

Comprehension and assessments of parameters influencing thermal fatigue damage of high pressure die casting dies

Farid Medjedoub

► To cite this version:

Farid Medjedoub. Comprehension and assessments of parameters influencing thermal fatigue damage of high pressure die casting dies. Engineering Sciences [physics]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2004. English. NNT: . pastel-00005348

HAL Id: pastel-00005348 https://pastel.hal.science/pastel-00005348

Submitted on 13 Aug2009

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° attribué par la bibliothèque

THESE

En vue de l'obtention du grade de

Docteur de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris

Spécialité Science et Génie des Matériaux

Par

Farid MEDJEDOUB

le 10 mai 2004

Détermination des paramètres influant sur le phénomène d'endommagement par fatigue thermique des moules en fonderie sous pression d'aluminium

JURY

Pr. L. Rémy	Ecole des Mines de Paris	Président
Pr. J. Bergstrom	Karlstad University - Sweden	Rapporteur
Pr. G. Degallaix	Ecole Centrale de Lille	Rapporteur
Dr. C. Petersen	Institut für Materialforschung II – Germany	Examinateur
Dr. G. Dour	Ecole des Mines d'Albi-Carmaux	Co-Directeur de thèse
Pr. F. Rézaï-Aria	Ecole des Mines d'Albi-Carmaux	Directeur de thèse
M ^{elle} K. Hor	Centre Technique des Industries de la Fonderie	Invité
Dr. C. Selig	Groupe Valfond	Invité

Remerciements

A la mémoire de mes parents qui nous ont quittés trop tôt.

Je remercie mes parents, qui un jour de mai 1972, ont eu le courage de mettre au monde leur premier garçon parmi sept enfants à Constantine ville de la science et des savants. Ce travail leur est dédié pour tout l'amour, la patiente et les encouragements qu'ils n'ont jamais cessés de me donner.

Je tiens tout d'abord à remercier le Prof. Christophe Levaillant directeur de la recherche de l'EMAC et le Prof. Gérard Bernhart directeur du CROMeP pour m'avoir accueilli au sein de leur laboratoire et pour avoir assuré les conditions nécessaires pour le bon déroulement de cette thèse. Je remercie aussi les membres du jury, Prof. Luc Rémy en tant que président, Prof. Jens. Bergstrom et Prof. Gérard Degallaix en tant que rapporteurs, D^r. Claus Petersen en tant qu'examinateur, M^{elle} Khang-Ny HOR et D^r. Christophe Selig en tant qu'invité.

Ce travail a été financé par le CTIF ainsi que la Fonderie Aluminium de Cléon. J'espère qu'ils trouveront dans ce travail de recherche, une partie des réponses au problème qui leur est posé.

Je remercie très sincèrement le Prof. Farhad Rezaï-Aria, directeur de thèse, pour m'avoir guidé et toujours soutenu tout au long de ces années. J'ai particulièrement apprécié sa dextérité dans le travail, son ouverture d'esprit, ses qualités intellectuelles et humaines qui m'ont permis d'aller jusqu'au bout. Mais avant tout, il a été pour moi une source d'inspiration qui m'a permis d'acquerir une grande autonomie dans le travail

Mais, avant tout ce travail est le fruit d'une merveilleuse collaboration et je voudrais exprimer ma plus profonde reconnaissance au D^r. Gilles Dour, co-directeur de thèse. Je le remercie vivement de ses conseils avisés, de son soutien sans faille et de la confiance qu'il m'a témoignée tout au long de ces trois ans et demi.

Ce travail n'aurait pas été possible sans l'aide précieuse de Sabine Le Roux, technicienne supérieure au CROMeP, pour ses connaissances en matière d'analyse d'images et son implication dans la recherche des paramètres de projection et en particulier dans ce projet.

Merci à l'ensemble des personnes de l'école, doctorants (dans certains sont désormais docteur), enseignantschercheurs, techniciens (chef de la casbah), secrétaires, stagiaires...qui ont partagé mes moments de doute et de bonne humeur et rendu ces années si agréables.

Enfin, je tenais à remercier mon épouse, Asmahane, pour son soutien moral et pour avoir partagé sa première année de mariage avec ma seconde épouse madame la thèse. Je tiens aussi à la remercier pour son aide indispensable dans la phase finale de rédaction de ce manuscrit.

Chapitre 1 : **Problématique**





Chapitre 1 : Problématique

1.1 Cont	texte industriel2
1.1.1 Pro	cédé de Fonderie Sous Pression2
1.1.1.1	Généralités2
1.1.1.2	Cas particulier : la Fonderie Sous Pression d'Aluminium
1.1.2 Out	ils de fonderie sous pression d'aluminium4
1.1.2.1	Matériaux
1.1.2.2	Fabrication des empreintes5
a)	Mode d'usinage5
b)	Traitement thermique
1.1.2.3	Types d'endommagement
a)	Phénomènes de lavage
b)	Phénomènes de fissuration7
10 Card	
1.2 Con	exte Scientifique
1.2.1 Con	itraintes d'origine thermique
1.2.2 Fati	gue thermique et choc thermique
1.2.3 Essa	ais de fatigue thermique en laboratoire
1.2.3.1	Chauffage par induction haute-tréquence
1.2.3.2	Chauffage par Flamme
1.2.3.3	Chauffage par lits fluidisés
1.2.3.4	Chauffage par un bain d'aluminium liquide
1.2.3.5	Synthèse sur les mouens expérimentaux13
1.2.4 Etu	des sur l'acier H1313
1.2.3.1	Paramètres intrinsèques13
a)	Effet de la température d'austénitisation13
b)	Effet de la dureté
1.2.3.2	Paramètres extrinsèques16
a)	Effet de la température maximale16
b)	Cycle de refroidissement
c)	Environnement
1.3 Cond	clusion

1.1 Contexte Industriel

1.1.1 Procédé de Fonderie Sous Pression

1.1.1.1 Généralités

La fonderie sous pression (FSP) est un procédé de moulage qui consiste à "produire des pièces de dimensions précises, en refoulant, sous une forte pression, le métal fondu dans l'empreinte d'un moule permanent" [1].

C'est à la fin du 19^{ème} siècle, avec la coulée sous pression des caractères d'imprimerie (1884), que ce type de procédé est apparu pour la première fois [2]. Seules des pièces en alliages de plomb et d'étain étaient alors produites. Durant la première moitié du 20^{ème} siècle (de 1900 à 1940), la mise en œuvre des alliages de zinc, puis celle des alliages d'aluminium et de magnésium, permirent d'utiliser le moulage sous pression pour de nombreuses d'applications. Mais c'est surtout la seconde guerre mondiale et l'après guerre qui ont entraîné le développement de ce procédé de fabrication.

Généralement, un cycle de production de FSP peut être décomposé en huit phases distinctes :

1. remplissage de la chambre d'injection en métal liquide

La chambre d'injection, appelée également chambre de compression, est la partie du dispositif d'injection alimenté en métal de façon automatique ou manuelle, dans laquelle la pression est établie par l'intermédiaire d'un piston [1].

Deux types de machine sont utilisées pour la production : les machines à chambre chaude et les machines à chambre froide.

- Les machines à chambre chaude sont destinées aux alliages peu agressifs tels que le zinc, l'étain et le plomb. Une partie du système d'injection est immergée dans l'alliage de coulée à l'état liquide, lui-même maintenu à température dans un four. Le remplissage de la chambre d'injection se fait de façon automatique. En effet, entre deux injections, le piston relevé en position d'attente découvre les orifices par lesquels le métal pénètre dans la chambre de compression.
- Les machines à chambre froide sont utilisées pour la mise en forme d'alliages d'aluminium, de cuivre ou de magnésium, plus agressifs vis à vis des métaux ferreux. Le métal est maintenu à l'état liquide dans un four complètement indépendant de la machine. La chambre de compression, appelée "conteneur" dans cette configuration, est alors à une température relativement basse (~ 70°C). Le remplissage peut être réalisé par un opérateur ou par un système automatisé.
- 2. approche du piston d'injection avec une vitesse lente jusqu'aux attaques
- 3. injection du métal liquide dans le moule

La vitesse d'injection aux attaques varie entre 40m/s et 60m/s. Le métal est alors pulvérisé dans l'empreinte du moule.

4. application d'une pression de maintien

Cette phase encore, appelée "phase de multiplication" ou "pression de troisième phase", a pour but de combler le retrait de l'alliage coulé lors de sa solidification dans le moule. La pression appliquée peut être supérieure à 1000 bars.

5. ouverture du moule et tirage des noyaux

6. éjection de la pièce

La pièce obtenue est extraite du moule automatiquement grâce à des éjecteurs.

7. application du poteyage

Le poteyage est une solution liquide composée d'eau (98%) et d'hydrocarbures (reste) (l'emploi de graphite étant aujourd'hui interdit [3]). L'application du poteyage a pour but d'une part de faciliter le remplissage et le démoulage des pièces, et d'autre part de protéger le moule contre les chocs thermiques [1]. Le poteyage est généralement pulvérisé sur les empreintes du moule après chaque éjection de la pièce. Depuis récemment de nouveaux poteyages dit secs apparaissent sur le marché [4].

8. fermeture du moule (et reprise du cycle à la phase 1)

Au vu de ce qui précède, la FSP apparaît comme un procédé de fabrication relativement complexe. En outre, parmi les autres inconvénients majeurs, ont peut citer :

- restriction de cette méthode aux alliages non ferreux,
- impossibilité d'effectuer un traitement thermique sur les pièces produites en raison d'un trop grand nombre de micro-porosités,
- coût d'investissement extrêmement élevé (outillage entre 0.02 et 0.61 MEuro, chantier complet entre 1.23 et 2.3 MEuro [2]).

Cependant, la fonderie sous pression, qui est adaptée à la grande série, constitue une méthode répandue, économique (seuil de rentabilité entre 30 000 et 100 000 pièces produites) et souvent décrite comme la distance la plus courte entre le matériau brut et la pièce finie [5]. Les avantages de ce procédé sont nombreux :

- processus entièrement automatisable
- temps de transformation court (ou productivité très élevée). Certains fondeurs pensent descendre à 13 secondes de temps de production d'une pièce.
- réalisation de pièces légères, géométriquement complexes avec un bon état de surface et des côtes dimensionnelles précises
- nombre d'opérations d'usinage faible, parfois nul, sur la pièce moulée

De ses multiples avantages, la FSP a intéressé de nombreux secteurs, principalement celui des transports. Ainsi, aujourd'hui, 82% des pièces coulées sous pression en machines horizontales sont destinées à l'automobile.

1.1.1.2 Cas particulier : la Fonderie Sous Pression d'Aluminium

L'alliage d'aluminium le plus fréquement coulé est l'Al-Si9Cu3. Sa composition chimique est donnée dans le tableau 1.1.

Elément (%)	Fe	Si	Cu	Zn	Mg	Mn	Ni	Pb	Sn	Ti	Al
	(max)			(max)		(max)	(max)	(max)	(max)	(max)	
Al-Si9Cu3	0.00	8.25	2.80	1.00	0.10	0.20	0.20	0.20	0.20	x) (max) 0 0.20 r	racha
	0.90	9.75	3.70	1.00	0.30	0.30	0.30	0.20	0.20	0.20	reste

Tab.1.1 : Composition chimique de l'alliage Al-Si9Cu3 (% massique) [d'après 2]

Cette nuance est la plus utilisée en fonderie sous pression d'aluminium (FSPAl), car d'une part son intervalle de solidification est faible, et d'autre part elle présente le meilleur compromis en terme de caractéristiques mécaniques (résistance mécanique, résistance à l'usure et au grippage, usinabilité,...). La mise en œuvre de ce type d'alliage se fait à des températures relativement basses (four de maintien entre 650 et 700°C [10]) et à des vitesses et des pressions d'injection importantes (surtout pour les pièces de grandes dimensions). Ces paramètres technologiques (vitesse, pression), parmi d'autres, influencent la durée de vie des outillages : dans les années 70, celle-ci était de l'ordre de 75000-125000 pièces. Aujourd'hui, elle se situe entre 100 000 et 250 000 pièces [1, 6].

Le moulage sous pression d'alliages d'aluminium met en œuvre exclusivement des machines à chambre froide. Outre le four d'alimentation séparé, ces machines se caractérisent par des pressions de maintien élevées (supérieures à 1000 bars) et par conséquent des forces de fermeture importantes (50 à 3500 tonnes). Aujourd'hui, 90% du parc des machines à chambre froide est utilisé pour la FSPAI.

1.1.2 Outils de fonderie sous pression d'aluminium

1.1.2.1 Matériaux

Selon Reynoldson [7], un matériau pour outillage de Fonderie Sous Pression doit combiner une multitude de propriétés pour résister aux sollicitations auxquelles il sera soumis en production. Les propriétés optimales requises sont :

- une réactivité chimique faible avec aluminium liquide et avec l'oxygène,
- un coefficient de dilatation thermique faible,
- un coefficient de conductivité thermique élevé,
- une résistance au revenu élevée,
- une résistance à chaud élevée,
- une bonne ductilité,
- une bonne ténacité.

Les matériaux les plus utilisés pour la fabrication des moules de Fonderie Sous Pression d'Aluminium sont les aciers pour travail à chaud. La réalisation d'outils en acier "Maraging" (acier allié au nickel, au cobalt et au molybdène), ou en alliages de cuivre, de tungstène ou encore de molybdène est également possible, mais leurs applications sont plus restreintes [8]. En effet, les aciers Maraging sont spécifiquement mis en œuvre pour résister aux sollicitations de fatigue thermique, tandis que les alliages réfractaires sont préférentiellement destinés à la fabrication de petits inserts [9].

Aujourd'hui, les nuances d'aciers pour travail à chaud les plus connues et les plus utilisées sont les nuances H11 et surtout H13, dont les compositions figurent dans le tableau 1.2 [5, 9, 10, 11].

Elément (%)	С	Si	Cr	Мо	V	Fe
H11	0.36	1.10	5.00	1.30	0.40	reste
H13	0.39	1.00	5.10	1.30	1.00	reste

Tab.1.2 – Composition chimique des nuances H11 et H13 (% en massique) [d'après 10]

Ces nuances d'acier H11 et H13 semblent représenter le meilleur compromis entre ces différentes propriétés chimiques, physiques et mécaniques.

Les caractéristiques du matériau sont le résultat du traitement thermique qu'il a subi à l'issue de sa fabrication. Toutefois, avant l'opération de traitement thermique, il convient de considérer la phase d'élaboration de l'acier. En effet, de nombreux auteurs ont insisté sur l'importance de cette étape, en mentionnant qu'un processus de traitement thermique normal ne peut corriger les défauts d'une structure médiocre à l'état recuit [5, 12-13].

1.1.2.2 Fabrication des empreintes

a) Mode d'usinage

En dehors de l'usinage conventionnel par enlèvement de copeaux, deux types d'usinage sont couramment utilisés : la rectification et l'électro-érosion. Ces deux types d'usinages peuvent entraîner des dégradations de la structure (la surface du moule de FSP) [14].

- usinage par électro-érosion : dans ce mode d'usinage l'enlèvement de métal s'effectue par fusion de sorte qu'il se crée une couche superficielle trempée et souvent recarburée [15]. L'épaisseur de cette couche varie de quelques microns à quelques centièmes de millimètres selon l'intensité et la fréquence utilisées lors de l'usinage. Par ailleurs, cette couche dite blanche est le lieu d'importantes contraintes qui peuvent même conduire à sa fissuration. Il est donc recommandé de terminer l'usinage par une passe de semi-finition suivie d'une passe de finition. Si l'usinage est effectué sur un moule traité, la couche superficielle doit être éliminée par rectification.
- rectification : la rectification peut conduire à un échauffement superficiel intense et induire des contraintes élevées. Sur un acier traité, l'échauffement peut provoquer un sur-revenu et conduire à la formation d'une peau adoucie. Les contraintes créées peuvent conduire à la formation d'un réseau de fissures, quelquefois invisible à l'œil nu, avant même la mise en service du moule. Dans tous les cas, les contraintes superficielles qui subsistent diminuent d'autant la résistance de l'acier.

Généralement, les empreintes du moule de fonderie sous pression sont fabriquées en utilisant l'usinage traditionnel lorsqu'il s'agit d'un acier à l'état recuit, ou par l'électroérosion dans le cas d'un acier soit à l'état recuit soit traité thermiquement.

b) Traitement thermique

Cette opération a pour but de conférer au matériau traité les propriétés physiques et mécaniques appropriées aux sollicitations auxquelles celui-ci sera soumis. C'est pourquoi, de nombreux auteurs s'accordent à dire que, en terme de rendement de l'outil, le traitement thermique est primordial [7-9]. Selon Siaut [16], la qualité de cette opération se juge sur les caractéristiques suivantes :

- la taille de grain
- la composition chimique superficielle des pièces, la réaction de l'oxygène avec l'acier à haute température produisant les phénomènes de carburation et ou décarburation.
- la structure finale, qui doit être exempte de joints de grain marqués et de carbures précipités.

La procédure de traitement thermique d'un moule en X38CrMoV5 en vigueur chez l'aciériste AUBERT&DUVAL, est la suivante [16] :

- 1. Enfournement dans un four éventuellement préchauffé (~ 300°C)
- Préchauffage jusqu'à 750°C, puis maintien en température Cette étape, appelée recuit de relaxation, homogénéise la température dans le lopin, et permet aux contraintes résultantes des opérations antérieures de se relaxer à l'intérieur du matériau [17].
- Austénitisation à 990°C
 Le maintien à température est généralement d'une heure, et permet la mise en solution des carbures primaires.
- 4. Trempe, la vitesse de refroidissement étant supérieure à 40°C/min
- 5. Premier revenu à 550°C

Ce premier revenu a pour effet d'augmenter la ductilité de la martensite brute de trempe, et de transformer l'austénite résiduelle en martensite "secondaire". En outre, le carbone et certains éléments d'alliage interagissent pour former des carbures "secondaires" de type $M_{23}C_6$ et M_7C_3 (carbures de chrome), *VC* (carbures de vanadium) et M_2C (carbures de molybdène) [18, 19].

6. Second revenu aux alentours de 600°C

Ce second revenu augmente la ductilité de la martensite secondaire et surtout confère au matériau, en ajustant la température de maintien, la dureté souhaitée par coalescence des carbures secondaires [37, 52].

Ainsi, pour les gros moules sous pression d'alliages légers, la dureté visée en fin de traitement est comprise entre 42 – 44HRc, tandis que pour les moules de moyenne et petite taille, la gamme de dureté est respectivement de 44 - 46HRc et 46 - 48HRc [16].

1.1.2.3 Types d'endommagement

La cause fondamentale de l'endommagement des outillages de FSPAl est le contact fréquent entre la surface de l'outil et l'aluminium liquide [20]. Ce contact donne naissance à des mécanismes d'endommagement du moule, dont le nombre et la dénomination peuvent varier selon les auteurs [5, 8-9, 20].

a) Phénomènes de lavage

La corrosion Il s'agit de l'endommagement de la surface par dissolution du métal dans l'aluminium liquide. Norström et al. [20-21] ont constaté que le mécanisme de corrosion se compose de deux mécanismes simultanés :

- formation d'une couche de composés intermétalliques de type Fe-Al (phases *Fe*₂*Si*₂*Al*₉, *Fe*₃*Al*, *Fe*₂*Al*₅ et *FeSi*₂*Al*₄) à l'interface métal-liquide, et croissance de cette couche dans l'acier. Cette croissance se produit par diffusion, à travers la couche, des atomes de fer et d'aluminium respectivement vers l'interface et vers la matrice.
- dissolution de la surface en contact avec l'aluminium liquide : c'est la définition de la corrosion.
 La vitesse de corrosion est régie par la diffusion, dans la coulée, des atomes dissous a l'interface

[20]. Par conséquent, le mécanisme de corrosion, et de ce fait la tenue des outillages à la corrosion, dépendent de l'interaction physico-chimique entre les éléments constituant le matériau de l'outil et ceux constituant l'alliage de coulée. Pour les aciers à outil de travail à chaud, le fer est l'élément critique pour la corrosion, ce qui signifie que le mécanisme de corrosion est gouverné par la diffusion du fer dans l'aluminium.

L'érosion L'érosion est un phénomène d'endommagement qui se produit dans l'outil sous la forme d'une usure de la surface provoquée par l'action mécanique (frottement, choc) de particules substances solides en suspension dans l'aluminium liquide [22]. Selon Norström et al. [20], la vitesse d'érosion semble dépendre de la vitesse d'écoulement de l'aluminium liquide, dont le maximum se situe généralement dans une gamme de 20 à 60m/s.

Le collage Il s'agit d'un mécanisme d'endommagement par adhésion, sur la surface de l'outil, de l'alliage coulé alors à l'état solide. Le phénomène de collage s'explique par la formation d'un composé intermétallique en surface de moule qui commence à apparaître dès les premiers milliers d'injections. Ensuite, il croît pour atteindre une épaisseur critique de l'ordre de 20 à 40 µm [23]. La présence de ce composé favorise l'accrochage d'une couche d'aluminium plus épaisse, créer des contres-dépouilles lors de l'extraction de la pièce et se manifeste par des difficultés d'éjection, et éventuellement par la création de cavités à la surface de l'outil.

b) Phénomènes de fissuration

Le faïençage est le terme désignant le réseau de fissures apparaissant sur la surface des moules de Fonderie Sous Pression d'Aluminium (figure 1.1). Chaque élément de surface délimité par des fissures est appelé cellule de faïençage.

Le faïençage est connu dans le procédé Fonderie Sous Pression comme étant la cause la plus fréquente de la fin de vie de l'outil. C'est pourquoi, de nombreuses études destinées à comprendre ce processus d'endommagement ont été menées dès les années 70 [6, 8, 24].

La Fatigue Thermique (FT) (cf. §-1.2.2) est l'origine du faïençage. En effet, en pratique, les outillages de Fonderie Sous Pression d'Aluminium sont soumis à des cycles alternés de chauffage (contact avec l'aluminium liquide) et de refroidissement (éjection, poteyage). A chaque instant du cycle, la dilatation ou respectivement la contraction de la surface, est contrariée par le cœur de l'outil, générant en surface, des déformations et des contraintes mécaniques d'origines thermiques pouvant dépasser la limite élastique du matériau. Les contraintes mécaniques et les déformations plastiques sont d'autant plus élevées que la différence de température entre la surface et le cœur du moule est importante. La répétition des cycles de production implique la répétition de ces sollicitations thermo-mécaniques).



Figure.1.1 : Faïençage observé sur piston industriel [source : FAC]

Ainsi, à terme, la fissuration de la surface du moule se produit. Cette fissuration démarre après un certain nombre de cycles de production (amorçage), et croît de façon plus rapide jusqu'à la mise au rebut de l'outil (mécanisme de propagation) [6].

Selon Lemaitre et al., "un matériau est vierge de tout **endommagement** s'il est dépourvu de fissures et de cavités à l'échelle microscopique ou, d'un point de vue plus pragmatique, si son comportement à la déformation est celui du matériau élaboré dans les meilleurs conditions. (...). Le stade final de l'endommagement est la **rupture** de l'élément de volume représentatif" (fissure de 0.1 à 1mm pour les métaux) [25]. La **ruine** d'un moule est définie comme un cas extrême d'endommagement macroscopique, car l'outil à l'état de ruine est obligatoirement mis au rebut.

Pour estimer le degré d'endommagement d'un moule de FSPAl par exemple, il faut donc obligatoirement évaluer la longueur des fissures propagées dans l'outil (surface, profondeur). Or, cette mesure dépend du moyen utilisé, de l'échelle d'observation et de la taille critique du défaut à partir de laquelle celui-ci est considéré comme fissure. C'est ce que nous appellerons le **critère**. Ainsi, qu'un moule ou une éprouvette s'est "fissuré" au bout de N cycles de production n'a de sens que si le critère utilisé est précisé.

La fissuration "catastrophique" le qualitatif "catastrophique" a été employé entre autres par Worbye pour faire état d'un endommagement qui nécessite le remplacement de l'outil en raison d'une rupture partielle de celui-ci [5]. Dans la littérature, le terme original désignant ce mécanisme d'endommagement est gross cracking. Ce mode de rupture n'est pas qu'un problème de surface [6, 8]. En effet, la principale cause à cette fissuration macroscopique de l'outil est l'existence d'un gradient thermique sévère dans le moule. De même que précédemment, ce gradient thermique génère des contraintes mécaniques. Sous certaines conditions, ces contraintes peuvent conduire au dépassement de la ténacité (résistance à la rupture) de l'acier (KIC), définie comme étant la valeur limite du facteur d'intensité de contraintes au-delà de laquelle se produit la fissuration brutale du matériau. Centa et Ohrberg ont rapporté que les zones de concentration de contraintes en surface (entailles, congés de raccordement mal définis,...) constituent des sites préférentiels d'amorçage pour ces macrofissures [6, 26].

1.2 Contexte Scientifique

Ce paragraphe présente une synthèse bibliographique qui repose sur l'étude du comportement et de l'endommagement des nuances d'acier H11 et H13 sous sollicitation de fatigue thermique.

1.2.1 Contraintes d'origine thermique

Lorsqu'un matériau est soumis à une variation de température (Δ T), alors des contraintes de sollicitations thermiques se développent, et elles sont appelées **contraintes d'origine thermique**. Dans le cas de la fonderie sous pression, la surface de l'outil est soumise à des sollicitations thermomécaniques de signes opposés. En effet, lors de la phase d'injection, la température de la surface du moule s'élève plus rapidement que la température intérieure, un gradient thermique se crée. Ce gradient induit en surface des contraintes thermiques de compression. A l'inverse, au refroidissement, l'éjection de la pièce et l'application de poteyage génèrent des efforts de tension. Le niveau de ces contraintes dépend de la sévérité locale de sollicitation répétée et des caractéristiques thermiques et mécanique du matériau utilisé : le module d'Young E, le coefficient de dilatation α , le coefficient de Poisson v, les effusivités thermiques du moule et du liquide, la limite élastique et plus particulièrement le comportement cyclique [19, 22, 27-28, 76]. En plus, les contraintes thermiques peuvent provoquer des déformations plastiques cyclique non réversibles. Cette irréversibilité cyclique altère progressivement la résistance du matériau et modifie sa microstructure (dislocations et précipités dans les aciers martensitiques, etc. ...).

Il est répandu dans les problèmes de fatigue thermique et les analyses thermo-mécaniques de s'intéresser à l'histoire thermo-mécanique de la surface d'une pièce, c'est-à-dire l'évolution des contraintes thermiques en fonction de la température et du temps. En effet, si l'on s'intéresse aux phénomènes de fatigue, les deux arguments, température et contrainte, sont fortement couplés [29-30].

Les contraintes d'origine thermique sont à la base de nombreux problèmes de fatigue suite à un fonctionnement discontinue des structures à haute température, comme par exemple les matrices de forge et les moules de fonderie sous pression au cours d'un cycle de production [21-32].

1.2.2 Choc thermique et fatigue thermique

La **fatigue thermique** est définie dans la littérature, comme un phénomène répétitif conduisant à la détérioration progressive du matériau soumis à des cycles alternés de chauffages et de refroidissements, avec un empêchement partiel ou total de se dilater ou de se contracter librement, et qui peut conduire à la rupture du matériau. Par un processus de fatigue oligo-cyclique le matériau s'endommage, et donc des déformations inélastiques cycliques s'impliquent sur ce matériau [33-34].

Dans le cas de la fonderie sous pression, l'existence d'un gradient thermique entre la surface et le cœur d'un moule est à l'origine de deux mécanismes d'endommagement : le faïençage de la surface, et la fissuration catastrophique de l'outil. Le premier est un processus d'endommagement par

déformation inélastique cyclique, c'est-à-dire par fatigue thermique. Le second est un processus d'endommagement par rupture brutale du matériau ou par réaction brutale du matériau sensible aux chocs thermiques. Nous définissons le **choc thermique** comme le couple des sollicitations thermique et mécanique induit par un brusque changement de température en surface du matériau. Plusieurs auteurs ont rapporté que la fissuration catastrophique s'initie sur les défauts géométriques de surface (paragraphe 1.1.2.3), ainsi que sur les cellules de faïençage [6, 35]. Dans le cas d'un moule de production, les conditions de sollicitations thermique, les paramètres déterminant les niveaux de ces sollicitations (tel que l'amplitude du cycle thermique, les niveaux de température atteints) changent. La multitude de combinaisons possibles explique que, sur un même outil, il est possible d'observer à la fois des surfaces faïencées, des surfaces fissurées (gross cracking) voire même des surfaces exemptes de fissures. Pour séparer ces paramètres et déterminer leur influence sur les mécanismes d'endommagement par fatigue thermique, la réalisation en laboratoire d'essais de fatigue thermique constitue la solution la plus adaptée.

1.2.3 Essais de fatigue thermique en laboratoire

L'essai de fatigue thermique présente la particularité d'être l'un des rares essais mécaniques non encore normalisés. De ce fait, différents systèmes d'essais ont été conçus et développés depuis ces quarante dernières années. Les références bibliographiques analysées ont permis de répertorier quatre grandes catégories d'essais, se distinguant les unes des autres essentiellement par la méthode de chauffage utilisée : (flamme [3-4], lits fluidisés [36-38], bains d'aluminium liquide [39-41], induction haute fréquence [32, 42, 46, 60]) et aussi par la géométrie des éprouvettes.

1.2.3.1 Chauffage par induction haute-fréquence

Les vitesses importantes de variation de température à la surface de travail des moules de FSPAl, ainsi que les niveaux élevés de température, justifient l'utilisation de l'induction haute-fréquence pour le cyclage thermique des éprouvettes d'essais de fatigue thermique. Bien que nécessitant un investissement financier important, ce type d'installation a été fréquemment utilisé. C'est d'ailleurs ce que nous avons sélectionné pour mener cette étude (dont le principe sera décrit dans le chapitre 2).

La différence entre les multiples installations d'essais réside essentiellement dans le choix de la géométrie d'éprouvette [31], et par conséquent dans la conception de la bobine d'induction, celui-ci étant réalisé spécifiquement en fonction de la géométrie de la charge (ou éprouvette). Ci dessous sont répertoriés les couples inducteur-charge ainsi que les cycles thermiques enregistrés sur la surface extérieure des échantillons reportés dans les références citées plus haut.

Malm [42] Une description peu précise de l'équipement d'essais est faite dans cette publication, mais il semble que l'inducteur développé est une bobine cylindrique de type "tonneau", qualificatif relatif à sa forme caractérisée par des diamètres des spires plus petits aux extrémités qu'au centre. L'échantillon était un cylindre de diamètre extérieur de 10mm, de longueur maximum de 25mm. Un méplat usiné suivant l'axe de l'éprouvette sur 20mm de long, puis poli, est utilisé comme surface d'observation. La phase de refroidissement est effectuée soit à l'air ambiant soit par pulvérisation

	Chauffage	Refroidissement
refroidissement par air	719°C en 0.2s	20°C en 50s
refroidissement par eau	812°C en 0.2s	20°C en 1s

d'eau sur la surface extérieure de l'éprouvette. Le cycle thermique effectué sur ce type d'échantillon est reporté au tableau 1.3.

Tab.1.3 : Exemple de cycles thermiques effectués par chauffage HF [d'après 42]

Rousseau [32] Dans cette installation, l'inducteur utilisé, de géométrie cylindrique, est composé de trois spires et mesure 40mm de long. L'éprouvette, cylindrique tubulaire, est usinée à des diamètres intérieurs de 10mm et extérieur de 45mm d'une hauteur de 80mm. Le perçage débouchant permet le refroidissement en continu par une circulation d'eau dans l'éprouvette. Le cycle thermique effectué avec ce dispositif, est une rampe de chauffage de 150°C jusqu'à 700°C en 8s et un refroidissement entre les mêmes températures extrêmes en 53s.

Seux [46] La configuration du couple inducteur-charge est quasiment identique à celle présentée précédemment, la seule différence réside dans les dimensions de la bobine (six spires) et celles de l'éprouvette. Cette dernière est également cylindrique tubulaire, mais mesure 12.7mm x 38.1mm x 76.2mm (Φ int, Φ ext, L). Le cycle enregistré est un chauffage à 700°C en 2.7s et un refroidissement à 300°C en 12.1s.

1.2.3.2 Chauffage par flamme

Ce principe d'essai a été présenté par Suzuki et al. [3]. L'essai réalisé dans cette étude consiste à chauffer des éprouvettes parallélépipédiques disposées sur un disque rotatif. A chaque rotation du système, l'échantillon passe successivement devant un dispositif de préchauffage, puis devant un "chalumeau" à gaz permettant d'imposer la température maximale souhaitée (500°C) à la surface extérieure de l'éprouvette. Le refroidissement est effectué par trempage de l'échantillon dans un réservoir d'eau en permanence renouvelée et maintenue à la température minimale (100°C). La durée totale du cycle thermique est de 127s.

