

Etude du comportement et de l'endommagement en fatigue d'alliages d'aluminium de fonderie

Bruno Barlas

► To cite this version:

Bruno Barlas. Etude du comportement et de l'endommagement en fatigue d'alliages d'aluminium de fonderie. Mécanique [physics.med-ph]. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2004. Français. NNT : . tel-00162056

HAL Id: tel-00162056 https://pastel.hal.science/tel-00162056

Submitted on 12 Jul2007

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.



Collège doctoral

 N° attribué par la bibliothèque /_/_/_/_/_/_/_/_/_/

THESE

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

par Bruno BARLAS

présentée et soutenue publiquement le 5 février 2004

Etude du comportement et de l'endommagement en fatigue d'alliages d'aluminium de fonderie

Directeurs de thèse : Georges CAILLETAUD Michel CLAVEL

Jury

M. Y. BRECHET	Président	INP Grenoble
M. E. ANDRIEU	Rapporteur	Ecole des Arts chimiques et technologiques
		de Toulouse
Mme. E. GAUTIER	Rapporteur	Ecole des Mines de Nancy
M. G. CAILLETAUD	Examinateur	Ecole des Mines de Paris
M. M. CLAVEL	Examinateur	Ecole Centrale de Paris
M. I. GUILLOT	Examinateur	Université de Paris 12 - Val de Marne
M. D. MASSINON	Invité	Société Montupet
M. G. MORIN	Invité	Société Renault

Centre des Matériaux P.M. FOURT de l'Ecole des Mines de Paris, B.P. 87, 91003 EVRY Cedex

Remerciements

Cette étude s'est déroulée principalement au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris, dirigé par Monsieur Jean Pierre Trottier que je remercie de m'avoir accueilli dans son établissement.

Lors de mes diverses collaborations, j'ai été aidé par de nombreuses personnes, j'espère n'en oublier aucune. Je remercie bien sûr Georges Cailletaud en premier lieu pour tout ce qu'il m'a appris pendant ces quatre années passées au sein de l'équipe *CoCaS*, pour les séances de travail nocturnes toujours drôles et enrichissantes que nous avons eues, ainsi que pour la confiance qu'il m'a accordée. Merci également à Michel Clavel, pour nos discussions toujours très constructives, à Ivan Guillot pour son encadrement technique de qualité et pour tous les moments sympathiques passés ensemble et aux responsables industriels de cette étude, Denis Massinon, Guillaume Morin et Eric Nicouleau qui m'ont donné de nombreuses informations précieuses concernant l'automobile en général, les culasses et les matériaux en particulier, ainsi que pour leur support technique et financier.

Merci à Yves Bréchet d'avoir présidé le jury de manière enthousiaste, à Elizabeth Gautier d'avoir rapporté cette thèse et de m'avoir permis de collaborer efficacement avec Mickaël Serrière, que je remercie également, ainsi qu'Eric Andrieu qui m'a fait confiance il y a quelques années et a suivi jusqu'au bout cette expérience en devenant rapporteur.

Parmi mes collaborateurs du CDM, je tiens à remercier André Pineau qui a accepté de me prêter les machines aussi souvent que j'en ai eu besoin ainsi que pour les discussions très enrichissantes que nous avons échangées. Merci également aux nombreuses personnes de la salle calcul que j'ai souvent sollicitées : Valérie Mounoury, Farida Azzouz, Françoise Di Rienzo et Grégory Sainte-Luce, ainsi qu'à Stéphane Quilici qui m'a souvent sorti de situations compliquées. Merci aussi aux techniciens qui m'ont beaucoup aidé : René Locicero pour les machines de fatigue oligocyclique, Gérard Brabant pour la conception du four de la 3 barres, Julie Heurtel pour les fractographies, ainsi qu'aux amis de l'atelier. Merci également aux thésards : Franck Alexandre pour la fatigue et les délires, Sylvain Flouriot et Andreï Musienko pour le numérique, Thomas Dick et Raphaël Salapète pour leur aide sur le modèle 3 barres. Enfin, merci aux personnes du service administratif.

Parmi ceux de l'UTC, merci à Delavand Ovono-Ovono, qui m'a souvent aidé, toujours dans la bonne humeur, aux techniciens JP et Gérard pour leurs compétences, et aux stagiaires : Ludivine Aube, Marion Fleury et Chlotilde Grimault qui ont bien fait avancer certains aspects du problème.

Je voudrais remercier aussi Liliana Blaj qui m'a trés gentillement accueilli lors de mon séjour en Roumanie, à l'Université Polytechnique de Timisoara, dans son laboratoire de Résistance des Matériaux, ainsi que tous mes amis Roumains.

Enfin, je tiens à remercier ma famille pour son soutien et tout particulièrement ma mère qui a toujours été de bons conseils et a fait tout ce qu'il fallait pour me mettre sur les rails, ainsi qu'Anne-Cécile pour son aide, son soutien et sa patience, surtout vers la fin.

Table des matières

Introduction

I	Etude bib	liographique
I.1	Généra	lités
	I.1.1	Propriétés de l'aluminium pur
	I.1.2	Structure des alliages de fonderie
	I.1.3	Les alliages d'aluminium de fonderie
	I.1.4	Influence des impuretés
	I.1.5	Applications des alliages de fonderie
I.2	Les trai	itements thermiques
	I.2.1	Généralités
	I.2.2	Nomenclature
	I.2.3	Couplage avec d'autres techniques
I.3	La pore	osité
	I.3.1	Généralités
	I.3.2	Différence entre retrait de solidification et pore dû à l'hydrogène 12
I.4	Durciss	ement par précipitation
	I.4.1	Principe
	I.4.2	Germination
	I.4.3	Diffusion
	I.4.4	Intermétalliques
I.5	Les div	erses phases durcissantes
I.6	Les alli	ages au cuivre, exemple de l'AS7U3G T5
	I.6.1	Microstructure du matériau
	I.6.2	Traitement thermique
	I.6.3	Propriétés physiques et mécaniques
I.7	Les alli	ages au magnésium, exemple de l'AS7G T7
	I.7.1	Microstructure du matériau
	I.7.2	Traitement thermique
	I.7.3	Etat de précipitation
	I.7.4	Propriétés physiques et mécaniques
	I.7.5	Effet de l'ajout de 1w%Cu dans l'A356
I.8	Effet de	e la porosité sur la durée de vie en fatigue, amorçage et propagation de
	fissures	29
	I.8.1	Mécanisme de rupture
	I.8.2	Aspect expérimental
	I.8.3	Résultat des observations
	I.8.4	Essais de fatigue
	I.8.5	Amorçage de fissure

 \mathbf{v}

	I.8.6	Propagation de fissure
	I.8.7	Relation entre caractéristiques du pore et mécanisme de fatigue 3
	I.8.8	Modélisation
	I.8.9	Effet de petite fissure
I.9	Effet d'a	autres types de défauts sur la durée de vie en fatigue
	I.9.1	Examens microfractographiques
	I.9.2	Données $\sigma - Nf$ et examens microfractographiques
	I.9.3	Effet des différents défauts
	I.9.4	Taille critique de défauts 4
I.10	Effet de	s paramètres microstructuraux sur la durée de vie en fatigue 4
	I.10.1	Aspect expérimental
	I.10.2	Résultats des observations
	I.10.3	Effet du DAS sur les essais de fatigue
	I.10.4	Effet de l'oxydation
	I.10.5	Effet de la teneur en Mg
	I.10.6	Effet de la modification eutectique
	I.10.7	Effet de la teneur en Fe
	I.10.8	Effet du traitement thermique
	I.10.9	Effet de la limite d'élasticité
	I.10.10	Effet de la structure eutectique
I.11	Relation	1 micro-macro
	I.11.1	Théorie
	I.11.2	Modèles de prédiction
I.12	Bilan .	
ШЕ	Etude du	vieillissement 5
II.1	Présenta	ation des matériaux
	II.1.1	AS5U3G T5
	II.1.2	AS5U3G T6
	II.1.3	AS10G T7 66
	II.1.4	AS7UG T7
II.2	Essais d	$e duret \acute{e} \ldots \ldots$
	II.2.1	Description du vieillissement
	II.2.2	Caractérisation du vieillissement à partir des essais de dureté 6
	II.2.3	Etude comparative du vieillissement
II.3	Descript	tion des moyens d'essais mécaniques
	II.3.1	Fatigue isotherme
	II.3.2	Fatigue anisotherme
	II.3.3	Essais réalisés
II.4	Bilan .	
III	Etude m	icrostructurale 8
III.1	Fractog	$\operatorname{raphies}$
	III.1.1	Faciès de référence
	III.1.2	Faciès observés
III.2	Caracté	risation de l'eutectique et du silicium dendritique (AS7G-AS10G) 8
	III.2.1	Fraction de phase eutectique
	III.2.2	Les Si eutectiques
	III.2.3	Les Si dendritiques

	III.3.1	Analyse des thermogrammes de DSC	3
	III.3.2	Observations au MET 102	2
	III.3.3	Résultats	3
III.4	Diagram	mes de phases	1
	III.4.1	Présentation et rappels	1
	III.4.2	Influence de la température 11	1
	III.4.3	Influence de la teneur en Si	2
	III.4.4	Influence de la teneur en Fe	5
	III.4.5	Cas de la dendrite	5
	III.4.6	Séquences de précipitation	6
III.5	Bilan .		9
	Q!1-+!	10 ⁻	1
	Madèla	de comportement managemique 12.	1 1
11.1	Modele ($\begin{array}{c} \text{de comportement macroscopique} \\ \hline \\ $	1
	IV.1.1	Differents types de modelisation	1
	IV.1.2	Modele viscoplastique phenomenologique	2
	IV.1.3	Le modele elastoviscoplastique avec vieillissement	3
TI C	IV.1.4	Ecriture sous chargement uniaxial $\dots \dots \dots$	4
1V.2	Résultat	s de comportement $\ldots \ldots \ldots$	6
	IV.2.1	Essais de fatigue isotherme	6
IV.3	Essais de	e fatigue anisotherme	8
	IV.3.1	Boucles contrainte/déformation	8
	IV.3.2	Evolution de la contrainte en fonction du temps	8
	IV.3.3	Essais de la littérature	9
IV.4	Compara	aison avec les modèles microscopiques	4
	IV.4.1	Application des modèles de la littérature	4
	IV.4.2	Approche micro-macro	4
	IV.4.3	Bilan	7
IV.5	Modèle (d'amorçage	8
	IV.5.1	Présentation du modèle	8
	IV.5.2	Stratégie d'identification 14	0
IV.6	Bilan .		2
V	Calculs de	e structure 14:	3
V 1	Simulati	on de l'installation 3 barres 14	3
	V.1.1	Calcul par éléments finis	3
	V 1 2	Résultats obtenus 14	4
	V 1 3	Modèle simplifié de la mise en tonneau 14	6
	V 1 4	Durées de vie expérimentales et simulées	g
V 2	Conditio	ns du calcul de culasse	1
• • 2	V 2 1	Betour sur les calculs de (NICOULEAU-BOURLES E 1999) 15	1 1
	V 2 2	Nouveau champ de déplacement imposé	6
	V 2 2	Méthode de saut de cycles	6
	V 2.0	Performances 15	7
V 3	V.2.4 Régultat	s de calcul	7
ч.J	V 2 1	$\begin{array}{c} 15 \text{ the calculation} \\ \text{Champ de contraintes} \\ 15' \\ 15$	' 7
	v.J.1 V 2 9	Analogie avec l'installation anisothermo	ו 8
	v .ə.4 V 2 2	Champ do contrainto do von Micos	0
	v.ə.ə V 2 4	Champ de vioillissement	U 1
	v.J.4 V 2 5	Champ de déformation plastique cumulée	т Э
	v.J.J	\sim manp to domination provide culture $\cdots \cdots \cdots$	4

V.4	Calcul de durée de vie sur culasse	165
V.5	Localisation de l'amorçage	165
V.6	Comportement anisotherme de l'élément 8811	170
V.7	Bilan	181
VI	Conclusion	183
Refe	rences	185
A	Observations microstructurales	199
A.1	Thermogrammes de DSC	199
A.2	Observations de la précipitation au MET	203
B	Mise en forme de la culasse	225

Introduction



Fig. .1 – Image d'une fissure de fatigue ayant provoqué la ruine d'une culasse en service.

Contexte industriel de l'étude

Les culasses des automobiles de tourisme sont fabriquées en alliages d'aluminium, choisis pour leur bonne conduction thermique (meilleure évacuation de la chaleur du moteur), leur coulabilité (mise en œuvre de la pièce en fonderie), la facilité de leur usinage et par leur faible masse volumique. Mais l'augmentation des performances des moteurs conduit à des températures en service de plus en plus élevées, en particulier pour les moteurs diesel (figure .2), au niveau des pontets intersoupapes, zone la plus chaude de la culasse.

Les contraintes mécaniques proviennent du serrage de la culasse sur le cylindre (jusqu'à 10^4 N en traction sur chaque vis de serrage), des sièges de soupape en acier, frettés dans la chambre de combustion, et de la pression, due à l'explosion du mélange gazeux (environ 180

bars). Les contraintes thermiques sont dues aux gaz d'échappement à environ 1000°C, qui portent la température du pontet intersoupape jusqu'à 280°C alors que le circuit de refroidissement l'abaisse à 100°C sur quelques millimètres. Le circuit de refroidissement est le seul système capable d'évacuer suffisamment de calories pour éviter que la tablature de la culasse ne monte plus en température.

Les contraintes précédemment citées sont à l'origine du phénomène de fatigue thermomécanique : la dilatation du pontet est en partie empêchée par la zone plus froide qui l'entoure et il apparaît des déformations plastiques de compression à chaud. Lors du refroidissement, ces zones passent en traction, pouvant provoquer des fissures, voire la ruine du moteur (cf figure .1). Les premiers calculs non-linéaires de culasses réalisés au Centre des Matériaux au cours des précédentes études, mettent très bien en évidence ce phénomène, (PERUZZETTO P., 1986) et (AAZIZOU K., CAILLETAUD G., DIBOINE A., 1990).

Les constructeurs et leurs fournisseurs ont donc recours à des essais sur banc-moteur pour tester la fiabilité des pièces, mais, ceux-ci étant longs et onéreux, la part des simulations numériques dans le processus de conception devient primordiale.

Position du problème

Cette étude, effectuée pour les sociétés Montupet et Renault, s'inscrit dans la poursuite de la thèse d'Eric Nicouleau-Bourles (NICOULEAU-BOURLES E., 1999) sur l'AS7U3G et a pour but de développer l'approche phénoménologique en la couplant à une approche microstructurale afin que le modèle soit adaptable facilement à d'autres nuances d'alliage.

On cherchera donc à déterminer l'influence de la composition chimique, des procédés industriels et du traitement thermique sur le comportement et la durée de vie en fatigue d'alliages aluminium-silicium, avec l'objectif de fournir un modèle unifié pour la classe des alliages d'aluminium de fonderie, à application pour les culasses automobiles.

Des essais mécaniques et des observations microstructurales ont permis de définir les lois de comportement et d'endommagement de quelques alliages représentatifs des différentes familles d'alliages, typiquement avec divers pourcentages de Si, Cu, Mg et divers traitements thermiques. Parmi les techniques mises en œuvre dans cette étude, on trouve de la microscopie électronique en transmission, en balayage, des essais de micro et macro-dureté, de fatigue isotherme oligocyclique, de calorimétrie thermique différentielle (DSC)... Pour valider l'ensemble de la démarche, des essais de fatigue anisotherme ont été conduits sur un montage original de type 3 barres ne nécessitant pas de machine hydraulique asservie, car le cycle thermique induit le cycle mécanique. Les lois de comportement contrainte-déformation sont implantées dans le code de calcul par éléments finis ZéBuLon et sa librairie matériau Zmat.

Le comportement dépend de la nature et de la taille des précipités durcissants que contient la matrice. Une étude poussée au MET et une simulation sur le logiciel Thermo-calc nous ont permis de déterminer les domaines de stabilité des diverses phases durcissantes en fonction de la composition et de la température de revenu et/ou de service. La gamme de température étudiée va de l'ambiante à 300°C. Les concentrations en éléments d'alliage vont de 5 à 10% pour Si, de 0 à 3% pour Cu et vaut 0.3% pour Mg. Le taux d'éléments résiduels (Fe, Mn, Ti...) dépend du grade de l'alliage. Les traitements thermiques sont T5, T6 et T7.

Le point névralgique de cette étude est le caractère vieillissant de ces alliages, dû aux phénomènes de croissance/coalescence des précipités durcissants qui provoquent un adoucissement rapide lors d'un maintien en température. Celui-ci a pour effet de faire chuter la contrainte à déformation constante, ce qui provoque une diminution de l'endommagement (en fatigue isotherme) mais complique beaucoup les capacités de prévision de modèles du type Manson-Coffin ou Wöhler. Pour cette raison, on se rapportera à des contraintes normées par la contrainte ultime, qui sera une fonction du temps, de la température et donc du vieillissement. La durée de vie des pièces est calculée grâce à un post-traitement qui utilise les lois d'amorçage en conditions stabilisées et les données expérimentales à mi-durée de vie.

Le modèle de comportement est élastoviscoplastique avec une variable interne décrivant le vieillissement, et celui d'endommagement introduit une interaction fatigue-fluage non-linéaire. On retrouve ainsi naturellement à basse température un mode de rupture dominé par la fatigue et à haute température un effet prédominant du fluage.

Présentation de la démarche

Nous avons commencé classiquement par une étude bibliographique de l'état de l'art actuel de la métallurgie de l'aluminium. Nous nous sommes attachés plus particulièrement à décrire l'évolution des propriétés des alliages de fonderie en fonction de la microstructure et de la composition chimique; nous considèrons donc l'effet des traitements thermiques, de la porosité, des phénomènes de germination, croissance, coalescence; puis l'influence des divers systèmes de précipitation, des divers défauts et des impuretés.

Parmi ces alliages, nous avons choisi quelques alliages couramment utilisés pour les culasses automobiles et appartenant à deux grandes familles d'alliages : ceux au cuivre et ceux au magnésium, sans cuivre. Nous avons alors réalisés des essais de dureté après temps de maintien en température afin de caractériser les différences d'évolution du vieillissement selon la composition chimique de l'alliage. Les moyens d'essais mécaniques ainsi que quelques résultats préliminaires exposés par la suite nous ont poussé à réaliser une étude de la microstructure, conduite en grande partie à l'UTC, et qui permet de relier l'évolution du vieillissement observé à l'échelle macroscopique à des variations microstructurales.

Le comportement et l'amorçage en fatigue des divers alliages ont été caractérisés par des essais de fatigue isotherme et anisotherme, puis modélisés et simulés. Les résultats obtenus lors de ces identifications permettent alors de réaliser des calculs de structure par éléments finis, dont le but sera de déterminer l'effet de la composition chimique, des traitements thermiques et, par conséquent, du vieillissement sur la durée de vie en fatigue thermo-mécanique des culasses diesel.



Fig. .2 – Moteur Renault 2.2L DCI (a) vue globale (b) écorché.

Chapitre -I-Etude bibliographique

L'étude bibliographique de ce chapitre va parfois au-delà de notre domaine d'application, l'idée étant de fournir au lecteur un aperçu global de l'état actuel de la métallurgie de l'aluminium, ainsi que des pistes pour approfondir d'éventuelles recherches complémentaires ou parallèles. On s'intéresse en particulier à l'évolution des propriétés des alliages d'aluminium de fonderie en fonction de divers paramètres microstructuraux comme la composition chimique, les traitements thermiques, la porosité, les mécanismes de germination/croissance/coalescence, les diverses phases durcissantes connues.

I.1 Généralités

L'aluminium pur ne présente que peu d'intérêt, car ses propriétés physico-chimiques sont médiocres. Ses alliages, eux, sont des matériaux de choix dans des secteurs comme l'aéronautique et l'automobile.

I.1.1 Propriétés de l'aluminium pur

L'aluminium pur possède une structure cristalline cubique à face centrée (CFC). Les valeurs suivantes sont issues de (BARRALIS J., MAEDER G., 1997) et (MONDOLFO L.F., 1976).

- paramètre de maille : $0.405~\mathrm{nm}~$ à 298K.
- masse volumique à 25° C : 2698.7 kg/m³
- point de fusion : 660° C.
- coefficient de dilatation moyen entre 20 et 300°C : $2.55.10^{-5}$ /°C
- retrait volumique : 5.6% en cours de solidification
- capacité thermique massique à 20 °C : $c = 950 \text{ J.kg}^{-1}$.K⁻¹
- conductivité thermique à 20 °C : $\lambda = 217.6 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$
- résistivité électrique à 20 °C : $\rho=2.63\mu\Omega$ cm

Module d'élasticité	Charge de rupture	Limite d'élasticité	A_R (%)
(MPa)	(MPa)	0,2% (MPa)	
68 000	80 à 100	30 à 40	25 à 30

Tab. I.1 – Propriétés mécaniques de l'aluminium pur à température ambiante.

I.1.2 Structure des alliages de fonderie

Cette structure comprend des solutions solides sous forme de dendrites (hypoeutectiques), des eutectiques plus ou moins complexes (binaires, ternaires) et des constituants intermétalliques. Nous y reviendrons par la suite.

Dans le système Al-Si, les cristaux solides d'aluminium se forment sur les parois du moule (plus froides que le cœur) et croissent vers l'intérieur. Leur composition en Si est inférieure à celle du liquide qui les entoure car la solubilité de Si dans Al décroît avec la température. Donc, le silicium est rejeté à la surface des cristaux en cours de croissance et abaisse la température de solidification du liquide à cet endroit par effet cryoscopique (dit surfusion). Ceci ralentit la solidification car plus de chaleur doit être évacuée pour solidifier le liquide de cette couche. Mais si un germe du cristal en croissance parvient à traverser cette couche de liquide en surfusion, il se retrouve dans un milieu non enrichi en silicium et peut se solidifier, ce qui est thermodynamiquement favorable. Cette protubérance est instable et croît rapidement, ce qui explique que les cristaux d'aluminium se développent non sous forme de sphères ou d'aiguilles mais sous forme d'arborescences appelées *dendrites* (cf figure III.4.5), dont les bras secondaires sont espacés de quelques dizaines de micromètres, cette distance est appelée espacement des bras de dendrite. Nous utiliserons par la suite l'acronyme anglais classique, DAS (Dendrite Arm Spacing), ou SDAS (Secondary Dendrite Arm Spacing).



Fig. I.1 – Schéma d'une dendrite, (MASSINON D., CONSTANTIN V., 2002).

Dans les culasses diesel, le SDAS varie classiquement de $20\mu m$ côté tablature à environ $100\mu m$ côté froid. La taille de grain dans les alliages d'aluminium de fonderie est généralement millimétrique et donc bien supérieure à la taille d'une dendrite.

L'eutectique se solidifie alors entre les bras de dendrite, dans une zone riche en silicium rejeté à l'avant du front de solidification (silicium en large excès dans cette zone). Ceci a enrichi le métal liquide environnant en silicium, qui va précipiter sous forme d'une plaquette, ce qui draîne le silicium en solution a proximité et crée juste à côté une zone d'aluminium presque pur. On va donc former une lamelle d'aluminium. De proche en proche, on forme donc un eutectique lamellaire par croissance compétitive (cf figure I.2(a)).

Les propriétés mécaniques de la famille des alliages d'aluminium de fonderie dépendent fortement des paramètres microstructuraux. Il existe donc de nombreuses études traitant de l'influence de ces paramètres. Quelques études marquantes sont regoupées dans le tableau I.2.



Fig. I.2 – (a) Principe de la croissance compétitive, menant à un eutectique lamellaire (b) Schéma d'un eutectique lamellaire, (BARRALIS J., MAEDER G., 1997).

paramètre	Etude
	(Barry A., 1993)
précipités	(Caton M.J., Jones J.W., Boileau J.M., Allison J.E., 1999)
durcissants	(Sehitoglu H., Qing X., Smith T., Maier H.J., Allison J.A., 2000)
	(Stolarz J., Madelaine-Dupuich O., Magnin T., 2001)
	(Cáceres C.H., Djurdjevic M.B., Stockwell T.J., Sokolowski J.H., 1999)
porosité	(Roy N., Samuel A.M., Samuel F.H., 1996)
	(SAMUEL A.M., SAMUEL F.H., 1995)
	(Cáceres C.H., Davidson C.J., Griffiths J.R., Wang Q.G., 1999)
composés	(Gustafsson G., Thorvaldsson T., Dunlop G.L., 1986)
intermétalliques	(Hirosawa S., Sato T., Kamio A., Flower H.M., 2000)
	(Samuel A.M., Gauthier J., Samuel F.H., 1996)
	(Greer A.L., Bunn A.M., Tronche A., Evans P.V., Bristow D.J., 1999)
affinage	(Mohanty P.S., Gruszleski J.E., 1996)
	(Wang J., He S., Sun B., Li K., SHU D., Zhou Y., 2002)
concentration	(Plaza D., Asensio J., Pero-Sanz J.A., Verdeja J.I., 1998)
en silicium	(Veldman N.L.M., Dahle A.K, St. John D.H., Arnberg L., 2001)
revenus,	(Greer A.L., Bunn A.M., Tronche A., Evans P.V., Bristow D.J., 1999)
fonderie	(NASTAC L., 1999)

Tab. I.2 – Quelques études typiques concernant des paramètres des alliages de fonderie.

I.1.3 Les alliages d'aluminium de fonderie

Les alliages d'aluminium de fonderie constituent plusieurs familles de matériaux dont la composition est un compromis entre les propriétés de moulage (coulabilité, usinabilité, absence de criquabilité, retrait volumique) et les propriétés d'usage de la pièce (propriétés mécaniques, aspect de surface, aptitude au polissage, résistance à la corrosion ...).

L'obtention d'un type de propriété mécanique dépend aussi du procédé de moulage (sable, coquille, cire perdue, coulée sous pression ...). En effet, la coulée en coquille qui permet des refroidissements rapides donne aux pièces une structure métallurgique plus fine (faible DAS) et améliore, par rapport au même alliage coulé en sable, les charges à rupture et les allongements. L'avantage des moules en sable, faciles à mettre en œuvre, est de permettre la réalisation rapide (environ deux mois) de prototypes permettant au constructeur de valider la géométrie, la puissance, le refroidissement de la culasse (mais pas la durée de vie). On notera qu'un faible DAS améliore la durée de vie en fatigue. Le DAS est d'autant plus faible que le temps de solidification T_s est court (refroidissement rapide) selon la loi empirique : $DAS(\mu m) = K \cdot T_s^{1/n}$ où K, n sont des constantes. Pour l'AS7G par exemple, on aura K = 10 et n = 3.

La solidification en moule se fait en premier lieu sur les parois puis à cœur, ce qui induit un gradient de microstructure (et donc de propriétés) dans la pièce. C'est pour cette raison que la tablature (face feu) de la culasse qui est la plus sollicitée est en général solidifiée en premier. Certains auteurs, (SENIW M.E., CONLEY J.G., FINE M.E., 2000) rapportent qu'il y a plus de pores et de phase eutectique à cœur, dans les parties massiques d'une pièce, ce qui signifie que la durée de vie d'éprouvettes tirées du cœur sera inférieure (à température équivalente).

L'influence de la vitesse de solidification ($V_s = dT/dt$) sur le DAS d'un AS7G (A356) est exposée dans (NI H., SUN B., JIANG H., SHU D., LIN W., DING W., 2003). Cette même influence sur la dureté d'un alliage 6063 lors de divers revenus (cf paragraphe I.2) a été étudiée par (CAVAZOS J.L., COLÁS R., 2001). En dessous de 10°C /s et pour une température donnée de revenu, le pic de dureté n'atteint jamais le maximum envisageable pour d'autres vitesses (quel que soit le temps de revenu). Au dela de 10°C /s, l'influence devient moindre. D'autre part, à environ 60°C /s, il n'y a pas trace de précipitation (cf paragraphe I.4) dans l'alliage avant revenu, ce qui permet de choisir le traitement adéquat pour l'obtention des propriétés voulues. Pour ce même alliage en cours de revenu, l'augmentation de dureté a été corrélée à l'augmentation de la cohérence des précipités avec la matrice par diffraction des RX. Les précipités donnant le maximum de dureté ont été identifiés par observation au MET, ce sont des β' de structure hexagonale.

Dans (CHARRIER J., SALMI M., DE FOUQUET J., 1992), les auteurs ont testé l'influence de la solidification et d'un cyclage thermique sur les propriétés mécaniques d'un AS5U3 brut de fonderie. Une simulation de solidification d'un 5083 sur le code commercial *ABAQUS* est disponible dans (LEE J.H., KIM H.S., WON C.W., CANTOR B., 2002).

Un modèle thermomécanique microstructural de solidification d'alliages de fonderie est exposé dans (CELENTANO D.J., 2002). Cette étude passe en revue de nombreux travaux issus de la littérature et se veut assez exhaustive sur le sujet.

Les propriétés d'autres méthodes de moulage sont exposées dans (BRABAZON D., BROWNE D.J., CARR A.J., 2002), alternatives au moulage par gravité et donnant des alliages de très haute qualité, ayant peu de défauts de fonderie, comme : electromagnetic stirring (EMS), new rheocasting process (NRC, alliage obtenu sans dendrites), thixocasting (voir aussi (CERRI E., EVANGELISTA E., SPIGARELLI S., CAVALIERE P., DERICCARDIS F., 2000)), stir casting... Ces méthodes sont basées sur l'injection du métal à l'état pâteux (semi-solide) dégazé. La forme plus globulaire des particules obtenues dans la structure solide primaire favorise l'alimentation du moule en comparaison avec le chemin plus tortueux entre les dendrites solides pour les procédés conventionnels, exception faite du squeeze casting, (CATON M.J., JONES J.W., BOILEAU J.M., ALLISON J.E., 1999), moulage sous pression (50 à 140 MPa) qui donne un alliage exempt de pores. On trouvera dans (BARDI F., CABIBBO M., EVANGELISTA E., SPIGARELLI S., VUKCEVIC M., 2003) les caractéristiques d'un 2014 élaboré par métallurgie des poudres.

Le coût de ces moulages restant élevé, leur utilisation reste marginale car hormis les propriétés mécaniques, le choix de la méthode de fonderie dépend souvent de considérations économiques liées à la taille des pièces ainsi qu'à l'importance des séries.

Les alliages de fonderie sont obtenus de deux façons :

- soit à partir d'aluminium provenant directement des cuves d'électrolyse auquel on ajoute les éléments d'addition de l'alliage (alliages dits de première fusion);
- soit à partir de rebuts récupérés, assortis et purifiés. Ils sont dits de deuxième fusion et assurent pratiquement 50% de la production totale des pièces de fonderie.

Il existe, en plus de l'aluminium non allié, quatre grandes familles d'alliages d'aluminium de fonderie, qui sont fonction des éléments d'alliages ajoutés. Ceux-ci se retrouvent soit en solution solide soit sous forme de précipités. Ces familles sont les alliages au silicium, au cuivre, au magnésium et au zinc. On distinguera les additions principales déterminantes pour les propriétés du matériau et les additions secondaires, en plus faible quantité, qui ont une action spécifique, (MASSINON D., CONSTANTIN V., 2002) :

le silicium (figure I.3(a)) confère à l'alliage d'excellentes propriétés de fonderie, telles qu'une augmentation de la coulabilité, une diminution de la criquabilité et de l'aptitude à la retassure (il se dilate à la solidification). On note aussi une augmentation de la résistance à l'usure (le silicium est très dur), de l'étanchéité des pièces, mais une diminution de l'allongement à rupture;

le cuivre (figure I.3(b)) augmente les propriétés mécaniques par durcissement structural, principalement la durété (donc l'usinabilité) et la tenue à chaud sans perte au niveau de la coulabilité mais diminue la résistance à la corrosion et augmente l'aptitude à la crique;

le magnésium (figure I.4(a)) augmente la résistance à la corrosion, aux dommages, l'allongement à rupture et engendre un nouveau système durcissant après traitement thermique (Mg₂Si) mais diminue les propriétés de fonderie et d'usinabilité (les copeaux ont tendance à coller aux outils, ce qui augmente leur usure).

le zinc (figure I.4(b)) très peu utilisé à cause de ses médiocres capacités en fonderie et ses faibles propriétés mécaniques, il se trouve sous forme de ternaire Al-Zn-Mg, ce qui donne un alliage à durcissement structural avec des précipités MgZn₂, atténue le gazage de l'alliage, améliore la coulabilité (faiblement), diminue l'allongement, augmente la tendance à la microretassure et l'agressivité chimique de l'alliage fondu. L'influence du Zn sur les propriétés de fatigue est raportée dans (SHIH T.-S., CHUNG Q.-Y., 2003).

I.1.4 Influence des impuretés

Les impuretés contenues dans ces alliages sont importantes car elles modifient, volontairement ou non, les diverses propriétés du matériau. On trouve principalement comme impuretés :

le fer : c'est une impureté naturelle du silicium et de l'aluminium. Il fragilise la pièce produite par formation de composés intermétalliques durs et fragiles qui peuvent faciliter l'amorçage d'une fissure par décohésion lors d'une sollicitation mécanique. De plus, il gêne l'alimentation en métal liquide des pièces dans le moule par formation de plaquettes d'élé-



Fig. I.3 – Diagramme de phase des binaires (a) Al-Si (% en poids de Si), (b) Al-Cu (% en poids de Cu), (AMERICAN SOCIETY FOR METALS, 1979).



Fig. I.4 – Diagramme de phase des binaires (a) Al-Mg (% en poids de Mg), (b) Al-Zn (% en poids de Zn), (AMERICAN SOCIETY FOR METALS, 1979).

ments intermétalliques et diminue l'étanchéité de la culasse. Pour avoir de bonnes propriétés mécaniques, sa teneur est limitée à moins de 0.14% dans les alliages de première fusion dits à haute pureté; le *chrome* et le *manganèse* ont sensiblement les mêmes effets;

le nickel : améliore légèrement les propriétés à chaud mais coûte cher;

le plomb : au delà de 0.05% il neutralise la modification au strontium et diminue les propriétés mécaniques de l'alliage (voir par exemple (DESAKI T., KAMIYA S., 2000) sur un Al-Sn-Si-Cu pour palliers de bielle de moteur diesel);

l'etain : abaisse les caractéristiques mécaniques, augmente la porosité, améliore très peu la coulabilité;

le phosphore : est un poison pour les alliages hypo-eutectiques car il constitue un site de germination du silicium, par contre, ce sera un élément affinant pour les alliages hypereutectiques (hyper-silicés, figure I.5(b)). En effet dans ces alliages, ce sont les plaquettes de Si qui germent en premier et il n'y a donc pas de dendrites d'aluminium;

l'antimoine : permet de pièger le phosphore mais n'est pas compatible avec le Strontium ; *le lithium* : très oxydable, regaze instantanément et considérablement l'alliage.

Les éléments que l'on ajoute volontairement pour leurs propriétés bénéfiques sont indiqués

ci-dessous.

le titane : c'est une impureté de l'aluminium, mais il permet d'affiner la dendrite de solution solide riche en aluminium : c'est un affinant. L'opération d'affinage consiste à ajouter dans l'alliage liquide des germes de cristallisation comme TiB₂ en grand nombre afin d'augmenter le nombre de grains de l'alliage pour diminuer la taille de dendrite et augmenter les caractéristiques mécaniques ainsi que la durée de vie en fatigue. Au delà de 0.4% il se forme TiAl₃ qui diminue l'usinabilité mais améliore encore l'affinage. Ainsi, dans (VENKATESWARLU K., DAS S.K., CHAKRABORTY M., MURTY B.S., 2003), les auteurs rapportent que l'alliage Al-Ti (le titane étant souvent titré à 5%) gagne en efficacité d'affinage si il est laminé et/ou traité thermiquement car le nombre de particules servant de site de germination se trouve décuplé.

le sodium ou le strontium : modifient la structure de l'eutectique naturellement lamellaire (figure I.2(b)) en eutectique globulaire, ce qui permet de diminuer le risque de retassures, de faciliter l'usinage et d'augmenter les caractéristiques mécaniques, (LIAO H., SUN Y., SUN G., 2002). Cet effet est annulé par le Bore, (LIAO H., SUN G., 2003), (NOGITA K. DAHLE A.K., 2003);

le calcium : prolonge le temps de modification par le sodium ;

le scandium : (FULLER C.B., KRAUSE A.R., DUNAND D.C., SEIDMAN D.N., 2002), (LATHABAI S., LLOYD P.G., 2002) et (NORMAN A.F., HYDE K., COSTELLO F., THOMPSON S., BIRLEY S., PRANGNELL P.B., 2003) décrivent l'effet de l'addition de scandium (et de zirconium) dans le cas d'alliages Al-Mg, il améliore les propriétés mécaniques et les aptitudes au soudage.

Industriellement, les alliages Al-Si sont les plus utilisés pour leurs propriétés de fonderie, leur aptitude au soudage, leur bonne stabilité dimensionnelle et leur faible température de fusion. Ils ont de plus une bonne résistance aux éraflures lors des périodes de faible lubrification du moteur (démarrage à froid par exemple), (RIAHI A.R., PERRY T., ALPAS A.T., 2003).

I.1.5 Applications des alliages de fonderie

Dans la catégorie des alliages au silicium, selon la norme AFNOR NF A 02-004 (la lettre du métal de base et les lettres correspondants aux éléments d'addition sont rangées par ordre de teneur décroissante en %), nous pouvons citer :

- les AS9U3G ou AS7U3G, destinés à une utilisation générale, traitables thermiquement et faciles à couler (culasses, blocs moteur, carters...); l'alliage étudié par (NICOULEAU-BOURLES E., 1999) était un alliage de deuxième fusion appelé 319 (AS7U3G T5);

- les AS5U3, semblables aux alliages précédents mais plus facile à obtenir en première fusion (culasses, maîtres cylindres de frein);

- les AS7G (aussi appelés A356) qui s'usinent moins aisément que les précédents mais présentent une excellente résistance à la corrosion, une grande tolérance au dommage et sont les plus utilisés (culasses, jantes);

- les AS10G, qui ont des propriétés intermédiaires entre AS7G et AS13 (culasses, collecteurs, cache culbuterie, tube de pont, carters, anneaux de synchronisation de boîte de vitesse...);

- les AS10GU qui peuvent présenter un système durcissant secondaire Q^1 plus complexe (culasse);

- les AS13 et AS12UNG dans lesquels la forte teneur en silicium conduit à une excellente coulabilité, une faible dilatation thermique et une bonne résistance à l'usure (pistons).

¹Voire les chapitres suivants

- les AU8S qui présentent une excellente usinabilité et une bonne dureté à chaud sans traitement thermique avec cependant une résistance à la corrosion médiocre.

Les figures I.5 (a) et (b) donnent un aperçu des microstructures en fonction de diverses compositions chimiques. Les traitements thermiques et les échelles ne sont pas connus. Le but est simplement de montrer l'effet de l'augmentation du pourcentage de silicium : la proportion d'eutectique augmente logiquement ; au-delà de 12.2w% le système change radicalement de morphologie en favorisant la formation de la phase silicée. L'effet de la modification est également observé, elle transforme l'eutectique lamellaire en eutectique globulaire.



Fig. I.5 – Microstructures : (a) AS2GT et AS7G modifié, (b) AS11 modifié et AS18 (alliages à piston), (MASSINON D., CONSTANTIN V., 2002).

I.2 Les traitements thermiques

La composition de l'alliage seule n'est pas suffisante pour conférer au matériau les propriétés mécaniques requises pour les applications industrielles, c'est pourquoi on a recours à des traitements thermiques, qui, selon les cas, produisent un adoucissement ou un durcissement, ainsi que des changements de comportement vis-à-vis de la résistance à la corrosion, de la fatigue, du fluage, de l'allongement...(INOUE K., YOSIMURA T., FUJI A., NOGUCHI H., 2002).

I.2.1 Généralités

- Trois types de traitements thermiques sont généralement pratiqués :
- l'homogénéisation ou mise en solution permettant de mettre en solution solide certains éléments d'alliage et d'obtenir une composition chimique uniforme, ceci à une température juste inférieure à celle de fusion de l'eutectique (sinon on crée des défauts appelés brûlures);



Fig. I.6 – Micrographie MEB d'un cristal de silicium octaédrique dans un alliage hypereutectique, traces de croissance concentrique, selon (WANG R.Y., LU W.H., HOGAN L.M., 1999).

- la trempe structurale (ou par précipitation) qui consiste à prendre un alliage en équilibre à une température donnée et à le refroidir le plus rapidement possible en évitant tout changement de phase. Un traitement de revenu suit généralement la trempe;
- le détentionnement par revenu (ou stabilisation), où l'on porte le métal à une température appropriée pendant un temps suffisant pour qu'un état d'équilibre puisse être atteint. En pratique, on laisse la culasse quelques heures entre 200 et 300°C. Le but est de produire une relaxation des contraintes internes résiduelles dues au choc thermique de la trempe et de permettre la formation de phases durcissantes par précipitation.

L'évolution de microstructure au regard de chaque partie du traitement thermique est reportée sur la figure I.7. La figure I.8 montre l'évolution de la dureté en fonction de quelques traitements thermiques.

I.2.2 Nomenclature

On distingue les différents traitements thermiques par les notations : T1, T2...T10. Les plus utilisés pour les pièces de fonderie sont :

- F : état brut de fonderie sans traitement thermique;
- T1 : mise en solution, refroidissement contrôlé après solidification et maturation (vieillissement naturel à 20°C);
- T4 : mise en solution, trempe et maturation;
- T5 (pour les alliages au Cu) : mise en solution à 495 °C (et non 540°C car la température de l'eutectique est abaissée par la présence du Cu), puis refroidissement contrôlé après solidification de 450°C à 220°C par tunnel à air forcé. Avantage de la méthode : pas de trempe donc peu de contraintes résiduelles et pas de revenu donc coût moindre;
- T6 : mise en solution à 540°C , trempe et revenu au pic de dureté. Une trempe à l'eau chaude (90°C) permet de limiter les chocs thermiques et donc les tapures de trempe ;
- T64 : mise en solution à 540°C, trempe et revenu légèrement avant le pic de dureté



Fig. I.7 – Schéma d'un traitement de mise en solution, trempe et revenu, (SHACKELFORD J.F., 1992).

(sous-vieillissement);

 T7 : mise en solution à 540°C, trempe et revenu légèrement après le pic de dureté (sur-vieillissement).

Dans le cas de l'AS7G T7, le matériau a subi une trempe structurale, le système durcissant est Mg₂Si (figure I.9) connu sous le nom de phase β .

Pour l'AS7U3G T5, le matériau a subi un refroidissement contrôlé, le système durcissant est Al₂Cu (figure I.3(b)) connu sous le nom de phase θ .

On notera que les méthodes de moulage sont aussi soumises à notations (norme AFNOR) :

- Y2 : coulée en sable;
- Y3 : coulée en coquille;
- Y4 : coulée sous pression

On ajoute à la suite le numéro du traitement thermique (exemple : Y35=coulée en coquille, traitement thermique T5). La figure I.10 montre le principe et les différences de rendement entre coulées basse pression et par gravité.

I.2.3 Couplage avec d'autres techniques

On distingue deux catégories d'alliages d'aluminium : laminés et coulés. Les alliages laminés sont connus pour être renforcés soit par durcissement structural, soit par écrouissage suite à une pré-déformation. Les alliages coulés, eux, sont traditionnellement durcis par précipitation au cours d'un traitement thermique. Mais on notera que d'autres méthodes de durcissement structural ont été étudiées. Par exemple, certains auteurs, (ISMAIL Z.H., 1995) ont testé un traitement thermomécanique comme moyen simple de renforcer l'effet du traitement thermique en introduisant une concentration supplémentaire de dislocations par pré-écrouissage. Par contre, si les traitements thermique et mécanique sont appliqués séparément, (POOLE W.J., SÆTER J.A., SKJERVOLD S., WATERLOO G., 2000), on observe une accélération de



Fig. I.8 – Influence du traitement thermique sur la dureté, (BARRALIS J., MAEDER G., 1997).



Fig. I.9 – Diagramme de phase de l'alliage Mg-Si (% en poids de silicium), (AMERICAN SOCIETY FOR METALS, 1979).

la vitesse de coalescence des précipités durcissants (qui croissent plus facilement sur les dislocations plus nombreuses, donnant lieu à de l'effet Portevin - Le Chatelier), ainsi qu'à une diminution du R_m due à une augmentation de l'espace interparticules.

Certains auteurs, (DÜNNWALD J., EL-MAGD E., 1996) constatent une augmentation des caractéristiques du 2024 lors d'une prédéformation et (BERGSMA S.C., KASSNER M.E., LI X., WALL M.A., 1998) observent le même phénomène lors de l'extrusion à chaud (et/ou à froid) d'un alliage AA6069 T6. On notera enfin que les tôles peintes en AA6016 subissent leur traitement thermique de précipitation (Mg₂Si) en même temps que la cuisson de la peinture (ou seulement en partie, on le nomme alors pré-revenu), (HIRTH S.M., MARSHALL G.J., COURT S.A., LLOYD D.J., 2001).

I.3 La porosité

I.3.1 Généralités

La porosité dans les alliages d'aluminium est à l'origine d'une perte de tenue mécanique et d'amorçage de fissures, c'est donc un problème important.

Les moyens de la réduire sont :



Fig. I.10 – Différences entre coulées basse pression et par gravité, (GUILLOT I., MASSINON D., BARLAS B., OVONO-OVONO D., 2003).

- la coulée sous vide, très efficace mais trop chère;
- le traitement au chlore, efficace mais polluant;
- le bullage d'azote, efficace, peu polluant et peu coûteux, (MASSINON D., CONSTANTIN V., 2002)

I.3.2 Différence entre retrait de solidification et pore dû à l'hydrogène

Les pores peuvent se former selon deux procédés qui sont souvent combinés, (ANSON J.P., GRUZLESKI J.E., 1999) :

- le retrait de solidification : lors de la solidification, l'aluminium se rétracte mais le silicium se dilate, ce qui conduit à un retrait théorique de 0 à 2% (au lieu de 5.6 en l'absence de silicium) provoquant un réseau de cavités qui, lors d'une coupe, forment des groupes de trous non sphériques et de tailles variées (cf figures I.11 (a) et (b)). Ceci est en partie évité en fonderie par le système de cheminée de coulée appelées masselottes qui se solidifient en dernier et permettent d'alimenter la pièce en métal liquide jusqu'à solidification totale.

- l'hydrogène : l'aluminium liquide réagit avec l'humidité de l'air :

 $2~\mathrm{Al} + 3~\mathrm{H_2O} \rightarrow \mathrm{Al_2O_3} + 3~\mathrm{H_2}$

L'hydrogène gazeux obtenu est en partie dissous dans l'aluminium liquide sous forme atomique. Lors de la solidification, l'hydrogène devient beaucoup moins soluble, il se recombine et est rejeté de la phase solide vers la phase liquide qui s'enrichit en gaz et forme des bulles qui seront emprisonnées dans le solide. Sur une coupe, on obtient des trous plus petits mais très nombreux, quasi-sphériques, répartis de façon homogène et appelés piqûres.

Un modèle de prédiction du taux, de la taille, de la forme et de la distribution des pores a été proposé par (LEE P.D., ATWOOD R.C., DASHWOOD R.J., NAGAUMI H., 2001) pour des alliages Al-2, 4, 6 w% Mg, en fonction de la vitesse de solidification et de la concentration en hydrogène. (ATWOOD R.C., LEE P.D., 2003) ont mis en place une simulation de la morphologie 3D des pores apparaissant à la solidification d'alliages Al-Si.



Fig. I.11 – (a) Schéma 3D d'un retrait de solidification et sa projection 2D, (b) Micrographie optique d'un retrait de solidification, (ANSON J.P., GRUZLESKI J.E., 1999).

I.4 Durcissement par précipitation

Pour comprendre ce type de durcissement, on utilise la théorie élastique des dislocations (notion de champ de contrainte associé à une dislocation, de tension de ligne ...) et des observations physiques (microscopie électronique). En effet, la vitesse de déplacement des dislocations sera liée à la nature des obstacles qui gênent leur mouvement. L'historique et les bases du durcissement par précipitation sont regroupés dans (HORNBOGEN E., 2001).

I.4.1 Principe

Les dislocations vont interagir avec les précipités de la matrice, entraînant une action durcissante, car les inclusions ancrent les dislocations et gênent leur mobilité. De ce fait, la déformation plastique ne peut prendre naissance et se poursuivre que si les inclusions sont franchies par les dislocations. Ce franchissement sera fonction de la cohérence ou non des inclusions avec la matrice (cf figure I.12(a)). Dans le cas de précipités cohérents (obstacles faibles), les dislocations vont suivre le réseau et la possibilité offerte sera de les cisailler (durcissement). Dans le cas de l'incohérence (obstacles forts), le cisaillement sera remplacé par un mécanisme de contournement (adoucissement) (cf figure I.13(a)). La frontière entre les deux se situe par définition au pic de dureté. Dans la plupart des cas, les alliages de fonderie sont soumis au contournement.

Si l'on considère une fraction volumique de précipités constante, le vieillissement entraîne une croissance du rayon des précipités appelée coalescence et donc une augmentation de la distance inter-précipités, ainsi qu'une zone de déplétion, sans précipités, voir par exemple (GANDIN C.A., BRÉCHET Y., RAPPAZ M., CANOVA G., ASHBY M., SCHERCLIFF H., 2002), autour de chaque particule (cf figure I.13(b)). Il y aura donc plus de contournement, car les dislocations rencontrent moins d'obstacles à leur mouvement. Une observation in-situ au MET de ce mécanisme est reportée dans (DELMAS F., VIVAS M., LOURS P., CASANOVE M.J., COURET A., COUJOU A., 2003).



Fig. I.12 – (a) Schéma de la perte de cohérence des précipités avec la matrice, (b) Schéma du mécanisme de précipitation autour du joint de grain, (DUBOST B., SAINFORT P.,).

La théorie du contournement d'Orowan pour des particules incohérentes prévoit une augmentation de la cission critique :

$$\tau_{Oro} = \frac{2\Gamma}{bL} = \frac{2\beta\mu b}{L} \tag{I.1}$$

avec $\Gamma = \beta \mu b^2$, la tension de ligne où β est un paramètre proche de 0.5, μ le module de cisaillement de l'alliage à température ambiante, L la distance inter-particules et b le module du vecteur de Burgers (2.86.10⁻¹⁰ m).

L'observation expérimentale des phénomènes de durcissement ou d'adoucissement cycliques dus au mouvement des dislocations et aux modifications de leur structure d'empilement peut se trouver dans de nombreuses études. On citera comme exemple (FUJII T., WATANABE C., NOMURA Y., TANAKA N., KATO M., 2001) pour un alliage 3003 en fatigue LCF, (KHIREDDINE D., RAHOUADJ R., CLAVEL M., 1998) pour un alliage au Li, (VERDIER M., BLEY F., JANCEK M., LIVET F., SIMON J.P., BRÉCHET Y., 1997) pour un Al-2.5%Mg (par radiation synchrotron de rayons-X et MET), (RAUCH E.F., GRACIO J.J., BARLAT F., LOPES A.B., FERREIRA DUARTE J., 2002) pour un 1050-O (état F) et un 6022-T4, (FERRA-GUT R., SOMOZA A., TORRIANI I., 2002) pour un 7012 par résistivité électrique et (GUILLOT I., EVRARD C., MASSINON D., CLAVEL M., 2000) pour un AS7U3G T5 et un AS5U3G T6, avec le modèle correspondant. Un modèle de prédiction du comportement d'alliages d'alumi-



Fig. I.13 – (a)Schéma du mécanisme de contournement de précipités durcissants par une dislocation. a et b : la dislocation approche des précipités ; c et d : elle entoure les précipités et se retrouve plus ou moins ancrée (plus les précipités sont gros plus le rayon de courbure de la dislocation est grand et plus l'énergie de franchissement est faible) ; e : la dislocation franchit les précipités en laissant une boucle de dislocation derrière elle, (b) Schéma de principe de coalescence et de formation des précipités. Les plus gros se comportent comme un puit de potentiel pour les atomes de soluté et croissent tandis que les petits sont dissous, (DUBOST B., SAINFORT P.,).

nium de plusieurs séries (2000, 3000, 5000 et 6000) basé sur la densité et le libre parcours moyen des dislocations est rapporté dans (BARLAT F., GLAZOV M.V., BREM J.C., LEGE D.J., 2002).

