire et MEB des différents faciès de rupture pour les pièces chargées à 275 MPa : (a) 105 RH, (b) 116LH et (c) 119 LH

Nous remarquons bien la présence d'une zone d'amorce en surface de la pièce, suivie d'une zone de propagation et d'une zone de rupture. De même, nous constatons également lors d'un chargement à 220MPa sur la Figure VI-8 un amorçage indépendant de la présence de défauts de type porosité, il semblerait plutôt que l'amorçage se soit produit en surface.

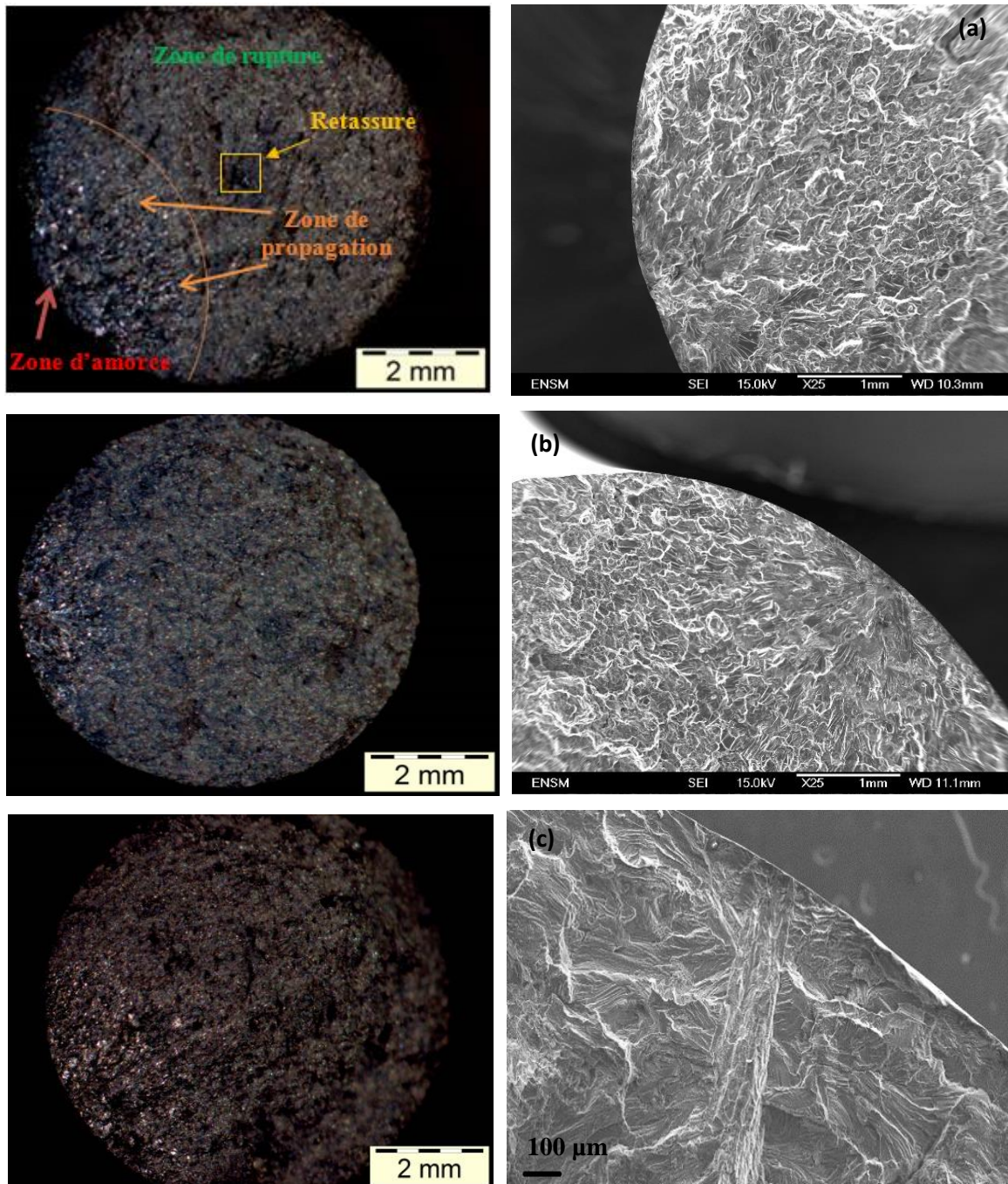


Figure VI-8 : Clichés prises en binoculaire et MEB des différents faciès de rupture pour les pièces chargées à 220 MPa : (a) 112 LH, (b) 112 RH et (c) 110LH

Notons également que la retassure présente au centre de la fractographie 112LH (220MPa) est d'un ordre de grandeur de la dizaine de micromètres, soit comme mentionné dans la bibliographie, de taille suffisamment petite pour ne pas amorcer de fissures au niveau de contrainte considéré. Pour finir, nous analysons en Figure VI-9 les faciès de rupture après chargement cyclique à 180MPa.

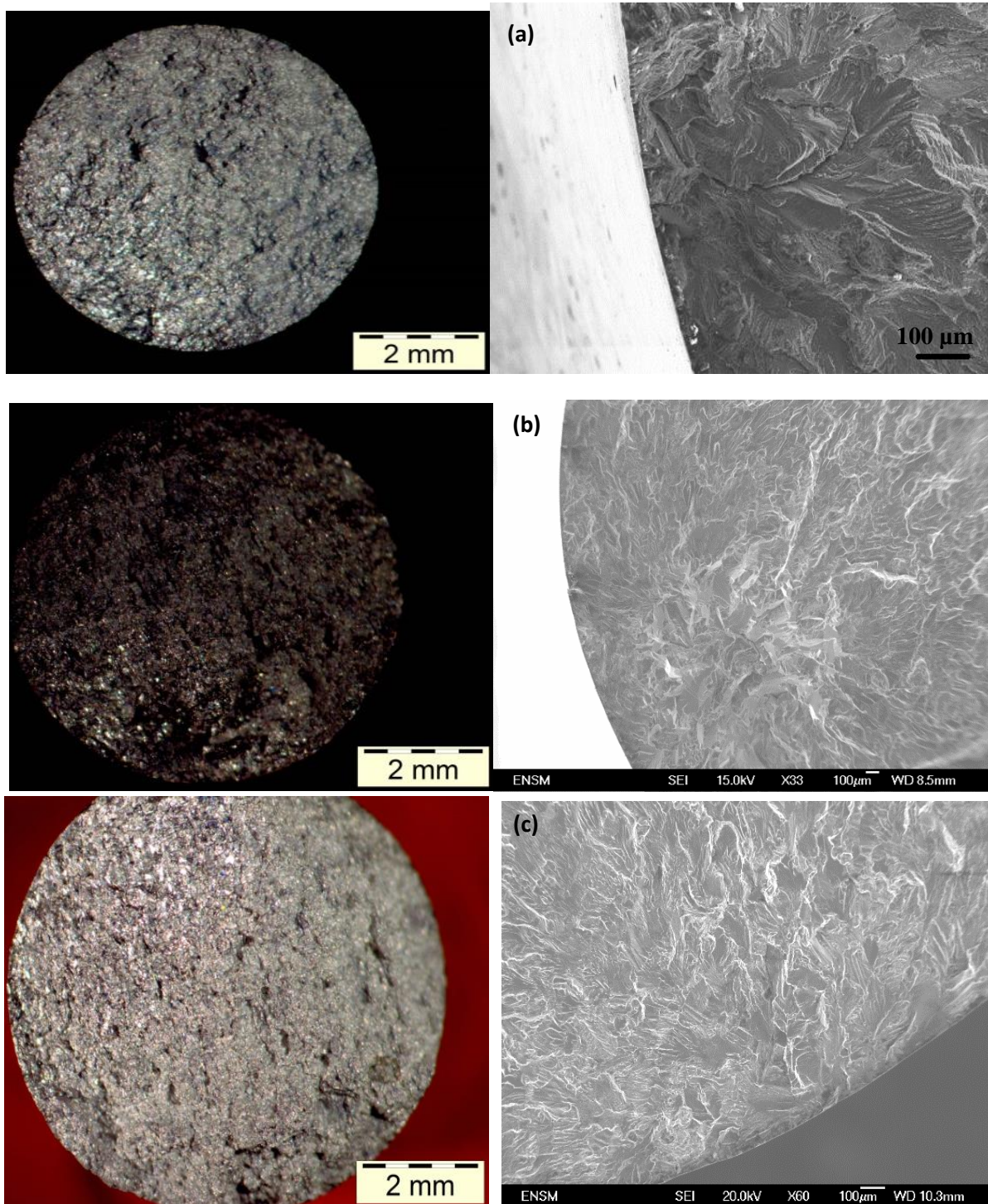


Figure VI-9 : Clichés prises en binoculaire et MEB des différents faciès de rupture pour les pièces chargées à 180 MPa : (a) 128 LH, (b) 122LH et (c) 129 RH

Comme pour les deux autres niveaux de contraintes imposées, nous observons un amorçage de fissure en dehors de tout défaut métallurgique. De plus, nous pouvons constater que la surface de propagation de fissure est plus faible à 180MPa par rapport à 275MPa. Cet aspect montre que pour une valeur de contrainte donnée, on atteint la valeur de ténacité seuil pour une fissure

d'autant plus petite que la contrainte appliquée est élevée. Ces résultats intuitifs se vérifient bien entre les valeurs extrêmes de contraintes 180 et 275 MPa.