Selon l'auteur, il n'y a pas de différence notable entre ce système et les principes d'essais décrit-ici. Par contre, selon Howes, les produits de combustion et les variations des conditions de température peuvent, à moins d'un contrôle rigoureux, introduire un environnement arbitraire qui peut influencer le mécanisme de fissuration [36]. Egalement, nous pouvons penser que le refroidissement n'est pas homogène surtout la surface de l'éprouvette, la première face de coté plongée dans l'eau étant refroidie avant le reste de l'échantillon.

1.2.3.3 Chauffage par lits fluidisés

Un lit fluidisé est une suspension de corps pulvérulents dans un faible courant de gaz [37]. Un tel lit permet d'augmenter les phénomènes de transport considérablement par rapport à l'air. Le système présenté par Howes [38], et en vigueur dès le début des années 60 à l'IIT Research Institute, consiste à recourir à deux lits fluidisés, l'un pour le chauffage de l'éprouvette et le second pour son refroidissement. Dans le cadre des essais de fatigue thermique réalisés sur l'acier H13 [36], le lit fluidisé est constitué d'air (le gaz) et d'alumine (la poudre). Le lit à haute température se trouve à 1038°C, tandis que le second est maintenu à 43°C. Dans ce montage, les échantillons, de diverses géométries (cylindrique, plate,...), sont transférés d'un système à l'autre par le biais d'un système pneumatique piloté en temps et en position. Selon l'auteur, le système de chauffage par lits fluidisés a beaucoup d'avantages et aucun inconvénient significatif. Comme avantages, l'auteur cite la simplicité du mécanisme, le faible coût de l'installation ainsi que les caractéristiques thermiques des lits fluidisés, qui sont l'isothermie et l'importante vitesse de transfert de chaleur à l'échantillon. Par ailleurs, l'auteur souligne que l'utilisation de ce principe a été introduit pour la première fois par Glenny et al. en 1958 [43]. Ce principe d'essais comporte des inconvénients. Tout d'abord, il apparaît inadapté à la réalisation d'essais de fatigue thermique avec refroidissement rapide et contrôlé. En effet, quelle que soit la vitesse de transfert entre le lit haute température et le lit basse température, le refroidissement de la surface externe de l'échantillon se produit inévitablement en premier lieu par conduction et convection naturelle dans l'air pendant le transfert d'un bain à l'autre. Ensuite, tel que l'auteur l'a présenté dans sa publication [4], la température de la surface externe est "contrôlée" lors de la calibration de l'installation par des thermocouples de diamètre 0.25mm situés sous la surface externe de l'échantillon.

Enfin, du fait du principe même de l'essai, la surface des échantillons peut être endommagée par des impacts dus aux particules en mouvement. Dans ce cas, les impacts présents en surface peuvent constituer des sites de concentration de contraintes et provoquer l'amorçage précoce des fissures.

1.2.3.4 Chauffage par un bain d'aluminium liquide

Cette technique est très répandue aux Etats-Unis et a été rapportée par de nombreux auteurs [39-41]. Conçu et développé à l'université de Case Western Reserve sous la responsabilité de J.F.Wallace, ce système consiste à tester des éprouvettes par immersion dans un réservoir d'aluminium liquide maintenu à haute température. Ensuite, elles sont extraites du bain en position d'attente et maintenues dans cette configuration pendant une durée déterminée. Enfin, "le poteyage" est appliqué et le cycle recommence.

Dans le montage original [39-40], l'éprouvette utilisée d'une forme parallélépipédique de base carrée 50.8 x 50.8 mm² et de hauteur de 177.8mm avec des rayons de courbures de 0.25mm avec un perçage non débouchant de profondeur 165.1mm. L'alliage A380 (AS9U3) constitue le bain d'aluminium liquide. Graham indique un niveau de température du bain à 704°C [40]. Le refroidissement de l'éprouvette d'essai est effectué par aspersion de lubrifiant (dilué) sur la surface externe et par une circulation permanente d'eau au cœur de l'échantillon partipe en outre à ce refroidissement.

Selon Benedyk [39], l'avantage de ce type d'essais de fatigue thermique est qu'il permet de simuler un environnement similaire à celui rencontré par l'outil de FSPAI. La similitude repose sur un chauffage de l'acier par aluminium liquide, sur l'application d'un lubrifiant et sur le cycle thermique imposé sur la surface extérieure. En outre, Benedyk et Graham soulignent que les cycles présentés engendrent, sur l'échantillon, des conditions plus sévères que celles subies par le moule. Enfin, l'érosion et la pression qui s'exerce sur l'outil de production n'étant pas pris en compte, les auteurs indiquent que leur influence sur la tenue aux sollicitations de fatigue thermique ne peut pas être déterminée. La particularité principale de cet essai par bain d'aluminium liquide réside essentiellement dans la géométrie de l'éprouvette. Comme l'ont souligné les auteurs [31, 39], un état de contrainte principalement uniaxial est généré aux coins des échantillons lors du cyclage thermique. De ce fait, l'endommagement de la surface extérieure se présente sous forme de fissures « uniaxiales », alors que l'endommagement d'un moule de fonderie sous pression d'aluminium par fatigue thermique se produit par faïençage de l'empreinte, c'est-à-dire par fissuration multi-axiale.

1.2.3.5 Synthèse sur les moyens expérimentaux

Parmi toutes les références analysées, il apparaît que l'induction haute fréquence est le seul procédé permettant d'obtenir des vitesses de chauffage (donc des déformations) les plus élevées et avec un contrôle des conditions de chauffage. Le choix de ce dernier a été fait pour cette étude.

1.2.4 Etudes sur l'acier H13

Les études réalisées sur la nuance d'acier H13 sont fondées sur la recherche des paramètres influençant la résistance du matériau à la fatigue thermique. Deux classes de paramètres ont été étudiées [6, 26, 32, 35-36, 39-40, 42, 44]:

- Les paramètres intrinsèques : qui interviennent dans l'élaboration de l'acier,
- Les paramètres extrinsèques : sont relatifs au procédé de fabrication.

Les paramètres étudiés de façon récurrente et les résultats obtenus par les auteurs sont présentés dans le paragraphe suivant.

1.2.3.1 Paramètres intrinsèques

a) Effet de la température d'austénitisation

L'université de la "Case Western Reserve" est le premier laboratoire à avoir étudié l'influence de la température d'austénitisation sur la tenue de l'acier H13 aux sollicitations de fatigue thermique. Pour leurs travaux, Benedyk et al [39] ont étudié l'effet de quatre températures d'austénitisation (955°C, 1010°C, 1065°C et 1120°C) avec trois niveaux de dureté différentes (45HRc, 48HRc et 52HRc). Graham et al [46], se sont quant à eux limités à une gamme de dureté plus restreinte (54HRc et 47HRc) et ont testé près de 7 niveaux de température d'austénitisation, entre 1010°C et 1150°C. Dans les essais effectués par les auteurs, seule la température maximale du cycle thermique change. Quelle que soit la valeur de ce paramètre, les résultats obtenus montrent que la température d'austénitisation a un effet significatif sur la fissuration du matériau.

Les travaux de Benedyk et al. (1970), ainsi ceux de Graham et al. (1974), constituent les premiers résultats sur cette étude [39-40]. Selon les deux auteurs :

- plus la température d'austénitisation (Taus) est élevée, plus l'initiation des fissures est lente,
- l'augmentation de la température d'auténitisation diminue la vitesse de propagation des fissures.

Par contre, Malm et al, ont rapporté que dans le cadre de leurs essais sur l'acier H13 par induction haute fréquence (cf. § 1.2.3.1), la valeur de la température d'austénitisation n'avait pas d'effet sur le faïençage [42].

Comme il sera souligné au paragraphe 1.3, une analyse plus approfondie de tous ces résultats est nécessaire pour comprendre et interpréter ces différences.

b) Effet de la dureté

En terme de résistance aux sollicitations de fatigue thermique, le niveau de dureté optimum généralement reconnu pour l'acier H13 est de 48HRc [6, 39, 42]. Benedyk et al. [39], ont étudié trois niveaux de dureté: 45HRc, 48HRc, et 52HRc. Les résultats obtenus en terme de longueur maximum moyenne et de densité de fissure, concernant l'acier H13 ayant subi un traitement thermique conventionnel avec une austénitisation à 1010°C, sont représentés dans les figures 1.2 et 1.3. Les courbes obtenues montrent que le traitement à 48HRc améliore ''la résistance à la fatigue thermique'' et ceci comparativement aux valeurs obtenues à 45HRc et 52HRc. L'auteur explique que l'évolution bénéfique des résultats entre 45HRc et 48HRc est due à la résistance au revenu supérieure du H13 traité à ce niveau de dureté. En outre, la ténacité pouvant influencer la propagation des fissures, la baisse des performances de l'acier à 52HRc peut être la conséquence d'une ténacité à la rupture du matériau plus faible.

Benedyk et al. n'ayant pas défini la "résistance à la fatigue thermique", il est difficile de savoir si leurs interprétations s'appliquaient à la phase d'amorçage et/ou à celle de propagation des fissures. Toutefois, la figure 1.2 montrent que la dureté n'a pas d'effet sur le nombre de cycles à l'amorçage des fissures de fatigue thermique. Par conséquent, la "résistance à la fatigue thermique" pourrait désigner l'aptitude du matériau à résister à la propagation des fissures. C'est ce que semble indiquer les résultats obtenus en terme de densité moyenne de fissures (figure 1.3), la vitesse de propagation des fissures pour l'acier traité à 48HRc étant dans tous les cas la plus lente.

La méthode d'exploitation de ces résultats d'essais est assez complexe et cette complexité justifie qu'elle soit ici présentée. Elle consiste à observer toutes les fissures formées aux quatres coins de l'éprouvette. A chaque coin, seules les fissures comprises dans une zone pré-définie étaient quantifiées. La zone d'observation fait 7mm de long suivant l'axe de l'échantillon et elle est centrée sur la mi-hauteur de l'éprouvette. Les longueurs de fissures sont mesurées à l'échelle x100 au microscope optique, puis classés par intervalles de 50µm : 0-50µm, 100-150µm, … A l'issus des observations, le nombre de fissures enregistrées et la longueur moyenne mesurée sont répertoriés par classe. A partir de ce mode opératoire, deux paramètres d'endommagement ont alors définis :

- la longueur maximum moyenne amoy : il s'agit de la moyenne faite sur les plus grandes fissures, pour chaque coin de l'échantillon. La moyenne est donc calculée quatre fois. Elle caractérise la résistance au fissuration « macroscopique ».
- **la densité moyenne** $\rho_{moy} = \sum na_{moy}^2$: pour chaque classe de longueur des fissures, le produit du nombre de fissures (n) par le carré de la longueur moyenne (a_{moy}) était réalisé. La densité moyenne était alors définie comme étant la somme de tous les produits n. a_{moy}^2 .



Figure.1.2 : Influence de la dureté sur la fissuration de **l'acier H13** en fonction de la longueur moyenne $(T_{aus} = 1010 \degree)$ [d'après 39]



Figure.1.3 : Influence de la dureté sur la fissuration de l'acier H13 en fonction de la densité $(T_{aus} = 1010 \degree C)$ [d'après 39]

1.2.3.2 Paramètres extrinsèques

a) Effet de la température maximale

Parmi les références étudiées, Malm est l'un des seuls à avoir cherché à mesurer l'influence de la température maximale du cycle thermique sur la durée de vie de la nuance H13, les résultats obtenus sont reportés sur la figure 1.4 [42, 44]. En augmentant la température maximale du cycle thermique, l'auteur a constaté une croissance de plus en plus importante du réseau de fissures. Ohrberg et al. ont également constaté ce phénomène [26]. La modification des propriétés mécaniques et microstructurales du matériau à ces niveaux de température est la principale raison de cette évolution. Il est bien connu que le module d'Young et la limite élastique de l'acier H13 diminuent drastiquement quand la température augmente au-dessus de 500°C. De ce fait, dans ces conditions de cyclage thermique, plus la température maximale est élevée, plus l'amplitude de déformation plastique cyclique est importante. D'ou la croissance du réseau de fissuration avec l'élévation de la température maximale en surface. La perte de résistance au revenu est d'autant plus importante que la température est élevée, que le temps passé à chaud est long et que l'amplitude des sollicitations mécaniques est grande. Dans le cadre des travaux de Malm, le dépassement de la température du dernier revenu pourrait donc constituer un facteur aggravant dans le comportement et l'endommagement de l'acier étudié. Rousseau et al. ont observé le même effet de la température maximale sur un acier de nuance H11, mais enrichi en tungstène. En outre, les auteurs ont constaté que "la température minimale" des cycles n'influence pas « la résistance à la fatigue thermique », au moins dans l'intervalle 100°C à 200°C" [32].



Figure.1.4 : Influence de la température maximale de cycle sur le taux de faïençage [d'après 42]

b) Cycle de refroidissement

Deux paramètres caractéristiques de la phase de refroidissement d'un cycle thermique peuvent être modifiés : la vitesse, et le moyen utilisé pour le refroidissement. Malm a étudié l'effet de ces deux paramètres en appliquant les cycles de refroidissement présentés dans le tableau 1.4. Les résultats obtenus pour une température maximum de cyclage de 750°C sont reportés sur la figure 1.5.

Refroidissement	Tmax (°C)	Tmin (°C)	durée de chauffage (sec)	durée de refroidissement (sec)
air	~ 719	20	0.2	~ 50
eau	~ 812	20	0.2	~ 1

Tab.1.4 : Cycles thermiques effectués par chauffage HF [d'après 42]

En terme de résistance à la propagation des fissures de fatigue thermique, il est apparu que l'acier H13 s'endommageait moins lorsque le refroidissement par eau était utilisé. Selon l'auteur, ce résultat est la conséquence du temps passé à haute température. En effet, alors qu'au bout d'une seconde, la surface extérieure de l'échantillon refroidie par eau était à température ambiante, celle de l'éprouvette refroidie par air se trouvait à des températures plus élevées [42]. La perte de la résistance au revenu est donc dans ce cas plus importante (voir paragraphe précédent), d'où l'endommagement plus marqué de la surface de cet échantillon. Ceci étant, la conclusion de ces auteurs n'est pas accompagnée par des calculs thermo-mécaniques.



Figure 1.5 : Influence du mode de refroidissement sur le taux de faïençage [d'après 42]

c) Environnement

L'environnement d'essai auquel sont exposées les éprouvettes de fatigue thermique est fixé par le principe de l'essai (moyens de chauffage et de refroidissement), et les niveaux de température atteints

sur la surface extérieure de l'échantillon. Parmi les publications répertoriées, tous les essais de fatigue thermique réalisés ont abouti à la formation d'une couche d'oxyde sur la surface externe des éprouvettes. Manson rapporte qu'en production, "l'apparition d'une couche en surface due à l'oxydation ou à une autre interaction chimique avec l'environnement (...) se produit" [35]. Selon le même auteur, "l'oxydation est connue pour être encore une source importante de l'instabilité de la surface" :

- La formation de couche d'oxydes ou de composés inter-métalliques nécessite le déplacement des atomes constituant le substrat (l'acier dans notre cas) vers la surface extérieure, puis l'interaction de ces éléments avec ceux de l'environnement [35]. Il y a donc modification de la composition chimique du matériau dans une couche proche de la surface extérieure (appelée sub-surface). Cet appauvrissement de la matrice est appelé réduction en éléments d'alliage par Howes [36]. Celui-ci suppose que cette réduction locale peut abaisser la résistance du matériau, pour former ainsi un site possible d'amorçage.
- 2. Les oxydes étant souvent fragiles, une fois les fissures amorcées, celles-ci peuvent se propager plus facilement dans le substrat [35].
- 3. Une fois les fissures amorcées dans le substrat, des oxydes peuvent se former à l'intérieur de ces fissures. Manson & Howes ont souligné le facteur aggravant que constituait ce phénomène pour la résistance du matériau en fatigue thermique [35-36]. En effet, la présence d'oxyde ou de tout autre composé, dans une fissure, empêche son mouvement libre (ouverture, fermeture), notamment en tête de fissure. Cette superposition de nouvelles contraintes à celles imposées par le cyclage thermique peut, selon Howes, accélérer la propagation de cette fissure. Benedyk et al. ont également constaté la présence d'oxydes à la fois en surface des éprouvettes et dans les fissures de fatigue thermique [39]. L'analyse de ces oxydes leur a permis d'identifier deux couches : la première principalement composée d'oxyde.

La croissance puis l'endommagement d'une couche fragile (oxyde, intermétallique) formée sur la surface extérieure d'un moule ou d'une éprouvette, semble donc être un facteur important pour la tenue aux sollicitations de fatigue thermique.

1.3 Conclusion

A travers cette synthèse bibliographique, nous pouvons noter que les moyens d'essai de fatigue thermique se distinguent essentiellement les uns des autres par le mode de chauffage utilisé. L'environnement, déterminé par le mode de chauffage et de refroidissement, est donc dans chaque cas bien particulier. En outre, chaque auteur a utilisé un cycle thermique qui lui est propre [39-40, 42, 46]. En conséquence les cyclages thermiques (vitesse de chauffage, vitesse de refroidissement, température maximale,...) et l'environnement sont différents, ce qui rend les comparaisons difficiles de plus plusieurs paramètres varient d'une configuration d'essai à une autre. Ainsi, il paraît aujourd'hui difficile de conclure sur le comportement en fatigue thermique de l'acier H13.

L'analyse de la bibliographie est très délicate. En effet, dans la plupart des cas, les investigations ne sont pas accompagnées par des analyses thermo-mécaniques appropriées, à l'exemple du comportement élastoplastique. Souvent, la définition de la résistance à la fatigue thermique ne dissocie pas la résistance à l'amorçage et la résistance à la propagation. Une grande confusion et controverse des résultats rapportés dans la littérature viendrait de l'introduction et l'utilisation des éprouvettes « coin » [31], ou la présence de congé favorise un amorçage plus au moins rapide selon les conditions de test de fatigue thermique. Egalement, ce type d'éprouvette permet une étude plus simple de la propagation de fissure, mais souvent l'évaluation de fissure n'est pas poursuivie pour des longueurs de fissures plus élevées où l'on pourrait détecter des ralentissements de propagation des fissures dans ce type d'éprouvettes. En outre, les analyses mécaniques pour rationaliser la propagation des fissures manquent.

Le thème de ce travail est d'étudier les mécanismes de dégradation des outillages de fonderie sous pression d'aluminium soumis à des chocs thermiques répétés en vue d'identifier les paramètres qui limitent leur tenue en service. L'objectif essentiel consiste à mener une étude scientifique de l'influence des paramètres mécaniques et microstructuraux sur l'endommagement des moules en fonderie sous pression d'aluminium. Nous chercherons en particulier à répondre à plusieurs questions industrielles et scientifiques qui se posent encore :

Industrielle

- Quels sont les mécanismes qui conduisent à la dégradation des caractéristiques mécaniques des aciers de moule en sollicitation thermo-mécanique ?
- Les traitements de dureté des moules et les traitements de surface peuvent-ils retarder l'endommagement des moules. De combien de cycles ?
- Quel est l'effet d'application de potéyage (eau+huile)?

Scientifique

- Réponse du matériau à une sollicitation thermo-mécanique, X38CrMoV5, en FT (différentes températures, temps de chauffage très rapide, niveau de contrainte).
- Rôle de l'interaction avec l'environnement.

Chapitre 2 : Matériau et procédures expérimentales





Chapitre 2 : Matériau et procédures expérimentales

2.1 Présentation du matériau	20
2.1.1 Composition chimique	
2.1.2 Traitement thermique	
2.1.3 Microstructure	
2.1.3.1 état recuit	
2.1.3.2 état trempé revenu	
2.1.4 Propriétés thermomécaniques	
2.1.5 Adoucissement cyclique	
2.2 Essai de fatigue thermique	33
2.2.1 Prélèvement des éprouvettes	
2.2.2 Banc de fatigue thermique	
2.2.2.1 Chauffage par induction	
2.2.2.2 Montage	
2.2.2.3 Mesures thermiques	
a) Système d'acquisition de donnée	
b) Mesure des températures en surface	
c) Mesure des températures en profondeur	
2.2.2.4 Cycle thermique	
2.2.3 Méthodologie d'essai	
2.3 Techniques de caractérisation	43
2.3.1 Analyses en surface	
2.3.1.1 observations microscopiques	
2.3.1.2 Quantification du réseau de faïençage par analyse d'image	
2.3.2 Analyses destructives	
2.3.2.1 Préparation métallographique	
2.3.2.2 Analyse de la microstructure	
2.3.2.3 Mesure de microdureté	47
2.4 Conclusion	48

2.1 Présentation du matériau

2.1.1 Composition chimique

Cette étude concerne l'acier à outils pour travail à chaud X38CrMoV5 (SMV3). Ce matériau a été acheté à la société AUBERT & DUVAL à l'état recuit, sous forme de barreaux de diamètres 20mm, 40mm, 70mm et 87mm. La composition chimique de la nuance commerciale SMV3 livrée est reportée dans le tableau 2.1.

Elément (%)	С	Si	Mn	S	Р	Cr	Мо	V	Fe
X38CrMoV5	0.396	0.94	0.36	< 0.003	0.009	5.05	1.25	0.47	balance

Tableau.2.1 – Composition chimique de la nuance X38CrMoV5 (% massique) [45]

2.1.2 Traitement thermique

Le traitement thermique des barreaux de diamètres 40mm et 70mm a été réalisé par la société BALZERS (Gamme BALITHERME STRUCTURE). Il comporte quatre étapes [44] :

- 1. une <u>austénitisation</u> à une température voisine de 990°C sous vide pendant 60 minutes. Cette étape permet la mise en solution des carbures primaires de la microstructure.
- 2. une <u>trempe à gaz neutre</u>. Cette étape permet d'obtenir une microstructure composée essentiellement de martensite primaire et d'austénite résiduelle [16].
- un <u>premier revenu</u> à une température de 544°C sous vide pendant une durée de 90 minutes (figure 2.1.a). Ce revenu a pour effet d'augmenter la ductilité de la martensite primaire et de transformer l'austénite résiduelle en martensite secondaire.
- 4. un <u>deuxième revenu</u> à une température de 595°C (respectivement 600°C) sous vide pendant 65 minutes (figure 2.1.b). Ce deuxième revenu a essentiellement pour effet de conférer au matériau la dureté souhaitée, par coalescence des carbures secondaires. La dureté des échantillons est comprise entre 47 ± 1HRc (et respectivement 42 ± 1HRc).



Figure.2.1 : Cycles thermiques des revenus [44]

2.2.2 Microstructure

Analyse par microsonde

La microsonde Camebax SX50 est utilisée comme système de microanalyse à sélection de longueur d'onde. Elle permet l'analyse des éléments situés à partir du bore avec une sensibilité de quelques ppm à 100%. Le faisceau est réglable de 100 pA à 5 µA. Les analyses sont effectuées sous forme de filiations.

Afin de déterminer le profil de la variation de la concentration des éléments sur les lèvres d'une fissure en profondeur, les éléments Si, Mn, Cr V, P, S, Mo et Fe ont été analysés sur les éprouvettes de fatigue thermique. Les conditions opératoires sont les suivantes :

- analyse de l'ouverture de la fissure en surface jusqu'en tête de fissure en profondeur,
- le premier point d'analyse est situé à 100µm de la surface, puis les suivants sont réalisées avec un pas de 100µm : la taille de spot est de 20µm.
- les limites de détection des éléments sont donnée dans le tableau 2.6 :

Elément	Si	Mn	Cr	V	Мо	Р	S
limite de détection (ppm)	138	146	125	126	247	83	89

Tableau.2.6 : Limite de détection des éléments par microsonde.

2.1.3.1 Etat recuit

A l'état recuit, les aciers à outils pour travail à chaud de haute qualité sont caractérisés par une microstructure faiblement hétérogène [47] (cf. §-1.1.2). Les observations microstructurales (voir annexe A) mettent en évidence selon, l'échelle d'observation, une structure composée :

- d'une décarburation en surface sur une profondeur d'environ 1.2mm,
- des hérédités de trempe qui n'ont pas été complètement anéanties,
- des gros carbures de tailles différentes (figure 2.2). Les carbures sont plutôt alignés dans la structure des barreaux de diamètre 70mm, contrairement aux barreaux de 40mm ou les carbures sont plus réduits.
- des bandes blanches et noires relativement marquées à cœur (macroségrégation).

D'après ces observations on peut conclure que la structure à l'état recuit est une structure à légère ségrégation des carbures [12], Selon des planches micrographiques types d'une structure de recuit, la **livraison d'acier est acceptable** [48-49].



Figure 2.2 : Structure avec des carbures globulaires à l'état recuit (MEB)

2.1.3.2 Etat trempé revenu

L'acier étudié présente une microstructure formée essentiellement par une matrice à l'état revenu et qui, du point de vue des propriétés mécaniques, présente un compromis entre une ductilité et une limite d'élasticité convenables [7-9]. Les observations microstructurales mettent en évidence, selon l'échelle d'observation, une structure composée :

- de lattes martensitiques à orientations aléatoires (figure 2.3.a),
- d'une forte densité de carbures,
- des carbures interlattes (allongés) précipitant aux joints de lattes, et de carbures globulaires à l'intérieur des lattes (figure 2.3.b),
- des bandes blanches et noires (macroségrégation) (figure 2.3.c).
- d'une forte densité de dislocations [18, 29, 50],



(1x1 mm²) au cœur de la structure

Figure 2.3 : Structure de l'acier trempé revenu à 47HRc : (a) en lattes martensitiques à orientation aléatoire (état trempé revenu, MEB) (b) avec des carbures allongés ; carbures globulaires dans les lattes (état trempé revenu, MEB) [18] (c) en bandes blanches et noires (élément de Cr, état trempé revenu, Microsonde) Les carbures de la microstructure (état trempé revenu) ont été caractérisés par Microscopie Electronique à Transmission [18], hors du cadre de cette étude :

- les carbures globulaires de grande taille sont riches en chrome (type M₂₃C₆) et présentent une structure cubique à faces centrées (CFC) avec un paramètre de maille de 10.62Å et une taille moyenne de 390nm.
- les carbures globulaires de petite taille sont des carbures de vanadium (type MC) et présentent une structure cubique à faces centrées (CFC) avec un paramètre de maille de 4.09Å et une taille moyenne de 22nm.
- les carbures allongés sont riches en fer (type M_3C) et présente une structure orthorombique avec des paramètres de maille de a = 4.48Å; b = 5.09Å; c = 6.85Å et d'une taille moyenne de 24nm.

Le profil de la concentration des éléments de Si, Mn, Cr, Mo, P, S, Fe et de la microdureté mesurée en profondeur sont montrés dans la figure 2.4, les conditions d'analyse sont reportées dans (cf. §-2.3.2.2) :

- les bandes blanches et noires sont identifiées respectivement par un pourcentage massique élevé (un pic) et un pourcentage massique faible (une vallée) des éléments d'alliage de l'acier.
- les hétérogénéités de la concentration moyenne des éléments sont attribuées à une macroségrégation importante pour les éléments de Si, Mn, Cr, et V (figure 2.4.),
- l'état recuit montre une tendance entre la variation de la microdureté observée et la concentration des éléments (figure 2.4.a). En revanche, aucune tendance à l'état trempé revenu puisque la concentration des éléments reste hétérogène alors que la dureté est très homogène suivant l'épaisseur, donc le revenu n'affecte pas l'hétérogénéité des profils des éléments d'acier (figure 2.4.b).

Les oscillations autour du profil de la concentration moyenne des éléments ont fait l'objet d'une étude statistique (figure 2.5) :

- écart type sur l'analyse des élément à la microsonde (figure 2.5.a).
- la distances interbandes est de 210 ^{±20} μm pour l'ensemble des éléments. Le traitement de revenu a une influence marquée sur cette distance pour les éléments de Mo, Mn, Cr, et P (figure 2.5.b),
- la concentration minimale, moyenne et maximale des éléments d'acier (figure 2.5.c),





Figure 2.4 : Evolution de la concentration (en % massique) de : (1) Si, (2) Mn, (3) Cr, (4) V (a) état recuit (microsonde)

(b) état trempé revenu (microsonde)



Figure 2.5 : Etude statistique sur la concentration des éléments d'acier :

(a) écart type

(b) distance moyenne d'interbandes

(c.1 & c.2) concentration minimale, moyenne et maximale (Si, Mn, Cr, V)

2.1.4 Propriétés thermomécaniques

Les aciers à outils pour travail à chaud sont caractérisés par une résistance mécanique élevée, et présentent une bonne résistance à l'oxydation et à la corrosion. Les propriétés les plus importantes pour la résistance à la fatigue anisotherme sont : la limite élastique (R_P), le module d'élasticité (E), le coefficient de dilatation thermique (α), la conductivité thermique (λ) [51], la diffusivité thermique (α)

Les essais de traction réalisés à différentes températures et duretés sur la nuance X38CrMoV5 (H11) montrent que la limite d'élasticité conventionnelle à 0.2% diminue avec l'augmentation de la température. La résistance à la traction diminue également. L'augmentation de la dureté confère une limité élastique et une résistance à la traction plus élevée au matériau (figure 2.6.a) [28, 52-53].

Il est souhaitable que le module d'élasticité (E) du matériau soit le plus faible possible, car des modules plus élevé implique des contraintes thermo-mécaniques plus élevées. Les valeurs moyennes de E pour l'acier sont représentées en fonction de la température sur la figure 2.6-b. Elle montre que le module d'élasticité (E) diminue avec l'élévation de la température (de 20°C à 700°C, E passe de 215MPa à 100MPa)₁₆₀₀



Figure.2.6 : (a) L'évolution de la limite élastique et de la résistance à la traction de l'acier en fonction de T [52] (b) Module d'élasticité de l'acier X38CrMoV5 (SMV3) en fonction de la température [28, 52-53].

Une méthode de régression linéaire est utilisée afin d'obtenir les courbes d'écrouissage, la technique de dépouillement des courbes de traction est reportée en annexe B.

$$\boldsymbol{\sigma}(T) = f(\boldsymbol{\epsilon}_{pl}(T)), \qquad \text{avec } \boldsymbol{\epsilon}_{pl}(T) = \boldsymbol{\epsilon}_{tot}(T) - \boldsymbol{\sigma}(T) / \boldsymbol{\epsilon}(T)$$
(2.1)

Les résultats sont présentés sur la figure 2.7, elle montre une diminution de la contrainte d'écoulement avec l'augmentation de la température. L'augmentation de la dureté confère une contrainte d'écoulement plus élevée au matériau. Ces résultats seront utilisés dans le chapitre 3.



Figure.2.7 : L'évolution de la contrainte en fonction de la déformation plastique à différentes températures : (a) X38CrMoV5-42HRc, (b) X38CrMoV5-47HRc

Les propriétés thermophysiques du matériau sont extraites, pour la plupart, de la littérature [27, 54-55]. Ces propriétés sont données en fonction de la température sur la figure 2.8. Elle montre qu'entre 20°C à 700°C le coefficient de dilatation thermique augmente avec la température (α passe de 11.5x10⁻⁶ K⁻¹ à 15.2x10⁻⁶ K⁻¹), que la masse volumique diminue (ρ passe de 7847 kg.m⁻³ à 7596 Kg.m⁻³), et que la chaleur spécifique augmente aussi avec la température (C_P passe de 482 J.Kg⁻¹.K⁻¹ à 860 J.Kg⁻¹.K⁻¹).

Enfin, une conductivité thermique élevée provoque des gradients thermiques moins importants et par conséquent des contraintes plus faibles. Des mesures de conductivité thermique ont été réalisées au centre Energétique de l'EMAC pour trois niveaux de dureté. Les résultats montrent que la conductivité thermique n'est presque pas influencée par la variation de la dureté (figure 2.9).

Puisque les transferts de chaleur sont rapides et instationnaires en fonderie sous pression d'aluminium, il est important de connaître la diffusivité thermique a (= λ/ρ .C_p) a en fonction de la température. Celle ci est donnée sur la figure 2.10 à partir des données de λ , ρ et C_p.







Figure.2.8.b : Propriétés physiques de l'acier X38CrMoV5 (SMV3): Masse volumique [27, 54-55].



Figure.2.8.c : Variation de la chaleur spécifique de l'acier X38CrMoV5 (SMV3) [27, 54-55].