I.4.2 Germination

La taille de grain dans les alliages d'aluminium est souvent millimétrique, et englobe généralement au minimum une dendrite. Par la suite, nous nous intéresserons donc principalement aux dendrites. Le grain a une importance lors du traitement thermique. Nous avons vu précédemment que la germination des dendrites se fait sur des particules de TiB_2 , mais la germination des précipités lors du revenu se fait sur les dislocations. Les joints de grain constituent des puits de concentration de lacunes à cause de leur désorientation et ils ancrent ces dernières lors de la solidification (lente). On a donc une concentration de lacunes moyenne au centre du grain, faible au bord et très forte au joint de grain. La germination lors de la solidification se fera donc préférentiellement au joint de grain (cf figure ??). Lors de la remise en solution on redistribue uniformément les solutés dans la dendrite (en gardant tout de même une forte concentration au joint de grain) mais pas les dislocations, donc lors de la trempe on aura le profil suivant : concentration de lacunes moyenne au centre du grain, faible au bord et réminiscence de gros précipités incohérents aux joints de grain. La dendrite sera constituée de solution solide (atomes de solutés en substitution et insertion, cf figure I.14). Lors du revenu, on aura donc germination des précipités durcissants dans le grain. La zone dénudée qui se trouve autour du joint de grain sera quant à elle propice à la germination de composés intermétalliques d'équilibre par précipitation hétérogène. Ces mécanismes sont résumés sur la figure I.13(b).



Fig. I.14 – Schéma d'un réseau d'atomes en solution solide, (DUBOST B., SAINFORT P.,).

I.4.3 Diffusion

La coalescence des précipités durcissants est contrôlée par la diffusion des divers éléments chimiques en solution dans l'alliage et par les énergies interfaciales entre matrice et précipités. Les coefficients de diffusion (et les énergies interfaciales) peuvent être déterminés par résistivité électrique et MET, (NOBLE B., BRAY S.E., 1998), par traçage d'éléments radioactifs, par exemple le Mg²⁸ dans (FUJIKAWA S.I., 1997) et par microanalyse X, (FUJIKAWA S.I., TAKADA Y., 1997). De nombreuses données sont disponibles dans ces deux dernières références. La loi de coalescence est en général de la forme suivante :

$$r^n - r_0^n = Kt \tag{I.2}$$

Avec r_0 le rayon moyen de particule avant coalescence, r le rayon au temps t, n un coefficient qui dépend du régime de diffusion et K la constante de vitesse de coalescence telle que (selon (NOBLE B., BRAY S.E., 1998)) :

$$K = \frac{8D\gamma V_m}{9RT} \frac{C_e(1 - C_e)}{(C_p - C_e)^2}$$
(I.3)

Où γ est l'énergie interfaciale $(J.m^{-2})$, V_m est le volume d'une mole d'atomes qui diffuse $(m^3.mol^{-1})$, C_e est la fraction atomique d'équilibre de soluté dans la matrice (à r infini), C_p est la fraction atomique de soluté dans la phase précipitante et D est la diffusivité du soluté dans la particule $(m^2.s^{-1})$ tel que :

$$D = A \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \tag{I.4}$$

A étant une constante et Q l'énergie d'activation thermique. De nombreuses valeurs de K en fonction de la température et de la composition chimique issues de la littérature sont regroupées dans (RYLANDS L.M., WILKES D.M.J., RAINFORTH W.M., JONES H., 1994). D'autre part, (VAN DE LANGKRUIS J., KOOL W.H., SELLARS C.M., VAN DER WINDEN M.R., VAN DER ZWAAG S., 2001) rapportent quelques valeurs de coefficient de diffusion : $D_{Mg} = 0.49.10^{-4} \exp(-124/RT)$ et $D_{Si} = 2.02.10^{-4} \exp(-136/RT)$, où les énergies d'activation sont en kJ.mol⁻¹ et les coefficients de diffusion en m²s⁻¹. On peut utiliser en première approximation un coefficient de diffusion effectif global pour un élément A diffusant dans B :

$$D_{eff} = \frac{D_A . D_B}{D_A . C_A + D_B (1 - C_A)}$$
(I.5)

Si la croissance du précipité est contrôlée par la diffusion à son interface, le coefficient n de l'équation I.2 vaut 2, alors que si il y a diffusion en volume et coalescence (contrôle cinétique), n vaut 3 (figure I.15), ce qui correspond à la théorie LSW, (LIFSCHITZ I.M., SLYOZOV V.V., 1961), (WAGNER C., 1961).



Fig. I.15 – Mise en évidence du type de diffusion dans l'AS7U3 T5 pour des revenus de 150 à 600h pour des température allant de 230 à 320° C : n=3, (GUILLOT I., MASSINON D., BARLAS B., OVONO-OVONO D., 2003).

Dans de rares cas, lorsque la croissance des précipités se fait en 3 dimensions mais la diffusion en 2, n peut valoir 4 ou 5, (ARDELL A.J., 1997).

La figure I.13(b) rappelle que les grosses particules fonctionnent comme un puit de potentiel pour les atomes de soluté. Elles croissent tandis que les plus petites sont dissoutes, maturation d'Ostwald, (RATKE L., VOORHEES P.W., 2002). Si un alliage est maintenu à une température de vieillissement constante, la concentration des atomes de soluté dans la matrice est voisine de celle donnée par le diagramme d'équilibre binaire. Donc, à fraction volumique constante, si le nombre de particules diminue et que leur taille augmente, c'est pour minimiser l'énergie totale du système en diminuant l'énergie d'interface. On sait en effet qu'à volume égal, beaucoup de petites particules ont une aire (et donc une énergie) bien supérieure à quelques grosses particules.

Ce domaine de la métallurgie a donné lieu à de nombreux modèles micro-mécaniques. Un modèle de précipitation/coalescence basé sur l'espace inter-particules et sur la contribution de ces particules à la limite d'élasticité macroscopique est proposé par (POOLE W.J., SÆTER J.A., SKJERVOLD S., WATERLOO G., 2000) pour des alliages de la série 7000 (au Zn). Un autre modèle, exposé dans (VAN DE LANGKRUIS J., KOOL W.H., SELLARS C.M., VAN DER WINDEN M.R., VAN DER ZWAAG S., 2001), traite de la prédiction de courbes $\sigma - \varepsilon$ en s'appuyant sur des lois de diffusion/dissolution pour un 6063.

Un modèle complet de germination/croissance/coalescence pour les alliages d'aluminium binaires est proposé dans (SERRIERE M., GANDIN C.A., GAUTIER E., ARCHAMBAULT P., DEHMAS M., 2002). Il est basé sur des équations thermodynamiques (énergie motrice de diffusion, concentrations à l'équilibre, énergie de Gibbs), statistiques (distribution de taille de particules) et numériques (méthode des volumes finis, logiciel Thermo-Calc²).

²Thermo-Calc version N, utilisé avec la base de données Scientific Group Thermodata Europe , Stock-

Le comportement en fluage à haute température a été testé et modélisé par éléments finis dans (DÜNNWALD J., EL-MAGD E., 1996), en prenant en compte :

- la précipitation/coalescence et les contraintes dans les particules;
- le durcissement structural, le mouvement des dislocations et les contraintes internes;
- l'endommagement.

Enfin, (MYHR O.R., GRONG O., 2000) et (MYHR O.R., GRONG O., ANDERSEN S.J., 2001) traitent de la modélisation de la nucléation, croissance et coalescence des précipités durcissants d'alliages de la série 6000 (Al-Mg-Si) pour décrire l'évolution de la distribution de taille des particules et donc de la dureté³ et de la limite d'élasticité pour un vieillissement en température. De nombreuses données s'y trouvent répertoriées.

La diffraction des rayons-X aux petits angles (Small Angle X-ray Scattering, SAXS) est une méthode très efficace de suivi de la cinétique de précipitation/coalescence dans le cas de *petits précipités*. Celle-ci est détaillé dans (KRÓL J., 1997) pour un AS10U2 et un AS10U4 et dans (DESCHAMPS A., NIEWCZAS M., BLEY F., BRECHET Y., EMBURY J.D., LE SINQ L., LIVET F., SIMON J.P., 1999) pour un alliage Al-Zn-Mg à usage aéronautique et qui subit une précipitation dynamique (due au laminage). Il existe une méthode pour mesurer les contraintes résiduelles par rayons-X, (LACARAC V.D., SMITH D.J., PAVIER M.J., 2001), qui ne sera pas détaillée ici.

I.4.4 Intermétalliques

Les composés intermétalliques sont très pénalisants pour la durée de vie en fatigue de la culasse, car ils sont beaucoup plus durs que le reste de l'alliage et sont des sites d'amorçage de fissure préférentiels par décohésion avec la matrice et effet d'entaille des composés en aiguille. Ils sont le plus souvent à base de fer, localisés dans les joints de grain et l'eutectique et se trouvent sous forme d'écritures chinoises (cf figure I.16(a)), de petites aiguilles/plaquettes ou encore de cristaux polygonaux (cf figure I.16(b)) selon la vitesse de solidification et le ratio Fe/Mn, (MONDOLFO L.F., 1976). Les alliages de deuxième fusion beaucoup moins purs sont plus sensibles à ces phénomènes.

Les différentes phases envisagées sont :

- binaires : Al₁₃Fe₄ phase stable (refroidissement lent), Al_xFe (3.25 < x < 6), Al₆Fe, Al₉Fe₂ (refroidissement rapide), (FORDER S.D., BROOKS J.S., REEDER A., EVANS P.V., 1999);
- ternaires : α -Al₈FeSi, β -Al₅FeSi (fine lamelles ou cristaux si [Fe] > 0.80%, solidification lente et forte teneur en Si), (IGLESIS I., 1976), (KUIJPERS N.C.W., TIREL J., HANLON D.N., VAN DER ZWAAG S., 2002), (LEBYODKIN M., DESCHAMPS A., BRÉCHET Y., 1997), Al₇Cu₂Fe, Al₆CuMg₄, Al₂CuMg, (OVONO-OVONO D., 2002);
- quaternaires : $Al_{15}(FeMn)_3Si_2$ (noté Al(FeMn)Si), $Al_8Si_6Mg_3Fe$, (MONDOLFO L.F., 1976),

Ces phases sont identifiables et quantifiables par les moyens classiques d'analyse, (ALEXANDER D.T.L.. GREER A.L., 2002), mais aussi par spectrométrie Mössbauer du Fe⁵⁷, (FORDER S.D., BROOKS J.S., REEDER A., EVANS P.V., 1999). Certains auteurs, (BA-LASUNDARAM A., SHAN Z. GOKHALE A.M., GRAHAM S., HORSTEMEYER M.F., 2002) montrent que ces particules intermétalliques, très dures à l'origine, sont susceptibles de subir des rotations lors de sollicitations mécaniques les amenant dans des orientations où elles se fragilisent et engendrent la nucléation de fissures lors des opérations de mise en forme.

holm (Sweden) : Foundation for Computationnal Thermodynamics; 1992.

³On notera que (MYHR O.R., GRONG O., ANDERSEN S.J., 2001) rapportent une relation pour la dureté du 6063 de type : $Hv = \frac{\sigma_{0.2}}{3} + 16$ alors que (GANDIN C.A., BRÉCHET Y., RAPPAZ M., CANOVA G., ASHBY M., SCHERCLIFF H., 2002) proposent pour un AU4 : $Hv = 3\sigma_{0.2}$.



Fig. I.16 – (a) Micrographie d'intermétalliques en écriture chinoise , (b) Micrographie d'intermétalliques en cristaux polygonaux , (MASSINON D., CONSTANTIN V., 2002).

I.5 Les diverses phases durcissantes

Les phases durcissantes qui constituent les alliages d'aluminium sont assez nombreuses et variées, selon leur composition chimique, le réseau cristallin dans lequel elles cristallisent et leur paramètre de maille. De récentes études montrent que certains paramètres sont à modifier, cf tableau I.10. On trouvera également un guide des principales phases durcissantes du système Al-Si-Mg-Cu-Fe (celui qui nous intéresse en fonderie) dans (YAO J.-Y., EDWARDS G.A., GRAHAM D.A., 1996), à savoir : B' (2 formes), θ' , zones GP, particules de silicium et phases riches en Mn-Cu. On pourra consulter (ZHEN L., KANG S.B., 1997) pour les précipités β . Les séquences de précipitation/coalescence qui mènent à ces phases sont en général les mêmes. La trempe permet de figer une solution solide sursaturée notée ssss (cf figure I.14), qui est particulièrement instable et donne rapidement naissance à des zones dites de Guinier-Preston (notées zones GP, cf figure I.17(a)) qui sont cohérentes avec la matrice. La maturation ou le revenu qui suivent permettent de former une phase durcissante toujours cohérente (mais moins) que l'on appelera P". La poursuite du processus donnera naissance à une phase semi-cohérente moins durcissante P'. Enfin on obtiendra la phase stable complètement incohérente P qui ne donnera pas lieu à durcissement. A chaque étape, la taille des précipités augmente. En résumé :

ssss \rightarrow zones GP \rightarrow P" \rightarrow P' \rightarrow P (phase stable)

La figure I.17(b) donne, par exemple, l'évolution de la dureté en fonction du stade de précipitation dans le cas d'un alliage Al-Cu : les précipités durcissants sont Al₂Cu sous forme θ'', θ' et θ , (AARONSON H.I., CLARK J.B., LAIRD C., 1968), (BOYD J.D., NICHOLSON R.B., 1971), (MERLE P., FOUQUET F., 1981), (MERLE P., FOUQUET F., MERLIN J., GOBIN P.F., 1976), (SANKARAN R., LAIRD C., 1974). On notera que les zones GP sont très difficiles à observer, mais dans le cas des alliages de fonderie, les traitements thermiques utilisés les ont fait évoluer vers des formes allotropiques de taille plus importante.



Fig. I.17 – (a) Schéma de formation d'une zone GP (en haut à droite), (b) Schéma de l'évolution de la dureté en fonction du stade de précipitation dans le cas d'un alliage Al-Cu, (BARRALIS J., MAEDER G., 1997).

I.6 Les alliages au cuivre, exemple de l'AS7U3G T5

Il s'agit d'un alliage d'aluminium de fonderie Al-Si-Cu désigné par AS7U3G (norme AF-NOR) ou 319 (norme ASTM), de deuxième fusion. Des micrographies optiques de cet alliage se trouvent dans (NICOULEAU-BOURLES E., 1999).

Le tableau I.3 donne la composition chimique de l'alliage selon la norme ASTM et le tableau I.4 la composition de l'alliage étudié :

		Si	Cu	Mg	Fe	Ti	Zn	Mn	Ni
% masse	max	8,0	3,8	0,30	0,8	$0,\!25$	0,5	0,6	0,3
	min	7,5	$2,\!8$	$0,\!25$				0,2	

Tab. I.3 – Composition chimique de l'AS7U3G selon la norme.

Elément	Si	Cu	Mg	Fe	Mn	Zn	Ti	Ca	Sr
% en masse	7.8	3.	0.31	0.47	0.24	0.24	0.2	0.0005	0.010

Tab. I.4 – Composition réelle de l'AS7U3 T5 de l'étude.

I.6.1 Microstructure du matériau

La structure dendritique de cet alliage est caractérisée par un DAS de 20 μ m. La taille de grain est d'environ 0,4 mm. On note que l'espace interdendritique contient également des précipités Al₂Cu et des composés intermétalliques à base de fer.

I.6.2 Traitement thermique

L'alliage de cette étude a subi un traitement T5 pour obtenir les propriétés mécaniques voulues, c'est-à-dire un refroidissement contrôlé de 450 à 220°C dans un tunnel à air forcé puis un maintien de 4h à 220°C. Ce traitement thermique correspond à un état vieilli au pic.

Le processus de coalescence (cf paragraphes précédents) peut se résumer par : solution solide sursaturée (ssss) \rightarrow zones GP $\rightarrow \theta'' \rightarrow \theta' \rightarrow \theta$ (phase stable). Un résumé de la cristallographie de ces phases se trouve dans le tableau I.5. On rappelle que le durcissement structural est principalement fonction de la cohérence ou non de ces composés avec la matrice.

Phase	composition	cristallographie	morphologie
	chimique		
θ''	Al_2Cu	quadratique (a= 0.404 nm , c= 0.769 nm)	disques
θ'	Al_2Cu	quadratique (a= $0.407 \text{ nm}, c=0.581 \text{ nm}$)	plaquettes
		tétragonale (a= 0.404 nm, c= 0.580 nm)	
θ	Al_2Cu	quadratique (a= 0.606 nm, c= 0.487 nm)	sphéroïdes

Tab. I.5 – Composition chimique des phases durcissantes des alliages Al-Si-Cu.

I.6.3 Propriétés physiques et mécaniques

Les principales propriétés physiques de l'alliage 319 sont, (AMERICAN SOCIETY FOR ME-TALS, 1979) :

- densité : 2796 kg/m³
- conductivité thermique à $25^{\circ}C$: 109 W/m.K

- coefficient de dilatation thermique (entre 20 et 300° C) : 23.5 10^{-6} °C
- module d'Young à 20° C : 72 GPa
- température de liquidus : $605^{\circ}C$
- température de solidus : 495°C

La déformation à rupture en traction simple est de l'ordre de 2% à 20°C, 11% à 250°C et 28% à 320°C. Les propriétés de cet alliage, déterminées grâce aux essais mécaniques réalisés dans le cadre de cette étude sont présentées dans les chapitres suivants. L'effet de la teneur en Cu a été étudié par (DUTKIEWICZ J., LITYNSKA L., 2002), dans le cadre de grandes déformations (laminage à froid) sur les alliages 6013 et 6xxx. Il est apparu que la teneur en Cu a une très faible influence comparée à celle de la déformation sur la dureté de l'alliage. Une méthode d'analyse par DSC (Differential Scanning Calorimetry⁴) est proposée par (LAROUCHE D., LAROCHE C., BOUCHARD M., 2003) pour un alliage Al-Cu, par (LASA L., RODRIGUEZ-IBABE J.M., 2002) pour deux Al-Si-Cu-Mg de fonderie (6061 et 6463) et par (SMITH G.W., 1998) pour un 339. Les diverses lois de calcul des énergies d'activation se trouvent dans (WANG H.-R., GAO Y.-L., YE Y.-F., MIN G.-H., CHEN Y., TENG X.-Y., 2003). Dans (BONFIELD W., DATTA P.K., 1976), les auteurs ont répertorié les données cristallographiques utiles pour la précipitation des alliages au Cu (Al-Cu-Si-Mg). Quelques caractéristiques mécaniques du 319 sont répertoriés dans (MEYER PH., MASSINON D., GUE-RIN PH., WONG L., 1997) en fonction du grade (première ou deuxième fusion), du DAS et du traitement thermique. Ces résultats ont été obtenus par essais de traction et de fatigue thermomécanique (montée de 40 à 250°C en 10s, maintien à 250°C pendant 20s, refroidissement à 40°C en 30s). Ils sont reportés dans le tableau I.6.

On notera que les alliages (comme le 319) composés d'Al-Si-Cu-Mg peuvent contenir d'autres phases durcissantes que Al₂Cu, selon la teneur en éléments d'alliage. Par exemple, des études sur les phases durcissantes Q (Al₅Cu₂Mg₈Si₆) et S' (Al₂CuMg) sont proposées dans (GUPTA A.K., JENA A.K., CHATUVEDI M.C., 1987), (GUPTA A.K., CHATUVEDI M.C., JENA A.K., 1989) et un calcul *ab initio* dans (WOLVERTON C., 2001). Leur pouvoir durcissant est moindre et elles ne se trouvent probablement pas dans les alliages de fonderie. Une étude sur la phase S'' par DSC et HRTEM (High Resolution Transmission Electron Microscopy) est disponible dans (RATCHEV P., VERLINDEN B., DE SMET P., VAN HOUTTE P., 1998) et par MET dans (HUTCHINSON C.R., RINGER S.P., 2000). Il semble que la phase S' n'existe plus quand le *ratio* Cu/Mg est supérieur à 8, (MONDOLFO L.F., 1976).

La phase cubique σ (Al₂Cu₆Mg₂, paramètre de maille 0.831 nm) est très rare. Elle est étudiée dans (SCHUELLER R.D., WAWNER F.E., 1994) : elle possède un pouvoir durcissant élevé et reste stable jusqu'à 250°C (à cause de sa faible énergie interfaciale). Dans cette étude se trouvent également les équations nécessaires au calcul de la contrainte macroscopique due à la force excercée par une particule quelconque sur une dislocation en fonction de l'écart à la cohérence (misfit) dont voici une expression :

$$\delta(\%) = 100 * \frac{d(hkl)_{Q'} - n * d(hkl)_{Al}}{n * d(hkl)_{Al}}$$
(I.6)

Avec

$$n = Int(d(hkil)_{Q'}/d(hkl)_{Al}) \tag{I.7}$$

⁴Le principe de la DSC est de mesurer une variation de flux de chaleur entre un echantillon encapsulé et un blanc (qui sera la capsule vide), due à une transformation de phases lors d'un balayage en température. On s'intéresse en général plus à la montée en température car l'état de précipitation n'est pas encore affecté. Les vitesses de balayage sont typiquement : 5, 10, 15, 20 et 40° C/min. Lors de la formation d'une phase, la variation de flux est exothermique et le thermogramme présente un pic. Lors d'une dissolution au contraire, la variation est endothermique et l'on observera un creux. L'aire du pic représente une enthalpie de formation (ou de dissolution). Chaque phase possède une enthalpie et une température de formation propre qui dépend de la vitesse de balayage.

Deux autres études traitent de l'effet d'un ajout de cuivre dans un alliage Al-Mg-Si, (SAKURAI T., ETO T., 1993) et (MOIZUMI K., MINE K., TEZUKA H., SATO T., 2002).

Les phases θ' et S' présentes toutes deux avec leurs précurseurs, dans un AA2024 ont été identifiées par MET et DSC par (RIONTTINO G., ZANADA A., 1998) ainsi que dans un AS9U3 et un AS9U3G par MET et rayons-X par (REIF W., DUTKIEWICZ J., CIACH R., YU S., KRÓL J., 1997). Les auteurs de cette dernière étude soulignent que l'ajout de 0.5% de Mg fait apparaître des précipités β'' et S' et raccourcit la durée du traitement thermique, tout en augmentant la dureté finale de l'alliage. Aucune trace de silicium non eutectique n'a été observée dans la phase α .

L'influence de la présence d'Ag dans les alliages Al-Cu-Mg est expliquée dans (VIETZ J.T., POLMEAR I.J., 1966), (RINGER S.P., SAKURAI T., POLMEAR I.J., 1997) et (RINGER S.P., HONO K., POLMEAR I.J., SAKURAI T., 1996). Elle ne sera pas présentée ici car les alliages de fonderie ne contiennent pas d'Ag.

La partie amorçage et propagation de fissures de fatigue pour le 319 a été étudiée par (DABAYEH A.A., BERUBE A.J., TOPPER T.H., 1998) de façon très détaillée. On pourra y trouver les valeurs nécessaires pour le calcul de l'avancée de fissure en fonction du nombre de cycles pour des éprouvettes CT, les facteurs d'intensité de contraintes, plusieurs modèles de durée de vie en fatigue et l'influence de traitement en pression isostatique à chaud (HIP, Hot Isostatic Pressure) sur les propriétés mécaniques du 319 (cf tableau I.7).

Une comparaison entre les alliages AS7U3G T5 et AS5U3G T6 a été proposée par (GUILLOT I., EVRARD C., MASSINON D., CLAVEL M., 2000) en termes de contraintes internes qui permettent de décrire le durcissement cyclique d'alliages survieillis (voir aussi (GRINBERG N.M., SERDYUK V.A., GAVRILYAKO A.M., LYCHAGIN D.V., KOZLOV E.V., 1991)). La mesure de la taille des précipités semi-cohérents θ' en fonction du temps en température a permis de mettre un œuvre un modèle microscopique de type Mughrabi. Des essais de fatigue oligocyclique en déformation plastique imposée et de traction simple en température viennent valider ce modèle. On pourra aussi consulter un modèle de durcissement/adoucissement cyclique en fatigue LCF proposé par (SHANG H.X., H.J. DING, 1996).

Matériau	SDAS	$20~(\mu m)$	$30 (\mu m)$	$50~(~\mu{\rm m})$
fusion-état				
	σ_{UTS} (MPa)	245	246.5	229.6
1-F	σ_y (MPa)	134	159.4	163.7
	A_R (%)	3.72	2.98	1.94
	N_R (cycles)	2180	1100	590
	σ_{UTS} (MPa)	240.6	231	218.7
2-F	σ_y (MPa)	141.3	174	172.5
	A_R (%)	2.86	1.48	1.14
	N_R (cycles)	1480	900	337
	σ_{UTS} (MPa)	280	256	221.9
1-F-S	σ_y (MPa)	198	188.6	187.5
	A_R (%)	2.8	2.2	1.14
	N_R (cycles)	1497	1156	510
	σ_{UTS} (MPa)	263	237	225
2-F-S	σ_y (MPa)	199	203	193
	A_R (%)	2.1	1.1	1.06
	N_R (cycles)	2030	1130	452
	σ_{UTS} (MPa)	357.6	341	286.8
1-T64	σ_y (MPa)	282	268	221
	A_R (%)	2.9	2.4	2.46
	N_R (cycles)	2500	1471	1200
	σ_{UTS} (MPa)	353.6	325	286
2-T64	σ_y (MPa)	306	281	247.8
	A_R (%)	1.27	1.2	1.04
	N_R (cycles)	1828	978	680
	σ_{UTS} (MPa)	330	321	249.7
1-T64-S	σ_y (MPa)	258	262.1	169.2
	A_R (%)	3.1	2.4	3.04
	N_R (cycles)	1490	1260	918
	σ_{UTS} (MPa)	311	285.2	226.7
2-T64-S	σ_y (MPa)	236	242	173.7
	A_R (%)	2.7	1.5	1.66
	N_R (cycles)	1542	761	623

Tab. I.6 – Influence du grade, du DAS et du traitement thermique sur les propriétés du 319. 1= première fusion, 2= deuxième fusion, F= état brut de fonderie, S= 200h à 200°C, T64= 5h à 495°C + trempe+ revenu 5h à 160°C.

alliage	σ_{UTS} (MPa)	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	$A_R \ (\%)$
319 état F	193	145	1.08
319 HIP	232	162	1.65

Tab. I.7 – Influence du traitement HIP seul sur les caractéristiques du 319, (DABAYEH A.A., BERUBE A.J., TOPPER T.H., 1998).

I.7 Les alliages au magnésium, exemple de l'AS7G T7

Il s'agit d'un alliage d'aluminium de fonderie Al-Si-Mg de première fusion désigné par AS7G (norme AFNOR) ou A356 (norme ASTM).

Les tableaux I.8 et I.9 donnent la composition chimique de l'alliage selon la norme ASTM et la composition réelle de l'alliage de notre étude :

		Si	Cu	Mg	Fe	Ti	Zn	Mn
% masse	max	7.5	0,2	$0,\!45$	0,2	0,2	0,1	0,1
	min	$6,\!5$		0,25				

Tab. I.8 – Composition chimique de l'AS7G selon la norme.

Elément	Si	Cu	Mg	Fe	Mn	Zn	Ti	Ca	Sr
% en masse	7.1	0.001	0.32	0.06	0.002	0.001	0.13	0.0001	0.010

Tab. I.9 – Composition réelle de l'AS7G T7 de l'étude.

I.7.1 Microstructure du matériau

La structure dendritique de cet alliage est caractérisée par un espacement des bras de dendrites (DAS) de 25 μ m et par une zone interdendritique constituée de gros globules de silicium délimitant la dendrite (figure I.18).



Fig. I.18 – Structure dendritique de l'AS7G T7, (BARLAS B., OVONO-OVONO D., GUILLOT I., CAILLETAUD G., 2002).

I.7.2 Traitement thermique

L'alliage de cette étude se trouve dans un état trempé revenu. Il a subi un traitement T7 pour obtenir les propriétés mécaniques voulues, ce qui a provoqué la globulisation de l'eutectique Al-Si.

- Le traitement T7 est le suivant :
- mise en solution à 540°C qui permet d'obtenir une solution solide chargée en éléments durcissants ⁵,

 $^{^5}$ On pour ra consulter (CLEVELAND R.M., GHOSH A.K., BRADLEY J.R., 2003) pour le comportement à $550^\circ\mathrm{C}\,\mathrm{d'alliages}$ Al-Mg, ici dans le cas de la minage à chaud.
- trempe à l'eau chaude qui amène la solution solide à une température où elle est métastable (solution solide sursaturée), en évitant les tapures de trempe,
- revenu à 200°C pendant 5 heures (minimum) qui permet d'obtenir le durcissement structural.

I.7.3 Etat de précipitation

Le processus de coalescence peut se résumer par :

ssss \rightarrow zones GP $\rightarrow \beta'' \rightarrow \beta' \rightarrow (\text{Si }) + \beta$ (phase stable). Les précipités les plus efficaces pour le durcissement structural sont les β'' , (GUPTA A.K., LLOYD D.J., COURT S.A., 2001). Le traitement thermique T7 correspond à un état légèrement sur-vieilli, les précipités étant des β'' , des β' et des nodules de silicium dendritiques très petits. La mise en solution permet de redistribuer une partie du silicium qui a ségrégé dans les zones interdendritiques à la solidification. Il a été montré par (DONNADIEU P., ROUX-MICHOLLET M., CHASTA-GNIER, 1999), (GUPTA A.K., LLOYD D.J., COURT S.A., 2001) et (MARIOARA C.D., S.J. ANDERSEN, JANSEN J., ZANDBERGEN H.W., 2001) que la composition des phases β diffère légèrement de ce que prévoit la littérature (cf paragraphe I.5). Ceci est mis en évidence dans le tableau I.10. Afin de tenir compte de ces possibles fluctuations dans la composition des précipités, (DONNADIEU P., ROUX-MICHOLLET M., CHASTAGNIER, 1999) ont mis au point une méthode d'identification et de quantification par MET et analyse d'image. Elle est comparée à la méthode de diffraction des neutrons aux petits angles (SANS, Small Angle Neutron Scattering, cf (MERGIA K., AL-HAZMI F., STEWART R.J., MESSOLORAS S., 2000)) pour un 6056-T6 (ASGU-T6).

L'analyse d'image est basée sur la conversion de la distribution de taille de particules bidimensionnelles en distribution volumique. Ceci est expliqué en détails dans (SHAH D., ALTSTETTER C., 1976) en se basant sur la méthode de Schwartz-Saltykov. Une méthode de caractérisation des différentes formes cristallographiques de Mg_2Si en fonction de la température et du temps de revenu par DSC et MET est détaillée dans (MIAO W.F., LAUGHLIN D.E., 1999) pour un alliage 6022, (VAN DE LANGKRUIS J., KOOL W.H., SELLARS C.M., VAN DER WINDEN M.R., VAN DER ZWAAG S., 2001) pour un 6063, (STARINK M.J., ZAHRA A.M., 1998) pour un AG16, (YAO J.Y., GRAHAM D.A., RINDERER B., COUPER M.J., 2001) et (ZHEN L., KANG S.B., 1998) pour des alliages de la série 6000 (Al-Mg-Si) et (GUPTA A.K., LLOYD D.J., COURT S.A., 2001) pour un Al-0.4% Mg-1.3% Si-0.25% Fe (série 6xxx). Dans cette dernière étude, les auteurs comparent les thermogrammes de DSC de l'alliage fraîchement mis en solution (et trempé) au même alliage traité T4, alors que la plupart des autres études ne tiennent compte que de l'alliage fraîchement mis en solution. (CAYRON C., SAGALOWICZ L., BEFFORT O., BUFFAT P.A., 1999) et (CAYRON C., BUFFAT P.A., 2000), expliquent les divers moyens de quantifier et de différencier les précipités durcissants de type Mg₂Si (β') des Q-Al₅Cu₂Mg₈Si₆ (QP et QC), apparemment très similaires, dans les alliages Al-Cu-Mg-Si et Al-Mg-Si. Une description détaillée et de nombreuses données thermodynamiques servant à élaborer le diagramme ternaire Al-Mg-Cu se trouvent dans (CHEN S.-L., ZUO Y., CHANG Y.A., 1997) ainsi que dans l'étude par MET de (THOMAS G., 1961) sur la transformation des Mg₂Si.

La décomposition de la solution sur saturée des alliages Al-Mg-Si contenant un excès de silicium suit la séquence suivante⁶ :

 $ssss \to (Mg+Si)_{clusters}/GP(I)_{platelike/spherical} \to \beta''/GP(II)_{needles} \to \beta'_{rods} + Si + others \to \beta_{plates} + Si, (Gupta A.K., Lloyd D.J., Court S.A., 2001).$

 $^{^{6}}cf$ observations MET sur A356, paragraphe III.3.2.

Phase	composition	cristallographie	morphologie/taille typique
	chimique		
Si	Si	cubique (a= 0.541 nm)	plaquettes, sphéroïdes
GP	Si/Mg < 1	n.c.	${\rm sph\acute{e}rique}/{1-2}~{\rm nm}$
β''	Mg_5Si_6	monoclinique C2/m (a= 1.516 nm,	$aiguilles/4*4*35 \text{ nm}^3$
		b=0.405 nm, c=0.674 nm, β =105.3°)	
β'	Mg _{1.7} Si	hexagonal (a= $0.705 \text{ nm}, c=0405 \text{ nm}$)	$\mathrm{ruban}/\mathrm{qq}\;\mu\mathrm{m}$
β	Mg_2Si	cfc (a= 0.639 nm)	disques, sphéroïdes
			ou cubes/10-20 $\mu {\rm m}$ de ϕ
B'	Mg/Si = 1	hexagonal (a= $1.03 \text{ nm}, c=0405 \text{ nm}$)	ruban/1 μm

Tab. I.10 – Composition chimique des phases durcissantes des alliages Al-Si-Mg selon (MARIOARA C.D., S.J. ANDERSEN, JANSEN J., ZANDBERGEN H.W., 2001).

I.7.4 Propriétés physiques et mécaniques

Les principales propriétés physiques de l'A356 sont les suivantes :

- densité à 20°C : 2685 kg/m³
- conductivité thermique à 25° C : 155 W/m.K (l'AS7G est plus conducteur que l'AS7U3G)
- coefficient de dilatation thermique (entre 20 et 300° C) : $23,5.10^{-6}/^{\circ}$ C
- température de liquidus : 615°C
- température de solidus : 555°C
- module d'élasticité à 20°C : 72,4 GPa

D'après (DUBOST B., SAINFORT P.,), dans le cas particulier des alliages de moulage du système Al-Mg-Si à fort excès en silicium, seule la part de silicium libre (hors particules eutectiques grossières) est à prendre en compte pour le durcissement structural. L'effet de l'excès de silicium a aussi été étudié par (GUPTA A.K., COURT S.A., 2001), son expression est la suivante :

$$E(\%) = (wt\%Si) - \left(\frac{wt\%Mg}{1.73} + 0.25 * (wt\%Fe)\right)$$
(I.8)

Ce qui donne un excès de silicium de 6.8 % pour l'A356. (GUPTA A.K., COURT S.A., 2001) constatent que l'excès de silicium n'altère pas la séquence de précipitation, la structure et les paramètres de maille des précurseurs métastables mais favorise la formation de particules/phases qui contribuent (faiblement) au durcissement en changeant la composition et densité des β'' et/ou β' et en augmentant leur fraction volumique et répartition (si wt% Si > 1). Si Mg/Si < 0.4, les précipités durcissants sont moins stables lors du vieillissement, ce qui provoque une chute des contraintes.

Une méthode d'identification et de quantification (en termes de densité, taille et forme) des β'' , β' et des β par MET et leur relation avec la limite d'élasticité est fournie dans (AN-DERSEN S.J., 1995). (MARIORA C.D., ANDERSEN S.J., JANSEN J., ZANDBERGEN H.W., 2003), traitent de l'influence de la température et du temps de stockage à l'ambiante sur la germination de la phase β'' pour un 6082 (Al-Mg-Si) par (HR)TEM.

Une mesure relative des contraintes internes dans l'A356 peut être fournie par le calcul de l'effet Bauschinger, (CÁCERES C.H., GRIFFITHS J.R., REINER P., 1996), en fonction des contraintes d'aller et de retour et représentent le taux de plasticité anisotrope induit. L'effet Bauschinger consiste en une dissymétrie entre les comportements en traction et compression, due à un durcissement anisotrope se produisant lors d'une inversion de chargement à cause des contraintes internes attribuées à l'accumulation des dislocations sur les obstacles. L'influence de l'endommagemment sur l'effet Bauschinger (et donc sur les contraintes internes) pour l'A356 a été étudié par (HORSTEMEYER M.F., 1998). Sur des éprouvettes contenant moins de 0.1% (fraction volumique) de défauts de fonderie, le nombre de sites d'endommagement est plus grand en traction qu'en compression. En traction, les microfissures peuvent nucléer par rupture des particules de silicium ou par décohésion de ces particules avec la matrice, alors qu'en compression il ne peut y avoir que rupture des particules de silicium. Cette rupture se fait car la matrice beaucoup plus ductile se déforme plastiquement alors que les particules de silicium beaucoup plus dures ne le peuvent pas. A mesure que le vieillissement opère, les précipités coalescent et relaxent les contraintes internes. Les mécanismes d'endommagement de l'A356 se trouvent aussi détaillés dans (VERDU C., CERCUEIL H., COMMUNAL S., SAINFORT P., FOUGÈRES R., 1996).

Nous avons vu que l'eutectique joue un rôle important dans le comportement de l'alliage. Une des solutions qui est offerte pour la simulation de ce comportement consiste à considérer l'alliage comme un matériau biphasé avec d'un côté l'eutectique et de l'autre la dendrite. Un exemple de ce genre de travail avec toute la mise en données nécessaire est fournie par (CALABRESE C., LAIRD C., 1974) pour un AU4 ainsi que par (BENZERGA A.A., HONG S.S., KIM K.S., NEEDLEMAN A., VAN DER GIESSEN E., 2001) pour une étude Ford sur l'A356-T6. Ce dernier tient compte de la localisation des bandes de glissement⁷ (sur les globules de silicium), du mouvement des dislocations et de l'effet du DAS. On trouvera dans (JIANG D., WANG C., 2003) une étude intéressante sur le mode de rupture d'alliages Al-Mg-Si (6063 et 6082) en fonction du mode de déformation, de la composition chimique et du vieillissement. Les essais sont menés en traction et en fatigue et les observations par MET et fractographie.

Diverses données et références sur l'A356 utiles pour des essais de nature très variée à 20°C sont disponibles dans (BRABAZON D., BROWNE D.J., CARR A.J., 2002), comme par exemple : traction, dureté, fatigue, fractographie, essai Charpy, mesure de densité, porosité, analyse thermique... en fonction des méthodes de fonderie. L'effet du traitement HIP sur un A356 est présenté dans (LEE M.H., KIM J.J., KIM K.H., KIM N.J., LEE S., LEE E.W., 2003). Trois autres études regroupent de nombreuses données sur la fatigue LCF de l'A356-T6, (STEPHENS R.I., BERNS H.D., CHERNENKOFF R.A., INDIG R.L., KOH S.K., LINGENFELSER D.J., MITCHELL M.R., TESTIN R.A., WIGANT C.C., 1988), (STEPHENS R.I., KOH S.K., 1988) et (STEPHENS R.I., MAHONEY B.J., FOSSMAN R.G., 1988). Enfin, (VELASCO E., COLAS R., VALTIERRA S., MOJICA J.F., 1995) étudient l'A356 au moyen d'essais anisothermes pour modéliser le matériau dans le cadre d'une utilisation pour culasses. L'installation mécanique utilisée dans cette étude est très proche de la notre dite 3 barres (paragraphe a)), et un modèle simple y est présenté.

La figure I.19 présente un abaque permettant d'estimer la limite d'élasticité et la dureté Brinell en fonction du traitement thermique et de la teneur en Mg.

I.7.5 Effet de l'ajout de 1w%Cu dans l'A356

Une installation similaire de fatigue thermique en opposition de phase (compression à chaud et traction à froid) est présentée dans (MOIZUMI K., MINE K., TEZUKA H., SATO T., 2002) pour caractériser un A356 allié avec 1w%Cu, utilisé dans les culasses diesel de la marque ISUZU MOTORS LIMITED. Les caractéristiques du moteur correspondant à cette culasse sont : 3 litres de cylindrée, 250 chDIN, température maximale du pontet : 250°C, pression due à l'explosion au niveau du pontet : 180 bars. L'auteur rapporte que l'ajout de Cu augmente la limite élastique en diminuant la taille des précipités qu'il suppose être des

⁷Voir (KHIREDDINE D., RAHOUADJ R., CLAVEL M., 1998) pour le principe des bandes de glissement. On notera que les auteurs ont constaté une dissolution des précipités durcissants par cisaillement dû à des bandes de glissement.

I.8. EFFET DE LA POROSITÉ SUR LA DURÉE DE VIE EN FATIGUE, AMORÇAGE ET PROPAGATION DE FISSURES



Fig. I.19 – Abaque permettant d'obtenir $\sigma_{0.2}$ et H_B en fonction du traitement thermique et du %Mg, (DROUZY M., JACOB S., RICHARD M., 1980).

 β' mais augmente le nombre de pores (ce qui n'est pas sans rappeler l'effet des d'Al₂Cu qui augmentent l'aptitude à la crique, cf paragraphe I.1.3). L'évolution de la précipitation est étudiée par MET et résistivité électrique. Les résultats des essais de fatigue thermique reportés sur une courbe de Manson-Coffin prévoient que la durée de vie est d'autant plus grande que l'alliage est vieilli. A partir d'un état T4 et pour une déformation constante $\Delta \varepsilon^t = \pm 1\%$, l'auteur obtient 409 cycles pour un revenu de 1h à 230°C (au pic) et 851 cycles pour 20h à 230°C (sur-vieilli).

I.8 Effet de la porosité sur la durée de vie en fatigue, amorçage et propagation de fissures

Comme nous l'avons déjà vu, la porosité a un effet catastrophique sur les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium. Une fraction volumique de pores de 1% peut conduire à une réduction de 50% de la durée de vie en fatigue (DDV), et 20% de la limite d'endurance par rapport au même alliage sans pores (obtenu par HIP, cf paragraphe I.9), (ODEGARD J.A., PEDERSEN K., 1994).

L'influence des autres paramètres métallurgiques (taille du DAS, traitement thermique, présence d'intermétalliques...) sera décrite ultérieurement.

I.8.1 Mécanisme de rupture

Dans la plupart des cas, les fissures de fatigue s'amorcent sur un pore, indépendamment de la contrainte et de la déformation, (INGUANTI P.C., 1985), (MURALI S., ARVIND T.S., RAMAN K.S., MURPHY K.S., 1997), (POWELL G.W., 1994) et (SKALLERUD B., IVELAND T., HÄRKEGARD G., 1993). La plupart des pores conduisant à un amorçage de fissure sont localisés à la surface du matériau ou juste en dessous, (COUPER M.J., NEESON A.E., GRIF-FITHS J.R., 1990), (SENIW M.E., FINE M.E., CHEN E.Y., MESHII M., GRAY J., 1997) et (WIGANT C.C., STEPHENS R.I., 1987).

Le nombre de cycles provoquant l'amorçage d'une fissure dépend des conditions de chargement. Il varie généralement de 0% (amorçage quasi-immédiat) à moins de 10% de la durée de vie, (SKALLERUD B., LARSEN P.K., 1989). La période d'amorçage diminue quand la taille des pores augmente.

Après la période d'amorçage, la chronologie de la propagation peut être divisée schématiquement en 4 étapes :

- propagation interdendritique de la fissure, alternativement dans la matrice α et le long des interfaces particules de silicium/matrice, (HOSKIN G.A., PROVAN J.W., GRUZ-LESKI J.E, 1988) et (VERDU C., CERCUEIL H., COMMUNAL S., SAINFORT P., FOU-GÈRES R., 1996),
- propagation intradendritique de la fissure, (POWELL G.W., 1994),
- propagation interdendritique rapide avec endommagement des particules de silicium devant le front de fissure, (CREPEAU P.N., ANTOLOVITCH S.D., WORDEN J.A., 1992) et (PLUMTREE A., SCHAFER S., 1986),
- rupture finale.

Quand la fissure est petite et encore dans le voisinage du pore, on observe parfois un ralentissement ou un arrêt de la propagation avec une fréquence spatiale de l'ordre de grandeur du SDAS (EVANS W.J., JONES H.V., SPITTLE J.A., BROWN S.G.R., 1994).

I.8.2 Aspect expérimental

La modélisation et la prévision des propriétés cycliques macroscopiques du matériau depuis sa caractérisation microscopique nécessitent de dénombrer la population des pores et la microstructure locale (joint de grain, particules eutectiques, orientation cristallographique locale). Les récents développements de couplage EBSD (Electron Back Scatter Diffraction)⁸ et microtomographie X permettent d'obtenir des images 3D des défauts internes avec une résolution de l'ordre du μ m, (BARUCHEL J., BUFFIÈRE J.Y., MAIRE E., MERLE P., PEIX G., 2000). Ces deux techniques combinées, (BUFFIÈRE J.Y., SAVELLI S., JOUNEAU P.H., MAIRE E., FOUGÈRES R., 2001) et (SAVELLI S., 2000), fournissent des cartographies de distribution des pores qui sont corrélées avec les résultats des essais de fatigue, en s'attachant particulièrement à l'amorçage et à la propagation des fissures grâce aux divers techniques de microscopie.

Les éprouvettes choisies par (BUFFIÈRE J.Y., SAVELLI S., JOUNEAU P.H., MAIRE E., FOUGÈRES R., 2001) sont en A356 (Si : 6.6-7.0, Mg : 0.29-0.34, Fe : 0.09-0.14, Ti :0.11-0.14, Sb : 0.12-0.14, Cr :0.2, autres : < 0.01), les niveaux de porosité sont imposés par adjonction d'un mélange gazeux H_2/Ar dans le métal liquide à 820°C. Les alliages A, B et C sont

⁸Une étude de la technique EBSD appliquée aux alliages AS7 modifiés au Sr ou non, est disponible dans (HEIBERG G., ARNBERG L., 2001).

coulés avec respectivement des mélanges à 2, 7 et 10% de H₂ dans Ar, donnant des tailles et formes de pores différentes. Après solidification en moule, le matériau est mis en solution 10h à 540°C, trempé et revenu 6h à 160°C (ce qui correspond à un traitement thermique T6). Les éprouvettes sont polies pour observation ultérieure. Les essais de fatigue sont conduits à 20°C, à 10Hz et avec un rapport de charges ($\sigma_{min}/\sigma_{max}$) R=0.1. La charge imposée varie de 130 à 240 MPa.

I.8.3 Résultat des observations

Le DAS moyen obtenu est de 30 μ m. Le diamètre moyen des globules de silicium est de 3.1 μ m. Quelques composés intermétalliques ont été observés, mais leur influence sur l'amorçage est négligeable car la teneur en Fe de l'alliage est faible. Les grains sont de taille moyenne 310 μ m \pm 122 μ m, et correspondent à une dendrite.

Les deux facteurs définissant les pores sont : la taille équivalente λ (diamètre de la sphère ayant le même volume que le pore étudié) et la sphéricité *s* (rapport entre volume et surface) qui tend vers 0 si le pore est tortueux, (SAVELLI S., BUFFIÈRE J.Y., FOUGÈRES R., 2000). La figure I.20 montre les résultats de cette classification.

On distingue deux populations sur cette figure : la première représente une grande majorité des pores, ceux-ci ont une taille équivalente $\lambda < 50\mu$ m et montrent une faible corrélation entre taille et sphéricité. La répartition est équivalente pour les 3 alliages. Ces pores correspondent au micro-retrait. La deuxième contient des pores de plus grosse taille ayant une forte corrélation avec la sphéricité (plus le pore est gros, moins il est sphérique). Leur fraction volumique augmente avec la teneur en hydrogène introduit dans le métal. Ils correspondent aux pores artificiels qui apparaissent en cours de solidification. Leur croissance étant gênée par les dendrites en formation, ils prennent une forme très tortueuse. Leur fraction volumique varie exponentiellement avec la teneur en H₂.

La plupart des pores sont intergranulaires, peu sont intragranulaires (surtout à la surface). Le nombre de joints de grain commençant à la surface d'un pore augmente avec la taille du pore. En outre, les parties convexes du pore sont toujours associées avec des particules de silicium eutectique (cf figure I.21). Cet arrangement typique des pores est très important pour les mécanismes d'amorçage de fissure.



Fig. I.20 – Classification des pores pour les 3 alliages étudiés : \Box : alliage A, \bigcirc : B et × : C et schéma du pore correspondant, (BUFFIÈRE J.Y., SAVELLI S., JOUNEAU P.H., MAIRE E., FOUGÈRES R., 2001).



Fig. I.21 – Position des particules de silicium eutectiques dans un pore, (a) : Image MEB de l'intérieur d'un pore montrant des particules (flèche) localisées dans la partie convexe du pore, (b) : schéma de cet arrangement spatial, (BUFFIÈRE J.Y., SAVELLI S., JOUNEAU P.H., MAIRE E., FOUGÈRES R., 2001).

I.8.4 Essais de fatigue

Les courbes de Wölher pour les alliages A B et C sont exposées sur la figure I.22(a).

On voit que la durée de vie augmente quand la contrainte diminue, et que, pour un niveau de contrainte donné (entre 240 et 130 MPa), le nombre de cycles à rupture moyen diminue quand la quantité de gaz introduit dans l'alliage augmente. L'incertitude sur la durée de vie augmente quand la contrainte diminue. Finalement, pour un niveau de contrainte donné, l'incertitude sur la durée de vie augmente quand la teneur en gaz diminue. Ceci montre bien l'importance de la quantité et de la distribution des pores pour la durée de vie en fatigue.

I.8.5 Amorçage de fissure

L'analyse des fractographies des éprouvettes cassées révèle que dans tous les cas, la fissure responsable de la rupture s'est amorcée sur un ou plusieurs pores localisés à la surface de l'échantillon ou juste dessous. Rarement (seulement pour $\sigma = 240$ MPa) l'amorçage s'est produit par décohésion des nodules de silicium internes (loin d'un pore), ceux-ci sont alors probablement localisés aux joints de grain. En observant attentivement les pores responsables de la rupture, il apparaît que l'amorçage se fait par décohésion de l'interface silicium/matrice. Dans la plupart des cas, cette décohésion se produit sur une particule de Si très proche d'une partie convexe (d'un pore) presque perpendiculaire à la contrainte appliquée. Un exemple typique de cette décohésion et la fissure resultante sont visibles sur la figure I.22(b).

Aussi bien à forte qu'à faible contrainte, le nombre de cycles nécessaire pour provoquer ce genre de fissure est toujours négligeable comparé à la durée de vie (< 2%), (BUFFIÈRE J.Y., SAVELLI S., JOUNEAU P.H., MAIRE E., FOUGÈRES R., 2001) et (CATON M.J., JONES J.W., BOILEAU J.M., ALLISON J.E., 1999). La présence du joint de grain favorise l'amorçage,



Fig. I.22 – (a) Courbes σ -Nf pour les 3 alliages, \diamond : alliage A, \triangle : B et \Box : C. Les pentes sont respectivement -0.131, -0.168 et -0.158, (b) Micrographie optique d'une éprouvette de l'alliage C après 15000 cycles à 160 MPa montrant l'amorçage d'une fissure par décohésion de l'interface Si/Al (flèches) au voisinage de la partie convexe d'un pore, (BUFFIÈRE J.Y., SAVELLI S., JOUNEAU P.H., MAIRE E., FOUGÈRES R., 2001).

comme exposé sur la figure I.23(1) où l'on peut voir un pore (P1) ayant provoqué l'amorçage d'une fissure. L'analyse de l'image EBSD de la même zone montre que la fissure s'est amorcée sur la partie du pore qui contient le joint de grain (presque perpendiculaire à la direction de la contrainte appliquée). Une fois amorcée, la fissure s'est propagée rapidement le long du joint de grain (amorçage et propagation en 10000 cycles = 3% de la durée de vie), puis s'est arrêtée quand l'orientation du joint de grain a changé et est devenue moins favorable vis-à-vis de la déformation appliquée. Un petit pore intragranulaire (P2) non visible sur la micrographie optique mais proche de P1 n'a pas produit d'amorçage de fissure.

