



Caractérisation et modélisation micromécanique du comportement des alliages métalliques à l'état semi-solide pour la simulation du thixoforgeage des aciers

Khalil Traidí

► To cite this version:

Khalil Traidí. Caractérisation et modélisation micromécanique du comportement des alliages métalliques à l'état semi-solide pour la simulation du thixoforgeage des aciers. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2016. Français. NNT : 2016ENAM0048 . tel-01538591

HAL Id: tel-01538591

<https://pastel.hal.science/tel-01538591>

Submitted on 13 Jun 2017

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.

École doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'ingénieur

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Spécialité “ Mécanique-Matériaux ”

présentée et soutenue publiquement par

Khalil TRAIDI

le 22 Novembre 2016

**Caractérisation et modélisation micromécanique du comportement des
alliages métalliques à l'état semi-solide pour la simulation du
thixoforgeage des aciers**

Directeur de thèse : **Véronique FAVIER**

Co-encadrement de la thèse : **Philippe LESRIEZ, Laurent LANGLOIS et Karl DEBRAY**

Jury

M. Michel BELLET, Professeur de l'Institut Mines-Télécom, MINES ParisTech
M. Jean Philippe PONTHOT, Professeur des Universités, LTAS, Université de Liège
M. Damien FABREGUE, Professeur des Universités, MATEIS, INSA Lyon
M. Philippe MANGIN, Docteur, IRT-M2P
Mme. Véronique FAVIER, Professeur des Universités, PIMM, Arts et Métiers ParisTech
M. Philippe LESTRIEZ, Maître de Conférences, GRESPI, Université de Reims
M. Karl DEBRAY, Professeur des Universités, GRESPI, Université de Reims
M. Laurent LANGLOIS, Maître de Conférences, LCFC, Arts et Métiers ParisTech
Mme. Joëlle DEMURGER, Ingénieur, CREAS, ASCO INDUSTRIES

Président
Rapporteur
Rapporteur
Examinateur
Examinateur
Examinateur
Examinateur
Invitée

**T
H
È
S
E**

Remerciements

Je voudrais d'abord remercier les membres du jury pour le temps consacré à la lecture et à l'analyse de ce travail. Je remercie les rapporteurs, M. Damien FABREGUE et M. Jean Philippe PONTHOT, ainsi que M. Michel BELLET, le président. Je tiens également à remercier Mme Joëlle DEMURGER, invitée et examinatrice, qui a suivi ce travail durant les trois ans.

Le bon accomplissement d'un travail de thèse dépend de l'ambiance dans laquelle celui-ci se déroule. En cela, je suis très reconnaissant à l'équipe d'encadrement et à la direction du projet. L'ensemble de ce travail n'aurait jamais été possible sans leur soutien. Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à :

- ✓ Philippe MANGIN pour m'avoir accordé la chance de réaliser cette aventure, pour son implication dans l'orientation de mes travaux, pour ses précieux conseils, et surtout son investissement dans la préparation de la suite de mon cursus à l'étape 'post-thèse'.
- ✓ Véronique FAVIER pour toutes les connaissances qu'elle a su m'apporter en douceur, pour son investissement total, et son soutien. Elle m'a permis de travailler dans de bonnes conditions. Je mesure et je réalise la chance que j'ai eue en la côtoyant durant ces trois années. Je n'ai sûrement pas les mots suffisants pour lui témoigner toute ma reconnaissance.
- ✓ Philippe LESTRIEZ pour son apport sur la partie numérique, c'est une belle complémentarité qui nous a permis d'achever ce travail, pour son implication, et surtout sa réactivité ! J'ai eu vraiment un grand plaisir de travailler avec lui et à faire sa connaissance !!
- ✓ Kral DEBRAY pour son investissement, son soutien et son aide, surtout pour la phase de correction du manuscrit.
- ✓ Laurent LANGLOIS pour son soutien, sa bonne humeur, et nos discussions, riches. Je le remercie aussi pour son investissement dans l'orientation du travail et son encadrement des travaux de simulations.

Je remercie les différents membres de l'IRT-M2P que j'ai pu côtoyer au cours de ma thèse pour la très bonne ambiance, leurs disponibilités et réactivités : Christophe, Andréa, Jill, Vincent, Joffrey, Martin, Alain, Morgane, Pascal, Quentin, Pierre, Aurélie, Gaël, Gregory ... Je remercie Tudor Balan pour son investissement dans la partie numérique du travail et son soutien, ainsi que sa bonne humeur.

Je remercie M. Régis BIGOT pour ses conseils et sa rigueur dans les discussions scientifiques.

Je remercie également Paul BORNIER qui a contribué à la partie simulation numérique de ma thèse dans le cadre de son stage de fin d'étude.

Je remercie Zakaria ALLAM pour son soutien, ses conseils, et pour s'être déplacé afin d'assister à ma soutenance.

Je ne manquerais pas ici de remercier les membres de CREAS ASCO INDUSTRIES pour les bonnes conditions de déroulement des ‘manips’. Je tiens plus particulièrement à remercier Michel SABY et Gianni BOI pour leurs aides et idées afin d’améliorer et faciliter la réalisation des différents essais. Je remercie également André GALTIER pour nos riches discussions concernant l’interprétation des résultats, et Thomas SOURMAIL, pour sa contribution à la clarification des aspects métallurgiques.

Je remercie Éric BECKER pour son soutien et les échanges concernant les aspects microscopiques.

Je tiens aussi à remercier les ingénieurs AMVALOR de l’ENSAM de Metz pour les échanges et leurs aides : Florian, Fanny, Jean-Baptiste, Bruno, Damien.