Pour les 3 niveaux de contraintes, nous constatons :

- l'aspect brillant observé à la loupe binoculaire permettant de comprendre que des zones de propagation peuvent avoir subi un mode de rupture par clivage (le matage ne s'observant pas à R=0,1). Les clichés MEB permettent de confirmer les observations effectuées en loupe binoculaire avec une observation de la zone de propagation bien marquée ;
- l'absence de défauts de coulée ou d'oxydes observés à l'amorce de la fissure ;
- les zones d'amorce sont toutes localisées en surface.

En résumé, pour le jeu d'échantillon étudié l'amorçage en surface est le mécanisme principal, constituant les zones les plus propices au début de l'endommagement. Indépendamment de la nature du matériau en surface la rugosité doit aussi être contrôlée, ce qui est facilité par le procédé CobaPress™, lors de l'étape de forge.

VI.2.2 Effet de peau sur la durée de vie en fatigue

F. Perrier et al ont démontré par des essais de flexion 4 points sur des éprouvettes extraites en peau de pièces l'amélioration de la qualité de surface grâce au CobaPress™. Les résultats de la Figure VI-10 nous permettent de constater une amélioration de la durée de vie en fatigue pour la pièce CobaPressée (en AS7G03) par rapport à la pièce coulée.

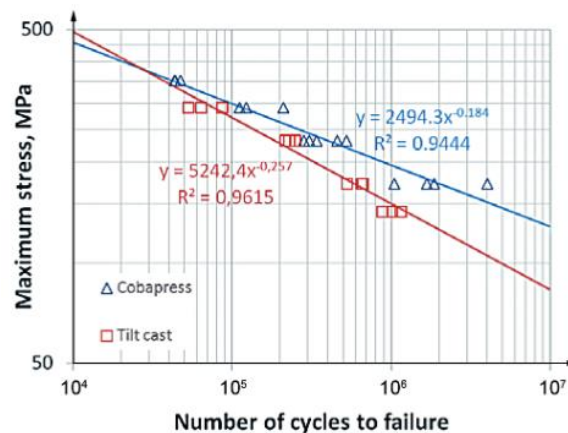


Figure VI-10 : Résultats d'essais en flexion 4 points à R=0.1 (F.Perrier et al, 2014)

Dans les travaux menés par (F.Perrier et al, 2014), un tel phénomène dû au matriçage permet d'expliquer la meilleure durée de vie en fatigue par rapport à un alliage coulé.

VI.2.3 Caractérisation microstructurale de la zone d'amorce en peau

Nous avons vu précédemment que la qualité de surface était nettement supérieure pour les éprouvettes CobaPressées par rapport aux éprouvettes coulées. Dans cette partie nous nous focalisons uniquement sur les éprouvettes de l'alliage HMP CobaPressées et analysons l'état de la microstructure afin de comprendre la cause de l'amorce de fissures. Pour ce faire, les pièces endommagées en fatigue ont été analysées en surface à l'aide d'un microscope électronique à balayage JEOL 6500 en mode électrons secondaires et rétrodiffusés. Sur la Figure VI-11, un cliché EDX a permis d'illustrer l'amorce de microfissures au niveau des phases α -Al(Mn, Fe)Si. En faisant le lien avec l'étude bibliographique, une amorce de fissure dans cette zone n'est pas surprenante étant donnée la différence de dureté entre la matrice d'aluminium et la phase α -Al(Mn,Fe)Si. Ce type d'hétérogénéité, voire de gradient, de propriété génère une concentration de contrainte localisée dans cette zone, favorisant ainsi l'amorce de fissures.

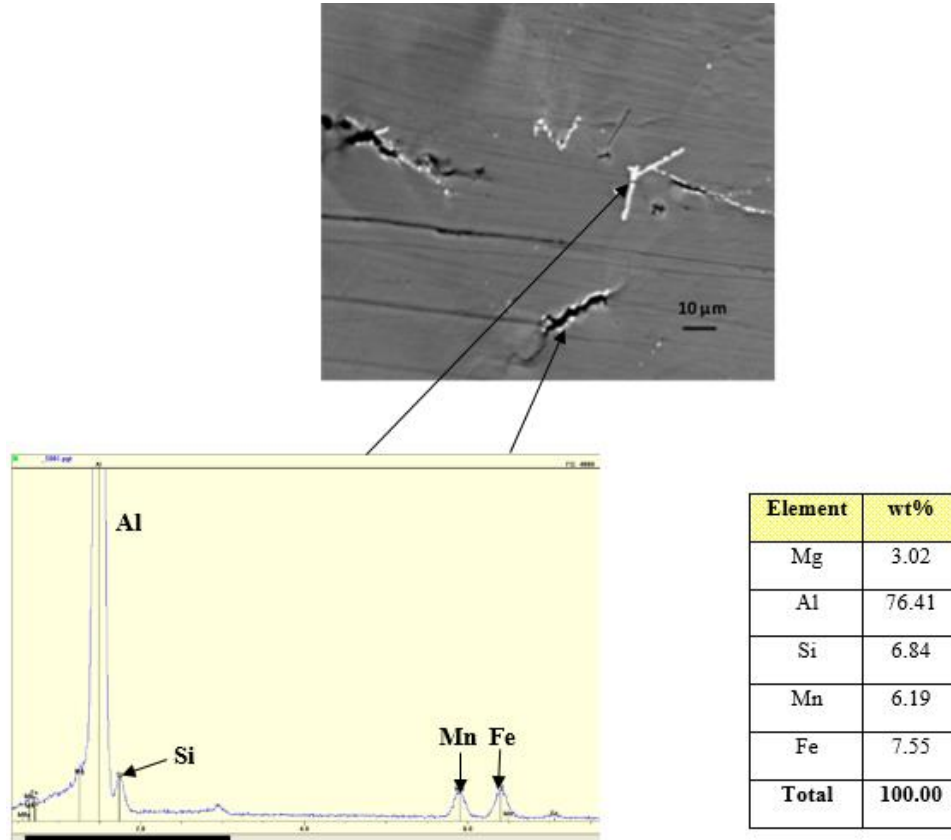


Figure VI-11 : Analyse EDX en zone d'amorce

Il est possible de limiter la formation de ce type de fissure en ayant une vitesse de solidification dirigée (vers la masselotte en coulée gravité) suffisamment importante pour limiter la formation des phases eutectiques ou du moins réduire la taille des précipités formés. Cependant, dans le milieu industriel, il est difficile d'obtenir une solidification rapide dans toutes les zones des pièces du fait de leur complexité géométrique. En effet, les pièces comportent des zones massives et le gradient de température nécessaire pour éviter de créer des défauts de type retassures dans les pièces implique de conserver des zones chaudes dans les zones proches de la masselotte. Ces zones ont donc une vitesse de solidification plus faible avec des précipités plus grossiers. En plus de la morphologie, ce type d'amorce dépend également de la taille des phases eutectiques qui influent sur l'amorçage ou non des fissures. La Figure VI-12 montre un amorçage de fissure qui semble être issu de la matrice d'aluminium.