Figure. 2.9 : Evolution de la conductivité thermique de l'acier X38CrMoV5 (SMV3) en fonction de la



Figure. 2.10 : Evolution de la diffusivité thermique de l'acier X38CrMoV5 (SMV3) en fonction de la température.
2.1.5 Adoucissement cyclique

Dans ce paragraphe, l'attention a été portée sur le comportement cyclique de l'acier X38CrMoV5 dans différents essais : la fatigue isotherme (LCF) [19], la fatigue thermo-mécanique (FTM) [28] et la fatigue thermique (TF) [27]. Les essais LCF et FTM ont montré que l'acier possède un régime d'adoucissement s'illustrant par une diminution continue des contraintes extrêmes de traction et de compression pour une déformation totale imposée ou à une augmentation de la déformation plastique à contrainte imposée. L'adoucissement correspond à une diminution cyclique de la résistance de l'acier due à une évolution de la microstructure [28]. L'essai de FT a montré un adoucissement cyclique que se manifeste par une diminution de la dureté en fonction du nombre du cycles [27, 56-57].

Les essais de fatigue LCF isotherme ont montré que l'acier présente un adoucissement cyclique important dans le domaine de faible durée de vie [19]. La figure 2.11 illustre la forme de cet adoucissement. Elle montre la variation de la contrainte maximale (de traction) en fonction du nombre de cycles à différentes températureset à différentes fréquences d'essai. On observe que l'adoucissement est d'autant plus marqué que la température d'essai est élevée et que la fréquence est faible [52].



Figure. 2.11 : Adoucissement en isotherme (LCF) en fonction du nombre de cycle [52] : (a) influence de la température (b) influence de la fréquence d'essai X38CrMoV5 (SMV3), traité à 47HRc.

Pour la plupart des essais LCF et TMF, l'adoucissement cyclique est confirmé par la diminution de la microdureté mesurée post mortem [19, 28, 52]. Les essais LCF isothermes à 600 et 650°C et TMF à 650°C ont montré que la chute de dureté était accélérée par le cyclage mécanique. Au contraire, pour des températures inférieures à 550°C, aucune diminution significative de la microdureté n'a été observée.

Les essais de fatigue thermique ont montré que l'acier X38CrMoV5 présente un adoucissement cyclique important pour des températures maximales élevées [27, 56]. La figure 2.12 montre la variation de la dureté en fonction de la profondeur pour différents essais de FT. On constate une baisse de dureté importante pour des températures maximales du cycle thermique élevée et pour des faibles durées de chauffage pour une température maximale du cycle thermique constante ($T_{max} = 650^{\circ}$ C), ainsi pour une dureté élevée.



Figure. 2.12 : Chute de dureté en fonction de la profondeur – X38CrMoV5 :

(c) Influence de la dureté

Profondeur (mm)

3

650°C - 47HRc - 20000cycles

650°C - 42HRc - 20000cycles

5

4

7

6

En effet dans des études antérieures ont montré que les mécanismes microscopiques majeurs responsables de l'adoucissement (diminution de la limite élasticité) du matériau sont [18] :

l'arrangement et la diminution de la densité de dislocation,

-20

-30 L 0 (c)

1

2

la coalescence des carbures.

32

3.1 Essai de fatigue thermique

2.2.1 Prélèvement des éprouvettes

Les essais de FT ont été menés sur des éprouvettes cylindriques tubulaires, d'une épaisseur de 10mm dans la zone utile (figure 2.13), développées au CROMeP de l'Ecole des Mines d'Albi [27]. L'usinage de ces éprouvettes a été effectuée par la société RIBERE (mécanique de précision). La surface extérieure de chaque éprouvette, de diamètre 30mm, est polie de façon à obtenir une rugosité par un Ra= 0.2µm. La surface intérieure est rectifiée.



Figure 2.13 : Schéma des éprouvettes tubulaires de fatigue thermique (dimensions en mm).

Les éprouvettes ont été prélevées et usinées à partir de barreaux cylindriques de dimensions \$\overline{40x100mm}\$. La figure 2.14 montre une vue d'ensemble d'une éprouvette-type en X38CrMoV5 à côté d'un des barreaux à l'état trempé revenu.



Figure 2.14 : Prélèvement et usinage des éprouvettes de fatigue thermique en X38CrMoV5.

2.2.2 Banc de fatigue thermique

2.2.2.1 Chauffage par induction

Le chauffage par induction permet de chauffer l'éprouvette sans contact : plongée dans un champ électromagnétique, elle s'échauffe par effet Joule. L'induction crée un gradient de puissance dissipée dans le matériau, avec une certaine profondeur de pénétration, des courants induits donnés par l'équation (2.2). L'avantage de ce mode de chauffage réside dans la puissance disponible et les vitesses de chauffe très rapides.

La figure 2.15 montre le schéma de principe d'une installation de chauffage par induction. A partir du réseau électrique (50Hz), un convertisseur permet de créer des courants électriques à la fréquence souhaitée, un boîtier adaptateur (ou condensateurs) permet d'ajuster la tension, et un inducteur (bobine) permet de générer le champ électromagnétique dans lequel est située l'éprouvette à chauffer. Nous travaillons avec un générateur apériodique de marque CELES. La fréquence générée par la triode s'adapte aux conditions du circuit. Dans nos conditions expérimentales f= 115 kHz, pour un réglage précise au tableau 2.2.

σe= 3.19 . 10⁶ s/m

 $\mu r = 4.\pi$. 10⁻⁷ J / s².°C².m¹

 μ_0 = 100 à 500 pour un acier



figure.2.15 : schéma de principe d'une installation de chauffage par induction [58]

$$\delta = \sqrt{\frac{1}{\pi\sigma_e \mu f}} \tag{2.2}$$

avec σ_e la conductivité électrique, $\mu = \mu r$. μ_0 la permittivité de la charge. Dans notre cas, la profondeur de pénétration des courants induits est de l'ordre de 100 μ m.

2.2.2.2 Montage

Le banc de fatigue thermique du CROMeP, est basé sur le principe d'un chauffage par induction et d'un refroidissement à l'air libre [38]. Deux vues d'ensemble de l'installation sont présentées (figures 2.16 et 2.17).

Un générateur haute-fréquence CELES, d'une puissance nominale de 25kW avec une plage de fréquence 80–300kHz, permet d'atteindre des températures de l'ordre de 700°C sur la surface extérieure des échantillons. Le refroidissement de la face externe est réalisé par air statique, c'est–à–dire par "refroidissement naturel". Le refroidissement de la surface interne des éprouvettes est réalisé par circulation d'eau, avec un débit constant de 20 l/min et une température moyenne de 20°C.

Une fois la fréquence de travail choisie, il faut assurer le transfert de chaleur entre la bobine et l'éprouvette afin d'obtenir la puissance nécessaire pour atteindre les températures souhaitées. C'est lors de cette étape que l'on définit la géométrie et les caractéristiques de la bobine afin que l'impédance du circuit soit adaptée à celle du générateur. La partie utile de nos éprouvettes présente une forme tubulaire de 40 mm de long. La puissance active *P* transmise à cette géométrie est donnée par la formule suivante, d'après le théorème de Poynting [58] :

$$P = \frac{1}{\sigma} \frac{H_s^2}{\delta} S F$$
 (2.3)

Dans notre cas P est déterminée étant égale à **x** (kW)

avec H_s valeur efficace du champ magnétique H à la surface du matériau, S la surface traversée par P et F le facteur de transmission de puissance active. C'est un coefficient correcteur empirique, dépendant de la géométrie de l'éprouvette. Le tableau 2.2 montre les paramètres électromagnétiques de l'installation.

inducteur (mH)	Capacité (µf)	Résistance (m Ω)		
0.0004	1.320	67		

générateur

armoire de commande électrique



circuit d'eau de refroidissement

inducteur

Système d'acquisition de température

circuit de refroidissement

porte

échantillon

Figure 2.16 : Vue générale de l'installation de fatigue thermique



Figure 2.17 : Eprouvette et bobine d'induction

bobine d'induction

échantillon

2.2.2.3 Mesures thermiques

a) Système d'acquisition de données

Le temps de chauffage le plus court des éprouvettes de fatigue thermique est inférieur à une seconde. Nous avons donc dû développer un système d'acquisition de données rapide avec stockage des données sur micro-ordinateur. Le système d'instrumentation modulaire utilisé est le PXI-1002 de chez National Instruments (NI). Ce dernier est lié à un conditionneur de signal SCXI-1000 qui permet d'amplifier les signaux faibles, de les isoler et de les filtrer pour obtenir des mesures plus précises (figure 2.18). Un logiciel d'acquisition de données a été développée avec le logiciel LabView (version 6.1) [59]. Il permet d'acquérir et d'enregistrer en continu et sur plusieurs voies la température en fonction du temps. La fréquence d'échantillonnage retenue est de 400Hz afin d'avoir un bon compromis entre le bruit de la mesure du signal et la précision des informations enregistrées. Les thermocouples utilisés sont de type K, de diamètre 0.1mm et 0.2mm soudés respectivement sur la surface et en profondeur de l'éprouvette. Le tableau 2.3, montre la précision de mesures de température calibré.



Figure.2.18 : Système d'acquisition de données et courbes température-temps

n° de voies	0	1	2	3	4	5	6	7
Erreur	0	±2	± 4	±3	± 4	± 5	± 3	± 4
n° de voies	9	10	11	12	13	14	15	16
Erreur	±3	± 4	±5	±3	± 2	±1	±3	±6
n° de voies	17	18	19	20	21	22	23	24
Erreur	±5	± 4	± 1	± 4	±3	± 2	±3	± 4

Tableau.2.3 – Précision de mesure de température dans chaque voie

b) Mesure des températures en surface

Afin de connaître les cycles thermiques et la fluctuation de la température en surface, une éprouvette (appelée éprouvette témoin) a été spécialement instrumentée en surface à l'aide de thermocouples de type K de diamètre 0.1mm. Ces thermocouples ont été placés sur quatre génératrices de l'éprouvette : huit thermocouples sur une "zone utile" de 20mm et seize thermocouples hors zone utile, (figure 2.19). Les cycles thermiques obtenus au centre de l'éprouvette sont présentés dans le §-2.2.2.3. Cependant, le réglage du générateur d'induction se fait par un thermocouple de référence et la variation de la température ΔT est mesurée entre chaque thermocouple et le thermocouple de référence. La variation a été réalisée à différents instants des cycles temps- température. Une différence de température inférieure à 10°C entre le milieu et les extrémités a été obtenue au long de la partie utile de l'éprouvette au cours d'un cyclage thermique (exp. cycle 100-650°C, figure 2.20). Pour les autres cycles thermiques voir les résultats reportés en C2.







Figure.2.20.a : La répartition de la température en surface de l'éprouvette à différents instants : Cycle thermique 100°C - 650°C et 1.2s - 17s, chauff age de 100°C à 650°C



D (mm)

Figure.2.20.b : La répartition de la température en surface de l'éprouvette à différents instants : Cycle thermique 100°C - 650°C et 1.2s - 17s, refroi dissement de 650°C à 100°C

c) Mesure des températures en profondeur

Afin de valider les cartes thermiques obtenues par simulation numérique en profondeur (voir chapitre 3), l'éprouvette témoin est instrumentée par des thermocouples de type K chemisés de diamètre extérieur 0.2mm. Les points de mesure sont situés à 0.8, 1.85, 2.9, 3.95, 5.0, 6.05, 7.10 et 8.15mm par rapport à la surface de l'éprouvette comme indiqué sur la figure 2.21. Les mesures ont été effectuées pour différentes températures maximales (puissance de chauffage constante, maximale) et différentes durées de chauffage (puissance de chauffage variable) et température maximale constante. La figure 2.22, montre un exemple des courbes temps-température mesurées pour un chauffage rapide. On peut se rendre compte de la vitesse de propagation du front de chaleur et de l'atténuation du pic de température dans la profondeur. La figure 2.23 montre que l'éprouvette est plus chaude pour des températures maximales élevées (de 500°C à 685°C, la température passe de 248°C à 390°C pour une profondeur de 2.9mm) et des gradients thermiques plus importants pour des faibles durée de chauffage (de 6.5s à 1.2s, ΔT passe de 164°C à 266°C pour une profondeur de 2.9mm), (figure 2.25).



Figure.2.21 : Implantation des thermocouples sur éprouvette témoin (en profondeur)



(a) puissance de chauffage maximale, (b) puissance de chauffage variable

2.2.2.4 Cycle thermique

Le cycle thermique est piloté par un contrôleur de température Eurotherm (modèle 900HP) qui donne la consigne P(t) pour une durée déterminée, puissance à la surface de l'éprouvette pendant l'essai. Des thermocouples nickel-chrome/nickel-aluminium de type K et de diamètre 0.1mm soudés sur la surface de l'éprouvette sont utilisés afin de mesurer l'évolution de la température en fonction du temps.

Le tableau 2.4 présente l'ensemble des cycles thermiques en surface étudiés pendant cette étude. La température minimale du cycle thermique (T_{min}) a été maintenue constante à 100°C pour tous les essais, alors que la température maximale (T_{max}) a été variée entre 500°C et 685°C. Selon l'essai, la durée de chauffage varie avec une puissance maximale entre 0.7 et 1.6 secondes (cf. tableau 2.4.a) (YH = 100%) de la puissance disponible dans la configuration précisée dans le tableau 2.4.a. Pour une même température maximale, la durée de chauffage peut être changée en modifiant la puissance délivrée par le générateur (cf. tableau 2.4.b). La figure 2.24 montre les cycles thermiques enregistrés au centre de l'éprouvette pour une puissance de chauffage maximale (a) et variable (b), on observe que la pente de chauffage dT/dt est identique pour la puissance de chauffage maximale et qu'elle change avec la variation de la puissance de chauffage.

Le réglage des paramètres du cycle thermique (positionnement de l'éprouvette par rapport à la bobine, puissance du générateur, durée de chauffage et de refroidissement) est réalisé sur une éprouvette témoin, instrumentée par plusieurs thermocouples sur la surface (cf. §-2.2.2.4). Un gradient de température Δ T inférieur à 10°C est obtenu dans la **zone utile** au centre de l'éprouvette (20mm) (figure 2.25). Une fois ces paramètres fixés, l'éprouvette d'essai est remplacée par l'éprouvette témoin sur le porte-échantillon. Cette éprouvette est instrumentée par un thermocouple de contrôle soudé sur la surface au centre de l'éprouvette dans la partie inférieure (repérée sud), (figure 2.26). Elle est portée à 100°C (température de préchauffage) pendant 5 minutes, puis l'essai est lancé.

Zone utile : c'est la zone où les gradients thermiques sont négligeables (une différence de la température ΔT en surface inférieure à 10°C), figure 2.19.

			j						
Température minimale (°C)				100					
Température maximale (°C)	500	550	575	600	625	650	685		
temps de chauffage (s)	0.7	0.9	0.95	1.0	1.1	1.2	1.6		
temps de refroidissement (s)	13.7	14.5	14.8	15	16	17	22		
Puissance du générateur (%)				100					

a – puissance du générateur maximale

		<u> </u>								
Température minimale (°C)		100								
Température maximale (°C)	6	00								
temps de chauffage (s)	1.0	3.7	1.2	2.0	3.7	6.5				
temps de refroidissement (s)	15	22	17	20	22	30				
Puissance du générateur (%)	100	75	100	90	77	60				
temps de refroidissement (s) Puissance du générateur (%)	15 100	22 75	17 100	20 90	22 77	30 60				

b - puissance du générateur variable

Tableau.2.4 – Cycles thermiques étudiés



Distance en surface (mm)

CONFIDENTIELLE - CTIF-FAC-EMAC



thermocouple de contrôle

Figure 2.26 :Implantation du thermocouple de contrôle sur l'éprouvette d'essai.

2.2.3 Méthodologie d'essai

Deux types d'essais ont été réalisés. Des essais dits "interrompus" et "continus". Les essais interrompus permettent de suivre l'évolution de la surface des éprouvettes au cours du cyclage (couche d'oxyde, micro et macro-fissuration) (cf. §-2.3.1.1 et §-2.3.1.2). Les essais continus sont destinés à une analyse destructive permettant de déterminer l'adoucissement et la propagation des fissures en profondeur (cf. chapitre4). Le tableau 2.5 montre le nombre de cycles à l'arrêt pour les essais interrompus (a) et continus (b). Typiquement une trentaines d'éprouvettes ont été testées, 115 observations en surface ont été réalisées et 17 observations en profondeur.

Une fois le réglage des paramètres du cycle thermique choisi effectué, l'éprouvette témoin est remplacée par une éprouvette d'essai, le cycle démarre. Après un certain nombre de cycles préalablement déterminé (cf. tableau 2.5), l'éprouvette est démontée pour être observée. A la fin de l'essai on dispose des éléments qui montrent l'histoire de l'endommagement des éprouvettes de fatigue thermique (en surface, en profondeur).

Tmax (°C)	Dureté HRc	tch (s)		N (cycle)															
500		0.7		5000				20000			ļ	50000			100000				
550	47	0.9	30				30000					80000							
575		0.95	3000		5000		7500		10000		150	30000		00 4		1 0000		50000	
	42	1.0	2500	3	3500	500	0	750	7500		000	25	5000	40	000	50	000		60000
600		1.0	10	000		15000			200	.0000			55000		80		3000	0	
	47	3.7	3000		500	00 7500			100	300		30000) 40		000 5		50	0000	
625		1.1	10000)	1500	00	20000			25000			30000		40	40000		50)000
	42	1.2	1000	2	2000	3000 50		500	00	75	00	1(0000	12	500	15	000		20000
	47	1.2	1000	1	500	250	0	500	00	75	00	1(0000	12	500	15	000		20000
(50	47	2.0	1000	1500	2000) 25	500	3000	0	4000	5000		7500	1000	00 1	2500	150	00	20000
650	42	3.7	1700	2	2000	300	0	500	00	100	000	12	12500 15		000	20	20000		30000
	47	3.7	1700	2	2000	300	0 5000 10000	000	12	2500	15	000	20	000		30000			
	47	6.5	2000	3	3000	500	0	7500		100	000	15	5000	20	000	40	000		50000
(05	42	1.6	500		750			1000		12	50		1500) 2		.000		3	000
685	47	1.6	500	750			1000		1250			1500 2		000		3	000		

Tableau.2.5.a – Nombre de cycle à l'arrêt d'essai de fatigue thermique : essais interrompus

Tmax (°C)	Dureté HRc	tch (s)		N (c <u>.</u>	ycle)				
600	47	1.0	60000	700	70000 80000				
	42	1.2	5000	10000	15000		20000		
650		1.2	5000	5000 10000 150			20000		
	47	3.7	10000	200	20000		30000		
685		1.6	2000	30	00	5000			

Tableau.2.5.b - Nombre de cycles à l'arrêt d'essai de fatigue thermique : essais continus

4.1 Techniques de caractérisation

2.3.1 Analyses en surface

2.3.1.1 Observations microscopiques

L'éprouvette est observée en cours de cyclage au Microscope Optique (MO) et Microscope Electronique à Balayage (MEB), de façon à déterminer :

- la longueur des macrofissures et de suivre leur évolution en fonction du nombre de cycle thermique. Le grossissement de x 60 est utilisée pour les observations macroscopique à la loupe binoculaire.
- la morphologie de la couche d'oxyde (MEB, x 2000, BSE).
- l'initiation du réseau de faïençage, par la réalisation des cartographies au centre de l'éprouvette et sur la génératrice (cf. § - 2.3.1.2).
- l'amorçage des macrofissures dans la zone utile en surface de l'éprouvette (cf. § 2.2.2.3).

Des exemples de micrographies sont présentées sur la figure 2.27.





(b)

Figure 2.27 : Micrographies réalisées au MEB du réseau sur la surface d'un échantillon :

(a) réseau de faïençage

(b) initiation d'une macrofissure

2.3.1.2 Quantification du réseau de faïençage par analyse d'image

L'analyse de l'évolution des paramètres du réseau de faïençage est effectuée à l'aide d'un logiciel de traitement d'images appelé Aphelion. L'objectif de cette analyse est de décrire quantitativement la morphologie du réseau de faïençage. La procédure comporte quatre étapes :

 a) observation au MEB d'une surface faïencée, et réalisation d'une cartographie par acquisition de 9 champs-image jointifs au grossissement x 250, représentant une surface équivalente de 0.8mm² (figure 2.28).



Figure 2.28 : Cartographie du réseau de faïençage : (a) cartographie (9 champs-image assemblés) (b) réseau détecté

- b) décalquage manuel du réseau de fissuration et scannérisation du réseau
 A l'issue de la numérisation la résolution des images est de 0.6 microns / pixel, pour une taille d'image d'environ 1700 x 1250 pixels.
- c) analyse des cartographies numérisées

le traitement appliqué comporte différentes étapes :

- seuillage du réseau de faïençage,
- squelettisation du réseau,
- extraction des points triples du réseau (nœuds),
- extraction des cellules de faïençage par inversion logique de l'image du réseau.

Ce traitement est enregistré sous forme d'un algorithme automatisé et réalisé par S. Le roux en concertation avec F. Rézaï-Aria et F. Medjedoub.

d) exploitation des résultats

Les paramètres extraits sur le réseau de faïençage permettent de déterminer :

- la densité de faïençage : rapport de la surface des fissures à la surface analysée.

$$\rho = \frac{L_c \cdot r_{moy}}{S \cdot 1000} \tag{2.4}$$

 ρ : densité de faïençage (mm/mm²), r_{moy} : résolution moyenne (µm/pixel)

Lc : longueur cumulée de la fissure (pixel), S : taille de la zone analysée (mm²)

- la topologie des cellules de faïençage : nombre moyen de voisins (ou de faces) des cellules de faïençage,
- Compacité des cellules : mesure les écarts à la forme carrée (la compacité varie entre 0 et 1, et la compacité d'un carré parfait est égale à 1).

Cet algorithme est utilisé tel quel pour les réseaux de faïençage dans l'oxyde et des macrofissures.

2.3.2 Analyses destructives (en coupe des éprouvettes)

2.3.2.1 Préparation métallographique

A la fin d'un l'essai de fatigue thermique, la surface de l'éprouvette est métallisée par la pulvérisation cathodique d'une fine couche d'or, puis le dépôt électrochimique d'une couche de nickelage, afin de protéger la couche d'oxyde. L'éprouvette est découpée transversalement en deux parties de façon à permettre l'observation de la microstructure en **profondeur** (figure 2.30.a). La partie à observer est enrobée dans une résine thermodurcissable, et polie successivement par des papiers SiC et de suspensions diamantées (figure 2.30.b).



(a) découpée, (b) enrobée et polie

2.3.2.2 Analyse de la microstructure

Après enrobage et polissage, les échantillons subissent une attaque chimique avec une solution de Nital (solution de 96% d'éthanol avec 4% d'acide nitrique) pour révéler leur microstructure. La durée d'attaque variant entre 30 à 60 secondes, sa qualité est vérifiée au microscope optique.

Les observations au microscope optique permettent de quantifier les longueurs des fissures longues (G x 30) en profondeur (en coupe). Les fissures courtes (G x 200) et l'épaisseur de la couche d'oxyde (G x 2000) sont observées au MEB. La figure 2.31 montre un exemple de l'épaisseur de la couche d'oxyde et des fissures courtes pénétrant dans le métal. L'analyse chimique de la microstructure est effectuée par EDS (analyseur par dispersion d'énergie).



Figure 2.31 : (a) Couche d'oxyde et fissure courte en profondeur (MEB, BSE). (b) Spectre EDS sur la couche d'oxyde tel que positionnée sur (a)

2.3.2.3 Mesure de microdureté

La mesure de dureté est effectuée avec un microduromètre MICROMET 2001 (BUELHER). Il permet de réaliser des empreintes Vickers, sous différentes charges de 25g à 1000g. Le système de mesure associé calcule directement la dureté (Hv) moyen sur une séries de mesures dont le nombre est prédéfini. La dureté est mesurée sont réalisées sous une charge de 200g. Un exemple de résultat de la variation de la dureté en profondeur est donné sur la figure 2.32. Il montre une chute de dureté après des cycles de fatigue thermique sur une profondeur de 3mm. Conditions d'essais 100-650°C, Φ =4.81MW/m².



Figure 2.32 : Evolution de la microdureté en Hv (en profondeur) Cycle thermique 100-650°C, tch= 1.2s, Φ = 4.81MW/m², N=15000 cycles

5.1 Conclusion

L'acier à outils de travail à chaud X38CrMoV5 (SMV3) et la procédure expérimentale d'essai de fatigue thermique FT ont été présentés dans ce chapitre. L'acier est caractérisé par sa grande résistance à haute température (limite d'élasticité et résistance à la traction) ce qui conduit cet acier à appartenir à la classe des aciers résistant aux chocs thermiques.

En ce qui concerne sa microstructure, l'acier X38CrMoV5 contient un pourcentage convenable de chrome et des éléments carburigènes qui lui confère une bonne stabilité de la microstructure à haute température et une bonne résistance à l'oxydation. La microstructure à l'état trempé revenu, est constituée des lattes martensitiques avec des "carbures interlattes" précipitant aux joints de lattes et d'une macroségrégation des éléments de Si, Mn, Cr et V. Deux niveaux de dureté sont utilisés dans cette étude 42 et 47HRc.

Des essais LCF isothermes et FTM et FT anisothermes réalisés aux CROMeP ont mis en évidence un adoucissement cyclique de l'acier X38CrMoV5. L'adoucissement augmente avec l'augmentation de la température et la diminution de la fréquence d'essai.

Le banc d'essai de FT développée au CROMeP a été adopté pour des essais de FT en laboratoire destinés à la fonderie sous pression d'aluminium. Des essais de FT en puissance de chauffage maximale et variable (vitesse de chauffage différente) sont réalisés. Une éprouvette tubulaire d'épaisseur de 10mm est utilisée. Un champ uniforme de température est imposé sur la longueur utile de l'éprouvette. Cette dernière est chauffée par induction et refroidie naturellement.

Les cycles thermiques T-t sont mesurés à différentes profondeur d'une éprouvette témoin, par la suite ils sont utilisés pour des analyses thermiques des éprouvettes de fatigue thermique (chapitre 3).

Plusieurs cycles thermiques ont été choisis pour étudier l'effet de la température maximale ($T_{max} = 500, 550, 575, 600, 625, 650$ et 685°C) et l'effet de la puissance de chauffage ($\Phi_{max} = 4.81, 3.93, 2.78$ et 2.13MW/m²). La température minimale a été maintenue constante à 100°C pour tous les essais.

Chapitre 3 : Simulation numérique



Chapitre 3

Simulation numérique

3.1 Introduction 49
3.2 Méthodologie du calcul par éléments finis
3.2.1 Conditions aux limites (calculs thermique et mécanique)
3.2.2 Calcul thermique
3.2.3 Calcul mécanique54
3.2.4 Calcul adimensionnel55
3.3 Résultats d'analyses EFM60
3.3.1 Calcul thermique60
3.3.2 Calcul mécanique62
3.3.3 Etude paramétrique65
3.3.3.1 Distribution des contraintes et des déformations en surface65
a) Effet de la température maximale65
b) Effet de la puissance de chauffage66
c) Effet de la dureté67
3.3.3.2 Distribution de température et de contrainte en profondeur70
a) Effet de la température maximale72
b) Effet de la puissance de chauffage (vitesse de chauffage)72
c) Effet de la dureté73
3.3.3 Bilan de l'étude paramétrique76
3.4 Conclusions

3.1 Introduction

Ce chapitre porte sur la détermination de l'évolution du champ Températures, Contraintes, Déformations avec le temps (TCDt) dans les éprouvettes de fatigue thermique. Ces paramètres thermomécaniques sont nécessaires pour mieux comprendre l'endommagement et la durée de vie des aciers étudiés.

Les paramètres contrôlant la durée de vie en fatigue thermique (FT) sont soit extrinsèques soit intrinsèques. Les paramètres extrinsèques peuvent être modifiés soit en changeant les caractéristiques du cycle thermique (température maximale (Tmax) et/ou température minimale (Tmin), vitesse de chauffage et/ou de refroidissement) pour une géométrie donnée [63-67], soit en modifiant la géométrie d'éprouvette et en maintenant les mêmes caractéristiques du cycle thermique [64-65, 89]. Les paramètres intrinsèques sont liés aux propriétés thermo-physiques et thermomécaniques des matériaux (par exemple, le coefficient de dilatation thermique, le module d'élasticité, taille et l'orientation des grains, etc.). Nous étudions dans ce travail, l'effet de Tmax et la vitesse de chauffage (paramètres extrinsèques) et la dureté du matériau (paramètres intrinsèques). Le changement de la dureté se manifeste par un changement de courbe d'écrouissage. Le choix de ces variations répond à ce qu'on attend dans les moules de fonderie sous pression (FSP). En effet, la température de moule reportée dans tous les points du dernier ne reçoivent pas la même puissance calorifique (densité de flux de chaleur) de la part du métal coulée. Par conséquent le pic de température n'est pas régulier, ni n'est atteint au même instant. Dans la littérature nous avons lu des températures comprises entre 500 et 630°C [60, 63]. En outre, la vitesse de remplissage des moules de FSP varie dans une large gamme (1 à 5 m/s). Cela a un impact sur la puissance de chauffage du moule et sur la durée du processus thermique [68-69].

Par ailleurs, les sollicitations thermiques et mécaniques ne sont pas directement accessibles en FT et doivent être déterminées par des analyses et des simulations numériques aux éléments finis thermomécaniques [70-73]. Nous avons calculé le champ TCDt par des analyses thermo-élasto-plastiques.

Dans un premier temps, nous déterminons la distribution thermique dans l'éprouvette. Dans un deuxième temps, nous calculons la distribution des contraintes et des déformations mécaniques au sein de l'éprouvette.

3.2 Méthodologie du calcul par éléments finis

La simulation numérique au FEM est réalisée par ABAQUS[™] en résolution implicite [74-75]. Les calculs sont conduits selon les étapes suivantes en considérant l'éprouvette FT axisymétrique:

 Un quart de l'échantillon est donc maillé par des éléments axisymétriques linéaires de type Diffusive Heat Transfer Elements (DCAX4) à quatre nœuds pour les calculs thermiques et des éléments CAX4T à deux degrés de liberté pour les calculs mécaniques, Figure 3.1. Le maillage est réalisé à l'aide du logiciel IDEAS. Le maillage est affiné en sous surface, sur une épaisseur de 1 mm. Les mailles en surface ont une taille de 15 μm. Le maillage comprend 6000 éléments et 6400 nœuds (figure 3.1).



Figure.3.1 : Maillage de l'éprouvette de fatigue thermique (IDEAS.™)

- 2. Le calcul thermique : il consiste à résoudre l'équation de la chaleur en considérant les conditions aux limites imposées (densités de flux et coefficients d'échange de chaleur). La température initiale de tous les éléments est fixée à T =100°C. Les résultats d'analyses thermiques sont comparés à ceux meurés par des thermocouples implantés dans l'éprouvette FT témoin (cf. chapitre 2). Les densités de flux de chaleur sont estimées, comme conditions aux limites, grâce à une approche adimentionnelle [76]. La connaissance de la température en surface à un instant connu permet de retrouver directement la valeur de la densité de flux, pourvu que celle-ci reste uniforme. Un affinement est ensuite réalisé manuellement. Les résultats de calculs FEM et de calculs normalisés sont comparés (§-3.3.2 [76]).
- 3. Le **calcul thermomécanique:** il utilise les cartes thermiques obtenues en (2) à différents instants de cycle thermique pour calculer les contraintes et déformations temoprelles pour chaque élement. Il s'agit de calculs thermoelastoplastiques avec un couplage faible.

La figure 3.2 présente l'organigramme de la méthodologie des calculs thermomécaniques entrepris.



Figure 3.2 : Méthodologie de calcul

3.2.1 Conditions aux limites (calculs thermique et mécanique)

Les conditions aux limites thermiques et mécaniques sont les suivantes :

(i) Thermique

- flux thermique Φ_i : suivant la direction \vec{e}_r , simulant l'effet du chauffage par induction. La frontière d'application est : $\partial \Omega_{\phi}$ (cf. schéma 3.3).
- flux de radiation $A(T^4 T^4_{\infty})$: avec le coefficient d'émissivité A = 0.88. La frontière d'application est $\partial \Omega_{\phi} + \partial \Omega_r$.
- **flux de convection libre** $h_{air}(T T_{\infty})$: suivant la direction e_r , simulant le refroidissement externe de l'éprouvette à l'air libre. La frontière d'application est $\partial \Omega_{CVair} = \partial \Omega_{\phi} + \partial \Omega_{r} + \partial \Omega_{e}$. Le coefficient d'échange thermique utilisé est $h_{air} = 20W/m^2$.K et la température de l'air ambiant est 25°C comme rapporté par [27].
- **flux de convection forcée** $h_{eau} (T T_{\infty})$: suivant la direction $\overrightarrow{e_r}$, simulant le refroidissement par la circulation continue d'eau à l'intérieur de l'éprouvette. La frontière d'application est $\partial \Omega_{CVeau}$, le coefficient d'échange thermique utilisé est $h_{eau} = 12.6 \ kW \ m^{-2} \ K^{-1}$ et la température d'eau est 20°C (cf. annexe C1).
- flux thermique nul : sur le plan de symétrie $\partial \Omega_c$.