I.8.6 Propagation de fissure

A forte contrainte, les fissures se propagent dans le matériau sans arrêt visible à des frontières microstructurales et la durée de vie en fatigue peut être décrite par une loi de Paris. A faible contrainte, une fois amorcées, les fissures se propagent rapidement le long de la zone eutectique jusqu'à atteindre une taille de 10-20 μ m et s'arrêtent. Seule une faible proportion de ces fissures arrivent à croître encore. Quand cela se produit, la croissance est discontinue, avec de nombreux arrêts, et peut durer plusieurs milliers de cycles. Les arrêts observés pour les fissures courtes peuvent être corrélés à la présence des joints de grain. Ceci est illustré sur la figure I.23(2), qui montre un micrographie optique (figure I.23(2)(a)) de la fissure à la surface d'une éprouvette d'alliage C pendant 360000 cycles. Au moins 3 arrêts ont été observés pour cette fissure correspondant à environ 100000 cycles (figure I.23(2)(c)). L'image EBSD montre (figure I.23(2)(b) que les zones d'arrêt correspondent à des joints de grain.

En effet, la fissure commence par se propager en mode intergranulaire et s'arrête à 3% de la durée de vie (lettre W sur la figure I.23). Entre 3 et 8% de la durée de vie, elle bifurque (probablement à cause d'une fissure secondaire subsurfacique) et se propage, toujours en transgranulaire. Elle s'arrête alors au point X qui correspond à un joint de grain. Après 50000 cycles, elle se repropage en transgranulaire en ralentissant au point Y. Puis elle s'arrête sur un autre joint de grain (point Z) pendant 25000 cycles. Ensuite la coalescence avec une autre



Fig. I.23 – (1) (a) : Micrographie optique d'une fissure (flèche) à la surface de l'alliage C soumis à un chargement de 0-160 MPa, (b) : image EBSD de la même zone, la fissure s'est amorcée sur P1 du côté où le joint de grain est perpendiculaire à la direction de contrainte (flèche). Aucune fissure n'a été observée de l'autre côté, ni sur le pore P2, (2) (a) : micrographie optique de la fissure à la surface de l'alliage C après 360000 cycles à 160 MPa, (b) : image EBSD de la même zone, (c) : longueur de la fissure en fonction du nombre de cycles. Les lettres W, X, Y et Z correspondent à des arrêts de fissure durant la propagation et peuvent être corrélées à la présence des joints de grain (différents niveaux de gris), (BUFFIÈRE J.Y., SAVELLI S., JOUNEAU P.H., MAIRE E., FOUGÈRES R., 2001).

fissure conduit à la rupture. Très souvent, une zone plastique en front de fissure bloquée a été observée dans le grain adjacent. Des auteurs, (CATON M.J., JONES J.W., BOILEAU J.M., ALLISON J.E., 1999) rappellent qu'en cas de présence de composé intermétallique, la fissure croît initialement en se conformant à la forme de la particule, puis perpendiculairement à la direction de chargement, le long des interfaces silicium eutectique/matrice.

I.8.7 Relation entre caractéristiques du pore et mécanisme de fatigue

Les observations de tomographie indiquent que 85% des pores situés à la surface ou juste en dessous ont généré une fissure. Les résultats visibles sur la figure I.24(1) montrent que la probabilité d'amorçage d'une fissure à partir d'un pore n'est pas forcément corrélée au facteur d'intensité de contrainte ni avec un critère de contrainte maximale. Quelques éprouvettes ont même cassé dans les têtes à cause de pores proches de la surface à 45 MPa seulement. Finalement, il semble que les pores de taille équivalente $s < 50 \mu m$ ne donnent pas d'amorçage de fissures, (SAVELLI S., 2000).

Les images 3D montrent que les fissures non-propageantes ont toujours une taille inférieure à celle du pore qui lui a donné naissance, (BUFFIÈRE J.Y., SAVELLI S., JOUNEAU P.H., MAIRE E., FOUGÈRES R., 2001), cf figure I.24(2).

Autrement dit, la propagation de la fissure dépend de la distance disponible entre le bord du pore et le prochain joint de grain orienté favorablement. Si elle est inférieure au diamètre



Fig. I.24 – (1)(a) Classification des pores observés par tomographie, sur une éprouvette de l'alliage C après 233000 cycles. Pour chaque pore, le niveau de contrainte effective a été reporté en fonction du facteur d'intensité de contrainte, calculé selon les dimensions X et Y du pore. \triangle : pas d'amorçage, \Box : pas de propagation et \bigcirc : propagation ; (b) définition de X et Y sur le schéma 3D d'un pore, (2)(a) classification des pores observés par tomographie, sur une éprouvette de l'alliage C après 233000 cycles. Pour chaque pore, le rapport entre la longueur L_c de la fissure à la surface (comprenant le pore) et de la dimension maximale du pore sous la surface L_p a été reporté en fonction de L_p, \triangle : propagation, × : pas de propagation, ; (b) définition de L_c et L_p : en noir, intersection du pore avec la surface de l'éprouvette ; en gris, projection 2D de la forme 3D du pore sous la surface, (BUFFIÈRE J.Y., SAVELLI S., JOUNEAU P.H., MAIRE E., FOUGÈRES R., 2001).

équivalent du pore, la fissure ne se propagera pas et inversement.

Nous venons donc de voir que les mécanismes d'amorçage sont identiques à forte et faible contraintes pour l'A356. L'application d'une contrainte cyclique induit des décohésions entre le silicium eutectique et la matrice, ce qui conduit à une petite fissure. Les deux facteurs qui influencent cette décohésion sont, d'une part, l'incompatibilité élastique et plastique qui existe entre les particules dures et fragiles de silicium et la matrice ductile, et d'autre part, la localisation des particules de silicium près des parties convexes des pores, qui agissent comme des concentrateurs de contraintes. De plus, le rôle du joint de grain est important en raison de l'incompatibilité plastique supplémentaire qu'il induit. En fonction de son orientation, la nucléation d'une fissure au joint de grain est favorable pour minimiser l'énergie de surface. Les pores de grande taille, intergranulaires, favorisent l'amorçage.

La question qui se pose maintenant est de connaître les mécanismes de l'arrêt de fissure. Nous venons de voir qu'aucune corrélation n'est possible avec le facteur d'intensité de contrainte, ni avec le niveau de contrainte autour du pore. Une simulation par éléments finis a montré qu'un pore très tortueux avait un facteur d'intensité de contrainte supérieur de seulement 10% au pore elliptique équivalent, ce résultats dépend évidemment de la géométrie choisie. Par contre, sa localisation est déterminante : le facteur d'intensité de contrainte augmente de 55% quand on passe d'un défaut à cœur à un défaut de même taille en surface, (WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A., 2001a). Les pores coupant la surface peuvent provoquer une fissure à cause de la grande valeur du facteur d'intensité de contrainte local, à l'intersection du pore et de la surface. Il est donc raisonnable de supposer que l'arrêt de fissure se produit lorsqu'une forme d'équilibre 3D est atteinte et que la valeur du facteur d'intensité de contrainte chute à la surface. De plus les images EBSD montrent que les fissures s'arrêtent aussi si l'orientation du joint de grain n'est plus favorable.

Nous avons vu que la durée de vie en fatigue consiste en la propagation d'une fissure principale. Une loi modifiée de Paris peut alors être appliquée :

$$\frac{da}{dN} = C \frac{\Delta K^m}{(1-R) * K_f - \Delta K} \tag{I.9}$$

Avec R, le rapport de charge (R=0.1), m et C constantes du matériau $(m=2.94, C=2.9.10^{-9})$, K_f le facteur critique d'intensité de contrainte (41.5 MPa m^{1/2}), et ΔK la variation d'intensité de contrainte. La taille initiale a_o de la fissure conduisant à la rupture est égale à la moyenne géométrique des dimensions transversale et latérale du pore qui provoque l'amorçage de la fissure. La taille de la fissure critique est choisie telle que $a_c = 2$ mm. ΔK est calculé en supposant que l'ensemble pore/fissure est une entaille semi-circulaire coupant la surface. Les durées de vie calculées avec l'équation I.9 et celles obtenus par (MC EVILY A.J., BAO H., ISHIHARA S., 1999) sont reportées sur la figure I.25.



Fig. I.25 – (a) : Comparaison des Nf expérimentaux (N_{exp}) et calculés (N_{calc}) , $\diamond : \Delta \sigma = 240$ MPa, $\Box : \Delta \sigma = 200$ MPa, $\triangle : \Delta \sigma = 160$ MPa, $\bigcirc : \Delta \sigma = 130$ MPa. La ligne pleine indique $N_{exp} = N_{calc}$. Les symboles pleins sont mis pour les résultats obtenus avec l'équation I.9 par (BUFFIÈRE J.Y., SAVELLI S., JOUNEAU P.H., MAIRE E., FOUGÈRES R., 2001); les vides pour ceux obtenus par (MC EVILY A.J., BAO H., ISHIHARA S., 1999).

Pour ce type de lois, on observe un bon accord du modèle avec les données expérimentales pour les fortes contraintes. Par contre, pour de faibles contraintes, les lois donnent des valeurs largement en deçà de l'expérience. Ceci est attribué à divers facteurs, dont la fermeture des fissures par exemple, mais dans le cas présent, il faudrait plutôt mettre en cause le rapport de charges utilisé et l'arrêt des fissures au joint de grain. Pour des fissures de fatigue amorcées sur des petits pores (plus petit ΔK), (SAVELLI S., 2000) montrent que les arrêts de fissure peuvent représenter 90% de la durée de vie à 130 MPa.

I.8.8 Modélisation

Un modèle de prévision de la taille, de la morphologie et de la distribution des pores a été proposé par (CONLEY J.G., HUANG J., ASADA J., AKIBA K., 2000) pour l'A356. Les paramètres de ce modèle sont : la vitesse de solidification (donc le DAS), la teneur en H₂, ainsi que les teneurs en affinant (Ti) et en modifiant (Sr ou Na). Il est basé sur la résolution simultanée des équations de conservation de masse pour le gaz dissous, et des équations de continuité et de transfert de l'effort pour le métal. La nucléation et la croissance des grains sont simulées avec une méthode probabiliste utilisant des simulations de transfert de chaleur lors de la solidification.

La formulation du modèle et la procédure expérimentale ne sont pas reportées ici. Elles sont disponibles dans (CONLEY J.G., HUANG J., ASADA J., AKIBA K., 2000) et (HUANG J., MORI T., CONLEY J.G, 1998).

Les résultats obtenus montrent que le nombre et la taille moyenne des pores diminuent quand la vitesse de solidification augmente⁹, car d'une part, le DAS diminue donc le volume d'eutectique aussi, laissant moins de place pour la croissance du pore et d'autre part parce que l'hydrogène a moins de temps pour diffuser. L'affinant réduit à la fois la porosité et la taille des pores pour l'A356, ce qui est confirmé par (FANG Q.T., GRANGER D.A., 1989). De plus, la distribution des pores est plus uniforme, (LAORCHAN W., MULAZIMOGLU M.H., GRUZLESKI J.E., 1994). Par contre le modifiant augmente le nombre de pores pour diverses raisons :

- augmentation de la teneur en inclusions du mélange fondu, (LAORCHAN W., MULA-ZIMOGLU M.H., GRUZLESKI J.E., 1994),
- diminution de la solubilité de H₂ dans le métal solide, (EMADI D., LIU H., GRUZLESKI J.E., BOUCHARD M., 1996),
- changement de la morphologie de l'interface solide/liquide, (SIGWORTH G.K., 1983),
- diminution de la tension de surface du métal liquide, (EMADI D., GRUZLESKI J.E., TOGURI J.M., 1993) et (FANG Q.T., GRANGER D.A., 1989),
- augmentation du volume de retrait, (EMADI D., GRUZLESKI J.E., TOGURI J.M., 1993).

L'addition de 100 ppm de Sr sur l'alliage A356 conduit à une diminution de la tension de surface du métal liquide de 0.79 à 0.64 N/m (19% d'écart) et à une augmentation du volume de retrait de 5.7 à 6.4% (12% d'écart).

Les résultats des simulations effectuées à partir du modèle décrit sont en bon accord avec l'expérience.

I.8.9 Effet de petite fissure

Les modèles de prédiction du nombre de cycles de propagation (qui équivaut à la durée de vie) proposés par (COUPER M.J., NEESON A.E., GRIFFITHS J.R., 1990) et (SKALLERUD B., IVELAND T., HÄRKEGARD G., 1993) ont tendance à surestimer la durée de vie réelle pour les fortes contraintes. Cette erreur, mise en évidence par Pearson¹⁰ est imputable à un effet de petite fissure, (CATON M.J., JONES J.W., BOILEAU J.M., ALLISON J.E., 1999) pour le 319. Sous chargement cyclique en effet, les petites fissures (<1-2 mm) croissent plus vite que les longues fissures (> 2mm) et pour des facteurs d'intensité de contrainte plus faibles. Autrement dit, il est communément admis que les petites fissures peuvent se propager sous

 $^{^9{\}rm Ce}$ qui est confirmé par de nombreux auteurs pour le A356 et par (Caton M.J., Jones J.W., BOILEAU J.M., Allison J.E., 1999) pour le 319.

¹⁰Pearson S., Initiation of fatigue cracks in commercial aluminum alloys and the subsequent propagation of very short cracks , Eng. Fract. Mech., 1975;7 :235-47. Cité par (BRUZZI M.S., HUGH P.E., 2002).

des facteurs d'intensité de contrainte inférieurs au seuil macroscopique, obtenu à l'aide de fissures longues. Ceci peut s'expliquer par 3 phénomènes :

- moins d'effet de fermeture de fissure,
- rupture de la continuité métallurgique,
- effets de plasticité, révélée par la présence de bandes de glissement (cf figure I.34(b)).

L'alliage utilisé dans cette étude est un W319 composé de (en wt %) : 7.43 Si, 3.33 Cu, 0.22 Mg, 0.24 Mn, 0.38 Fe, 0.01 Ni, 0.12 Ti, 0.13 Zn, 0.03 Sr et 0.03 Cr. Les éprouvettes sont traitées par HIP. Le traitement thermique est T7 (mise en solution 8h à 495°C, trempe à l'eau chaude, revenu 4h à 260°C). Le mode opératoire est reporté dans (CATON M.J., JONES J.W., BOILEAU J.M., ALLISON J.E., 1999). En utilisant la technique des répliques, l'auteur met en évidence les valeurs seuils des facteurs d'intensité de contraintes et des vitesses de propagation en fonction du type de fissure et du DAS (cf tableau I.11).

Type de fissure	SDAS (μ m)	$\Delta K (\text{MPa } \sqrt{m})$ (à $\Delta \sigma$ MPa)	da/dN (m/cycle)
longue	23	2.7	$< 1.10^{-10}$
(R = 0.1)	100	4.0	$< 1.10^{-10}$
	23	0.7(140)	$7.10^{-10} - 7.10^{-9}$
courte		1.1 (100)	
(R = -1)	100	0.8(140)	$7.10^{-10} - 3.10^{-7}$
		0.6 (100)	
rupture			$2.10^{-9} - 2.10^{-7}$

Tab. I.11 – Facteurs d'intensité de contraintes et vitesses de propagation en fonction du type de fissure et du DAS.

Ces résultats ne sont pas en accord avec l'équation I.10.

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K_i^m - \Delta K^m) \tag{I.10}$$

Une autre équation (équation I.11) a donc été proposée :

$$\frac{da}{dN} = Ca \left(\varepsilon_{max} \frac{\Delta\sigma}{\sigma_{0.2}}\right)^n \tag{I.11}$$

Avec C et n constantes du matériau, a la demi-longueur de fissure, ε_{max} la déformation totale maximale durant le cycle de chargement, $\Delta \sigma$ l'amplitude de contrainte appliquée et $\sigma_{0.2}$ la limite d'élasticité. Le terme entre parenthèses est adimensionnel. Les valeurs de ΔK pour la fatigue cyclique peuvent être tirées de (SURESH S., 1998).

Le même matériau traité T6 (mise en solution 8h à 495°C, trempe à l'eau chaude, revenu 5h à 190°C) a été comparé au T7 dans (CATON M.J., JONES J.W., ALLISON J.E., 2001). Quelques résultats sont présentés dans le tableau I.12.

		W319-T7		W319-T6			
SDAS (μm)	23	70	100	23	70	100	
temps solidification (s)	44	970	2603	44	970	2603	
σ_y ou Re (MPa)	202	167	154	352	327	n.c.	
σ_{UTS} ou Rm (MPa)	312	232	185	405	341	252	
A_R (%)	5.93	1.64	0.55	4.74	0.30	n.c.	

Tab. I.12 – Influence du temps de solidification et du traitement thermique sur les propriétés du W319 (HIP), (CATON M.J., JONES J.W., ALLISON J.E., 2001).

Les vitesses de solidification les plus rapides fournissent les alliages les plus résistants et ayant la meilleure ductilité. Le T6 montre une résistance plus élevée mais une ductilité moindre comparé au T7, ceci à cause de la taille et de l'espacement des précipités θ' . L'équation I.11 a été validée sur le T6 et T7, avec les coefficients n = 1.5 pour le T6 et 2.5 pour le T7.

De nombreuses autres données de propagation de fissure de fatigue sont disponibles dans (BRAY G.H., GLAZOV M., RIOJA R.J., LI D., GANGLOFF R.P., 2001) pour le 2024 T351 et dans (MAHONEY B.J., STEPHENS R.I., 1988) sur le A356-T6. Un modèle de comportement des petites fissures a été proposé par (BRUZZI M.S., HUGH P.E., 2002) pour le 2124 T4 forgé et le 359 T6 moulé, puis développé sur le code commercial ABAQUS. Une étude très complète portant sur le nombre de cycles à amorçage de fissures de fatigue en fonction des caractéristiques des inclusions (nature, forme, taille, distribution...) d'un A356 T6 se trouve dans (FAN J., MCDOWELL D.L., HORSTEMEYER M.F., GALL K., 2003) avec la théorie et les simulations numériques qui s'y rapportent, basées sur un critère de von Mises et un modèle d'endommagement de Manson-Coffin. Une autre étude, (PATTON G., RINALDI C., BRECHET Y., LORMAND G., FOUGÈRES R., 1998), propose un modèle de durée de vie sur un 7010, en considérant une fissure amorcée sur une particule de seconde phase, déviée ou non selon la proximité d'un joint de grain, d'autres paramètres microstructuraux et le taux d'endommagement. Dans (VISVANATHA S.K., STRAZNICKY P.V., HEWITT R.L., 2000), les auteurs utilisent l'approche locale pour prédire une durée de vie d'éprouvettes en 7050 selon l'influence de la méthode d'estimation de la déformation.

L'effet de la structure de solidification sur la croissance de petites fissures de fatigue pour un A356 est présenté respectivement dans (HAN S.-W., KUMAI S., SATO A., 2002) et (HAN S.-W., KATSUMATA K., KUMAI S., SATO A., 2002).

De manière plus générale, on trouve dans la littérature de nombreuses études portant sur la croissance des fissures de fatigue. On pourra consulter, à titre d'exemples, (CURTIS S.A., ROMERO J.S., LOS RIOS E.R., RODOPOULOS C.A., LEVERS A., 2003), (LACARAC V.D., SMITH D.J., PAVIER M.J., 2001), (MCMASTER F.J., SMITH D.J., 2001), (PAVLOU D.G., 2000), (STANZL-TSCHEGG S.E., MAYER H., 2001) et (ZHANG X.P., LI J.C., WANG C.H., MAI Y.W., 2002). Une récente étude, (LUDWIG W., BUFFIÈRE J.Y., SAVELLI S., CLOETENS P., 2003) traite de l'interaction des petites fissures avec les joints de grains par microtomographie R-X (synchrotron).

Une comparaison entre B319 (loast foam sand cast) T5, T6, T7 et A356-T6 sur la croissance de fissures de fatigue et le mode de rupture est exposée dans (CHAN K.S., JONES P., WANG Q., 2003).

I.9 Effet d'autres types de défauts sur la durée de vie en fatigue

Une étude de revue portant sur divers alliages Al-Si-Cu-Mg-Ti se trouve dans (HONMA U., YOKOHAMA, KITAOKA, KANBARA, 1984).

L'influence des défauts de fonderie sur les performances en fatigue à 20°C d'un A356-T6 modifié au Sr a été étudiée par (WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A., 2001a) et (WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A., 2001b) en utilisant des éprouvettes cylindriques non-entaillées. Le nombre de cycles à rupture du matériau avec divers DAS a été reporté en fonction de $\Delta\sigma$, de R ($\sigma_{min}/\sigma_{max}$) et de la taille des pores. Des éprouvettes étalons sans pores ont été produites par HIP (520°C à 100 MPa pendant 2h) avant le traitement T6 (mise en solution 10h à 540°C, trempé, maturé 20h et revenu 6h à 170° C) légèrement sous-vieilli (le pic de dureté à 170° C est obtenu pour 8h).

Les défauts de fonderie comme les pores dus à l'hydrogène et au retrait de solidification ou bien les inclusions d'oxyde¹¹ sont connus pour avoir un effet catastrophique sur les durées de vie en fatigue.

Des méthodes quantitatives pour établir la relation entre durée de vie et taille des défauts ont récemment été développées, (COUPER M.J., NEESON A.E., GRIFFITHS J.R., 1990), (ODEGARD J.A., PEDERSEN K., 1994), (SKALLERUD B., IVELAND T., HÄRKEGARD G., 1993) et (TING C.H., 1991), sans toutefois pouvoir déterminer quels types de défauts sont prédominants. Une compréhension du rôle de chaque défaut sur la durée de vie en fatigue est importante pour définir des seuils de tolérance. Les détails du modèle et des moyens expérimentaux ne sont pas tous donnés ici, ils sont disponibles dans (WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A., 2001a). On notera simplement que le modèle mathématique couple une loi dérivée de la loi de Paris (cf équation I.9) avec une statistique de Weibull et que les éprouvettes ont été coulées de façon à obtenir divers degrés contrôlés de porosité et d'inclusions d'oxyde. Les essais de fatigue sont conduits en contrôle de charge, à 55 Hz, à 20°C, avec diverses amplitudes de contrainte (70 et 100 MPa) et rapports de charges (R=0.1, 0.2, -1). Il a été montré que les sites d'origine de la fissure provoquant la rupture sont répartis statistiquement sur la circonférence de l'éprouvette.

I.9.1 Examens microfractographiques

Les sites d'amorçage de fissures de fatigue¹² ont été identifiés sur le faciès de rupture de chaque éprouvette par MEB et EDS. Ces sites d'amorçage sont quantifiés en termes d'aire projetée A, de longueur c et de profondeur a comme noté sur la figure I.26. La taille initiale de la fissure sera alors conventionnellement \sqrt{A} .



Fig. I.26 – Mesure des dimensions d'un défaut de fonderie sur le faciès de rupture, (WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A., 2001a).

I.9.2 Données $\sigma - Nf$ et examens microfractographiques

Les résultats des essais de fatigue sont reportés sur la figure I.27(a) dans laquelle l'amplitude $\sigma_a = 0.5(\sigma_{max} - \sigma_{min})$ est représentée en fonction du nombre de cycles à rupture Nf.

¹¹Le métal liquide s'oxyde au contact de l'air avant la coulée, la peau d'oxyde ainsi formée à la surface est retenue par des filtres lors de la coulée (pouvant provoquer colmatage, malvenue ...), mais des particules d'oxyde, de petite taille, peuvent être coulées avec le reste du mélange, créant des inclusions ou des films qui favorisent l'amorçage de fissures.

¹²pores, inclusions d'oxyde, intermétalliques...

Sur la figure I.27(1), R, le rapport de charge $\sigma_{min}/\sigma_{max}$), vaut 0.1. La dispersion est elevée à cause des différences de taille et type de défauts, on peut néanmoins définir une limite de fatigue de 60 MPa à 10⁷ cycles ($\sigma_{max} = 130$ MPa) quand la taille moyenne des défauts est d'environ 400 μ m. Sur la figure I.27(2), R=-1, la limite de fatigue vaut 90 MPa environ à 10⁷ cycles quand la taille moyenne des défauts est de 400 μ m.

Les micrographies montrent que, dans tous les cas, les fissures de fatigue se sont amorcées sur des pores ou inclusions d'oxyde localisés près de la surface de l'éprouvette (cf figure I.27(2)). En général, la fissure causant la rupture est amorcée et se propage à partir d'un seul site, mais dans les éprouvettes à haute teneur en défauts, des fissures multiples ont pu être observées. Dans certains cas, des marches de glissement et une décohésion des particules de silicium eutectique avec la matrice ont été identifiées et attribuées aux pores et surtout aux inclusions d'oxyde. Des stries et des ligaments en forme de rivière montrent que la rupture est ductile. En plus de la fissure principale, on peut parfois observer des fissures secondaires venant de la région eutectique. Elles semblent se former en avant du front de fissure principale, ce qui influence sa direction de croissance, et peuvent être mises en évidence par les stries. Pour R=-1 on a tendance à mater les faciès de rupture à force d'ouvrir et refermer la fissure.



Fig. I.27 – (1) Influence de la taille des défauts sur les données $\sigma - Nf$ de l'A356-T6 modifié testé à (a) R=0.1, (b) R=-1. \rightarrow signifie que l'éprouvette n'a pas cassé après 10⁷ cycles, (2) Micrographies MEB montrant deux défauts à l'origine de la rupture (a) pores (b) inclusion d'oxyde, (WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A., 2001a).

Le faciès comporte de nombreuses particules de silicium eutectique fissurées ou des traces d'arrachement ainsi qu'un nombre de pores supérieur à la teneur moyenne de l'alliage. Ceci montre que le cheminement de la fissure menant à la rupture finale est conditionné par la position des pores, par le biais de microfissures le long des régions eutectiques (donc totalement interdendritique, cf paragraphe I.8.1). De plus, la forte concentration de contrainte qui entoure le défaut est favorable à la croissance de la fissure.

Effet des différents défauts I.9.3

La figure I.28(a) montre la probabilité de rupture en fatigue des éprouvettes en fonction de la durée de vie sur une courbe logarithmique de Weibull¹³. Fw(N) est la probabilité qu'il y ait rupture de fatigue au cycle N, m est le module de Weibull, N_O est la durée de vie caractéristique, $N_{Fw=0.1\%}$ est la durée de vie à 0.1% de la rupture finale, R est le rapport de charges et R l'indice de régression. Cette figure met en évidence l'importance relative de chaque type de défaut sur les performances en fatigue : les plus endommageants sont les pores, puis les inclusions d'oxyde (durée de vie 4 à 5 fois plus longue) et enfin, pour un matériau sans défauts (ou presque), les particules eutectiques et les bandes de glissement¹⁴ (durée de vie 25 fois plus longue).



Fig. I.28 – (a) Courbe de Weibull à deux paramètres pour la durée de vie de l'A356 modifié contenant différents défauts, (b) Durée de vie en fatigue de l'A356 modifié en fonction de la taille des inclusions d'oxyde, (WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A., 2001a).

I.9.4 Taille critique de défauts

La figure I.29 montre l'influence de la taille des pores sur la durée de vie pour deux valeurs de DAS. Les éprouvettes pour lesquelles la taille de pore est nulle ont subi un traiment HIP. Il est clair que réduire la taille des pores est bénéfique pour la durée de vie. Jusqu'à une taille de pore de 25 μ m, la durée de vie est comparable au matériau sans pores, donc la taille critique de pores (dans ces conditions) sera de 25 μ m, ce qui est conforme à (COUPER M.J., NEESON A.E., GRIFFITHS J.R., 1990). De nombreuses données sur la taille critique de défauts pour un A356 T6 se trouvent également dans (FAN J., MCDOWELL D.L., HORSTEMEYER M.F., GALL K., 2003).

De la même façon, la figure I.28(b) montre l'influence de la taille des inclusions d'oxyde sur la durée de vie. Comme pour la porosité, réduire la taille des inclusions d'oxyde est bénéfique

¹³détails du modèle et du calcul de Weibull : (WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A., 2001a).

43



Fig. I.29 – Durée de vie en fatigue de l'A356 modifié en fonction de la taille de pore (a) : $SDAS=20-25 \ \mu m$, (b) : $SDAS=70-75 \ \mu m$, (WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A., 2001a).

pour la durée de vie, mais dans une moindre mesure. La taille critique des inclusions d'oxyde est largement supérieure à la taille critique de pore dans les mêmes conditions, ce sera donc la taille de pore le critère déterminant.

Les planches de la figure I.30 (a) et (b) (à gauche) représentent les données de la figure I.27 avec la durée de vie multipliée par la taille de défaut pour deux rapports de charge, et permettent d'obtenir des paramètres utiles au calcul du nombre de cycles de propagation¹⁵ qui est comparé au nombre de cycles à rupture réel ((a) et (b) à droite). Il s'avère que le nombre de cycles à rupture réel et le nombre de cycles de propagation calculé sont très bien corrélés, ce qui signifie que la durée de vie totale des alliages d'aluminium (contenant des défauts comme les pores et les oxydes) est principalement constituée d'une propagation de fissure.

On notera simplement qu'en fatigue oligocyclique (Low Cycle Fatigue, LCF : $N_f < 10^4$ cycles), le nombre de cycles provoquant l'amorçage d'une fissure est faible : c'est donc la propagation qui détermine les performances en fatigue. En fatigue à grand nombre de cycles (High Cycle Fatigue, HCF : $N_f > 10^4$ cycles) la déformation macroscopique est presque élastique et c'est l'étape d'amorçage qui est prédominante, (SRIVATSAN T.S., KOLAR D., MAGNUSEN P., 2002). Un modèle microstructural pour la prédiction de la durée de vie en HCF est proposé par (PARK J.S., PARK S.H., LEE C.S., 2002).

¹⁵détails du calcul : (WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A., 2001a).

D'autre part, comme la taille de la fissure dépend de la taille du défaut, on peut conclure que plus le défaut est volumineux plus la durée de vie sera affectée. La taille critique de défaut dépend de la microstructure (taille des silicium eutectiques, intermétalliques...). Par exemple, le 319 qui contient beaucoup de particules intermétalliques aura une taille critique de défaut de 100 μ m. En effet les particules intermétalliques vont augmenter le nombre et la taille des microfissures, et donc la taille du défaut critique pour provoquer l'amorçage de la fissure conduisant à la rupture en fatigue.

On explique que les oxydes sont moins critiques que les pores en raison de leur environnement différent. Il y a en effet plus d'intermétalliques et de silicium eutectique aux alentours du pore. Ensuite, les oxydes sont localisés dans les dendrites où les joints de grain (où la fissure se propage moins facilement), ils ont une morphologie principalement 2D (3D pour les pores) et enfin, l'hétérogénéité introduite par les oxydes est moins grande (rapport des modules d'Young).

Une étude sur l'évolution (en taille et en distribution volumique) des particules de silicium dans un alliage Al-Si se trouve détaillée dans (STOICHEV N., PETROV K., YANEVA S., KOVACHEV P., TZVETANOVA N., 2002), en fonction du temps et de la température.



Fig. I.30 – Contrainte appliquée en fonction de la durée de vie en fatigue modifiée par la taille des défauts \sqrt{A} (à gauche) et nombre de cycles à rupture réel en fonction du nombre de cycles de propagation calculé (à droite) pour (a) : R=0.1, (b) : R=-1, (WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A., 2001a).

Effet des paramètres microstructuraux sur la durée de I.10 vie en fatigue

Aspect expérimental I.10.1

Pour étudier l'effet du DAS et de la teneur en Mg sur la durée de vie en fatigue, (WANG Q.G., Apelian D., Lados D.A., 2001b) et (Cáceres C.H., Davidson C.J., Griffiths J.R., WANG Q.G., 1999) utilisent deux alliages d'aluminium de type AS7G, le premier à 0.3%Mg (A356) et le second à 0.7% (A357)¹⁶ chacun ayant été coulé en plusieurs lots pour obtenir des valeurs de DAS variant de 20 à 100 μ m. Les éprouvettes sont traitées HIP pour éliminer les défauts de fonderie. La structure de l'eutectique est la même pour toutes les signifie modifié et um éprouvettes modifiées au Sr (notation Sr non modifié). Le tableau I.13 donne la composition chimique des alliages utilisés. Le traitement thermique est T6 (cf paragraphe I.9), mais d'autres ont aussi été étudiés pour vérifier leur influence sur la durée de vie, cf taleau I.14.

Alliage	Si	Mg	Fe	Ti	\mathbf{Sr}	Cu, Mn, Ni, Zn
356-um	7.19	0.41	0.08	0.142	< 0.001	< 0.001
$356\text{-}\mathrm{Sr}$	7.0	0.40	0.09	0.153	0.0143	< 0.001
357-um	7.09	0.69	0.09	0.155	< 0.001	< 0.001
$357\text{-}\mathrm{Sr}$	7.10	0.68	0.08	0.149	0.0163	< 0.001

Tab. I.13 – Composition chimique (wt%) des alliages utilisés.

	mise en solution	maturation	revenu
Désignation	(h à 540°C)	$(h à 20^{\circ}C)$	$(h a T^{\circ}C)$
1/UA	1	12	4/155
T6	12	12	6/170
100/UA	100	12	4/155

Tab. I.14 – Traitement thermique des alliages utilisés (UA=under aged).

La mesure du SDAS¹⁷ est faite sur les échantillons état F, et les dimensions des particules eutectiques après le traitement thermique, par des moyens de microscopie classique.

I.10.2 Résultats des observations

La microstructure de ces alliages se compose de dendrites, d'eutectique et d'intermétalliques à base de Fe comme des plaquettes β -Al₅FeSi et des écritures chinoises π -Al₉FeMg₃Si₅. Les Si eutectiques et les intermétalliques occupent une fraction volumique de 7-8% et sont bien visibles sur la figure I.31(1). La fraction volumique moyenne de particules de Si dans l'eutectique est de 12% environ. L'A356 contient surtout des β -Al₅FeSi (0.5% du volume total) et l'A357 des π -Al₉FeMg₃Si₅ (1.6% du volume total), (WANG Q.G., 1997) et (WANG Q.G., DAVIDSON C.J., 2001). On en déduit que l'augmentation de la teneur en Mg ne conduit pas obligatoirement à une augmentation du nombre de particules durcissantes Mg₂Si dans la

¹⁶Les caractéristiques mécaniques (R_e , R_m et A_R) de cet alliage en fonction du traitement thermique sont disponibles dans (Guo J., ZHU H., JIA J., 1998). L'optimum de propriétés mécaniques compte tenu du coût est obtenu pour une mise en solution de 12h à 545°C, trempe à l'eau chaude, maturation pendant 24h et revenu 6h à 165°C. On a alors R_e =258.1 MPa, R_m =324.3 MPa et A_R =5.4%. ¹⁷SDAS (μ m)=39.4 $\dot{T}^{-0.317}$, avec $\dot{T} = \frac{dT}{dt}$ en °C/s.

matrice, mais à une augmentation du nombre et de la taille des intermétalliques, ce qui sera très néfaste pour la durée de vie.



Fig. I.31 – (1) Microstructures de l'A356 contenant des phases riches en Fe (a) modifié, (b) non modifié, (2) Taille moyenne des particules de silicium et intermétalliques à base de Fe pour (a) A356, (b) A357; modifiés et non-modifiés, (WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A., 2001b).

La figure I.31(2) montre la taille moyenne (diamètre du cercle équivalent de même aire) des particules de silicium eutectique et des intermétalliques pour les alliages modifiés et non-modifiés A356/A357. Comme prévu, la diminution du SDAS réduit la taille des particules de silicium eutectique (surtout pour les alliages non modifiés), et à SDAS constant, l'augmentation de la teneur en Mg augmente la taille des particules intermétalliques (là aussi principalement dans les conditions de non modification). On notera enfin que les phases riches en Fe ont une taille moyenne moins importante que les particules de silicium eutectique pour l'A356, et plus importante pour l'A357.

I.10.3 Effet du DAS sur les essais de fatigue

Les essais de fatigue ont été menés à 55 Hz, à 20° C, avec diverses amplitudes de contrainte (70 et 100MPa) et rapports de charges (R=0.1 et 0.2). La figure I.32 montre les résultats de fatigue obtenus pour l'A356 modifié, traité par HIP, en fonction du SDAS.

On observe que de 25 à 60 μ m la durée de vie semble diminuer quand le DAS augmente, alors qu'entre 60 et 80 μ m la durée de vie augmente, ce qui n'est pas en accord avec la littérature. Les éprouvettes étant exemptes de pores, la rupture est attribuée soit à des inclusions d'oxyde (cf figure I.33(a)) soit à des bandes de glissement (cf figure I.33(b)). Pour vérifier



Fig. I.32 – Durée de vie en fatigue du A356-T6 modifié, sans pores (HIP) en fonction du SDAS, (WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A., 2001b).

l'influence de ces deux paramètres, les éprouvettes ayant cassé par amorçage sur les oxydes sont séparées des autres et on obtient la figure I.34(a). L'allure de cette courbe (similaire à celle de la figure I.32) laisse penser que le minimum de durée de vie obtenu vers 60 μ m est en partie dû aux bandes de glissement, cf figure I.34(b). Leur présence indique un adoucissement local en front de fissure et des mouvements de dislocations. Celles-ci vont interagir avec les particules eutectiques, les interfaces dendrite/eutectique et les joints de grain pendant que la déformation se fait, conduisant à des adoucissements locaux. Tout composé qui augmente la résistance au déplacement des dislocations, va augmenter la contrainte interne locale et donc la vitesse d'endommagement. Les auteurs expliquent notamment par la variation de la distance de glissement des dislocations en fonction du DAS, que la valeur 60 μ m (alliages modifiés, 40 μ m sinon) correspond à une transition :

- SDAS $< 60\mu m$: l'origine de la fissure conduisant à la rupture est sur le joint de grain,

- SDAS $> 60\mu m$: l'origine de la fissure est sur l'interface dendrite/eutectique.

Un auteur, (CÁCERES C.H., 1999) fait la même observation de minimum local pour les courbes d'allongement à rupture en fonction du DAS pour l'A356 modifié ou non.

I.10.4 Effet de l'oxydation

Les alliages d'aluminium s'oxydent très facilement, selon l'équation :

$$2Al + \frac{3}{2}O_2 \to Al_2O_3 \tag{I.12}$$

Ainsi, un film d'alumine Al_2O_3 se forme quasi-instantanément, donnant lieu à une couche de passivation. Lors de l'avancée de fissure en fatigue, l'oxydation des bords de la fissure due à l'oxygène de l'air empêche sa fermeture, conduisant ainsi à une réduction de la durée de vie d'un facteur pouvant atteindre 2, (KHIREDDINE D., RAHOUADJ R., CLAVEL M., 1998) pour un alliage Al-Li-Mg-Cu (8090) et (STANZL-TSCHEGG S.E., MAYER H., 2001) pour un 2024-T351. De la même façon, la vapeur d'eau de l'air peut être adsorbée et décomposée en H₂ ou H atomique qui réagira avec la matrice en la fragilisant. Il peut se créer alors un site favorable d'amorçage.



Fig. I.33 – (a) Micrographies MEB montrant l'inclusion d'oxyde observé sur des faciès d'A356-T6 modifié traités HIP, (b) Micrographies MEB montrant des bandes de glissement, (WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A., 2001b).

I.10.5 Effet de la teneur en Mg.

La figure I.35(1) confirme que l'A357 (à plus forte teneur en Mg) se comporte de la même façon que le A356 du point de vue de la durée de vie en fonction du SDAS (avec un minimum à 60 μ m) mais avec une durée de vie caractéristique (N₀) bien inférieure.

La figure I.35(2) représente les mêmes courbes pour les alliages non modifiés. Cette fois, le minimum de durée de vie pour un SDAS de 60 μ m a disparu (la durée de vie diminue avec le SDAS), mais la durée de vie caractéristique du A357 est toujours inférieure à celle du A356.

Des auteurs, (CÁCERES C.H., DAVIDSON C.J., GRIFFITHS J.R., WANG Q.G., 1999) rapportent que le magnésium augmente la limite d'élasticité mais diminue l'allongement à rupture, la valeur minimale étant observée pour les DAS de 25 μ m. Mg a en effet tendance à abaisser la température eutectique, donc à développer une structure eutectique plus hétérogène, ce qui augmente la taille des particules de silicium eutectique (paragraphe I.10.10), d'autant plus si l'alliage est modifié. D'autre part l'ajout de Mg augmente le nombre et la taille des composés intermétalliques à base de Fe (cf paragraphe I.10.2). Les auteurs rappellent que le mode de rupture est ductile transgranulaire pour les faibles SDAS et ductile intergranulaire pour les SDAS plus grands. L'A357 modifié possède les moins bonnes caractéristiques avec des particules de silicium eutectique et des phases intermétalliques très grosses (site d'amorçage préférentiel pour le 357), on lui ajoute donc comme élément d'alliage du Be qui augmente l'allongement à rupture. En fonction du vieillissement, (MOIZUMI K., MINE K., TEZUKA H., SATO T., 2002) rapportent que le mode de rupture sera intergranulaire si l'alliage n'est pas vieilli et transgranulaire dans le cas contraire, cf. figure I.36.



Fig. I.34 – (a) Durée de vie des éprouvettes d'A356-T6 modifié, traitées HIP, rompues sur des bandes de glissement, en fonction du SDAS, (WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A., 2001b), (b) Micrographie MEB montrant un amorçage sur bandes de glissement, à l'air et à 45° de la direction de contrainte, (KHIREDDINE D., RAHOUADJ R., CLAVEL M., 1998).

I.10.6 Effet de la modification eutectique

Les figures I.37 (a) et (b) montrent l'influence de la modification eutectique sur les alliages A356/A357. Dans les deux cas, elle est bénéfique pour la durée de vie (2 à 4 fois plus longue), (WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A., 2001a). La singularité donnant un minimum de durée de vie pour les DAS de 60 μ m ne se retrouve que pour les alliages modifiés.

Des auteurs, (LEBYODKIN M., DESCHAMPS A., BRÉCHET Y., 1997) exposent l'influence de la morphologie et de la topologie des particules de silicium eutectique pour un AS12 contenant moins de 0.1% de Fe, modifié par traitement thermique¹⁸ (noté M, Modified) ou non (noté AC, As Cast), pour transformer la structure percolée de silicium en plaquettes (platelets) ou en aiguilles (needles) en silicium globulaires.

Le traitement choisi est le suivant : 24h à 563°C puis trempe, il s'agit d'un compromis entre la vitesse de globulisation et le risque de brûlure. La phase intermétallique mise en évidence est Al₅FeSi. Les tests sont effectués à 20 et 300°C. Selon la morphologie et la température, différents modes de rupture ont été observés. Habituellement ces modes sont : décohésion particule/matrice, clivage de particules fragiles, rupture de joint de grain, décohésion par bandes de cisaillement... On notera que l'alliage modifié présente une limite d'élasticité plus élevée mais un allongement à rupture moindre, comparé à l'alliage non modifié. Ceci est dû au durcissement de la phase α par de petits précipités de silicium non eutectique.

A 20°C, le comportement de l'alliage M est très fragile, très peu de ligaments ductiles sont observés entre les particules clivées. A 300°C, pour les deux alliages, indépendamment du traitement thermique, la rupture est ductile (présence de stries). A 20°C, l'alliage AC montre de nombreuses traces de décohésion. Seules les plaquettes parallèles à la direction de chargement sont fissurées. Par contre, l'alliage M ne montre pas de trace de décohésion, mais de nombreuses particules fissurées. A 300°C, pour les deux alliages, la décohésion des interfaces Al/Si est prédominante. Elle se produit par accumulation de déformation plastique dans la matrice au voisinage des particules, alors que la rupture des particules est associée à une incompatibilité de contraintes entre matrice et particules. A haute température, la plasticité est favorisée et aide à relaxer ces contraintes, ce qui favorise la décohésion interfaciale.

¹⁸La modification eutectique se fait par addition de Sr, Na... ou par changement de la vitesse de solidification ou encore par des traitements thermiques additionnels.



Fig. I.35 – (1) Durée de vie pour les deux alliages modifiés et traités HIP (a) en fonction du SDAS (b) durée de vie dans le diagramme de Weibull, (WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A., 2001a) (2) Durée de vie pour les deux alliages non modifiés (traités HIP) (a) en fonction du SDAS (b) durée de vie dans le diagramme de Weibull, (WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A., 2001b).

On pourra aussi consulter (GUIGLIONDA G., POOLE W.J., 2002) pour l'étude du rôle de l'endommagement sur la déformation et la rupture d'alliage Al-Si laminés à froid.

I.10.7 Effet de la teneur en Fe

Dans (WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A., 2001b), la teneur en Fe a été augmentée pour l'A357 non modifié, de 0.08% à 0.14%. Le résultat de cet ajout de Fe est une diminution de la durée de vie, surtout pour les grands SDAS. Mais cette baisse n'est pas aussi significative que prévu. La figure I.38(1) illustre ce phénomène.

I.10.8 Effet du traitement thermique

L'influence du traitement thermique sur la durée de vie est présenté sur la figure I.39. Les deux lots d'éprouvettes ayant subi des traitements thermiques de sous-revenu (1/UA et 100/UA dans le tableau I.14) donnent une durée de vie caractéristique inférieure à celle du lot traité T6 (surtout le lot 1/UA).

Le traitement thermique a pour fonction de renforcer la matrice mais aussi la structure eutectique résultante. Les auteurs comparent les microstructures d'un A356 avec plusieurs traitements thermiques. Une mise en solution courte (1h) est sans effet sur la structure eutectique (petites particules de silicium mais gros intermétalliques riches en Fe). Si elle est trop



Fig. I.36 – Schéma du chemin de propagation d'une fissure de fatigue en fonction du vieillissement et donc, de la taille des précipités durcissants, dans un A356+1w%Cu-T4+1h*230°C : peak-aged (T64) et 20h*230°C : over-aged (T7), selon (MOIZUMI K., MINE K., TEZUKA H., SATO T., 2002).

longue, les intermétalliques riches en Fe sont dissous mais le silicium est gros et globulaire, favorisant les fissures de décohésion. Le traitement T6 est optimum.

I.10.9 Effet de la limite d'élasticité

Augmenter la limite d'élasticité (en changeant de traitement thermique par exemple) diminue ΔK car le matériau devient plus dur donc plus fragile, ce qui signifie que la taille critique d'amorçage de fissure de fatigue devient plus petite. Donc les petites fissures peuvent croître rapidement pendant la période d'amorçage. D'autre part, cela réduit le nombre et la taille des zones plastiques, ce qui diminue les possibilités de former des microfissures en front de fissure principale, (WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A., 2001b). Comme la matrice résiste par ailleurs mieux au mouvement des dislocations, la vitesse de croissance des longues fissures pendant la période de propagation sera réduite à cause d'un endommagement réduit dans le matériau. Classiquement, augmenter la limite d'élasticité augmente la durée de vie.

I.10.10 Effet de la structure eutectique

Les particules eutectiques de grande taille et allongées tendent à se fissurer en premier au cours de la déformation plastique, par nucléation de microfissures, comme observé sur la figure I.38(2). Cela explique la diminution de la durée de vie observée lors de l'ajout de Mg ainsi que l'augmentation du nombre et de la taille des intermétalliques.

La vitesse de génération de dommages par fissuration de particules de silicium a été étudiée par (CÁCERES C.H., 1999) pour un A356. Cette fissuration se produit parce qu'elle permet la relaxation des contraintes locales et ceci d'autant plus facilement (à plus faible déformation) que les particules de silicium sont de grande taille et allongées. A faible déformation ($\Delta \varepsilon < 1\%$), les contraintes internes de la matrice augmentent linéairement avec la déformation imposée, puis beaucoup moins vite à plus forte déformation. La contrainte de fissuration des particules de silicium est de l'ordre de 2 à 5 GPa, ce qui est bien supérieur à la contrainte d'écoulement de la matrice ($\simeq 300$ MPa), et met en évidence un mécanisme de report très efficace de la charge de la matrice sur les particules de silicium. L'alliage étant ren-



Fig. I.37 – (a) Durée de vie pour l'A356 modifié et non modifié en fonction (a) : du SDAS (b) : des paramètres de Weibull, (a) Durée de vie pour l'A357 modifié et non modifié en fonction (a) : du SDAS (b) : des paramètres de Weibull, (WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A., 2001b).

forcé par une dispersion de particules élastiques-fragiles, une incompatibilité de contraintes se développe entre les renforts et la matrice. Elle résulte de la différence d'élasticité et de mode de rupture puisque les particules restent élastiques alors que la matrice se déforme plastiquement.

La contrainte dans une particule de silicium résultant de la déformation plastique de la matrice peut s'écrire :

 A faible déformation, sous forme d'une relation linéaire, (WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A., 2001b) :

$$\sigma_p = 2.14 \alpha \mu \varepsilon^* \tag{I.13}$$

 A forte déformation, la contrainte est limitée par l'activation de la relaxation plastique autour des renforts, conduisant à une forêt de dislocations autour de la pointe de fissure, (CÁCERES C.H., GRIFFITHS J.R., REINER P., 1996) :

$$\sigma_p = 2.14\alpha\mu \left(\varepsilon_c^* + \frac{C}{2.14\alpha}\sqrt{\frac{b}{f}\left(\frac{C_1}{L} + \frac{C_2}{D}\right)(\varepsilon - \varepsilon_c^*)}\right)$$
(I.14)

où 2.14 est un paramètre numérique obtenu en supposant les particules de silicium sphéroïdales avec un module de cisaillement de 80GPa. α est le facteur d'élongation, f la fraction volumique de silicium (0.07), b le vecteur de Burgers (0.286 nm), μ le module de cisaillement de l'aluminium (26.2 GPa), D le DAS, C est le durcissement dû à la forêt de dislocations



Fig. I.38 – (1) Durée de vie pour l'A357 non modifié avec deux teneurs en Fe en fonction (a) : du SDAS (b) : des paramètres de Weibull, (2) Micrographies optiques montrant des microfissures observées dans la section transverse d'une éprouvette de fatigue (a) : à la surface (b) : à cœur. La contrainte est appliquée dans la direction verticale, (WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A., 2001b).

(1.25), C_1/L et C_2 des paramètres numériques (respectivement 0.05 μ m⁻¹ et 2, ε et ε^* sont les déformations respectivement appliquée et plastique non relaxée et ε_c^* est la déformation plastique au début de la relaxation plastique (0.007 selon des essais d'effet Bauschinger).

La contribution des renforts à la contrainte macroscopique d'écoulement du matériau σ^f , peut être calculée par une loi de mélange :

– A faible déformation :

$$\sigma^f = \sigma_y + 2.14\alpha_0 \mu f \varepsilon^* \tag{I.15}$$

 A forte déformation, les seules contributions à la contrainte d'écoulement macroscopique au-delà de la limite d'élasticité sont les contraintes de rappel générées par les renforts :

$$\sigma^{f} = \sigma_{y} + 2.14\alpha_{0}\mu f\varepsilon_{c}^{*} + C\left(1 + f^{1/2}\right)\mu\sqrt{b\left(\frac{C_{1}}{L} + \frac{C_{2}}{D}\right)\left(\varepsilon - \varepsilon_{c}^{*}\right)}$$
(I.16)

Avec σ_y la limite d'élasticité, α_0 le facteur d'élongation moyen des renforts dans l'alliage non déformé. Les interfaces dendrite/eutectique divisent le matériau en régions isolées de la même façon que les joints de grains. Les dislocations peuvent se déplacer quasiment librement entre ces interfaces. Le DAS représente donc la distance géométrique caractéristique de glissement de la microstructure au-delà de laquelle des gradients de déformation vont créer

53



Fig. I.39 – Effet du traitement thermique sur la durée de vie de l'A356 modifié en fonction des paramètres de Weibull, (WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A., 2001b).

une forêt de dislocations géométriquement nécessaires.