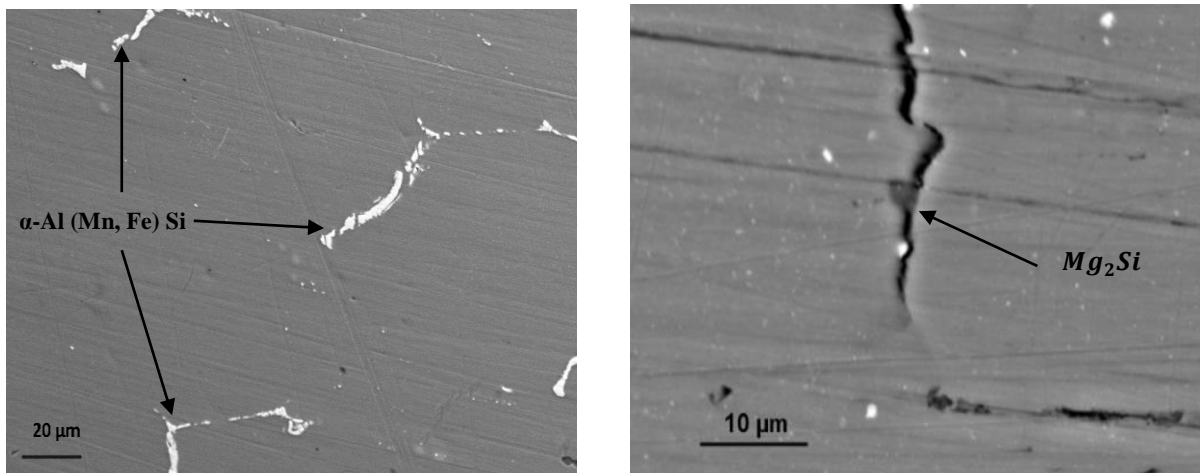


Figure VI-12 : Cliché MEB en mode électrons rétrodiffusés de la surface de l'éprouvette 110LH (à droite) et 112LH (à gauche)

En l'absence de retassure interne, d'inclusions ou de phases eutectiques, nous pouvons supposer que l'amorçage peut être attribué à la formation de bandes de glissement persistantes. La principale conclusion de cet essai est que l'amorçage des fissures ne se produit pas systématiquement au travers de défauts liés aux phases secondaires. Quoiqu'il en soit l'amorçage se produit après une durée de vie conséquente ayant fatigué le matériau de manière homogène. En effet, la Figure VI-13 présente en face latérale l'émergence de bandes de plasticité au sein des pièces 112LH et 112RH entourées en bleu notamment. En observant ces émergences on peut constater que la plasticité induite par la fatigue se répartit de manière homogène dans l'échantillon permettant une durée de vie conséquente avant l'amorçage.

Cependant, nous pouvons supposer :

- que ces émergences se forment plus « lentement » dans la pièce 112RH expliquant ainsi une plus longue durée de vie par rapport aux deux autres éprouvettes ;
- ou que les précipités à l'origine de la fissure soient plus ou moins endommageants en fonction de leur condition de formation.

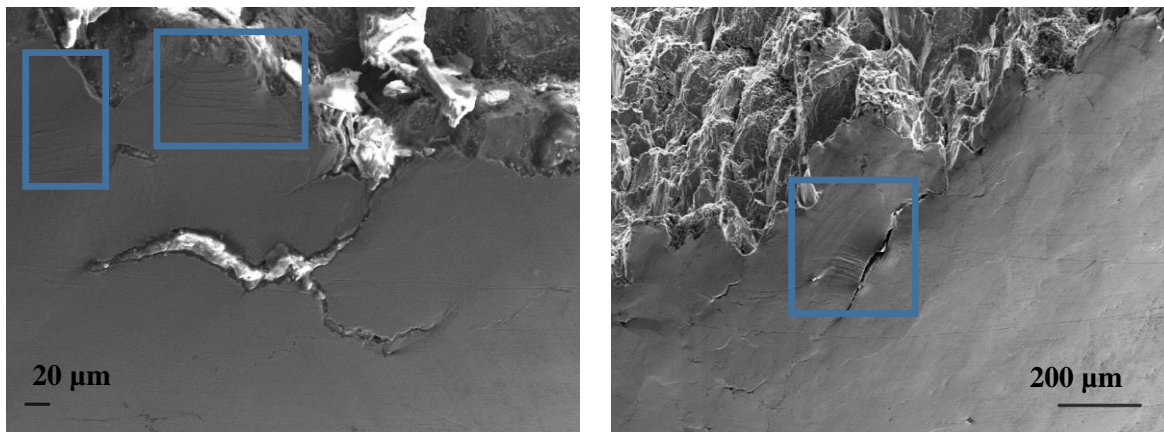


Figure VI-13 : Emergence de bandes de plasticité au sein des éprouvettes 112 LH (à gauche) et 112 RH (à droite)

Ces aspects permettent de justifier la variabilité des résultats observés lorsque la contrainte diminue et que les propriétés des précipités (taille, orientation, morphologie) prennent d'autant plus d'importance sur le mécanisme d'amorçage. Une analyse sur toutes les éprouvettes a été menée et a permis de dresser le Tableau VI-1 qui justifie nos hypothèses.

Niveau charge (MPa)	Pièce	Zone amorce	Remarques	Fréquence (Hz)
275	116LH	PSB	-	10
	119LH	PSB + hétérogénéités	-	
	105LH	PSB	-	5
220	110LH	PSB	-	10
	112LH	Hétérogénéité + PSB	-	
	112RH	PSB	-	5
180	122LH	PSB	-	5
	128LH	-	Etat de surface de moins bonne qualité	10
	129RH	Hétérogénéité + PSB	Tmoule=400°C	

Tableau VI-1 : Origine de l'amorce des fissures sur les éprouvettes de fatigue principalement due aux PSB (Persistant Slip Bands)

A partir de ces données, nous pouvons supposer que la plupart des causes d'amorce de fissures seraient dues à la formation de bandes de glissement persistantes. De plus, le mode rétrodiffusé permet d'affirmer que l'amorce des fissures longues n'est pas issue d'un clivage ou d'un cisaillement d'une phase secondaire. Afin de caractériser au mieux ce mécanisme d'amorçage, une analyse au MET est nécessaire afin d'observer les canaux et murs qui constituent la zone d'amorce.

VI.2.4 Quelques éléments sur la propagation de la fissure

La propagation des fissures de fatigue met en jeu uniquement de la déformation plastique à la pointe de la fissure et non plus autour de certains précipités ou d'autres défauts comme il a été traité précédemment. La pointe de la fissure est toujours une zone fortement écrouie, la propagation dépend très peu de l'écrouissage initial de l'alliage.

On observe un faciès de rupture par clivage le long de plans dépendant du grain dans lequel la fissure est en train de se propager. La microstructure apparaît bien sur le faciès de rupture sans pour autant qu'on puisse parler de rupture intergranulaire, excepté dans certaines zones très rares entourées en rouge sur la Figure VI-14 notamment. Le cliché montre un faciès relativement rugueux témoignant d'un chemin de fissuration s'effectuant selon plusieurs plans cristallographiques mais soumis parfois à un glissement dévié classique dans les matériaux C.F.C à forte énergie de faute d'empilement. Nous remarquons également des « marches » de

propagation qui permettent de déterminer le chemin parcouru par la fissure principale et sont très certainement le résultat de la déviation locale de la fissure.