(ii) Mécanique

- encastrement mécanique : suivant la direction \vec{e}_z . La frontière d'application est $\partial \Omega_c$.
- libre partout ailleurs et dans toutes les directions.





3.2.2 Calcul thermique

L'équation de la chaleur en régime transitoire sans terme source s'écrit :

$$\forall M \in \Omega, \qquad \rho(T) \ C_p(T) \frac{\partial T}{\partial t} = div \left(\lambda(T) \ \overrightarrow{grad} T \right)$$
(1)

où $\rho(T)$ est la densité thermique, $\lambda(T)$ la conductivité thermique et $C_P(T)$ la chaleur spécifique du matériau. Les conditions aux limites et initiales sont les suivantes figure 3.3):

- conditions initiales à t=0 $\forall M \in \partial \Omega_T$ $T(M) = T_i(M)$ (2) $T(r, \theta, z) = T_0 = 100^{\circ}\text{C}$ - flux imposé (condition de Neumann) : $-\lambda(T) \overrightarrow{grad} T \cdot \overrightarrow{n} = \Phi_0$ en chauffage (3) $\forall M \in \partial \Omega_{\Phi} - \lambda(T) \overrightarrow{grad} T \cdot \overrightarrow{n} = h_{air}(T - T_{\infty}) + A(T^4 - T^4_{\infty}) \text{ sur } \partial \Omega_{CVair}$ en refroidissement (4)

- flux de convection (conditions mixtes): $\forall M \in \partial \Omega_{CV}, -\lambda(T) \overrightarrow{grad} T. \overrightarrow{n} = h(T) (T - T_{\infty})$ (5)

Les propriétés thermo-physiques en fonction de la température sont introduites dans le calcul thermique (cf. §-2.1.4). Les conditions thermiques imposées sont résumées à la figure 3.4.



Une nouvelle approche est proposée et utilisée dans les calculs thermiques (cf. 3.2.4). En effet, les densités de flux de chaleur initiales à introduire ont été estimées par une méthode adimensionnelle (approche normalisée) décrite ci-dessous. L'échantillon est divisé en tranches. Pour chaque tranche, la densité de flux de chaleur est estimée par la méthode inverse en utilisation les courbes températures-temps mesurées par des thermocouples implantés dans l'éprouvette témoin. Ensuite, ces flux sont ajustés pour optimiser les calculs thermiques par FEM.

3.2.3 Calcul mécanique

En l'absence de forces extérieures (Fext) appliquées, le champ de déplacement (U) et le champ de contrainte ($\mathbf{\sigma}$) s'écrivent sur le domaine (Ω) par les équations suivantes :

$$div\,\overrightarrow{\sigma} = \overrightarrow{0} \qquad \qquad \forall M \in \Omega \tag{6}$$

Les conditions aux limites se résument à celles en (figure 3.5):

$$\vec{U} \cdot \vec{e_z} = 0 \qquad \forall M \in \partial \Omega_c \quad \text{conditions aux limites en déplacement} \qquad (7)$$

$$\vec{\sigma} \cdot \vec{n} = 0 \qquad \forall M \in \partial \Omega \quad \text{conditions aux limites en contrainte} \qquad (8)$$

Le comportement est supposé thermo-élastoplastique avec écrouissage isotrope en petites déformations avec la partie thermoélastique linéaire :

$$\sigma = \frac{E(T)}{1+\nu} \varepsilon + \frac{E(T)\nu(T)}{(1-2\nu)(1+\nu)} tr(\varepsilon)I - 3K(T)\alpha(T)\Delta T I$$
(9)

avec

$$K(T) = \frac{2 \mu(T) + \lambda^{*}(T)}{3} \qquad \qquad \mu(T) = \frac{E(T)}{2(1 + \nu(T))} \qquad \qquad \lambda^{*} = \frac{\nu(T) E(T)}{(1 + \nu(T))(1 - 2\nu(T))}$$

où E(T) est le module d'Young, α (T) le coefficient de dilatation thermique et ν (T) le coefficient de Poisson.

Le critère d'écoulement considéré est le critère de Von Mises de type relation Hollomon :

$$\sigma_{eq} = K \varepsilon_{eq}^n \tag{10}$$

où σ_{eq} et ϵ_{eq} sont respectivement la contrainte et la déformation d'écoulement équivalente.

La relation entre tenseur des déformations $\mathbf{\mathcal{E}}$ et le champ de déplacement, $\vec{\mathcal{U}}$ s'écrit alors :

$$\varepsilon = \frac{1}{2} \left(g \overrightarrow{rad} U + g \overrightarrow{rad} U^{t} \right)$$
(11)

Les courbes d'écrouissage sont introduites à différentes températures en introduisant des couples contraintes-déformations plastiques issus des essais de traction (cf. chapitre 2).



Figure.3.5 : Conditions mécaniques imposées du modèle

3.2.4 Calcul adimensionnel

Cette approche consiste à normaliser les calculs thermiques et mécaniques en considérant un certain nombre de paramètres géométriques et caractéristiques du cycle thermique. Le choix de ces variables permet en effet une bonne résolution des sollicitations thermomécaniques en connaissant le flux thermique sans passer par des considérations détaillées des conditions du contact (coefficient d'échange thermique, différence de température). Le calcul peut se faire sur des plaques ou un cylindre [76]. Il s'agit des calculs estimatifs semi-analytiques du flux thermique imposé et les contraintes thermoélastiques d'origine thermique [76]. Dans notre cas, la géométrie adoptée est un cylindre infini d'épaisseur $E_P = rext - rint$ (figure 3.6.a).



Figure.3.6 : (a) géométrie et conditions aux limites, et (b) flux thermique imposé

Il est considéré que le matériau est élastique avec des propriétés thermo-physiques indépendantes de la température. Le cylindre reçoit une densité de flux thermique $\Phi(t)$ sur sa surface chaude. L'évolution de $\Phi(t)$ présente la forme d'une fonction en escalier avec un maximum Φ_{max} imposé sur une durée τ (figure 3.6.b). La surface froide de cylindre ($\partial \Omega_{ad}$) est en contact avec un fluide de température constante initiale Tfl = Ti = 0 et avec un coefficient d'échange, hfl.

Le problème de transfert thermique s'écrit alors par l'équation de Fourier comme suit :

$$\frac{1}{r}\frac{\partial}{\partial r}\left(r\frac{\partial T}{\partial r}\right) - \frac{1}{a}\frac{\partial T}{\partial t} = 0 \qquad \forall M \in \partial \Omega_{ad}$$
(12)

où $a = \frac{\lambda}{\rho C_p}$ est la diffusivité du matériau.

En considérant l'absence d'effort extérieur, les conditions initiales et aux limites sont:

$$\forall \mathbf{r}, \boldsymbol{\theta} \qquad \qquad \mathbf{T}(\mathbf{r}, \boldsymbol{\theta}) = \mathbf{T}_0 = \mathbf{0} \tag{13}$$

- surface chaude :
$$-\lambda \frac{\partial T}{\partial r} = \Phi(t)$$
 (14)

- surface froide
$$-\lambda \frac{\partial T}{\partial r} = -h\left(T(r_{\text{int}}) - T_{fl}\right) = -hT(r_{\text{int}})$$
(15)

- pas de contrainte lorsque $T(r, \theta) = T_0$ (16)

les contraintes estimées à partir de l'équation d'équilibre dans un cylindre sont [90-91] :

$$\sigma_{rr} = -\frac{\alpha \cdot E}{(1-\nu) \cdot r^2} \int_{r_{int}}^{r} T(r,t) \cdot r \cdot dr + \frac{E}{2(1+\nu)(1-2\nu)} C_1 - \frac{E}{(1+\nu)} C_2$$
(16)

$$\sigma_{\theta\theta} = \frac{\alpha \cdot E}{(1-\nu) \cdot r^2} \int_{r_{int}}^{r} T(r,t) \cdot r \cdot dr - \frac{\alpha \cdot E}{1-\nu} T(r,t) + \frac{E}{2(1+\nu)(1-2\nu)} C_1 + \frac{E}{(1+\nu) \cdot r^2} C_2$$
(17)

$$\sigma_{zz} = \nu . (\sigma_{\theta\theta} + \sigma_{rr}) - E.\alpha.T(r,t)$$
⁽¹⁸⁾

les constantes C1 et C2 sont déterminées avec les conditions aux limites en considérant la contrainte radiale nulle en rint et rext, $\mathbf{\sigma}$ rr(rint) = $\mathbf{\sigma}$ rr(rext) = 0

Une fois le champ de température connu les contraintes sont estimées par les équations d'équilibre dans les conditions de déformation plane et en appliquant les conditions initiales et les conditions aux limites pour un cylindre infini, [76, 88]:

$$\sigma_{rr}(r,t) = -\frac{E\alpha}{(1-\nu)^2 \cdot r^2} \int_{r_{int}}^r T(r,t) r \, dr - \frac{1}{r_{ext}^2 - r_{int}^2} \frac{E\alpha}{(1-\nu)} \frac{\left(r^2 - r_{int}^2\right)}{r^2} \int_{r_{int}}^{r_{ext}} T(r,t) r \, dr \qquad(19)$$

$$\sigma_{\theta\theta}(r,t) = -\frac{E\alpha}{(1-\nu) \cdot r^2} \int_{r_{int}}^r T(r,t) r \, dr - \frac{E\alpha}{1-\nu} T(r,t) + \frac{1}{r_{ext}^2 - r_{int}^2} \frac{E\alpha}{(1-\nu)} \frac{\left(r^2 + r_{int}^2\right)}{r^2} \int_{r_{int}}^{r_{ext}} T(r,t) r \, dr \qquad(20)$$

$$\sigma_{zz} = \nu \cdot \left(\sigma_{\theta\theta} + \sigma_{rr}\right) - (1-\nu) \cdot T(r,t) \qquad(21)$$

Les paramètres de réduction des variables choisis sont : le flux thermique (Φ_{max}), la conductivité thermique du matériau (λ), la diffusivité du matériau (a) et le rayon extérieur (rext) [76] :

$$t^{+} = \frac{kt}{r_{ext}^{2}}, \quad r^{+} = \frac{r}{r_{ext}}, \qquad \Phi^{+} = \frac{\Phi(t)}{\Phi_{max}} \qquad h^{+} = \frac{h r_{ext}}{\lambda}$$

$$\sigma^{+}(r^{+}, t^{+}) = \frac{\sigma(r, t)}{\frac{E\alpha}{1-\nu} \frac{\Phi_{max}r_{ext}}{\lambda}}, \qquad T^{+}(r^{+}, t^{+}) = \frac{T(r, t)\lambda}{\Phi_{max}r_{ext}}$$
(20)

L'équation de la chaleur (6) devient :

$$\frac{1}{r^{+}}\frac{\partial}{\partial r^{+}}\left(r^{+}\frac{\partial T^{+}}{\partial r^{+}}\right) - \frac{\partial T^{+}}{\partial t^{+}} = 0$$
(21)

Les équations aux limites deviennent :

$$-\frac{\partial T^{+}}{\partial r^{+}} = \Phi^{+}(t^{+}) = 0 \quad o\dot{u} \quad 1$$
$$-\frac{\partial T^{+}}{\partial r^{+}} = -h^{+} \quad T^{+}(r^{+}, t^{+})$$

Les deux équations (18) et (19) deviennent :

$$\sigma_{rr}^{+}(r^{+},t^{+}) = -\frac{1}{r^{+^{2}}} \left[\frac{\left(1-E_{p}^{+}\right)^{2}-r^{+^{2}}}{\left(1-E_{p}^{+}\right)^{2}-1} \int_{1-E_{p}^{+}}^{1} r^{+}T^{+}(r^{+},t^{+}) dr^{+} + \int_{1-E_{p}^{+}}^{r^{+}} r^{+}T^{+}(r^{+},t^{+}) dr^{+} \right]$$
(23)
$$\sigma_{\theta\theta}^{+}(r^{+},t^{+}) = \frac{\left(1-E_{p}^{+}\right)^{2}-r^{+^{2}}}{r^{+^{2}}} \int_{1-E_{p}^{+}}^{1} r^{+}T^{+}(r^{+},t^{+}) dr^{+} + \frac{1}{r^{2}} \int_{1-E_{p}^{+}}^{r^{+}} r^{+}T^{+}(r^{+},t^{+}) dr^{+} - T^{+}(r^{+},t^{+}) dr^{+} - T^{+}(r^{+},t^{+}) dr^{+} + \frac{1}{r^{2}} \int_{1-E_{p}^{+}}^{r^{+}} r^{+}T^{+}(r^{+},t^{+}) dr^{+} - T^{+}(r^{+},t^{+}) dr^{$$

$$\sigma_{zz}^{+} = \nu \cdot \left(\sigma_{\theta\theta}^{+} + \sigma_{rr}^{+}\right) - (1 - \nu) \cdot T^{+}(r, t)$$
(25)

Une fois les équations (21), (23) et (24) résolues, on obtient un champ de température-contrainte. La figure 3.7 illustre les résultats de calculs thermomécaniques réduits, à différents instants et pour plusieurs coefficients d'échange ainsi que différentes épaisseurs. Avec ce champ, il est possible de déduire directement la température et les contraintes thermiques à partir des équations (20).





La détermination du flux thermique Φ_{max} et de la contrainte thermique σ_{max} en fin de chauffage est illustrée à la figure 3.7, pour le cycle thermique et des variables adimensionnelles suivants :

- température maximale	$Tmax = 650^{\circ}C$
- température minimale	Tmin = 100°C
- durée du chauffage	τ=tch = 1.2 s

- variation maximale de température atteinte au moment au
- valeur normalisée de la température
- Les grandeurs indépendantes de la température utilisées sont :
- κ =7. 10⁻⁶ m²/s, λ =30 W/mK, α=13. 10⁻⁶ k⁻¹, E= 180GPa
- La contrainte thermique normalisée au moment τ peut être directement extraite de la figure 3.7,

 $\sigma_{\max}^{+} = \sigma^{+}(\tau^{+}) = 0.13494.$

FARID MEDJEDOUB

En considérant les dimensions des éprouvettes de FT, on obtient à partir de l'équation (20) la densité de flux thermique appliquée pendant le chauffage en tenant compte les températures T_{max} et T_{max}^+ :

$$\boldsymbol{\varPhi}_{\max} = \frac{T_{\max}}{T_{\max}^+} \frac{\lambda}{r_{ext}} = 4.90 \text{ MW/m}^2$$

La contrainte thermique s'exprime alors sous la forme :

$$\sigma_{\max} = \sigma^+(\tau^+) \frac{E\alpha}{1-\nu} \frac{\Phi_{\max}.r_{ext}}{\lambda} = 1215 \text{ MPa}$$

 $\Delta T_{\text{max}} = 650 - 100 = 550^{\circ}\text{C}$ $T_{\text{max}}^{+} = T^{+}(\tau^{+}) = 0.21275$

3.3 Résultats d'analyses EFM

Les résultats des calculs thermiques et thermoélastoplastiques dans la partie utile et en profondeur de l'éprouvette de FT sont raportés (les contraintes et les déformations) selon deux directions principales : longitudinales (σ_{zz} , σ_{zz}) et circonférentielles ($\sigma_{\theta\theta}$, $\sigma_{\theta\theta}$), figure 3.8.



Figure 3.8 : Directions principales : longitudinale $\vec{e_z}$ et circonférentielle $\vec{e_a}$

3.3.1 Calcul thermique

La figure 3.9 présente le flux thermique maximum en surface pour différentes températures maximales et différentes durées de chauffage. Elle montre que pour les essais à Tmax=500°C à 685°C, la puissance de chauffage (densité de flux de chaleur) au centre de l'éprouvette est quasiment constante: $\Phi_{max} = 4.81$ MW/m². Pour les essais à vitesse de chauffage différentes (même Tmax) la densité de flux de chaleur Φ_{max} au centre de l'éprouvette varie respectivement de 2.13MW/m² à 4.18MW/m² pour des vitesse des chauffages de 6.5s à 1.2s.



Figure.3.9.a : Flux thermique estimé par le calcul semi-analytique Pour différente température maximale (de 500℃ à 685℃)



Figure.3.9.b: Flux thermique estimé par le calcul semi-analytique pour différentes durée de chauffage (de 1.2s à 6.5s)

Comme cela a été montré sur l'éprouvette instrumentée (cf. annexe C2), les cycles température temps sont mesurés sur deux plans situés à une distance de 10 mm de deux côtés de plan médian de l'éprouvette, et comparés à des distances 2.9, 6.05 et 8.15 mm de la surface externe (cf. figure 2.24). La comparaison entre les mesures et les simulations FEM montre un écart *E* de 2 à 7% sur toute l'éprouvette selon les cycles thermiques. La figure 3.10 compare les résultats de mesure et de la simulation FEM (cycle stabilisé) pour différentes T_{max} et durées de chauffage, montrant une bonne concordance entre les cycles température temps mesurés et calculés tant en surface qu'en profondeur. Les vitesses de chauffage et T_{max} sont reproduites de manière satisfaisante (E_{max}= 3%) (cf. annexe C3). Les simulations FEM des cartes thermiques sont donc utilisées pour les calculs mécaniques.



Figure.3.10.a : Comparaison des cartes thermiques mesurées et simulées (cycle stabilisé) en profondeur pour une puissance de chauffage constante, maximale



Figure.3.10.b : Comparaison des cartes thermiques mesurées et simulées (cycle stabilisé) en profondeur pour différente vitesse de chauffage (puissance de chauffage différente)

3.3.2 Calcul mécanique

Dans un premier temps, des résultats de calculs semi-analytiques et FEM sont comparés en considérant un comportement thermoélastique. La figure 3.11 montre l'évolution de la contrainte minimale en fin de chauffage en fonction de T_{max}. On remarque que la valeur de la contrainte en compression augmente d'une façon linéaire avec T_{max} (de 500 à 650°C). La $\sigma_{\theta\theta}$ passe de -1150 MPa à -1280 MPa (calcul FEM) et de -1000 MPa à -1215 MPa (calcul semi-analytique). On observe respectivement des écarts de E500-550= 12% et E600-650= 5% à basse et à haute températures. Cet écart est sans doute lié à l'absence de prise en compte des variations des propriétés thermo physiques avec la température dans l'approche semi-analytique.



Figure.3.11 : Comparaison des contraintes thermo-élastiques en fin de chauffage obtenues par le calcul semi-analytique et le calcul par éléments finis (au centre de l'éprouvette)

Dans un deuxième temps, la calcul élastoplastique au FEM avec un écrouissage isotrope est apportée. Le choix d'un écrouissage isotrope est justifié par le fait que l'amplitude de la déformation mécanique étudiée est très faible. Des essais FTM réalisés à des déformations comparables mais supérieures à celles des essais de TF montrent que l'évolution de la contrainte (adoucissement cyclique) est lente (faible). De même les essais de fatigue isotherme à ces niveaux de déformation ne sont pas réalisés et donc il nous a semblé raisonnable de négliger dans un premier temps l'effet Bauschinger (écrouissage cinématique).

La figure 3.12 représente un exemple de boucle d'hystérésis contrainte-déformation mécanique calculée avec les FEM pour le premier et le deuxième cycle et/ou le cycle stabilisé de FT de X38CrMoV5 (essai 100-650°C avec une durée de chauffage de 1.2s, 47HRc). Ce sont des boucles pour l'élément critique 6513 qui se trouve au plan médian de la surface externe.

(i) Durant le **premier cycle chauffage**, le cyclage de FT commence à Tmin avec une contrainte et une déformation mécanique nulle (point A). Ensuite l'échantillon est chauffé à Tmax et soumis à une contrainte en compression (chemin AC). Pour la plupart des essais étudiés, un pic de contrainte en compression est obtenu à des déformations mécaniques intermédiaires (entre $\mathcal{E}_{méc}$ = -0.31% et $\mathcal{E}_{méc}$ = -0.476%) et aux alentours de 500°C environ (point B). Au-delà du point B on remarque une diminution de la valeur absolue de la contrainte de compression alors que la déformation mécanique augmente (chemin BC). Durant le premier cycle de chauffage, la Tmax et le pic de contrainte ne se coïncident pas. Tout cela est du à la déformation plastique à chaud.

(ii) Durant le **premier cycle refroidissement**, la contrainte en compression est déchargée thermoélastiquement (chemin CD). Ensuite, une contrainte en tension se développe (chemin DE). Contrairement au premier chauffage, le chemin de la contrainte (CD) ne passe pas par un pic intermédiaire avant atteindre la Tmin. Il faut se rappeler que le module d'élasticité et la limite élastique de l'acier augmentent avec la diminution de la température (cf. figure 2.6). Durant le premier refroidissement, la contrainte maximale coïncide avec la Tmin et avec une déformation mécanique nulle (point E). Cette contrainte (point D) correspond à la contrainte résiduelle qui est souvant mesurée à froid. Ce point représente la fin du premier cycle thermique et le début de deuxième cycle. Le développement de cette contrainte en tension est en effet la conséquence de la déformation plastique à chaud de l'acier.

(iii) Durant le **deuxième cycle chauffage**, contrairement au premier cycle, la contrainte n'est plus nulle au début du chauffage car une contrainte en traction a été développée à la fin du premier refroidissement (chemin DE). Cette contrainte de traction est déchargée thermoélastiquement (chemin EF), suivie d'un développement d'une contrainte en compression (chemin FC). Le chemin FC passe au voisinage de la limite élastique de sorte que les déformations plastiques y sont très faibles ($\leq 0.01\%$)

(iv) Deuxième cycle refroidissement, il est similaire au premier cycle de refroidissement : déchargement élastique suivi d'un chargement en traction jusqu'au voisinage du point de départ initial.

Comme un écrouissage isotrope est considéré, la boucle de contrainte-déformation mécanique devient très rapidement « stabilisée » car la composante viscosité n'est pas prise en compte dans ces calculs. Ce comportement est général et typique de différents alliages soumise à la FT. Des boucles

hystérésis calculées pour différentes T_{max} et vitesse de chauffage etou puissance de chauffage, ou même lorsque la dureté de l'acier est 42 HRC, ont toutes la même forme.

Nous cherchons à caractériser le cycle stabilisé pour chacun des cas traités. Cela nous servira dans la suite à corréler la durée de vie et les paramètres thermo-mécaniques. Nous avons choisi comme grandeurs caractérisant ce cycle les paramètres suivants :

- $\Delta \mathbf{E}$ méc = \mathbf{E} méc, max(Tmin) - \mathbf{E} méc, min(Tmax)	$\Delta m{\epsilon}$ méc : variation de la déformation mécanique
avec $\mathcal{E}_{méc} = \mathcal{E}_{el} + \mathcal{E}_{pl} = \mathcal{E}_{tot} - [\mathcal{E}_{th} = \alpha(T), \Delta T)]$	E tot : déformation totale
	\mathbf{E}_{el} : déformation élastique
	${f E}$ th : déformation thermique
$\mathcal{E}_{pl} = \mathcal{E}_{méc} - (\mathbf{\sigma}/E(T))$	\mathbf{E}_{Pl} : déformation plastique
- $\Delta \mathbf{\sigma} = \mathbf{\sigma}_{\max}(\text{Tmin}) - \mathbf{\sigma}_{\min}(\text{Tmax})$ [56]	$\Delta {f \sigma}$: variation de contrainte
	σ_{\max} : contrainte maximale
	σ_{\min} : contrainte minimale

- $\Delta \epsilon_{pl}$: variation de déformation plastique [28-52] (quand la contrainte est nulle points F et D, Figure 3.9)
- Wpl = $\int \mathbf{\sigma} : \mathbf{\epsilon}_{pl}$
- $R_{\epsilon} = \epsilon min / \epsilon max$

W_{pl} : énergie dissipée par la déformation Plastique/unité de volume R_E : rapport de charge



Figure.3.12 : Exemple de dépouillement d'une boucle d'hystéresis obtenue pour un essai de FT durant le premier et le deuxième cycle et/ou le cycle stabilisé

(cycle thermique 100-650°C avec une durée de chauff age de 1.2s, 47HRc, Φ_{max} = 4.81MW/m²).
3.3.3 Etude paramétrique

3.3.3.1 Distribution des contraintes et des déformations en surface

a) Effet de la température maximale

La figure 3.13 présente les premières boucles d'hystérèsis $\sigma_{\theta\theta}$ - $\varepsilon_{méc} \theta_{\theta}$ et $\sigma_{\theta\theta}$ - $\varepsilon_{pl} \theta_{\theta}$ pour les essais réalisés à différentes Tmax à Φ_{max} = 4.81MW/m². Elle montre que la contrainte en tension est plus importante avec l'élévation de Tmax en raison de l'accroissement de la déformation plastique à chaud. Avec l'augmentation de Tmax, les déformations mécaniques $\varepsilon_{méc} \theta_{\theta}$ passent de -0.47% à -0.64%. A Tmin, ces déformations deviennent bien évidemment nulles. L'augmentation de Tmax entraîne une augmentation de $\Delta\varepsilon_{pl} \theta_{\theta}$ de 0.005% à 0.02%. Ces résultats sont regroupés dans le tableau 3.1.

Tmax (°C)	500	550	600	650	685
$\Delta \mathbf{E}$ méc (%)	0.48	0.53	0.57	0.60	0.65
$\Delta \mathbf{\sigma}_{\mathbf{\theta}\mathbf{\theta}}$ (MPa)	1082	1180	1231	1356	1482
$\sigma_{max \theta\theta}$ (MPa)	221	363	521	762	1142
$\Delta \epsilon_{\text{pl}\theta\theta}$ (%)	0.005	0.005	0.0075	0.011	0.02
Wpl (J/m ³)	4.5	5	7	9.5	12
R _e	0.0405	0.0270	0.0294	0.0243	0.0170

Tab.3.1 : Résultats de la simulation numérique au cycle stabilisé d'essais de FT.

effet de la température maximale pour 47HRc, Φ max = 4.81MW/m² (centre de l'éprouvette en surface).



Figure.3.13.a : Boucles d'hystérèsis à différentes Tmax (acier à 47HRc, Φ max = 4.81MW/m²): contrainte-déformation mécanique selon l'axe $\theta\theta$



Figure.3.13.b : Boucles d'hystérèsis à différentes Tmax (acier à 47HRc, Φ max = 4.81MW/m²): contrainte-déformation plastique.

b) Effet de la puissance de chauffage

L'effet de la vitesse de chauffage est reporté pour Tmax=650°C. Cet effet est étudié en faisant varier la puissance de chauffage Φ_{max} = 2.13, 2.78, 3.93 et 4.81MW/m². La figure 3.14 présente les boucles d'hystérèsis $\sigma_{\theta\theta}$ - $\varepsilon_{m\acute{e}c\theta\theta}$ et $\sigma_{\theta\theta}$ - $\varepsilon_{pl_{\theta\theta}}$ pour ces essais FT réalisés avec différentes puissances de chauffage. Contrairement à l'effet de Tmax, la température au pic de contrainte en compression varie avec la durée de chauffage, figure 3.14.a. La déformation mécanique varie de -0.47% à -0.30%. Cependant, la figure 3.14.b montre que σ_{max} augmente avec l'augmentation de la puissance de chauffage.

Au cycle stabilisé, on observe que l'augmentation du temps de chauffage tch de 1.2s à 6.5s, entraîne une diminution du σ max $\theta\theta$ de 762 à 400 MPa à Tmin. Les contraintes σ min $\theta\theta$ à Tmax sont quasiment identiques. En revanche, $\Delta \varepsilon_{méc} \theta\theta$ diminue de 0.6 % à 0.4% et $\Delta \varepsilon_{pl\theta\theta}$ de 0.011% à 0.0045% avec l'augmentation du temps de chauffage de 1.2 à 6.5s, tableau 3.2.

$\mathbf{\Phi}_{max}$ (MW/m ²)	4.81	3.93	2.78	2.13
$\Delta \mathbf{\mathcal{E}}$ méc $\mathbf{ heta heta}$ (%)	0.60	0.56	0.46	0.39
$\Delta \sigma_{\theta \theta}$ (MPa)	1356	1339	973	830
σ _{max θθ} (MPa)	762	759	513	397
$\Delta \mathbf{\mathcal{E}}_{\mathrm{pl}_{\mathbf{ heta}\mathbf{ heta}}}$ (%)	0.011	0.011	0.0095	0.0045
Wpl (J/m ³)	9.5	8.5	5.4	3.6
R _e	0.0243	0.0229	0.0295	0.0220

Tab.3.2 : Résultats de la simulation numérique au cycle stabilisé d'essai de FT :

effet du temps de chauffage et/ou puissance de chauffage (au centre de l'éprouvette en surface).





c) Effet de la dureté

L'effet de la dureté (42 et 47HRc) est présenté dans cette partie. Pour chaque dureté, les courbes d'écrouissage monotone correspondant sont utilisées. La puissance de chauffage imposée est de $\Phi_{max} = 4.81$ MW/m².

Les figures 3.15 montrent l'évolution de la contrainte $\sigma_{\theta\theta}$ en fonction de la déformation mécanique $\varepsilon_{méc \ \theta\theta}$ et de la déformation plastique $\varepsilon_{pl \ \theta\theta}$ (cycle 100-600°C). La variation de dureté ne change pas l'allure générale de la boucle hystéresis présentée plus haut. On note la même $\Delta \varepsilon_{méc \ \theta\theta} = -0.476\%$ au premier cycle. Le pic de contrainte en compression σ_{comp} (σ_{min}) est obtenu à environ 500°C pour les niveaux de dureté. Ceci est compréhensible, car nous avons utilisé les mêmes calculs thermiques pour les deux duretés. En revanche, la contrainte en compression σ_{min} de l'acier à la température maximale et plus importante avec l'élévation de la dureté (de 42HRc à 47HRc).

Au cycle stabilisé, la diminution de la dureté de 47 à 42HRc entraîne une augmentation σ_{max} de 521 à 722 MPa à Tmin. Ceci est compréhensible, car pour une variation de la déformation mécanique identique, la variation de déformation plastique est plus importante à 42 HRc du fait que la résistance de l'acier à cette dureté est plus faible alors que le module d'élasticité n'est pas sensible à la dureté. Les figures 3.16 et 3.17 montrent les boucles d'hystérèsis similaires au cycle 100-600°C respectivement pour le cycle thermique 100-650°C et le cycle 100-685°C.

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau 3.3, qui met en évidence l'effet de la dureté du matériau pour différentes températures maximales du cycle thermique. On notera que le comportement de l'acier est quasiment identique à 685°C quelque soit la dureté testée. Ceci est compréhensible du fait qu'a cette température la différence de comportement mécanique de deux duretés (représenté par des essais monotones) est négligeable.



Figure.3.15.a : Boucles d'hystérèsis pour essai TF 100-600 $^{\circ}$, Φ max = 4.81MW/m² : contrainte-déformation mécanique



Figure.3.15.b : Boucles d'hystérèsis pour essai TF 100-600 $^{\circ}$ C, Φ_{max} = 4.81MW/m² : contrainte-déformation plastique



Figure.3.16.a: Boucles d'hystérèsis pour essai 100-650°C, Φ max = 4.81MW/m² : contrainte-déformation mécanique



Figure.3.16.b : Boucles d'hystérèsis pour essai 100-650°C, Φ max = 4.81MW/m² : contrainte-déformation plastique



Figure.3.17.a : Boucles d'hystérésis pour 100-685 $^{\circ}$, Φ max = 4.81MW/m² : contrainte déformation mécanique



Figure.3.17.b : Boucles d'hystérésis pour 100-685 ${\rm C}$, Φmax = 4.81MW/m² : contrainte déformation plastique

	100-60	0°C, 1.0s	100-650°	C, 1.2s	100-685°C, 1.6s,		
Dureté (HRc)	42 47		42	47	42	47	
$\Delta \mathbf{E}$ méc $_{\mathbf{ heta}\mathbf{ heta}}$ (%)	0.57	0.57	0.60	0.60	0.65	0.65	
$\Delta \sigma_{\theta \theta}$ (MPa)	1335	1231	1438	1356	1482	1482	
σ _{max θθ} (MPa)	722	521	1012	762	1142	1142	
$\Delta \epsilon_{\rm pl_{ heta heta}}$ (%)	0.021	0.0075	0.011	0.014	0.02	0.02	
Wpl (J/m ³)	8.6	7	11	9.5	12	12	
R _e	0.0)294	0.024	43	0.0170		

Tab.3.3 : Résultats de la simulation numérique du cycle stabilisé d'essai de FT : effet de la dureté (Φ max = $4.81 MW/m^2$)

3.3.3.2 Distribution de température et de contrainte en profondeur

Nous présentons l'effet de T_{max}, de la puissance de chauffage (vitesse de chauffage) et de la dureté sur la distribution de la température T et la contrainte circonférentielle $\sigma_{\theta\theta}$ au sein de l'éprouvette. Les nœuds et les éléments choisis en profondeur de l'éprouvette sont reportés au tableau 3.4. L'élément 6513 (nœud 7202) du maillage est situé au centre de l'éprouvette (plan médian) en surface, figure 3.18.