L'allongement à rupture varie en fonction du DAS (donc de la morphologie des particules de silicium) : 1.5-3% pour des DAS de 70 μ m (silicium gros et longs), 5-8% à 40 μ m (silicium plus ronds et petits) et 12-14% à 20 μ m (silicium très petits et bien répartis), à 20°C. La rupture est intergranulaire pour les DAS <48 μ m et transgranulaire pour les DAS >48 μ m. Le mode de rupture intergranulaire et l'allongement optimal à faible DAS sont attribués à une faible densité des particules de silicium à l'interface dendrite/eutectique.

Enfin, à faible déformation, le facteur de forme des particules détermine leur vitesse de fissuration, alors qu'à grande déformation, le DAS contrôle la vitesse d'accumulation de dommages. En supposant qu'il existe une quantité critique de dommage, indépendante du DAS et du facteur de forme, le long des interfaces dendrites/eutectique, on peut décrire qualitativement le comportement du matériau à rupture. Les différences de ductilité pour les diverses microstructures s'expliquent alors par les différences de vitesse de fissuration des particules en fonction de la déformation. On notera qu'un renfort peut se fissurer plus d'une fois et que l'influence de l'endommagement sur le durcissement dû à la déformation plastique est relativement faible.

I.11 Relation micro-macro

I.11.1 Théorie

Les liens entre l'évolution microstructurale du matériau et ses propriétés mécaniques macroscopiques ne sont pas faciles à établir, du fait du grand nombre de variables à étudier et de leur nature très variée. Il est donc nécessaire d'établir une loi de transition pour passer de l'échelle du grain dans les modèles microscopiques à l'échelle macroscopique. Pour cela, deux hypothèses classiques fournissent un encadrement de la solution :

- Le modèle statique suppose que tous les grains ont le même niveau de contraintes (pas de contrainte intergranulaire résiduelle),
- Le modèle de Taylor, (TAYLOR G. I., 1938), suppose que chaque grain a la même déformation plastique.

Dans le cas d'un matériau sans texture, le résultat de ces deux modèles peut s'écrire :

$$\Delta \sigma_{macro} = M. \Delta \tau_{micro} \tag{I.17}$$

Où M est un facteur variant de 2.24 pour le modèle statique à 3.07 pour le modèle de Taylor pour les matériaux CFC. Une étude de revue sur l'influence de la texture des alliages d'aluminium corroyés dans le milieu automobile se trouve dans (ENGLER O., HIRSCH J., 2002).

Les approches auto-cohérentes donnent des valeurs intermédiaires de M, valables pour les structures désordonnées et variant au cours de la déformation. Quelques exemples sont données dans (BERVEILLER M., ZAOUI A., 1982) et (FAN J., 1999).

La corrélation micro/macro a été testée expérimentalement dans deux études récentes, (GUILLOT I., BARLAS B., MASSINON D., CAILLETAUD G., 2001) pour un alliage 319 et (BARLAS B., OVONO-OVONO D., GUILLOT I., CAILLETAUD G., 2002) pour le 319 et le A356, en fonction du temps et de la température de vieillissement en service. La mesure de l'évolution de la taille des précipités (θ' et θ pour le 319, β' , β et silicium non-eutectique pour le A356) par MET a permis d'estimer $\Delta \tau_{micro}$ grâce à une loi de type Orowan, modifiée selon (STARINK M.J., WANG P., SINCLAIR I., GREGSON P.J., 1999). Des essais de dureté et de fatigue en température ont permis d'estimer $\Delta \sigma_{macro}$ sur un modèle présenté au paragraphe IV.1. La comparaison des deux fournit des valeurs de M intermédiaires entre les modèles statique et de Taylor (voir paragraphe IV.4).

I.11.2 Modèles de prédiction

Dans une étude récente, (GANDIN C.A., BRÉCHET Y., RAPPAZ M., CANOVA G., ASHBY M., SCHERCLIFF H., 2002) proposent un modèle de prévision de la limite d'élasticité en fonction des paramètres du process industriel et du matériau. Le but de ce travail est de mieux comprendre l'influence des microstructures engendrées par le moulage sur l'efficacité des divers traitements de mise en solution, de trempe et de précipitation. Le modèle est basé sur un binaire Al-Cu¹⁹ et intègre des modèles de métallurgie physique de la solidification, de transformation à l'état solide, de durcissement structural et de micro-mécanique. Il permet d'optimiser les traitements thermiques des alliages de fonderie. De nombreuses données microscopiques issues de la littérature sont regroupées dans cette étude. Les auteurs cherchent en premier lieu à déterminer les valeurs locales de la limite d'élasticité (dans le grain) puis appliquent une loi de transition micro/macro auto-cohérente pour obtenir la valeur globale. On notera le rôle déterminant de l'eutectique qui est supposé ne contribuer que très peu au durcissement structural, et participer principalement au travail de durcissement cinématique. Le modèle est aussi applicable pour de très faibles déformations plastiques. Le modèle global est calculé en utilisant le modèle de multi-couches sphériques développé par Hervé et Zaoui²⁰ étendu au comportement plastique. La limite d'élasticité se décompose en trois contraintes : une de durcissement de solution solide, une de durcissement de précipitation et une de durcissement de dislocation, toutes trois modélisées. Une augmentation de la vitesse de solidification, de la vitesse de trempe, de la taille de grain, de la fraction volumique d'eutectique... limitent la diffusion du soluté dans la phase α . Lors de la mise en solution, on redissout certaines phases de l'eutectique. On notera que la diminution de la teneur en cuivre diminue la capacité de durcissement, contrairement aux alliages au magnésium (cf paragraphe I.10.2), alors qu'une mise en solution plus longue augmente cette capacité. Pour

¹⁹Le grain est de la taille d'une dendrite, la dendrite contient des précipités Al₂Cu sous forme θ'' , θ' et θ , et l'eutectique contient également des Al₂Cu, plus ou moins globulaires et incohérents avec la matrice.

²⁰Hervé E., Zaoui A., Int. J Engng Sci 1993, 31 :1 et Eur J Mech A/solids 1990, 9 :505 cités et résumés par (GANDIN C.A., BRÉCHET Y., RAPPAZ M., CANOVA G., ASHBY M., SCHERCLIFF H., 2002) p.912-913.

passer à l'échelle macro il suffit de considérer une répartition statistique des grains (et donc des limites d'élasticité locales) en fonction de leur homogénisation, d'en déduire un critère $\sigma_{0.2}^{global}/\sigma_{0.2}^{local}$, d'appliquer une loi de mélange et d'optimiser numériquement.

Globalement, la limite d'élasticité augmente quand :

- la teneur en Cu augmente,
- le temps et la température d'homogénéisation augmentent,
- la vitesse de trempe augmente (en valeur absolue) après homogénéisation,
- la taille de grain diminue,
- le temps de solidification diminue,
- la supersaturation de la solution solide augmente.

Les problèmes soulevés par ce modèle sont :

- le modèle de solidification ne prend pas en compte la compétition entre nucléation et croissance de grains,
- le modèle des sphères multi-couches est un modèle simplifié,
- seul les alliages binaires sont pris en compte,
- les autres propriétés mécanique de l'alliage ne sont pas prises en compte $(R_m, A_R,$ vieillissement, tenue en fatigue, en fluage...),
- la validation expérimentale est basée sur des données de la littérature,
- l'utilisation de Thermo-Calc²¹ implique un calcul sur des phases à l'équilibre (voir aussi les études de (CHEN S.-L., ZUO Y., CHANG Y.A., 1997) et (SERRIERE M., GANDIN C.A., GAUTIER E., ARCHAMBAULT P., DEHMAS M., 2002) très similaires).

On notera que le même type d'étude a été conduit par (ROMETSCH P.A., SCHAFFER G.B., 2002) pour les alliages A356-A357, de nombreuses données micro-mécaniques expérimentales y sont synthétisées, par (ESMAEILI S., LLOYD D.J., POOLE W.J., 2003) pour un AA6111 et par (STARINK M.J., WANG P., SINCLAIR I., GREGSON P.J., 1999) pour des MMC (Metal Matrix Composite)²². Enfin, un développement plus mathématique d'un modèle de limite d'élasticité en contraintes planes est détaillé dans (BARLAT F., BREM J.C., YOON J.W., CHUNG K., DICK R.E., LEGE D.J., POURBOGHRAT F., CHOI S.-H., CHU E., 2003) pour des tôles en alliage d'aluminium.

 $^{^{21} {\}rm Thermo-Calc}$ version N, used with solution database Scientific Group Thermodata Europe , Stockholm (Sweden) : Foundation for Computationnal Thermodynamics ; 1992.

²²(TANAKA K., AKINIWA Y., SHIMIZU K., KIMURA H., ADACHI S., 2000) comparent les propriétés des alliages d'aluminium avec ces mêmes alliages renforcés par des SiC (MMC).

I.12 Bilan

Cette étude bibliographique a permis de mettre en évidence les multiples aspects de la métallurgie et de la mécanique à mettre en œuvre dans notre démarche. Cette partie donne un aperçu de l'étendue des connaissances sur l'évolution des propriétés mécaniques des alliages de fonderie en fonction de l'évolution de la microstructure. Les principaux effets de la composition chimique; des traitements thermiques, de la porosité, des phénomènes de germination, croissance, coalescence; des divers systèmes de précipitation ainsi que des divers défauts et impuretés ont été étudiés.

En dehors de l'importance de ces divers paramètres microstructuraux et de fonderie, nous avons mis en évidence le rôle de la nature des phases mises en jeu sur le comportement global de l'alliage. En effet, les séquences de précipitation déterminent la cohérence de la phase durcissante avec la matrice, et conditionnent, par conséquent, le durcissement. Mais la nature chimique des phases durcissantes détermine la vitesse de perte de cette cohérence, ce qui va jouer directement sur le comportement et l'endommagement des structures. Ceci confirme le bien-fondé de l'approche que nous avons choisie : relier l'effet du vieillissement macroscopique à des variables microscopiques, en explorant les phénomènes physiques mis en jeux aux différentes échelles.

On note que la plupart des études de la littérature s'attachent à étudier les propriétés des alliages à température ambiante d'une part, et pour des alliages de grande pureté d'autre part. Les études sur les alliages de fonderie à haute température restent relativement rares. Ensuite, les modèles proposés sont le plus souvent d'ordre microscopique et ne rendent pas compte du vieillissement comme d'une variable macroscopique ayant pour origine des évolutions de la microstructure. Son influence en service n'a presque jamais été étudié, les auteurs s'attachant plutôt à décrire son influence sur le durcissement lors du traitement thermique initial de la pièce, que ce soit une éprouvette ou une structure plus complexe.

Le champ d'investigation reste donc très vaste pour pouvoir faire le lien entre ces études et notre problématique. Le but est de prendre en compte les points clés de cette partie dans un modèle de comportement et d'endommagement appliquable à l'échelle de la culasse. Ceci ne pourra se faire qu'au travers d'une variable interne de vieillissement dont les variations seront reliées aux phénomènes microscopiques observés.

Chapitre -II-Etude du vieillissement

Les essais mécaniques réalisés sont de diverses natures, leur but est de caractériser le vieillissement des divers alliages de l'étude dans des conditions de temps et de température représentatifs du moteur en fonctionnement. La gamme de température choisie va donc de 20 à 300° C, les durées d'essais pouvant aller jusqu'à 3000 heures.

Cette partie présente donc ces essais, qui sont du type dureté Vickers (micro et macro-indentation), fatigue oligocyclique isotherme classique et également fatigue thermomécanique, grâce à une installation originale sans asservissement hydraulique (pilotage thermique). On cherchera en permanence à relier les résultats obtenus à l'évolution de la microstructure traduisant les effets du vieillissement.

En conséquence de l'étude bibliographique, les phases durcissantes envisageables dans les alliages de fonderie appartiennent à trois principales familles :

- Al₂Cu, communément rencontrée dans les alliages au cuivre;
- Mg₂Si, présente dans les alliages au magnésium, sans cuivre ;
- une troisième famille pas encore déterminée avec certitude mais qui pourrait être du type Q ou S, éventuellement présente avec l'une des deux premières familles selon la composition chimique en éléments d'alliages.

Nous avons donc choisi six alliages de façon à en avoir au moins un dans chaque famille.

II.1 Présentation des matériaux

Les divers matériaux de l'étude sont les suivants : AS5U3G T5 et T6, AS7U3G T5 (ASTM : 319), AS7G T7 (ASTM : A356), AS10G T7 et AS7G+0.5%Cu T7 (que l'on nommera par la suite AS7UG T7). Typiquement, les trois premiers alliages au cuivre sont parmi ceux utilisés par Renault, les alliages sans cuivre par PSA et SAAB et le dernier par Isuzu (I.7.5) et BMW (sur la culasse 2.0L diesel 150 chDIN). La composition de l'AS7U3G T5 (deuxième fusion) et de l'AS7G T7 (première fusion) sont exposées dans les tableaux I.4 et I.9. Voici la composition des autres alliages :

II.1.1 AS5U3G T5

- conductibilité thermique : 0.37 C.s/cm
- résistivité à 20°C : 5.10^{-6} ohm.cm
- $\alpha : 22.10^{-6}$

Elément	Si	Cu	Mg	Fe	Mn	Zn	Ti	Pb	Sr
% en masse	5.46	3.39	0.34	0.36	0.19	<.1	< 0.19	< 0.02	0.010

Tab. II.1 – Composition de l'AS5U3 T5 (3h à 230°C après coulée) de deuxième fusion, (BELHEDI B., 1992).

- température de solidus/liquidus : 615/525 °C

– retrait volumique : 1.3%

II.1.2 AS5U3G T6

Element	Si	Cu	Mg	Fe	Mn	Zn	Ti	Ca	Sr
% en masse	5.25	3.2	0.20	0.14	0.003	0.010	0.113	0.001	0.011

Tab. II.2 – Composition de l'AS5U3G T6 (mise en solution 10h à 495°C, trempe, revenu 6h à 210°C) de première fusion, (BARRY A., 1993).

II.1.3 AS10G T7

Element	Si	Cu	Mg	Fe	Mn	Zn	Ti	Pb	Sr
%en masse	9.5	0.029	0.33	0.10	0.035	0.001	0.11	0.001	0.001

Tab. II.3 – Composition de l'AS10G T7 (mise en solution 5h à 530° C, trempe, revenu 5h à 200° C) de première fusion.

II.1.4 AS7UG T7

Element	Si	Cu	Mg	Fe	Mn	Zn	Ti	Pb	Sr
% en masse	6.85	0.47	0.33	0.16	0.022	0.039	0.13	0.003	< 0.001

Tab. II.4 – Composition de l'AS7UG T7 (mise en solution 5h à 530° C, trempe, revenu 5h à 200° C) de première fusion.

II.2 Essais de dureté

Les essais de dureté permettent d'étudier les propriétés de vieillissement de l'alliage en fonction du temps et de la température. L'évolution de la dureté est un bon indicateur de celle de la limite d'élasticité. On constate parfois une simple proportionnalité entre les deux quantités, comme par exemple dans (TIRYAKIOGLU M., CAMPBELL J., 2003) partie I et II.

II.2.1 Description du vieillissement

Les alliages de fonderie subissent un revenu qui permet à la microstructure de tendre vers un état stable par le développement d'une précipitation fine durcissante. Dans la culasse en service, la précipitation se poursuit, entraînant la coalescence puis la formation de gros précipités incohérents facilement contournés par les dislocations, ce qui induit un adoucissement et pose des problèmes de tenue à chaud. Selon le type de précipités durcissants contenus dans la dendrite, la sensibilité au temps et à la température diffère. La composition chimique et le traitement thermique, qui régissent les mécanismes de germination/croissance/coalescence, déterminent donc directement les variations de propriétés mécaniques de l'alliage.

II.2.2 Caractérisation du vieillissement à partir des essais de dureté

Les échantillons sont placés à l'air dans un four pour des durées allant jusqu'à 2000h, afin d'être représentatifs de la durée de vie d'un moteur (un essai banc moteur pour un moteur diesel dure environ 1500h en conditions très sévères). La mesure de la dureté Vickers se faisant à l'ambiante, les échantillons sont trempés à l'air puis replacés au four pour la mesure suivante.

Nous réalisons des essais de macrodureté (charge de 10kg) pour tenir compte de toutes les phases constituant l'alliage et de microdureté (charge de 3g) pour caractériser la dendrite d'aluminium seule. Dans le premier cas, la dispersion est négligeable, mais dans le second cas, les résultats sont la moyenne de 20 mesures environ. En effet, l'indentateur peut buter sur une sous-couche plus dure (Si eutectiques ou intermétalliques non visibles à la surface de l'échantillon) qui fausse la mesure. Les données concernant les alliages AS5U3G T5 et T6 provenant de la littérature (mis à part quelques essais de fatigue oligocyclique), nous ne pouvons présenter leurs courbes de dureté. Les résultats de macrodureté sont reportés sur la figure II.1 pour l'AS7G, l'AS10G et l'AS7U3G; ceux de microdureté sur la figure II.2 pour l'AS7G, l'AS10G et II.3 pour l'AS7U3G et l'AS7UG. Pour les alliages AS7G, AS10G et AS7U3G, les similitudes entre les courbes de macrodureté (qui représentent l'alliage dans sa globalité) et les courbes de microdureté (qui représentent l'alliage dans sa globalité) et les courbes de microdureté (qui représentent la dendrite seule) montre bien que l'adoucissement est principalement lié à l'évolution microstructurale de la dendrite.

On note des comportements très différents selon la composition de l'alliage :

- les alliages au magnésium (AS7G, AS10G) : au-delà de 150°C, la dureté tend vers un unique état asymptotique (environ 45 Vickers), d'autant plus rapidement que la température est élevée. Par exemple, il faut moins de 10h à 250°C pour atteindre cet état et environ 700h à 200°C;
- les alliages au cuivre (AS5U3, AS7U3) : l'état asymptotique final atteint (environ 60 Vickers à 320°C) dépend de la température. Il y a donc autant d'états asymptotiques que de températures d'essai. L'alliage au cuivre est beaucoup moins sensible à la température et vieilli moins vite. Il faut 100h à 320°C pour atteindre l'état stabilisé;
- l'AS7UG : son comportement est intermédiaire entre les deux précédents, il semble avoir les mêmes tendances que les alliages au magnésium, mais sa vitesse de maturation semble moins élevée.

La phase Al₂Cu semble donc conserver un effet durcissant à plus haute température que Mg₂Si. La coalescence des précipités est un phénomène thermiquement activé, on définit donc une température critique en dessous de laquelle la vitesse de coalescence est nettement plus faible. Pour cette température, il y a coalescence de la phase durcissante sans changement de nature. Elle vaut 160°C environ pour les Mg₂Si et 200°C environ pour les Al₂Cu. Par exemple, pour 2000h à 200°C, la phase de l'AS7U3 est toujours θ' (paragraphe III.3.2), mais la coalescence de cette phase a provoqué un adoucissement significatif. On vérifierait de même qu'à 160°C, les précipités restent des β' et que leur croissance est responsable de l'adoucissement observé.


Fig. II.1 – Macrodureté (Hv10) de (1) l'AS7G T7 (2) l'AS10G T7 et (3) l'AS7U3G T5.



Fig. II.2 – Microdureté (Hv3g) de (1) l'AS7G T7 (2) l'AS10G T7.



Fig. II.3 – Microdureté (Hv3g) de (1) l'AS7U3G T5 (2) l'AS7UG T7.

(2)

II.2.3 Etude comparative du vieillissement

Les résultats de microdureté pour l'AS7G, AS10G, AS7UG et AS7U3G sont reportés sur la figure II.4 pour 180, 200 et 220°C afin de pouvoir comparer l'évolution du vieillissement pour ces divers alliages. On note en premier lieu que les duretés initiales sont différentes, on passe d'une valeur de l'ordre de 130 pour l'AS7UG T7 et l'AS10G T7, à une valeur qui est seulement de l'ordre de 100 pour l'AS7G T7 et l'AS7U3 T5. Hors, la différence de limite d'élasticité microscopique entre les matériaux n'est pas si marquée. La relation entre la limite d'élasticité et la dureté ne semble donc pas si directe. Nous ne sommes pas en mesure de savoir si cela est dû à une légère différence de traitement thermique ou bien réellement à un effet de composition chimique. Par contre, l'évolution de la dureté de chaque matériau aux trois températures est assez nette : elle est clairement inférieure pour les alliages au magnésium, par rapport aux alliages contenant du cuivre. La dureté de l'AS10G chute beaucoup plus rapidement que celle de l'AS7G, au début du temps de maintien, mais reste à une valeur plus élevée par la suite. L'AS7U3G, qui part pourtant d'une valeur peu élevée, est le plus stable de tous les alliages, sa dureté devient donc rapidement plus forte que les autres. Enfin, comme constaté précédemment, l'AS7UG est intermédiaire entre les alliages au magnésium et l'AS7U3G.

La figure II.5 représente les mêmes valeurs mais avec une échelle logarithmique pour le temps; elle permet de confirmer les tendances observées, mis à part le fait que l'AS7UG T7 ne semble plus intermédiaire mais plutôt proche de l'AS7U3G.



Fig. II.4 – Comparaison de la microdureté des 4 alliages à (1) 180 (2) 200 et (3) $220^{\circ}C$.



Fig. II.5 – Microdureté des 4 alliages en fonction du logarithme du temps à (1) 200 et (2) $220^{\circ}C$.

II.3 Description des moyens d'essais mécaniques

Pour caractériser le comportement en fatigue des divers matériaux, et identifier l'effet du vieillissement sur le comportement macroscopique, nous avons réalisé des essais de fatigue oligocyclique (déformations plastiques plus ou moins importantes à chaque cycle, durée de vie réduite : $< 10^6$ cycles), isothermes et anisothermes.

II.3.1 Fatigue isotherme

a) Installation

Les essais de fatigue oligocyclique isothermes ont été réalisés en partie au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris (CDM) et en partie à l'Université de Technologie de Compiègne (UTC). Les essais réalisés au CDM sont conduits sur une MTS 25 tonnes servohydraulique en contrôle de déformation totale par l'intermédiaire d'un extensomètre (base de mesure : 10 mm) développé au laboratoire, la liaison capteur-éprouvette étant réalisée par deux tiges d'alumine qui transmettent l'allongement ou la contraction de l'éprouvette à un capteur constitué d'une jauge de déformation étalonnée. Le tout est monté sur un support fixé sur la tête d'amarrage immobile de la machine d'essai. Le chauffage de l'éprouvette est assuré par un four à image trois zones à lampes infra-rouge. La régulation est assurée par un boîtier Eurotherm relié à un thermocouple de type chromel-alumel soudé à l'éprouvette. L'acquisition numérique se fait grâce au logiciel ATS commercialisé par Sisma. On utilise l'éprouvette de fatigue oligocyclique représentée sur la figure II.6.

Les essais réalisés à l'UTC sont conduits sur une MAYES electro-mécanique, soit en déformation totale imposée, soit en déformation plastique imposée. Le chauffage se fait par un four à résistances. L'incidence du temps de chauffage du four a été jugée négligeable. L'acquisition numérique se fait sur Excel. L'éprouvette est vissée sur les lignes.



Fig. II.6 – Eprouvette de fatigue oligocyclique isotherme utilisée pour les essais réalisés au CDM.

b) Conditions expérimentales



Fig. II.7 – Cycle de fatigue Fig. II.8 – Cycle de fatigue avec temps de maintien

Les essais réalisés en déformation totale imposée sont symétriques en traction et compression, avec une vitesse de sollicitation $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} s^{-1}$ ce qui correspond à une vitesse de chargement courante, ou $2.10^{-5} s^{-1}$ pour caractériser l'effet de la vitesse de sollicitation. Les essais réalisés en déformation plastique imposée sont convertis en déformation totale (celle-ci étant variable, on donne sa valeur à mi-durée de vie).

Les essais de fatigue LCF sont effectués à divers niveaux de déformation, de température, de vieillissement, avec ou sans temps de maintien. Les cycles triangulaires de fatigue ou avec temps de maintien en traction ou compression pour les essais de fatigue-relaxation (figure II.7 et II.8) ont été effectués dans les mêmes conditions que (NICOULEAU-BOURLES E., 1999).

c) Détermination de la durée de vie

On identifie le nombre de cycles à rupture en portant la contrainte σ en MPa en fonction du temps. La durée d'un cycle est connue puisque nous sommes à vitesse et amplitude de déformation connues. On définit le nombre de cycles à rupture par une chute de contrainte maximale mesurée de 10% par rapport à la valeur que l'on aurait mesurée avec une évolution linéaire, voir par exemple la figure II.9.



Fig. II.9 – Détermination du nombre de cycles à rupture (T=250°C, $\Delta \epsilon = \pm 0.7\%$, état T7).

Une autre technique utilisée est de vérifier que le module d'Young ne varie pas au cours de l'essai, ce qui est significatif de l'amorçage d'une fissure entraînant une diminution de la section de l'éprouvette.

II.3.2 Fatigue anisotherme

Nous avons vu en introduction que la température dans les culasses au niveau du pontet inter-soupape passe rapidement de 20°C à environ 280°C pour la puissance maximale. Du côté de la chambre d'eau, la température se stabilise aux alentours de 100°C. Ce gradient thermique se produit sur une épaisseur de quelques millimètres entraînant des contraintes de fatigue thermomécanique élevées.

a) Installation

On utilise le montage "passif" (sans hydraulique asservie) représenté sur les figures II.10 (a) et (b). Il est composé de trois ressorts disposés à 120° et de trois colonnes rigides.

A partir de ce montage, on cherche pour des cycles de température imposée, à créer des cycles thermomécaniques représentatifs des conditions du pontet, le but final étant de valider et d'affiner les paramètres discrets de comportement et d'endommagement obtenus par les essais isothermes sur un chargement anisotherme et continu.



Fig. II.10 – (a) Vue du montage avec une éprouvette au magnésium menée à rupture, l'extensomètre et son support, l'ensemble ressorts, plateaux et colonnes, le nouveau four optique 2 lobes (b) Schéma descriptif, (NICOULEAU-BOURLES E., 1999)

Cette installation a été initialement développée à l'ONERA pour caractériser un super alliage à base nickel (Cailletaud et al., 1981). Le type d'éprouvette utilisé est représenté sur les figures II.11 (a) et (b). La longueur de l'éprouvette, si elle n'est pas exactement de 116 mm, peut conduire à des pré-contraintes lors du montage, qui peuvent dans certains cas persister en cours d'essai et expliquer en partie la dispersion expérimentale.

Les têtes de l'éprouvette sont refroidies par un circuit d'eau traversant les brides d'ancrage de l'installation pour éviter toute déformation plastique hors de la base de mesure.

Un four a été spécialement développé dans le cadre de cette étude pour s'adapter aux alliages d'aluminium. Il sera présenté dans le paragraphe suivant.

La mesure de la déformation locale est assurée par un extensomètre à couteaux d'alumine, maintenu horizontal par un support souple à ressorts (figure II.10(a)), lui-même relié au plateau inférieur par une équerre. L'extensomètre est étalonné à froid à l'aide d'un comparateur. Sa base de mesure est de 10 mm.



Fig. II.11 – (a) Vue de l'éprouvette de fatigue thermomécanique, (b) dimensions.

Ce montage (figure II.10(b)) est un système "3 barres" où l'éprouvette (1), est bridée à ses deux extrémités sur des plateaux en acier (2) et chauffée par le four à lampes (6)(voir paragraphe b)). La dilatation est en partie empêchée par les ressorts en acier (3) qui imposent un effort de compression pendant le chauffage et induisent alors des déformations viscoplastiques négatives. Lors du refroidissement, l'éprouvette, qui s'est contractée, se retrouve en traction sur les colonnes (4) après la mise en place de cales (5) (voir également fig II.12(a)) pour permettre le contact entre la colonne supérieure et inférieure. Il s'agit donc d'un montage de fatigue thermomécanique hors-phase, souple en température (compression sur les ressorts) et rigide à froid (traction sur les colonnes).



Fig. II.12 – (a) Vue de deux demi-colonnes en contact avec une cale, à gauche le nouveau four optique à deux lobes et à droite une éprouvette au magnésium cyclée à rupture (b) Vue du socle inférieur avec les ressorts, les demi-colonnes et l'ancien four à 4 ampoules horizontales.

Lors d'une utilisation pour des super-alliages (Cailletaud et al., 1981), la hauteur des cales insérées permettait de modifier les contraintes à froid. Pour les alliages d'aluminium, les cales ne sont pas un véritable paramètre d'essai. Plus elles sont longues et plus le contact avec les colonnes se produit tôt, provoquant un déplacement des boucles contrainte-déformation sur l'axe des déformations, à contrainte moyenne constante.

Comme pour les essais isothermes, l'acquisition est numérisée (logiciel Notebook) et la régulation de température se fait par un Eurotherm relié à un thermocouple chromel-alumel. Les ressorts et les colonnes sont équipés de jauges de déformation. Les ressorts ont été étalonnés *simultanément* sur une machine hydraulique de traction/compression alors que les colonnes ont été montées *séparément* sur la machine d'essai. L'effort global sera donc la moyenne des efforts des trois ressorts ajoutée à la somme des efforts des trois colonnettes.

On peut ainsi remonter à l'effort dans l'éprouvette :

$$F^{ep} + F^r + F^c = 0 \tag{II.1}$$

Les barreaux dans lesquels sont usinées les éprouvettes ont la même microstructure (en particulier, SDAS identique) que le pontet intersoupapes de la culasse.



Fig. II.13 – (a) Décomposition d'un cycle de chargement : déplacement total u^T , thermique u^{th} , mécanique u^m (b) gradient dynamique du four deux lobes.

Voici comment de décompose un cycle thermique (cf fig II.13(b)) :

- lors de la mise en chauffe, l'éprouvette se dilate mais son allongement est empêché par la rigidité des ressorts, elle se retrouve en compression, avec de fortes contraintes et se raccourcit par déformation élastoviscoplastique;
- lors du temps de maintien, les contraintes se relaxent et la température élevée active un vieillissement rapide qui implique une chute progressive des propriétés mécaniques de l'allliage;
- au cours de la descente en température, l'éprouvette se rétracte jusqu'à ce que les colonnes supérieures viennent buter sur les cales;
- lors du contact sur les cales, la longueur du système est pratiquement imposée et l'éprouvette qui doit rester à longueur constante, passe en traction.

Après avoir retiré la dilatation thermique $(\alpha \Delta T)$ aux déformations totales mesurées sur l'extensomètre, on peut tracer des boucles contrainte/déformation mécanique comparables aux essais isothermes.

b) Conception et mise au point d'un four optique à deux lobes

Pour des raisons d'encombrement, un premier four avait été conçu pour recevoir des ampoules halogènes horizontales, ??. L'éprouvette étant verticale, le rendement était faible et il fallait 4 ampoules de 100W fonctionnant à la tension maximale (220V) pour espérer chauffer l'éprouvette à 300°C, car l'aluminium, très conducteur, évacue facilement la chaleur par les têtes d'amarrage refroidies par la circulation d'eau. Les ampoules du four se chauffant mutuellement, elles finissaient par s'endommager, ce qui provoquait des anomalies puisque l'on n'atteignait plus la température de consigne et que l'essai se trouvait ainsi régulièrement interrompu.

Nous avons donc entrepris la conception d'un nouveau four à deux lobes placés à 120° (la place du troisième lobe étant prise par l'extensomètre), contenant chacun une ampoule de 100W située au foyer d'une ellipse, l'éprouvette se situant à l'autre foyer. Les deux lobes elliptiques ont donc un foyer commun, celui où se trouve l'éprouvette. Ce système optique permet d'obtenir un très bon rendement puisqu'avec deux ampoules au lieu de quatre, la tension n'atteint que 140V lorsque la température est stabilisée à 300°C. Par suite, la tenue des ampoules à chaud s'en trouve grandement améliorée. Il faut en revanche prendre la précaution d'enduire l'éprouvette de peinture noire haute température, afin d'éviter le réfléchissement du rayonnement des lampes sur la surface brillante de celle-ci.

Les plans et deux photos du four sont présentés sur les figures II.14 (a) et (b) et II.15 (a) et (b).



Fig. II.14 - (a) Plan du four en 2D (b) en 3D.

c) Conditions expérimentales

L'étalonnage du four se fait en positionnant une série de thermocouples le long de l'éprouvette (cinq themocouples répartis sur 30 mm). Sur la base de mesure de l'extensomètre, pour une consigne de 300°C, le gradient obtenu est de 10 à 15°C. Si l'on considère le fût de l'éprouvette dans sa globalité, on obtient jusqu'à 30°C d'écart en dynamique (cf fig II.13(a)). Ce gradient est relativement faible grâce à la diffusivité thermique élevée de l'aluminium, mais son influence sur le comportement du matériau est importante surtout pour les alliages sans cuivre.

On commence par chauffer linéairement de 20 à 280° C en 40 s puis on ralentit la chauffe pour permettre l'homogénéisation et éviter de dépasser la consigne (280 à 300° C en 20 s), puis on effectue un palier à 300° C pendant 2 minutes et enfin on laisse refroidir naturellement jusqu'à 40° C en 5 minutes. Un cycle dure donc 8 minutes.



Fig. II.15 -(a) Photo du dessous d'un demi-four avec le système de glissière pour l'ouverture, le circuit de refroidissement et le plot de contact de l'ampoule, (b) vue du lobe elliptique poli en aluminium.

d) Résultats préliminaires

Les résultats de comportement et de durée de vie obtenus sur cette installation sont reportés dans les chapitres suivants, V.1. Seules quelques constations expérimentales notables utiles à la compréhension du document sont présentées dans ce paragraphe.

Les essais menés sur cette installation mettent en évidence un phénomène de striction des extrémités de la base de mesure des éprouvettes au magnésium et un gonflement en tonneau (aussi appelé *barreling* ou *build* -up) dans la zone centrale, ce qui n'est pas le cas pour les alliages au cuivre. Ceci est illustré sur les figures II.16 et II.17.



Fig. II.16 - (a) Vue du gonflement en tonneau et de la striction sur une éprouvette d'AS7G T7 cyclée à rupture (b) fractographie optique de la même éprouvette.



Fig. II.17 - (a) Eprouvette au magnésium cyclée à rupture, comparée à (b) une au cuivre, dans les mêmes conditions et à nombre de cycles équivalent.

Ce phénomène a déjè été observé par ailleurs¹, lors d'essais de fatigue thermomécaniques sur des alliages de fer, figure II.18.

Une simulation très simplifiée du gonflement en tonneau sur 3 éléments de volume, ainsi qu'une simulation plus poussée en éléments finis sur une éprouvette axisymétrique seront présentées au paragraphe V.1.3.

II.3.3 Essais réalisés

Les tableaux II.5 à II.8 résument les entrées de la base expérimentale réalisée en conditions isothermes pour les différents matériaux de l'étude. Elle se compose de 350 essais environ. Un certain nombre d'entre eux ont servi à l'identification du comportement, puis ils ont été menés jusqu'à rupture. Ils figurent dans ce cas dans la base de donnée endommagement , annexe A.2. Les autres, ceux qui sont présentés dans ce qui suit, ont servi exclusivement à l'identification du comportement, en prenant en compte le vieillissement. R définit un essai de relaxation, la valeur de a est parfois remplacée par le temps (h) et la température (C) de vieillissement. Des exemples de résultats sont fournis au paragraphe IV.2 en même temps que leur simulation. Les essais issus de la littérature ne sont pas reportés dans ces tableaux. Une description plus systèmatique est reportée dans l'annexe confidentielle A.2.

¹[K.S. Sheffler, "Vacuum Thermal-Mechanical Fatigue Testing of Two Iron Base High Temperature Alloys", NASA-CR-134524, 1974] cité dans : [L.F. Coffin, "Fatigue at high temperature", in "Fracture 1977", vol. 1, ICF4, Waterloo, Canada, 1977], ainsi que (MEYER P., HOTTEBART P., MALLETROIT P., MASSINON D., CLUMAIL F., 1994)



Fig. II.18 – Principe du gonflement en tonneau et de la striction lors d'essais de fatigue thermo-mécanique en-phase et hors-phase issus de [K.S. Sheffler, "Vacuum Thermal-Mechanical Fatigue Testing of Two Iron Base High Temperature Alloys", NASA-CR-134524, 1974].

Т	a_{ini}	$\Delta arepsilon^t$
°C		$.10^{-2}$
	0	0.3, 0.4, 0.5, 0.7
20	90h-170C, 460h-170C, 100h-180C, 200h-180C, 1000h-180C	0.5
	1500h-180C, 24h-200C, 280h-200C, 1000h-200C, 100h-250C	0.5
	1	0.4
	0	0.3, 0.4, 0.5, 0.7
100	90h-170C, 460h-170C, 100h-180C, 200h-180C, 1000h-180C	0.5
	1500h-180C, 24h-200C, 280h-200C, 1000h-200C, 100h-250C	0.5
	1	0.5
	0	0.5
140	90h-170C, 460h-170C, 100h-180C, 200h-180C, 1000h-180C	0.5
	1500h-180C, 24h-200C, 280h-200C, 1000h-200C, 100h-250C	0.5
	1	0.5
	0	0.5
140	90h-170C, 460h-170C, 100h-180C, 200h-180C, 1000h-180C	0.5
	1500h-180C, 24h-200C, 280h-200C, 1000h-200C, 100h-250C	0.5
	1	0.5
	0	0.3, 0.4, 0.5, R-0.5, 0.7, 0.8
180	90h-170C, 460h-170C, 100h-180C, 200h-180C, 1000h-180C	0.5
	1500h-180C, 24h-200C, 280h-200C, 1000h-200C, 100h-250C	0.5
	1	0.5
	0	0.5
200	90h-170C, 460h-170C, 100h-180C, 200h-180C, 1000h-180C	0.5
	1500h-180C, 24h-200C, 280h-200C, 1000h-200C, 100h-250C	0.5
	1	0.5
	0	0.5
210	90h-170C, 460h-170C, 100h-180C, 200h-180C, 1000h-180C	0.5
	1500h-180C, 24h-200C, 280h-200C, 1000h-200C, 100h-250C	0.5
	1	0.5
	0	0.5, 0.7, 1, R-1
250	90h-170C, 460h-170C, 100h-180C, 200h-180C, 1000h-180C	0.5
	1500h-180C, 24h-200C, 280h-200C, 1000h-200C, 100h-250C	0.5
	1	0.5, R-1
	0	0.3, 0.4, R-0.5
300	90h-170C, 460h-170C, 100h-180C, 200h-180C, 1000h-180C	0.5
	1500h-180C, 24h-200C, 280h-200C, 1000h-200C, 100h-250C	0.5
	1	0.5, 0.7, 0.8, R-0.5

Tab. II.5 – Résumé des essais de comportement en conditions isothermes pour l'AS7G T7.

Т	a_{ini}	$\Delta \varepsilon^t$
°C		$.10^{-2}$
20	0	0.3, 0.5
	100h180C, 100h200C, 100h250C, 16h300C,	0.5
	15h250C	0.3
100	0	0.3, 0.5
	100h180C, 100h200C, 100h250C, 16h300C,	0.5
	15h250C	0.3
140	0	0.3, 0.5
	100h180C, 100h200C, 100h250C, 16h300C,	0.5
	15h250C	0.3
160	0	0.3, 0.5
	100h180C, 100h200C, 100h250C, 16h300C,	0.5
	15h250C	0.3
180	0	0.3, 0.5
	100h180C, 100h200C, 100h250C, 16h300C,	0.5
	15h250C	0.3
200	0	0.3, 0.5
	100h180C, 100h200C, 100h250C, 16h300C,	0.5
	15h250C	0.3
	16h300C	R-0.5
210	0	0.3, 0.5
	100h180C, 100h200C, 100h250C, 16h300C,	0.5
	15h250C	0.3
250	0	0.3, 0.5
	100h180C, 100h200C, 100h250C, 16h300C,	0.5
	15h250C	0.3
	16h300C	R-0.5
300	0	0.3, 0.5
	100h180C, 100h200C, 100h250C, 16h300C,	0.5
	15h250C	0.3
	16h300C	R-0.5

Tab. II.6 – Résumé des essais de comportement en conditions isothermes pour l'AS10G T7.

T	a_{ini}	$\Delta arepsilon^{\iota}$
°C		$.10^{-2}$
20	0	0.2, 0.3, 0.4, 0.5, 0.6, 0.7
100	0	0.3, 0.4, 0.5-2v
	0	R-0.5, 0.4, 0.25, 0.3-2v,
200	0.5	R-0.5,
	175h200C	0.4
220	0	0.4
250	0	0.2, 0.3, 0.4, R-0.5, 0.5-2v
	170h250C, 310h280C, 185h320C	0.4
280	0	$0.25, 0.35, 0.4-2v, 0.5, 0.5vit, R-0.5, 0.5(R_{\varepsilon}=0)$
	140h280C	0.25
320	0	0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5
	100h320C	0.4, 0.5, R-0.5, 0.5-2v

Tab. II.7 – Résumé des essais de comportement en conditions isothermes pour l'AS7U3G T5, dont une partie provient de (NICOULEAU-BOURLES E., 1999), 2v désigne un essai avec deux vitesses différentes par cycle $(10^{-2} \text{ et } 10^{-3} \text{s}^{-1})$, vit désigne un essai à 10^{-2}s^{-1} .

Т	a_{ini}	$\Delta \varepsilon^t$
$^{\circ}\mathrm{C}$		$.10^{-2}$
20	0	0.3
	1	0.3
100	0	0.3
	1	0.3
180	0	R-0.4
200	0	0.3, 0.4
	1	0.3, R-0.4
250	0	R-0.4
300	0	0.3, 0.4, R-0.4
	1	0.3

Tab. II.8 – Résumé des essais de comportement en conditions isothermes pour l'AS7UG T7.

II.4 Bilan

Le vieillissement des divers alliages de l'étude a été caractérisé grâce à des essais de dureté. Le niveau du palier asymptotique du vieillissement pour les précipités Al_2Cu dépend uniquement de la température, alors que celui des précipités Mg_2Si dépend uniquement du temps au-delà de 160°C. Le vieillissement maximum est donc atteint aux alentours de 300°C pour les alliages au cuivre, de 160°C pour ceux au magnésium et de 220°C pour l'AS7UG. Les alliages contenant des précipités Al_2Cu vieillissent globalement moins que les alliages contenant des Mg_2Si. Le vieillissement de l'AS7UG est intermédiaire entre les deux types d'alliages.

Les essais oligocycliques ont permis de caractériser l'effet du vieillissement sur le comportement mécanique des six alliages. Ils forment la base d'identification du modéle de comportement mais également du modèle d'endommagement. Les essais de fatigue thermo-mécanique menés sur l'installation anisotherme 3-barres ont mis en évidence le phénomène de mise en tonneau de la base de mesure et de striction de ses extrémités pour les éprouvettes au magnésium.

Chapitre -III-Etude microstructurale

Les alliages de fonderie étudiés appartiennent à deux grandes familles d'alliages : ceux au cuivre (AS7U3G T5, AS5U3G T5 et T6) et ceux au magnésium (AS7G T7 et AS10G T7). Ces alliages sont couramment utilisés par les constructeurs et les fondeurs pour apporter des solutions matériau à des problèmes de tenue des culasses en service. En dehors de la qualité métallurgique de l'alliage dans la culasse (grade, DAS, limitation des défauts de fonderie, affinage), la modification de la composition chimique peut permettre de conserver l'architecture de la culasse tout en solutionnant les problèmes de rupture prématurée. Mais l'augmentation constante de la puissance unitaire spécifique des moteurs va forcément prendre en défaut les compositions chimiques utilisées actuellement. Le but de cette partie est de caractériser les systèmes durcissants mis en jeux, par plusieurs techniques afin de mieux comprendre l'influence de l'évolution de la microstructure sur la structure globale et d'être capable de mettre en évidence l'existence et les performances d'autres systèmes, ou plus simplement d'autres compositions. La finalité serait d'être capable de répondre rapidement à un problème particulier des constructeurs par une solution matériau adaptée.

Nous présentons dans cette partie les observations menées au MEB pour vérifier le mode de rupture des éprouvettes isothermes sur des fractographies, au MET et en analyse d'image pour caractériser les diverses phases de la microstructure, en DSC pour déterminer l'évolution dynamique de cette précipitation et sa stabilité, ainsi que des simulations effectuées sur le logiciel Thermo - calc à l'Ecole des Mines de Nancy, qui ont confirmé l'existence d'une troisième famille de précipités pour une composition intermédiaire en cuivre.

III.1 Fractographies

III.1.1 Faciès de référence

Afin de déterminer les mécanismes de rupture de nos éprouvettes, nous avons pris pour référence les images MEB des articles de (DUMONT D., DESCHAMPS A., BRECHET Y., 2003) et (TIRYAKIOGLU M., CAMPBELL J., STALEY J.T., 2003), voir figures III.1, III.2 et III.3.

III.1.2 Faciès observés

La figure III.4 montre l'aspect général de faciès de rupture obtenus en fatigue. A froid, la rupture est ductile pour l'eutectique et quasiment fragile pour la dendrite (coupure nette



Fig. III.1 – Fractographies de l'AS7G, (TIRYAKIOGLU M., CAMPBELL J., STALEY J.T., 2003)



Fig. III.2 – (a) Rupture sur pores (b) Rupture sur particule de Si, (TIRYAKIOGLU M., CAMPBELL J., STALEY J.T., 2003)

avant rupture). A chaud, la rupture est purement ductile (figure III.5(a)), avec un faciès encapsulé caractéristique de la déformation plastique juste avant la rupture, accompagné de stries de fatigue, figure III.6(a). Les zones oxydées sont les zones à partir desquelles il y a propagation stable de la fissure. Des globules de silicium sont observés au fond des cupules, figure III.7 et III.8. Selon la taille de ces cupules (10 à $50\mu m$), on peut supposer qu'il s'agit d'une fissuration intradendritique sur des petits globules de Si ou bien interdendritique, résultant de la décohésion des gros globules de silicium eutectiques. Bien que les procédés de fonderie soient optimisés pour minimiser la concentration de micro-défauts, ceux-ci sont inévitables et provoquent des amorçages subsurfaciques le plus souvent sur des peaux d'oxyde, figure III.9 et III.10(a), accompagnées de pores dus à une malvenue (l'oxyde empêche le métal en fusion de combler les cavités à la solidification), figures III.11 et III.10(b). Nous avons également observé des zones d'amorçage sur des pores seuls produits par le retrait de solidification (figure III.12 et III.13(a)) ou l'hydrogène (figure III.14 et III.6(b)), ainsi que sur des intermétalliques (figure III.15). Rarement, la cause de la rupture a été la décohésion d'un silicium (voir chapitre I.8.1). Ce phénomène se produit plutôt lors de la propagation qu'à l'amorçage, figure III.5(b), ou lors de l'amorçage sur bandes de glissement. Nous avons également pu observer des terrasses de solidification, dues aux étapes de progression du front de solidification et aux contraintes cristallographiques de croissance du cristal, figure III.16 et III.13(b).

A ce stade de l'étude, on choisi de ne pas prendre en compte ces aspects physiques et de se placer à santé métallurgique constante. Le modèle d'amorçage macroscopique se place à



Fig. III.3 – Fractographies de l'AS7G (a) Rupture sur intermétallique (b) Rupture ductile (c) Rupture ductile par cisaillement (d) Rupture intergranulaire, (DUMONT D., DESCHAMPS A., BRECHET Y., 2003)

l'échelle de quelques centaines de micromètres et les défauts qui provoquent de la dispersion, surtout à froid, ne seront pas pris en compte.



Fig. III.4 – (a) Vue globale du faciès d'un AS7G T7 (1%, 180°C, $a_{ini}=0$, 175 cycles). (b) Faciès de rupture à 100°C de l'AS7UG T7, zone d'amorçage.



Fig. III.5 – (a) Défaut ayant donné lieu à une décohésion de particules de silicium (b) Vue d'une déchirure ductile sur l'AS10G T7 (0.3%, 180° C, $a_{ini}=0$, 9200 cycles).



Fig. III.6 – (a) Vue de stries de fatigue en électrons rétro-diffusés dans un AS7G T7 (1%, 180°C, $a_{ini}=0$, 175 cycles) (b) pore dû à l'hydrogène ayant provoqué une fissure, AS5U3G T5 (0.3%, 200°C, $a_{ini}=0$, 1300 cycles).



Fig. III.7 – (a) et (b) Vue des cupules de rupture ductile à 100° C sur l'AS7UG T7 à deux grandissements.



Fig. III.8 – (a) et (b) Vue des cupules de rupture ductile à 300° C sur l'AS7UG T7 à deux grandissements.



Fig. III.9 – (a) et (b) Peau d'oxyde dans l'AS10G T7 (0.3%, 180°C, $a_{ini}=0, 9200$ cycles).



Fig. III.10 – (a) Peau d'oxyde dans l'AS7UG T7 à 300°C , (b) por
e dans la zone d'amorçage à 300°C de l'AS7UG T7.



Fig. III.11 – (a) Vue d'un faciès mettant en évidence un pore subsurfacique dans la zone d'amorçage (b) le même pore à plus fort grandissement, mettant en évidence une peau d'oxyde à sa droite pour un AS7G T7 (1%, 180°C, $a_{ini}=0$, 175 cycles).



Fig. III.12 – (a) et (b) Vue d'un porc de retrait de solidication dans la zone d'amorçage, AS5U3G T5 (0.3%, 200° C, $a_{ini}=0$, 1300 cycles).



Fig. III.13 – (a) Vue de l'intérieur d'un pore et des bras de dendrite secondaires débouchants (b) terrasses de solidification pour un AS5U3G T5 (0.3%, 200° C, $a_{ini}=0$, 1300 cycles).



Fig. III.14 – (a) Pores dûs à l'hydrogène ou à un arrachement de silicium (b) un de ces pores à plus fort grandissement pour l'AS10G T7 (0.3%, 180° C, $a_{ini}=0$, 9200 cycles).



Fig. III.15 – Mise en évidence d'intermétalliques dans l'alliage AS7UG T7 sur un faciès poli.



Fig. III.16 – (a) et (b) Terrasses de solidification sur un AS5U3G T5 (0.3%, 200° C, $a_{ini}=0$, 1300 cycles).

III.2 Caractérisation de l'eutectique et du silicium dendritique (AS7G-AS10G)

Cette étude a été menée sur les alliages au magnésium car l'influence de la phase silicium sur ces alliages est de première importance. Après avoir effectué de nombreux clichés MET (paragraphe III.3.2), nous avons procédé au comptage des globules de silicium, eutectiques et dendritiques¹ Ces derniers sont le résultat de la décomposition des précipités Mg₂Si de la phase α lors du vieillissement en température ². Ils sont moins durcissants que les précipités Mg₂Si mais sont prépondérants sur la globalité de la durée de vie de la culasse.

III.2.1 Fraction de phase eutectique

Avant de réaliser les comptages, nous avons mesuré sur diverses micrographies la proportion relative des différentes phases. Nous avons utilisé plusieurs logiciels comme Optilab, Matrox, Scion et Aphellion (figures III.17 et III.18) afin de vérifier la robustesse de ces méthodes d'analyse. La proportion de phase eutectique dans l'AS10G est nettement plus importante que pour l'AS7G, les mesures donnent en effet 50.6% de moyenne pour le premier contre 41.2% pour le second, alors que la règle des segments inverses sur le diagramme binaire Al-Si donnent théoriquement 76.9% et 49.3%. Cette différence s'explique par le fait que les alliages sont en réalité multi-phasés et qu'ils n'ont pas subi un refroidissement quasi-statique (succession d'états d'équilibre).



Fig. III.17 – Micrographie MEB de l'AS7G T7 et représentation du constituant eutectique en noir.



Fig. III.18 – Micrographie MEB de l'AS10G T7 et représentation du constituant eutectique en noir.