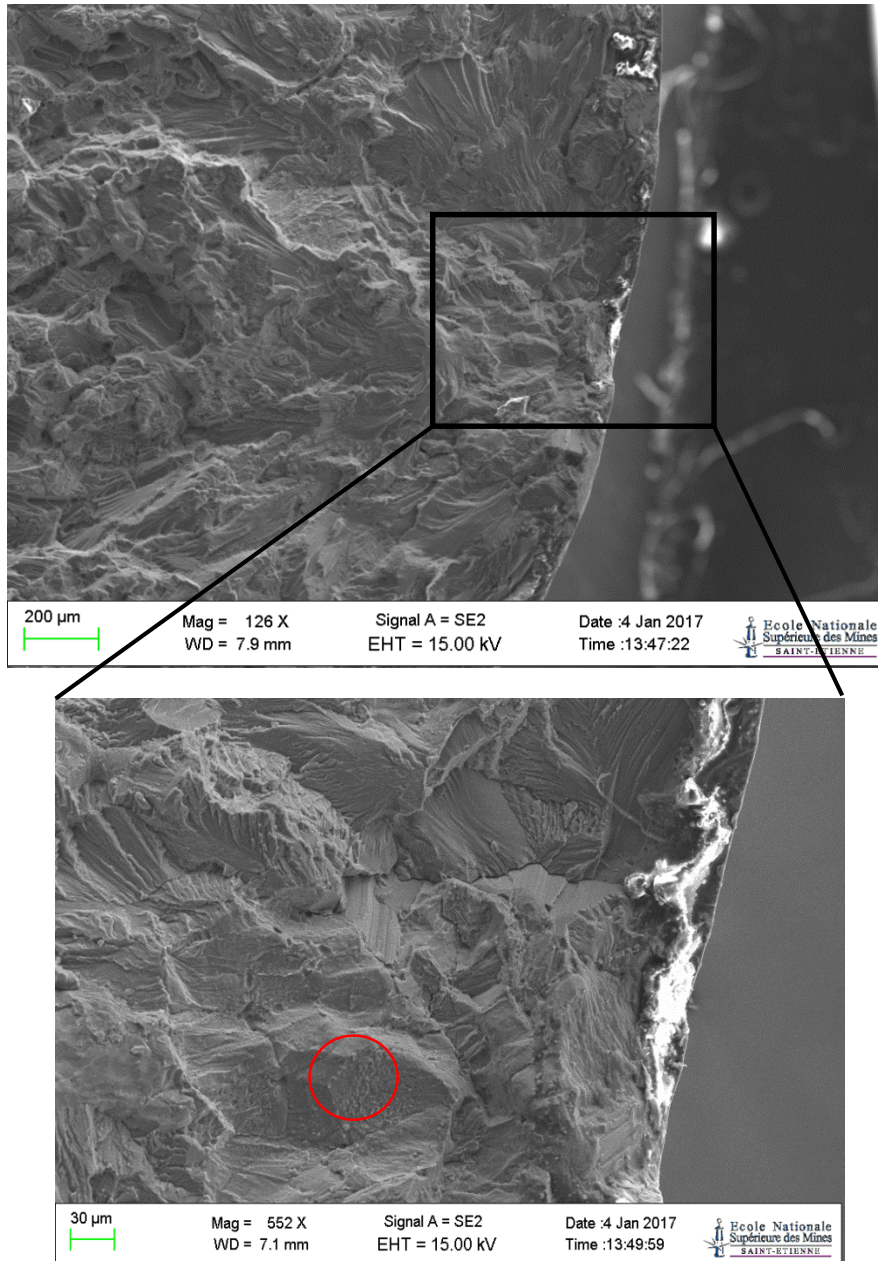


Figure VI-14 : Cliché MEB de l'éprouvette 112LH représentant la zone de propagation

Certaines analyses de faciès montrent une propagation plus moins déviée de la fissure comme sur la Figure VI-15, qui traduit potentiellement des zones de résistance moindre à la propagation de la fissure (par déviation du glissement).

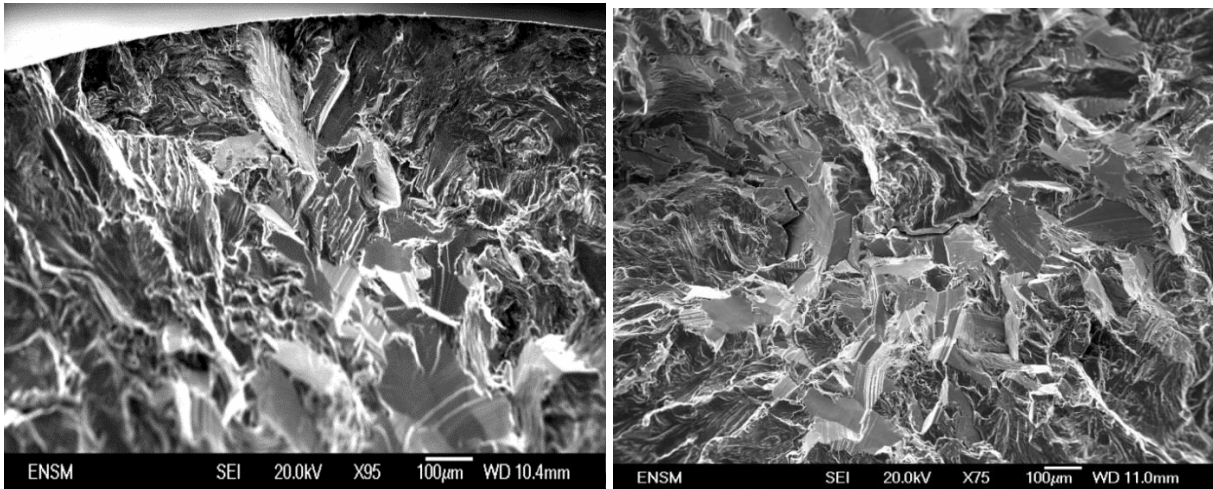


Figure VI-15: Clichés MEB de la zone de propagation de l'éprouvette 122LH

De manière locale la propagation de fissures peut être plus rapide dans ces zones. Pour vérifier ce dernier aspect, il serait intéressant d'effectuer une découpe FIB locale au voisinage de cette zone et d'analyser au MET l'orientation cristalline des différents plans de glissement. On pourrait ainsi apprécier la régularité du faciès de rupture et sa relation d'orientation avec les plans de glissements. Néanmoins ces zones spécifiques sont peu représentatives des faciès classiques observés notamment en Figure VI-14.

VI.3 Conclusion

Une première étude du comportement cyclique de l'alliage HMP a été effectuée dans ce chapitre. Pour rendre compte du bon comportement cyclique de l'alliage HMP, des essais sur pièces réelles ont été effectués pour comparer l'alliage HMP avec l'alliage AS7G03. L'analyse microstructurale des zones d'amorces de l'alliage HMP permettent de comprendre que le matériau présente peu de défauts et de zones d'oxydes. La réduction de la quantité de silicium permet *in fine* de réduire le nombre de sites d'amorces de fissure en fatigue. De plus, l'optimisation de la composition chimique de l'alliage HMP permet de constater que les zones les plus sensibles à l'amorce de fissure de fatigue se situent soit au niveau des précipités, soit au niveau de l'interface entre les joints de grain et la phase α -Al(Mn,Fe)Si. Nous savons également que la formation de la phase α -Al(Mn,Fe)Si minimise le risque d'amorce de fissures par rapport à la phase β -AlFeSi. Au sein de l'alliage HMP, les précipités formés, même si ils sont parfois à l'origine de l'amorçage, garantissent par leur cohésion avec la matrice une grande ténacité du matériau expliquant ainsi la bonne tenue mécanique cyclique. Cet aspect se justifie par l'observation des émergences de bandes de plasticités en microscopie électronique à balayage. Pour résumer, l'endommagement a bien lieu au niveau des joints de grain mais est cependant retardé par la bonne optimisation de la composition chimique de l'alliage HMP.

Conclusion et perspectives

Conclusion

L'objectif de ces travaux consistait à développer et à étudier l'évolution de la microstructure d'un alliage d'aluminium hybride de coulée et de forge au travers du procédé CobaPress™.

Un important travail bibliographique sur le rôle des éléments d'addition a été effectué et a permis à l'aide d'un logiciel de calcul thermodynamique (Thermocalc) de définir une composition chimique pour l'alliage HMP. Les essais de compression plane ont été efficaces pour modéliser à l'échelle du laboratoire l'étape de forge à chaud menant à une meilleure compréhension du comportement microstructural de l'alliage HMP. Les observations de la microstructure en microscopie électronique à balayage nous ont permis d'identifier les mécanismes de restauration et de recristallisation. Nous avons une bonne corrélation entre l'évolution de la microstructure et les déformations imposées.

Lors de la déformation à chaud au sein de l'alliage HMP, il existe une compétition entre l'écrouissage et la restauration dynamique. L'origine des mécanismes d'écrouissage même à chaud est liée à la présence d'éléments d'alliages dans la matrice comme Mg, Cu, Si, et Mn. Ces mécanismes d'écrouissage semblent pénalisants pour la ductilité à froid du matériau au vu des résultats obtenus lors d'essais de traction à température ambiante. De manière pratique et étant donné les niveaux de déformation engendrés par le procédé, la recristallisation statique efface cet écrouissage et permet au matériau de recouvrer sa ductilité sans pertes conséquentes de résistance mécanique.