Noeuds	7202	7243	7284	7366	7448	7530	7612	7653	7694	8955	8663	8371	17	13
Eléments	6513	6553	6593	6673	6753	6833	6913	6953	8384	8096	7808	7520	16	12
Pr (mm)	0	0.08	0.16	0.32	0.48	0.64	0.8	0.9	1	2	3	4	5	6

Pr : profondeur de l'éprouvette





a) Effet de la température maximale

La figure 3.19 montre l'évolution de T et $\sigma_{\theta\theta}$ en profondeur pour l'essai réalisé à Φ = 4.81MW/m². Avec l'augmentation de la T_{max}, la température des éléments augmente, le gradient en surface est identique puisque la même puissance de chauffage est appliquée en surface. On peut dire que la température moyenne de l'éprouvette augmente. Ces variations sont visibles par exemple par le fait que lorsque T_{max} passe de 500°C à 685°C, la température maximale à 1mm de profondeur passe de 374°C à 550°C, figure 3.19.a. La figure 3.19.b montre des contraintes en tension et en compression respectivement à Tmin et Tmax. Un dépassement de la limite d'élasticité en compression près de la surface est constaté (entre 0 et 1mm). Les contraintes dans cette zone peuvent dépasser les contraintes d'écoulement à la température correspandante. Cest la raison pour laquelle les contraintes diminuent vers la surface.

b) Effet de la puissance de chauffage (vitesse de chauffage)

La figure 3.20 montre l'évolution T et $\sigma_{\theta\theta}$ en profondeur pour les essais réalisés à différentes puissances autrement dit différentes vitesses de chauffage pour atteindre la même Tmax. On remarque qu'en sous couche la température est plus élevée lorsque la durée de chauffage est plus longue. De même Tmax passe de 512°C à 609°C pour une profondeur de 1mm lorsque le temps de chauffage passe de 1.2 à 6.5 s, figure 3.20.a.

Comme l'effet de Tmax, des contraintes en tension et en compression sont observées respectivement à Tmin et à Tmax, figure 3.20.b. les gradients au voisinage de la surface sont différents puisque la densité de chaleur appliquée est différente.

c) Effet de la dureté

Comme nous utilisons les mêmes données thermo-physiques pour la dureté 42 et 47 HRC, nous avons pris la même distribution spatiale de la température dans l'éprouvette de fatigue thermique.

Comme les courbes précédentes, la figure 3.21 montre l'évolution des contraintes $\sigma_{\theta\theta}$ en profondeur pour les deux duretés (42 et 47HRc) pour différentes T_{max}. On peut constater les mêmes tendances en ce qui concerne les contraintes en tension et en compression. Les contraintes sont les mêmes, insensibles à la dureté, partout sauf dans le premier millimètre. La différence dans le voisinage de la surface est due à la différence de contrainte d'écoulement entre les deux duretés. D'ailleurs cet effet est moindre lorsque les températures s'approchent de 685°C.



Figure.3.19.a : Distribution de la température maximale (Tmax) en profondeur, Φ max = 4.81MW/m² effet de la température maximale



Figure.3.19.b : Distribution de la contrainte circonférentielle ($\sigma_{\theta\theta}$) en profondeur, $\Phi_{max} = 4.81$ MW/m² effet de la température maximale



Figure.3.20.a : Distribution de la température maximale (Tmax) en profondeur, (Tmax= 650°C à la surface) effet de la durée de chauffage et\ou la puissance de chauffage



Figure.3.20.b : Distribution de la contrainte circonférentielle ($\mathbf{O}_{\theta\theta}$) en profondeur, (T_{max}= 650°C à la surface) effet de la durée de chauffage et\ou la puissance de chauffage

Les différences entre les courbes (figure 3.20.b) viennent du fait que la déformation plastique n'est pas la même à cause de la puissance appliquée. Il y a donc un glissement de la contrainte d'écoulement sur la courbe d'écrouissage.



Figure.3.21.a : Distribution de la contrainte circonférentielle ($\sigma_{\theta\theta}$) en profondeur, Φ max = 4.81MW/m² Tmax = 600°C



Figure.3.21.b : Distribution de la contrainte circonférentielle ($\sigma_{\theta\theta}$) en profondeur, Φ max = 4.81MW/m² Tmax = 650°C



Figure.3.21.c : Distribution de la contrainte circonférentielle ($\sigma_{\theta\theta}$) en profondeur, Φ max = 4.81MW/m² Tmax = 685°C

3.3.3.3 Bilan de l'étude paramétrique

L'évolution de la distribution des contraintes et des déformations en fonction des paramètres extrinsèques et intrinsèques (dureté) permet de dégager les effets suivants :

- la température maximale du cycle thermique a un impact important sur la distribution des contraintes et des déformations en surface et en profondeur. Les maxima de contrainte en tension et de déformation mécanique ou plastique en compression augmentent avec l'élévation de la température maximale du cycle en surface. Cependant jusqu'à 1 mm de profondeur, les contraintes à Tmin sont fortement positives avec des gradients importants. La valeur de ces derniers est d'autant plus importante que Tmax est élevée.
- la contrainte maximale et la déformation mécanique ou plastique en compression augmentent avec l'élévation de la puissance de chauffage et\ou la durée de chauffage de l'éprouvette à la même Tmax. En profondeur, les contraintes de tension ont la même tendance que l'effet de la Tmax du cycle sur la distribution des contraintes en profondeur. Les valeurs de ces derniers diminuent avec l'augmentation de la durée de chauffage.
- les propriétés mécaniques du matériau (en particulier la dureté) ont un effet important sur la distribution des contraintes et des déformations en surface pour Tmax entre 600 et 650°C. Par contre, les effets sont négligeables lorsque Tmax est de 685°C.

3.4 Conclusions

Ce chapitre a permis de mettre en évidence l'évaluation des niveaux des contraintes et des déformations en fatigue thermique à partir d'un **modèle thermo-élastoplastique**. Les déformations obtenues en surface montrent que l'éprouvette reste en phase de **compression-compression** pendant tout le cycle. En revanche, les contraintes sont en phase de **compression-traction lors de chauffage/refroidissement**. La distribution du champ temps-Température-Contraintes-Déformations (tTCD) dans l'éprouvette est ainsi déterminée.

En ce qui concerne la répartition de la température en profondeur la comparaison des résultats expérimentaux et des simulations numériques montre une bonne concordance pour l'ensemble des mesures réalisées et calculées. Ces mesures de températures ont donc permis de valider les calculs thermiques pour différentes conditions de sollicitations thermiques.

Le calcul semi-analytique permet d'évaluer simplement les contraintes thermo-élastiques en fin de chauffage d'un essai de fatigue thermique FT. La comparaison des valeurs de contrainte obtenues avec les calculs de simulation numérique permet de valider la partie élastique du modèle, mais pas la partie plastique. Pour cela il faudrait insérer les équations d'élasto-plasticité dans un calcul analytique, ce qui n'a pas été fait dans ce travail. L'avantage de la méthode semi-analytique est sa rapidité d'estimation de l'ordre de grandeur des contraintes.

Par ailleurs, lorsque les températures sont précisément mesurées et que l'évolution de la densité de flux de chaleur est calculée par des simulations numériques adéquates, il est possible d'estimer directement les contraintes thermiques dans le moule de fonderie sous pression FSP. Cette approche permet de comparer rapidement l'histoire thermo-mécanique sur des moules de FSP et des éprouvettes de laboratoire (effet d'échelle) [76].

L'influence de la température maximale et la puissance de chauffage ainsi que l'effet de la dureté été ont examinées :

- la variation de la température du cycle thermique a un impact important sur la distribution de la contrainte et de la déformation au sein de l'éprouvette. Les maxima de contraintes augmentent avec Tmax (puissance de chauffage constante) tandis que les minima de déformations mécaniques ou plastiques diminuent.
- la variation de la puissance de chauffage (ou vitesse de chauffage) a également un impact important sur la distribution de contrainte et déformation. Les maxima de contraintes et déformations mécaniques diminuent avec la diminution de la puissance de chauffage.
- la dureté du matériau a un effet très important sur le niveau des contraintes et les déformations (Tmax < 685°C). Les maxima de contraintes et les minima de déformations mécaniques diminuent avec la diminution de la dureté du matériau.

Chapitre 4 : Résultats et discussions





Chapitre 4 :

Résultats et discussions

4.1 Int	roduction
4.2 Rô	le de l'oxydation
4.3 An	norçage et évolution du réseau de faïençage
4.3.1	Influence de la température maximale (Tmax), la puissance de chauffage
	(Φ max) et la dureté du matériau sur le réseau de faïençage92
4.3.2	Conclusion
4.4 Du	rée de vie en fatigue thermique100
4.4.1	Mécanisme d'amorçage de macro-fissures 102
4.4.2	Propagation des macro-fissures en surface105
4.4	4.2.1 Critère de durée de vie en surface 107
4.4.3	Propagation des fissures en profondeur 113
4.3.4	Conclusion

4.1 Introduction

L'essai de fatigue thermique sur éprouvettes de laboratoire représente un moyen performant pour étudier le comportement et l'endommagement des aciers à outils sous des conditions de sollicitations anisothermes. En général ces éprouvettes sont considérées comme des structures simplifiées en comparaison avec les pièces réelles. Les cycles de fatigue thermique génèrent des gradients de température importants et ils sont considérés comme les cycles thermo-mécaniques les plus sévères [51, 63]. Etant donné que différents auteurs travaillent sur la fatigue thermique des aciers à outils et utilisent des techniques d'essais et des méthodes d'évaluation des résultats différents, il est donc très difficile de comparer les résultats publiés (cf. §-1.3). En général, la classification des aciers et leur performance se limitent à des fissures courtes.

Pour simuler le procédé de fonderie sous pression, en particulier la phase critique de remplissage des moules où un fort transfert de chaleur (densité de flux de chaleur importante) se produit entre le métal en fusion qui se solidifie et la paroi de moule, des essais de fatigue thermique avec un chauffage rapide de l'éprouvette sont nécessaires. Il a été établi qu'en augmentant la température maximale (Tmax) la durée de vie en TF diminue (paramètre extrinsèque) [19, 51-52, 63, 78]. L'effet de puissance de chauffage de cycle thermique comme un autre paramètre extrinsèque sur l'endommagement et la durée de vie n'est quasiment jamais évoqué dans la littérature. En laboratoire et en site industriel, l'endommagement en TF est également influencé par l'oxydation.

La mesure de la dureté en post-mortem en TF rapportée par différents auteurs montre que l'acier X38CrMoV5 présente une instabilité (ou une évolution) microstructurale. Cette évolution, dite adoucissement thermo-mécanique cyclique, se présente par une chute de dureté (cf. §-2.1.5). Par ailleurs, des observations au TEM des éprouvettes de fatigue isotherme ont montré que l'adoucissement cyclique est lié d'une part à une diminution de la densité de dislocations et d'autre part à la coalescence des carbures [79]. L'adoucissement cyclique en fatigue isotherme et fatigue thermo-mécanique se présente par l'évolution de la contrainte au cours d'essai de fatigue [19, 52, 63].

Dans ce chapitre, nous présentons d'abord la cinétique d'oxydation en TF, et la croissance des couches d'oxyde estimée par l'intégration des constantes d'oxydation isotherme au cours des cycles de fatigue thermique. Le mécanisme d'amorçage et de propagation des fissures au MEB est aussi raporté. L'évolution de la densité de faïençage (micro-fissures) dans la couche d'oxyde est étudiée, ainsi que la propagation des macro-fissures en surface. Des critères de durée de vie en surface des éprouvettes sont établis pour nos essais de TF.

4.2 Rôle de l'oxydation

Les moules de fonderie sous pression sont soumis à un environnement agressif caractérisé par de l'air à haute température, de l'eau vaporisée et de l'aluminum liquide. Il résulte de cela deux types de corrosion : l'étamage ou plutôt l'aluminisation des surfaces moulantes et l'oxydation. Nous n'étudierons ici que l'oxydation et son rôle avec le cyclage thermo-mécanique. En fonctionnement, suite à l'application de poteyage (cf. §-1.1.1.1), ces moules sont recouverts d'une couche lubrifiante et protectrice contre l'agression chimique du métal liquide. Cette couche sert également d'agent de démoulage, et permet de réduire la résistance thermique par son action sur les transferts thermiques à l'interface pièce/moule [30, 80]. Toutefois, cette couche peut se dégrader et exposer ainsi le matériau de base à l'environnement extérieur [81] et lors de son application la surface du moule est mise en contact avec de l'eau et de l'oxygène entraîné par la pulvérisation. Il résulte que la surface des moules est oxydée. Certaines études ont démontré que la cinétique d'oxydation peut être décrite selon une loi parabolique type d'Arrhénius fonction du temps total passé à chaud [28, 52]. Il faut rappeler que la cinétique d'oxydation peut changer au cours de l'oxydation à 650°C et à 700°C par la preuve de la variation de prise de masse en essais ATG [82]. Néanmoins, nous considérons que la mesure de la couche moyenne d'oxyde est un critère intéressant et acceptable de l'évolution de l'oxydation statique ou cyclique.

Selon les conditions de notre cyclage thermique, la surface des éprouvettes oxydées présente des aspects différents. Des observations au microscope électronique à balayage environnemental ont permis de mettre en évidence deux types de morphologie des couches d'oxyde :

- morphologie de type paillettes juxtaposées pour des températures maximales (T_{max}) variant entre 500 et 600°C, figure 4.1.a. Ce type d'oxydation est friable, c-à-d qu'une couche surfacique s'enlève au moindre frottement.
- morphologie de type alvéolaire pour des températures maximales (Tmax) variant entre 650 et 685°C, figure 4.1.b. ce type d'oxyde n'est pas friable.

Les analyses en diffraction des rayons X montrent que les phases majoritaires dans ces couches sont **l'hématite** (Fe₂O₃, structure rhomboédrique), **la magnétite** (Fe₃O₄, structure cubique), **la wustite** (Fe₀O, structure rhomboédrique) et **l'oxyde de chrome** (Cr₂O₃, structure rhomboédrique) [52, 82]. Typiquement l'oxyde de chrome est en solution solide dans les autres oxydes et en particulier à proximité du substrat acier. En outre l'hématite est de loin la phase dominante [88].





Figure 4.1 : Morphologie de la couche d'oxyde :

- (a) : type **paillettes juxtaposées** observée pour les cycles Tmin=100℃ et T max=500-600℃
- (b) : type alvéolaire observée pour les cycles Tmin = 100℃ et T max = 650-685℃

Cinétique d'oxydation

La cinétique d'oxydation a été déterminée pour différentes conditions de cycle thermique (Tmax entre 500 et 685°C et temps de chauffage 1.2, 3.7 et 6.5s pour une Tmax= 650°C). Des analyses chimiques au EDS sur des coupes transversales des éprouvettes montrent que la couche d'oxyde est composée d'une couche riche en fer en contact avec l'air (couche externe) et d'une couche riche en chrome en contact avec l'acier (couche interne) (figure 4.2). L'épaisseur moyenne de la couche d'oxyde a été déterminée à partir de 20 mesures pour chaque éprouvette. La première couche est poreuse parfois friable et la deuxième est compacte.



Figure 4.2 : Couche d'oxyde superficielle (en coupe)

La variation de l'épaisseur de la couche d'oxyde en fonction de la période d'un cycle thermique est raportée à la figure 4.3. Il faut se rappeler que le temps d'oxydation est ainsi surestimé car selon la forme de cycle thermique étudié, le temps passé à chaque intervalle (incrément) de température est plus au moins long en particulier pour des températures où la cinétique d'oxydation diminue. Il est bien clair que la définition d'une température critique pour le commencement d'oxydation est difficile. En général, une température conventionnelle est choisie. Des observations d'oxydation in situ menée au laboratoire ont montré que la formation et la croissance d'une couche d'oxyde commence à partir de 300°C [82]. Ces essais ont été menés avec une vitesse de chauffage de 16°C/min. Il est donc possible que l'oxydation puisse commencer à des températures plus basses mais elle exige un temps d'oxydation plus long.

Comme nos essais de FT sont relativement rapides, nous avons considéré que le temps total passé à chaud peut donc être raisonnablement déterminé à partir de 300°C. Ce temps passé à chaud par cycle comprend les périodes de chauffage et de refroidissement. Le temps total passé à chaud est calculé par la multiplication du nombre de cycles de TF (N) et du temps passé à chaud par cycle. La figure 4.4 présente l'évolution de l'épaisseur de la couche d'oxyde en fonction de la racine carrée du temps passé à chaud ainsi défini. Des essais interrompus conduits à Tmax= 650°C montrent bien que la cinétique d'oxydation obéit à une évolution de type parabolique. En se basant sur cette évolution, il est considéré que l'évolution de l'oxydation suit une loi parabolique classique dont la constante Kp semble varier avec Tmax. Ceci est insatisfaisant.

Un tel modèle prendra insuffisamment compte de la cinétique d'oxydation pour un cycle thermique complexe (ex : temps de maintien à des températures intermédiaires différentes). Nous avons cherché à affiner l'analyse avec ce qui suit.



Figure 4.3 : Variation de l'épaisseur de la couche d'oxyde en fonction du temps passé dans le cycle thermique



Figure 4.4 : Variation de l'épaisseur moyenne de la couche d'oxyde en fonction de la racine carré du temps passé à chaud (entre 300°C et T max) en cours des essais de fatigue thermique [* 27].

Les mesures des épaisseurs de la couche d'oxyde en condition isothermes (essai statique, $\Delta \sigma$ =0) et des essais LCF isothermes, ont montré également que la cinétique d'oxydation de l'acier X38CrMoV5 (équation 4.1) [52], peut être décrite par la loi suivante :

$$\delta_{oxy} = K_{P_0} \cdot exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \cdot \sqrt{t}$$
(4.1)

Où δ oxy est l'épaisseur de la couche d'oxyde (en µm), T est la température (en Kelvin), t est la durée de l'essai (en s), Q (= 140000 J/mol) est l'énergie d'activation et Kp₀ (= 10. 10⁻⁶ µm.s^{-1/2}) la constante d'oxydation. Il semble toutefois que l'oxydation sous fatigue oligocyclique isotherme ne dépende pas du niveau de contrainte ou de déformation imposée. Les énergies d'activation calculées par C. Daffos [52] pour les essais isothermes (statique et fatigue) montre que cette énergie a de même ordre de grandeur mais avec des constantes Kp₀ différentes.

En considérant que l'énergie d'activation Q= 140000 J/mol reste la même pour les essais anisothermes, l'évolution asymptotique de l'épaisseur de la couche d'oxyde en TF est calculée en intégrant l'équation 4.1 pour des essais de fatigue thermique et thermomécanique [28] en prenant en compte la période de chaque cycle (tcy) et le nombre de cycles (N) (cf. annexe D) :

$$\delta_{cyoxy} \left(t = N. t_{cy} \right) = K_{P_0} \frac{A}{\sqrt{t_{cy}}} \sqrt{N} = K_{P_0} \frac{A}{t_{cy}} \sqrt{t}$$

$$\text{avec } A = \int_{t'=0}^{t'=t_{cy}} \exp\left(-\frac{Q}{R T(t')}\right) dt'$$
(4.2)

La constante A a une dimension du temps (s) et pourrait être considérée comme un facteur qui représenterait un temps équivalent d'oxydation pour un test anisotherme donné.

La figure 4.5 montre la variation de l'épaisseur de la couche d'oxyde ramenée à A/tcy en fonction de la racine carrée du temps total d'essai. On remarque que l'ensemble des résultats de fatigue thermique s'aligne sur une seule courbe. Il en est de même pour les essais isothermes (LCF, pour lesquels A= exp (-Q/RT) et tcy= 1s) et les essais de FTM. A ce stade, on peut dire que cette loi parabolique d'oxydation permet de rationaliser et de décrire correctement la cinétique d'oxydation quelque soit les conditions d'essai (isotherme et anisotherme). Cependant on constate que lorsque les conditions changent drastiquement (FT, FTM, LCF) les cinétiques changent elle aussi drastiquement (K_{P0} apparement varie d'un facteur trois). Nous avons eu des doutes sur la reproduction des mesures par l'observateur. Or il se trouve que l'observateur était toujours la même personne. Peut-être cela cache-t'il un effet de fréquence qui n'a pu être vu lors de l'essai de LCF, les fréquences utilisées étaient trop proches ?



Figure 4.5 : Cinétique d'oxydation approximée par l'équation 4.2

La figure 4.5 représente les courbes relatives aux essais de fatigue isotherme [52] et thermomécanique [28]. L'application de l'équation 4.2 aux essais isothermes (LCF) et anisothermes (FTM) à différentes Tmax sont raportées en dessous. Les constantes K_{p0} de ces courbes sont données dans le tableau 4.1.

Essai LCF		TMF	TF		
k _{po} (μm.s ^{-1/2})	1x10 ⁷	3x10 ⁷	10x10 ⁷		

Tab.4.1: Constantes K_{p0} pour les différents essais

4.3 Amorçage et évolution du réseau de faïençage

La phase d'amorçage de fissures peut être importante pour la tenue des pièces et des matériaux car elle peut dans un certain cas correspondre à une partie conséquente de la durée de vie des outils, essentiellement dans le domaine des faibles sollicitations [83]. Toutefois, la définition de la phase d'amorçage est délicate et dépend de divers facteurs comme [84] : la résolution de la méthode de détection de fissure, la taille et la géométrie du composant,...etc... De nombreux auteurs utilisent différents critères pour définir « la durée de vie » sans toujours préciser la partie de la durée de vie à l'amorçage et la partie de la durée en propagation de fissure (cf. §-1.2.4). Ceci expliquerait en partie la

difficulté de bien cerner et de comparer en fatigue thermique les paramètres influant sur l'endommagement des outillages et des aciers à outils dans les laboratoires. Par ailleurs, l'apparition d'une couche d'oxyde ou d'une couche d'alumine en fonderie peut être la source d'instabilité microstructurale et de la dégradation des propriétés mécaniques en sous-couche favorisant ainsi l'amorçage et l'avancer des fissures courtes [27-28, 32, 42, 51, 53]. Dans cette partie, nous nous intéresserons à l'amorçage à l'échelle microscopique du réseau de fissures (ou des cellules dites : faïençage). L'effet des paramètres extrinsèques et intrinsèques sur le faïençage ainsi que son évolution sera abordée d'une manière non exhaustive. L'analyse d'image automatique ou semi-automatique est utilisée.

Nos observations en coupe au MEB montrent qu'au début de l'apparition du faïençage, la profondeur de fissures ne dépasse pas l'épaisseur de la couche d'oxyde, figure 4.23. Une partie de ces fissures s'arrêtent à l'interface de la première/deuxième couches d'oxyde et une partie à l'interface oxyde/acier. En effet, la surface du matériau est soumise à des contraintes de compression jusqu'à Tmax et par la suite en traction jusqu'à Tmin. Sous ces sollicitations, la couche d'oxyde externe pauvre en Cr se fissure. Les micro-fissures s'amorçent d'une manière aléatoire (figure 4.6.a), ensuite elles se propagent en surface, tandis que de nouvelles micro-fissures apparaissent. Le réseau de faïençage se forme progressivement par la coalescence des micro-fissures (figure 4.6.b). La durée de formation de réseau et sa constitution est très courte (figure 4.6.c) et une fois le réseau constitué, sa croissance en surface est quasiment négligeable avec le nombre de cycles de sollicitation thermique.

L'analyse de la distribution de nombre de voisins obtenu par analyse d'image montre une distribution gaussienne avec un nombre de voisins égal à 6 (figure 4.7-a) [85]. Ce nombre de voisins ne change pas en fonction de nombre de cycles de TF. Selon les conditions d'essai la distribution de nombre de voisin peut être plus au moins dispersée (figure 4.7-b).

Nous considérons que le réseau est complètement constitué lorsque aucune évolution n'est constatée ou mesurée par analyse d'image. Il faut préciser que les lèvres de fissures s'ouvrent au fur et à mesure. C'est une raison pour laquelle le contraste du réseau de micro-fissure augmente.



Figure 4.6.a: Développement du réseau de micro-fissures (faïençage) – cycle thermique 100-650℃ à t ch= 1.2s N= 500 Cycles



Figure 4.6.b: Développement du réseau de micro-fissures (faïençage) – cycle thermique 100-650 $^{\circ}$ à t ch= 1.2s N = 1500 cycles



Figure 4.6.c : Développement du réseau de micro-fissures (faïençage) – cycle thermique 100-650 $^{\circ}$ C à t ch= 1.2s N = 15000 cycles



Figure 4.7 : Histogramme de la répartition du nombre de voisins des cellules de faïençage (a) 100-650°C ; t ch= 1.2s ; N= 20000 cycles, (b) 100-650°C ; t ch= 6.5s ; N= 20000 cycles

L'endommagement superficiel microscopique (figure 4.8) présente trois types (morphologie) de micro-fissuration le long de la génératrice des éprouvettes :

- bi-axiale : fissuration selon les directions circonférentielle (θθ) et longitudinale (zz) au centre de l'éprouvette ;
- uni-axiale : fissuration selon la direction longitudinale (zz) vers les extrémités des éprouvettes ;
- transitoire : fissuration entre ces deux régions où la fissuration selon la direction circonférentielle (θθ) devient de plus en plus importante en s'approchant vers le centre des éprouvettes (entre 12 et 14mm).

La figure 4.9 présente respectivement la variation de la compacité et de la distance inter-fissure le long de la génératrice de l'éprouvette. Ces figures montrent en fait que la distance inter-fissure selon la direction circonférentielle ($\theta\theta$) est quasiment constante. En revanche, la distance inter-fissure longitudinale (zz) évolue du centre vers le bord selon cette direction. Cela est cohérent avec la courbe de compacité des cellules qui demeure quasiment constante dans la zone utile et qui diminue vers le bord de l'éprouvette.

Par ailleurs, les calculs de contraintes et de déformations ($\mathbf{\sigma}$ - $\mathbf{E}_{méc}$ -T) circonférentielles et longitudinalles montrent que celles-ci changent à partir du centre vers le bord de l'éprouvette, figures 4.10 – 4.11 (cf annexe E). Ces figures montrent que $\Delta \mathbf{\sigma}$ et $\Delta \mathbf{E}_{méc}$ diminuent du centre vers le bord le long d'une génératrice. Comme on peut le constater la diminution de la contrainte $\mathbf{\sigma}_{zz}$ est bien plus importante que $\mathbf{\sigma}_{\theta\theta}$. Ce fait est compréhensible, car la contrainte $\mathbf{\sigma}_{zz}$ aux bords des éprouvettes (surfaces libres) est nulle. La diminution de la contrainte $\mathbf{\sigma}_{\theta\theta}$ pourrait s'expliquer par la présence d'un gradient thermique le long de la génératrice et donc par une baisse de Tmax vers les bords de l'éprouvette.

La figure 4.12 montre la variation des rapports $\Delta \sigma_{zz}/\Delta \sigma_{\theta\theta}$ et $d_{\theta\theta}/d_{zz}$ en fonction de la distance depuis le centre. Cette courbe présente l'évolution du rapport des distances inter-fissures et des contraintes pour toutes les conditions d'essais examinées mettant en évidence une corrélation entre les rapports des contraintes et les distances inter-fissures. Par ailleurs, le rapport de la variation des déformations mécaniques ($\Delta \varepsilon_{méczz} / \Delta \varepsilon_{méc\theta\theta}$) avec le rapport de la distance inter-fissure présente la même corrélation mais avec plus de dispersion (figure 4.13). Si cette relation empirique s'avère être générale, alors elle peut être appliquée au cas des outils industriels (moules et d'autres outils) pour estimer les rapports locaux des contraintes en mesurant les distances interfissures et leur rapport. Il est bien clair que si les traitements de surface modifient les mécanismes de faïençage microscopiques ici observés, des études complémentaires seront nécessaires pour examiner la validité de cette corrélation linéaire avant de l'appliquer aux cas industriels.

Les auteurs étudient en général la densité et la forme de faïençage par des approches statistiques des cellules. A notre connaissance, l'effet des rapports de contraintes sur la morphologie de faïençage n'est pas pris en compte ou rapporté dans la littérature. En résumé, nous pouvons dire que deux paramètres (oxydation et rapport des contraintes) contrôlent la forme du réseau de faïençage autrement dit le type d'endommagement en surface de nos éprouvettes de FT.















Figure 4.11 : Variation de $\mathcal{E}_{méc}$ -T en fonction de la distance au centre de l'éprouvette cycle thermique 100-650°C ; t ch= 1.2s ; Φ = 4.81MW/m², cycle stabilisé (a)circonférentielle, (b) longitudinale



Figure 4.12 : Evolution du rapport de la distance inter-fissures $(d_{\theta\theta}/d_{zz})$ en fonction du rapport des variations de contraintes $(\Delta \sigma_{zz}/\Delta \sigma_{\theta\theta})$

cycles thermiques : Tmin=100℃ - Tmax= 550, 575, 600, 650℃ (t ch= 1.2, 2.0, 3.7, 6.5s) et 685℃



Figure 4.13 : Evolution du rapport de la distance inter-fissures (dθθ/dzz) en fonction du rapport des variations de déformation mécaniques (ΔEméc zz /ΔEméc θθ) cycles thermiques : Tmin=100℃ - Tmax= 550, 575, 600, 650℃ (tch= 1.2, 2.0, 3.7, 6.5s) et 685℃

FARID MEDJEDOUB

4.3.1 Influence de la température maximale (Tmax), la puissance de chauffage (Φmax) et la dureté du matériau sur le réseau de faïençage

Influence de T_{max} et Φ

Certains auteurs ont montré de manière qualitative que le réseau de fissures est de plus en plus dense avec l'élévation de T_{max} sans pouvoir donner une corrélation (cf. 1.2.3.2). Comme on peut l'observer sur les figures 4.14 et 4.15, l'augmentation de T_{max} ne modifie pas la densité maximale de faïençage (ρ_{max}) au centre de l'éprouvette (cf. 2.3.1.2). En revanche, les figures 4.16, 4.17 et 4.17* montrent qu'à T_{max} = 650°C, la variation de la puissance de chauffage (Φ), autrement dit la vitesse de chauffage modifie la ρ_{max} de faïençage. Comme cela a été mentionné ci-dessus, le faïençage « microscopique » se produit dans la couche d'oxyde est considéré comme un matériau fragile. Toutefois, l'amorçage du réseau de micro-fissure est influencé par l'élévation de T_{max} et Φ_{max} . Dans l'analyse de la densité de faïençage, trois paramètres doivent être considérés : l'amplitude de sollicitations mécaniques, la température et la vitesse de sollicitation. Les deux derniers paramètres se conjuguent avec le paramètre « temps » qui intervient dans les phénomènes activés thermiquement comme par exemple la cinétique d'oxydation et le fluage ou l'adoucissement cyclique anisotherme.

L'analyse de ces résultats en fonction des contraintes ($\Delta \sigma$, σ_{max} , σ_{min}) ou des déformations mécaniques ($\Delta \varepsilon_{méc}$, $\varepsilon_{méc max}$, $\Delta \varepsilon_{méc min}$) et en énergie dissipée plastiquement (W_{pl}) n'établit aucune corrélation entre ρ_{max} et ces paramètres, (tableaux 4.2 et 4.3). En effet, ρ_{max} varie faiblement pour les essais réalisés à différentes T_{max} alors que les paramètres mécaniques changent. Il faut rappeler que dans nos calculs thermo-mécaniques, la présence d'une couche d'oxyde n'a pas été prise en compte pour simplifier les calculs numériques. Ces données raportées montrent que la variation de l'amplitude de la déformation mécanique est faible en fonction de T_{max} , alors qu'avec la variation du temps de chauffage (à $T_{max}=650^{\circ}C$), elle change d'une manière plus marquée.

Si on suppose que la couche d'oxyde est composée essentiellement d'oxyde de Fe (α_{oxy} = 14.9.10⁻⁶ K⁻¹) [82, 86]) et que de plus, sa ε tot est principalement contrôlée par sa dilatation thermique (ε th = α_{oxy} . Δ T), alors la différence des déformations totales (ε tot) entre la couche d'oxyde et le matériau de base (substrat) est quasiment identique pour différentes T_{max} (figure 4.18). Ce qui expliquerait l'invariabilité de ρ_{max} avec T_{max}. On peut donc conclure, contrairement à certaines études, [26, 42, 47] que dans les conditions de tests étudiés le réseau de faïençage de fissures ne varie pas avec T_{max}.