 $^{^1\}mathrm{Avec}$ l'aide de deux étudiantes de l'UTC : M. FLEURY et C. GRIMAULT

 $^{^{2}}ssss \rightarrow GP(I) \rightarrow \beta'' \rightarrow \beta' + Si + autres \rightarrow \beta + Si$, (Gupta A.K., Lloyd D.J., Court S.A., 2001)

III.2.2 Les Si eutectiques

a) Comptage et classification par taille

La mesure de la taille des Si eutectiques sur des coupes de chaque alliage permet de donner une répartition en nombre de ces particules par classes de surface (figure III.19 (a) et (b)). La surface moyenne des particules est de 9.38 μ m² pour l'AS10G et 9.71 μ m² pour l'AS7G, et il y a 995 particules/mm² pour le premier et 911 particules/mm² pour le second. Les particules de l'AS7G sont évidemment moins nombreuses au total que dans l'AS10G, en revanche la répartition des surfaces pour l'AS7G est légèrement plus étalée, dénotant d'une plus grande dispersion en taille. Il n'est malheureusement pas possible de savoir si ceci est dû à une légère différence de traitement thermique ou bien à un réel effet de composition chimique.

En considérant, en première approximation, une épaisseur de lame de 100 nm, on obtient une fraction volumique de l'ordre de 1% pour les précipités de silicium dendritique.



log (surface des globules de Si)

Fig. III.19 - Répartition en nombre par taille (surface) des Si eutectiques, échelle logarithmique.

b) Facteur d'élongation

Egalement appelé facteur d'élancement, le facteur d'élongation est le rapport de la longueur sur la largeur des particules (figure III.20). Les mesures donnent une moyenne de 1.597 pour l'AS7G et 1.550 pour l'AS10G, ce qui tend à confirmer que la microstructure eutectique de l'AS10G est plus fine.

III.2.3 Les Si dendritiques

Cette partie concerne principalement l'AS7G, sur lequel ont été menées la plupart des mesures de Si dendritiques (figure III.21). Elle utilise les clichés MET exposés au paragraphe III.3.2. Les paramètres géométriques des différents précipités ont été obtenus pour des populations d'au moins 1000 particules. La conversion d'une distribution bidimensionnelle (cliché) en distribution tridimensionnelle se fait selon l'analyse de (SHAH D., ALTSTETTER C., 1976), en se basant sur la méthode de (DE HOFF R.T., RHINES F.N., 1972) et (UNDERWOOD E.E., 1970). En effet, les particules qui se trouvent sur les faces supérieure et inférieure de la lame mince peuvent avoir été coupées lors de sa préparation, ce qui favorise les faibles diamètres.



Facteur d'élongation des globules de Si

Fig. III.20 – Répartition en nombre par facteur d'élongation des Si eutectiques.



Fig. III.21 – Représentation des Si dendritiques en noir pour l'AS7G T7 après 300h à 200° C.

a) Comptage et classification par taille

Comme précédemment, la mesure de la taille des Si dendritiques permet de donner leur répartition par classes de surface (figure III.22 (a) et (b)). Après 300h à 200°C, la surface moyenne obtenue est de $3.54\mu m^2$ et il y a environ 38 particules/ μm^2 . En comparaison avec les Si eutectiques, on voit clairement que le nombre de Si dendritiques par unité de surface est bien plus élevé et leur taille bien plus faible, ce qui confirme qu'ils sont issus d'une précipitation plus fine.

b) Facteur d'élongation

La répartition par facteur d'élongation des Si dendritiques (figure III.23) montre qu'ils ont la même forme que les Si eutectiques. Le pourcentage surfacique de Si dendritiques est constant et vaut environ 14%.



Fig. III.22 – Répartition en nombre par taille (surface) des Si dendritiques de l'AS7G T7, échelle logarithmique.



Fig. III.23 – Répartition en nombre par facteur d'élongation des Si dendritiques de l'AS7G T7.



Fig. III.24 – Rayon moyen (en mm) des Si dendritiques de l'AS7G T7 pour divers temps de revenu à 200 et 220° C.

c) Bilan

Pour construire un modèle de comportement mécanique avec vieillissement sur des bases physiques, il est nécessaire d'inclure dans la modélisation l'effet de la distribution de taille des particules responsables du durcissement structural. L'influence du temps de maintien en température sur les Si dendritiques est exposée sur la figure III.24. Il semble que ceux-ci finissent par atteindre un rayon moyen maximal (cf point à 2000h, 220°C), pour lequel la coalescence des précipités est fortement ralentie car l'état d'équilibre est quasiment atteint et que la zone de déplétion en Si atomique autour du nodule forme une barrière à la diffusion. Dans tous les cas le pourcentage surfacique de Si dendritiques est constant, et comme leur taille augmente, il est logique que leur nombre diminue. Ceci signifie que les Si dendritiques subissent eux aussi le principe de la croissance/coalescence mais avec un effet moindre sur le durcissement global de l'alliage par rapport aux précipités Mg₂Si. Ceci permet d'expliquer les résultats des essais de dureté (paragraphe II.2.2) : au-delà de 160°C, les alliages au magnésium atteignent tous la même valeur asymptotique car cette valeur est régie par la limite de diffusion des atomes de silicium entourants les nodules de silicium dendritiques.

III.3 Microstructure, évolution et différences entre matériaux

Comme nous l'avons vu dans les précédents chapitres, les diverses phases durcissantes à prendre en compte pour nos alliages sont : θ , β , Q et de façon peu probable S. Le problème maintenant est de pouvoir les observer et les identifier avec certitude, voire même les quantifier. Nous disposons pour cela de plusieurs méthodes d'observation, qui, après recoupement, doivent lever les incertitudes. La première que nous allons présenter est la DSC.

III.3.1 Analyse des thermogrammes de DSC

Le principe de la DSC est de mesurer une variation de flux de chaleur entre un échantillon encapsulé et un blanc (qui sera la capsule vide), due à une transformation de phases lors d'un balayage en température. L'intervalle de température dans notre cas va de 20 à 600°C. On s'intéresse plus à la montée en température qu'à la descente, conformément à la littérature car l'état de précipitation n'est pas encore affecté. Les vitesses de balayage choisies sont typiquement : 5, 10, 20 et 40°C/min. Lors de la formation d'une phase, la variation de flux est exothermique et le thermogramme présente un pic. Lors d'une dissolution au contraire, la variation est endothermique et l'on observera un creux. L'aire du pic représente une enthalpie de formation (ou de dissolution). Chaque phase possède une enthalpie et une température de formation propre qui dépend de la vitesse de balayage.

a) Préparation des échantillons

Les barreaux d'aluminium sont découpés en rondelles de 5 à 8 mm d'épaisseur. Elles sont ensuite tronçonnées en lames de dimensions 20mm X 5mm X 0.5mm, elles-même découpées en petits carrés de 5mm X 5mm X 0.5mm. Ces derniers sont arrondis mécaniquement et sertis dans une capsule en aluminium. L'ensemble pèse en général environ 70 mg, la capsule vide qui sert de référence environ 20 mg. Les deux capsules sont pesées exactement sur une balance de précision et leur poids est introduit dans l'ordinateur qui pilote l'essai de DSC.

b) Données de la littérature

En ce qui concerne les caractéristiques de DSC des précipités β et leurs précurseurs, nous nous sommes basés sur l'article de (STARINK M.J., ZAHRA A.M., 1998) où l'on relèvera les données suivantes (tab. III.1) :

effet	gamme de température (°C)	phase
exothermique	20	zone GP, formation β''
endothermique	40-100	dissolution zone GP
endothermique	80-140	dissolution β''
exothermique	180-290	formation β'
endothermique	200-300	dissolution β'
exothermique	280-330	$\beta' o \beta$
endothermique	330-430	dissolution β
endothermique	449-455	fusion β (si [Mg]=10% ou plus)

Tab. III.1 – Propriétés de DSC d'un alliage Al-Mg.

On y trouvera aussi des valeurs d'enthalpie de formation (15.7 kJ/mol pour β et 11.5 kJ/mol pour β') et d'énergie d'activation pour la formation de β' calculées selon la méthode

de Kissinger (WANG H.-R., GAO Y.-L., YE Y.-F., MIN G.-H., CHEN Y., TENG X.-Y., 2003)

$$Ln\frac{T^2}{v} = \frac{E_a}{RT} + cte \tag{III.1}$$

avec v la vitesse de balayage, R la constante des gaz parfaits et T la température spécifique. STARINK obtient 78 kJ/mol, ce qui est proche de celle de NOZATO [NOZATO R., ISHIHARA S., Trans, Japan Inst., No 21, pp 580, 1980] qui trouve 77 kJ/mol; mais pas de MOURIK [Van MOURIK P., MAASWINKEL P., de KEIJSER T.H., MITTEMEIJER E.J., J. Mater. Sci., No 24, pp 3779, 1989] qui trouve 90 kJ/mol.

c) Cas de l'AS10G

Etat F: Pour pouvoir interpréter les résultats de DSC et attribuer les pics obtenus à des transformations de phase, il est préférable d'avoir une idée préalable des événements probables. On supposera que l'état F (coulé et refroidi lentement) donne les mêmes précurseurs que l'état T4 mais en quantité moindre. En effet, à l'état F, on refroidit lentement, donc les éléments d'alliage sont rejetés à l'avant du front de solidification par chute de la solubilité dans la dendrite et ségrègent dans le liquide. A l'état T4, la trempe permet de figer la structure avec une solubilité maximale en éléments d'alliage dans la phase dendritique. Donc la seule différence entre ces deux états sera la teneur de la dendrite en éléments d'alliage et on s'attend à obtenir les mêmes précurseurs, à savoir des zones GP et des β'' . Comme leur quantité est très faible, on s'attend aussi à avoir des pics moins visibles. Les températures au delà de 500°C ne concernant que les intermétalliques et l'eutectique et celles en dessous de 100°C que les zones GP très peu stables, on ne s'intéressera qu'à la gamme 100-500°C. On sépare les pics endo et exothermiques et on relève leur température caractéristique, qui varie avec la vitesse de balayage. Cette température de transformation de phase dynamique n'est pas directement comparable avec ce qui se passe dans les culasses où les vitesses mises en jeu ne sont pas du tout les mêmes. Mais les informations apportées par ces essais sur la stabilité des phases et sur leur concentration dans l'alliage sont très utiles. Comme dans (STARINK M.J., ZAHRA A.M., 1998), on sépare transformation, germination et dissolution de phase. Pour éviter les erreurs, on vérifie que dans une même série de pics l'enthalpie (aire sous le pic) reste du même ordre de grandeur. On calcule alors les énergies d'activation de chaque série avec l'équation III.1. On présentera les résultats comme dans le tableau III.1 (cf tableau III.2). Les valeurs aberrantes ont été retirées et les grandissements permettant l'exploitation des pics les plus petits ne sont pas présentés. Les thermogrammes sont présentés en annexe A.1.

effet	température des pics	Energie d'activation	phase
	(°C)	$(\rm kJ/mol)$	
exothermique	252.9, 270.7, 279.6	111.7	$\beta'' \to \beta'$
exothermique	358.5, 376.7, 372.7	119.4	$\beta' \to \beta$
endothermique	398.7, 422.8, 441.3	117.2	dissolution des β

Tab. III.2 – Résultats de DSC de l'AS10G F.

Etat T4 : L'état T4 correspond à une mise en solution 5h à 540°C, trempé et maturé à l'ambiante. Il est communément admis que cet état correspond à la formation des zones GP et des β'' . Les résultats sont présentés dans le tableau III.3.

effet	température des pics	Energie d'activation	phase
	(°C)	(kJ/mol)	
exothermique	223.4, 236.2, 249.0, 266.2	100.3	$\beta'' \to \beta'$
exothermique	265.2, 282.0, 287.9, 305.3	128.5	formation β'
endothermique	290.4, 305.1, 316.6, 340.4	111.2	dissolution β'
exothermique	317.1, 333.9, 348.9, 367.5	120.6	$\beta' \to \beta$
endothermique	345.5, 370.2, 369.3, 390.4	144.9	dissolution β

Tab. III.3 – Résultats de DSC de l'AS10G T4.

Etat T7 : L'état T7 correspond à une mise en solution 5h à 540°C, trempé et revenu 5h à 200°C. Ce traitement correspond aux phases β'' et dans une moindre mesure β' . Les résultats présentés ici sont des estimations car nous n'avons pu faire que deux thermogrammes à 10 et 20 K/min, cf tableau III.4.

effet	température des pics	Energie d'activation	phase
	(°C)	(kJ/mol)	
exothermique	297.5, 308.5	160.*	formation β'
exothermique	358.6, 375.	132.5^{*}	$\beta' \to \beta$
endothermique	316.7, 357.5	112.8*	dissolution β'

Tab. III.4 – Résultats de DSC de l'AS10G T7. * = estimations.

Par rapport aux résultats obtenus pour cet alliage à l'état T4, on retrouve les mêmes gammes de températures spécifiques et d'énergies d'activation mais à partir d'un état de précipitation plus avancé. En effet, les transformations des β'' n'apparaît pas et l'on commence directement par la transformation des β' .

d) Cas de l'AS7G

Etat F : L'état F de cet alliage n'a pas été étudié. On pourra se reporter aux résultats de l'AS10G F au paragraphe c).

Etat T4 : Les résultats son	nt présentés	dans le	tableau	III.5.
-----------------------------	--------------	---------	---------	--------

effet température des pics		Energie d'activation	phase
	(°C)	$(\rm kJ/mol)$	
exothermique	238.4, 252.5, 263.2	117.3	$\beta'' \to \beta'$
exothermique	272.4, 284.5, 299.4	123.5	formation β'
endothermique	288.1, 301.2, 316.3, 333.2	120.4	dissolution β'
exothermique	317.5, 327.3, 341.2, 356.9	150.7	$\beta' \to \beta$

Tab. III.5 – Résultats de DSC de l'AS7G T4.

Les résultats obtenus sont très proches de ceux de l'AS10G T4 (tableau III.3), autant du point de vue des températures spécifiques que des énergies d'activation.

Etat T7 : Les résultats sont présentés dans le tableau III.6.

effet	température des pics	Energie d'activation	phase
	(°C)	(kJ/mol)	
exothermique	296.1, 306.8, 319.8	154.6	formation β'
exothermique	342.8,354.5,370.9	151.	$\beta' \to \beta$

Tab. III.6 – Résultats de DSC de l'AS7G T7.

A nouveau les résultats sont proches de ceux de l'AS10G T7, sauf que le pic de dissolution des β n'apparaît pas.

e) Cas de l'AS7U3G état T5

Le traitement T5, correspondant à un refroidissement contrôlé après coulée, donne un état de précipitation θ'' . A des vitesses de balayage semblables, une étude en DSC réalisée a l'UTC précédemment donne pour cet alliage (tableau III.7) :

effet	température des pics	Energie d'activation	phase
	(°C)	(kJ/mol)	
exothermique	225 à 250	117	formation θ'
exothermique	310 à 340	137	heta' o heta

Tab. III.7 – Résultats de DSC de l'AS7U3G T5.

Ceci est proche des résultats de SMITH [SMITH G.W., "Precipitation kinetics in an aircooled alloy : a comparison of scanning and isothermal calorimetry measurement methods", Thermochimica Acta, No 313, pp 27-36, 1998.] qui trouve une énergie d'activation Ea=104±6 kJ/mol pour la formation des θ' . Nous n'avons pas trouvé de référence pour le pic de formation des θ , ni pour la transition $\theta'' \to \theta'$. Les résultats obtenus pour cet alliage n'étant pas suffisamment nombreux, il nous servirons principalement à déterminer la présence éventuelle de cette phase dans l'AS7UG.

f) Cas de l'AS7UG

Etat F : Pour l'AS7UG, la nature des précipités durcissants n'est pas encore connue. On cherche donc en premier à retrouver des pics correspondant à des transformations connues (sur θ et β). Les éventuels pics supplémentaires seront attribués à une phase que l'on nommera Q, en supposant que les résultats des simulations sur Thermo-calc du paragaphe III.4 sont exactes. Les résultats sont présentés dans le tableau III.8.

effet	température des pics	Energie d'activation	phase
	$(^{\circ}C)$	$(\rm kJ/mol)$	
exothermique	255.6, 268.2, 280.8	127.7	$\beta'' \to \beta'$
exothermique	323.7, 333.5, 344.9	180.	$\beta' \to \beta$

Tab. III.8 – Résultats de DSC de l'AS7UG F.

Les pics observés correspondent à des Mg_2Si , on retrouve des températures spécifiques proches de celles de l'AS10G F mais avec des énergies d'activation plus élevées.

Etat T4 : Les résultats sont présentés dans le tableau III.9.

effet	température des pics	Energie d'activation	phase
	$(^{\circ}C)$	(kJ/mol)	
exothermique	236.3, 252.6, 264.3, 280.8	102.4	$\beta'' \to \beta'$
endothermique	255.5, 272.9, 283.6, 300.2	110.2	dissolution Q_c
exothermique	289.9, 304.1, 320.9	114.4	formation β'
endothermique	312.8, 320.3, 339.2	138.	dissolution β'
exothermique	330.1, 346.3, 370.4	100.	$\beta' \to \beta$
endothermique	368.2, 391.2, 408.9	111.5	dissolution β

Tab. III.9 – Résultats de DSC de l'AS7UG T4.

Les résultats sont encore assez proches de ceux de l'AS7G T4 et de l'AS10G T4, sauf qu'il y a apparition de pics supplémentaires que l'on attribue à une nouvelle phase supposée être Q ou bien son précurseur Qc, (CAYRON C., BUFFAT P.A., 2000). L'intensité de ces pics est très faible, ce qui rend leur exploitation assez compliquée et révèle une faible concentration de précipités. On se trouve sûrement à la limite de résolution de cette méthode. Malgré tout, ceci correspond assez bien avec les observations conduites au MET sur cet alliage (figure A.27).

Etat T7 : Les résultats sont présentés dans le tableau III.10.

effet	température des pics	Energie d'activation	phase
	(°C)	(kJ/mol)	
endothermique	240.4, 250.2, 260.7	146.7	dissolution Q_c
exothermique	268.5, 279.5, 288.5	165.3	formation β'
exothermique	313.6, 327.8, 339.9	147.	$\beta' \to \beta$
exothermique	376.9, 419.0, 421.5	81.	formation Q

Tab. III.10 – Résultats de DSC de l'AS7UG T7.

Ces dernières mesures confirment les remarques faites pour l'état T4 : certains des pics observés correspondent à des précipités Mg_2Si et les autres sont attribués à une phase supposée être Q. D'autre part, les températures spécifiques et les énergies d'activation semblent montrer une tendance des précipités Mg_2Si à être plus stables dans l'AS7UG que dans l'AS7G et dans l'AS10G.

g) Interprétation des résultats

Comparaison des thermogrammes de l'AS7G et de l'AS7UG : Afin de mieux mettre en évidence les différences et les similitudes entre les thermogrammes obtenus pour l'AS7G et l'AS7UG, nous les avons reportés sur les mêmes figures pour deux vitesses de balayage, 10 et 20 K/min, figures III.25 et III.26. Sur les deux figures et pour les deux alliages, le pic 1 correspond à la formation des β' et le pic2 à la transformation $\beta' \rightarrow \beta$. Il apparaît une différence notable au niveau du pic2, celui-ci est beaucoup plus marqué dans le cas de l'AS7UG T7. La transition $\beta' \rightarrow \beta$ semble donc présenter une singularité pour cet alliage.

Energies d'activation : Les tableaux III.11 et III.12 regroupent les énergies d'activation de l'AS7G, de l'AS10G et de l'AS7UG respectivement pour la transformation $\beta'' \to \beta'$ et $\beta' \to \beta$. Dans le cas $\beta'' \to \beta'$, les pics sont difficilement observables, donc peu de résultats ont été exploités.


Fig. III.25 – Thermogrammes de l'AS7G et de l'AS7UG T7 à 10 K/min.

matériau	état F	T4	Τ7	moyenne	erreur max
AS7G	-	117.3	-	-	-
AS10G	111.7	100.3	-	106.	5.7
AS7UG	127.7	102.4	-	115.	12.7

Tab. III.11 – Energie d'activation (kJ/mol) pour la transition $\beta'' \rightarrow \beta'$ de l'AS7UG T7.

matériau	état F	T4	Τ7	moyenne	erreur max
AS7G	-	150.7	151.	150.9	0.2
AS10G	119.4	120.6	132.5	124.	6.5
AS7UG	180	100	147	142	42.

Tab. III.12 – Energie d'activation (kJ/mol) pour la transition $\beta' \rightarrow \beta$ de l'AS7UG T7.

Concernant les énergies d'activation, les résultats semblent cohérents sauf pour la transformation $\beta' \rightarrow \beta$ de l'AS7UG qui, à nouveau, présente une singularité.

Températures spécifiques : Les figures III.27 et III.28 présentent les températures spécifiques de l'AS7G, de l'AS10G et de l'AS7UG respectivement pour les transitions $\beta'' \to \beta'$ et $\beta' \to \beta$ en fonction des différentes vitesses de balayage. Il semble qu'à l'état T4, les deux transitions soient similaires pour les trois matériaux, alors que ce n'est pas le cas pour l'état T7, pour lequel l'AS7UG se distingue à nouveau par des températures spécifiques légèrement plus faibles.

h) Bilan

Les essais de DSC permettent d'identifier les séquences de précipitation en *dynamique*, c'est-à-dire que l'on peut attribuer une transformation à une énergie, reliée pour simplifier à



Fig. III.26 – Thermogrammes de l'AS7G et de l'AS7UG T7 à 20 K/min.

une température. Ceci est un avantage par rapport au MET. Ils permettent aussi de différencier les familles de précipités durcissants dans nos alliages grâce à la combinaison : effet exo/endothermique, gamme de température de pic, énergie d'activation.

La présence du cuivre dans l'AS7UG paraît modifier le comportement des précipités Mg₂Si. L'état actuel des analyses ne permet pas de conclure quant à une éventuelle stabilisation de ces particules par la présence du cuivre. Mais une confrontation avec les conclusions de l'étude de (MOIZUMI K., MINE K., TEZUKA H., SATO T., 2002), voire paragraphe I.7.5, laisse envisager cette hypothèse.

Le problème est que le calcul des énergies d'activation donne des valeurs numériques proches et ne dispense donc pas des observations au MET, seul moyen fiable d'identification de la précipitation.



Fig. III.27 – Températures spécifiques en fonction de la vitesse de balayage (1) Etat T4 : $\beta'' \rightarrow \beta'$ (2) Etat T4 : $\beta' \rightarrow \beta$.



Fig. III.28 – Températures spécifiques en fonction de la vitesse de balayage (1) Etat T7 : $\beta'' \rightarrow \beta'$ (2) Etat T7 : $\beta' \rightarrow \beta$.

III.3.2 Observations au MET

A l'échelle nanométrique, ce sont les interactions entre les dislocations mobiles et la précipitation qui imposent le comportement en fatigue du matériau. L'adoucissement au cours des traitements thermiques est porté par la phase α et a pour origine l'évolution de la taille, de la morphologie et de la structure cristallographique des précipités durcissants. La connaissance des lois d'évolution de cette précipitation est donc très importante. Son étude a été réalisé en microscopie électronique en transmission en collaboration avec l'UTC.

a) Préparation des échantillons

Les barreaux d'aluminium sont découpés en rondelles de 5 à 8 mm d'épaisseur, cellesci sont ensuite tronçonnées en lames de dimensions 20mm X 5mm X 0.5mm, elles-même découpées en petits carrés de 5mm X 5mm X 0.5mm. Ces derniers sont arrondis et polis mécaniquement jusqu'à une épaisseur de 120 μ m. Les lames sont ensuite percées par polissage électrochimique dans une solution à 1/3 acide nitrique (titré à 60% molaire) et 2/3 méthanol à -30°C, 12V. Leur conservation se fait dans l'éthanol pour éviter l'oxydation.

b) Relations d'épitaxie

On rappelle que les séquences de précipitation sont les suivantes :

 $-\theta''$ (bâtonnet) $\rightarrow \theta'$ (disque) $\rightarrow \theta$ (sphère).

 $-\beta''$ (aiguille) $\rightarrow \beta'$ (bâtonnet) $\rightarrow \beta + \text{Si}$ (disque/sphère).

Avec les relations d'épitaxie exposées dans le tableau III.13.

précipité	réseau cristallin	épitaxie
θ''	quadratique	$100_{\theta''}//100_{Al}$ et $[001]_{\theta''}//[001]_{Al}$
heta'	tétragonale	$001_{lpha}//001_{ heta'}$
	quadratique	$<\!\!001\!\!>_{\alpha}//<\!\!001\!\!>_{\theta'}$
θ	quadratique	incohérente
β''	monoclinique	$(111)_{\beta''}/(110)_{Al}$ et $[110]_{\beta''}/([001]_{Al})$
eta'	cubique	$(100)_{\beta'}//(100)_{Al}$
	hexagonale	$[100]_{\beta'}//[011]_{Al}$ ou $[01-1]_{Al}$
β	cubique	incohérente

Tab. III.13 – Relations d'épitaxie pour les précipités Al₂Cu et Mg₂Si.

Pour les précipités β' qui se présentent sous forme de bâtonnets, leur longueur et leur diamètre sont mesurés lorsqu'ils sont respectivement perpendiculaires et parallèles au faiscceau d'électrons en fonction des relations d'épitaxie.

c) Identification de la séquence de précipitation des alliages sans cuivre

A réception des matériaux sans cuivre, tous à l'état T7, la dendrite se compose principalement de β ". Lors des divers revenus, ces derniers se transforment en β ' et en petits nodules sphéroïdaux. Ceux-ci peuvent être composés soit de silicium soit de Mg₂Si stable et incohérent avec la matrice. Afin de lever les doutes sur l'identité de cette phase, à la fois dans l'AS7G, l'AS10G et l'AS7UG, après divers sur-revenus à partir de l'état T7, nous avons effectué une identification au MET, reportée sur les figures III.29 à III.31. Celles-ci montrent clairement que les nodules sphéroïdaux sont des globules de silicium dendritiques issus de la décomposition des Mg₂Si, puisqu'ils ne sont pas présents à l'état T7.



Fig. III.29 – Identification du cliché de diffraction d'un précipité sphéroïdal incohérent avec la matrice.

III.3.3 Résultats

Au cours des traitements thermiques et des sur-revenus correspondant au fonctionnement du moteur, le β " disparaît assez rapidement, puis le β ' disparaît également pour ne laisser subsister très vite que les Si nodulaires (paragraphe I.7.3). Ceci confirme les résultats de l'étude de (BARRY A., 1993) et de (GUPTA A.K., LLOYD D.J., COURT S.A., 2001).

Le problème est maintenant de déterminer ce que devient le magnésium lors de la décomposition des Mg_2Si . Nous avons retenu pour cela deux des hypothèses les plus probables :

(1) (MASSARDIER V., KERDELHUÉ P., MERLE P., BESSON J., 1995) ont montré sur des composites à matrice Al-Mg-Si-Cu à haute température, que les atomes de Mg migrent du centre de l'échantillon vers la surface pour former des oxydes (MgO et MgAl₂O₄), ce qui est thermodynamiquement favorable, cf figure III.32(a). Cette figure montre que le niveau de Mg diminue plus à la surface qu'à cœur, ce qui tend à prouver que la proximité de la surface draîne progressivement Mg. Les autres constituants de l'alliage (Si et Cu), eux, ne sont pas soumis à ce mécanisme car la formation de leurs oxydes n'est pas favorable et leur coefficient de diffusion est moindre, cf figure III.32(b).

(2) Mg peut retourner en solution solide sursaturée, ce qui donne lieu à un effet Portevin-Le Châtelier sur des essais survieillis à l'ambiante. Ce phénomène est dû à la ségrégation des atomes de Mg en solution sur les dislocations qui se retrouvent ancrées provisoirement (CHANDLER H.D., BEE J.V., 1987) puis relaxées par à-coups lors d'une sollicitation à froid, provoquant une succession de petites chutes de la contrainte (de l'ordre de quelques MPa). On consultera par exemple (ABBADI M., HÄHNER P., ZEGHLOUL A., 2002) pour un 5182, (SACHDEV A.K., 1986) pour un 6009, ainsi que (REED J.M., WALTER M.E., 2003), (TIAN B., 2003) et (WEN W., MORRIS J.G., 2003) pour d'autres nuances. Dans notre cas, ceci a été observé expérimentalement sur des boucles de fatigue, figure III.33.



Fig. III.30 – Identification du cliché de diffraction du même précipité.

a) Corrélation entre le vieillissement et la microstructure

Les observations au MET, pour être pertinentes, nécessitent une grande quantité de clichés. Les plus explicites sont présentés sous forme de planches en annexe A.2. Les traitements thermiques choisis sont les suivants :

- AS7U3G T5 : 100h à 20, 100, 175, 200, 250 et 320°C ;
- AS7G T7: 0, 50, 100 et 300 heures à 180°C, 50, 100, 300 heures à 200°C;
- AS10G T7 : 0, 50, 100, 300 et 600 heures à 200°C ;

- AS7UG T7.

Nous avons choisi cette gamme de température car, en dessous de 180° C, le vieillissement est lent et donc son effet est difficilement observable, et au dessus de 220° C, il est très rapide et l'état de saturation est obtenu quasi-immédiatement, (ESMAEILI S., LLOYD D.J., POOLE W.J., 2003).

Quelques clichés, dont légendes sont reportées dans l'annexe A.2 pour des raisons de clarté, ont été reportés sur les courbes de dureté de l'AS7G et de l'AS10G T7 à 200°C, figures III.34 à III.38.



Fig. III.31 – Identification du cliché de diffraction du même précipité.



Fig. III.32 – (a) Profil de concentration du Mg dans la matrice Al-Mg-Si-Cu d'un AA6061/Al₂O₃ revenu 2, 16 ou 64h à 535°C, (b) Profil de concentration du Si et du Cu comparé à celui du Mg pour le même alliage après un revenu de 64h à 535°C, la distance 0 μ m représente la surface de l'échantillon et 2000 μ m le cœur, (MASSARDIER V., KERDELHUÉ P., MERLE P., BESSON J., 1995).



Fig. III.33 – Mise en évidence expérimentale de l'effet Portevin-Le Châtelier sur l'AS7UG T7, à 20°C, pré-vieillissement maximal.



Fig. III.34 – Corrélation entre les essais de dureté et les clichés MET : AS7G et AS10G à l'état T7, précipités β'' .



Fig. III.35 – Corrélation entre les essais de dureté et les clichés MET : AS7G et AS10G T7+50h à 200°C, précipités β'' , β' et Si.



Fig. III.36 – Corrélation entre les essais de dureté et les clichés MET : AS7G et AS10G T7+100h à 200°C, précipités β' et Si.



Fig. III.37 – Corrélation entre les essais de dureté et les clichés MET : AS10G T7+100, 300 et 600h à 200°C, mise en évidence de la stabilité des précipités β' .



Fig. III.38 – Corrélation entre les essais de dureté et les clichés MET : AS7G et AS10G T7+600h à 200°C, l'AS10G contient toujours des β' alors que l'AS7G ne contient plus que des nodules de Si.

b) Interprétation des résultats

Les résultats de DSC et les observations MET ont mis en évidence des mécanismes essentiels à la compréhension des différences observées à l'échelle macroscopique qui vont être présentés par la suite :

- A l'état T5, l'AS7U3G T5 se compose de θ'' et de θ' . Contrairement à ce que les essais mécaniques laissent supposer, les θ'' ne sont pas beaucoup plus stables que les β'' puisque pour 100h à 200°C, l'alliage ne se compose plus que de précipités θ' . Par contre l'effet durcissant des θ' semble bien supérieur à celui des β' , voir par exemple les courbes de microdureté II.2 et II.3 pour 100h à 200°C. En dessous de 200°C, on observe uniquement la coalescence de θ' , alors qu'au-delà, on constate une transformation rapide de la phase θ' semi-cohérente en précipités θ incohérents, puis la coalescence de ceux-ci;
- à l'état T7, les matériaux sans cuivre présentent des précipités β'' . Dans notre cas, ils sont peu stables puisqu'ils se transforment en β' après un temps de maitien en température relativement bref, puis en nodules dendritiques de silicium;
- les β'' de l'AS7G T7 sont plus stables que ceux de l'AS10G T7. En effet, il faut 100h à 200°C pour que les précipités β'' de l'AS7G T7 donnent des β' alors que pour l'AS10G T7, il suffit de 50h;
- à l'inverse, les précipités β' de l'AS10G T7 sont beaucoup plus stables que ceux de l'AS7G T7 puisque après 600h à 200°C ils sont toujours observables alors que ceux de l'AS7G T7 ont quasiment disparu après 100h à cette température. Ceci vient confirmer l'évolution des courbes de dureté du paragraphe II.2.3, qui montrent que la dureté initiale de l'AS10G est supérieure à celle de l'AS7G, puis chute rapidement au début du temps de maintien mais conserve ensuite une dureté plus élevée. Cette différence assez notable a peu d'effet sur le comportement mécanique, puisque seuls quelques paramètres matériau diffèrent (cf tableau A.2), mais elle devrait avoir une influence importante sur la durée de vie;
- l'AS7UG semble présenter des précipités Q de taille avoisinant le μ m avec une faible fraction volumique, donc peu durcissants et des β' (ou Q') stabilisés par l'ajout de cuivre. Les chapitres suivants vont montrer que les différences observés sur l'état de précipitation de cet alliage conduisent à des résultats de comportement et d'endommagement intermédiaires entre les matériaux au magnésium (sans cuivre) et ceux à 3w%Cu.

Deux hypothèses assez similaires sont envisageables pour expliquer cet aspect intermédiaire des propriétés de l'AS7UG :

- l'évolution des Mg₂Si est ralentie par la présence du cuivre qui pourrait ségréger autour des Mg₂Si en diminuant la distorsion de la maille et l'énergie d'interface, ce qui aurait pour effet de les stabiliser. Pour le montrer, il faudrait comparer la densité de précipités en fonction du temps et de la température avec celle des alliages sans cuivre, mettre en évidence des dislocations d'interface et un champ de contrainte autour des β' , ce qui n'a pas été fait.
- les Mg₂Si sont souvent non-stœchiométriques (tableau I.10 d'après (MARIOARA C.D., S.J. ANDERSEN, JANSEN J., ZANDBERGEN H.W., 2001)), on peut donc facilement imaginer que des atomes de cuivre puisse entrer dans la maille des Mg₂Si et ainsi les stabiliser.

La phase Q' (ou Qc) a été étudiée en détails par (MATSUDA K., TEGURI D., UETANI Y., SATO T., IKENO S., 2002) sur des alliages de la série 6000 (Al-Mg-Si) auxquels on a ajouté 0.5w%Cu. L'identification se fait au moyen d'un EFTEM (Energy Filtered TEM) et par résistivité électrique. Le résultat principal de cette étude est que le cuivre ségrège à l'interface Q'/ α -Al, ce qui est en faveur de la première hypothèse.

D'un autre côté, selon (CAYRON C., SAGALOWICZ L., BEFFORT O., BUFFAT P.A., 1999) et (CAYRON C., BUFFAT P.A., 2000), β' et Qc sont des phases très semblables qui ne se différencient que par la présence de cuivre dans Qc. C'est donc la deuxième hypothèse que nous avons retenue. Le cuivre entre dans la maille de Mg₂Si, il la stabilise quand il se trouve en faible quantité et la transforme parfois en phase Q ou Qc lorsqu'il se trouve en assez forte concentration localement. Ceci a également été constaté par (ESMAEILI S., LLOYD D.J., POOLE W.J., 2003).

Finalement, la phase Q (ou β +atomes de Cu) étant de forte taille et en faible fraction volumique, elle participe certainement peu au durcissement de l'alliage. Il ne reste donc plus que deux familles de précipités pour nos alliages de fonderie : les β et les θ , ce qui signifie que les différences de comportement observés sont liés à la forme géométrique et à la densité des précipités, rejoignant ainsi les théories de (LIU G., ZHANG G.J., DING X.D., SUN J., CHEN K.H., 2003) et (GANDIN C.A., BRÉCHET Y., RAPPAZ M., CANOVA G., ASHBY M., SCHERCLIFF H., 2002), que nous avons tenté d'appliquer au paragraphe IV.4.

III.4 Diagrammes de phases

Le travail présenté ici s'intéresse au domaine de stabilité des diverses phases durcissantes et intermétalliques des alliages de fonderie en fonction de la température et de la composition chimique. Ces domaines sont obtenus grâce au logiciel $Thermo-calc^3$. Il doit nous permettre de confirmer la pertinence des observations microstructurales au niveau des précipités, et de préciser le domaine de validité des modèles développés.

III.4.1 Présentation et rappels

Le logiciel Thermo-calc permet de définir les divers domaines de stabilité des phases composant un alliage à l'équilibre. Dans notre cas, on s'intéresse aux phases durcissantes, aux phases intermétalliques et au Si, en différenciant les gros globules de Si de l'eutectique des plus petits intra-dendritiques formés bien après. Le logiciel fonctionne grâce à la base aluminium de Thermo-calc de Saunders⁴ qui réunit les données thermodynamiques de l'aluminium, de ses éléments d'alliage, et des diverses phases qu'ils forment, telles que les enthalpies, entropies, affinités chimiques, énergie libre, de Gibbs-Helmoltz, etc... Le système que nous avons choisi est à 5 éléments : Al, Si, Cu, Mg et Fe. A ces 5 variables s'ajoute la température. On fixe les teneurs massiques en Si et Fe ainsi que la température. Les diagrammes obtenus comme résultats de la simulation sont des pseudo-ternaires où seules les teneurs en Al, Cu et Mg sont variables. On a choisi comme intervalles de composition : 0 à 5w% en Cu et 0 à 1w%en Mg, sachant qu'en pratique on dépasse rarement 3 et 0.3w% respectivement. Ces valeurs correspondent en effet aux limites de solubilité de ces deux éléments à la température de mise en solution (cf paragraphe III.4.5). En première approche, on choisit de simuler le domaine de stabilité des phases avec la composition nominale (globale) de l'alliage, sans séparer la dendrite de l'eutectique.

III.4.2 Influence de la température

L'intervalle de température choisi va de 20 à 300°C. Les figures III.39, III.40 et III.41 montrent l'influence de la température sur la nature des différentes phases et leurs domaines de stabilité en fonction des teneurs en Cu et Mg. L'alliage choisi contient 7w% de Si et 0.36w% de Fe (ce qui correspondrait à un alliage de deuxième fusion). On observe sur ces diagrammes que, lorsque la température augmente, le nombre de phases et leur nature varient. En général, le nombre de secteurs augmente avec la température. Parfois deux secteurs sont différenciés à cause d'une seule phase, voire même à cause d'un changement de prédominance d'une phase par rapport à une autre, par exemple entre Al₂Cu et Q⁵ (figure III.43). Il peut aussi y avoir changement de nature d'une seule phase à partir d'une température donnée (figure III.44 où la phase intermétallique Al₇Cu₂Fe remplace progressivement la phase β -AlFeSi au delà de 200°C). L'identification de la nature des phases dans chaque secteur étant faite par des pointés, certaines zones trop fines ne sont pas analysées et seront considérées comme négligeables.

³Ces simulations ont été réalisées à l'Ecole des Mines de Nancy par M. SERRIERE, dans le groupe d'E. GAUTIER.

⁴Al-DATA, Version 2.0 release date March 1998, N.Saunders, Thermotech Ltd., Surrey GU2 5YG, U.K.

 $^{{}^{5}}Al_{5}Cu_{2}Mg_{8}Si_{7}$, hexagonal compact, a=1.04nm, c=0.405nm



Fig. III.39 – Diagramme montrant les domaines de stabilité des diverses phases pour l'alliage global à 20° C.



Fig. III.40 – Diagramme montrant les domaines de stabilité des diverses phases pour l'alliage global à 200° C.

III.4.3 Influence de la teneur en Si

L'influence de la teneur en Si est reportée sur les figures III.42 et III.43, à deux températures (20 et 250° C) et pour deux alliages contenant tous deux 0.36w% de Fe mais l'un 5 et l'autre 10w% de Si. On observe alors que la teneur en Si ne joue pas sur la nature des phases, mais seulement sur la taille et les frontières des secteurs, ainsi que sur les taux de phase évidemment.



Fig. III.41 – Diagramme montrant les domaines de stabilité des diverses phases pour l'alliage global à 300° C.



Fig. III.42 – Diagramme montrant l'influence de la teneur en Si (5 et 10%) pour l'alliage global à 20°C.



Fig. III.43 – Diagramme montrant l'influence de la teneur en Si (5 et 10%) pour l'alliage global à $250^{\circ}{\rm C}$.

III.4.4 Influence de la teneur en Fe

Pour étudier l'influence du Fe, nous avons choisi un matériau idéal ne contenant pas du tout de Fe et nous l'avons comparé au premier contenant 0.36 w% de Fe, à 300°C (température pour laquelle le nombre de secteurs est maximal). Les résultats sont reportés sur les diagrammes de la figure III.44. L'absence de Fe provoque bien sûr une simplification extrême des diagrammes de phase puisque les phases intermétalliques à base de fer n'y sont plus. On notera que, jusqu'à ce point, la phase S (Al₂CuMg) n'est jamais apparue sur les diagrammes. D'autre part les phases intermétalliques à base de Mn sont très semblables à celles à base de Fe et ne sont donc pas représentées.



Fig. III.44 – Diagramme montrant l'influence de la teneur en Fe (0.36 et 0%) pour l'alliage global à 300° C.

III.4.5 Cas de la dendrite

On s'est jusqu'à présent intéressé à l'alliage global (cf paragraphe III.4.1), sans distinguer la matrice de l'eutectique. Mais, comme nous l'avons déjà observé auparavant, les variations des caractéristiques mécaniques sont principalement portées par la matrice. Il nous faut donc refaire ce travail pour une composition chimique correspondant à celle de la matrice. On considérera pour cela que cette composition est figée après la trempe, puisque la température des traitements thermiques ultérieurs provoque la germination, croissance et coalescence des précipités durcissants sans remettre en cause la composition globale de la dendrite (on supposera qu'il n'y a pas d'échanges entre la dendrite et l'eutectique qui l'entoure). Donc, la composition de la dendrite correspond à la limite de solubilité dans l'aluminium des différents éléments d'alliage, à la température de mise en solution (juste avant la trempe). Cette température est de 495°C pour les alliages contenant du cuivre au lieu de 545°C pour les alliages n'en contenant pas et correspond à la température de l'eutectique moins 5 à 10° C. En effet, le cuivre abaisse la température eutectique et la mise en solution doit se faire légèrement en dessous sous peine de provoquer des brûlures très endommageantes pour la pièce. Si le cuivre est totalement absent, il n'y a plus d'intérêt à calculer des diagrammes ternaires Al-Cu-Mg. On choisira donc 495°C comme température de mise en solution. Pour les culasses traitées T5

(sans trempe), par vieillissement direct après la coulée, il faudra par contre choisir de considérer l'alliage global, ou considérer que le refroidissement contrôlé équivaut à une trempe à l'air. Le tableau III.14 présente les solubilités de quelques éléments d'alliages dans l'aluminium en fonction de la température.

	w%Si	w%Cu	w%Fe	w%Mg	w%Mn
$495^{\circ}\mathrm{C}$	0.825	3.534	0.001	0.319	0.013
$540^{\circ}\mathrm{C}$	1.210	2.420	0.0023	0.238	0.026

Tab. III.14 – Solubilités de quelques éléments d'alliages dans l'aluminium en fonction de la température.

Les figures III.45 à III.48 présentent les diagrammes de phases obtenus pour un matériau ayant la même composition que la dendrite, pour des températures de 20 à 300°C. Les phases rencontrées sont sensiblement les mêmes que dans les cas précédents si ce n'est que la phase intermétallique est désormais : α -Al₁₅Fe₃Si₂. Les secteurs se trouvent également simplifiés car certains éléments (comme Fe) sont très peu solubles dans l'aluminium de la dendrite.



Fig. III.45 – Diagramme montrant les domaines de stabilité des diverses phases pour la dendrite à 20 et 100° C.

III.4.6 Séquences de précipitation

Les simulations réalisées sur *Thermo-calc* permettent donc de déterminer la nature des diverses phases durcissantes pouvant se trouver dans la phase α , ainsi que leur domaine de stabilité en fonction de la température et des principaux éléments d'alliage.

Les séquences de précipitation rencontrées dans les alliages de fonderie de cette étude comportent donc comme phases stables : θ , β et Q, ce qui élimine la phase S.

Il convient d'être prudent avec les résultats de ces simulations qui sont faites dans des conditions d'équilibre thermodynamique. Une extrapolation en conditions dynamiques serait hasardeuse. Mais il est probable que, dans ces conditions, la phase stable et son précurseur aient un domaine de stabilité proche.



Fig. III.46 – Diagramme montrant les domaines de stabilité des diverses phases pour la dendrite à $200^{\circ}C$.



Fig. III.47 – Diagramme montrant les domaines de stabilité des diverses phases pour la dendrite à 250° C.



Fig. III.48 – Diagramme montrant les domaines de stabilité des diverses phases pour la dendrite à 300° C.

III.5 Bilan

L'étude microscopique conduite grâce à plusieurs techniques d'analyse a permis de mettre en lumière plusieurs faits.

L'étude de l'effet du vieillissement sur les Si eutectiques et dendritiques a montré l'importance capitale de la phase silicium. Les globules de silicium dendritique finissent par atteindre un rayon moyen maximal pour lequel la coalescence des précipités est fortement ralentie.

L'adoucissement au cours des traitements thermiques est porté par la phase α et a pour origine l'évolution de la taille, de la morphologie et de la structure cristallographique des précipités durcissants.

Les matériaux sans cuivre à l'état T7, se composent principalement de β ". En vieillissant, ils se transforment en β ' et en petits nodules sphéroïdaux de silicium, puis en Mg₂Si stable et incohérent toujours avec des nodules de silicium. Lors de cette décomposition, le magnésium repasse en solution solide et migre vers la surface pour former de l'oxyde.

A l'état T5, l'AS7U3G T5 se compose de θ'' et de θ' . Lors des revenus, on a coalescence des θ' en dessous de 200°C, alors qu'au delà, ces derniers se transforment en précipités θ incohérents.

Les β'' de l'AS7G T7 sont plus stables que ceux de l'AS10G T7, mais les β' de l'AS10G sont ensuite beaucoup plus stables que ceux de l'AS7G.

L'AS7UG présente des précipités Q de taille avoisinant le μ m avec une faible fraction volumique, donc peu durcissants et des β' (ou Q') stabilisés par l'ajout de cuivre.

Les simulations menées sur le logiciel Thermo - calc ont permis de définir le domaine de stabilité des diverses phases durcissantes et intermétalliques des alliages en fonction de la température et de la composition chimique en silicium, cuivre, magnésium et fer. Elles ont également confirmé la possibilité de former de la phase Q, qui coexiste le plus souvent avec l'une des phases plus classique Al₂Cu ou Mg₂Si.

Chapitre -IV-

Simulation du comportement et de l'amorçage

IV.1 Modèle de comportement macroscopique

IV.1.1 Différents types de modélisation

Il existe classiquement deux approches pour la modélisation du comportement des matériaux :

- la première est purement phénoménologique et se place à une échelle macroscopique où elle opère au travers de variables globales (contrainte, déformation, variables internes). Cette approche permet de modéliser les phénomènes expérimentaux avec un nombre de variables restreint. Elle est la plus facilement applicable industriellement, mais on lui reproche souvent de manquer de fondements physiques.
- la seconde est dite micro-macro , elle part de l'échelle microscopique et tente de prévoir la réponse macroscopique par changement d'échelle à partir de paramètres physiques comme la densité et le mouvement des dislocations, les phénomènes de germination, croissance, coalescence et la distance inter-précipités. Le problème de ce type d'approche est que le nombre d'étapes entre les mécanismes microscopiques et la réponse macroscopique est tellement grand qu'il est en général difficile de construire des modèles complets pour les alliages industriels, et que la plupart des auteurs s'en tiennent à une prévision de la limite d'élasticité, (GANDIN C.A., BRÉCHET Y., RAPPAZ M., CANOVA G., ASHBY M., SCHERCLIFF H., 2002) et (LIU G., ZHANG G.J., DING X.D., SUN J., CHEN K.H., 2003).

Tout en mettant en œuvre une version simplifiée de cette approche micro-macro, paragraphe IV.4, nous donnerons la préférence à l'approche phénoménologique, plus rapide et donc plus efficace dans les applications industrielles. Le phénomène de vieillissement étudié sous l'aspect microscopique permet alors essentiellement de définir un domaine de validité à notre modèle. Son effet mécanique sera modélisé au moyen d'une variable définie à l'échelle macro-scopique. Les fondements thermodynamiques et mécaniques de l'approche phénoménologique se trouvent dans (NICOULEAU-BOURLES E., 1999).

IV.1.2 Modèle viscoplastique phénoménologique

Le comportement viscoplastique est modélisé selon une approche du type (LEMAITRE J., CHABOCHE J.L., 1988). La déformation mécanique se décompose en une partie élastique et une partie viscoplastique : $\varepsilon = \varepsilon^e + \varepsilon^p$. Il y a un découplage entre partie élastique et viscoplastique. On suppose pour cela qu'il n'y a pas d'influence de l'écoulement plastique sur le comportement élastique. Les coefficients sont choisis de manière à simuler un comportement pratiquement indépendant de la vitesse de déformation à température ambiante et jusque vers 100-150°C. Les boucles d'hystérésis obtenues en fatigue permettent de décomposer l'écrouissage en une partie isotrope et une partie cinématique. On distingue trois types de contribution : la *contrainte isotrope* R qui représente le rayon du domaine d'élasticité ; la *contrainte cinématique* X qui représente la translation du domaine d'élasticité dans l'espace des contraintes (description de l'effet Bauschinger) et la *contrainte visqueuse* σ_v qui caractérise les effets de vitesse et de temps de maintien (fluage, relaxation) traduisant la dépendance du comportement vis-à-vis du temps. Le vieillissement affecte le comportement du matériau en diminuant la limite d'élasticité et l'écrouissage cinématique.

On écrit la fonction de charge :

$$f(\underline{\sigma}, \mathbf{X}, R) = J\left(\underline{\sigma} - \mathbf{X}\right) - R - R_0 \tag{IV.1}$$

Avec la notation

$$J\left(\mathbf{A}\right) = \sqrt{\frac{3}{2}} \mathbf{A}^{d} : \mathbf{A}^{d}$$
(IV.2)

où \mathbf{A}^d est la partie déviatorique du tenseur $\mathbf{A} : \mathbf{A}^d = \mathbf{A} - \frac{1}{3}trace(\mathbf{A}).\mathbf{I}$ La règle d'écoulement respecte la loi de normalité :

$$\dot{\varepsilon}^p = \dot{p}\mathbf{\hat{n}} \tag{IV.3}$$

avec :

$$\dot{p} = \left\langle \frac{J\left(\sigma - \mathbf{X}\right) - R - R_0}{K} \right\rangle^n \tag{IV.4}$$

 \mathbf{et}

$$\mathbf{n} = \frac{\partial f}{\partial \alpha} = \frac{3}{2} \frac{\underline{\sigma}^d - X^d}{J\left(\underline{\sigma} - \mathbf{X}\right)}$$
(IV.5)

La variable p (déformation plastique cumulée) augmente de façon monotone avec l'écoulement plastique. Lorsqu'il n'y a pas de vieillissement, la contrainte isotrope dépend uniquement de p (et bien sûr de la température) :

$$R = R_0 + Q(1 - e^{-bp})$$
(IV.6)

Une valeur positive pour Q traduit le durcissement cyclique, une valeur négative l'adoucissement cyclique, en fonction de la déformation. Dans le cas présent, Q sera faible voire nul, dans la mesure où les évolutions observées sont liées au temps.