Plus précisément, à faible niveau de déformation ces éléments d'alliage contribuent à freiner la mobilité des dislocations mais aussi à ralentir la mobilité des joints de grains en croissance lors de la recristallisation statique. A niveau de déformation plus élevé et après le recuit, la recristallisation statique intervient, dans un mode classique pour les alliages d'aluminium.

Les résultats obtenus donnent aussi des éléments de dimensionnement sur les gammes de forge en imposant des déformations minimum à même d'assurer le seuil requis pour le déclenchement de la recristallisation. L'implémentation de ces éléments est en cours dans les gammes de la société Saint-Jean Industries. De plus, les résultats de compression plane ont également permis d'effectuer une simulation numérique sous ABAQUS et à l'aide de l'observation sous

tomographie X, de comprendre l'existence d'un compromis entre la baisse des propriétés mécaniques et la refermeture de défauts internes.

On peut aussi avoir un retour intéressant sur la comparaison avec l'alliage de coulée AS7G03 utilisé sur le procédé CobaPress™ qui par la plus faible quantité d'éléments en solution solide présentait une plus faible propension à l'érouissage à chaud. La fragmentation et la sous-structuration dans les dendrites s'effectuait avec très peu d'abattement de ductilité et l'absence de recristallisation statique dans cet alliage (AS7G3) n'était donc absolument pas pénalisante.

Sur l'aspect cyclique, une première étude sur la tenue en fatigue de l'alliage HMP a été effectuée. L'ajustement et la présence des éléments chimiques tels que le manganèse, le silicium, le magnésium et le cuivre a permis la formation de phases moins favorables à la formation de fissures lors de la sollicitation cyclique. En effet, la forte présence en silicium dans l'AS7G03 favorise la formation d'interfaces dans les zones interdendritiques, ce qui n'est pas le cas dans l'alliage HMP où les mécanismes de plasticité classiques en fatigue se développent dans la matrice aluminium amenant à la formation d'émergence de bande de plasticité potentiellement à l'origine de l'initiation des fissures de fatigue. Les phases alpha favorisées par les compositions en Manganèse, en Fer et en Silicium peuvent aussi être le lieu privilégié d'amorces de ces fissures.

Les essais mécaniques ont confirmé la microstructure optimale au sens des caractéristiques statique et cyclique permettant ainsi de déterminer le fort potentiel de l'alliage HMP dans l'industrie automobile. Pour résumer, afin d'obtenir une microstructure optimale pour l'alliage HMP, il est nécessaire d'optimiser les propriétés suivantes :

- La limitation du nombre de retassures et l'absence de défauts débouchant tels que la criquabilité. Ces aspects sont corrigés pour des pièces à géométrie « simple » en diminuant le gradient thermique et en utilisant un masselottage pour une alimentation en métal liquide lors de la coulée
- Une déformation entre 30% et 40% à température de 520°C qui permettrait une refermeture efficace des retassures internes apparues en coulée, mais aussi limiterait les phénomènes de recristallisation. Une température de mise en solution fixée à 540°C pendant 5h, ce qui favorisera la dissolution des précipités durcissants Mg_2Si .
- Une température de recuit de 160°C pendant 6h pour garantir une diffusion des éléments et croissance suffisante des précipités pour garantir la dureté maximale attendue pour le T6.

L'étude de l'amélioration de l'état de surface par utilisation de matrices de forge adaptées est également un aspect essentiel notamment pour l'amélioration de la durée de vie en fatigue. Il s'agit d'un paramètre ayant déjà été optimisé avant le début de cette thèse.

Perspectives

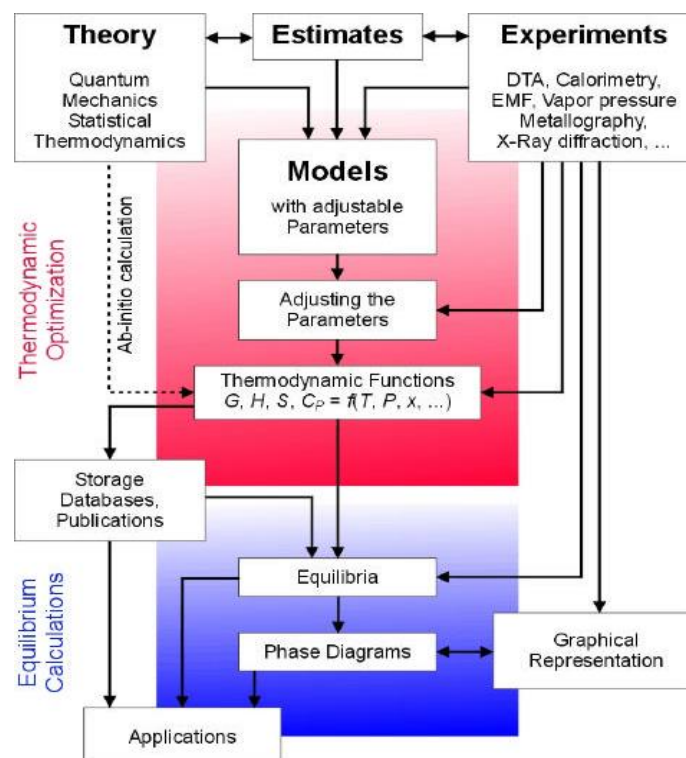
Ce travail nous aura permis de comprendre que l'amélioration des propriétés mécaniques statique et cyclique dépend des différentes étapes du procédé CobaPress™. De plus, nous comprenons que l'élaboration de pièces à géométries complexes à partir de l'alliage HMP est moins évidente. Dans le cas de l'alliage AS7G03, la coulabilité plus élevée autorise la conception de pièces à géométrie complexe et l'absence complète de cuivre (par rapport au HMP) d'augmenter très certainement la tenue à la corrosion. Chacun des deux alliages possède donc un avantage en termes d'application dans le secteur automobile, et une opportunité d'utilisation.

Il serait maintenant intéressant d'optimiser le traitement thermique pour l'alliage HMP. En effet, au cours de cette thèse le terme « T6 » a été repris de la définition du traitement thermique de l'alliage AS7G03. Dans le cas de l'alliage HMP qui contient aussi du cuivre, nous pourrions imaginer par exemple un traitement de mise en solution plus long et une adaptation du temps de revenu afin tenir compte des modifications de cinétique (et de familles de précipités) liées à la présence de cuivre. Il serait ainsi possible encore d'optimiser la limite d'élasticité et l'allongement à rupture. Par ailleurs, une étude spécifique sera nécessaire pour affiner le dimensionnement en fatigue des pièces élaborées avec cet alliage. La meilleure connaissance de l'état exact de précipitation devra aussi aider à affiner et interpréter les bénéfices possibles de l'alliage en termes de tenue cyclique.

De manière exploratoire, il pourrait être envisagé à la place de l'utilisation de procédés de fonderie traditionnelle, de tester l'édification en fabrication additive de préformes avec une liberté de conception ouverte et par déformation en forge assurer la refermeture de défauts internes assez courants en fabrication de type LBM. On pourrait ainsi minimiser les inconvénients de la fabrication par couche en bénéficiant des chemins compressifs du procédé CobaPress™.

Annexe : Présentation de la méthodologie CalPhad

L'apparition de nouvelles phases métallurgiques suscite un engouement au sein des métallurgistes qui permet l'élaboration d'alliages de plus en plus performant. En effet, dans un contexte industriel compétitif, il est nécessaire d'obtenir des alliages plus performants et répondant à un cahier de charges de plus en plus exigeant. La thermodynamique permet une description de l'état chimique d'un alliage et son évolution. Grâce au développement des ordinateurs au cours du XXème siècle, une nouvelle discipline liée à l'étude de formation de nouveaux alliages s'est développée : la thermo-métallurgie. (Miodowik, 1998) ont dans leur ouvrage détaillé une toute nouvelle méthodologie de calcul thermodynamique, la méthodologie CalPhad. Il s'agit de l'acronyme pour Calculation of Phase Diagram permettant la description thermodynamique de systèmes complexes (systèmes à plus de 3 constituants), tel que celui étudié au cours de cette thèse.