Nous reprenons les mêmes hypothèses que ci-dessus. Nous comparons alors les déformations dans la couche d'oxyde $\Delta \varepsilon_{oxy}$ et $\Delta \varepsilon_{tot}$ suivant les directions zz et $\theta \theta$ au centre de l'éprouvette. Nous constatons que l'écart entre les deux déformations change avec la puissance (densité de flux de chaleur) (figure 4.19) : plus la puissance (densité de flux de chaleur est élevée est plus l'incompatibilité de déformation est grande (dans les deux directions), ce qui expliquerait la variabilité de ρ_{max} avec la vitesse de chauffage (T_{max} = constante).

Influence de la dureté

D'après les figures 4.20 et 4.21, on observe que la dureté du matériau (42 et 47HRc) n'influence ni la densité maximale du réseau de faïençage (ρ_{max}) pour la même T_{max} de 650°C, ni la durée d'amorçage. L'analyse de ces résultats en fonction de la réponse du matériau en contraintedéformation rend compte de l'invariabilité de la ρ_{max} avec la dureté puisque tous ces paramètres changent, (tableau 4.4). Cela contredit certains auteurs qui ont observé que la densité de fissures (ρ_{moy}) est influencée par la dureté tout en sachant que le critère utilisé n'a pas été au préalable clairement défini (cf. 1.2.3.1).

Analyse globale

En plus de deux facteurs importants la T_{max} et la densité de flux de chaleur (Φ_{max}), la vitesse de sollicitation semble aussi bien corréler la variation de la densité de faïençage. La figure 4.22 montre la variation de ρ_{max} en fonction de la vitesse moyenne de l'augmentation de l'amplitude de la contrainte pour les tests réalisés. Pour simplifier, nous avons estimé cette vitesse en prenant le temps de chauffage d'un cycle thermique. Cette courbe montre effectivement qu'au-delà d'une certaine vitesse de sollicitation, la densité de faïençage reste inchangée, tendant vers une valeur limite.



Figure 4.14 : Densité de faïençage (ρ max) en fonction de la température maximale du cycle thermique (Φ max = 4.81MW/m²)



Figure 4.15 : Evolution de la densité de faïençage(ρ) en fonction du nombre de cycles à différentes températures maximales du cycle thermique (Φ = 4.81MW/m²)



Figure 4.16 : Evolution de la densité de faïençage maximale (ρ max) en fonction du temps de chauffage et\ou la puissance de chauffage (Φ max= 2.13 – 4.81MW/m², T_{max} = 650°C, N=20000 cycles)



Figure 4.17 : Evolution de la densité de faïençage(ρ) en fonction du nombre de cycles à différents temps de chauffage et\ou différentes puissances de chauffage ($T_{max} = 650$ °C)



Figure 4.17^{*} : Evolution de la densité de faïençage(ρ) en fonction de la densité de flux thermique (Φ max).

cycle		A	Δσθθ	σ max θθ	σ min θθ	$\Delta \mathbf{E}$ méc $\mathbf{\theta}\mathbf{\theta}$	T A7 1	NI
thermique	Pmax	Ψ	Δ σ zz	O max zz	O min zz	$\Delta \mathbf{E}$ méc zz	Wpl	N
(°C)	(mm ⁻¹)	(MW/m ²)	(MPa)	(MPa)	(MPa)	(%)	(J/m ³)	(cycles)
100 550			1167	300	-867	0.502	5	20000
100-330			1191	364	-827	0.517		30000
100 575			1211	435	-776	0.523	6	20000
100-575			1194	449	-745	0.539		
100 (00	140	1 01	1273	500	-768	0.543	7	10000
100-600	148	4.81	1267	521	-745	0.555	/	
100 (50			1365	739	-625	0.599	0.5	2500
100-650			1352	759	-593	0.665	9.5	2500
100-685]		1500	1129	-374	0.629	12	750
			1483	1142	-341	0.644		750

Tab.4.2 : Réponse du matériau en contrainte-déformation et endommagement superficiel (ρ max)

à différentes températures maximales du cycle thermique

F	Tmax tch ρma		Ф	Δσθθ	σ max θθ	σ min $\theta \theta$	$\Delta \mathbf{E}$ méc $\mathbf{\theta}\mathbf{\theta}$	TA 71	N							
Imax			Ψ	$\Delta \sigma_{zz}$	O max zz	σ min zz	ΔE méc zz	vvpi	IN							
(°C)	(s)	(mm ⁻¹)	(MW/m ²)	(MPa)	(MPa)	(MPa)	(%)	(J/m ³)	(cycles)							
	1.0	140	4 01	1365	736	-626	0.559	0.5	2500							
1.2	148	4.81	1352	759	-593	0.665	9.5	2500								
2.0	20	110	110	110	110	110	2.02	1225	725	-500	0.547	0 E	2000			
	110	5.95	1226	751	-475	0.563	0.5	2000								
650	27	3.7 75	75	75	75	75	75	75	75	2 79	961	480	-481	0.448	5.4	2000
3.7	3.7		2.78	966	506	-460	0.452	5.4	2000							
6.5		(0)	0.10	800	352	-448	0.385	2 (2000							
	60	2.13	804	391	-413	0.373	3.6	3000								

Tab.4.3 : Réponse du matériau en contrainte-déformation et endommagement superficiel (ρ max)

à différents temps de chauffage et\ou puissance de chauffage ($T_{max} = 650$ °C)



Figure 4.18 : Evolution de la différence de déformation totale entre le matériau (substrat) et la couche d'oxyde à différentes températures maximales du cycle thermique



Figure 4.19 : Evolution de la différence de déformation totale entre le matériau (substrat) et la couche d'oxyde à différents temps de chauffage et\ou puissance de chauffage



Figure 4.20 : Evolution de la densité de faïençage maximale (ρ max) en fonction de la dureté (Φ max= 4.81MW/m²)



Figure 4.21 : Evolution de la densité de faïençage(ρ) en fonction du nombre de cycles à différentes duretés ($\Phi_{max} = 4.81 \text{M/m}^2$)

Tmax Dureté	ρmax	Φ	Δσθθ	σ max θθ	T min 88	$\Delta \mathbf{E}$ méc $\mathbf{\theta}\mathbf{\theta}$	TA 7 1	NT	
			Δ σ zz	O max zz	O min zz	$\Delta \mathbf{E}$ méc zz	Wpl	IN	
(°C)	(HRc)	(mm ⁻¹)	(MW/m ²)	(MPa)	(MPa)	(MPa)	(%)	(J/m ³)	(cycles)
650 42 47	40			1450	992	-457	0,590	11	2000
	140	4.01	1438	1012	-426	0,600	11	2000	
	4 77	47	4.81	1365	736	-626	0.559	9.5	2500
	47			1352	759	-593	0.665		

Tab.4.4 : Réponse du matériau en contraintes-déformations et l'endommagement superficiel (pmax)

à différentes duretés (Φ max = 4.81MW/m²)


Figure 4.22 : Variation de ρ_{max} en fonction de la vitesse moyenne de la variation de l'amplitude de la contrainte à différentes conditions d'essais (Tmax, Φ , dureté)

4.3.2 Conclusion

Les essais effectués sur l'acier X38CrMoV5 montrent que l'endommagement microscopique superficiel peut se manifester par trois types de micro-fissuration en surface : bi-axiale, transitoires et uni-axiale selon les paramètres de sollicitations thermo-mécaniques locales et en particulier le rapport des contraintes.

Dans toutes les conditions d'essai analysées, les éprouvettes s'oxydent au cours de l'essai. Une couche d'oxyde duplex composée d'un oxyde de Fer pauvre en chrome pour la couche externe, et d'un oxyde de Fer riche en chrome pour la couche interne a été observée. La cinétique de croissance de cette couche est décrite selon une loi parabolique type Arrhénius qui dépend de la période d'essai, de la forme du cycle thermique et de la température maximale d'essai. En considérant que l'énergie d'activation est constante dans les gammes de températures étudiées, il a été observé que la constante préexponentielle de l'énergie d'activation en FT est trois fois plus importante qu'un essai FTM, et dix fois plus importante qu'un essai isotherme LCF.

Pour tous les essais de TF, il a été observé que les micro-fissures s'amorcent à partir de la couche d'oxyde formée lors de l'essai de TF. Puis il y a une évolution jusqu'à la constitution d'un réseau microscopique qui ne change plus. Il a été en outre observé une variation de caractère de ce réseau (bi-dimensionnel à uni-dimensionnel) le long d'une génératrice.

Une corrélation directe entre les niveaux de contraintes et la distance inter-fissures sur le réseau de fissure a été mise en évidence. Cette corrélation montre une relation quasiment linéaire entre le rapport de la variation des contraintes ($\Delta \sigma_{zz}/\Delta \sigma_{\theta\theta}$) et le rapport de la distance inter-fissures ($\Delta d_{\theta\theta}/\Delta d_{zz}$) en surface pour toutes conditions d'essai. Du point de vue mécanique, la variation du rapport des contraintes en surface induit les trois différents types d'endommagement.

La température maximale du cycle thermique et\ou la dureté du matériau montre un effet négligeable sur la densité finale du réseau de fissure. En revanche, le temps de chauffage à la température maximale du cycle thermique et\ou la puissance de chauffage maximale montre un effet fort sur cette densité de réseau et la durée à l'initiation du réseau de fissure est essentiellement influencée par T_{max} . Les résultats obtenus par Malm et Beneydyk [39, 42] pour le même acier sont opposés à nos résultats (cf. 1.2.4). On constate après une analyse des résultats à l'échelle macroscopique qu'il est difficile de savoir si leurs interprétations s'appliquaient à la phase d'amorçage et\ou à celle de propagation des fissures. On pourrait dire que le critère utilisé n'a pas été au préalable bien défini. Nous proposons donc les définitions suivantes :

- la phase d'amorçage est liée à la fragilisation de la couche d'oxyde et la formation d'un réseau microscopique en surface (couche d'oxyde),
- la phase de propagation est liée à l'ouverture d'une micro-fissure déjà initiée et sa propagation en surface (macro-fissures).

L'incompatibilité de déformation observée entre la couche d'oxyde et le matériau de base (substrat) et la vitesse moyenne de la variation de l'amplitude de contrainte permettent d'expliquer la variabilité ou l'invariabilité de la densité de faïençage en fonction des paramètres de fatigue thermique étudiés dans ce travail. Il n'est cependant pas encore suffisant pour tout expliquer (ouverture de fissures, $\Delta d\theta\theta/\Delta dzz$). Il faudrait prendre en compte les contraintes de la couche d'oxyde non friable pour atteindre un niveau d'explication satisfaisant.

4.4 Durée de vie en fatigue thermique

La définition de la durée de vie d'un composant d'outillage pour travail à chaud ou d'une éprouvette reste une question importante surtout lorsqu'il s'agit d'une sollicitation par la fatigue anisotherme. En fonderie sous pression d'aluminium, on considère généralement que la durée de vie d'un moule est atteinte lorsque l'éjection de la pièce est rendue difficile ou même impossible en raison de l'accrochage des bavures dans les fissures du moule ou quand on constate la formation de fissures importantes, c'est-à-dire d'une profondeur au moins égale à quelques millimètres (6mm [39]). En règle générale, cela se produit par la rupture progressive de la surface du moule ou bien par un changement excessif de sa géométrie (déformation plastique). Cependant, le comportement d'un grand nombre de moules en service montre que la durée de vie varie considérablement d'un moule à un autre [78, 87], parfois même pour une pièce identique. Ce fait a été obtenu par la différence de comportement constaté sur des outillages identiques fabriqués avec le même type d'acier, traité de façon analogue et utilisée dans des conditions similaires. La durée de vie à l'arrêt en fatigue anisotherme correspond au nombre de cycles nécessaire pour provoquer l'amorçage et la propagation

d'une fissure grande jusqu'à la rupture parfois complète. Par ailleurs, il arrive fréquemment que les moules continuent à fonctionner jusqu'à ce que se forme un réseau de fissures. Par suite, pour limiter la durée des essais, il était nécessaire d'établir une relation entre les réseaux de fissure formés après un nombre raisonnable de cycles thermiques (durée de vie utile ou durée de vie à l'amorçage) et ceux correspondant à la mise hors service d'un moule.

Selon Benedyk, il est possible de caractériser un réseau de fissures en surface au moyen d'un paramètre prenant en considération la surface totale des fissures. L'augmentation de la surface de fissures formée en cours d'essais, a été évaluée qualitativement en effectuant la somme des carrés des longueurs de fissures (Σ nd²), et l'évolution de la longueur maximale moyenne des fissures en fonction du nombre de cycles (N) pour déduire le moment d'amorçage de fissures (l'intersection de la courbe a_{moy} = f(N) avec l'axe des abscisses) (cf. §-1.2.4). D'autres possibilités pour caractériser l'endommagement en fatigue thermique est le suivi de la profondeur de fissure en utilisant la longueur cumulée (acumul) après un cyclage thermique [32, 61]. Il faut souligner que dans beaucoup de cas la durée de vie des aciers à outil pour travail à chaud a été déterminée sans aucune corrélation entre l'endommagement constaté et les sollicitations thermomécaniques en FT (contrainte et\ou de déformation).

Dans cette partie, nous évoquerons l'endommagement macroscopique en surface par la détermination des mécanismes d'amorçage et par la suite, la propagation de fissures en surface et en profondeur en utilisant comme paramètre caractéristique la longueur moyenne des macro-fissures (amoy). Les contraintes et les déformations obtenues en chapitre 3 seront employées afin de définir un ou des critères de durée de vie (l'endommagement). Egalement, l'influence des paramètres intrinsèques et extrinsèques sur l'endommagement macroscopique sera rapportée.

Afin de dissocier les phases d'amorçage et de propagation de macro-fissures, nous définissons les durées de vie suivantes :

- durée de vie à l'arrêt de l'essai (Na) : nombre de cycles écoulés pour qu'une longueur en surface de fissure ne montre aucune évolution.
- durée de vie à l'amorçage macroscopique en surface (Ni) : nombre de cycles nécessaire pour amorcer une macro-fissure de 0.1 mm en surface. Ni a été déterminé à partir des observations au MEB sur la surface de l'éprouvette.
- durée de vie à la propagation en surface (Np) : : nombres de cycles nécessaires pour atteindre une macro-fissure de 1 mm (Np1) et de 4.5 mm (Np4.5)en surface.

4.4.1 Mécanisme d'amorçage de macro-fissures

L'observation de la surface des éprouvettes au MEB a démontré que les macro-fissures se propagent toujours à partir des petites fissures amorcées dans la couche d'oxyde. En effet, une fois le réseau de micro-fissures constitué (ρ_{max}) et toujours sous l'action de la sollicitation thermique, on remarque que parmi les micro-fissures déjà amorcées (figure 4.23), certaines s'ouvrent de plus en plus provoquant ainsi la naissance d'une macro-fissure. Une fois amorcées, les macro-fissures se propagent de manière intercellulaire et transcellulaire, dans la direction zz (sous la contrainte $\sigma_{\theta\theta}$). Ce n'est qu'ensuite, par effet de coalescence de fissures, que les fissures se développent dans la direction $\theta\theta$ (bifurcation). C'est alors que se forme le réseau de fissure macroscopique. La propagation des macro-fissures en surface a été suivie par des essais interrompus. L'observation au télescope Questar a également permis de mettre en évidence l'ouverture de ces macro-fissures dès l'interruption du chauffage.

La figure 4.24 montre l'évolution de la macro-fissure principale pour un essai de Tmax= 650°C à 42HRc, observée sur la surface. On remarque qu'après 3000 cycles, une macro-fissure déjà amorcée a atteint une taille suffisante à partir de laquelle sa coalescence avec d'autres macro-fissures existantes devient possible. En outre, la constitution d'un deuxième réseau de fissures en surface appelée réseau macroscopique est établie (figure 4.25). On observe que, l'ouverture des macro-fissures principales de ce réseau au cours du cyclage est de plus en plus important. Cela s'explique par la propagation de réseau de fissure en profondeur. Par ailleurs, d'autres fissures en surface continuent à apparaître, essentiellement à des températures très élevées (Tmax= 685°C) et pour un temps de chauffage élevé (tch=3.7s) (figure 4.26).

Il faut rajouter que, l'amorçage ou la propagation des fissures vers le cœur de l'éprouvette sont accompagnés et influencée par la couche d'oxyde formée (figure 4.27). En effet, la présence de l'oxyde dans une fissure empêche son mouvement libre (ouverture, fermeture) notamment en tête de fissure. Il semble que les fissures restent ouvertes accélérant la propagation de fissure.





🗩 ZZ



Figure 4.24 : Evolution de la macro-fissure principale à partir des observations au MEB cycle thermique :100-650°C – 42HRc

(a) 3000 cycles, (b) 5000 cycles, (c) 7500 cycles.







Figure 4.26: Constitution d'un réseau de fissure intermédiaire (entre réseau de fissure microscopique et macroscopique)
(a) Tmax= 685°C - N= 3000 cycles, (b) t ch=3.7s (Tmax= 650°C), N= 10000 cycles



Figure 4.27: Présence de l'oxyde dans la fissure en profondeur cycle thermique : 100-685℃, N= 3000 cycles, 47HRc

4.4.2 Propagation des macro-fissures en surface

La figure 4.28 représente la variation de la longueur moyenne des macro-fissures (a_{moy}) dans la zone utile de l'éprouvette en fonction du nombre de cycles de FT, pour les paramètres extrinsèques (T_{max} , Φ_{max}) et intrinsèques (dureté). La longueur moyenne a été déterminée pour des macro-fissures isolées c'est-à-dire avant la constitution du réseau macroscopique par coalescence des fissures (cf. §-4.3.1). Elle est donnée par l'équation 4.4. On considère que la distribution de la température dans la zone utile est quasiment homogène quelles que soient les conditions d'essais (cf. §-2.2.2.4).

$$a_{moy} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{i=n} a_i$$
(4.4)

ai : longueur de la fissure (mm)

n : nombres des fissures

On remarque d'après ces figures que l'effet de T_{max} sur le comportement à la fatigue thermique de l'acier est très significatif pour des T_{max} > 575°C, tant sur l'initiation que sur la propagation en surface. La période d'apparition des macro-fissures est passée d'environ 30000 à 1500 cycles lorsque T_{max} augmente de 600°C à 685°C. Une diminution de 35°C triple la durée à l'initiation par rapport à T_{max} = 685°C (1500 à 5000 cycles). En même temps la vitesse de propagation de fissure diminue sensiblement et surtout pour T_{max} = 600°C. Par contre, pour des T_{max} \leq 575°C aucune macro-fissure n'est constatée en surface, et le seul endommagement mis en évidence est caractérisé par l'apparition de l'écaillage dans la couche d'oxyde pour un nombre de cycles très élevés.

Pour $T_{max} = 650^{\circ}$ C, l'effet de la puissance de chauffage Φ (ou tch) montre que la résistance à la fatigue thermique est de plus en plus importante pour des essais testés à faibles Φ_{max} ou lorsque les niveaux de contraintes sont faibles (cf. §-3.3.3). Contrairement à l'effet de T_{max} , Φ_{max} a peu d'influence sur l'amorçage des macro-fissures. Par contre, la propagation des macro-fissures est augmentée avec l'élévation de Φ (c'est à dire la diminution du temps de chauffage du cycle thermique).

Enfin, l'influence de la dureté sur la tenue à la fatigue thermique de l'acier est très marquée. On constate que l'amorçage des macro-fissures est plutôt retardée pour la dureté 47HRc. En effet, la période d'amorçage passe de 3000 à 5000 cycles lorsque la dureté augmente de 42HRc à 47HRc. Par contre la vitesse de propagation en surface est nettement plus importante à 47HRc. Par conséquent, les deux courbes de propagation se croisent à environ 20000 cycles et 4mm de longueur. En terme de durée de vie cela signifie que la classification des deux duretés risque de s'inverser en fonction du critère de durée de vie choisi.

Comme il a été observé pour les micro-fissures (faïençage), la durée à l'amorçage des macrofissures est fortement influencée par la température maximale du cycle et peu influencée par la puissance de chauffage. Dans les deux cas, et pour les conditions expérimentales testées, il existe un niveau de température ou de puissance de chauffage au-delà desquels aucune macro-fissure ne s'amorce. Il doit donc exister un régime de fonctionnement (baisse de température, baisse de densité de flux thermique à l'interface pièce/moule) dans lequel les moules de fonderie devraient ne pas s'endommager. Enfin, la dureté a une influence non négligeable sur l'amorçage des macro-fissures, contrairement aux micro-fissures. Les corrélations entre la durée à l'amorçage et les paramètres thermiques et mécaniques seront fournis dans §-4.4.2.1.

La vitesse de propagation est fortement influencée par la dureté de l'acier. Plus il est dur, plus l'acier est fragile et ses fissures se propagent vite. La température maximale en soit (puissance de chauffage idem) n'influence que très peu la vitesse de propagation en surface. Pourtant les paramètres mécaniques (cf. tableau 4.2) sont très différents, sauf peut-être $\Delta \mathbf{E}$ méc. La puissance de chauffage (à température constante) voit les vitesses de propagation augmenter dans le même sens, tout comme l'ensemble des paramètres mécanique (y compris $\Delta \mathbf{E}$ méc).





Figure 4.28.b : Propagation des macro-fissures en surface - effet de Φ max



Figure 4.28.c : Propagation des macro-fissures en surface - effet de la dureté

4.4.2.1 Critère de durée de vie en surface

Dans la fonderie sous pression d'aluminium, des moules identiques utilisés dans les mêmes conditions montrent des durées de vie différentes (cf. §-4.4). En pratique industrielle, la durée de vie est généralement déterminée par des observations visuelles de la fissuration en surface des moules ou par la difficulté d'extraction des pièces coulées. Il est difficile de donner un critère de durée de vie acceptable par tous et en particulier un critère basé sur une longueur donnée de fissure en profondeur. Nous avons choisi des critères de durée de vie pour l'amorçage et la propagation de macro-fissures en surface. La durée de vie de l'amorçage de fissure correspond à une longueur moyenne de fissure de 0.1 mm. Deux durées de vies finales sont définies pour des fissures de longueur de 1mm et de 4.5 mm.

En général, la résistance en fatigue thermique des matériaux métalliques est présentée dans la littérature par la variation de la durée de vie en fonction de T_{max} . La courbe de durée de vie en fonction de T_{max} ne rationalise pas la durée de vie de nos essais conduits avec différente vitesse de chauffage ($T_{max} = 650^{\circ}$ C), figure 4.28.d. En effet, la température « en soi » n'est pas la source de la fissuration en fatigue thermique. Les résultats de nos essais réalisés sur l'acier X38CrMoV5 sont regroupés dans les figures 4.29 à 4.33 selon différents critères (déformation, contrainte, ou energie..).

Les figures 4.29 à 4.33 montrent que l'augmentation de T_{max} de 85°C à partir de 600°C entraîne une réduction de vie très importante (d'environ 40 fois). A T_{max}= 650°C, l'augmentation de la puissance de chauffage de 2.78MW/m² à 4.81MW/m² augmente la vitesse de chauffage et provoque une réduction

de la durée de vie d'environ un facteur deux. En effet, l'augmentation de la puissance de chauffage crée des gradients thermiques transitoires plus importants et augmente l'amplitude de variation de déformation mécanique ou de contrainte lors des sollicitations thermo-mécaniques, figures 4.29 et 4.30. De même lorsque la dureté initiale de l'acier diminue de 47HRc à 42HRc, la durée de vie à l'amorçage se réduit d'un facteur deux. Par contre, la durée de vie finale (a = 4.5 mm) reste pratiquement inchangée.

L'augmentation de la vitesse de chauffage crée des gradients thermiques transitoires plus importants et augmente l'amplitude $\Delta \varepsilon_{méc}$ ou $\Delta \sigma$ de sollicitations thermo-mécaniques, figures 4.29 et 4.30 et donc une réduction de la durée de vie. Comme on peut le constater (figures 4.31 à 4.33), en utilisant les critères de durée de vie basés sur la contrainte maximale ou la variation de déformation plastique ou de l'énergie dissipée plastiquement on peut rationaliser les durées de vie de nos essais FT. Il faut mentionner que la courbe de durée de vie basée sur $\Delta \varepsilon_{pl}$ de nos essais de FT et les essais LCF ne présentent pas les mêmes coefficients de Manson-Coffin [52]. Des études plus détaillées en particulier sur l'interaction entre l'oxydation et la propagation de fissures (en profondeur) doivent être menées pour mieux comprendre ces différences. La figure 4.34 montre que la variation de la vitesse de propagation de fissure en fonction de $\Delta \varepsilon_{méc}.\sqrt{\pi}.a$ et $\Delta \sigma^*\sqrt{\pi}.a$ peut rationaliser la propagation de fissure sur la surface externe de nos éprouvettes. Il faut mentionner que dans l'absence de calcul élaboré de Kmax (= α . $\sigma.\sqrt{\pi}.a$), nous avons choisi le paramètre $\sigma.\sqrt{\pi}.a$ pour sa simplicité pour des applications industrielles.



Figure 4.28.d: Durée de vie en fonction de la variation de la température maximale



Figure 4.29: Durée de vie en fonction de la variation de la déformation mécanique



Figure 4.30: Durée de vie en fonction de la variation de la contrainte



Figure 4.31: Durée de vie en fonction de la variation de la contrainte maximale



Figure 4.32: Durée de vie en fonction de la variation de la déformation plastique



Figure 4.33 : Durée de vie en fonction de l'énergie dissipée plastiquement







Figure 4.34.b :Variation de la vitesse de propagation surfacique de fissure en fonction de $\Delta \sigma$. $\sqrt{\pi}.a$



Figure 4.34.c :Variation de la vitesse de propagation surfacique de fissure en fonction de σ_{max} . $\sqrt{\pi}$.a

4.4.3 Propagation des fissures en profondeur

Les essais continus ont été utilisés pour déterminer l'amorçage et la propagation des fissures en profondeur. La répartition par classes des longueurs de fissures en profondeur est donnée dans les figures 4.35 à 4.41. Les courbes de propagation des fissures en profondeur n'ont pas pu être établies. Ces courbes de répartition de fissures en profondeur mettent bien en évidence l'existence de deux classes de fissures (cf. figures 4.35, 4.39).

- Les petites fissures 5-20µm
- Les grandes fissures supérieures ou égal à 200µm.

La tendance est que les petites fissures sont les plus nombreuses et qu'elles ne se propagent pas en groupe. Il est possible de voir qualitativement (cf. figure 4.37) dans certain cas que la population des grandes fissures augmente. Cependant, ces observations qualitatives n'ont pas pu faire l'objet d'une quantification. Par conséquent les résultats obtenus ne permettent pas de tirée des conclusions chiffrées. C'est une grande limitation dans nos analyses malgré un bon contrôle des procédures expérimentales. On peut d'ailleurs le rapprocher des fluctuations hératiques relevées par les fondeurs et se demander comment les études précédemment citées peuvent classer des matériaux sur la base de la propagation en profondeur.

Effet de Tmax



Figure 4.35 : Répartition des fissures en profondeur à différents nombres de cycles cycle thermique 100-650°C ; t ch= 1.2s ; Φ = 4.81MW/m², **47HRc**



Figure 4.36 : Répartition des fissures en profondeur à différents nombres de cycles cycle thermique 100-650°C ; t ch= 3.7s ; Φ = 2.78MW/m², **47HRc**



Figure 4.37 : Répartition des fissures en profondeur à différents nombres de cycles cycle thermique 100-650°C ; tch= 1.2s ; Φ = 4.81MW/m², **42HRc**



Figure 4.38 : Répartition des fissures en profondeur à différents nombres de cycles cycle thermique 100-685°C ; t _{ch}= 1.6s ; Φ = 4.81MW/m², **47HRc**

Effet de la dureté







Figure 4.39 : Répartition des fissures en profondeur à différents nombres de cycles (a) 10 000 cycles, (b) 15000 cycles, (c) 20000 cycles



Figure 4.40 : Répartition des fissures en profondeur à différents nombres de cycles cycle thermique 100-650°C ; t ch= 1.2s, 47HRc, N= 10000 cycles



Figure 4.41 : Répartition des fissures en profondeur à différents nombres de cycles cycle thermique 100-650°C ; tch= 1.2s , 47HRc, N= 20000 cycles

4.3.4 Conclusion

Pour les conditions d'essai étudiées, il apparaît que la contrainte maximale, la variation de la déformation plastique, l'énergie dissipée plastiquement sont les meilleurs critères pour corréler les durées de vie en surface pour des essais à différentes températures maximales et à différentes puissances de chauffage (vitesse de chauffage). Il a été montré que pour ce type d'essai, la durée de vie était réduite avec l'augmentation de Tmax de l'augmentation de vitesse de chauffage. De même la durée de vie est réduite quand la durét initiale de l'acier diminue.

Le mécanisme d'amorçage des macro-fissures est lié au réseau microscopique (faïençage) développé en surface. En effet, il a été observé que les macro-fissures s'amorcent toujours à partir des micro-fissures (cellules de fissures) formées dans la couche d'oxyde. Il a été constaté que l'amorçage et la propagation des macro-fissures sont influencées par l'augmentation de T_{max} et l'augmentation de la vitesse de chauffage grâce à l'accroissement de la puissance de chauffage imposée. Par ailleurs, la propagation en surface des macro-fissures est à la fois inter-cellulaires et trans-cellulaires.

Les essais continus (observations effectuées en coupe) ont été utilisés pour déterminer l'amorçage et la propagation des fissures en profondeur. La répartition par classes des longueurs de fissures en profondeur est donnée dans §-4.4.3. Les courbes de propagation des fissures en surface ont été établies mais n'ont pas pu donner lieu à une analyse quantitative.

Chapitre 5 : Conclusion générale et perspectives

Conclusion

Ce travail a été mené dans le cadre d'un projet industriel (contrat CIFRE) entre le CTIF, FAC et CROMeP, dans le but d'identifier les paramètres influant sur le phénomène d'endommagement et la fissuration par la fatigue thermique des moules en fonderie sous pression d'aluminium. Cette fissuration se présente sous forme des cellules dites faïençage. Le programme expérimental initial consistait, dans un premier temps, à créer un cycle thermique de référence dans le laboratoire avec un chauffage « le plus rapidement possible » afin de s'approcher des conditions industrielles (temps de chauffage d'environ d'une seconde). L'objectif consistait également à explorer l'effet de la température maximale de cycle thermique entre 500°C à 550°C (essai dit « basse température »). Ces températures sont proches celles du premier traitement de revenu des aciers (5% Cr). Il faut mentionner que la température maximale de surface des moules en fonderie sous pression rapportée dans la littérature est souvent proche de ces températures.

En se basant sur les résultats de la fatigue oligocyclique (LCF) isotherme, nous avions prédit des durées de vie longues proches et\ou supérieures à 10⁵cycles [52]. Ces durées de vie se situent dans le domaine de transition « Low Cycle Fatigue » et « High Cycle Fatigue ». Par ailleurs une étude bibliographique révèle que des investigations en fatigue thermique dans ces conditions (en particulier sur les éprouvettes cylindriques) sont rares. Dans la plupart des cas, les essais de fatigue thermique sont conduits à des Tmax supérieurs à 550°C et souvent la durée de vie se limite à un nombre de cycles inférieur à 5.10⁴.

En parallèle, des mesures de cycle thermique sur un moule réel devaient être réalisées par des capteurs instrumentés par des thermocouples et implantés dans un moule en production chez la FAC. En plus, ces mesures devaient être accompagnées avec des observations de l'endommagement sur moule. Des capteurs sous forme d'inserts ont été conçus et réalisés à l'Ecole des Mines. Malheureusement, ce plan initial n'a pas pu être réalisé en raison d'impératifs industriels. Les mesures thermiques ont donc été réalisées sur une machine d'injection de 600 Tonnes utilisée en R&D.

L'objectif des essais de laboratoires consistait à examiner différents paramètres extrinsèques et dans une moindre mesure les paramètres intrinsèques (dureté initiale) sur la fatigue thermique de la nuance d'acier X38CrMoV5 (AISI H11).