La variable cinématique quant à elle peut s'exprimer comme la somme de plusieurs variables élémentaires \mathbf{X}_i , chacune d'entre elle étant proportionnelle à une variable α_i telle que :

$$\mathbf{X} = \Sigma \mathbf{X}_i \qquad i = 1, n \tag{IV.7}$$

$$\mathbf{X}_{i} = \frac{2}{3}C_{i}\underline{\alpha}_{i} \qquad i = 1, n \tag{IV.8}$$

$$\dot{\alpha}_{\underline{i}} = \dot{\underline{\varepsilon}}^p - D_i \underline{\alpha}_i \dot{p} \qquad i = 1, n \tag{IV.9}$$

Lorsqu'un coefficient D est nul, la variable cinématique correspondante prévoit de l'écrouissage cinématique linéaire (règle de Prager). Plus D est grand, plus la boucle produite est arrondie. Les valeurs asymptotiques de l'écrouissage cinématique en traction (*resp.* en compression) sont, sous chargement uniaxial, $\frac{C}{D}$ (*resp.* $-\frac{C}{D}$).

IV.1.3 Le modèle élastoviscoplastique avec vieillissement

La variation de la variable de vieillissement s'exprime par :

$$\dot{a} = \left\langle \frac{a_{\infty} - a}{\tau} \right\rangle \tag{IV.10}$$

et représente l'effet mécanique de l'évolution de la taille des précipités. a vaut zéro lorsque le matériau est à son état initial et un lorsqu'il est vieilli (lorsque les propriétés mécaniques arrivent à saturation). Cet adoucissement maximal est toujours atteint pour les plus hautes températures de fonctionnement. Par contre, aux températures intermédiaires, l'évolution sera limitée. On appelera alors a_{∞} la valeur asymptotique du vieillissement, $0 < a_{\infty} < 1$, à la température T (voir les essais de dureté, paragraphe II.2). a_{∞} vaut donc 0 à froid et 1 à partir de la température qui entraîne le vieillissement maximal.

On observera une différence majeure entre les alliages au cuivre et ceux au magnésium. Pour les premiers, a_{∞} vaut 1 uniquement au-delà de 300°C puisqu'à des températures inférieures l'état de vieillissement maximum n'est pas atteint. Pour les alliages sans cuivre, en revanche, a_{∞} vaut 1 dès 160°C puisque cette température est suffisante pour atteindre l'état de vieillissement maximal. Ce point est de la plus haute importance pour expliquer la différence de comportement de ces deux familles d'alliage.

L'expérience montre que la limite d'élasticité et l'écrouissage cinématique varient avec le vieillissement. On choisit donc de faire porter le vieillissement à la fois sur R et sur \mathbf{X} . On décompose pour cela l'écrouissage isotrope en deux parties dont une seule dépend du vieillissement :

$$\sigma_y(a,T) = R_0(T) + R_0^*(T)(1-a)$$
(IV.11)

La variable σ_y vient remplacer R_0 dans l'équation IV.4. La limite d'élasticité initiale pour un matériau non vieilli et la limite d'élasticité au viellissement maximum sont donc respectivement :

$$\sigma_y(T, a = 0) = R_0(T) + R_0^*(T)$$
(IV.12)

$$\sigma_y(T, a=1) = R_0(T) \tag{IV.13}$$

L'écrouissage isotrope (supposé insensible au vieillissement) s'écrit de façon classique :

$$R - \sigma_y = Q(1 - e^{-bp}) \tag{IV.14}$$

La contrainte cinématique est elle aussi considérée comme la somme de deux variables, dont une seule sera sensible au vieillissement :

$$\mathbf{X}_{\sim} = \mathbf{X}_{1} + \mathbf{X}_{2}$$

avec

$$\mathbf{X}_{1} = \frac{2}{3}C_{1}(T)\underline{\alpha}_{1} \tag{IV.15}$$

$$\mathbf{X}_{2} = \frac{2}{3}C_{2}(T,a)\alpha_{2} = \frac{2}{3}C_{2}(1-a)\alpha_{2}$$
(IV.16)

Les variables α_i s'écrivent de façon classique :

$$\dot{\alpha}_{\mathbf{i}} = \dot{\varepsilon}^p - D_i \alpha_i \dot{p} \qquad i = 1, 2 \tag{IV.17}$$

Ainsi, lorsque l'alliage est vieilli au maximum, il devient beaucoup moins cinématique mais ne devient pas non plus parfaitement plastique.

Le tableau IV.1 présente une synthèse des équations du modèle.

Equations du modèle	Lois d'évolution
$\sigma_{\!$	$\dot{\varepsilon}^e = \dot{\varepsilon} - \dot{\varepsilon}^{th} - \dot{\varepsilon}^p$
$\mathbf{X}_1 = \frac{2}{3}C_1 \alpha_1$	$\dot{\alpha}_1 = \dot{\varepsilon}^p - D_1 \alpha \dot{p}$
$\mathbf{X}_2 = \frac{2}{3}C_2 \alpha_2 (1-a)$	$\dot{\alpha}_2 = \dot{\varepsilon}^p - D_2 \alpha \dot{p}$
$R = Q(1 - e^{-bp})$	$\dot{p} = \left\langle \frac{f}{K} \right\rangle^n$
$\sigma_y = R_0 + R_0^*(1-a)$	$\dot{a} = \left\langle \frac{a_{\infty} - a}{\tau} \right\rangle$
$f = \sqrt{\frac{3}{2} \left(\underbrace{\boldsymbol{\sigma}^d}_2 - \mathbf{X}^d \right) : \left(\underbrace{\boldsymbol{\sigma}^d}_2 - \mathbf{X}^d \right)}_2 - R - \sigma_y$	

Tab. IV.1 – Synthèse des équations du modèle.

IV.1.4 Ecriture sous chargement uniaxial

En traction monotone, la courbe d'écrouissage est définie par :

$$\sigma = \frac{C_1}{D_1} \left(1 - e^{-D_1 \varepsilon^p} \right) + \frac{C_2}{D_2} \left(1 - e^{-D_2 \varepsilon^p} \right) (1 - a) + R_0 + R_0^* (1 - a) + Q(1 - e^{-b\varepsilon^p}) + K(\dot{\varepsilon}^p)^{\frac{1}{n}}$$
(IV.18)

Les paramètres matériaux à identifier sont les paramètres caractérisant la viscosité K, n, les paramètres d'écrouissage cinématique, C et D, ceux d'écrouissage isotrope Q et b et la limite d'élasticité initiale σ_y . Le module d'Young se déduit des boucles de fatigue.

La contrainte visqueuse est d'autant plus grande que l'effet de la vitesse de déformation plastique est sensible. De petites valeurs de K rendent le comportement insensible à la vitesse de déformation; pour zéro, on aurait un modèle de plasticité instantanée. L'exposant n diminue avec la température. On a n = 20 ou 30 pour un matériau plastique à froid, et n = 1 pour un matériau purement visqueux à haute température. Le coefficient K varie de façon non monotone, dans la mesure où il doit être petit à "basse" température, lorsque l'effet de la vitesse est faible, mais également petit à "haute" température, lorsque la contrainte ultime devient faible, la contrainte visqueuse étant limitée par celle-ci. On obtient donc souvent des variations "en cloche", les valeurs maximales de K étant obtenues aux températures intermédiaires.

En approchant la vitesse de déformation plastique par la vitesse de déformation totale lors d'une traction simple, 0.001 s^{-1} , la formule précédente permet de retrouver la limite d'élasticité conventionnelle, pour un matériau non vieilli :

$$R_e = \sigma_{0.2} = R_0 + R_0^* + \frac{C_1}{D_1} \left(1 - e^{-0.002D_1} \right) + \frac{C_2}{D_2} \left(1 - e^{-0.002D_2} \right) + K(0.001)^{\frac{1}{n}}$$
(IV.19)

et pour un matériau vieilli :

$$R_e = \sigma_{0.2} = R_0 + \frac{C_1}{D_1} \left(1 - e^{-0.002D_1} \right) + K(0.001)^{\frac{1}{n}}$$
(IV.20)

De même, la contrainte à rupture pour un matériau non vieilli sera :

$$R_m = R_0 + R_0^* + \frac{C_1}{D_1} + \frac{C_2}{D_2} + K(0.001)^{\frac{1}{n}}$$
(IV.21)

et pour un matériau vieilli :

$$R_m = R_0 + \frac{C_1}{D_1} + K(0.001)^{\frac{1}{n}}$$
(IV.22)

IV.2 Résultats de comportement

La réalisation de l'identification des paramètres matériau sur l'ensemble du domaine de température est une opération délicate. Etant donné le nombre de coefficients et dans la mesure où l'on ne dispose a priori d'aucune loi de variation avec la température, on commence par effectuer les identifications de façon indépendante pour chaque température. A ce stade, il y a trop de coefficients pour l'information expérimentale disponible, si bien que plusieurs jeux de paramètres peuvent donner des résultats équivalents. Si les choix qui sont faits pour deux températures voisines ne sont pas cohérents, on se trouve en situation de fabriquer des interpolations hasardeuses pour les températures intermédiaires, les coefficients présentant par ailleurs des évolutions chaotiques, avec des oscillations en fonction de la température. Il est donc nécessaire, en même temps que l'on mène chaque identification, de contrôler la pertinence aux températures intermédiaires. Ceci se fait entre autre en évaluant de façon simplifiée la limite d'élasticité à $p_0 = 0.2\%$ selon les formules IV.19, ou bien la contrainte à rupture en utilisant IV.20, IV.21 et IV.22. Ce travail doit être fait également sur la courbe d'écrouissage cyclique, en prenant en compte les contraintes sans et avec vieillissement. Une telle méthode est classique dans le cas des identifications sur une gamme importante de température. Il faut noter que, dans notre cas, nous avons à notre disposition des essais anisothermes, qui nous permettrons de consolider les valeurs obtenues séparément en isotherme à chaque température (en supposant que l'histoire de la température est complètement intégrée dans la variable a). La présence de ces essais facilite le travail, et renforce la validité des jeux de coefficients trouvés. D'un autre côté, il surgit une difficulté supplémentaire, dans la mesure où il y a plusieurs matériaux, et où, de même que pour le cas de la température, nous souhaitons pouvoir effectuer des interpolations dans les compositions, ce qui impose de disposer de jeux cohérents d'un matériau à l'autre. Nous allons maintenant examiner les résultats obtenus, en traitant simultanément le cas des chargements isothermes, puis celui de la température variable.

IV.2.1 Essais de fatigue isotherme

Pour des raisons de confidentialité ces coefficients sont reportés en annexe A.2 et leur diffusion sera restreinte. Quelques figures de comparaison expérience/simulation sont néanmoins exposées ici pour rendre compte du degré de pertinence des simulations.

Les paramètres ont été lissés pour que leur variations avec la température soient plus régulières. Après vérification, la perte de précision est négligeable au regard du gain de cohérence obtenu.

Plusieurs essais de comportement peuvent être effectués sur la même éprouvette, par exemple pour des chargements thermiques complexes afin d'étudier la robustesse du modèle de vieillissement.

a) AS7U3G T5

Les coefficients concernant l'AS7U3G T5 ont donc été lissés mais aussi remaniés par rapport à la thèse de (NICOULEAU-BOURLES E., 1999) après adjonction de nouveaux essais (provenant de l'UTC). L'ancien fichier sera noté as7u3g , le nouveau AS7U3G . N'ayant pas été identifiés sur la même base de données, ils ne seront pas directement comparables. On peut estimer que le nouveau est moins précis sur la base de données initiale, mais plus performant sur la base étendue comprenant les nouveaux essais, car il est issu d'un compromis entre des essais mécaniques de différentes provenances. C'est celui que nous avons utilisé pour cette étude. La base de données se compose de 78 essais, la figure IV.1 en présente quelques exemples.



Fig. IV.1 – Comparaison expérience/simulation de cycles isothermes pour l'AS7U3G T5, (a) à $20^{\circ}Ca_{ini}=0$ et 1 (b) à $320^{\circ}Ca_{ini}=0$ et 1.

b) AS5U3G T5 et T6

Pour l'AS5U3G, nous avons deux bases d'identification tirées de la littérature, une pour l'alliage T5 issu de la thèse de (BELHEDI B., 1992) et une autre pour le T6 issue de la thèse de (BARRY A., 1993). La première comporte 14 essais LCF (plus de nombreux autres monotones, de fatigue anisotherme... qui ont également été simulés) et la seconde 9 auxquels viennent s'ajouter 10 nouveaux essais réalisés ultérieurement. La différence entre ces deux matériaux réside dans leur traitement thermique. Il devrait donc suffire pour les caractériser de ne faire varier que les paramètres qui dépendent du vieillissement, puisque le matériau a une composition chimique supposée constante et que seul le stade du vieillissement auquel est livré l'alliage varie. Le T5, vieilli légèrement avant le pic, devrait donc rejoindre le T6 après un certain temps de vieillissement à une température suffisante. En réalité, il a fallu remanier plus profondément les paramètres matériau car le comportement des deux alliages s'est révélé très différent de nos prévisions, certainement parce que nous avons en tout trois compositions chimiques différentes (deux pour la littérature, et une troisième pour notre propre campagne d'essais) et peut-être différents grades.

c) AS7G T7

Pour l'AS7G T7, la base d'identification se compose de 143 essais. On constate ici que l'on est obligé d'admettre un écart plus grand entre les courbes simulées et expérimentales, principalement pour les essais vieillis au maximum (a=1). En effet, il faudrait faire dépendre le coefficient K du vieillissement. Nous avons choisi de ne pas mettre en application cette observation dans le souci de conserver la forme la plus simple possible au modèle. La figure IV.2 présente quelques exemples.

d) AS10G T7

La base de données se compose de 70 essais. L'AS10G semble avoir des propriétés très proches de l'AS7G T7; l'ajout de 3w% Si ne change presque rien au comportement de l'alliage et l'on peut quasiment le modéliser avec les mêmes paramètres de comportement que ceux de l'AS7G T7. Même si l'ajout de Si change la proportion d'eutectique et de dendrite, les essais mécaniques et les observations au MET montrent que l'ajout de Si permet seulement à l'alliage de vieillir moins vite.



Fig. IV.2 – Comparaison expérience/simulation de cycles isothermes pour l'AS7G T7, (a) à 20°C $a_{ini}=0$ et 1 (b) à 300°C $a_{ini}=0$ et 1.

e) AS7G T7+0.5%Cu

La base de données se compose d'un trentaine d'essais¹. Le comportement de cet alliage est intermédiaire entre celui des alliages au cuivre et celui des alliages au magnésium. Son vieillissement et ses caractéristiques mécaniques pourraient fournir un compromis intéressant entre tenue à chaud et tolérance aux dommages.

IV.3 Essais de fatigue anisotherme

La base de données complète en fatigue anisotherme pour les divers alliages est exposée au paragraphe V.1.4. Les essais ont été réalisés pour les alliages suivants : AS7G T7, AS10G T7, AS7U3 T5 et AS7UG T7, pour des cycles thermiques variant entre 45 et 250 ou 300°C. Les états de vieillissement initiaux sont a=0 et a=1.

IV.3.1 Boucles contrainte/déformation

Les essais conduits avec extensomètre sont relativement peu nombreux car celui-ci a tendance à blesser l'éprouvette, ce qui réduit considérablement sa durée de vie². La figure IV.3 montre une comparaison simulation/expérience pour l'AS7G T7 non pré-vieilli (a=0). Le chargement se fait en imposant les déformations et les températures extrêmes du cycle expérimental, c'est-à-dire 45°C en traction et 300°C en compression. Le code effectue alors l'interpolation linéaire en déformation et en température pour les instants intermédiaires.

Les contraintes obtenues sont légèrement plus fortes que les contraintes expérimentales, ce qui illustre la difficulté de ce genre d'essai. L'éprouvette considérée ici présentait d'ailleurs des contraintes particulièrement faibles en compression.

IV.3.2 Evolution de la contrainte en fonction du temps

Les figures IV.4 et IV.5 présentent les évolutions de la contrainte en fonction du temps pour trois alliages (AS7G, AS7U3 et AS7UG) respectivement non pré-vieillis (a=0) et prévieillis au maximum (a=1). La figure IV.4 montre l'adoucissement très rapide des alliages sans cuivre, dû à un vieillissement quasi-immédiat. Les alliages au cuivre conservent une contrainte élevée durant tout l'essai. A nouveau, le comportement de l'AS7UG est intermédiaire. Pour

¹dont une partie a été réalisée par L. AUBE lors d'un stage à l'UTC.

 $^{^{2}}$ Pour les alliages au magnésium, 10 cycles de comportement avec extensomètre réduisent la durée de vie en fatigue anisotherme par un facteur 2.



Fig. IV.3 – Simulation de quelques cycles anisothermes sur élément de volume pour l'AS7G T7, $a_{ini}=0$.

les alliages pré-vieillis au maximum, l'amplitude de contrainte ne varie presque pas mais le niveau de contrainte moyenne change durant l'essai.

IV.3.3 Essais de la littérature

Nous avons également simulé certains essais anisothermes issus de la thèse de (BEL-HEDI B., 1992). Les figures IV.6 et IV.7 montrent quelques unes des comparaisons simulation/expérience effectuées selon ces résultats. Les paramètres de l'AS5U3G T5 sont identifiés grâce aux résultats expérimentaux isothermes de la même étude. Les essais en opposition de phase et en 3/4 de phase sont assez bien simulés, la simulation est moins satisfaisante pour les essais en phase.



Fig. IV.4 – Contraintes en fonction du temps pour les alliages non pré-vieillis (1) AS7G (2) AS7U3 et (3) AS7UG.



Fig. IV.5 – Contraintes en fonction du temps pour les alliages pré-vieillis (1) AS7G (2) AS7U3 et (3) AS7UG.



Fig. IV.6 – Comparaison simulation/expérience anisotherme sur élément de volume pour l'AS5U3 T5 en opposition de phase : (1) chargement : température en fonction de la déformation imposée (2) contraintes obtenues en fonction de la déformation (3) contraintes en fonction de la température.



Fig. IV.7 – Comparaison simulation/expérience anisotherme sur élément de volume pour l'AS5U3 T5 en 3/4 de phase : (1) chargement : température en fonction de la déformation imposée (2) contraintes obtenues en fonction de la déformation (3) contraintes en fonction de la température.
IV.4 Comparaison avec les modèles microscopiques

IV.4.1 Application des modèles de la littérature

En se basant sur des modèles microscopiques du type (GANDIN C.A., BRÉCHET Y., RAPPAZ M., CANOVA G., ASHBY M., SCHERCLIFF H., 2002) et (LIU G., ZHANG G.J., DING X.D., SUN J., CHEN K.H., 2003), nous avons tenté de simuler la variation de limite d'élasticité des alliages, en fonction des variations de taille et de forme des précipités durcissants. L'application de ce type de modèle, initialement validé sur des alliages binaires de haute pureté, à des alliages de fonderie multi-composants et contenant des défauts de fonderie le fait sortir de son domaine d'application normal. De plus, la gamme de température dans laquelle travaillent nos alliages est vaste, entraînant une ou des variations allotropiques de ces précipités, ce qui risque encore d'altérer les résultats obtenus. Nous allons voir cependant qu'ils sont en remarquable accord avec l'expérience.

Pour les alliages au cuivre dont les précipités θ' en forme de disques sont orientés {100}, la variation de limite d'élasticité s'écrit :

$$\Delta \sigma = 0.13 MG \frac{b}{2\sqrt{rh}} \left(f_v^{1/2} + 0.75 \left(\frac{r}{h}\right)^{1/2} f_v + 0.14 \left(\frac{r}{h}\right) f_v^{3/2} \right) Ln \frac{0.158r}{r_0}$$
(IV.23)

Avec M le facteur de Taylor (2.5 à 3), G le module de cisaillement (25000 MPa), b: le vecteur de Burgers (2.86.10⁻¹⁰m), r_0 le rayon du calcul de la tension de ligne de dislocation (0.572nm), r le rayon moyen des précipités, h la demi-épaisseur du disque, f_v la fraction volumique de précipités. L'écriture complète du modèle, en fonction du temps et de la température, se trouve dans (LIU G., ZHANG G.J., DING X.D., SUN J., CHEN K.H., 2003).

D'après les résultats expérimentaux du paragraphe III.3.2 pour l'AS7U3, nous avons choisi deux revenus pour lesquels la nature cristallographique des précipités ne varie pas, ils restent θ' et seule la taille évolue : il s'agit de 200h à 175 et 200°C.

Nous avons obtenu $f_v=0.038$, r=95nm, h=2nm à 175° C et r=150nm, h=3.75nm à 200° C. Le modèle donne alors une limite d'élasticité de 121 MPa à 175° et 91 MPa à 200° C avec M=2.5. Si l'on compare cela à la variation donnée par le modèle macroscopique (voir paragraphe IV.1), on obtient :

- $a(200h \ 175^{\circ}C)=0$, $R_0(20^{\circ}C)=25$ MPa, $R_0^*(20^{\circ}C)=100$ MPa, $\sigma_y=125$ MPa (modèle=121)
- $a(200h\ 200^{\circ}C)=0.25$, $R_0(20^{\circ}C)=25$ MPa, $R_0^*(20^{\circ}C)=100^*(1-0.25)=75$ MPa, $\sigma_y=100$ MPa (modèle=91)

La corrélation est en revanche moins bonne, pour les raisons citées plus haut, lorsque le type et la géométrie du précipité changent au cours de l'histoire de température. On obtiendrait ainsi environ 10 MPa³ pour l'AS7G T7 après 300h à 200°C, alors que la simulation macroscopique en accord avec l'expérience prévoit 40 MPa⁴.

IV.4.2 Approche micro-macro

La corrélation micro/macro a été testée et validée pour le 319 et le A356, (GUILLOT I., BARLAS B., MASSINON D., CAILLETAUD G., 2001) et (BARLAS B., OVONO-OVONO D., GUILLOT I., CAILLETAUD G., 2002), en fonction du temps et de la température de vieillissement en service. En se basant sur (CULIÉ J.P., CAILLETAUD G., LASALMONIE A., 1982), nous avons choisi de comparer la contrainte donnée par le modèle macroscopique à un modèle microscopique simple basé sur les résultats des observations.

³Paramètres expérimentaux f_v =0.01, r=60.6 nm, f_e le facteur d'élongation vaut environ 1.5 donc h=40 nm.

 $^{^{4}}a(300h\ 200^{\circ}C)=0.85, R_{0}(20^{\circ}C)=20$ MPa, $R_{0}^{*}(20^{\circ}C)=130^{*}(1-0.85)=20$ MPa, $\sigma_{y}=40$ MPa

a) Echelle macroscopique

L'expression analytique de la contrainte macroscopique est celle du paragraphe IV.1. Comme le vieillissement affecte seulement la limite d'élasticité et l'écrouissage cinématique non linéaire, la variation de contrainte due au vieillissement s'exprime par :

$$\Delta \sigma = \left(R_0^* + \frac{C_2}{D_2} \operatorname{th}(D_2 \frac{\Delta \varepsilon^p}{2}) \right) (1 - a)$$
 (IV.24)

b) Echelle microscopique

Le phénomène que l'on cherche à décrire est un adoucissement, on suppose donc que les particules sont suffisamment grosses pour être contournées en suivant le mécanisme d'Orowan :

$$\tau_{Oro} = \frac{2\Gamma}{bL} = \frac{2\beta\mu b}{L} \tag{IV.25}$$

avec $\Gamma = \beta \mu b^2$, la tension de ligne, β un paramètre proche de 0.5 (correspondant à r_0 dans le paragraphe IV.4.1), μ le module de cisaillement de l'alliage à température ambiante et ble module du vecteur de Burgers (2.86.10⁻¹⁰ m). L'expression précédente doit être corrigée par la fraction volumique de phase α contenant les précipités ($f_{\alpha} = 73\%$ pour l'AS7U3G et 58.8% pour l'AS7G, paragraphe III.2.1) :

$$\tau_{Oro} = \frac{2\beta\mu b}{L} f_{\alpha} \tag{IV.26}$$

Avec l'espace interparticule, (FRIEDEL J., 1964) :

$$L = \overline{r} \left[\left(\frac{\pi}{f}\right)^{1/2} - 2 \right] \tag{IV.27}$$

 \bar{r} étant le rayon moyen des précipités (voir tableau IV.2 et IV.3) et f la fraction volumique de particules dans la matrice α (3.8% pour l'AS7U3 et 1% pour l'AS7G). Comme la référence du modèle macroscopique correspond à l'état de vieillissement maximal (100 heures à 320°C, a = 1), la variation $\Delta \tau$ à considérer pour le modèle microscopique est :

$$\Delta \tau_{Oro} = \tau_{(T)} - \tau_{(320^{\circ}C)} \tag{IV.28}$$

état de vieillissement	précipités	diamètre moyen (nm)
T5	$\theta'' + \theta'$	18.2 ± 3
$T5 + 100 h at 100^{\circ}C$	θ'	20.8 ± 3.5
$T5 + 100 h at 200^{\circ}C$	θ'	30.9 ± 4.5
$T5 + 100 h at 250^{\circ}C$	θ	39.4 ± 5.5
$T5 + 100 h at 320^{\circ}C$	θ	107.0 ± 8

Tab. IV.2 – Diamètre moyen des précipités du 319 utilisés pour la corrélation micro-macro, obtenus par analyse d'image de clichés MET.

temps (heure)	température	précipités	diamètre moyen (nm)
50	(220)	$\beta' + Si$	68.6 ± 5
100	200	$\beta' + Si$	56.0 ± 4.5
	(220)	$\beta' + \beta + \mathrm{Si}$	70.8 ± 6
300	200	$\beta' + \beta + \mathrm{Si}$	60.6 ± 4.5
	(220)	$\beta + Si$	78.9 ± 6
1000	200	$\beta + Si$	61.7 ± 4.5
2000	200	$\beta + Si$	74.8 ± 5.5

Tab. IV.3 – Diamètre moyen des précipités du A356 utilisés pour la corrélation micro-macro, obtenus par analyse d'image de clichés MET.

c) Comparaison

Une loi de transition doit être introduite pour aller de l'échelle du grain (pour nous, de la dendrite) à celle de la réponse macroscopique de l'alliage.

Suivant l'approche décrite au paragraphe I.11, nous cherchons à exprimer une relation de la forme :

$$\Delta \sigma_{macro} = M \Delta \tau_{Oro} \tag{IV.29}$$

en la positionnant par rapport à un modèle statique (M=2.24) ou un modèle de Taylor (M=3.07).

Le résultat de cette étude est présenté sur la figure IV.8. Les barres d'erreur proviennent de la mesure de \bar{r} pour l'équation IV.27. La précision de l'évaluation n'est pas très bonne pour les forts vieillissements ($\Delta \sigma$ petit et $\Delta \tau$ petits), cependant on doit supposer que le point (0,0), correspondant au vieillissement maximal, constitue l'origine des deux demi-droites représentant les modèles statique et de Taylor. Pour le calcul, ε^p est fixé à 0.02%, c'est-à-dire que l'on se place au tout début du domaine plastique. On trouve 2.5 pour M, ce qui signifie que notre modèle est bien intermédiaire entre ces deux hypothèses.



Fig. IV.8 – Comparaison des modèles micro et macroscopique.

IV.4.3 Bilan

Cette comparaison basée sur des équations relativement simples permet de montrer que le paramètre a qui représente l'effet du vieillissement dans le modèle macroscopique est bien représentatif de l'évolution de la microstructure en termes de croissance/coalescence des précipités durcissants.

IV.5 Modèle d'amorçage

A déformation constante, le vieillissement provoque une chute de la contrainte, ce qui provoque un changement de l'évolution de l'endommagement et complique les capacités de prévision de modèles du type Manson-Coffin ou Wöhler. Pour cette raison, on se rapporte à un modèle d'endommagement de type ONERA, qui introduit une interaction fatigue-fluage non-linéaire.

Pour le cas de sollicitations cycliques, on retrouve ainsi naturellement à basse température un mode de rupture dominé par la fatigue et à haute température un effet prédominant du fluage. Le résultat dépend du temps, de la température et donc du vieillissement. Pour la prévision de la durée de vie, on se rapporte à des conditions stabilisées et on utilise les données expérimentales à mi-durée de vie. L'avantage de cette stratégie est sa simplicité de mise en œuvre, mais son inconvénient est de ne pas réellement tenir compte de l'historique complet du chargement, en dehors de la position et du rayon de la surface de charge fixés par la contrainte moyenne et la déformation moyenne obtenues au cycle stabilisé.

L'idéal serait de simuler la progression de l'endommagement sur la durée de vie totale de la pièce. En effet, lors de sa mise en service, le vieillissement n'a pas encore provoqué d'adoucissement et la contrainte est élevée, mais la contrainte ultime, elle aussi, est élevée et la déformation plastique est faible. L'endommagement à cet instant doit donc, *a priori*, être faible. Au fur et à mesure du vieillissement, le niveau de contrainte chute, la contrainte ultime également mais pas proportionnellement, et la déformation plastique devient plus importante. La compétition entre l'adoucissement mécanique (donc la diminution du niveau de contraintes) et la chute de résistance à la rupture fait que la durée de vie calculée à midurée de vie peut-être plus ou moins élevée que ce qu'elle aurait été avec une intégration de l'endommagement sur l'ensemble du chargement. D'un autre côté, si la stabilisation se fait rapidement (ce qui est le cas pour des températures élevées), on peut considérer que la variation de durée de vie prévue est négligeable.

IV.5.1 Présentation du modèle

On suppose l'endommagement isotrope et simulé par un paramètre scalaire d'endommagement D, qui est nul dans les conditions initiales et égal à un à la rupture.

On le décompose en deux variables d'endommagement, D_c pour le fluage et D_f ((LE-MAITRE J., CHABOCHE J.L., 1988)) pour la fatigue, tels que : $dD = dD_c + dD_f$.

a) Partie fluage

Pour le fluage, l'évolution de D_c est déterminée par la loi :

$$dD_c = \left(\frac{X(\underline{\sigma})}{A}\right)^r (1-D)^{-k} dt$$
 (IV.30)

où A, k, r sont des coefficients matériau identifiés à chaque température; la contrainte équivalente $X(\alpha)$ est une combinaison linéaire de la contrainte de von Mises $J(\alpha)$, de la contrainte principale maximale σ_I et de la trace $Tr(\alpha)$:

$$X(\underline{\sigma}) = (1 - \underline{\alpha} - \underline{\beta})J(\underline{\sigma}) + \alpha\sigma_I + \beta Tr(\underline{\sigma})$$
(IV.31)

On peut intégrer cette équation, sous chargement constant, en appelant t_c le temps critique à rupture en "fluage pur" (temps t_c pour $D_c = 1$) :

$$t_c = \frac{1}{k+1} \left(\frac{\chi(\underline{\sigma})}{A}\right)^{-r}$$
(IV.32)

Sous un chargement uniaxial en traction, il vient simplement :

$$t_c = \frac{1}{k+1} \left(\frac{\sigma}{A}\right)^{-r} \tag{IV.33}$$

Pour le cas d'un chargement cyclique, on définit simplement N_C , calculé sur une période P qui caractérise la contribution du mécanisme de fluage à la rupture :

$$\frac{1}{N_C} = \frac{1}{k+1} \int_P \left(\frac{\chi(\underline{\sigma})}{A}\right)^r dt$$
(IV.34)

b) Partie fatigue pure

Sous chargement uniaxial, le modèle de fatigue pure considère la contrainte maximale σ_M et la contrainte moyenne $\bar{\sigma}$ comme variables critiques :

$$\frac{dD_f}{dN} = \left[1 - (1 - D)^{\beta + 1}\right]^{\alpha(\sigma_M, \bar{\sigma})} \left[\frac{\sigma_M - \bar{\sigma}}{M(\bar{\sigma})(1 - D)}\right]^{\beta}$$
(IV.35)

$$\alpha \left(\sigma_{M}, \bar{\sigma} \right) = 1 - \gamma \left\langle \frac{\sigma_{M} - \sigma_{l}(\bar{\sigma})}{\sigma_{u} - \sigma_{M}} \right\rangle$$
(IV.36)

$$\sigma'_l = \sigma_{l0} \left(1 - b_1 \bar{\sigma} \right) \quad ; \quad \sigma_l = \sigma'_l + \bar{\sigma} \tag{IV.37}$$

$$M(\bar{\sigma}) = M_0 (1 - b_2 \bar{\sigma}) \tag{IV.38}$$

(IV.39)

On obtient alors N_F , calculé sur un cycle :

$$N_f = \frac{1}{\gamma} \left\langle \frac{\sigma_u - \sigma_M}{\sigma_a - \sigma'_l} \right\rangle \frac{1}{(\beta + 1)} \left(\frac{\sigma_a}{M} \right)^{-\beta}$$
(IV.40)

Pour le cas d'un chargement multiaxial, on remplace la contrainte alternée par l'amplitude de contrainte $\Delta J(\underline{\sigma})$, la contrainte maximale par la valeur maximale de l'invariant de von Mises $J_{max} = max(J(\underline{\sigma}))$ et la contrainte moyenne par la contrainte hydrostatique moyenne $\overline{\sigma}_H = \frac{1}{6} \left(max(tr(\underline{\sigma})) + min(tr(\underline{\sigma})) \right)$, et on obtient :

$$N_F = \frac{1}{(\beta+1)\gamma} \left\langle \frac{J_{max} - \sigma_u}{\Delta J/2 - \sigma_l'} \right\rangle \cdot \left(\frac{\Delta J/2}{M}\right)^{-\beta}$$
(IV.41)

avec γ , β , σ_l , M des coefficients matériau.

A température variable, on norme le chargement $\sigma(t)$ par $\sigma_u(T(t))$, on trouve alors $\sigma^*(t)$ et on déduit ΔJ^* , J^*_{max} et $\bar{\sigma}^*$ qui remplacent leurs homologues. Il apparaît alors cinq instants privilégiés dans le cycle, t_1 et t_2 qui correspondent aux deux extrêmes permettant le calcul de ΔJ , t_3 correspondant à J_{max} , et enfin t_4 et t_5 définissant $\bar{\sigma}_H$. On évalue la durée de vie en considérant successivement les jeux de paramètres des instants t_1 et t_2 , pour lesquels la température vaut respectivement T_1 et T_2 , en laissant de côté les autres instants, jugés moins significatifs pour le phénomène de fatigue. Lorsque σ_u est le seul paramètre dépendant de la température, on évalue ensuite la durée de vie en considérant simplement le minimum :

$$N_F = \min\{N_{F1}, N_{F2}\}$$
(IV.42)

avec :

$$N_{Fi} = N_F \left(\Delta \sigma^*, J_{max}^*, \bar{\sigma}^*, \sigma_u(T_i) \right) \tag{IV.43}$$

Dans notre cas, le coefficient M dépend également de la température et du vieillissement, si bien que l'on écrit :

$$N_{Fi} = N_F \left(\Delta \sigma^*, J_{max}^*, \bar{\sigma}^*, \sigma_u(a_i, T_i), M(a_i, T_i)\right)$$
(IV.44)

c) Cumul de l'endommagement

Afin de tenir compte de l'accélération de la propagation de fissure due au fluage et de l'augmentation du taux de cavités par concentration de contraintes, le modèle prévoit un cumul non linéaire des partie fatigue et fluage :

$$\frac{1}{N_R} < \frac{l}{N_C} + \frac{l}{N_F} \tag{IV.45}$$

Le cumul du fluage (passage d'une valeur d'endommagement D_0 à la valeur D_1) et de la fatigue (passage de D_1 à D_2) s'écrit :

$$C = (1 - D_0)^{k+1} - (1 - D_1)^{k+1} = (k+1) \int_{cycle} \left(\frac{\sigma}{A}\right)^r dt = \frac{1}{N_c}$$
(IV.46)

$$F = (1 - (1 - D_1)^{\beta + 1})^{1 - \alpha} - (1 - (1 - D_2)^{\beta + 1})^{1 - \alpha} = \frac{1}{N_f}$$
(IV.47)

Connaissant N_f et N_c , on calcule C et F jusqu'à ce que D_1 ou D_2 soit égal à 1 (rupture). On relève ensuite le nombre de cycles en fatigue-fluage nécessaire pour produire la rupture.

IV.5.2 Stratégie d'identification

Les paramètres d'endommagement et les planches obtenues sont confidentiels et se trouvent en annexe A.2. On ne présentera donc ici que la stratégie d'identification.

Les essais oligocycliques isothermes étant uniaxiaux et symétriques, les paramètres b_1 et b_2 de l'équation IV.37 et IV.38 sont choisis nuls (pas d'influence de la contrainte moyenne). Le coefficient γ est fixé à une valeur classique de 0,1.

Dans la formulation originale du modèle, l'identification du modèle de fluage s'effectue sur des essais de fluage pur. En fait, il est maintenant bien connu que fluage et fatiguerelaxation font apparaître des mécanismes de rupture différents, si bien que cette approche n'est pas très justifiée. Une méthode plus pragmatique d'identification consiste à utiliser des essais de fatigue faisant intervenir une forte composante d'endommagement liée au temps, par exemple en fatigue-relaxation, avec des temps de maintien de quelques minutes en traction ou en compression.

On classe les essais expérimentaux par valeur de vieillissement à mi-durée de vie. On construit alors pas à pas les courbes du modèle pour chaque température et chaque catégorie de vieillissement selon le schéma suivant :

- l'amplitude de déformation est fixée à une valeur comprise entre 0.07 et 5%,
- le vieillissement est imposé en fonction de la catégorie d'essais choisie,
- le comportement est simulé sur deux cycles isothermes,
- un post-traitement de durée de vie donne les nombres de cycle total, en fatigue et en fluage,
- on écrit les valeurs de contrainte, déformation, N_r , N_f et N_c dans un fichier résultat,
- on recommence avec une déformation plus grande mais en gardant le même vieillissement.

A la fin, on compare graphiquement avec les données expérimentales, on réajuste les paramètres et l'on recommence jusqu'à obtenir un bon accord avec l'expérience. A cela s'ajoute la nécessité d'avoir un bon accord avec les essais anisothermes, on effectue donc des aller-retours successifs entre ces deux parties.

Une autre stratégie consiste à imposer le vieillissement initial de l'essai et à effectuer la même démarche avec des valeurs du vieillissement qui dépendent de la déformation imposée, puisque plus celle-ci est faible, plus l'essai va être long et donc plus le vieillissement sera grand. A l'usage, cette méthode s'avère beaucoup plus difficile à utiliser et n'apporte pas un gain de précision significatif, elle a donc été abandonnée.

La figure IV.9 montre un exemple de résultat à 200° C pour l'AS7G T7 vieilli au maximum (a=1).



Fig. IV.9 – Exemple de résultat obtenu avec le modèle ONERA pour l'AS7G T7 à 200° C, a=1 (a) en contraintes (b) en déformations.

IV.6 Bilan

Les différentes approches couramment utilisés pour modéliser le comportement des matériaux ont permis de relier les mécanismes microstructuraux observés expérimentalement, au phénomène de vieillissement macroscopique.

Le modèle macroscopique est élasto-visco-plastique du type Chaboche, et inclut une variable interne de vieillissement basée sur des observations physiques, qui porte en partie sur la limite d'élasticité initiale et en partie sur l'écrouissage cinématique. Les divers paramètres identifiés sur les essais isothermes, permettent de modéliser le comportement, et de retrouver une estimation des grandeurs physiques classiques comme R_e et R_m .

Cette identification a également permis de modéliser le comportement des alliages en fatigue thermo-mécanique, sur l'installation 3-barres en élément de volume, ainsi que certains essais de la littérature.

L'approche micro-macro basée sur les modèles de la littérature s'avère difficile à mettre en œuvre dans le cas des alliages de fonderie multi-constituants et soumis à des gammes de températures qui sortent du domaine de validité de ces modèles. Nous avons donc mis en place un modèle microscopique basé sur la variation de la contrainte de cisaillement en fonction du contournement d'Orowan, moins ambitieux mais plus efficace. Le vieillissement est alors pris en compte au travers des mécanismes de croissance/coalescence des précipités durcissants. Les résultats obtenus ont été reliés à la variation de contrainte macroscopique engendrée par le vieillissement par une relation du type : $\Delta \sigma_{macro} = M.\Delta \tau_{micro}$.

Les capacités de prévision de modèles du type Manson-Coffin ou Wöhler sont fortement détériorées par le vieillissement, le modèle d'amorçage choisi est donc du type ONERA mettant en œuvre un cumul non-linéaire des endommagements dus à la fatigue et au fluage. Les paramètres de ce modèle sont identifiés conjointement sur les bases de données isotherme et anisotherme. Les résultats obtenus de cette façon sont bien plus satisfaisants que par les approches classiques et permettent d'envisager une application comparative aux durées de vie des culasses en fonction de l'alliage qui les compose.

Chapitre -V-Calculs de structure

A ce stade de l'étude, nous disposons des modèles de comportement et de prévision d'amorçage identifiés sur élément de volume. Il reste maintenant à les mettre en application sur des structures. La plus simple d'entre elles est l'éprouvette de fatigue thermomécanique. Du fait de l'existence d'un gradient thermique le long du fût, elle ne constitue pas à proprement parler un élément de volume. Son calcul par éléments finis, réalisé ici en première partie, permet de montrer que le travail qui a été fait au chapitre précédent est néanmoins tout à fait cohérent, c'est à dire que le modèle identifié sur élément de volume donne des résultats cohérents sur l'éprouvette complète. La suite du chapitre sera consacrée à des calculs de culasse. Nous avons repris ici le maillage de la thèse de (NICOULEAU-BOURLES E., 1999), ce qui a permis de mener un grand nombre de calculs comparatifs.

V.1 Simulation de l'installation 3 barres

V.1.1 Calcul par éléments finis

a) Maillage et calculs réalisés

L'installation est simulée complètement, puisque le maillage (figure V.1) comprend l'éprouvette, mais également les ressorts et les colonnes, qui sont représentés par des éléments élastiques. La condition de contact unilatéral est également incluse dans le calcul. La symétrie du système permet de ne modéliser que la moitié du montage. Les éléments sont axisymétriques. Il a été tenu compte de cette géométrie un peu particulière pour les ressorts et les colonnes : les modules d'Young qui leur sont attribués respectivement : $E_r = 787$ MPa et $E_c = 53476$ MPa permettent de retrouver leur raideur globale. Les calculs ont porté sur les alliages AS7G T7, AS10G T7, AS7UG T7 et AS7U3 T5. Systématiquement, le modèle de durée de vie à été réajusté sur les expériences pour les cas a=0 et a=1. Les alliages AS5U3 T5 et T6 n'ont pas été testés. Leurs paramètres d'endommagement sous chargement anisotherme n'ont donc pas été réajustés, ce qui donne donc un peu moins de force à leur identification.

b) Définition du chargement

La sollicitation extérieure se limite à l'histoire thermique. La bonne connaissance des champs thermiques dans l'espace et dans le temps est primordiale si nous voulons réaliser une prévision correcte des redistributions de contrainte réelles, et, pour finir, de la durée de vie.



Fig. V.1 – Maillage de l'éprouvette axisymétrique de l'installation 3 barres.

En effet, selon la capacité de l'éprouvette (donc de l'alliage) à évacuer la chaleur, la dilatation thermique de la partie moins chaude de l'éprouvette varie, et avec elle le niveau de contrainte imposé : cela est lié au fait que la dilatation thermique globale le long de l'éprouvette fournit la force motrice qui crée les contraintes. En résumé, lorsque la température de la partie la moins chaude (correspondant à la barre tiède du paragraphe V.1.3) est élevée, l'amplitude de déformation liée à la dilatation thermique est importante, ce qui conduit à un régime où l'amplitude de contrainte sur la base de mesure est elle-même grande.

Nous avons utilisé plusieurs sources pour obtenir ce profil thermique. La première est constituée par les relevés expérimentaux de thermocouples installées directement sur l'éprouvette, la seconde des calculs thermiques par éléments finis¹, dans lesquels les échanges thermiques sont recalés sur l'expérience. Par ailleurs, le calcul de mécanique interpole linéairement dans le temps entre les différents profils. Le profil thermique imposé à 300°C provient directement des résultats expérimentaux. On choisit pour le lisser une fonction sigmoïde dont les paramètres sont fixés par les mesures expérimentales. Le profil à 250°C est calculé de deux façons différentes : soit par simple interpolation du profil obtenu à 300°C, dans la majorité des cas; soit par le calcul thermique, pour l'AS7U3 T5. En effet, cet alliage étant moins conducteur, il évacue moins la chaleur et son profil doit être différent de celui des autres alliages pour que la simulation soit en accord avec l'expérience.

Les trois profils utilisés sont représentés sur la figure V.2 ainsi que le profil à froid. On suppose une variation linéaire pour passer de l'état chaud à l'état froid.

Le cycle comporte une montée de 60s, un palier de 120 s, et une descente suivie de maintien à froid de 300 s, ce qui correspond bien au cycle expérimental de 480 s. Les températures minimale et maximale au centre de l'éprouvette sont de 45 et 300°C. Il a été observé que la taille de la cale n'est pas un paramètre très critique sur la durée de vie. Nous nous en tenons donc à une cale de hauteur 20.50 mm.

V.1.2 Résultats obtenus

Pour l'ensemble des simulations réalisées, l'amplitude de contrainte diminue tandis que l'amplitude de déformation plastique augmente au cours de l'expérience. Ceci est lié au vieillissement du matériau. En conséquence, le cycle contrainte-température est également de plus en plus ouvert. Cet effet est bien entendu moins sensible pour le cas d'éprouvettes prévieillies.

¹réalisés par R. SALAPETE au laboratoire



Fig. V.2 – Représentation des profils de température le long de l'éprouvette, du centre de la zone utile vers les têtes.

Un autre résultat générique est que la déformation plastique présente un rochet vers les déformations négatives. La figure V.3 montre la dérive de la déformation vers les valeurs négatives dans la zone utile, entre les couteaux de l'extensomètre, ce qui sera analysé dans le prochain paragraphe.



Fig. V.3 – Dérive de la déformation axiale dans la zone utile d'une éprouvette d'AS7G T7 sous chargement anisotherme

Il est frappant de constater que, avec les coefficients matériau utilisés, la simulation numérique est capable de rendre compte du mécanisme de mise en tonneau observé précédemment : dans le calcul comme dans la simulation, cet effet est présent pour les alliages au magnésium, mais pas pour les alliages au cuivre (figure V.4).

Le comportement global de l'éprouvette consiste donc en un raccourcissement de l'ensemble du fût. Localement, la partie utile entre les couteaux de l'extensomètre subit des déformations négatives axiales, figure V.3, tandis que la partie tiède qui l'entoure subit des déformations axiales positives (striction hors des couteaux). La forme des boucles locales, et



Fig. V.4 – (1) Absence de mise en tonneau pour l'AS7U3, evcum (déformations plastiques cumulées) après 100 cycles (2) dans les mêmes conditions, mise en tonneau pour l'AS7G (3) mise en évidence des zones en traction ou en compression : déplacement radial pour l'AS7G et (4) déformation viscoplastique ε_{zz} pour l'AS7G.

leur translation vers la compression ou la traction, est le résultat d'une compétition entre l'écoulement de compression à chaud et l'écoulement de traction à froid. Le résultat de cette compétition peut changer en fonction du vieillissement, il peut donc y avoir des évolutions non monotones, c'est-à-dire que la zone moins chaude peut partir en compression en premier, puis en traction lorsque le veillissement agit sur la zone chaude. A cause des gradients thermiques, la répartition des contraintes et des déformations varie le long de l'éprouvette, mais également radialement. La bonne conductivité thermique des alliages étudiés nous a conduit à négliger ces variations.

V.1.3 Modèle simplifié de la mise en tonneau

Afin de mieux comprendre encore les raisons du phénomène de mise en tonneau, un modèle simplifié a été mis au point 2 .

Nous travaillons avec seulement trois éléments, l'un représentant l'ensemble ressorts, colonnes et plateaux, le deuxième représentant la base de mesure de l'éprouvette et le troisième représentant les extrémités de la base de mesure de l'éprouvette, susceptible de s'écouler plastiquement comme la base de mesure mais subissant un cyclage thermique de moins forte amplitude. Les deux derniers éléments sont en série, et placés en parallèle avec le premier. L'ensemble est bridé, si bien que les deux sous-ensembles ont le même déplacement. La figure V.5 montre un schéma de l'ensemble ainsi que les cycles thermiques imposés. Les rapports

 $^{^{2}}$ Ce modèle est l'objet de plusieurs simulations numériques, proposées aux étudiants du DEA Mécanique et Matériaux, et qui ont été mises en place par deux étudiants du laboratoire, R. SALAPETE et T. DICK (voir http://mms.ensmp.fr/Illustrations/3bar.html)



 L_1/L_2 et les rapports S_1/S_0 sont des paramètres du modèle.

Fig. V.5 – Modélisation du problème 3 éléments (a) Schéma 3 barres (b) Cycle thermique imposé.

On cherche à montrer que la striction des extrémités de la base de mesure de l'éprouvette est due au gradient thermique du four. Celui-ci influence en effet la valeur de la limite d'élasticité, conditionne la mise en traction (ou non) des extrémités, et arbitre, en fin de compte, la compétition entre écoulement à froid et écoulement à chaud.

Pour ce faire, on impose un chargement aux deux éléments constitutifs de l'éprouvette, avec une loi de variation de la limite d'élasticité provenant du gradient de température.

Les paramètres utilisés pour les différentes simulations sont répertoriés ci-dessous :

- module de Young équivalent de l'ensemble ressorts, colonnes et plateaux en acier : $E^* = 260000$ MPa;
- module de Young de l'alliage d'aluminium : $E = E_1 = E_2 = 70000$ MPa;
- coefficient d'expansion thermique linéaire apparent : $\alpha = 15.10^{-6}$;
- limite d'élasticité initiale (seuil de plasticité) variant linéairement avec la température : $R_0(0) = 150 \text{ MPa}, R_{300}(0) = 20 \text{ MPa};$
- pente de l'écrouissage cinématique (linéaire et non linéaire) variant linéairement avec la température : C(0) = 60000 MPa, C(300) = 6000 MPa;
- coefficient de rappel de l'écrouissage cinématique non linéaire : D = 600;
- coefficients caractérisant la contrainte visqueuse : K=100 MPa.s^{1/n}, n=5.

On vérifie que l'élément 0 (barre froide) reste élastique durant les simulations. La partie utile (élément chaud) présente toujours le même résultat : les boucles partent vers les déformations négatives et seule l'amplitude de déformation varie (figure V.6).

La température de l'élément chaud, T_1 , est choisie constante à 300°C, tandis que celle de l'élément tiède, T_2 , conditionne la mise en striction ou non. Les conditions d'apparition de la striction sont difficiles à déterminer, car la réponse est le résultat de compromis entre les différentes parties du système, mais globalement, pour l'élément tiède, on a trois résultats distincts selon le chargement thermique :

Les simulations réalisées avec ce système sont trop simplifiées pour qu'il soit intéressant de tenter des comparaisons avec l'expérience. Il met toutefois bien en lumière les aspects qualitatifs du phénomène de mise en tonneau.

- pour $T_2 < 150^{\circ}$ C, l'élément tiède reste élastique;
- pour $180 < T_2 < 250^{\circ}$ C, il part en compression en premier, puis revient vers les déformations positives, figure V.7 (1);
- pour $250 < T_2 < 290^{\circ}$ C, il a directement une déformation positive (il faut noter dans ce cas que l'amplitude de déformation commence par croître, puis diminue avec le temps), figure V.7 (2).



Fig. V.6 - Déformations dans la barre chaude (base de mesure).



Fig. V.7 – Simulation du phénomène de striction dans la barre tiède : (1) départ en compression en premier puis en traction (2) départ directement en traction.