Le principe se base sur la théorie des potentiels thermodynamiques et notamment sur la fonction G appelée potentiel de Gibbs ou enthalpie libre. La description d'un système thermodynamique passe par la construction d'un diagramme de phase. Ce dernier est constitué des éléments chimiques susceptibles de former de nouvelles phases. Le logiciel Thermocalc© de l'Ecole des Mines via la base de données TCAL2 nous a permis de construire le diagramme de phase 2D

du système Al-Mg-Si-Cu-Fe-Mn-Ti. Le calcul thermodynamique a été effectué en ne considérant que le sous-système Al-Mg-Si-Cu. En effet, nous nous sommes focalisés sur les éléments majeurs constitutifs de notre alliage, facilitant ainsi l'exploitation des diagrammes de phase. Il existe plusieurs types de modélisation selon cette méthodologie. Le module POLY_3 du logiciel Thermocalc© sélectionne le modèle adéquat pour mener au mieux la description de chacune des phases. Rappelons que le but de cette thèse n'est pas de mener une étude approfondie des modèles que Thermocalc© possède. Nous nous contenterons en conséquence de ne présenter uniquement que l'expression de G dans le cas d'un alliage binaire, applicable à un système à n constituants. Considérons un système constitué uniquement de phases désordonnées (phase liquide, solution solide,...). Plaçons-nous dans le cadre de l'étude d'un alliage binaire afin de simplifier l'explication. La fonction descriptive de l'état thermodynamique se décompose sous la forme suivante pour une phase φ donnée :

$$G(T, P, \text{fraction massique}) = G_{ref} + G_{id} + G_{ex}$$

Avec :

$$G_{ref} = \sum_{i=0}^n G_i^0 x_i \quad (1)$$

$$G_{id} = -T * S_{id} = RT * \sum_{i=0}^n x_i \ln(x_i) \quad (2)$$

$$G_{ex} = (\sum_{i,j} x_i x_j) * (\sum_{\mu=0}^k {}^{\mu}L_{i,j} (x_i - x_j)^{\mu}) \quad (3)$$

(1) l'enthalpie libre dite de référence par corps pur considéré avant mélange, où :

$$G_i^0 = a + bT + cT \ln(T) + dT^2 + eT^3 + fT^{-1} + gT^7 + hT^{-9}$$

(2) l'enthalpie libre de mélange dans le cas idéal

(3) l'enthalpie libre d'excès qui prend en compte les interactions entre les différents constituants, où :

${}^{\mu}L_{i,j} = {}^{\mu}a_{i,j} + {}^{\mu}b_{i,j} T$ avec ${}^{\mu}a_{i,j}$ et ${}^{\mu}b_{i,j}$ sont deux paramètres pouvant être optimisés.

Dans le cadre de notre étude, nous avons utilisé le logiciel Thermocalc© afin de représenter des diagrammes de phase à 4 constituants. Ce qui nous permet d'avoir accès aux informations liées à la formation des phases et leur température de mise en solution, utile dans le cadre de notre étude expérimentale.

Bibliographie

- Akhyar H.V. et al. (2017). Hot tearing susceptibility of aluminum alloys using CRCM-Horizontal mold. *Results in Physics*, 7, 1030-1039.
- Akhyara H. et al. (2017). Hot tearing susceptibility of aluminum using CRCH-Horizontal mold. *Results in physics*, 1030-1039.
- Andersen S.J. et al. (1998). The crystal Mg₂Si alloys. *Acta Materialia*, 46:3283.
- BARLAS, B. (2004). *Etude du comportement et de l'endommagement en fatigue d'alliages d'aluminium de fonderie*. Paris: Centre des Matériaux.
- Bayani H.S. et al. (2014). Simulation of unconstrained solidification of A356 aluminum alloy on distribution of micro/macro shrinkage. *Journal of Materials Research and Technology* 3(1), 55-70.
- Bhattacharya U.K. et al. (1952). Hot Tear Formation in Steel Casting. *Trans. AFS*, 60, 675.
- Briggs C. W. & Gezelius. (1934). Studies on Solidification and Contraction in Steel Castings II-Free and Hindered Contraction of Cast Carbon Steel. *AFA Trans*, 42, 449-476.
- Bruno D. & Pierre S. (1991). Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium. Dans *Techniques de l'ingénieur m240*.
- Cahn J et al. (1962). Recovery and recrystallization of Metals. *Acta Materialia*, 171-209.
- Campbell J. (1991). *Casting*. Oxford: Butterworth-Heinemann.
- Campbell J. et al. (1994). *The Fluidity of Molten Metals*. Birmingham: Talat.
- Caton M.J. et al. (2001). The influence of heat treatment and solidification time on the behavior of small-fatigue-cracks in a cast aluminum alloy. *Mater. Sci. Eng.*, 314, 81–85.
- Cazaud R. et al. (1969). *La fatigue des métaux*. Paris: Dunod.
- Chakrabarti D.J. et al. (2004). Phase relations and precipitation in Al–Mg–Si alloys with Cu additions. *Materials Science*, 49, 389-410.
- Chu M.G. & Jacoby J.E. (1990). Light Metals. *TMS* (pp. 925-930). Warrendale: C.M. Bickert.
- Cooksey C.J. et al. (1959). The Casting Fluidity of Some Foundry Alloys. *The British Foundryman*, 52.
- Courtesy A. & Giamei F. (s.d.). United Technologies Research Center.
- Dai X. (2005). Effect of runner system design on the mechanical strength of Al-Si alloys. *Materials Science and Engineering A354*, 315-325.

-
- Delacroix, J. (2011). *Etude des mécanismes de fissuration en fatigue et/ou fretting d'alliages Al-Cu-Li*. Lyon: INSA.
- Develays R. (1992). *Aluminium et alliages d'aluminium corroyés : propriétés métalliques*. Techniques de l'ingénieur.
- Dezecot S. et al. (2017). 3D characterization and modeling of low cycle fatigue damage mechanisms at high temperature in a cast aluminum alloy. *Acta Materialia*, 24-34.
- Ding L. et al. (2015). The natural aging and precipitation hardening behaviour of Al-Mg-Si-Cu alloys with different Mg/Si ratios and Cu additions. *Materials Science & Engineering A*, 627, 119-126.
- DiSerio E.T. (2002, Novembre). *France Brevet n° US 20020170635 Al*.
- DiSerio, E.-T. (1999). *France Brevet n° EP0955113 Al*.
- Dispinar D, & Campbelle J. (2007). Effect of casting conditions on aluminum metal quality. *Journal of Materials Processing and Technology* 182, 405-410.
- Dispinar D, & Campbelle J. (2013). Effect of casting conditions on aluminum metal purity. *Journal of Material Processing and Technology* 182, pp. 405-410, 182, 405-410.
- Dispinar D. & Campbelle J. (2006). Effect of casting conditions on aluminum metal purity. *Journal of Material Processing and Technology* 182, 405-410.
- Dixit M. et al. (2008). Structure–property correlations in Al 7050 and Al 7055. *Materials Science and Engineering A* 478, 163–172.
- Doherty et al. (1997). Current issues in recrystallization: a review. *Materials Science and Engineering A238*, 219–274.
- Drezet J.M. et al. (1999). Un nouveau critère de fissuration à chaud. (E. S. Umoret, Éd.) *In Mecamat Infos*, 22, 32-40.
- Duval P. & De la Chapelle S. (2002). Recrystallization in a hot deformed Al-Mg-Si alloy: the effect of fine precipitates. *Textures and Microstructures*, 35, 55-70.
- F.Perrier et al. (2014). Response to the article: Effect of process route on the structure, tensile, and fatigue properties of aluminium alloy automotive steering knuckles. *International Foundry Research* 66.
- F.Perrier, V. B. (2014). Response to the article: Effect of process route on the structure, tensile, and fatigue properties of aluminium alloy automotive steering knuckles. *International Foundry Research* 66, 1.
- Fabrègue D et al. (2006). Non-isothermal tensile tests during solidification of Al–Mg–Si–Cu alloys: Mechanical properties in relation to the phenomenon of hot tearing. *Acta Materialia*, 54, 5209-5220.
- Fields D.S, & Backofen W.A. (1957). Determination of strain hardening characteristics by torsion testing., (pp. 1259-1272). Kansas City.