Les essais menés à Tmax \leq 550°C ont confirmé notre prévision de durée de vie à savoir un nombre de cycles supérieurs à 10⁵ nécessaires pour former des fissures macroscopiques. Nous avons donc conduit nos essais seulement à ce nombre de cycles. Néanmoins la fissuration microscopique (faïençage) dans des couches d'oxydes a été observée. Les observations en coupe ont montré que ces microfissures ne se propagent pas dans le substrat. En effet, les forces motrices se sont pas suffisamment élevées pour faire propager ces fissures dans le substrat. On peut supposer que les sollicitations thermiques et mécaniques s'approchent de celles de thermo-élasticité. De même, l'oxydation et l'écaillage cycliques de surface apparaissent d'avantage comme un mécanisme d'endommagement par enlèvement progressif de matières sous contrainte cyclique anisotherme que la fissuration proprement dite. Dans le cas où la température maximale (T_{max}) de la surface de moule est proche de 550°C (la littérature ou nos propres mesures chez FAC et dans d'autres cas industriels) la présence de fissure sur la surface des moules suggère que l'endommagement se produit par un mécanisme complexe : interaction cyclique entre Al liquide, fatigue thermique et oxydation de l'acier (étamage couplé avec effets de lubrification).

La température minimale des cycles thermiques a été maintenue à 100°C pour tous les essais. L'effet de la température maximale sur la résistance et le comportement en fatigue thermique des matériaux métalliques est souvent rapporté dans la littérature. La température maximale de surface des moules de fonderie sous pression étant différente (selon les épaisseurs des pièces et d'autre part, selon la position dans le moule) l'effet de la température maximale a donc été étudié entre 500°C et 685°C. De même l'effet de la vitesse de chauffage et de refroidissement en fatigue thermique est souvent étudié sur la même géométrie d'éprouvette. Ainsi, les gradients thermiques transitoires différents créées conduisent à des durées de vie différentes. En effet, la modification de ces paramètres extrinsèques change la densité de flux de chaleur imposée ou extraite de la surface des éprouvettes de fatigue thermique. C'est pourquoi l'effet du flux de chaleur a été examiné.

L'acier utilisé appartient à la classe des aciers résistants aux chocs thermiques par sa plus grande résistance à haute température (limite d'élasticité et résistance à la traction). En ce qui concerne sa microstructure, l'acier X38CrMoV5 contient du chrome et des éléments carburigènes qui lui confère une bonne stabilité de la microstructure à haute température et une bonne résistance à l'oxydation. La microstructure à l'état trempé revenu est constitué de lattes martensitiques avec des carbures précipitant aux joints de lattes et d'une macroségrégation des éléments de Si, Mn, Cr et V. Deux niveaux de dureté (42 et 47HRc) ont été étudiés dans ce travail.

Dans ce travail des contraintes et des déformations en fatigue thermique ont été calculées par des simulations numériques (ABAQUS) avec un modèle thermo-élastoplastique. Les déformations obtenues en surface montrent que l'éprouvette reste de type compression-compression pendant tout le cycle (chauffage, refroidissement). En revanche, les contraintes sont de type compression-traction lors de chauffage/ refroidissement. La distribution du champ temps-Température-Contraintes-Déformations (tTCD) dans nos éprouvettes est ainsi déterminée.

Des paramètres extrinsèques et intrinsèques ont montré que :

- la température maximale du cycle thermique a un impact important sur la distribution de la contrainte et de la déformation au sein de l'éprouvette. Les maxima de contraintes augmentent avec la température maximale (densité de flux thermique est constante) tandis que les minima de déformations mécaniques ou plastiques diminuent.
- la variation de la puissance de chauffage (vitesse de chauffage) a également un impact important sur la distribution de contrainte et déformation. Les maxima de contraintes et déformations mécaniques diminuent avec la diminution de la puissance de chauffage.
- la dureté du matériau a un effet très important sur le niveau des contraintes et des déformations (Tmax < 685°C). Les maxima de contraintes et les minima de déformations mécaniques diminuent avec la diminution de la dureté du matériau.

Les mécanismes d'endommagement (fissuration) micro et macroscopiques ont été étudiés. L'endommagement se présente sous forme d'oxydation de la surface externe à partir de laquelle des micro-fissures s'amorcent sous des sollicitations thermomécaniques pour constituer un réseau (faïençage). Dans toutes les conditions d'essai analysées, les éprouvettes s'oxydent au cours de l'essai. Une couche d'oxyde duplex composée d'un oxyde de Fer pauvre en chrome pour la couche externe, et d'un oxyde de Fer riche en chrome pour la couche interne a été observée. La cinétique de croissance de cette couche est décrite par une loi parabolique de type Arrhenius. Elle dépend de la forme de cycle thermique en particulier des conditions de chauffage et de la température maximale d'essai. En considérant que l'énergie d'activation est constante dans les gammes de températures étudiées, il a été observé que la constante préexponentielle de l'énergie d'activation en FT est trois fois plus importante que l'essai fatigue thermomécanique, et dix fois plus importante qu'un essai de fatigue isotherme oligocyclique.

Une fois le réseau microscopique de faïençage constitué, il n'évolue plus et sa densité reste inchangée. La température maximale du cycle thermique et\ou la dureté du matériau montre un effet négligeable sur la densité finale du réseau de faïençage. En revanche, le temps de chauffage à la température maximale du cycle thermique et\ou la puissance de chauffage maximale montre un effet fort sur le réseau de faïençage. La variation de la densité de faïençage en fonction de la densité de flux imposé est linéaire. L'incompatibilité observée entre la couche d'oxyde et le matériau de base (substrat) et la vitesse moyenne de contrainte permettent d'expliquer la variabilité ou l'invariabilité de la densité de faïençage en fonction des paramètres de fatigue thermiques étudiés dans ce travail. Une vitesse de contrainte moyenne limite est observée. Il a été en outre observé un changement de forme de ce réseau (bi-dimensionnel à uni-dimensionnel) le long d'une génératrice d'éprouvette de FT. Une corrélation quasiment linéaire entre le rapport de la variation des contraintes ($\Delta \sigma_{zz}/\Delta \sigma_{\theta\theta}$) et le rapport de la distance inter-fissures ($\Delta d\theta\theta/\Delta dzz$) en surface sur le réseau de faïençage a été mise en évidence. Du point de vue mécanique, la variation du rapport des contraintes en surface induit les trois types d'endommagement (faïençage) observés (cf. §-4.3).

Le mécanisme de formation des macro-fissures est lié au réseau microscopique développé en surface. Des macro-fissures se propagent à partir des micro-fissures amorcées dans les couches d'oxydes. Sous des sollicitations multiaxiales, la macro-fissuration et la coalescence des fissures conduisent à la formation des macrocellules. La propagation de macrofissures est tortueuse en raison des sollicitations multiaxiales. Il a été constaté que l'amorçage et la propagation des macro-fissures sont influencés par l'augmentation de la température maximale de l'essai et la puissance de chauffage imposée (flux de chaleur). La dureté initiale du matériau influence à son tour l'amorçage des macro-fissures. Par ailleurs, la propagation en surface des macro-fissures est à la fois inter- et trans-cellulaire (mixte).

Finalement, il apparaît que la contrainte maximale, la variation de la déformation plastique, l'énergie dissipée plastiquement sont les meilleurs critères pour corréler les durées de vie (amorçage et durée de vie finale) de tous les essais réalisés à différentes températures maximales et à différentes puissances de chauffage (vitesse de chauffage). Les critères de durée de vie à l'amorçage et de durée de vie finale fixés correspondent respectivement à une longueur de fissure en surface de 0.1 mm, 1 mm (ou 4.5 mm). Il a été montré que pour ce type d'essai, la durée de vie en fatigue diminue avec l'augmentation de la température maximale de l'essai et la puissance de chauffage imposée (vitesse

de chauffage plus élevée). Le même phénomène (durée de vie réduite) a été observé avec l'abaissement de dureté initiale de l'acier. Une relation existe entre le nombre de cycles d'amorçage de faïençage et nombre de cycles d'amorçage ou la durée de vie finale. La propagation de fissure en surface des essais en fatigue thermique peut être rationalisée par $\Delta \sigma \sqrt{\pi}.a$ et en particulier $\sigma_{max} \sqrt{\pi}.a$.

Industrielle

Comme cela a été montré, quelle que soit la condition de sollicitation (Tmax, densité de flux de chaleur ou vitesse de chauffage imposée), une courbe de durée de vie a été établie en laboratoire (par exemple la contrainte maximale de cycle thermique en fonction du nombre de cycles). Ces types de courbes doivent être établies en fonction des pièces à produire selon un critère choisi. Une définition plus claire et explicite doit être donnée pour prédire la durée de vie : par exemple une certaine longueur de fissure en surface ou en profondeur. Ensuite par des simulations numériques ou des approches plus simplifiées (par exemple adimensionalisation) des contraintes maximales (ou d'autres critères) dans les zones critiques choisies doivent être estimées. Ensuite, en reportant ces contraintes (ou d'autres critères) sur l'axe de contrainte, le BE peut estimer le nombre total de pièces à produire. Il est bien évident que si la température et contrainte calculées (ou d'autres critères) dans une zone critique donnée est σ 1 N1-T1, Figure 5.1, alors cette région va s'endommager en premier. Des solutions curatives ou des réparations devront être envisagées. Les zones qui subissent les sollicitations σ 2 N2-T2, s'endommagent plus tard (après N2 pièces produites) que la zone critique σ 1. Il faut tout de même rappeler que la durée de vie en fatigue est toujours donnée avec une certaine probabilité. L'étude de probabilité n'a pas été menée dans ce travail.



Figure 5.1 : Courbe de durée vie typique pour la fonderie sous pression

Perspectives

Au cours d'un même cycle de production, la surface des moules de fonderie sous pression d'aluminium est soumise à des sollicitations thermo-mécaniques de signes opposés. En effet, lors de la phase d'injection de l'aluminium liquide, la température de la surface du moule s'élève plus rapidement qu'à l'intérieur et un gradient thermique se crée. Ce gradient induit en surface des déformations et des contraintes thermiques de compression (choc chaud). Comme la température est élevée, la surface peut se déformer plastiquement. A l'inverse, lors de l'opération de poteyage, la surface est refroidie par la pulvérisation forcée d'un mélange contenant plus de 95 % d'eau. Cette opération se réalise lors de l'ouverture des moules après l'éjection et a plusieurs effets, elle :

- protége la surface contre une réactivité thermo-chimique important avec l'Aluminium,
- refroidit la surface et donc le moule (abaissement de la température moyenne),
- engendre un choc thermique lors de refroidissement car la température de la surface diminue plus rapidement que le cœur de moule et la contraction libre de surface serait davantage empêchée par le cœur du moule qui reste plus chaud. La surface subit donc des contraintes de choc thermique en tension (choc froid). Ces contraintes peuvent jouer un rôle important dans la propagation de fissure.

Nous proposons plusieurs pistes pour poursuivre cette étude. Ces pistes portent à la fois sur les paramètres extrinsèques et intrinsèques avec la prise en compte de l'environnement (oxydation, étamage). Nous proposons donc d'examiner :

- 1. l'effet de la température minimum de cycle thermique,
- 2. l'effet de vitesse de refroidissement sur l'amorçage micorscopique (faïençage) et la propagation de fissure (et macroscopique),
- 3. Etendre l'étude de sensibilité à la dureté de l'acier (des points de dureté supplémentaires) et l'effet de la température de l'austénitisation,
- 4. Les essais ont été menés sur des éprouvettes cylindriques. La détermination de la vitesse de la propagation de fissures est délicate pour ces éprouvettes. Des éprouvettes de type Wallace sont mieux adaptées pour une telle étude. De plus, l'effet de congés (source de concentration de contrainte) peut aussi être examiné,
- 5. l'amorçage et la propagation de fissure doivent systématiquement être suivi avec le télescopique Questar,
- 6. l'effet de l'environnement (oxydation et en particulier l'étamage) doit être entrepris pour comprendre et modéliser la durée de vie des moules de fonderie,
- 7. l'étude de l'influence des paramètres process (vitesse de remplissage, la pression, des températures, et position dans le moule, etc.) sur la densité de flux. C'est ce flux local qui détermine en fin de compte la durée de vie de zone donnée. La "fenêtre" des paramètres process admissible pour la réalisation d'une pièce "bonne" étant large, il est important de déterminer dans quelle partie de cette fenêtre la durée de vie est optimale,
- 8. l'effet d'un revenu de détentionnement des contraintes sur la durée de vie par rapport aux résultats obtenus dans ce travail,

- 9. l'effet des revêtements et des traitements de surface (nitruration, ou matériaux à gradient, etc) ainsi que le pré endommagement (oxydation, aluminisation etc) sur l'endommagement des moules,
- 10. les mesures des contraintes résiduelles à chaud et à froid par de DRX à froid et à chaud sur les éprouvettes de fatigue thermique et sur moules industriels,
- 11. Poursuivre les simulations numériques et analytiques (prise en compte de l'effet d'échelle, effet d'un revêtement), etc...
- 12. Développement des modèles plus élaborés pour prédire la formation de faïençage et la durée de vie en fatigue thermique afin d'utiliser d'une manière préventive les moules et les traitements de surface (réparation, détentionnement etc...). Ces modèles doivent prendre en compte l'interaction avec l'oxydation et avec aluminisation.

Références

- [1] E.T. Des Industries de Fonderie, " Technologie de la Fonderie en Moule métalliques Fonderie Sous Pression ", Editions Techniques des Industries de la Fonderie, Deuxième Edition Révisée ed., 1977.
- [2] A. Valette, "Fonderie Sous Pression "Document de Cours, 1992.
- [3] M. Suzuki, M. Ishihara and H.Miyachi, "Residual Stress and Heat Checking in Die Casting Dies ", Transactions of the 7th SDCE International Die casting Congress, Chicago, pp. 1-8, October 1972.
- [4] G. W. Liu, Y.S. Morsi, J.P. Van Der Walt, "Analysis of Spray Cooling Heat Flux ", Transactions of ASME, 1999. 121: p. 742 – 745.
- [5] J. Worbye, " New Information Points the Way to Longer Die Casting Die Life ", Die casting Engineer, pp. 42-54, July 1985.
- [6] L.L Centa, J. F. Wallace, "Effect of Electro-Discharge Machining on the Surface and Sub-Surface Micro Structure of H13 Steel ", Transactions of the 15th Die Casting Congress and Exposition, St. Louis, pp ; 1-13, October 1989.
- [7] R. Reynoldson, "Diecasting Tools Manufactured From H13 Hot Work Tool Steels", Die Casting and Technology, pp. 39-49, September 1998.
- [8] D. Schwam, J.F. Wallace, Improvement of Die Life in Aluminium Die Casting ", Die Casting Engineer, Vol. 39, pp. 12-16, March 1995.
- [9] W. Young, "Why Die casting Dies fail ", Transactions of the 10th International Die Casting Exposition and Congress, St.Louis, pp. 159-166, March 1979.
- [10] R. Breitler, " Recent Developments in Die Steels for Pressure Die Casting ", Transactions of the Driving Die Casting into the 21st Century, Detroit 1991, pp. 231-235, September-October 1991.

- [11] R. Mattavelli, " Die Casting Problems and possible Solutions ", Die Casting and Technology, pp. 42-51, March 1998.
- [12] J. Parisien, " Contrôle des Aciers Destinés à la Fabrication de Moules de Fonderie Sous Pression", Fonderie Fondeur d'Aujourd'hui, pp. 32-35, Novembre 1981.
- [13] J. A. Dankovich, W.H. Oberndorfer, "Effects of Heat Treatment on Aluminium Die Casting Die life ", B.D.T. Fonderie Sous Pression, pp. 45-52, November 1965.
- [14] Y. Hémot, "Fonderie Sous Pression : Conception et Réalisation des Outillages", Edition technique des Industries de la Fonderie, Ed 1999.
- [15] Y. Hémot, " A propos de l'Usinge par Electro-Erosion", Fonderie-Fondeur d'Ajourd'hui, n° 117, p. 10, Aout-Septembre.
- [16] M. Siaut, "Traitement Thermique des Aciers Z38CDV 5 pour Moules Sous Pression d'Alliages légers et Optimisation des Propriétés d'Emploi ", Traitement Thermique, n°. 217, pp. 21-26, 1988.
- [17] J. Barralis, G. Maeder, Précis de Métallurgie Elaboration, Structures-Propriétés et Normalisation, Sixième ed. 1997.
- [18] N. Mebarki, " Relation Microstructures Propriétés Mécaniques d'Aciers Martensitiques Revenus Destinés aux Outillages de Mise en Forme d'Alliages Légers " Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, Février 2001.
- [19] D. Delagne, " Comportement et Tenue en Fatigue Isotherme d'Acier à Outils Z38CDV5 Autour de la Transition Fatigue Oligocyclique-Endurance " Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, Mars 1998.
- [20] L. A. Norstrom, B. Klarenfjord and M. Svensson, "General Aspects on "Washout" Mechanisms in Aluminium Die Casting Dies ", Transactions of the 17th International Die Casting Congress, Cleveland, pp. 219-225, October 1993.
- [21] P. Hairy, M. Richard, '' Réduction du Collage en Fonderie Sous Pression par l'Utilisation de Traitements de Surface '' Fonderie Fondeur d'Aujourd'hui, pp. 43-56, Décembre 1996.
- [22] B. Miquel, " Etude du Comportement et de l'Endommagement en Fatigue Thermo-Mécanique de l'Acier F82H-MOD à 9% de chrome, stage d'initiation à la recherche, DEA Génie Mécanique, Université Paul Sabatier, Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, Février-Juin 1998.
- [23] P. Hairy, M. Richard, "Réduction du Collage en Fonderie Sous Pression par l'Utilisation de Traitements de Surface", Fonderie-Fondeur d'Ajourd'hui, n° 160, Décembre 1996.

- [24] W. Kerbs, " Considérations Modernes Sur Les Moules Pour Coulée Sous Pression, Contraintes, matériaux Utilisés, fabrication et traitement Thermique (traduction CTIF) ", Giesserie, pp. 645-652 and 733-740, November–December 1978.
- [25] J. Lemaitre, J-L. Chaboche, Mécanique des Matériaux Solides, ch. 7, p. 344. 1985.
- [26] N. Ohrberg, J. Tidland, " Some Aspects of Dies Steels ", Die Casting Bulletin, pp. 21-28, October 1979.
- [27] S. Jean, "Méthodologie d'Exploitation Mécanique et Microstructurale d'un Essai de Fatigue Thermique : Application à l'Etude du Faïençage d'un Acier pour Outil de Forge à Chaud" Thèse de Doctorat, Institut National de Polytechnique de Toulouse, Décembre 1999.
- [28] A. Oudin, "Thermo-Mechanical Fatigue of Hot Work Tool Steels" Thèse de Doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2001.
- [29] T. Tsuchiyama, Y. Miyamoto, S. Takaki "Recrystallization of Lath Martensite With Bugle Nucleation and Growth Mechanism" ISIJ International, 41 (9), pp 1074 1052, 2001.
- [30] G. Dour, " Aide-Mémoire de fonderie, Alliage, procédés, propriétés d'usage, Défauts, Dunod, 2004.
- [31] F. Rézaï-Aria, "Fatigue Thermique et Fatigue Isotherme d'un Superalliage à Base de Cobalt : Etude Métallurgique de L'endommagement et Modélisation ", thèse de doctorat, Université de Paris-Sud, Centre d'Orsay, 1986.
- [32] D. Rousseau, J.P. Riegert, L. Seraphin and R. Tricot, "Fatigue Themique des Aciers à Outils Pour travail à Chaud ", 2nd Colloque international les Aciers à Outils pour Travail à Chaud, St-Etienne 1977, Décembre 1977.
- [33] L. Rémy, "Méthodologie de la Fatigue Thermique" Fatigue à Haute Température Journées Internationales de Printemps, pp. 252-274, Paris, Juin 1996.
- [34] D.A. Spera, "What is Thermal Fatigue?", in Thermal Fatigue of Materials and Components, ASTM STP 612, American Society for Testing and Materials, 1976, pp ; 3-9.
- [35] S.S. Manson, " Thermal fatigue of Die Casting Dies A Review and Proposed Future Program ", Tech. Rep. 01-72-05D, DCRF Technical Committee, 1972.
- [36] M.A.H. Howes, " Evaluation of Thermal Fatigue Resistance of Metals Using the Fluidized bed Technique ", Fatigue at Elevated Temperatures, ASTM STP 520, pp.242-254, 1973.
- [37] J.M. Fitremann, Ecoulement Diphasiques Lois Générales, Vol. AF5 of Techniques de l'Ingénieur, ch. A720, pp. 2-9.

- [38] M.A.H. Howes, " Heat Cheking in Die Casting Dies ", Die Casting Engineer, pp. 12-16, March-April 1969.
- [39] J. C. Benedyk, D.J. Moracz and J.F. Wallace, "Thermal Fatigue Behavior of Die Materials for Aluminum Die Casting ", Cleveland, pp. 1-20, November 1970.
- [40] R. R. Graham, J.F. Wallace, "Thermal Processing, Structure and Thermal Fatigue Relations for Dies Steel ", Final Report, DCRF Technical Bulletin 01-74-05D, CWRU, 1974.
- [41] J. W. Smythe, M.M. Antony, "Thermal Fatigue Behavior of Low Carbon High Strength Alloys", Transactions of Word of Die Casting, Cleveland, pp. 365-371, 1999.
- [42] S. Malm, M. Svensson and J.Tidlund, "Heat Checking in Hot Work Steels ", 2nd Colloque International Les Aciers à Outils pour Travail à Chaud, St-Etienne 1977, Décembre 1977.
- [43] E. Glenny, J.E. Northwood, S.W.K. Sham and T.A. Taylor : J. Inst. Of Metals, vol.87, pp.294-302.
- [44] P.Bechetoille, " Courbes d'Enregistrement de Température", BALZERS REVETEMENTS SOUS VIDE S.A, Février 2001.
- [45] D. Fourgerouse, " Certificat de Réception Type 3.1.B de la Nuance X38CrMoV 5 ", Aubert & Duval, Mai 2000.
- [46] M. Seux, J. C. Saint-Ignan and R. Leveque, "Improvement Service Life for mpm H13 Mandrels", Mechanical Working and Steel Processing Conference, Toronto 1987, pp. 47-55, October 1988.
- [47] R. Breitler, J. Kaszynski, "The Properties of Hot Work Die Steels", Transactions of Worl of Die Casting, Cleveland 99, pp. 343-349, 1999.
- [48] J. Parisien, " Contrôle des Aciers Destinés à la Fabrication de Moule de Fonderie Sous Pression ", Fonderie – Fondeur d'Aujourd'hui, PP.32 – 35, Novembre 1981.
- [49] Document interne " Planches d'endommagement ", AUBERT & DUVAL, 2000.
- [50] W. B. Jones, C. R. Hills, D. H. Polonis' Microstructural Evolution of modified 9Cr-1Mo steel" Metallurgical Transactions A, 22 (5), pp 1049-1058, 1991.
- [51] C. Engler Pinto, " Etude de l'Endommagement en Fatigue Thermo-Mécanique de Superalliages à Base de Nickel" Thèse de Doctorat, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, 1996.
- [52] C. Daffos, "Endommagement des outillages de forgeage traités par nitruration : Étude et Modélisation " thèse de doctorat, INSA de Toulouse, Janvier 2004.

- [53] O. Barreau, '' Etude du frottement et de l'usure d'aciers à outil de travail à chaud '', Thèse de doctorat en cours, Ecole des Mines de Paris.
- [54] P. Lair, "Identification des Conditions aux Limites Thermiques par Utilisation d'une Méthode Inverse non Linéaire de Conduction de la Chaleur : Application au Matriçage" Thèse de Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse, 1997.
- [55] B. Hildenwall, " Prediction of the Residual Stresses Created During Quenched" Linköping Studies in Science and Technology, Thèse de Doctorat, 1979.
- [56] R. Ebner, I. Siller, D. Galiskanoglu, "Material Aspects of Thermal Fatigue of Tool Steels", International Workshop – Thermal Fatigue of Tools, Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, 1 – 2 December 2003.
- [57] JF. Wallace, D. Scham. Q. Zhou, " Die Materials for Demanding Applications and Increasing Procution rates ", Case Western Reserve University, NADCA, Cincinnati, Ohio, October 2-November 1, 2001.
- [58] G. Develey, Chauffage par Induction Electromagnétique : Principes, Techniques de l'Ingénieur, volume D5 935.
- [59] LabVIEW, " Documents sur la Programmation dans LabVIEW ", Juillet 2000.
- [60] A. Persson, J. Bergström and C. Burman, " Evaluation of Heat Checking Damage in Die Casting ", In Tool Steels in the Next Centry, 5th Interational Conference on Tooling, 1999, pp. 167-177.
- [61] F. G. Clauss, J. W. Freeman, "Thermal Fatigue of Ductile Materials : Effect of Variations in the Temperature Cycle on The Thermal-Fatigue Life of S-816 and Inconel 550 ", National Advisory Commitee For Aeronautics (NACA), Washington, September 1958.
- [62] S. Malm, M. Svensson and J. Tidlund, " Heat Checking in Hot Work Steels ", Deuxième Colloque International sur les aciers à outils pour travail à chaud, Saint-Etienne, Décembre 1977, pp 1-36.
- [63] F. MEYER-OLBERSLENBEN, '' Themiche Ermüdung Einkristalliner Nickelbasis-Legierungen'' thèse de doctorat, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne, 1994.
- [64] E. Glenny " The Influence of The Geometry on Thermal Fatigue Behavior" in Thermal and Height Strain Fatigue, The Institute of The Iron and Steel Institute (eds.), London, pp 346-363, 1967.
- [65] D. A. Woodford and D. F. Mowbray '' Effect of Material Charaterstics and Test Variables on Thermal Fatigue of Cast Superalloys. A Review'', Mater. Sci. And Engg, pp 16, 5-43, 1974.

- [66] J. Papai, Mobley " Die Thermal Fields and Heat Flux During Die Casting of 380 Aluminium Alloy in H-13 Steel Die ", Driving die casting congress, pp.377-384, 1991.
- [67] G. Dour, M. Dargausch " Development of a Non-Intrusive Accurate Heat Transfer Coefficient Measurement Gauge, Project Between CAST et l'Ecole des Mines d'Albi Carmaux, n°(1-2), 2003.
- [68] V. Venkatasamy, et al. NADCA sponsored research : Die cavity sensors for monitoring die casting processes. in World of Die Casting: 1997. 1997. Minneapolis: North American Die Casting Association.
- [69] F. Medjedoub, G.Dour, F.Rezaïa-Aria, "Compréhension et Détermination des Paramètres Influant sur le Phénomène d'Endommagement par Fatigue Thermique des Moules en Fonderie Sous Pression d'Aluminium ", Rapport d'avancement n°5 ", EMAC-CTIF-FAC, Décembre 2002.
- [70] O. Maillet, F. Rezaïa-Aria and al "Influence of Thermal Boundary Conditions on Stress-Strain Distribution Generated in Blade-Shapes" Swiss Federal Institute of Technology, May 1994.
- [71] F. Rézai-Arïa, M. François and L. Rémy "Thermal Fatigue of MAR-M509 Superalloy I. The Influence of The Geometry", Fatigue Fract. Ended. Mater. Struct. 11, N°5, pp 277-289, 1998.
- [72] H. Samrout, " Loi de Comportement élasto-viscoplastique à température variable d'un acier de disque de frein pour matériel ferroviaire", Thèse de doctorat, Université de Bordeaux I, N° d'ordre : 1624, 6 décembre 1996.
- [73] G. Moulinier, "Identification de loi de comportement en fatigue oligocyclique isotherme d'un acier à outil 55NCDV8", stage d'Initiation à la Recherche, DEA Génie Mécanique, Université Paul Sabatier (Toulouse III), Ecole des Mines d'Albi-Cramaux, février-juin 1997.
- [74] A. Genty, " Etude Expérimentale et Numérique de l'Amorçage et l'Arrêt de Fissure, Sous Choc Thermique, dans un Acier Faiblement Allié (16MND5)" thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 1989.
- [75] V. Velay, " Modélisation du comportement cyclique et de la durée de vie d'aciers à outils martensitiques " ' Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, Décembre 2003.
- [76] G. Dour, "Thermal Stresses and Distorsion in Dies of Die-Casting Process: a New Normalized approach", Modeling Simul. Mater. Sci. Eng.9, 2001, pp.399-413.
- [77] J. F Sacadura, " Initiation aux Transferts Thermiques ", Centre d'Actualisation Scientifique et Technique, INSA de Lyon, 1993.
- [78] H. J. Sharp, "Alumium Pressure Die Casting Dies" Metal Industry, Feb. 20, 1953, pp.141.

- [79] N. Mebarki, P. Lamesls, D. Delagnes, C. Levaillant and F. Delmas, "Relationship Between Microtructure and Mechanical Properties of 5% Cr Hot Work Tool Steel ", 6th International Tooling Conference, Karlstad University, Vol. 2, pp.617-632, 10-13 September 2002.
- [80] T. Loulou, " Etude expérimentale de l'évolution des conditions thermiques de contact lors de la solidification d'un métal tombant sur une paroi métallique refroidie ", in ISITEM, thèse de doctorat à l'université de Nantes, Nantes, 1995.
- [81] P. Hugot, " Le Moulage sous Pression des Alliages d'Aluminum", Edition technique des Industries de la Fonderie, Fasicule 3, pp. 19, 1999.
- [82] P. Bruckel, "Oxydation de l'Acier à Outils X38CrMoV5 à 600-700°C et en présence de vapeur d'eau", Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, Décembre 2003.
- [83] A. Fissolo, "Fissuration en Fatigue Thermique des Aciers Inoxydables Austénitiques ", Habilitation a Diriger des Recherches, Ecole centrale de Lille, Mai, 2001.
- [84] D.J. Smith, " Behaviour of Short Cracks at Elevated Tempertures ", in NATO-ASI: Mechanical Behavior of Materials at High Temperature, Sesimbra, Portugal, September 12-22, 1995.
- [85] W. Korenta, S.K. Mendiratta and J. Menteiro, "Topological and Geometrical Properties of Cracks Patterns Produced by the Thermal Shock in Ceramics ", Physical Review. E, Statistical physics, plasmas, fluids, and related interdisciplinary topics, vol. 57, n° 3B, pp. 3142 – 3152, 1998.
- [86] M. Schütze, " Protective Oxide Scales and Their Breakdown " Institute of Corrosion and Wiley Series, Chichester, UK, 1997.
- [87] Ibid, Feb, 1953, p.164.
- [88] G. Dour, F. Medjedoub, G. Diaconu, F. Rézaï-Aria, " Thermal fatigue experiment designing by a normalised thermal stress analysis approach "
- [89] S. Jean, J.-P Arcens, S. Tovar et F. Rézaï-Aria "Fatigue Thermique des Aciers à Outils pour travail à Chaud" Conférence présentée au colloque sur les aciers pour moules et outils, Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, 27 et 28 Mai, 1998.
- [90] B. A. Boley, J.H. Weiner, "Theory of Thermal Stresses", Malabar, FL : Krieger, 1968.
- [91] S. Timoshenko, S. Woinowsky, Théorie d'élasticité. 1961: Krieger.

Annexe A

Microstructure de l'acier X38CrMoV5
A.1 Observations de la microstructure à l'état recuit



Figure A.1 : Structure en bande d'un barreau de diamètre 40mm (état recuit, MEB)



Figure A.2 : Structure avec des hérédités de trempe d'un barreau de diamètre 40mm (état recuit, MEB)



Figure A.3 : Décarburation marquée de la structure en peau d'un barreau de diamètre 40mm (état recuit, MEB)



Figure A.4 : Structure à forte densité de carbure en cœur d'un barreau de diamètre 40mm (état recuit, MEB)



Figure A.5 : Structure de carbure globulaires d'un barreau de diamètre 40mm: répartition des carbures aléatoire (état recuit, MEB)



Figure A.6 : Structure de carbure globulaires d'un barreau de diamètre 70mm: répartition des carbures est plutôt alignée (état recuit, MEB)



Figure A.7 : Cartographie à la microsonde de **Cr** d'un barreau de diamètre 40mm: (état recuit, microsonde)



Figure A.8 : Cartographie à la microsonde de **Cr** d'un barreau de diamètre 70mm: (état recuit, microsonde)



Figure A.9 : Cartographie à la microsonde de **Mo** d'un barreau de diamètre 40mm: (état recuit, microsonde)



(1x1mm²) au cœur de la structure Figure A.10 : Cartographie à la microsonde de **Mo** d'un barreau de diamètre 70mm: (état recuit, microsonde)



 $(1x1mm^2)$ au cœur de la structure Figure A.11 : Cartographie à la microsonde de V d'un barreau de diamètre 70mm (état recuit, microsonde)

A.2 Observations de la microstructure à l'état trempé revenu







A.3 Analyse de la microstructure à l'état recuit

Figure A.13 : Evolution de la concentration (en % massique) de **Mo** d'un barreau de diamètre 40mm (état recuit, microsonde)



Figure A.14 : Evolution de la concentration (en % massique) de **Mo** d'un barreau de diamètre 70mm (état recuit, microsonde)



Figure A.15 : Evolution de la concentration (en % massique) de **P** d'un barreau de diamètre 40mm (état recuit, microsonde)



Figure A.16 : Evolution de la concentration (en % massique) de **P** d'un barreau de diamètre 70mm (état recuit, microsonde)



Figure A.17 : Evolution de la concentration (en % massique) de **S** d'un barreau de diamètre 40mm (état recuit, microsonde)



Figure A.18 : Evolution de la concentration (en % massique) de **S** d'un barreau de diamètre 70mm (état recuit, microsonde)

12



Figure A.19 : Evolution de la concentration (en % massique) de **Fe** d'un barreau de diamètre 40mm (état recuit, microsonde)



Figure A.20 : Evolution de la concentration (en % massique) de **Fe** d'un barreau de diamètre 70mm (état recuit, microsonde)



A.4 Analyse de la microstructure à l'état trempé revenu

Figure A.21 : Evolution de la concentration (en % massique) de **P** d'un barreau de diamètre 40mm (état recuit, microsonde)



Figure A.22 : Evolution de la concentration (en % massique) de **P** d'un barreau de diamètre 40mm (état recuit, microsonde)

-5

Concentration de S en % massique



Profondeur (mm) Figure A.23 : Evolution de la concentration (en % massique) de **S** d'un barreau de diamètre 40mm (état recuit, microsonde)

10

15

20

25

30

5

0



Figure A.24 : Evolution de la concentration (en % massique) de **S** d'un barreau de diamètre 40mm (état recuit, microsonde)

Annexe B

Courbes d'écrouissage

B.1 Technique de dépouillement des courbes de traction

Afin de compléter le programme nécessaire au calcul thermomécanique, il est nécessaire de spécifier le comportement mécanique du matériau. Pour cela, nous allons y introduire les courbes contrainte – déformation dans les domaines élastique et plastique.