V.1.4 Durées de vie expérimentales et simulées

Les résultats de durée de vie des essais de fatigue thermo-mécanique menés sur la machine 3 barres entre 50 et 300°C sont reportés dans le tableau V.1 et entre 50 et 250°C sur le tableau V.3. Les paliers de maintien à haute température ont une durée de 120s. L'état de pré-vieillissement a=1 est obtenu en plaçant l'éprouvette au four pendant 100h à 300°C. Les simulations correspondantes sont présentées à la suite de chaque série d'essais (tableaux V.2 et V.4). Les essais marqués du symbole * ont subi une rupture prématurée, due au contact du thermo-couple ou de l'extensomètre. Ils sont tout de même exploités pour le calcul des contraintes moyennes mais pas pour celui de la durée de vie moyenne.

matériau	a_{ini}	durées de vie	$\sigma_{min}^{exp}(N_R/2)$	$\sigma_{max}^{exp}(N_R/2)$	\mathbf{N}_{R}^{exp}
			moyen (MPa)	moyen (MPa)	moyen
AS7G T7	0	315 - 305*	-42.5	110.	315
AS7G T7	1	390 - 520	-22.	112.25	455
AS10G T7	0	250 - 460 - 365	-30.75	119.5	360
AS10G T7	1	530 - 585	-2.	127.5	555
AS7U3 T5	0	580 - 312*- 440*	-51.	169.4	580
AS7U3 T5	1	550 - 820*	-60.	114.	550
AS7UG T7	0	460 - 490 - 520	-29.5	148.5	490
AS7UG T7	1	448 - 540	-25.	113.75	495

Tab. V.1 – Essais anisothermes entre 50 et 300 °C sur quatre matériaux, 480s/cycle. * = rupture prématurée.

matériau	a_{ini}	cycles	$\sigma_{min}^{sim}(N_R/2)$	$\sigma_{max}^{sim}(N_R/2)$	N_F^{sim}	\mathbf{N}_{C}^{sim}	\mathbf{N}_{R}^{sim}	N_R^{exp}
		calculés	moyen (MPa)	moyen (MPa)	moyen	moyen	moyen	moyen
AS7G T7	0	150	-50	100	620	5449	355	315
AS7G T7	1	100	-42	82	863	47960	438	455
AS10G T7	0	300	-50	100	505	36800	380	360
AS10G T7	1	100	-42	82	793	43000	546	555
AS7U3 T5	0	350	-55	150	1095	7980	595	580
AS7U3 T5	1	100	-50	120	854	8230	552	550
AS7UG T7	0	300	-50	115	516	59300	481	490
AS7UG T7	1	100	-45	70	566	58700	521	495

Tab. V.2 – Simulations correspondant aux essais du tableau V.1.

Les performances de l'AS7U3 et de l'AS7UG sont remarquables, que ce soit à l'état prévieilli ou non, au regard des alliages sans cuivre. L'amplitude moyenne de contraintes est plus élevée mais leur durée de vie expérimentale également, ce qui rend compte de leur meilleure tenue à chaud. Dans tous les cas, l'effet de la température maximale atteinte est évident, les essais à 240°C ayant en moyenne une durée de vie bien plus élevée.

Les résultats des simulations sont très proches de l'expérience grâce, entre autre, à l'ajustement des paramètres α et β de l'équation IV.31 qui rendent compte du fait que l'endommagement est beaucoup plus faible en compression qu'en traction. Ceci justifie la différence d'ordre de grandeur de 10² environ, entre le nombre de cycle simulé en fatigue (traction à froid) et en fluage (compression à chaud). La rupture se produit donc en fatigue, et non en fluage, ce qui montre que l'endommagement se fait principalement à froid donc en traction pour cette installation.

matériau	a _{ini}	durées de vie	$\sigma_{min}^{exp}(N_R/2)$	$\sigma_{max}^{exp}(N_R/2)$	N_R^{exp}
			moyen (MPa)	moyen (MPa)	moyen
AS7G T7	0	800 - 1500 - 1300	-40*	120*	1200
AS10G T7	1	1475	-10	110	1475
AS7U3 T5	0	2500	-60*	180*	2500
AS7U3 T5	1	1480	-50*	160*	1480
AS7UG T7	0	1900	-60	140	1900
AS7UG T7	1	1100	-50	90	1100

Tab. V.3 – Essais anisothermes entre 50 et 250 °C sur quatre matériaux, 400s/cycle. * = estimation après recalage de la thermique suite à une erreur de manipulation.

matériau	a _{ini}	cycles	$\sigma_{min}^{sim}(N_R/2)$	$\sigma_{max}^{sim}(N_R/2)$	N_F^{sim}	N_C^{sim}	N_R^{sim}	N_R^{exp}
		calculés	moyen (MPa)	moyen (MPa)	moyen	moyen	moyen	moyen
AS7G T7	0	300	-30	120	2286	1.4 e5	1135	1200
AS10G T7	1	10	-30	100	2510	1.2 e5	1245	1475
AS7U3 T5	0	300	-60	160	6822	0.85 e5	5012	2500
AS7U3 T5	1	10	-50	150	3438	0.8 e5	2047	1470
AS7UG T7	0	200	-45	150	3935	1.4 e5	2170	1900
AS7UG T7	1	10	-30	120	1399	0.5 e5	977	1100

Tab. V.4 – Simulations correspondant aux essais du tableau V.3.

Pour les essais à 300°C, il n'est pas facile de conclure quant à l'effet du vieillissement, les écarts de durée de vie n'étant pas significatifs. A cette température, le chargement est extrêmement sévère et les durées de vie sont toutes globalement faibles. Il semble toutefois que le vieillissement améliore légèrement la durée de vie des alliages au magnésium, et la modifie très peu pour les alliages au cuivre. A 250°C, les différences sont plus marquées et confirment l'effet néfaste du vieillissement pour la durée de vie des alliages au cuivre. Au final, c'est l'AS7U3 qui semble, de peu, le plus résistant en fatigue thermo-mécanique.

On note que les résultats des simulations figurent globalement dans la bande de dispersion d'un facteur deux, habituelle en fatigue, ce qui est documenté plus en détails en annexe A.2. Les valeurs de contraintes simulées semblent également satisfaisantes. La capacité de prévision du modèle paraît donc correcte au regard de la dispersion expérimentale.

Pour chaque jeu de paramètres d'endommagement identifié dans cette partie, on vérifie l'incidence sur les simulations des essais d'endommagement isothermes. L'enjeu de cette démarche consiste à trouver un jeu cohérent entre les divers essais d'endommagement pour chaque matériau d'une part, et entre les différents matériaux d'autre part. Cette démarche de généralisation du modèle se fait au détriment de la précision des simulations, mais les allers-retours successifs entre les divers types d'essais permet de minimiser cette perte de précision.

V.2 Conditions du calcul de culasse

V.2.1 Retour sur les calculs de (Nicouleau-Bourles E., 1999)

a) Maillage et chargement imposé

Nous avons choisi d'utiliser de nouveau le maillage de 2 des 4 postes de la culasse G9 (2.2L DCI 108kW) de l'étude de (NICOULEAU-BOURLES E., 1999). Ce maillage est relativement peu raffiné mais sa simplicité permet maintenant de mener des calculs rapides et avec de nombreux cycles, ce qui devrait permettre de comparer les durées de vie des divers matériaux étudiés. Il comporte 23709 nœuds et 17621 éléments soit 71127 degrés de liberté. La figure V.8 montre ce maillage soumis à la température maximale (cartographie la plus chaude). Nous disposons également de cartes à température intermédiaire à la montée et à la descente, et d'une carte à température minimale. Dans un premier temps, nous reprenons également les conditions en déplacement imposé sur tous les nœuds en surface du maillage : ces déplacements proviennent d'un calcul sur maillage complet qui avait été effectué par Renault. Ces points sont précisés dans le prochain paragraphe.



Fig. V.8 – Présentation du maillage utilisé, soumis à la cartographie thermique la plus chaude.

Dans la suite, on choisit de montrer systématiquement les représentations de la culasse avec la partie échappement vers le haut et l'axe de symétrie à gauche. On désigne par x_1 (horizontal, longitudinal) l'axe correspondant à la direction admission/admission, par x_2 (vertical, transverse) l'axe correspondant à la direction admission/échappement et x_3 (profondeur, axial) l'axe chaud/froid dans la hauteur de la culasse. En premier lieu, nous avons reconduit les calculs de (NICOULEAU-BOURLES E., 1999) à l'identique avec le même fichier matériau (as7u3g) et les mêmes conditions limites. Les progrès de l'informatique et du solveur du code Zébulon permettent de les réaliser en séquentiel, et non plus en parallèle, ce qui donne encore plus de souplesse et permettra d'effectuer de nombreux calculs, autorisant une véritable étude paramétrique. Le calcul de 2 cycles en parallèle prenait 18h en 1999, il prend maintenant à peine 2h en séquentiel. Une méthode des sauts de cycles ayant également été développée dans ZéBuLon, il devient même envisageable de poursuivre le calcul sur quelques centaines de cycles et de pouvoir ainsi juger de l'influence du vieillissement et de la nature du matériau sur la durée de vie de la culasse.

b) Frettage des sièges de soupapes

La méthode pour simuler le frettage des sièges de soupapes dans la culasse au premier incrément a été reconduite. Il s'agit de recréer le champ de précontraintes relativement important dû au montage en force du siège en acier dans un logement en aluminium trop petit de 105 μ m en diamètre. On modélise ce changement de diamètre mécanique par une élévation de température fictive correspondant au même changement dimensionnel. Une élévation de température de 0 à 20°C, associée à un coefficient de dilatation fictif pour l'acier de $\alpha = 1,63115.10^{-04}$ /°C crée la bonne variation dimensionnelle. Pour qu'il n'y ait pas d'effet du frettage suivant la composante axiale des sièges de soupapes on utilise un coefficient de dilatation anisotrope, si bien que les dilatations selon x_3 de l'acier et de l'aluminium sont identiques. Durant l'étape de frettage, le matériau reste globalement élastique. Pour la suite du calcul, on effectue une reprise avec le fichier matériau de l'acier correspondant aux propriétés réelles : $\alpha = 11, 5.10^{-06}$ / °C et E=200 000 MPa.

Afin de caractériser l'effet du frettage, la figure V.9 présente les contraintes de von Mises aux points de Gauss dans l'acier des sièges et dans l'aluminium du pontet. Elles sont bien plus grandes dans l'acier (environ 250 MPa) que dans l'aluminium (environ 80 MPa), car le module d'Young de l'acier est presque 3 fois plus grand.



Fig. V.9 – Résultat du frettage des sièges de soupapes sur la contrainte de von Mises aux points de Gauss, AS7U3G.

Les figures V.10 (a) et (b) montrent respectivement les contraintes $\sigma 11$ et $\sigma 22$ résultant de cette opération. Dans les deux cas, des contraintes de compression de l'ordre de 80 MPa apparaîssent assez nettement sur les sièges d'échappement, mais moins bien pour les sièges d'admission plus espacés à cause de l'injecteur, et qui jouxtent la zone de contact de la culasse sur son support (fictif, il s'agirait en fait du bloc-moteur), zone pour laquelle la résultante sur l'axe x_1 du serrage des vis est forte, figure V.16. Les contraintes résultant du frettage ont un effet négligeable sur les pontets.



Fig. V.10 – Résultat du frettage des sièges de soupapes sur la contrainte (a) σ 11 (b) σ 22 sur le poste central, AS7U3G.

c) Déplacements et thermique de la culasse

Les déplacements sont fournis par Renault et correspondent au début d'un calcul thermomécanique sur banc moteur. La culasse étant symétrique, on bloque la face de symétrie Σ suivant x_1 et, pour bloquer totalement la structure, on impose un déplacement nul suivant x_2 sur un des nœuds de Σ . La thermique est elle aussi issue de calculs et de mesures fournis par Renault sous forme de quatre cartographies, une à froid, une à chaud et deux intermédiaires (figure c)). Les cycles thermiques sont en dent de scie avec une montée en température et un refroidissement de 45s chacun, (voir figure A.2 en annexes). Par opposition aux cycles avec temps de maintien, on qualifiera par la suite ces cycles de triangulaires.

d) Résultats

Les résultats sont présentés aux points de Gauss, on reporte sur la figure V.12 la contrainte de von Mises des éléments de la culasse correspondant à la tablature (face feu), lors du premier cycle (t=47s) à la température maximale (265° C) sur le matériau T5, à comparer avec la figure VI.9-(a) de la thèse de (NICOULEAU-BOURLES E., 1999) (p130). On notera que les figures sont semblables après rotation de 180°. De même sur la figure V.13, on retrouvera la déformation plastique cumulée pour deux cycles sur le matériau T5 (t=177s) à comparer avec la figure VI.10 (p131). Ceci démontre que nous nous plaçons bien dans les mêmes conditions de calcul que dans la précédente étude.



Fig. V.11 – Cartographies thermiques utilisées pour le calcul. Les temps représentés sont ceux des cycles triangulaires. Les cartographies sont les mêmes pour les cycles avec temps de maintien.

e) Calculs avec les autres matériaux

A la suite de ce premier calcul, nous avons effectué des simulations en utilisant les autres fichiers matériau dont nous disposons. Les résultats sont bien entendu différents, même en ne considérant que le nouveau fichier représentant l'AS7U3G T5 (AS7U3G), qui prend en compte notre base de données étendue. Mais un problème plus important arrive pour les autres nuances d'alliages : en considérant celles-ci, nous observons une incompatibilité de conditions limites : les déplacements imposés sur les nœuds extérieurs du maillage, sont en effet propres à un alliage bien défini, en particulier au coefficient de dilation, qui varie d'un alliage à l'autre, si bien qu'un changement de matériau entraîne des incohérences sur les résultats. Il va donc être nécessaire de définir de nouvelles conditions aux limites, moins contraignantes.



Fig. V.12 – Contraintes de Von Mises pour l'AS7U3 T5 à chaud et au premier cycle.



Fig. V.13 – Déformation plastique cumulée pour l'AS7U3 T5 à froid et au deuxième cycle.

V.2.2 Nouveau champ de déplacement imposé

A cause des incompatibilités citées précédemment, nous avons choisi de travailler en conditions isostatiques , correspondant à celles d'un banc d'organe³ (et non plus d'un banc moteur), pour permettre une plus grande tolérance du calcul aux changements de coefficients matériau.

Pour cela, on conserve le groupe de nœuds qui entoure la zone de la chambre de combustion (sertissage du joint de culasse). Sur ce groupe de nœuds, on impose la conditions $U_3=0$: la culasse est posée sur un bâti rigide. On impose un effort de serrage sur la culasse équivalent à une tension dans chaque vis de 100000 N (soit 10 tonnes par vis). Il faut donc appliquer une pression sur la surface d'appui de chaque vis en vérifiant que l'aluminium reste élastique. On conserve également le plan de symétrie central, ses nœuds ont un déplacement nul dans la direction longitudinale de la culasse ($U_1=0$). Enfin, il faut bloquer les mouvements de corps rigide : pour cela, nous bloquons un nœud se trouvant sur le plan de symétrie selon l'axe transverse ($U_2=0$).

Parmi les nouvelles conditions, nous avons également choisi de faire des cycles avec temps de maintien (et triangulaires pour comparaison) afin d'avoir le temps d'activer le vieillissement de façon significative. On se rapproche par ailleurs des conditions réelles d'utilisation. La montée en température et le refroidissement s'effectuent donc toujours en 45s, mais on impose un temps de maintien de 1800s (30min) entre les deux. La durée d'un cycle est donc de 1890s.

V.2.3 Méthode de saut de cycles

Cette méthode, expliquée plus en détail dans (FOERCH R., GROS V., MOUNOURY V., QUILICI S., CAILLETAUD G., 2000), considère deux échelles de temps dans l'histoire du chargement, en venant superposer une échelle en cycles sur celle qui correspond aux incréments ordinaires. Grâce aux résultats obtenus sur trois cycles consécutifs N1, N2 et N3, les variables internes qui caractérisent l'état du matériau sont extrapolées au cycle N3+ Δ N et le calcul reprend à ce point. Plusieurs paramètres de précision permettent de contrôler le nombre de cycles sautés Δ N. On utilise pour cela des techniques d'extrapolation explicites : soit T la période, τ un point particulier choisi sur l'échelle de temps locale à chaque cycle, on exprime le vecteur Y de variable d'état en fonction de N par :

$$Y(N) = Y((N-1)T + \tau) , avec \ 0 < \tau < T$$
(V.1)

En développant en série de Taylor au second ordre, on obtient :

$$Y(N + \Delta N) = Y(N) + \Delta N \cdot Y'(N) + \frac{\Delta N^2}{2} Y''(N)$$
 (V.2)

Les dérivées première et seconde Y'(N) et Y''(N) sont obtenues en choisissant trois cycles consécutifs N_1 , N_2 , N_3 ($N_1 < N_2 < N_3$) et, connaissant $Y(N_1)$, $Y(N_2)$, $Y(N_3)$, on résout le système d'équations :

$$Y(N_2) = Y(N_1 + N_2 - N_1) = Y(N_1) + (N_2 - N_1)Y'(N_1) + \frac{(N_2 - N_1)^2}{2}Y''(N_1)$$
$$Y(N_3) = Y(N_1 + N_3 - N_1) = Y(N_1) + (N_3 - N_1)Y'(N_1) + \frac{(N_3 - N_1)^2}{2}Y''(N_1)$$

³Usine Montupet de Chateauroux

Le saut de cycles autorisé est obtenu en minimisant le terme de second ordre par rapport à celui de premier :

$$\frac{\Delta N^2}{2}Y''(N) \ll \eta \Delta NY'(N) \quad \Rightarrow \quad \Delta N = 2\eta \frac{Y'(N)}{Y''(N)} \tag{V.3}$$

Le scalaire η est un paramètre qui permet de contrôler la précision de la méthode. Notre choix pour la variable qui pilote le saut de cycle s'est porté sur la déformation plastique cumulée.

V.2.4 Performances

Le temps calcul dépend bien entendu légèrement du matériau considéré. Par ailleurs, le premier cycle, au cours duquel s'effectuent les redistributions les plus importantes, est plus long que les cycles suivants. Grâce à la méthode de sauts de cycles, qui permet de sauter de plus en plus de cycles au fur et à mesure que les conditions se stabilisent, le calcul de centaines de cycles plutôt que de quelques dizaines est relativement facile. Le temps de calcul par cycle qui est défini ici est un temps moyen obtenu sur un PC Pentium 2,6 GHz muni d'une mémoire de 1 Go. La taille du calcul en mémoire est de 540 Mo. Il n'est pas possible de sauvegarder toutes les cartes de tous les cycles, la taille du fichier engendré serait bien trop grande. Nous avons donc choisi de sauver uniquement cinq cycles environ, typiquement les cycles numéro 1, 50, 100, 200, 300.

Pour le calcul séquentiel avec vieillissement, on trouve respectivement :

- Sans saut de cycles : 0.8 h/cycle

- Avec saut de cycles : 0.4 h/cycle

Pour un calcul séquentiel vieillissement stabilisé :

- Avec saut de cycles : 0.2 h/cycle.

V.3 Résultats de calcul

V.3.1 Champ de contraintes

Les contraintes sont calculées aux points de Gauss et extrapolées aux nœuds. Nous choisissons ici de montrer les résultats bruts aux points de Gauss, ce qui donne des champs moins lisses, mais plus en accord avec le calcul réel. Dans toutes les planches, les sièges en acier, qui restent élastiques, et qui, de toutes façons, ne présentent pas de risque de rupture, ont été enlevés. Pour des raisons de clarté, ces planches correspondent uniquement aux deux principaux matériaux, représentatifs de chaque famille d'alliage (avec et sans cuivre) : l'AS7U3 et l'AS7G.

Les figures V.14 et V.15 montrent l'état de contrainte maximal dans la tablature à chaud et à froid, respectivement pour les composantes σ_{11} et σ_{22} , pour l'AS7U3 au bout de 180 cycles de calcul avec temps de maintien à 265°C. On met à nouveau en évidence les résultantes de la contrainte de serrage autour du poste, ainsi que le niveau de contrainte élevé dans les pontets, de l'ordre de -100 MPa à chaud et de 180 MPa (à comparer avec la figure V.10) dans le sens x_1 . Les contraintes dans les pontets admission/admission et échappement/échappement sont de l'ordre de ±90 MPa, ce qui n'est pas négligeable. Les pontets du poste central (à gauche) sont les plus sollicités (et également les plus chauds, voir figure V.25) donc les plus exposés à des ruptures prématurées en fatigue thermique. A chaud comme à froid, la zone interposte est assez sollicitée en traction dans le sens x_2 .

La figure V.16 montre la composante σ_{33} , dans les mêmes conditions de calcul, à froid et à chaud. On met bien sûr en évidence les zones de contact de la tablature avec le bloc-moteur :

le joint de culasse, le joint autour de chaque poste et le pourtour des puits de goujon, à cause de la pression exercée par le serrage des vis. Dans cette direction de sollicitation, les pontets ont un niveau de contrainte faible, ainsi que dans le sens x_2 . Les pontets subissent cependant un léger effet de triaxialité en compression, principalement dans le deuxième pontet admission/échappement en partant du plan de symétrie, correspondant à l'élément 8811 (voir paragraphe V.5), qui semble être souvent à l'origine de l'amorçage.

A titre de comparaison, la figure ?? présente les contraintes σ_{11} et σ_{22} à froid pour l'AS7G T7 dans les mêmes conditions. On met en évidence des champs de contraintes présentant moins de gradients dans le cas du matériau sans cuivre.



Fig. V.14 – Contraintes dans la tablature pour l'AS7U3 après 180 cycles de calcul avec temps de maintien à 265°C à chaud (a) σ_{11} (b) σ_{22} .

V.3.2 Analogie avec l'installation anisotherme

Par analogie aux essais menés sur l'installation anisotherme, paragraphe V.1 on peut discerner sur la figure V.18 un effet 3-barres au sein de la culasse : le pontet représente l'éprouvette anisotherme. La zone des haricots de circulation d'eau, en haut et en bas de



Fig. V.15 – Contraintes dans la tablature pour l'AS7U3 après 180 cycles de calcul avec temps de maintien à 265°C à froid (a) σ_{11} (b) σ_{22} .

la figure, forment deux barres horizontales froides mais éloignées du pontet donc de rigidité apparente moindre, comme les ressorts de l'installation. Enfin, les axes admission-admission et échappement-échappement, dans les zones intermédiaires, représentent les colonnes, ces zones étant tièdes mais proches du pontet donc plus rigides.

- A chaud, le pontet est en compression (environ -100 MPa), les ressorts en traction (environ 60 MPa), et les colonnes sont peu contraintes;
- A froid, le pontet est en traction (environ 200 MPa), les ressorts sont peu contraints, et les colonnes sont en compression (environ -50 MPa).

Pour les contraintes σ_{22} , figures V.14 (b) et V.15 (b), c'est la zone interposte qui joue le rôle du ressort. Cette analogie permet de confirmer que les contraintes et les déformations dans le pontet dépendent de l'état thermique et de vieillissement de la zone qui l'entoure.



Fig. V.16 – Contrainte σ_{33} (mêmes conditions de calcul) (a) à froid (b) à chaud.

V.3.3 Champ de contrainte de von Mises

La figure V.19 présente le champ de contraintes résiduelles de von Mises à froid pour l'AS7U3 T5 après 180 cycles à 265°C avec temps de maintien, pour l'AS7G T7 après 130 cycles à 265°C avec temps de maintien et pour l'AS7G T7 après 300 cycles triangulaires à 265°C. La figure V.20 présente ces mêmes champs de contraintes à chaud.

La répartition de ces contraintes, à froid et le long de l'axe x_1 , figure V.19, montre une plus grande amplitude pour l'AS7U3 que pour l'AS7G (cycles avec temps de maintien). Pour le premier, la contrainte maximale s'étend assez largement dans la zone des pontets et l'on observe de très faibles valeurs dans la zone autour du puits de bougie de pré-chauffage. Pour l'AS7G, par contre, le profil de contrainte est moins marqué : la zone de contrainte maximale est plus étroite dans le pontet, et la zone du puits de bougie subit de faibles contraintes. Pour les cycles triangulaires sur l'AS7G, on retrouve un profil plus proche des résultats de l'AS7U3, ce qui laisse supposer que le vieillissement nivelle les contraintes, et fournit des champs plus réguliers à froid.



Fig. V.17 – Contraintes à froid pour l'AS7G T7 après 130 cycles avec temps de maintien à 265 °C, (a) σ_{11} et (b) σ_{22} .

A chaud, figure V.20, le niveau de contrainte est partout plus élevé pour l'AS7U3. Pour les cycles triangulaires sur l'AS7G, une fois encore, le profil de contrainte est plus proche des résultats de l'AS7U3. Dans ces deux cas, le vieillissement est faible et les contraintes élevées. Le calcul de la contrainte moyenne de von Mises sur la tablature, à froid, donne 36.2 MPa pour l'AS7G et 45.2 MPa pour l'AS7U3, respectivement après 130 et 180 cycles avec temps de maintien à 265°C. La culasse coulée dans l'alliage au cuivre est donc plus contrainte, mais ceci ne permet pas de conclure quant à la durée de vie de la culasse, car l'alliage au cuivre possède également une plus grande contrainte ultime σ_u . Une contrainte plus faible peut alors malgré tout engendrer une durée de vie plus courte (voire annexes A.2 et A.2). Dans tous les cas, le vieillissement diminuera les niveaux de contrainte dans la culasse.

V.3.4 Champ de vieillissement

Conformément à ce que l'on a vu précédemment, la principale différence entre les alliages avec ou sans cuivre réside dans leur état de vieillissement. A 265°C, l'AS7U3 T5 atteint une valeur seuil qui ne correspond pas au vieillissement maximal puisque $a_{\infty}=0.68$ alors que



Fig. V.18 – Analogie entre les contraintes dans la culasse et l'installation anisotherme : (a) à chaud (b) à froid.

l'AS7G T7 atteint le vieillissement maximal très rapidement pour cette même température. On notera que le nombre d'éléments qui atteignent cette température maximale est faible (figure V.25), on aura donc de forts gradients dans les champs de vieillissement.

Lors de cycles avec temps de maintien, on active fortement le vieillissement et le paramètre a peut tendre vers a_{∞} , voir figure V.21 (a) et (b), alors que ceci n'est pas le cas pour les cycles triangulaires, voir figure V.21 (c). On a donc une différence majeure entre les alliages avec ou sans cuivre, et entre les cycles avec ou sans temps de maintien, ce qui implique des changements sur la redistribution des contraintes dans la tablature (figure V.15 et V.17). En effet, dans le cas des alliages sans cuivre, les pontets intersoupapes vieillissent rapidement et sur un grand diamètre (autour du puits de bougie de pré-chauffage) puisque tous les éléments soumis à une température supérieure à 160°C vont tendre vers l'état de vieillissement maximal. Ceci produira un relâchement des contraintes dans les parties froides environnantes, mais en même temps les zones vieillies vont subir des sollicitations thermo-mécaniques élevées. Pour les alliages au cuivre, la zone du pontet reste plus dure mais va se retrouver littéralement sertie par les parties froides environnantes. En fin de compte, la quantité de déformation plastique cumulée sera du même ordre de grandeur dans les deux cas.

V.3.5 Champ de déformation plastique cumulée

La figure V.22 montre les résultats du calcul en termes de déformation plastique cumulée, pour les cycles avec temps de maintien et les cycles triangulaires. Comme exposé au paragraphe V.3.4, la partie froide qui entoure les pontets se comporte comme un étau et, bien que les comportements soient fort différents, on obtient des résultats semblables dans le cas des alliages avec ou sans cuivre, même si la déformation plastique cumulée semble légèrement plus importante pour l'AS7G. En effet les alliages au cuivre, qui vieillissent moins, gardent une meilleure tenue à chaud, mais la zone froide environnante conserve également une limite d'élasticité élevée, ce qui est susceptible de produire des déformations importantes dans la zone chaude. Les alliages sans cuivre, eux, voient leur limite d'élasticité diminuer dans une large zone autour du pontet, si bien que l'effort créé par la zone tiède est moins important, néanmoins, les déformations de la zone chaude peuvent être grandes, puisque les propriétés



Fig. V.19 – Contraintes de von Mises sur le poste central à froid pour (a) l'AS7U3 T5 après 180 cycles à 265°C avec temps de maintien, (b) l'AS7G T7 après 130 cycles à 265°C avec temps de maintien et (c) l'AS7G T7 après 300 cycles triangulaires à 265°C.

mécaniques de celle-ci sont devenues très faibles. Cet effet du vieillissement n'est bien sûr pas observé sur les essais avec des cycles triangulaires.



Fig. V.20 – Contraintes de von Mises sur le poste central à chaud pour (a) l'AS7U3 T5 après 180 cycles à 265°C avec temps de maintien, (b) l'AS7G T7 après 130 cycles à 265°C avec temps de maintien et (c) l'AS7G T7 après 300 cycles triangulaires à 265°C.

V.4 Calcul de durée de vie sur culasse

Les résultats de durée de vie des calculs menés sur le maillage de la culasse Renault 2.2L DCI sont confidentiels, ils sont donc intégralement reportés en annexe A.2.

V.5 Localisation de l'amorçage

Les résultats de durée de vie mettent en évidence certains éléments propices à l'amorçage, (figure V.23), (BARLAS B., CAILLETAUD G., GUILLOT I., CLAVEL M., MASSINON D., MORIN G., 2003). Ils appartiennent tous aux pontets du poste central. La figure V.24 permet de les situer. Le modèle d'endommagement utilisé donne le nombre de cycles à rupture par cumul de deux autres nombres de cycles, en fatigue et en fluage. On a donc un élément localisé comme site d'amorçage pour chaque mode. Evidemment, c'est celui qui a le nombre de cycles le plus faible qui détermine le mode et la localisation finale. Les éléments qui apparaissent sur cette figure mais pas dans les tableaux A.2 et A.2 sont ceux pour lesquels le calcul donne la durée de vie la plus faible dans le mécanisme de rupture non dominant. Si l'on compare ces éléments à ceux qui sont soumis à la température la plus élevée, figure V.25, on voit que ce ne sont pas forcément les plus chauds qui sont responsables de l'amorçage, surtout pour les cycles triangulaires. Ceci est moins vrai pour les calculs avec temps de maintien, ce qui explique la prédominance de la rupture en fluage dans ces cas.

Les éléments 8811 et, dans une moindre mesure 13530, sont parmi les éléments les plus souvent désignés comme site d'amorçage par le calcul, on a donc choisi d'étudier le comportement anisotherme de l'élément 8811 (paragraphe V.6).



Fig. V.21 – Comparaison des champs de vieillissement pour (a) l'AS7U3 T5 après 150 cycles avec temps de maintien (b) l'AS7G T7 après 130 cycles avec temps de maintien (c) l'AS7G T7 après 300 cycles triangulaires.



Fig. V.22 – Comparaison des déformations plastiques cumulées pour (a) l'AS7G T7 après 130 cycles avec temps de maintien (b) l'AS7U3 T5 après 150 cycles avec temps de maintien (c) l'AS7G T7 après 300 cycles triangulaires.



Fig. V.23 – (1) Localisation de l'*elset* nommé cff contenant les éléments à l'origine de la rupture, sur la tablature du poste central, (2) Localisation des éléments les plus critiques de cff, issue d'un calcul.



Fig. V.24 – Localisation des éléments du poste central propices à l'amorçage.



Fig. V.25 – Localisation des éléments les plus chauds, situés sur le poste central.
V.6 Comportement anisotherme de l'élément 8811

D'après les résultats du paragraphe V.2, l'élément 8811 est celui que le calcul désigne le plus souvent comme site d'amorçage préférentiel. Nous avons donc choisi d'étudier son comportement plus en détails. Les figures V.26 à V.35 présentent quelques-uns des résultats les plus marquants de cette étude. L'effet des sauts de cycles est visible sur les courbes; on observe que le raccord après chaque saut se fait sans dérive importante, ce qui valide *a posteriori* la méthode.

Les amplitudes de contraintes sont relativement grandes et les valeurs de contraintes obtenues en compression (à chaud), sont nettement plus élevées que ce que donnaient les essais anisothermes sur la machine 3 barres, en uniaxial. Pour tous les matériaux, c'est σ_{11} qui est la composante du tenseur de contraintes la plus élevée (figure V.26 à V.28). Même relativement près de la surface (le point de Gauss considéré est à environ 1 mm sous la surface), il se développe une légère triaxialité en compression (σ_{33} va jusqu'à -35 MPa durant le cycle) : le matériau est contraint dans toutes les directions. Au début du calcul, les amplitudes de contraintes sont globalement les mêmes pour les matériaux avec et sans cuivre. Par contre, lorsque le vieillissement prend effet, la différence devient notable : les alliages sans cuivre s'adoucissent beaucoup plus rapidement. Par conséquent, les boucles contraintes/déformations évoluent différemment (figure V.29 à V.31). En effet, la température maximale de l'élément 8811 est d'environ 220°C (ce n'est pas l'élément le plus chaud), comme le confirme la figure V.32. Donc pour l'AS7U3, on atteint la valeur asymptotique du vieillissement ($a_{\infty}=0.35$ à cette température) très rapidement, figure V.35 (2). Pour l'AS7G, cette température est suffisante pour atteindre le vieillissement maximal $(a_{\infty}=1)$, mais cela nécessite un peu plus de temps. En conséquence, de façon un peu paradoxale, l'AS7U3 semble se stabiliser plus rapidement que l'AS7G.

Les figures V.33 (1) et (2) montrent la forme et la position des cycles stabilisés pour cinq chargements thermiques différents pour l'AS7G et l'AS7U3 : cycles de fatigue-relaxation et triangulaires à 240 et 265°C, ainsi que cycles de fatigue-relaxation avec le paramètre τ divisé par 10 pour accélérer le vieillissement. Pour l'AS7G, les boucles obtenues pour le cycle stabilisé avec temps de maintien à 265°C, et pour le même chargement avec vieillissement accéléré ne sont pas les mêmes, mais la différence est faible. Par contre, l'utilisation d'un matériau vieilli dès le départ du calcul n'aurait pas de sens dans la mesure où cela produirait des déformations importantes dans des zones qui ne se plastifient pratiquement pas si l'on utilise le comportement initial non pré-vieilli. Ceci rend donc délicat la recherche directe du cycle stabilisé (en utilisant, par exemple, la Méthode Cyclique Directe basée sur un critère énergétique, (POMMIER B., 2003)).

Les cycles stabilisés pour l'AS10G et l'AS7UG soumis à des cycles thermiques triangulaires et avec temps de maintien à 265°C sont reportés sur la figure V.34 (1) et les cycles stabilisés pour les quatre matériaux soumis à des cycles avec temps de maintien à 265°C sur la figure V.34 (2). En observant également l'évolution du vieillissement en fonction du temps, figure V.35 (2), on constate à nouveau que l'AS7UG est intermédiaire entre les alliages sans cuivre et l'AS7UG, en étant toutefois plus proche des premiers. Les largeurs de cycles, correspondant à l'amplitude de déformation plastique, varie de 0 pour un matériau non vieilli à 0.3% pour un matériau vieilli au maximum et très ductile (alliage au magnésium), ce qui correspond à l'ordre de grandeur des déformations mesurées expérimentalement dans les culasses.



Fig. V.26 – Contraintes en fonction du temps pour l'AS7G et l'ASU3G pour des cycles avec temps de maintien, température maximale de $265^{\circ}C(1) \sigma_{11}$, AS7G (2) σ_{11} , AS7U3



Fig. V.27 – Contraintes en fonction du temps pour l'AS7G et l'ASU3G pour des cycles avec temps de maintien, température maximale de 265°C (1) σ_{22} , AS7G (2) σ_{22} , AS7U3



Fig. V.28 – Contraintes en fonction du temps pour l'AS7G et l'ASU3G pour des cycles avec temps de maintien, température maximale de 265°C (1) σ_{33} , AS7G (2) σ_{33} , AS7U3



Fig. V.29 – Contraintes en fonction de la déformation viscoplastique pour l'AS7G et l'ASU3G pour des cycles avec temps de maintien, température maximale de 265°C (1) $\sigma_{11}-\varepsilon_{11}^p$, AS7G, (2) $\sigma_{11}-\varepsilon_{11}^p$, AS7U3



Fig. V.30 – Contraintes en fonction de la déformation viscoplastique pour l'AS7G et l'ASU3G pour des cycles avec temps de maintien, température maximale de 265°C (1) $\sigma_{22}-\varepsilon_{22}^{p}$, AS7G, (2) $\sigma_{22}-\varepsilon_{22}^{p}$, AS7U3



Fig. V.31 – Contraintes en fonction de la déformation viscoplastique pour l'AS7G et l'ASU3G pour des cycles avec temps de maintien, température maximale de 265°C (1) σ_{33} - ε_{33}^p , AS7G, (2) σ_{33} - ε_{33}^p , AS7U3



Fig. V.32 – Comparaison des alliages AS7G et ASU3G ; σ_{11} en fonction de la température pour (1) l'AS7G, (2) l'AS7U3



Fig. V.33 – Comparaison des alliages AS7G at ASU3G; cycles stabilisés $\varepsilon_{11}^p - \sigma_{11}$ pour 5 chargements thermiques différents pour (1) l'AS7G, (2) l'AS7U3.



Fig. V.34 – Boucles stabilisées $\varepsilon_{11}^p - \sigma_{11}$ pour (1) l'AS7UG et l'AS10G à 265°C, cycles triangulaires et avec temps de maintien, (2) les 4 matériaux, cycles avec temps de maintien à 265°C



Fig. V.35 -(1) Déformations plastiques cumulées en fonction du temps pour l'AS7G et l'AS7U3, (2) Vieillissement en fonction du temps pour l'AS7G, l'AS7U3 et l'AS7UG.

V.7 Bilan

L'ensemble des calculs de structure réalisés a permis de dégager certaines tendances caractérisant les divers alliages en fonction de leur système de précipitation. En particulier, l'évolution en fonction de la température de cette précipitation a une influence de premier ordre sur la durée de vie en fatigue thermomécanique de la structure. Les différents modes de vieillissement des alliages, selon leur composition chimique et leur traitement thermique, conditionnent en effet le niveau et la répartition des contraintes dans la structure, ainsi que les déformations engendrées.

Les simulations menées sur élément de volume pour l'installation anisotherme ont permis de valider le modèle de comportement identifié sur les essais isothermes, puisque celui-ci est capable d'expliquer et de modéliser le phénomène de mise en tonneau de la base de mesure et de striction des extrémités de la base de mesure, observé sur les éprouvettes anisothermes pour les alliages au magnésium.

La modélisation complète de cette installation par éléments finis a donné lieu à un recalage anisotherme précis des paramètres d'endommagement, eux aussi initialement identifiés sur les essais isothermes. Elle a également montré l'influence du vieillissement sur la durée de vie des divers alliages, ainsi que la meilleure tenue à chaud des alliages au cuivre.

Les calculs de structure avec le maillage de la culasse 2.2L DCI ont été menés au-delà de 200 cycles pour quatre chargements thermiques différents : cycles avec et sans temps de maintien pour deux gammes de température, correspondant à deux puissances spécifiques élevées, de température maximale 240°C et 265°C. L'analyse de la redistribution des contraintes et de leur évolution en fonction du vieillissement a permis de mieux comprendre le mode prédominant de rupture et la localisation de l'amorçage. D'autre part, l'analogie que l'on peut faire entre la culasse et l'installation anisotherme met en évidence l'importance de la zone environnant le pontet sur le mécanisme d'amorçage. Pour les culasses réalisées en alliage au cuivre, le faible vieillissement entraîne des contraintes élevées et le pontet subit un effet d'étau. Les alliages au magnésium, plus tolérants aux dommages mais aussi plus sensibles au vieillissement, génèrent des contraintes moins élevées, mais subissent également une importante chute des propriétés mécaniques du pontet. Donc, même si la culasse est moins chargée en l'absence du cuivre, la conclusion sur la durée de vie n'est pas directe, puisque finalement, le niveau d'endommagement est similaire pour les deux nuances d'alliage.

Le comportement d'un des éléments les plus propices à l'amorçage a été étudié pour les divers chargements thermiques de l'étude. Une comparaison entre les principaux matériaux a permis de mieux comprendre les mécanismes d'endommagement au sein de la culasse ainsi que les valeurs de durée de vie obtenues. L'importance de l'histoire thermo-mécanique du matériau a également été mise en lumière.

Des informations plus précises concernant la comparaison des performances des divers alliages appliqués à cette géométrie de culasse se trouvent dans l'annexe confidentielle A.2.

Chapitre -VI-Conclusion

Conclusion de l'étude

L'étude du comportement et de l'endommagement en fatigue des alliages d'aluminium de fonderie nous a permis de mettre en lumière le rôle prépondérant du vieillissement dans la rupture précoce des culasses diesel, par des mécanismes de fatigue thermo-mécanique au niveau des pontets intersoupapes.

L'étude bibliographique a démontré l'importance des paramètres microstructuraux comme le DAS, le grade, la teneur en pores et défauts de fonderie, en éléments d'alliage ainsi que du traitement thermique dans le comportement de ces alliages. Celui-ci est régie par des phénomènes de germination, croissance et coalescence qui modifient les propriétés méccaniques de l'alliage (variation de l'ancrage des dislocations).

L'étude microstructurale réalisée au MET, en DSC et avec le logiciel *Thermo – calc*, a montré l'existence de deux principales familles d'alliage, ceux au cuivre dont le système durcissant est Al_2Cu et ceux au magnésium, contenant des Mg_2Si . Une troisième famille a également été mise en évidence et qui est durcie par des précipités Mg_2Si renforcés par du cuivre et, dans une moindre mesure, par des précipités Q. Le comportement de cet alliage s'est avéré être en tous points intermédiaire entre les alliages au cuivre et les alliages sans cuivre. Leurs séquences de précipitation en fonction de la température et du temps de maintien ont été déterminées et ont permis d'expliquer les mécanismes de vieillissement par des évolutions de la microstructure. Ces évolutions sont prises en compte dans le modèle macroscopique par l'intermédiaire d'un paramètre scalaire de vieillissement *a*. Les lois qui gouvernent les variations de ce paramètre ont été reliées expérimentalement aux changements de phase et de taille des précipités durcissants.

La différence majeure entre ces classes d'alliages réside donc dans leur mode de vieillissement. Des essais de dureté ont montré que l'adoucissement lié au vieillissement, atteint un palier dont le niveau dépend de la température pour les Al_2Cu et seulement du temps pour une température supérieure à 160°C pour les Mg₂Si. Le vieillissement a donc une influence directe sur le comportement mécanique de ces alliages. Ceci a pu être observé lors d'essais de fatigue oligocycliques isothermes et anisothermes sur une installation pilotée par un chargement thermique. Cette machine a permis de confirmer l'aspect intermédiaire de l'AS7UG, entre les alliages sans cuivre et ceux plus classiques alliés à environ 3% de cuivre.

Ces essais ont servis à l'identification des divers paramètres du modèle macroscopique de comportement et d'endommagement. Les approches de l'amorçage du type Manson-Coffin ou Wölher se sont révélées inapplicables au cas des alliages vieillissants. Un modèle de type ONERA a donc été modifié et validé pour obtenir un outil de prévision de la durée de vie le plus efficace possible, mais en gardant toujours le souci de la liaison entre l'échelle macroscopique et microstructure du matériau. L'intérêt de la liaison micro-macro associée à un modèle macroscopique est d'allier la garantie du modèle micro avec la vitesse du macro. Ce choix, imposé par des impératifs industriels a été fait au détriment d'autres pistes, comme les modèles purement micro-macro avec transition d'echelles, qui seraient sans doute moins efficaces sur le domaine que nous considérons.

Les résultats de cette identification ont finalement permis de réaliser des calculs de structures, en premier lieu pour la modélisation du comportement anisotherme. Les résultats de ces essais sont exploités pour caler correctement les simulations anisothermes. Les calculs en plasticité sur la culasse G9 ont alors été conduits jusqu'à deux ou trois cents cycles, à 240 et 265°C, pour des cycles triangulaires et avec 30min de maintien à chaud par cycle pour activer le vieillissement. L'influence de celui-ci sur le comportement et surtout sur la durée de vie de la culasse a été mise en évidence, ainsi que l'importance de l'histoire thermique et mécanique de la pièce.

Perspectives

Dans l'état actuel de l'étude, on peut considérer que les effets mécaniques liés à la précipitation sont correctement compris et modélisés. La simulation est moins claire pour ce qui concerne l'amorçage dans la mesure où la qualité métallurgique des pièces n'est pas prise en compte par le modle. Or, si les défauts de fonderie ont peu d'influence sur les relations contraintes/déformations, ils sont au contraire prépondérants dans la détermination de l'amorçage et de la loi de propagation. Il sera donc nécessaire d'étendre l'approche pour y ajouter cet aspect.

Le but final d'un modèle numérique doit en effet être la bonne représentation de l'amorçage et de la propagation des fissures de fatigue. Cela permettra de modéliser la probabilité qu'ont celles-ci de déboucher dans la chambre d'eau et d'évaluer la durée de vie en tolérance aux dommages, et non à l'amorçage, ce qui pourrait favoriser les alliages au magnésium.

Il serait également intéressant de pouvoir intégrer l'endommagement sur la durée de vie totale de la structure pour voir l'influence du trajet de chargement et donc de l'histoire thermique de l'alliage. En effet, l'évolution de la contrainte ultime n'étant pas forcément la même que celle des contraintes dans la culasse, les premiers cycles peuvent s'avérer plus endommageants que les cycles stabilisés.

D'autre part, en supposant que la fraction volumique, la forme et la taille des précipités durcissants soient directement liées à la durée de vie de la culasse, une loi semi-empirique pourrait permettre de choisir des nuances et des traitements thermiques conduisant à un optimum de durée de vie.

Bibliographie

- AARONSON H.I., CLARK J.B., LAIRD C. (1968). Interfacial energy of dislocation and of coherent interphase boundaries. Met. Sc. J., vol. 2, pp 155–158.
- AAZIZOU K., CAILLETAUD G., DIBOINE A. (1990). Modelling of viscoplasticity and structural analysis of Diesel cylinder-heads. High temperature structural design.
- ABBADI M., HÄHNER P., ZEGHLOUL A. (2002). On the characteristics of Portevin-Le Châtelier bands in aluminium alloy 5182 under stress-controlled and strain-controlled tensile testing. Mater. Sci. Eng. A, vol. 337, pp 194–201.
- ALEXANDER D.T.L. GREER A.L. (2002). Solid-state intermetallic phase transformations in 3XXX aluminium alloys. Acta Mater., vol. 50, pp 2571–2583.
- AMERICAN SOCIETY FOR METALS (1979). Metals handbook. Metals Park, 7th edition.
- ANDERSEN S.J. (1995). Quantification of the $Mg_2Si \beta''$ and β' phases in AlMgSi alloys by transmission electron microscopy. Metall. Mater. Trans., vol. 26A n° 8, pp 1931–1937.
- ANSON J.P., GRUZLESKI J.E. (1999). The quantitative discrimination between shrinkage and gas microporosity in cast aluminium alloys using spatial data analysis. Mater. Char., vol. 43, pp 319–335.
- ARDELL A.J. (1997). Temporal behavior of the number density of particules during Ostwald ripening. Mater. Sci. Eng. A, vol. 238, pp 108–120.
- ATWOOD R.C., LEE P.D. (2003). Simulation of the three-dimensional morphology of solidification porosity in an aluminium-silicon alloy. Acta. Mater., vol. 51, pp 5447–5466.
- BALASUNDARAM A., SHAN Z. GOKHALE A.M., GRAHAM S., HORSTEMEYER M.F. (2002). Particle rotations during plastic deformation of 5086 aluminium alloy. Mater. Char., vol. 48, pp 363–369.
- BARDI F., CABIBBO M., EVANGELISTA E., SPIGARELLI S., VUKCEVIC M. (2003). An analysis of hot deformation of an Al-Cu-Mg alloy produced by powder metallurgy. Mater. Sci. Eng. A, vol. 339, pp 43–52.
- BARLAS B., CAILLETAUD G., GUILLOT I., CLAVEL M., MASSINON D., MORIN G. (2003). Etude du comportement et de l'endommagement en fatigue d'alliages d'aluminium de fonderie. Communication, Journées d'Automne 2003, Conference SF2M, Paris, pp 61– 62.
- BARLAS B., OVONO-OVONO D., GUILLOT I., CAILLETAUD G. (2002). Aging and fatigue behaviour in cast aluminium alloys. Proceedings of the 8th International Conference of Cast Aluminum Alloys, Cambridge, UK, Trans Tech Publications, Mater. Sci. Forum, vol. 396-402, pp 1364–1370.
- BARLAT F., BREM J.C., YOON J.W., CHUNG K., DICK R.E., LEGE D.J., POURBOGHRAT F., CHOI S.-H., CHU E. (2003). Plane stress yield function for aluminum alloy sheets-Part 1 : theory. Int. J. of Plasticity, vol. 19, pp 1297–1319.

- BARLAT F., GLAZOV M.V., BREM J.C., LEGE D.J. (2002). A simple model for dislocation behavior, strain and strain rate hardening evolution in deforming aluminium alloys. Int. J. of Plasticity, vol. 18, pp 919–939.
- BARRALIS J., MAEDER G. (1997). Précis de métallurgie : élaboration, structures-propriétés, normalisation. AFNOR-Nathan, Paris.
- BARRY A. (1993). Fatigue oligocyclique à hautes températures d'alliages d'aluminium de fonderie. Approches mécanique et microstructurale. Thèse de doctorat de l'Université de Technologie de Compiègne.
- BARUCHEL J., BUFFIÈRE J.Y., MAIRE E., MERLE P., PEIX G. (2000). X-Ray tomography in Materials Science. Hermès Science, Paris.
- BELHEDI B. (1992). Etude du comportement viscoplastique d'un alliage d'aluminium AS5U3 sous conditions anisothermes. Thèse de doctorat, Université de Besançon.
- BENZERGA A.A., HONG S.S., KIM K.S., NEEDLEMAN A., VAN DER GIESSEN E. (2001). Smaller is softer : an inverse size effect in cast aluminium alloy. Acta. Mater., vol. 49, pp 3071–3083.
- BERGSMA S.C., KASSNER M.E., LI X., WALL M.A. (1998). Strengthening in the new aluminum alloy AA6069. Mater. Sci. Eng. A, vol. 254, pp 112–118.
- BERVEILLER M., ZAOUI A. (1982). A simplified self-consistent scheme for the plasticity of two-phase material. Res. Mechanica Letters, vol. 1, pp 119–124.
- BONFIELD W., DATTA P.K. (1976). Precipitation hardening in an Al-Cu-Si-Mg alloy at 130 to 220°C. J. of Mater. Sci., vol. 11, pp 1661–1666.
- BOYD J.D., NICHOLSON R.B. (1971). Calorimetric determination of precipitate interfacial energies in two Al-Cu alloys. Acta Metall., vol. 19, pp 1101–1109.
- BRABAZON D., BROWNE D.J., CARR A.J. (2002). Mechanical stir casting of aluminium alloys from the mushy state : process, microstructure and mechanical properties. Mater. Sci. Eng. A, vol. 326, pp 370–381.
- BRAY G.H., GLAZOV M., RIOJA R.J., LI D., GANGLOFF R.P. (2001). Effect of artificial aging on the fatigue crack propagation resistance of 2000 series aluminum alloys. Int. J. of Fatigue, vol. 23, pp S265–S276.
- BRUZZI M.S., HUGH P.E. (2002). Methodology for modelling the small crack fatigue behaviour of aluminum alloys. Int. J. of Fatigue.
- BUFFIÈRE J.Y., SAVELLI S., JOUNEAU P.H., MAIRE E., FOUGÈRES R. (2001). Experimental study of porosity and its relation to fatigue mechanisms of model Al-Si7-Mg0.3 cast Al alloys. Mater. Sci. Eng. A, vol. 316, pp 115–126.
- CÁCERES C.H. (1999). Particle cracking and the tensile ductility of a model Al-Si-Mg composite system. Aluminium Trans., vol. I-1.
- CÁCERES C.H., DAVIDSON C.J., GRIFFITHS J.R., WANG Q.G. (1999). The effects of Mg on the Microstructure and mechanical behaviour of Al-Si-Mg casting alloys. Metall. Mater. Trans., vol. 30A, pp 2611–2618.
- CÁCERES C.H., DJURDJEVIC M.B., STOCKWELL T.J., SOKOLOWSKI J.H. (1999). The effect of Cu content on the level of microporosity in Al-Si-Cu-Mg casting alloys. Scripta Metall. Mater., vol. 40 n° 5, pp 631–637.
- CÁCERES C.H., GRIFFITHS J.R., REINER P. (1996). The influence of microstructure on the Bauschinger effect in an Al-Si-Mg casting alloy. Acta Mater., vol. 44, pp 15–23.
- CALABRESE C., LAIRD C. (1974). Cyclic stress-strain response of two-phase alloys, Part, I-II. Mater. Sci. Eng. A, vol. 13, pp 141–174.