-
- Flemings M.C. (1967). Macrosegregation: Part 1. *Trans. Met. Soc*, 239, 1449-1461.
- Furu T et al. (1996). Substructure evolution during different hot deformation processes of commercial non-heat treatable aluminum alloys. *Materials Science and engineering A214*, 122-132.
- GARAT M. (2012). *Fusion des alliages d'aluminium*. Techniques de l'ingénieur.
- Glez J.Ch. & Driver J.H. (2003). Substructure development in hot plane strain compressed Al-1%Mn crystals. *Acta Materialia* 51, 2989-3003.
- Gorny A. et al. (2013). Evolution of Fe based intermetallic phases in Al-Si hypoeutectic casting alloys: Influence of the Si and Fe concentrations, and solidification rate. *Journal of Alloys and Compounds*, 15, 103-124.
- Grandfield J.F. et al. (2001). Application of a new hot tearing analysis to horizontal DC cast magnesium alloy AZ91. *Light metals*.
- Heng-hua. (2008). Crystallography and refining mechanism of (Ti, B)-contained salts in pure aluminum. *Trans.Nonferrous Met Soc*, 18, 836-841.
- Holt D.L. (1970). Dislocation cell formation in metals. *J.Appl.Phys*, 197-201.
- Hosseini B.S. et al. (2014). Simulation of unconstrained solidification of A356 aluminum alloy on distribution of micro/macro shrinkage. *Journal of Materials Research and Technology*, 3(1), 55-70.
- Hutchinson C.R et al. (2008). The comparative effectiveness of Nb solute and NbC precipitates at impeding grain-boundary motion in Nb steels. *Scripta Materialia*, 59, 635-637.
- Jaafar A. et al. (2011). Effect of Mg, Si and Cu content on the microstructure of dilute 6000 series aluminium alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 509, 8632-8640.
- James C.W & Edgar A.S Jr. (2003, Novembre). Progress in structural materials for aerospace systems. *Acta Materialia*, 51(19), 5775-5799.
- John G.K. & Elwin L. R. (2004). Aluminum Alloy Castings: Properties, Processes, and Applications. *American Foundry Society*, 49-50.
- Kamp N. et al. (2007). Influence of grain structure and slip planarity on fatigue crack growth in low alloying artificially aged 2xxx aluminium alloys. *International Journal of Fatigue*, 29, 869-878.
- Kasprzak W. et al. (2009). The effect of the melt temperature and the cooling rate on the microstructure of the Al-20% Si alloy used for monolithic engine blocks. *Int. J. Metalcast.*, 3(3), 55-71.
- Keane R. et al. (1979). Interdendritic Fluid Flow and Macrosegregation: Influence of Gravity. *Metall. Trans*, 1, 1209-1220.
- Körber F. & Schitzkowski G. (1928). Determination of the Contraction of Cast Steel. *Stahl und Eisen*, 15, 128.

-
- Kotte B. (1985). Strontium modification gives critical melt control. *Federal Mogul Corp*, 75(5), 33-35.
- Lang G. (1972). Aluminium. *Materials Science and Engineering*, 48, 664-672.
- Langlais J. et al. (2005). Procédé SEED et moulage souspression de pièces d'aluminium : Description du procédé et transfert de chaleur. *Trans Al*. Trois-Rivière.
- Lesoult G. (1989). Solidification. Macrostructures et qualité des produits. *Techniques de l'Ingénieur*(M59).
- Li J.K. et al. (1992). An analysis of stress concentration caused by shot peening and its application in predicting fatigue strength. *Fatigue Fract Eng Mater Structure* 15, 12, 1271-1279.
- Li J.K. et al. (1992). An analysis of stress concentration caused by shot peening and its application in predicting fatigue strength. *Fatigue Fract Eng Mater Struct*, 15, 1271-1279.
- Lipeng D. et al. (2015). The natural aging and precipitation hardening behaviour of Al-Mg-Si-Cu alloys with different Mg/Si ratios and Cu additions,. *Materials Science & EngineeringA627*, 119-126.
- Magnus S. et al. (2017, Mai). The effect of alloying elements on the ductility of Al-Mg-Si alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 693, 60-72.
- Marioara C.D et al. (2001). Atomic model for GP-zones in a 6082 Al-Mg-Si system. *Acta Materialia*, 249-321.
- Marioara C.D. et al. (2007). *Philos.Mag*, 87, 3385-3413.
- Massion D. & Constantin V. (2002). *Formation métallurgie et défauts de fonderie*. Chateauroux: Montupet Chateauroux.
- Maurice C. & Driver J. (1993). Grain boundary mobilities during recrystallization of Al-Mn alloys as measured by in situ annealing experiments. *Acta Metall. Mater*, 41, 1653-1664.
- McDonalds D. et al. (2011). Eutectic nucleation in Al-Si alloys. *Acta Materialia* 52, 4273-4280.
- Melisova D. et al. (1999, Mars). The stability of PSBs in Cu single crystals under stress-controlled cycling. *Scripta Materialia*, 40(7), 785-789.
- Middleton J. M. & Protheroe H. T. (1951). The Hot-Tearing of Steel. *Journal of the Iron and Steel Institute*, 168, 384-397.
- Middleton J.M. (1949). Hot-tearing of Steel. *Iron and Steel Institute*, 42, 407-415.
- Mikolajczak P. & Ratke L. (2011). Intermetallic Phases and Microstructure in AlSi Alloys Influenced by Fluid Flow. *TMS*, 3.
- Miodowik, S. N. (1998). *Calphad: Calculation of Phase Diagrams, a comprehensive guide*, Pergamon *Materials Series*. Oxford: Pergamon.
- Mondolfo L.F. (1976). *Aluminum alloys, structure and properties*. London: Butterworths.
- Montheillet F. (1996). *Métallurgie de mise en forme*. Saint-Etienne: Techniques de l'ingénieur.
-

-
- Moustafa M.A. (2009). Effect of iron content on the formation of β -Al₅FeSi and porosity in Al–Si eutectic alloys. *Journal of Materials Processing and Technology*, 209, 605-610.
- Mughrabi H. et al. (1978). Persistent Slip bands in Fatigued Face-Centered and Body-Centered Cubic Metals, Fatigue mechanisms. *ASTM-NBS-NSF symposium*. Kansas City: J.T. Fong.
- Muzyki M. et al. (2011). Ab initio calculations of the generalized stacking fault energy in aluminium alloys. *Scripta Materialia* 64, 916-918.
- Narayanan L.A. et al. (1995). Dissolution of iron intermetallics in Al–Si alloys through non-equilibrium heat treatment. *Metal. Mater. Trans. A*, 26A, 2161-2174.
- Nes E. et al. (2000). On the mechanism of work hardening and flow stress saturation. *Scripta mater.* 43, 55-62.
- Neumann P. & Tönnessen A. (1989). Crack Initiation at Grain Boundaries in F.C.C. Materials, Strength of Metals and Alloys. *ICSMA*, 2, 743-748.
- Øyvind RyenBjørn et al. (2006). Strengthening mechanisms in solid solution aluminum alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37(6), 1999-2006.
- Pedersen K. et al. (2015). Ketill O. Pedersen, Ida Westermann, Trond Furu, Tore Influence of microstructure on work-hardening and ductile fracture. *Materials and design* 70, 31-44.
- Philibert J. et al. (2002). *Métallurgie : du minerai au matériau*. Paris: Dunod.
- Piot D. (1988). Double-diffusive convection during dendritic solidification of a binary mixture. *Physico-Chem. Hydrodyn*, 10, 195-213.
- Poirier D. (1987). Permeability for flow of interdendritic liquid in columnar-dendritic alloys. *Metall. Trans. B*, 18, 245-255.
- Reddy A.V. & Beckermann C. (1997). Modeling of macrosegregation due to thermosolutal convection and contraction-driven flow in direct chill continuous casting of an Al-Cu round ingot. *Metall. Mater. Trans. B*, 479-489.
- Schneider C. et al. (1998). Macrosegregation formation during solidification of complex steel castings: 3-D numerical simulation and experimental comparison. *TMS* (pp. 257-264). Warrendale, PA: Thomas B G ; Beckermann C.
- Sellars C.M. & McTegart W.J. (1966). On the mechanism of hot deformation. *Mem. Sci. Rev. Met.* 63, 731-746.
- Shao-Chun S. et al. (2012). Effects of moulding sands and wall thickness on microstructure and mechanical properties of Sr-modified A356 aluminum casting alloy. *Trans. Nonferrous Met. Soc*, 22, 1884-1890.
- Shou W.B. et al. (2016). Effect of grain size on the fatigue crack growth behavior of 2524-T3 aluminum Alloy. *Archives of civil and mechanical engineering*, 16, 304-312.
- Starink M.J. & Zahra A.M. (1998). β' and β precipitation in an Al-Mg alloy studied by DSC and TEM. *Acta Mater*, 46:3381.
-