Des essais de traction sur le X38CrMoV5, duretés 42 et 47 HRC, pour les températures 20, 200, 500, 650 et 700°C ont été réalisés par O. Barreau et F. Rossi au sein du laboratoire. Ces courbes vont être dépouillées afin d'en tirer les informations nécessaires à la simulation. La même méthode sera employée pour les deux campagnes d'essais à 42 et 47 HRC. La courbe suivante présente les caractéristiques mécaniques établies à partir de la courbe $\sigma_V = f(\varepsilon_V)$:



Figure B.1 : Détermination des caractéristiques mécaniques à partir de la courbe $\sigma_V = f(\varepsilon_V)$

Le matériau présente un comportement élastique pour des valeurs de σ_V inférieures à la limite élastique du matériau σ_y , la loi de comportement dite de Hooke s'écrivant $\sigma_V = E\varepsilon_V$, où E est le module d'Young. On déduit une valeur de E pour le domaine élastique par division de σ_V par ε_V .

Tout d'abord, il est nécessaire de déterminer le module d'Young de ces courbes de traction. Une approximation polynomiale d'ordre 6 est réalisée sur la courbe en retirant les points les plus éloignés de la zone élastique (partie linéaire de la courbe). Nous forçons cette courbe de tendance à passer par l'origine. Quand le résultat est satisfaisant, c'est à dire quand le coefficient de régression vaut 1 ou presque par élimination successive des points de la zone plastique, nous disposons de l'équation de la courbe de tendance superposée à la courbe de traction. Nous dérivons cette équation une fois pour finalement calculer la valeur

FARID MEDJEDOUB

de la dérivée en 0. Ce calcul nous donne la pente de la partie linéaire de la courbe de traction, c'est à dire le module d'Young.

Une fois le module d'Young déterminé, nous traçons les courbes d'écrouissage $\sigma = f(\varepsilon_p)$, avec $\varepsilon_p = \varepsilon - \sigma/E$, afin de déterminer la courbe d'écrouissage dès les premiers points plastiques. Ces points sont a priori ceux qui se détachent de l'axe des ordonnées puisque ε_p est nulle pour les déformations élastiques.

Annexe C1 Coefficient d'échange thermique

Calcul de coefficient d'échange thermique de l'eau

Le coefficient d'échange thermique **heau** a été calculé par une méthode Consistant à déterminer le coefficient d'échange d'une éprouvette cylindrique creuse figure-39 chauffée et refroidie par un fluide circulant à l'intérieur [55].



Figure-C1.1 : Eprouvette cylindrique

- Le débit d'eau circulant à l'intérieure de l'éprouvette Q = 20 [l/min].
- Le diamètre intérieur de l'éprouvette est de 10mm (r = 5 mm)
- Une vitesse d'eau dans l'éprouvette v=0.265 [m/s]
- Les propriétés thermiques de l'eau :

Température T [K]	Densité p [g/cm³]	Conductivité thermique λ [m.w/(m.K)]	Chaleur spécifique Cp [J/(g.K)]	Viscosité cinématique μ [μPa.s]	Viscosité dynamique v [m²/s)
293	0.998	598,4	4.181	1002	$1.004 \ 10^{-6}$

• Le calcul de ce coefficient nécessite de déterminer tout d'abord des nombres adimentionnels caractéristiques en thermique :

- 1. Nombre de Reynolds Re = $\frac{v.Q}{v}$
- 2. Nombre de Prandtl Pr = $\frac{\mu . C_p}{\lambda}$.

3. Nombre de Nusselt Nu =
$$\frac{2rh_{huile}}{\lambda}$$
.

On trouve :

$$Re = 2.63 \times 10^3 et$$
 $Pr=7$

FARID MEDJEDOUB

Nous utilisant un diagramme qui représente la variation du nombre de Nusselt avec le nombre de Reynolds appliquée à un écoulement en géométrie cylindrique creuse pour plusieurs valeur du nombre de Prandlt.

On trouve :

Donc, le coefficient d'échange thermique :

heau =
$$\frac{N_u.\lambda}{2r}$$
 = 12566,4 [w/m²K].

Annexe C 2

Mesures thermiques

C2.1 Mesures thermiques sur éprouvette de FT

C2.1.1 Gradients thermiques en surface

effet de la température maximale (puissance de chauffage maximale)



 $\begin{array}{l} \textbf{D (mm)}\\ \mbox{Figure C2.1}: \mbox{Répartition de la température en surface pendant le chauffage}\\ 100 \mbox{C} \rightarrow 500 \mbox{C} \mbox{ de 0s } \rightarrow 0.7 \mbox{s}, \mbox{YH} = 100 \mbox{W} \end{array}$



Figure C2.2 : Répartition de la température en surface pendant le refroidissement 500°C \rightarrow 100°C de 0.7s \rightarrow 13.7s, YH = 100%



Figure C2.3 : Répartition de la température en surface pendant le chauffage 100 °C \rightarrow 550 °C de 0s \rightarrow 0,9s, YH = 100%



Figure C2.4 : Répartition de la température en surface pendant le refroidissement 550°C \rightarrow 100°C de 0.9s \rightarrow 14.5s, YH = 100%



Figure C2.5 : Répartition de la température en surface pendant le chauffage $100^{\circ}C \rightarrow 600^{\circ}C$ de 0s \rightarrow 1s, YH = 100%



Figure C2.6 : Répartition de la température en surface pendant le refroidissement 600 °C $\rightarrow 100$ °C de 1s $\rightarrow 15$ s, YH = 100%



Figure C2.7 : Répartition de la température en surface pendant le chauffage 100°C $\rightarrow 650°C$ de 0s \rightarrow 1.2s, YH = 100%



Figure C2.8 : Répartition de la température en surface pendant le refroidissement $650^{\circ}C \rightarrow 100^{\circ}C$ de 1.2s $\rightarrow 18.2$ s, YH = 100%



Figure C2.9 : Répartition de la température en surface pendant le chauffage 100°C $\rightarrow 665°C$ de 0s \rightarrow 1.4s, YH = 100%



Figure C2.10 : Répartition de la température en surface pendant le refroidissement 665°C \rightarrow 100°C de 1.4s \rightarrow 20s, YH = 100%



Figure C2.11 : Répartition de la température en surface pendant le chauffage 100 $\odot \rightarrow 685$ \odot de 0s $\rightarrow 1.6$ s, YH = 100%



Figure C2.12 : Répartition de la température en surface pendant le refroidissement 685°C \rightarrow 100°C de 1.6s \rightarrow 22s, YH = 100%

effet de la durée de chauffage (puissance de chauffage variable)



Figure C2.13 : Répartition de la température en surface pendant le chauffage 100°C \rightarrow 650°C de 0s \rightarrow 6.5s, YH = 60%



Figure C2.14 : Répartition de la température en surface pendant le refroidissement 650 °C $\rightarrow 100$ °C de 6.5s $\rightarrow 36.5$ s, YH = 60%

C2.1.2 Gradients thermiques en profondeur

effet de la température maximale (puissance de chauffage maximale)

NB: Les points de mesure sont situés à 10mm du centre de l'éprouvette (en surface) et à 0.8, 1.85, 2.9, 3.95, 5.00, 6.05, 7.10 et 8.15mm de profondeur par rapport à la surface.



Figure C2.15 : Evolution en profondeur de la température mesurée en fonction du temps 100°C \rightarrow 650°C, tch=0.7s, Φ_{max} = 4.81MW/m²



Figure C2.16 : Evolution en profondeur de la température mesurée en fonction du temps 100°C \rightarrow 550°C , tch=0.9s, Φ_{max} = 4.81MW/m²



Figure C2.17 : Evolution en profondeur de la température mesurée en fonction du temps 100°C \rightarrow 600°C , tch=1.0s, Φ_{max} = 4.81MW/m²



Figure C2.18 : Evolution en profondeur de la température mesurée en fonction du temps $100 \mathfrak{C} \ \to 650 \mathfrak{C} \ , \ tch=1.2s, \ \Phi_{max}=4.81 MW/m^2$



Figure C2.19 : Evolution en profondeur de la température mesurée en fonction du temps 100°C \rightarrow 665°C , tch=0.95s, Φ_{max} = 4.81MW/m²



Figure C2.20 : Evolution en profondeur de la température mesurée en fonction du temps $100 \mathfrak{C} \to 685 \mathfrak{C} \text{ , tch=1.6s, } \Phi_{\text{max}\text{=}} \text{ 4.81MW/m}^2$

effet de la durée de chauffage (puissance de chauffage variable)



Figure C2.21 : Evolution en profondeur de la température mesurée en fonction du temps 100°C \rightarrow 650°C de 6.5s \rightarrow 36.5s, , tch=6.5s, Φ_{max} = 2.13MW/m²

C2.2 Mesures thermiques sur moule de fonderie sous pression d'aluminium (réalisées sur le site de TEKSID-FAC)

L'objectif de cette tâche est de mesurer les cycles thermiques sur un moule de fonderie sous pression (630tonnes) par un fût instrumenté avec différents thermocouples placés en profondeur (à 1.3, 3.1 et 10mm). Les thermocouples possèdent un diamètre de **80µm**. Les paramètres **process** que nous avons choisi de faire varier sont :

- 1. La vitesse de remplissage (2^{ème} phase).
- 2. La pression de maintien (3^{eme} phase).
- 3. La température initiale du moule.
- 4. La température initiale du métal liquide (aluminium).
- 5. La nature du de potéyage acqueux et poudre.

C.2.1 Choix des conditions d'essai

- Deux températures de métal : Tmétal = 660 et 700°C.
- Trois pressions de maintien : Pmaintien = 223, 770 et 916 bars.
- Trois vitesses de remplissage : Vremplissage = 1, 1.4 et 1.7 m/s.
- Deux types de refroidissement du fût (en continu) : avec et sans air.
- Deux types de potéyage.

T ^o métal	Potéyage	Р	V1= 1m/s		V2 =1.4m/s		V3= 1.7m/s	
		(bars)	Avec air	Sans Air	Avec air	Sans Air	Avec air	Sans Air
660°C	acqueux	223						
		770						
		916						
	poudre	223						
		770						
		916						
700°C	acqueux	223						
		916						
		390						
	poudre	223						
		770						
		916						

Tableau.D2.1 - Matrice de la campagne d'essai prévus

C2.2.2 Problèmes rencontrés

- 1. Passage des fils de thermocouples vers l'extérieur du moule.
- 2. Etanchéité du capteur de flux thermique (coté contact eau).
- 3. Rupture de l'ensemble des thermocouples pendant le montage du fût thermique dans le moule. Pas d'accès possible à la température de moule en surface, mais exploitation des données du **thermocouple situé à 10mm en profondeur**.
- 4. Collage des pièces sur le fût au moment du démoulage (potéyage acqueux).

T ^o métal	Potéyage	Р	V1= 1m/s		V2= 1.4m/s		V3= 1.7m/s	
		(bars)	Avec air	Sans Air	Avec air	Sans Air	Avec air	Sans Air
660°C	acqueux	223	fait	fait	Pas fait	Pas fait	Pas fait	Pas fait
		770	fait	fait	Pas fait	Pas fait	Pas fait	Pas fait
		916	fait	fait	Pas fait	Pas fait	Pas fait	Pas fait
	poudre	223	fait	fait	fait	fait	fait	fait
		770	fait	fait	fait	fait	fait	fait
		916	fait	fait	fait	fait	fait	fait
700°C	acqueux	223	fait	fait	fait	fait	fait	fait
		770	fait	fait	fait	fait	fait	fait
		916	fait	fait	fait	fait	fait	fait
	poudre	223	Pas fait	Pas fait	Pas fait	Pas fait	Pas fait	Pas fait
		770	Pas fait	Pas fait	Pas fait	Pas fait	Pas fait	Pas fait
		916	Pas fait	Pas fait	Pas fait	Pas fait	Pas fait	Pas fait

C2.2.3 Essais réalisés

Tableau.D2.2 - Matrice de la campagne d'essai réalisés
C2.2.4 Résultats obtenus

a) Effet de la vitesse de remplissage (2^{ème} phase)

Pour les conditions suivantes :

- Potéyage acqueux
- Tmétal=700°C
- Pmaintien=916bars
- Refroidissement avec air



Figure C2.22 : Vitesse de remplissage V = 1 et 1.7m/s

L'augmentation de la vitesse de remplissage permet de diminuer la température du moule à 10mm de la surface.

b) Effet de la pression de maintien (3^{ème} phase)

Pour les conditions suivantes :

- Potéyage acqueux
- Tmétal=700°C
- Vremplissage = 1.7m/s
- Refroidissement avec air



Figure C2.23 : Pression de maintien V = 1 et 1.7m/s

La pression de maintien a une très faible influence sur la température du moule à 10mm de la surface.

c) Effet de la température du métal



Figure C2.24 : température du métal T=660 et 700℃

La température du métal a une très faible influence sur la température du moule à 10mm de la surface.

d) Effet du potéyage

Pour les conditions suivantes :

- Vremplissage = 1m/s
- Tmétal=660°C
- Pmaintien=916bars
- Refroidissement avec air



Figure C2.25 : potéyage acqueux et poudre

Un potéyage acqueux permet de refroidir beaucoup plus efficacement le moule. En plus, il donne une bonne stabilisation des cycles thermiques.

e) Effet de refroidissement



Figure C2.26 : refroidissement avec et sans air comprimé

Un refroidissement par air de la broche (fût) permet un refroidissement plus efficace du moule. En plus, il donne une bonne stabilisation des cycles thermiques.

C2.2.5 Conclusion

Les paramètres process les plus influants sur la thermique du moule :

- 1. La nature du potéyage.
- 2. Type de refroidissement.
- 3. La vitesse de remplissage.

Annexe C3

Comparaison cartes thermiques :

Mesures/Simulation par FEM

Distribution de la température en profondeur d'éprouvette de



fatigue thermique

Figure C3.1: Comparaison entre carte thermique mesurée (éprouvette instrumentée) / carte thermique simulée (FEM) cycle thermique 100-500°C, Φ max= 4.81MW/m²



t (s) Figure C3.2: Comparaison entre carte thermique mesurée (éprouvette instrumentée) / carte thermique simulée (FEM) cycle thermique 100-600℃, Φmax= 4.81MW/m²



Figure C3.3: Comparaison entre carte thermique mesurée (éprouvette instrumentée) / carte thermique simulée (FEM) cycle thermique 100-650°C, Φ max= 4.81MW/m²



Figure C3.4: Comparaison entre carte thermique mesurée (éprouvette instrumentée) / carte thermique simulée (FEM) cycle thermique 100-650°C, Φ max= 3.93MW/m²



Figure C3.5: Comparaison entre carte thermique mesurée (éprouvette instrumentée) / carte thermique simulée (FEM) cycle thermique 100-650°C, Φ max= 2.78MW/m²



Figure C3.6: Comparaison entre carte thermique mesurée (éprouvette instrumentée) / carte thermique simulée (FEM) cycle thermique 100-650°C, Φ max= 2.13MW/m²



Figure C3.7: Comparaison entre carte thermique mesurée (éprouvette instrumentée) / carte thermique simulée (FEM) cycle thermique 100-6850℃, Φmax= 4.81MW/m²

Annexe D

Modèle de croissance d'une couche d'oxyde en condition anisotherme.

D.1 Modèle de croissance d'une couche d'oxyde en condition anisotherme : application en fatigue thermique

Les mesures des épaisseurs de la couche d'oxyde au MEB en fatigue isotherme (LCF) et après vieillissement au four ($\Delta \sigma = 0$) ont permis de déterminer une cinétique parabolique de croissance de la couche d'oxyde de l'acier X38CrMoV5 (équation D.1) [52]. Les températures explorées varient respectivement entre 600°C et 650°C (LCF) et de 550°C, 600°C, 650°C et 700°C (vieillissement au four ($\Delta \sigma = 0$)).

$$\delta_{oxy} = K_{P_0} \cdot \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \cdot \sqrt{t}$$
(D.1)

où

 δ_{oxy} : l'épaisseur de la couche d'oxyde, en μm T : la température de l'essai, en *Kelvin* t : la durée de l'essai ou la durée de vie de l'éprouvette, en s $Q = 140000 \ J. mole^{-1}$: l'énergie de diffusion $K_{P0} = 10 \ .10^6 \ \mu m \ .s^{-1/2}$: le facteur de fréquencD.

En conditions anisothermes cycliques, la croissance de la couche d'oxyde est plus complexe, elle dépend de la période de cycle (t_{cy}) et de la caractéristique de cycle thermique en particulier (dT/dt) et de la température maximale (T_{max}). Afin de déterminer une loi d'oxydation dans les conditions anisothermes nous avons procédé les démarches suivantes :

Nous dérivons l'équation (D.1) par rapport au temps et nous obtenons :

$$\frac{d\delta_{oxy}}{dt} = \frac{d}{dt} \left(K_{P_0} \cdot \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \cdot \sqrt{t} \right)$$
$$d\delta_{oxy} = \frac{1}{2} K_{P_0} \cdot \frac{1}{\sqrt{t}} \cdot \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) dt$$
(D.2)

Et après intégration de l'équation (D.2) sur la période du cycle (t_{cy}) et sur le nombre total de cycles thermiques (N), l'équation devient :

$$\delta_{cyoxy}(N, t_{cy}) = \frac{1}{2} K_{P_0} \cdot \sum_{k=0}^{N-1} \int_{t=k, t_{cy}}^{t=(k+1) \cdot t_{cy}} \frac{1}{\sqrt{t}} \cdot \exp\left(-\frac{Q}{RT(t)}\right) dt$$
(D.3)

Puisque T(t) est une fonction périodique, un changement de variable dans l'intégrale par la relation suivante $t' = (t - k.t_{cy})$. L'équation (D.3) devient :

$$\delta_{cy\,oxy}(N,t_{cy}) = \frac{1}{2} K_{P_0} \sum_{k=0}^{N-1} \int_{t'=0}^{t'=t_{cy}} \frac{1}{\sqrt{t'+k\,t_{cy}}} \exp\left(-\frac{Q}{R\,T(t')}\right) d(t') \tag{D.4}$$

ou

$$\delta_{cy\,oxy}(N,t_{cy}) = \frac{1}{2} K_{P_0} \cdot \sum_{k=0}^{N-1} \frac{1}{\sqrt{kt_{cy}}} \int_{t'=0}^{t'=t_{cy}} \frac{1}{\sqrt{1 + \frac{t'}{kt_{cy}}}} \cdot \exp\left(-\frac{Q}{RT(t')}\right) dt'$$
(D.5)

Or, $\frac{1}{\sqrt{1 + \frac{t'}{kt_{cy}}}} = 1 - \frac{1}{2} \left(\frac{t'}{kt_{cy}} \right)$ développement limité (séries de Taylor)

Donc l'équation (D.5) devient :

$$\begin{split} \delta_{cy\,oxy}(N,t_{cy}) &= \frac{1}{2} \, K_{P_0} \, \cdot \, \sum_{k=0}^{N-1} \, \frac{1}{\sqrt{k \, t_{cy}}} \left[\int_{t'=0}^{t'=t_{cy}} \exp\left(-\frac{Q}{R \, T(t')}\right) dt' - \int_{t'=0}^{t'=t_{cy}} \frac{1}{2} \, \frac{t'}{k \, t_{cy}} \, \cdot \exp\left(-\frac{Q}{R \, T(t')}\right) dt' \right] \\ &= \frac{1}{2} \, K_{P_0} \, \cdot \, \sum_{k=0}^{N-1} \, \frac{1}{\sqrt{k \, t_{cy}}} \left[\int_{t'=0}^{t'=t_{cy}} \exp\left(-\frac{Q}{R \, T(t')}\right) dt' - \frac{1}{2} \, \frac{1}{k \, t_{cy}} \int_{t'=0}^{t'=t_{cy}} t' \, \cdot \, \exp\left(-\frac{Q}{R \, T(t')}\right) dt' \right] \\ &= \frac{1}{2 \, \sqrt{t_{cy}}} \, K_{P_0} \, \cdot \, \sum_{k=0}^{N-1} \, \frac{1}{\sqrt{k}} \left[\int_{t'=0}^{t'=t_{cy}} \exp\left(-\frac{Q}{R \, T(t')}\right) dt' - \frac{1}{2} \, \frac{1}{k \, t_{cy}} \int_{t'=0}^{t'=t_{cy}} t' \, \cdot \, \exp\left(-\frac{Q}{R \, T(t')}\right) dt' \right] \\ &= \frac{1}{2 \, \sqrt{t_{cy}}} \, K_{P_0} \, \cdot \, \left[A \, \cdot \, \sum_{k=0}^{N-1} \, \frac{1}{\sqrt{k}} - \frac{B}{2 \, t_{cy}} \, \cdot \, \sum_{k=0}^{N-1} \, \frac{1}{k \, \sqrt{k}} \right] \end{split} \tag{D.6}$$

où *A* et *B* sont des termes d'intégration. Le terme *A* apparaît comme un temps équivalent (*s*) et le terme *B* apparaît comme la racine de temps (s^2) (qui est négligeable dans nos conditions).

$$\begin{cases} A = \int_{t'=0}^{t'=t_{cy}} \exp\left(-\frac{Q}{RT(t')}\right) dt' \\ B = \int_{t'=0}^{t'=t_{cy}} t' \cdot \exp\left(-\frac{Q}{RT(t')}\right) dt' \end{cases}$$
(D.7)

l'épaisseur de la couche d'oxyde s'écrit donc,

$$\delta_{cyoxy}(N, t_{cy}) = \frac{1}{2\sqrt{t_{cy}}} K_{P_0} \cdot A \cdot \sum_{i=0}^{N-1} \frac{1}{\sqrt{k}}$$
(D.8)

L'épaisseur de la couche d'oxyde en conditions anisothermes s'écrit finalement par l'équation (D.9) :

$$\delta_{cy\,oxy}\left(N,t_{cy}\right) = \frac{1}{\sqrt{t_{cy}}} K_{P_0} A \sqrt{N}$$
(D.9)

ou

- e_{oxy} : l'épaisseur de la couche d'oxyde, en μm
- t_{cy} : la durée de cycle thermique, en s
- A : constante de temps (équation D.8), en s
- N : nombre de cycles de l'essai

Annexe E

Distribution de **σ**-ε_{méc}-T sur la génératrice.

E.1 Effet de la température maximale

E.1.1 Distribution de **σ**-**ε**méc pour Tmax= 500°C - Φmax= 4.81MW/m²



Figure E.1 : Variation de \mathbf{O} -T en fonction de la distance au centre de l'éprouvette cycle thermique 100-500°C ; tch= 0.7s ; Φ = 4.81MW/m², cycle stabilisé ; circoférentielles



Figure E.2 : Variation de $\mathbf{\sigma}$ -T en fonction de la distance au centre de l'éprouvette cycle thermique 100-500°C ; tch= 0.7s ; $\mathbf{\Phi}$ = 4.81MW/m², cycle stabilisé ; longitudinales



E.1.2 Distribution de \mathbf{O} - \mathbf{E} méc pour Tmax= 550°C - Φ max= 4.81MW/m²

Figure E.3 : Variation de \mathbf{O} -T en fonction de la distance au centre de l'éprouvette cycle thermique 100-550°C ; tch= 0.9s ; Φ = 4.81MW/m², cycle stabilisé ; circoférentielles



Figure E.4 : Variation de $\mathbf{\sigma}$ -T en fonction de la distance au centre de l'éprouvette cycle thermique 100-550°C ; tch= 0.9s ; Φ = 4.81MW/m², cycle stabilisé ; longitudinales



E.1.3 Distribution de **σ-ε**méc pour Tmax= 575°C – Φmax= 4.81MW/m²

Figure E.5 : Variation de $\mathbf{\sigma}$ -T en fonction de la distance au centre de l'éprouvette cycle thermique 100-575 C ; tch= 0.95s ; Φ = 4.81MW/m², cycle stabilisé ; circoférentielles



Figure E.6 : Variation de \mathbf{O} -T en fonction de la distance au centre de l'éprouvette cycle thermique 100-575°C ; tch= 0.95s ; Φ = 4.81MW/m², cycle stabilisé ; longitudinales



E.1.4 Distribution de \mathbf{O} — \mathbf{E} méc pour Tmax= 600°C – Φ max= 4.81MW/m²

Figure E.7 : Variation de \mathbf{O} -T en fonction de la distance au centre de l'éprouvette cycle thermique 100-600°C ; tch= 1s ; Φ = 4.81MW/m², cycle stabilisé ; circoférentielles



Figure E.8 : Variation de $\mathbf{\sigma}$ -T en fonction de la distance au centre de l'éprouvette cycle thermique 100-600°C ; t_{ch}= 1s ; $\mathbf{\Phi}$ = 4.81MW/m², cycle stabilisé ; longitudinales





Figure E.9 : Variation de \mathbf{O} -T en fonction de la distance au centre de l'éprouvette cycle thermique 100-600°C ; tch= 1s ; Φ = 4.81MW/m², cycle stabilisé ; circoférentielles



Figure E.10 : Variation de $\mathbf{\sigma}$ -T en fonction de la distance au centre de l'éprouvette cycle thermique 100-600°C ; t_{ch}= 1s ; Φ = 4.81MW/m², cycle stabilisé ; longitudinales



E.1.6 Distribution de **σ-ε**méc pour Tmax= 625°C – Φmax= 4.81MW/m²

Figure E.11 : Variation de $\mathbf{\sigma}$ -T en fonction de la distance au centre de l'éprouvette cycle thermique 100-625°C ; tch= 1.1s ; $\mathbf{\Phi}$ = 4.81MW/m², cycle stabilisé ; circonférentielles



Figure E.12 : Variation de $\mathbf{\sigma}$ -T en fonction de la distance au centre de l'éprouvette cycle thermique 100-625°C ; t_{ch}= 1.1s ; $\mathbf{\Phi}$ = 4.81MW/m², cycle stabilisé ; longitudinales





Figure E.13 : Variation de \mathbf{O} -T en fonction de la distance au centre de l'éprouvette cycle thermique 100-650°C ; tch= 1.2s ; Φ = 4.81MW/m², cycle stabilisé ; circonférentielles



Figure E.14 : Variation de $\mathbf{\sigma}$ -T en fonction de la distance au centre de l'éprouvette cycle thermique 100-650°C ; t_{ch}= 1.2s ; Φ = 4.81MW/m², cycle stabilisé ; longitudinales





Figure E.15 : Variation de \mathbf{O} -T en fonction de la distance au centre de l'éprouvette cycle thermique 100-685°C ; tch= 1.6s ; Φ = 4.81MW/m², cycle stabilisé ; circonférentielles



Figure E.16 : Variation de $\mathbf{\sigma}$ -T en fonction de la distance au centre de l'éprouvette cycle thermique 100-685°C ; t_{ch}= 1.6s ; Φ = 4.81MW/m², cycle stabilisé ; longitudinales





Figure E.17 : Variation de $\mathbf{\sigma}$ -T en fonction de la distance au centre de l'éprouvette cycle thermique 100-685°C ; t_{ch}= 1.6s ; Φ = 4.81MW/m², cycle stabilisé ; circonférentielles



Figure E.18 : Variation de $\mathbf{\sigma}$ -T en fonction de la distance au centre de l'éprouvette cycle thermique 100-685°C ; t_{ch}= 1.6s ; Φ = 4.81MW/m², cycle stabilisé ; longitudinales

E.2 Effet de la puissance de chauffage

E.2.1 Distribution de **σ**-**ε**méc pour Tmax= 650°C – Φmax= 3.93MW/m²



Figure E.19 : Variation de $\mathbf{\sigma}$ -T en fonction de la distance au centre de l'éprouvette cycle thermique 100-650°C ; t_{ch}= 2.0s ; Φ = 3.93MW/m², cycle stabilisé ; cicronférentielles



Figure E.20 : Variation de $\mathbf{\sigma}$ -T en fonction de la distance au centre de l'éprouvette cycle thermique 100-650°C ; t_{ch}= 2.0s ; Φ = 3.93MW/m², cycle stabilisé ; longitudinales





Figure E.21 : Variation de $\mathbf{\sigma}$ -T en fonction de la distance au centre de l'éprouvette cycle thermique 100-650°C ; t_{ch}= 3.7s ; Φ = 2.78MW/m², cycle stabilisé ; circonférentielles



Figure E.22 : Variation de $\mathbf{\sigma}$ -T en fonction de la distance au centre de l'éprouvette cycle thermique 100-650°C ; t_{ch}= 3.7s ; Φ = 2.78MW/m², cycle stabilisé ; longitudinales



E.2.3 Distribution de \mathbf{O} - \mathbf{E} méc pour Tmax= 650°C - Φ max= 2.13MW/m²

Figure E.23 : Variation de $\mathbf{\sigma}$ -T en fonction de la distance au centre de l'éprouvette cycle thermique 100-650°C ; t_{ch}= 6.5s ; Φ = 2.13MW/m², cycle stabilisé ; circonférentielles



Figure E.24 : Variation de $\mathbf{\sigma}$ -T en fonction de la distance au centre de l'éprouvette cycle thermique 100-650°C ; t_{ch}= 6.5s ; Φ = 2.13MW/m², cycle stabilisé ; longitudinales

14

Résumé

Lors de cette étude, un banc de fatigue thermique a été développé pour réaliser des essais avec des cycles de chauffage rapide allant d'environ de 0.7 à 1.6 s. L'effet de la température maximale de cycle thermique (500, 575, 600, 625, 650 et 685°C, en maintenant une puissance de chauffage identique) et de la puissance de chauffage (2.13, 2.78, 3.93 et 4.81MW/m², en maintenant la température maximale constante) sur le faïençage et la propagation de fissure a été démontré et quantifié. Les observations in-situ (Questar) ont montré que la fissure de fatigue thermique s'ouvre lors de la phase de refroidissement lorsque les contraintes thermiques deviennent positives (tension).

Avec des vitesses de chauffage élevées, une densité de flux de chaleur plus élevée est imposée aux éprouvettes cylindriques. Des gradients thermiques plus sévères sont créés. La surface des éprouvettes subit donc des sollicitations thermo-mécaniques plus sévères. Comme la surface externe des éprouvettes ne subit pas un refroidissement forcé, selon la vitesse de chauffage choisie la température "moyenne" des éprouvettes change. Cette étude a montré le rôle important de l'oxydation dans la formation des fissures.

Les travaux expérimentaux ont été complétés par des simulations numériques de sollicitations thermo-élasto-plastiques (ABAQUS). Des éprouvettes instrumentées ont permis de bien estimer les gradients thermiques et les densités de flux de chaleur imposés à la surface des éprouvettes en combinant les simulations numériques et les méthodes d'adimensionnalisation.

De même, un moule expérimental monté sur une machine d'injection de 600 tonnes a été instrumenté pour mieux évaluer la température (ponctuelle) "maximale" dans une zone considérée critique proche de la face d'attaque. Une méthode inverse a été utilisée pour estimer la température en surface et la densité de flux. Le fluxmètre utilisé a été construit à l'EMAC.