- CATON M.J., JONES J.W., ALLISON J.E. (2001). The influence of heat treatment and solidification time on the behavior of small-fatigue-cracks in a cast aluminum alloy. Mater. Sci. Eng. A, vol. 314, pp 81–85.
- CATON M.J., JONES J.W., BOILEAU J.M., ALLISON J.E. (1999). The effect of solidification rate on the growth of small fatigue cracks in a cast 319-type aluminum alloy. Metall. Mater. Trans., vol. 30A, pp 3055–3068.
- CAVAZOS J.L., COLÁS R. (2001). Precipitation in a heat-treatable aluminium alloy cooled at different rates. Mater. Char., vol. 47, pp 175–179.
- CAYRON C., BUFFAT P.A. (2000). Transmission electron microscopy study of the β ' phase (Al-Mg-Si alloys) and QC phase (Al-Cu-Mg-Si alloys) : ordering mechanism and crystallographic structure. Acta Mater., vol. 48, pp 2639–2653.
- CAYRON C., SAGALOWICZ L., BEFFORT O., BUFFAT P.A. (1999). Structural phase transition in Al-Cu-Mg-Si alloys by transmission electron microscopy study on an Al-4wt% Cu-1 wt% Mg-Ag alloy reinforced by SiC particles. Phil. Mag. A, vol. 79-11, pp 2833– 2851.
- CELENTANO D.J. (2002). A thermomechanical model with microstructure evolution for aluminium alloy casting processes. Int. J. of Plasticity, vol. 18, pp 1291–1335.
- CERRI E., EVANGELISTA E., SPIGARELLI S., CAVALIERE P., DERICCARDIS F. (2000). Effects of thermal treatments on microstructure and mechanical properties in a thixocast 319 aluminum alloy. Mater. Sci. Eng. A, vol. 284, pp 254–260.
- CHAN K.S., JONES P., WANG Q. (2003). Fatigue crack growth and fracture paths in sand cast B319 and A356 aluminium alloys. Mater. Sci. Eng. A, vol. 341, pp 18–34.
- CHANDLER H.D., BEE J.V. (1987). Cyclic strain induced precipitation in a solution treated aluminium alloy. Acta Metall., vol. 35-10, pp 2503–2510.
- CHARRIER J., SALMI M., DE FOUQUET J. (1992). Influence d'un cyclage thermique sur un alliage d'aluminium brut de coulée. Mémoires et études scientifiques Revue de métallurgie, pp 749–756.
- CHEN S.-L., ZUO Y., CHANG Y.A. (1997). A thermodynamic description for the ternary Al-Mg-Cu system. Metall. Mater. Trans. A, vol. 28A, pp 435–446.
- CLEVELAND R.M., GHOSH A.K., BRADLEY J.R. (2003). Comparison of superplastic behavior in two 5083 aluminum alloys. Mater. Sci. Eng. A, vol. 351, pp 228–236.
- CONLEY J.G., HUANG J., ASADA J., AKIBA K. (2000). Modeling the effects of cooling rate, hydrogen content, grain refiner and modifier on microporosity formation in Al A356 alloys. Mater. Sci. Eng. A, vol. 285, pp 49–55.
- COUPER M.J., NEESON A.E., GRIFFITHS J.R. (1990). Castings defects and the fatigue life of an aluminum casting alloy. Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct., vol. 13, pp 213–227.
- CREPEAU P.N., ANTOLOVITCH S.D., WORDEN J.A. (1992). Fatigue crack growth in an Al-10.7Si-2.2Cu-1.2Mg casting alloy. Proceedings of the 22nd Symposium on Fracture Mechanics, Philadelphia, ASTM (USA)., pp 707–726.
- CULIÉ J.P., CAILLETAUD G., LASALMONIE A. (1982). La contrainte interne en viscoplasticité : comparaison des approches mécaniques et microscopiques. La Recherche Aérospatiale, vol. 2, pp 109–119.
- CURTIS S.A., ROMERO J.S., LOS RIOS E.R., RODOPOULOS C.A., LEVERS A. (2003). Predicting the interfaces between fatigue crack growth regimes in 7150-T651 aluminium alloy using the fatigue damage map. Mater. Sci. Eng. A, vol. 344, pp 79–85.

- DABAYEH A.A., BERUBE A.J., TOPPER T.H. (1998). An experimental study of the effect of a flaw at a notch root on the fatigue life of cast Al 319. Int. J. of Fatigue, vol. 20-7, pp 517–530.
- DE HOFF R.T., RHINES F.N. (1972). Microscopie quantitative. Masson, Paris.
- DELMAS F., VIVAS M., LOURS P., CASANOVE M.J., COURET A., COUJOU A. (2003). Straining mechanisms in aluminium alloy 6056. In-situ investigation by transmission electron microscopy. Mater. Sci. Eng. A, vol. 340, pp 286–291.
- DESAKI T., KAMIYA S. (2000). Development of a new aluminium alloy bearing for small-sized diesel engines. JSAE review, vol. 21, pp 143–147.
- DESCHAMPS A., NIEWCZAS M., BLEY F., BRECHET Y., EMBURY J.D., LE SINQ L., LIVET F., SIMON J.P. (1999). Low-temperature dynamic precipitation in a supersaturated Al-Zn-Mg alloy and related strain hardening. Phil. Mag. A, vol. 79-10, pp 2485–2504.
- DONNADIEU P., ROUX-MICHOLLET M., CHASTAGNIER (1999). A quantitative study by transmission electron microscopy of nanoscale precipitates in Al-Mg-Si alloys. Phil. Mag. A, vol. 79 n° 6, pp 1347–1366.
- DROUZY M., JACOB S., RICHARD M. (1980). Interpretation of tensile result by means of quality index and probable yield stress. ASS International Cast Methods J., pp 43–50.
- DUBOST B., SAINFORT P. Durcissement par précipitation des alliages d'aluminium. Techniques de l'ingénieur, traité Métallurgie, vol. M 240, pp 1–25.
- DUMONT D., DESCHAMPS A., BRECHET Y. (2003). On the relationship between microstructure, strength and toughness in a AA7050 aluminum alloy. Mater. Sci. Eng. A, vol. 356, pp 326–336.
- DÜNNWALD J., EL-MAGD E. (1996). Description of the creep behaviour of the precipitationhardened material Al-Cu-Mg alloy 2024 using finite element computations based on microstructure mechanical models. Comput. Mater. Sci., vol. 7, pp 200–207.
- DUTKIEWICZ J., LITYNSKA L. (2002). The effect of plastic deformation on structure and properties of chosen 6000 series aluminium alloy. Mater. Sci. Eng. A, vol. 324, pp 239–243.
- EMADI D., GRUZLESKI J.E., TOGURI J.M. (1993). The effect of sodium and strontium modification on surface tension and volumetric shrinkage of A356 alloy and their influence on porosity formation. Met Trans. B, vol. 24B, pp 1055–1063.
- EMADI D., LIU H., GRUZLESKI J.E., BOUCHARD M. (1996). Effects of Sr-modification on the melt hydrogen content and the hydrogen solubility in the solid and liquid Al-Si alloys. Proceedings of the 1996 125th TMS annual meeting, pp 721–727.
- ENGLER O., HIRSCH J. (2002). Texture control by thermomechanical processing of AA 6XXX Al-Mg-Si sheet alloys for automotive applications-A review. Mater. Sci. Eng. A, vol. 336, pp 249–262.
- ESMAEILI S., LLOYD D.J., POOLE W.J. (2003). A yield strength model for the Al-Mg-Si-Cu alloy AA6111. Acta Mater., vol. 51, pp 2243–2257.
- EVANS W.J., JONES H.V., SPITTLE J.A., BROWN S.G.R. (1994). Defect sensitive fatigue in a cast aluminium alloy. Proceedings of the 10th conference on the Strength of Materials, Sendai, Japan. The Japan Inst. of Metals, Strength of Materials, pp 501–504.
- FAN J. (1999). A micro/macroscopic analysis for cyclic plasticity of dual-phase materials. Trans. of the ASME, vol. 66, pp 124–135.
- FAN J., MCDOWELL D.L., HORSTEMEYER M.F., GALL K. (2003). Cyclic plasticity at pores and inclusions in cast Al-Si alloys. Eng. Fract. Mech., vol. 70, pp 1281–1302.

- FANG Q.T., GRANGER D.A. (1989). Porosity formation in modified and unmodified A356 alloy castings. AFS Trans., vol. 97, pp 989–1000.
- FERRAGUT R., SOMOZA A., TORRIANI I. (2002). Pre-precipitation study in 7012 Al-Zn-Mg-Cu alloy by electrical resistivity. Mater. Sci. Eng. A, vol. 334, pp 1–5.
- FOERCH R., GROS V., MOUNOURY V., QUILICI S., CAILLETAUD G. (2000). Cyclic calculations and life prediction in thermomechanical fatigue using the Zmat library. Abaqus Users Conference, Newport.
- FORDER S.D., BROOKS J.S., REEDER A., EVANS P.V. (1999). Fe⁵⁷ Mossbauer spectroscopy of intermetallic phases in D.C. cast aluminium. Scripta Mater., vol. 40, pp 45–48.
- FRIEDEL J. (1964). Dislocations. Pergamon Press, International Series of Monographs in Solid State Physics, Addison-Wesley Publishing Company, London.
- FUJII T., WATANABE C., NOMURA Y., TANAKA N., KATO M. (2001). Microstructural evolution during low cycle fatigue of a 3003 aluminum alloy. Mater. Sci. Eng, vol. A319-321, pp 592–596.
- FUJIKAWA S.I. (1997). Tracer diffusion of magnesium in pseudo-binary $Al Mg_2Al$ alloys. Defect and Diffusion Forum Vols., vol. 143-147, pp 403–408.
- FUJIKAWA S.I., TAKADA Y. (1997). Interdiffusion between Aluminium and Al-Mg alloys. Defect and Diffusion Forum Vols., vol. 143-147, pp 409–414.
- FULLER C.B., KRAUSE A.R., DUNAND D.C., SEIDMAN D.N. (2002). Microstructure and mechanical properties of a 5754 aluminum alloy modified by Sc and Zr additions. Mater. Sci. Eng. A, vol. 338, pp 8–16.
- GANDIN C.A., BRÉCHET Y., RAPPAZ M., CANOVA G., ASHBY M., SCHERCLIFF H. (2002). Modelling of solidification and heat treatment for the prediction of yield stress of cast alloys. Acta Mater., vol. 50, pp 901–927.
- GREER A.L., BUNN A.M., TRONCHE A., EVANS P.V., BRISTOW D.J. (1999). Modelling of inoculation of metallic melt; application to grain refinement of aluminium by Al-Ti-B. Acta Mater., vol. 48 n° 11, pp 2823–2835.
- GRINBERG N.M., SERDYUK V.A., GAVRILYAKO A.M., LYCHAGIN D.V., KOZLOV E.V. (1991). Cyclic hardening and substructure of Al-Mg alloys. Mater. Sci. Eng. A, vol. 138, pp 49–61.
- GUIGLIONDA G., POOLE W.J. (2002). The role of damage on the deformation and fracture of Al-Si eutectic alloys. Mater. Sci. Eng. A, vol. 336, pp 159–169.
- GUILLOT I., BARLAS B., MASSINON D., CAILLETAUD G. (2001). Thermomechanical fatigue and aging of cast aluminum alloy : a link between numerical modeling and microstructural approach. Proceedings of the International Conference of Temperature-Fatigue Interaction, Paris, ESIS publication, vol. 29, pp 75–84.
- GUILLOT I., EVRARD C., MASSINON D., CLAVEL M. (2000). Low cycle fatigue at room temperature of over ageing cast aluminum alloys. Proceedings of the 7th International Conference of Cast Aluminum Alloys, Charlottesville, Virginia, USA, vol. Trans. Tech. Publication vol.III, pp 1463–1468.
- GUILLOT I., MASSINON D., BARLAS B., OVONO-OVONO D. (2003). Improved material properties for cast aluminium alloys : from the processes to life prediction modelling. Proceedings of the Thermec International Conference, Madrid, Spain.
- GUO J., ZHU H., JIA J. (1998). Mechanical properties of Al-7Si-Mg casting alloy under various aging conditions. Mater. Sci. Tech., vol. 14, pp 476–478.

- GUPTA A.K., CHATUVEDI M.C., JENA A.K. (1989). Effects of silicon additions on aging behaviour of Al-1.52Cu-0.75Mg alloy. Mater. Sci. Tech., vol. 5, pp 52–55.
- GUPTA A.K., COURT S.A. (2001). Precipitation hardening in Al-Mg-Si alloys with and without excess Si. Mater. Sci. Eng. A, vol. 316, pp 11–17.
- GUPTA A.K., JENA A.K., CHATUVEDI M.C. (1987). Insoluble phase in Al-1.52Cu-0.75Mg alloys contening silicon. Mater. Sci. Tech., vol. 3, pp 1012–1017.
- GUPTA A.K., LLOYD D.J., COURT S.A. (2001). Precipitation hardening processes in an Al-0.4%Mg-1.3%Si-0.25%Fe aluminum alloy. Mater. Sci. Eng. A, vol. 301, pp 140–146.
- GUSTAFSSON G., THORVALDSSON T., DUNLOP G.L. (1986). The influence of Fe and Cr on the microstructure of Al-Si-Mg alloys. Metall. Trans., vol. 17A n° 1, pp 45–52.
- HAN S.-W., KATSUMATA K., KUMAI S., SATO A. (2002). Effects of solidification structure and aging condition on cyclic stress-strain response in Al-7%Si-0.4%Mg cast alloys. Mater. Sci. Eng. A, vol. 337, pp 170–178.
- HAN S.-W., KUMAI S., SATO A. (2002). Effects of solidification structure on short fatigue crack growth in Al-7%Si-0.4%Mg alloy castings. Mater. Sci. Eng. A, vol. 332, pp 56–63.
- HEIBERG G., ARNBERG L. (2001). Investigation of the microstructure of the Al-Si eutectic in binary aluminium-7wt% silicon alloys by electron backscatter diffraction (EBSD). J. of light Met., vol. 1, pp 43–49.
- HIROSAWA S., SATO T., KAMIO A., FLOWER H.M. (2000). Classification of the role of microalloying elements in phase decomposition of Al based alloys. Acta Mater., vol. 48, pp 1797–1806.
- HIRTH S.M., MARSHALL G.J., COURT S.A., LLOYD D.J. (2001). Effects of Si on the aging behaviour and formability of aluminium alloys based on AA6016. Mater. Sci. Eng. A, vol. 319-321, pp 452–456.
- HONMA U., YOKOHAMA, KITAOKA, KANBARA (1984). Fatigue strength and mechanical properties of aluminium alloy castings of different structural fineness. Communication from light alloy castings research committee of japan Foundrymen's society, Tokyo, vol. 60, pp 917–920.
- HORNBOGEN E. (2001). Hundred years of precipitation hardening. J. of light Met., vol. 1, pp 127–132.
- HORSTEMEYER M.F. (1998). Damage influence on Bauschinger effect of a cast A356 aluminium alloy. Scripta Mater., vol. 39-11, pp 1491–1495.
- HOSKIN G.A., PROVAN J.W., GRUZLESKI J.E (1988). The in-situ fatigue testing of a cast aluminium-silicon alloy. Theor. Appl. Fract. Mech., vol. 10, pp 27–41.
- HUANG J., MORI T., CONLEY J.G (1998). Simulation of microporosity formation in modified and unmodified A356 alloy castings. Metall. Mater. Trans., vol. 29B-12, pp 1249–1260.
- HUTCHINSON C.R., RINGER S.P. (2000). Precipitation processes in Al-Cu-Mg alloys microalloyed with Si. Metall. and Mater. Trans., vol. 31A, pp 2721–2733.
- IGLESIS I. (1976). Effet de l'influence des paramètres de solidification sur la structure et les propriétés mécaniques d'alliages industriels hypo-eutectiques aluminium-silicium. Thèse de doctorat de l'Université de Nancy.
- INGUANTI P.C. (1985). Overcoming Material Boundaries. Proceedings of the 17th SAMPE technical conference, SAMPE, Covina, CA, pp 61.
- INOUE K., YOSIMURA T., FUJI A., NOGUCHI H. (2002). Fatigue characteritics of cast aluminum alloy under mean stress. In : Proceedings of the 8th international fatigue congress, éd. MAUGIN et al., pp 2633–2640, Stockholm, Sweden. A.F.Bloom (EMAS).

- ISMAIL Z.H. (1995). Microstructure and mechanical properties developped by thermomechanical treatment in an AlMgSi alloy. Scripta Metall. Mater., vol. 32 n° 3, pp 457–462.
- JIANG D., WANG C. (2003). Influence of microstructure on deformation behavior and fracture mode of Al-Mg-Si alloys. Mater. Sci. Eng. A, vol. 352, pp 29–33.
- KHIREDDINE D., RAHOUADJ R., CLAVEL M. (1998). Irreversibility of strain during lowcycle fatigue experiments of a precipitation-hardened alloy. Phil Mag, vol. A77(6), pp 1555–66.
- KRÓL J. (1997). The precipitation strengthening of directionally solidified Al Si Cu alloys. Mater. Sci. Eng. A, vol. 234-236, pp 169–172.
- KUIJPERS N.C.W., TIREL J., HANLON D.N., VAN DER ZWAAG S. (2002). Quantification of the evolution of the 3D intermetallic structure in a 6005A aluminium alloy during a homogenisation treatment. Mater. Char., vol. 48, pp 379–392.
- LACARAC V.D., SMITH D.J., PAVIER M.J. (2001). The effect of cold expansion on fatigue crack growth from open holes at room and high temperature. Int. J. of Fatigue, vol. 23, pp S161–S170.
- LAORCHAN W., MULAZIMOGLU M.H., GRUZLESKI J.E. (1994). Constant volume risered mold for reduced pressure test. AFS Trans., vol. 101, pp 253–259.
- LAROUCHE D., LAROCHE C., BOUCHARD M. (2003). Analysis of differential scanning calorimetric measurements performed on a binary aluminium alloy. Acta Mater., vol. 51, pp 2161–2170.
- LASA L., RODRIGUEZ-IBABE J.M. (2002). Characterization of the dissolution of the Al₂Cu phase in two Al-Si-Cu-Mg castings alloys using calorimetry. Mater. Char., vol. 48, pp 371–378.
- LATHABAI S., LLOYD P.G. (2002). The effect of scandium on the microstructure, mechanical properties and weldability of a cast Al-Mg alloy. Acta Mater., vol. 50, pp 4275–4292.
- LEBYODKIN M., DESCHAMPS A., BRÉCHET Y. (1997). Influence of second-phase morphology and topology on mechanical and fracture properties of Al-Si alloys. Mater. Sci. Eng. A, vol. 234-236, pp 481–484.
- LEE J.H., KIM H.S., WON C.W., CANTOR B. (2002). Effect of the gap distance on the cooling behaviour and the microstructure of indirect squeeze cast and gravity die cast 5083 wrought Al alloy. Mater. Sci. Eng. A, vol. 338, pp 182–190.
- LEE M.H., KIM J.J., KIM K.H., KIM N.J., LEE S., LEE E.W. (2003). Effects of HIPping on high-cycle fatigue properties of investment cast A356 aluminum alloy. Mater. Sci. Eng. A, vol. 340, pp 123–129.
- LEE P.D., ATWOOD R.C., DASHWOOD R.J., NAGAUMI H. (2001). Modeling of porosity formation in D.C. cast aluminium-magnesium alloy. Mater. Sci. Eng. A, vol. 328, pp 213–222.
- LEMAITRE J., CHABOCHE J.L. (1988). Mécanique des matériaux solides. Dunod, Paris.
- LIAO H., SUN G. (2003). Mutual poisoning effect between Sr and B in Al-Si casting alloys. Scripta Mater., vol. 48, pp 1035–1039.
- LIAO H., SUN Y., SUN G. (2002). Correlation between mechanical properties and amount of dendritic α-phase in as-cast near-eutectic Al-11.6%Si alloys modified with strontium. Mater. Sci. Eng. A, vol. 335, pp 62–66.
- LIFSCHITZ I.M., SLYOZOV V.V. (1961). The kinetics of precipitation from supersaturated solid solution. J. phys. Chem. Solids, vol. 19 n° 1/2, pp 35–50.

- LIU G., ZHANG G.J., DING X.D., SUN J., CHEN K.H. (2003). Modeling the strengthening response to aging process of heat-treatable aluminum alloys containing plate/disc- or rod/needle-shaped precipitates. Mater. Sci. Eng. A, vol. 344, pp 113–124.
- LUDWIG W., BUFFIÈRE J.Y., SAVELLI S., CLOETENS P. (2003). Study of the interaction of a short fatigue crack with grain boundaries in a cast Al alloy using X-ray microtomography. Acta Mater., vol. 51, pp 585–598.
- MAHONEY B.J., STEPHENS R.I. (1988). Fatigue and fracture toughness of Water-chilled A356-T6 cast aluminium alloy. SAE technical paper, vol. Report No 881706.
- MARIOARA C.D., S.J. ANDERSEN, JANSEN J., ZANDBERGEN H.W. (2001). Atomic model for GP-zones in a 6082 Al-Mg-Si system. Acta Mater., vol. 49, pp 321–328.
- MARIORA C.D., ANDERSEN S.J., JANSEN J., ZANDBERGEN H.W. (2003). The influence of temperature and storage time at RT on nucleation of the β " phase in a 6082 Al-Mg-Si alloy. Acta Mater., vol. 51, pp 789–796.
- MASSARDIER V., KERDELHUÉ P., MERLE P., BESSON J. (1995). Experimental study of the interaction of magnesium with the reinforcement in Al-Mg-Si alloys/α-alumina platelet composites. Mater. Sci. Eng. A, vol. 191, pp 267–276.
- MASSINON D., CONSTANTIN V. (2002). Formation métallurgie et défauts de fonderie. Montupet, Chateauroux.
- MATSUDA K., TEGURI D., UETANI Y., SATO T., IKENO S. (2002). Cu-segregation at the Q'/α-Al interface in Al-Mg-Si-Cu alloy. Scripta Mater., vol. 47, pp 833–837.
- MC EVILY A.J., BAO H., ISHIHARA S. (1999). Constitutive relation for fatigue crack growth. Proceedings of the Seventh International Fatigue Congress, Engineering Materials Advisory Services, Warley, vol. 1, pp 329–336.
- MCMASTER F.J., SMITH D.J. (2001). Predictions of fatigue crack growth in aluminium alloy 2024 T351 using constraint factors. Int. J. of Fatigue, vol. 23, pp S93–S101.
- MERGIA K., AL-HAZMI F., STEWART R.J., MESSOLORAS S. (2000). Study of the precipitation kinetics in an Al-8.9 at.% Li alloy using small-angle neutron scanning. Phil. Mag. A, vol. 80 n° 11, pp 2609–2628.
- MERLE P., FOUQUET F. (1981). Coarsening of θ' plates in an Al-Cu alloy I. Experimental determination of mechanism. Acta Metall., vol. 29, pp 1919–1927.
- MERLE P., FOUQUET F., MERLIN J., GOBIN P.F. (1976). Signification du maximum de durcissement apparaissant durant la précipitation de θ' dans un alliage d'aluminium à 4% en poids de Cuivre AU4. Mater. Sci. Eng. A, vol. 26, pp 277–282.
- MEYER P., HOTTEBART P., MALLETROIT P., MASSINON D., CLUMAIL F. (1994). MMC development at Montupet : an overview. ASS Transactions, vol. 94-181, pp 653-664.
- MEYER PH., MASSINON D., GUERIN PH., WONG L. (1997). Influence of microstructure on the static and Thermal Fatigue properties of 319 alloys. Technical Report 970705, SAE Technical Paper, Detroit, Michigan.
- MIAO W.F., LAUGHLIN D.E. (1999). Precipitation hardening in aluminum alloy 6022. Scripta Mater., vol. 40 n° 7, pp 873–878.
- MOHANTY P.S., GRUSZLESKI J.E. (1996). Grain refinement mechanisms of hypoeutectic Al-Si alloys. Acta Mater., vol. 44 n° 9, pp 3749–3760.
- MOIZUMI K., MINE K., TEZUKA H., SATO T. (2002). Influence of precipitate microstructures on thermal fatigue properties of Al-Si-Mg cast alloys. Proceedings of the 8th International Conference on Aluminium Alloys, Cambridge, UK, vol. Trans Tech Publications 396-402, pp 1371–1376.

MONDOLFO L.F. (1976). Aluminium alloys, structure and properties. Butterworths, London.

- MURALI S., ARVIND T.S., RAMAN K.S., MURPHY K.S. (1997). Fatigue properties of sand cast, stir cast and extruded Al-7Si-0.3Mg alloy with trace additions of Be and Mn. Mater. Trans., vol. 38, pp 28–36.
- MYHR O.R., GRONG O. (2000). Modelling of non-isothermal transformations in alloys containing a particule distribution. Acta. Mater., vol. 48, pp 1605–1615.
- MYHR O.R., GRONG O., ANDERSEN S.J. (2001). Modelling of the age hardening behaviour of Al-Mg-Si alloys. Acta. Mater., vol. 49, pp 65–75.
- NASTAC L. (1999). Numerical modelling of solidification morphology and segregation patterns in cast dendritic alloys. Acta Mater., vol. 47 n° 17, pp 4253–4262.
- NI H., SUN B., JIANG H., SHU D., LIN W., DING W. (2003). Effect of JDN-I flux on DAS oof A356 alloy at different cooling rate. Mater. Sci. Eng. A, vol. 00, pp 1–5.
- NICOULEAU-BOURLES E. (1999). Etude expérimentale et numérique du vieillissement d'un alliage d'aluminium. Application aux culasses automobiles. Thèse de doctorat de l'École Nationale Supérieure de Mines de Paris.
- NOBLE B., BRAY S.E. (1998). Coarsening of the δ phase in aluminium-lithium alloys. Acta Mater., vol. 46 n° 17, pp 6163–6171.
- NOGITA K. DAHLE A.K. (2003). Effects of boron on eutectic modification of hypoeutectic Al-Si alloys. Scripta Mater., vol. 48, pp 307–313.
- NORMAN A.F., HYDE K., COSTELLO F., THOMPSON S., BIRLEY S., PRANGNELL P.B. (2003). Examination of the effect of Sc on 2000 and 7000 series aluminium alloy castings : for improvements in fusion welding. Mater. Sci. Eng. A, vol. 354, pp 188–198.
- ODEGARD J.A., PEDERSEN K. (1994). Fatigue properties of an A356 (AlSi7Mg) aluminium alloy for automotive applications-fatigue life prediction. SAE technical paper, Society of Automotive Engineers, Warrendale PA, vol. report SAE-940811, pp 25–32.
- OVONO-OVONO D. (2002). Etude sur les alliages d'aluminium de fonderie (précipitation et intermétalliques). Etude bibliographique de l'Université de Technologie de Compiègne.
- PARK J.S., PARK S.H., LEE C.S. (2002). A microstructural model for the prediction of high cycle fatigue life. Scripta Mater., vol. 47, pp 225–229.
- PATTON G., RINALDI C., BRECHET Y., LORMAND G., FOUGÈRES R. (1998). Study of fatigue damage in 7010 aluminum alloy. Mater. Sci. Eng. A, vol. 254, pp 207–218.
- PAVLOU D.G. (2000). Prediction of fatigue crack growth under real stress histories. Eng. Structures, vol. 22, pp 1707–1713.
- PERUZZETTO P. (1986). Calculs thermomécaniques sur une culasse Diesel Renault. Stage de fin d'études de l'Ecole Nationale Supérieure de Mines de Paris.
- PLAZA D., ASENSIO J., PERO-SANZ J.A., VERDEJA J.I. (1998). Microstructure, a limiting parameter for determining the engineering range of compositions for light alloys; the Al-Cu-Si system. Mater. Char., vol. 40, pp 145–158.
- PLUMTREE A., SCHAFER S. (1986). The behaviour of short fatigue cracks. K.J. Miller, E.R. de los Rios (Eds.), Mechanical Engineering Publications, London.
- POMMIER B. (2003). Methode Cyclique Directe en thermoviscoplasticité : Application au calcul des culasses automobiles. Thèse de doctorat de l'Ecole Polytechnique.
- POOLE W.J., SÆTER J.A., SKJERVOLD S., WATERLOO G. (2000). A model for predicting the effect of deformation after solution treatment on the subsequent artificial aging behavior of AA7108 alloys. Metall. Mater. Trans., vol. 31A n° 9, pp 2327–2338.

- POWELL G.W. (1994). The fractography of casting alloys. Mater. Char., vol. 33, pp 275–293.
- RATCHEV P., VERLINDEN B., DE SMET P., VAN HOUTTE P. (1998). Precipitation hardening of an Al-4.2wt%Mg-0.6wt%Cu alloy. Acta. Mater., vol. 46, pp 3523-3533.
- RATKE L., VOORHEES P.W. (2002). Growth and coarsening, Ostwald ripening in material processing. Springer, engineering materials, Berlin.
- RAUCH E.F., GRACIO J.J., BARLAT F., LOPES A.B., FERREIRA DUARTE J. (2002). Hardening behavior and structural evolution upon strain reversal of aluminum alloys. Scripta Mater., vol. 46, pp 881–886.
- REED J.M., WALTER M.E. (2003). Observations of servation characteristics and acoustic emission during servated flow of an Al-Mg alloy. Mater. Sci. Eng. A, vol. 359, pp 1–10.
- REIF W., DUTKIEWICZ J., CIACH R., YU S., KRÓL J. (1997). Effect of ageing on the evolution of precipitates in AlSiCuMg alloys. Mater. Sci. Eng. A, vol. 234-236, pp 165– 168.
- RIAHI A.R., PERRY T., ALPAS A.T. (2003). Scuffering of Al-Si alloys : effects of etching condition, surface roughness and particle morphology. Mater. Sci. Eng. A, vol. 343, pp 76–81.
- RINGER S.P., HONO K., POLMEAR I.J., SAKURAI T. (1996). Nucleation of precipitates in aged Al-Cu-Mg-(Ag) alloys with high Cu :Mg ratios. Acta Mater., vol. 44, pp 1883–1898.
- RINGER S.P., SAKURAI T., POLMEAR I.J. (1997). Origins of hardening in aged Al-Cu-Mg-(Ag) alloys. Acta Mater., vol. 45, pp 3731–3744.
- RIONTTINO G., ZANADA A. (1998). Coupled formation of hardening particules on preprecipitates in an Al-Cu-Mg-Si 2014 alloy. Mater. Letters, vol. 37, pp 241–245.
- ROMETSCH P.A., SCHAFFER G.B. (2002). An age hardening model for Al-7Si-Mg casting alloys. Mater. Sci. Eng. A, vol. 325, pp 424–434.
- ROY N., SAMUEL A.M., SAMUEL F.H. (1996). Porosity formation in Al-9wt%Si-3wt%Cu alloy systems : metallographic observation. Metall. Mater. Trans., vol. 27A n° 2, pp 415–429.
- RYLANDS L.M., WILKES D.M.J., RAINFORTH W.M., JONES H. (1994). Coarsening of precipitates and dispersoids in aluminium alloy matrices : a consolidation of the available experimental data. J. Mater. Sci., vol. 29, pp 1895–1900.
- SACHDEV A.K. (1986). Correlating strain hardening and strain rate sensitivity to deformed substructure in aged Al-Mg-Si alloy. Engineering Materials Advisory services Ltd, vol. International conference of Charlottesville, Virginia, USA, pp 813–826.
- SAKURAI T., ETO T. (1993). Effect of Cu addition on the mechanical properties of Al-Mg-Si alloys. 3rd international conference on aluminum alloys, Kobe research and development, vol. 43-2, pp 95–98.
- SAMUEL A.M., GAUTHIER J., SAMUEL F.H. (1996). Microstructural aspect of the dissolution and melting of Al₂Cu phase in Al-Si alloys during solution heat treatment. Metall. Trans., vol. 27A, pp 1785–1798.
- SAMUEL A.M., SAMUEL F.H. (1995). A metallographic study of porosity and fracture behavior in relation to the tensile properties in 319.2 end chill casting. Metall. Mater. Trans., vol. 26A n° 9, pp 2359–2372.
- SANKARAN R., LAIRD C. (1974). Kinetics of growth of plate-like precipitates. Acta Mater., vol. 22 n° 8, pp 957–969.
- SAVELLI S. (2000). Identification des mécanismes et approche quantitative de la fatigue d'alliages modèles d'aluminium de moulage. Thèse de doctorat de l'INSA de Lyon.

- SAVELLI S., BUFFIÈRE J.Y., FOUGÈRES R. (2000). Pore characterization in a model cast aluminium alloy and its quantitative relation to fatigue life studied by synchrotron Xray microtomography. International Conference on Aluminium Alloys, Charlottesville, Virginia USA. Mater. Sci. Forum, vol. 331, pp 197–202.
- SCHUELLER R.D., WAWNER F.E. (1994). Strenghening potential of the cubic σ precipitate in Al-Cu-Mg-Si alloys. J. of Mater. Sci., vol. 29, pp 239–249.
- SEHITOGLU H., QING X., SMITH T., MAIER H.J., ALLISON J.A. (2000). Stress-strain response of a cast 319-T6 aluminum using thermomechanical loading. Metall. Mater. Trans., vol. 31A n° 1, pp 139–151.
- SENIW M.E., CONLEY J.G., FINE M.E. (2000). The effect of microscopic inclusion locations and silicon segregation on lifetimes of aluminium alloy A356 castings. Mater. Sci. Eng. A, vol. 285, pp 43–48.
- SENIW M.E., FINE M.E., CHEN E.Y., MESHII M., GRAY J. (1997). Relation of defect size and location to fatigue failure in Al alloy A356 cast specimens. Proceedings of the conference on high cycle fatigue of structural materials, TMS, Warrendale, PA. AIME, pp 371–379.
- SERRIERE M., GANDIN C.A., GAUTIER E., ARCHAMBAULT P., DEHMAS M. (2002). Modeling of precipitation coupled with thermodynamic calculations. Proceedings of the 8th International Conference of Cast Aluminum Alloys, Cambridge, UK, Trans Tech Publications, Mater. Sci. Forum, vol. 396-402, pp 747–752.
- SHACKELFORD J.F. (1992). Introduction to materials science for engineers. Macmillan Publishers, 3rd edition, USA.
- SHAH D., ALTSTETTER C. (1976). Quantitative transmission electron microscopy of systems with precipitates. Mater. Sci. Eng. A, vol. 26, pp 175–183.
- SHANG H.X., H.J. DING (1996). Low cycle fatigue stress-strain relation model of cyclic hardening or cyclic softening materials. Eng. Frac. Mech., vol. 54, pp 1–9.
- SHIH T.-S., CHUNG Q.-Y. (2003). Fatigue of as-extruded 7005 aluminum alloy. Mater. Sci. Eng. A, vol. 00, pp 1–12.
- SIGWORTH G.K. (1983). Theoretical and practical aspects of the modification of Al-Si alloys. AFS Trans., vol. 66, pp 7–16.
- SKALLERUD B., IVELAND T., HÄRKEGARD G. (1993). Fatigue life assessment of aluminum alloys with casting defects. Eng. Fracture Mech., vol. 44, pp 857–874.
- SKALLERUD B., LARSEN P.K. (1989). A uniaxial cyclic plasticity model including transient material behavior. Fatigue Eng. Mater. Struct., vol. 12, pp 611–625.
- SMITH G.W. (1998). Precipitation kinetics in an air-cooled aluminum alloy : a comparison of scanning and isothermal calorimetry measurement methods. Thermochimica Acta, vol. 313, pp 27–36.
- SRIVATSAN T.S., KOLAR D., MAGNUSEN P. (2002). The cyclic fatigue and final fracture behaviour of aluminum alloy 2524. Mater. Design, vol. 23, pp 129–139.
- STANZL-TSCHEGG S.E., MAYER H. (2001). Fatigue and fatigue crack growth of aluminium alloys at very high numbers of cycles. Int. J. of Fatigue, vol. 23, pp S231–S237.
- STARINK M.J., WANG P., SINCLAIR I., GREGSON P.J. (1999). Microstructure and strenghening of Al-Li-Cu-Mg alloys and MMCS : II. Modelling of yield strength. Acta Mater., vol. 47, pp 3855–3868.
- STARINK M.J., ZAHRA A.M. (1998). β' and β precipitation in an Al-Mg alloy studied by DSC and TEM. Acta. Mater., vol. 46-10, pp 3381–3397.

- STEPHENS R.I., BERNS H.D., CHERNENKOFF R.A., INDIG R.L., KOH S.K., LINGENFEL-SER D.J., MITCHELL M.R., TESTIN R.A., WIGANT C.C. (1988). Low cycle fatigue of A356-T6 cast aluminum alloy-A Round-Robin program. SAE technical paper, vol. 881701.
- STEPHENS R.I., KOH S.K. (1988). Improvements in empirical representation of A356-T6 alloy Round-Robin low cycle fatigue data. SAE technical paper, vol. 881702.
- STEPHENS R.I., MAHONEY B.J., FOSSMAN R.G. (1988). Low cycle fatigue of A356-T6 cast aluminum alloy wheels. SAE technical paper, vol. 881707.
- STOICHEV N., PETROV K., YANEVA S., KOVACHEV P., TZVETANOVA N. (2002). Microstructural development in Al-Si microcrystalline alloys. Mater. Sci. Eng. A, vol. 337, pp 12–16.
- STOLARZ J., MADELAINE-DUPUICH O., MAGNIN T. (2001). Microstructural factors of low cycle fatigue damage in two-phase Al-Si alloys. Mater. Sci. Eng. A, vol. 299, pp 275–286.
- SURESH S. (1998). Fatigue of materials, 2nd edition. MIT, Cambridge University Press, Boston.
- TANAKA K., AKINIWA Y., SHIMIZU K., KIMURA H., ADACHI S. (2000). Fatigue thresholds of discontinuously reinforced aluminum alloy correlated to tensile strength. Int. J. of Fatigue, vol. 22, pp 431–439.
- TAYLOR G. I. (1938). Plastic strain in metals. J. Inst. Metals, vol. 62, pp 307–324.
- THOMAS G. (1961). The aging characteristics of aluminum alloys. J. of the Inst. of metals, vol. 90, pp 57–63.
- TIAN B. (2003). Ageing effect on servated flow in Al-Mg alloy. Mater. Sci. Eng. A, vol. 349, pp 272–278.
- TING C.H. (1991). A model for the long-life fatigue behaviour of small notches. Ph.D. Dissertation, University of Illinois at Urbana-Champaign.
- TIRYAKIOGLU M., CAMPBELL J. (2003). On macrohardness testing of Al-7wt%Si-Mg alloys, I. Geometrical and mechanical aspects II. An evaluation of models for hardness-yield strength relationships. Mater. Sci. Eng. A, vol. 361, pp 232–239 et 240–248.
- TIRYAKIOGLU M., CAMPBELL J., STALEY J.T. (2003). The influence of structural integrity on the tensile deformation of cast Al-7wt%Si-0.6wt%Mg alloys. Scripta Mater., vol. 49, pp 873–878.
- UNDERWOOD E.E. (1970). *Quantitative stereology*. Addison-Wesley Publishing Co., Reading, MA.
- VAN DE LANGKRUIS J., KOOL W.H., SELLARS C.M., VAN DER WINDEN M.R., VAN DER ZWAAG S. (2001). The effects of β , β' and β'' precipitates in a homogenised AA6063 alloy on the hot deformability and the peak hardness. Mater. Sci. Eng. A, vol. 299, pp 105–115.
- VELASCO E., COLAS R., VALTIERRA S., MOJICA J.F. (1995). A model for thermal fatigue in an aluminum casting alloy. Int. J. of Fatigue, vol. 17-6, pp 399–406.
- VELDMAN N.L.M., DAHLE A.K, ST. JOHN D.H., ARNBERG L. (2001). Dendrite coherency of Al-Si-Cu alloys. Metall. Mater. Trans., vol. 32A n° 1, pp 147–155.
- VENKATESWARLU K., DAS S.K., CHAKRABORTY M., MURTY B.S. (2003). Influence of thermo-mechanical treatment of Al-5Ti master alloy on its grain refining performance on aluminium. Mater. Sci. Eng. A, vol. 351, pp 237–243.
- VERDIER M., BLEY F., JANCEK M., LIVET F., SIMON J.P., BRÉCHET Y. (1997). Characterization of dislocation structures and internal stresses in Al-Mg alloys during recovery by synchrotron radiation. Mater. Sci. Eng. A, vol. 234-236, pp 258-262.

- VERDU C., CERCUEIL H., COMMUNAL S., SAINFORT P., FOUGÈRES R. (1996). Microstructural aspects of the damage mechanisms of cast Al-7Si-Mg alloys. Mater. Sci. Forum, vol. 217-222, pp 1449–1454.
- VIETZ J.T., POLMEAR I.J. (1966). The influence of small additions of silver on the ageing of aluminium alloys : observations on Al-Cu-Mg alloys. J. of the Inst. of Metals, vol. 944, pp 410–419.
- VISVANATHA S.K., STRAZNICKY P.V., HEWITT R.L. (2000). Influence of strain estimation methods on life predictions using the local strain approach. Int. J. of Fatigue, vol. 22, pp 675–681.
- WAGNER C. (1961). Theorie des Alterrung Von Niederschlägen Durch Umlösen Ostwald Reifung. Z. Elektrochem, vol. 65(7/8), pp 581–591.
- WANG H.-R., GAO Y.-L., YE Y.-F., MIN G.-H., CHEN Y., TENG X.-Y. (2003). Crystallization kinetics of an amorphous Zr-Cu-Ni alloy : calculation of the activation energy. J. of Alloys and Compounds, vol. 353, pp 200–206.
- WANG J., HE S., SUN B., LI K., SHU D., ZHOU Y. (2002). Effects of melt thermal treatment on hypoeutectic Al-Si alloys. Mater. Sci. Eng. A, vol. 338, pp 101–107.
- WANG Q.G. (1997). Microstructure and tensile fracture behavior of Al-Si-Mg casting alloys. Ph.D. thesis, University of Queensland, Brisbane, Australia.
- WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A. (2001a). Fatigue behaviour of A356-T6 aluminum cast alloys. Part I. Effect of casting defects. J. of Light Metals, vol. 1, pp 73–84.
- WANG Q.G., APELIAN D., LADOS D.A. (2001b). Fatigue behaviour of A356/357 aluminum cast alloys. Part II. Effect of microstructural constituents. J. of Light Metals, vol. 1, pp 85–97.
- WANG Q.G., DAVIDSON C.J. (2001). Solidification and precipitation behavior of Al-Si-Mg casting alloys. J. Mater. Sci., vol. 36-3, pp 739–750.
- WANG R.Y., LU W.H., HOGAN L.M. (1999). Growth morphology of primary silicon in cast Al-Si alloys and the mechanism of concentric growth. J. of Crystal Growth, vol. 207, pp 43–54.
- WEN W., MORRIS J.G. (2003). An investigation of serrated yielding in 5000 series aluminum alloys. Mater. Sci. Eng. A, vol. 354, pp 279–285.
- WIGANT C.C., STEPHENS R.I. (1987). Low cycle fatigue of A356-T6 cast aluminum alloy. Society of Automotive Engineers, Warrendale PA, vol. Report No 870096.
- WOLVERTON C. (2001). Crystal structure and stability of complex precipitate phases in Al-Cu-Mg-(Si) and Al-Zn-Mg alloys. Acta Mater., vol. 49, pp 3129–3142.
- YAO J.-Y., EDWARDS G.A., GRAHAM D.A. (1996). Precipitation and age-hardening in Al-Si-Cu-Mg-Fe casting alloys. Mater. Sci. Forum, vol. 217-222, pp 777-782.
- YAO J.Y., GRAHAM D.A., RINDERER B., COUPER M.J. (2001). A TEM study of precipitation in Al-Mg-Si alloys. Micron, vol. 32, pp 865–870.
- ZHANG X.P., LI J.C., WANG C.H., MAI Y.W. (2002). Prediction of short fatigue crack propagation by characterization of both plasticity and roughness induced crack closure. Int. J. of Fatigue, vol. 24, pp 529–536.
- ZHEN L., KANG S.B. (1997). The effect of pre-aging on microstructure and tensile properties of Al-Mg-Si alloys. Scripta Mater., vol. 36-10, pp 1089–1094.
- ZHEN L., KANG S.B. (1998). DSC analyses of the precipitation behavior of two Al-Mg-Si alloys naturally aged for different times. Mater. Letters, vol. 37, pp 349–353.

Annexe -A-

Observations microstructurales

A.1 Thermogrammes de DSC



Fig. A.1 – Thermogrammes de l'AS10G F à 3 vitesses de balayage differentes.



Fig. A.2 - Thermogrammes de l'AS10G T4 à 4 vitesses de balayage differentes.



Fig. A.3 – Thermogrammes de l'AS7G T4 à 4 vitesses de balayage differentes.



Fig. A.4 - Thermogrammes de l'AS7G T7 à 3 vitesses de balayage differentes.



Fig. A.5 – Thermogrammes de l'AS7UG F à 3 vitesses de balayage differentes.



Fig. A.6 - Thermogrammes de l'AS7UG T4 à 4 vitesses de balayage differentes.



Fig. A.7 – Thermogrammes de l'AS7UG T7 à 3 vitesses de balayage differentes.

A.2 Observations de la précipitation au MET

Les figures présentées ci-après ont été réalisés à l'UTC et à l'ECP sous des tensions de 120kV, de manière à avoir suffisemment de distance focale pour pouvoir tilter de \pm 30°. Voici comment elles se répartissent :

- AS7U3G T5 : 100h à 20, 100, 175, 200, 250 et 320°C (figure A.8);
- AS7G T7 : 0, 50, 100 et 300 heures à 180° C (figures A.9 à A.13; 50, 100, 300 heures à 200° C (figures A.14 à A.20);
- AS10G T7 : 0, 50, 100, 300 et 600 heures à $200^{\circ}C$ (figures A.21 à A.26);
- AS7UG T7 : (figures A.27 à A.29).



Fig. A.8 – Clichés MET de l'AS7U3 pour 100h à (a) 20, (b) 100, (c) 175, (d) 200, (e) 250 et (f) 320° C.

AS7G T7



Fig. A.9 – Clichés MET de l'AS7G T7.

AS7G T7



Fig. A.10 – Clichés MET de l'AS7G T7, suite.
AS7G T7 + 50 heures à 180°C

Champ clair : une famille de précipités $\beta^{\prime\prime}$



Fig. A.11 – Clichés MET de l'AS7G T7 + 50h à $180^\circ\mathrm{C}\,.$

AS7G T7 + 100 heures à 180°C



[111] AI

0,25 μm

Champ clair



0,25 μm

Champ clair coupe [002] : trois familles de précipités β ', une debout et deux à plat à 90°

Fig. A.12 – Clichés MET de l'AS7G T7 + 100h à 180° C.

AS7G T7 + 300 heures à 180°C



Champ clair



0,25 μm

Champ clair coupe [002] : trois familles de précipités β ', une debout et deux à plat à 90°

Fig. A.13 – Clichés MET de l'AS7G T7 + 300h à 180° C.

AS7G T7 + 50 heures à 200°C





Fig. A.14 – Clichés MET de l'AS7G T7 + 50h à 200°C.





Faisceau faible : trois familles de précipités \beta''



Champ clair : trois familles de précipités \beta''

Fig. A.15 – Clichés MET de l'AS7G T7 + 50h à 200° C, suite.

AS7G T7 + 50 heures à 200°C



Fig. A.16 – Clichés MET de l'AS7G T7 + 50h à 200°C, suite.





Fig. A.17 – Clichés MET de l'AS7G T7 + 100h à 200° C.



Champ clair coupe [002] : trois familles de précipités β , une debout et deux à plat à 90°



Champ sombre (coupe [111]) : une famille de précipités Si

Fig. A.18 – Clichés MET de l'AS7G T7 + 100h à 200° C, suite.



Champ clair coupe [111] : trois familles de précipités β ' à 60°C



0,5 μm

Champ sombre (coupe [111]) : une famille de précipités Si

Fig. A.19 – Clichés MET de l'AS7G T7 + 300h à 200°C.





Champ sombre (coupe [002] de Al) : une famille de précipités β '





Champ sombre (coupe [002] de Al) : une seconde famille de précipités β ' à 90°

Fig. A.20 – Clichés MET de l'AS7G T7 + 300h à 200°C, suite.

AS10G T7



Fig. A.21 – Clichés MET de l'AS10G T7.

AS10G T7 + 50 heures à 200°C



Champ clair coupe [002] : trois familles de précipités β ', une debout et deux à plat à 90°



Champ clair coupe [002] : trois familles de précipités β ', une debout et deux à plat à 90°

0,5 μm

0,25 μm



Champ clair coupe [002] : trois familles de précipités β ', une debout et deux à plat à 90°



Fig. A.22 – Clichés MET de l'AS10G T7 + 50h à 200° C.





Weak beam : trois familles de précipités β ' à 60°



Fig. A.23 – Clichés MET de l'AS10G T7 + 100h à 200° C.

AS10G T7 + 100 heures à 200°C



Champ clair





0,25 μm

Champ clair coupe [002] : trois familles de précipités β , une debout et deux à plat à 90°

Fig. A.24 – Clichés MET de l'AS10G T7 + 100h à 200°C, suite.

AS10G T7 + 300 heures à 200°C



Fig. A.25 – Clichés MET de l'AS10G T7 + 300h à 200° C.

Weak beam : trois familles e précipités et en set trois familles e précipités et en set trois familles e précipités e e normalise e précipités e e normalise e précipités e e normalise e normalise

AS10G T7 + 600 heures à 200°C

Fig. A.26 – Clichés MET de l'AS10G T7 + 600h à 200°C.

[111] _{Al}

0,25 μm



AS7UG T7:



Fig. A.27 – Clichés MET de l'AS7UG T7, précipités Q.



AS7UG T7

Champ clair, coupe (002): trois familles de précipités β '' à 90°, deux à plat et une debout

 $\begin{array}{l} Champ \ sombre \ 1: une \ famille \\ de \ précipités \ \beta'' \ debout \end{array}$



Champ sombre 2 : deux familles de précipités β " à 90°

Champ sombre 3 : une famille de précipités β "

Fig. A.28 – Clichés MET de l'AS7UG T7, précipités β'' .

AS7UG T7

Champs sombres : deux familles de précipités $\beta^{\prime\prime}$



Fig. A.29 – Clichés MET de l'AS7UG T7, précipités β'' .

Annexe -B-

Mise en forme de la culasse

Les images qui suivent sont issues du site de production de culasses de Montupet à Nogent sur Oise et permettent de suivre le processus de mise en forme de la culasse.



Fig. B.1 – (a) Vue d'un four à gaz pour la fusion des éléments de l'alliage (b) aluminium liquide sortant du four.



Fig. B.2 – (a) Bullage d'azote dans l'aluminium liquide pour éliminer l'hydrogène (b) écrémage de l'oxyde qui se forme à la surface de l'aluminium liquide.



Fig. B.3 -(a) Vue d'un noyau en sable et résine permettant la mise en forme des conduits internes de la culasse (b) Coulée de l'aluminium liquide dans le moule.



Fig. B.4 - (a) Vue du noyau positionné dans une matrice qui sera placée dans le moule (b) Vue de la culasse en sortie de moule avec les masselottes.



Fig. B.5 – Test d'étanchéïté de la culasse (a) dans l'air (b) dans l'eau.



Fig. B.6 – Solution technique apportée aux problèmes de rupture par fatigue thermomécanique : insert métallique faisant office de crack stopper. Après usinage de la face feu, il ne reste que les quatre bords relevés insérés entre les sièges de soupapes, dans les pontets.