-
- Sung Hyuk Park & Chong Soo Lee. (2017). Relationship between mechanical properties and high-cycle fatigue strength of medium-carbon steels. *Materials Science & Engineering A*, 185-194.
- Suyitno E. et al. (2006). Structure observations related to hot tearing of Al–Cu billets produced by direct-chill casting. *Materials Science and Engineering*, 420, 1-7.
- Teng X. et al. (2009, Mai). Pore size and fracture ductility of aluminum low pressure die casting. *Acta Materialia*, 76(8), 983-996.
- Tiryakioglu M. (2008). On the size distribution of fracture-initiating defects in Al- and Mg-alloy castings. *Materials Science and Engineering A*, 174-177.
- Tokuteru U. & Kenji H. (2013, Février). First-principles studies on lattice constants and local lattice distortions in solid solution aluminum alloys. *Computational Materials Science*, 67, 1-10.
- Torsæter M. et al. (2011). The influence of composition and natural aging on clustering during preaging in Al–Mg–Si alloys. *Scripta Mater*, 64, 817-820.
- Van Huis M.A. et al. (2007). Phase stability and structural features of matrix-embedded hardening precipitates in AlMgSi alloys in the early stages of evolution. *Acta Materialia*, 2155-2183.
- Verdu C. (1996). Microstructural aspects of the damage mechanisms of cast Al-7Si-Mg alloys. *Materials science forum*, 217-222, 1449-1454.
- Viet-Duc L. et al. (2016). Multiaxial high cycle fatigue damage mechanisms associated with the different microstructural heterogeneities of cast aluminium alloys. *Materials Science & Engineering A*, 426-440.
- Vissers R. et al. (2007). The crystal Mg-Si alloys. *Acta Materialia*, 55:3815.
- Wang E.R. et al. (2011). Eutectic Al–Si–Cu–Fe–Mn alloys with enhanced mechanical properties at room and elevated temperature. *Materials and Design*, 32, 4333-4340.
- Wang Q.G. (2001b). Fatigue behavior of A356 / 357 aluminum cast alloys. Part II – Effect of microstructural constituent. *Journal of Light Metals*, 85-97.
- Wang, Q., Apelian, D., & Lados, D. (2001). Fatigue behavior of A356-T6 aluminum cast alloys. Part I. Effect of casting defects. *Journal of Light Metals*, 1(1), 73-84.
- Winter A.T. (1974). *Philosophical Magazine*, 30, 719-738.
- Wolfgang D. & Frank D. (2006). On the Becker/Döring Theory of Nucleation of Liquid Droplets in Solids. *Journal of Statistical Physics*, 55-87.
- Yang Z.G et al. (2004). The effect of inclusions on the fatigue behavior of fine-grained high strength 42CrMoVNb steel. *Int. J. Fatigue*, 91, 959-966.
- Yi J.Z. et al. (2004). Effect of Fe-content on fatigue crack initiation and propagation in a cast aluminum–silicon alloy (A356–T6). *Materials Science and Engineering A*, 396–407.
- Yıldırım M. & Özyürek D. (2013, Octobre). The effects of Mg amount on the microstructure and mechanical properties of Al–Si–Mg alloys. *Materials & Design*, 51, 767-764.
-

- Yu H. & Granger D.A. (1986). *Aluminum Alloys – Their Physical and Mechanical properties*. (E. S. Jr, Éd.) Charlottesville.
- Yu H. et al. (1986). Aluminum Alloys – Their Physical and Mechanical properties. *University of Virginia, Charlottesville*, pp. 17-29.
- Yue Q. & Raja K. M. (2007). Ab initio study of the effect of solute atoms on the stacking fault energy in aluminum. *Physical review B* 75.
- Zhang G.W et al. (2017). Effects of Mn and Cr Additions on the Recrystallization Behavior of Al-Mg-Si-Cu Alloys. *Materials Science Forum*, 877, 172-179.
- Zolotarevskya N.Y. et al. (2009). Study of work hardening of quenched and naturally aged Al–Mg and Al–Cu alloys. *Materials Science and Engineering A* 502, 111-117.
- Zuqi H. et al. (2013, Avril). Microstructure and mechanical properties of high strength die-casting Al–Mg–Si–Mn alloy. *Materials & Design*, 46, 451-456.

École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne

NNT : Communiqué le jour de la soutenance

Mamadou BALDE

Microstructural optimization of a High Mechanical Properties aluminum alloy by using CobaPress™
Process

Speciality: Science of materials

Keywords: aluminum alloys, casting, forging, EBSD, channel die, fatigue, static and cyclic mechanical properties

Abstract:

CobaPress™ is a hybrid process of casting and forging leading to the manufacturing of high integrity/critical safety components and sub-assemblies for the automotive industry. The advantages to manufacture automotive parts using this process are multiple such as an important decreasing of the porosities amount, a better fatigue life cycle, the elaboration of complex geometries.

Throughout this process, the main objective consists of the elaboration of chassis parts with higher mechanical properties by reducing the silicon content usually at 7% in the cast CobaPressed aluminum alloys. A new hybrid cast/wrought aluminum alloy called HMP alloy with lower silicon content is then developed. The objective is to improve the static and cyclic mechanical properties of the parts thanks to this alloy. The use of Thermocalc© simulations allowed us to set up with annealing temperatures and chemical composition of the HMP alloy. Channel die experiments have been carried out to study the reclosing of porosities, but also sub-structure evolution for a fixed temperature and various strain rates. Observations on EBSD have been made in order to characterize recovery and/or recrystallization phenomena.

Because the secondary phases may have a detrimental effect on the cyclic properties, we are also interesting in the influence of these phases on crack initiation during fatigue tests on the HMP alloy.

NNT : Communiqué le jour de la soutenance

Mamadou BALDE

Optimisation microstructurale d'un alliage d'aluminium à hautes propriétés mécaniques en utilisant le procédé CobaPress™

Spécialité: Sciences et Génie des Matériaux

Mots clefs: coulée, forge, EBSD, channel die, fatigue, propriétés mécaniques statiques et cycliques

Résumé :

Le CobaPress™ est un procédé hybride de coulée et de forge permettant l'obtention de pièces automobiles du type liaison au sol. L'avantage principal réside dans le fait qu'il est possible de produire des pièces à géométrie complexe, le tout en réduisant la quantité de porosités dans la pièce et de leur conférer une meilleure durée de vie en fatigue.

Au travers de ce procédé, l'objectif principal vise à améliorer les propriétés mécaniques de ces pièces en réduisant la quantité de silicium qui initialement est présente à 7% dans les alliages d'aluminium lors du CobaPress™. On souhaite dans le contexte de cette thèse adapter le procédé CobaPress™ pour développer un nouvel alliage d'aluminium à hautes propriétés mécaniques appelé alliage HMP. Le travail devra donc porter sur l'étude microstructurale du matériau au sens des équilibres thermodynamiques et des évolutions attendues pendant les étapes du procédé pour déterminer la composition chimique idéale de l'alliage HMP. L'utilisation du logiciel Thermocalc© nous permettra de tenir compte des températures de fusion et de brûlure, mais également de la formation des différentes phases pour atteindre notre objectif. De plus, des essais de compression plane encadrée sont menés pour étudier la refermeture des porosités, mais également la sous-structuration de l'alliage au cours du traitement thermique à température fixée mais à différentes vitesses et niveaux de déformation. Des observations EBSD sont également effectuées afin de caractériser les phénomènes microstructuraux tels que la restauration et la recristallisation.

Les secondes phases ayant un rôle très important dans les propriétés cycliques, nous nous intéressons également à leur influence sur l'amorçage des fissures au cours d'essais en fatigue sur l'alliage HMP.