Un chaleureux merci à Nicolas RANC pour son apport concernant la technique de contrôle de température par pyrométrie et pour les déplacements à Metz, afin d’étalonner le dispositif à chaque campagne d’essai.

Je remercie Frédéric VALES et Sarah BAIZ pour leurs aides dans la réalisation des analyses microscopiques.

Un merci à toute l’équipe du PIMM, permanents comme non permanents, pour les très bons moments de convivialité passés ensemble.

Je remercie tous les doctorants et les ex-doctorants de l’ENSAM de Paris et de Metz pour les afterworks, les soirées et autres moments, qui ont permis de construire de belles amitiés en trois ans.

Un grand Merci à Romain, Bénédicte et Gaël pour les cours de fondue de fromage et les excellentes soirées à Metz.

Un grand Merci encore à Vincent et Cécile pour les délicieuses crêpes bretonnes.

Merci à mes amis qui se sont déplacés pour me soutenir le jour de ma soutenance.

Un grand merci à mes parents, mes frères et sœurs pour leur soutien quotidien et pour être venus m’écouter le jour de ma soutenance.

Ces trois années ont été une expérience unique tant au niveau humain qu’au niveau professionnel. Merci à toutes et à tous. J’en oublie sans doute, et j’espère que les personnes concernées ne m’en tiendront pas rigueur.

Table des matières

Introduction générale.....	1
Chapitre 1 :	6
Mise en forme des métaux à l'état semi-solide : Aspects métallurgiques et rhéologiques	6
1.1. Introduction	6
1.2. Procédés de mise en forme à l'état semi-solide.....	6
1.2.1. Les procédés de rhéoformage	7
1.2.2. Les procédés de thixoformage.....	8
1.2.3. Le thixoforgeage des aciers	10
1.3. Microstructure des matériaux à l'état semi-solide.....	13
1.3.1. Obtention de l'état semi-solide par solidification partielle	13
1.3.2. Obtention de l'état semi-solide par refusion partielle	15
1.3.3. Paramètres microstructuraux à l'état semi-solide.....	17
1.4. Comportement des matériaux à l'état semi-solide	23
1.4.1. De l'état solide à l'état semi-solide	23
1.4.2. Caractérisation expérimentale du comportement des semi-solides pour des applications en mise en forme	24
1.4.3. Comportement des aciers à l'état semi-solide	35
1.5. Problématique de fissuration à chaud.....	38
1.5.1. Le phénomène de fissuration à chaud	39
1.5.2. Le BTR « Brittle Temperature Range »	40
1.5.3. Les paramètres influant la fissuration à chaud des aciers.....	43
1.5.4. Les critères de la fissuration à chaud.....	44
1.6. Conclusion.....	49
1.7. Références bibliographiques	51
Chapitre 2 :	59
Procédure expérimentale	59
2.1. Introduction	59
2.2. Matériau de l'étude	59
2.2.1. Le C38LTT	59
2.2.2. Composition chimique et propriétés physiques.....	60
2.3. Évaluation de la fraction liquide et caractérisation de la microstructure.....	60
2.3.1. Évaluation de la fraction liquide à l'état semi-solide	60
2.3.2. Caractérisation de la microstructure	63
2.4. Protocole expérimental.....	63
2.4.1. Essais de traction à l'état semi-solide avec la machine Gleeble.....	64
2.4.2. Mesure et contrôle de la température d'essai	69

2.4.3.	Visualisation des essais	76
2.4.4.	Essais de compression	76
2.5.	Conclusion.....	77
2.6.	Références bibliographiques	79
Chapitre 3 :		82
Caractérisation du comportement rhéologique de l'acier C38LTT à l'état semi-solide.....		82
3.1.	Introduction	82
3.2.	Comportement thermomécanique de l'acier C38LTT à l'état semi-solide en traction	82
3.2.1.	Cycle de chauffage et contrôle de température	82
3.2.2.	Transition du comportement de l'état solide à l'état semi-solide.....	86
3.2.3.	Influence de la température sur le comportement en traction à l'état semi-solide	87
3.2.4.	Visualisation de la zone de déformation des éprouvettes durant les essais	89
3.2.5.	Évolution de la ductilité et de l'effort maximum en fonction de la fraction de solide ..	90
3.2.6.	Observation des éprouvettes rompues et trempées.....	94
3.2.7.	Discussion : Mécanismes de déformation et d'endommagement	97
3.2.8.	Impact de la vitesse de déplacement sur le comportement en traction.....	99
3.3.	Comportement thermomécanique de l'acier à l'état semi-solide en compression	100
3.3.1.	Effet de la température et de la vitesse de déplacement sur le comportement en compression.....	101
3.3.2.	Comparaison des microstructures obtenues sur les faciès de rupture en traction avec celles des surfaces fissurées obtenues après essais de compression à l'état semi-solide	102
3.3.3.	Discussion : Mécanisme de déformation en compression.....	104
3.4.	Conclusion.....	106
3.5.	Références bibliographiques	107
Chapitre 4 :		110
Modélisation du comportement		110
4.1.	Introduction	110
4.2.	Contexte général de la modélisation du comportement des alliages semi-solides en mise en forme	110
4.3.	Cas particulier de la modélisation du comportement en traction	112
4.4.	Le modèle micro-Macro.....	115
4.4.1.	La démarche suivie pour la modélisation micro-Macro.....	115
4.4.2.	La description de la microstructure et son évolution.....	116
4.4.3.	Détermination des comportements locaux et global du semi-solide	118
4.4.4.	Les limites de l'ancienne version du modèle micro-Macro	121
4.5.	Les développements apportés dans le cadre du modèle micro-Macro	124
4.5.1.	Base physique des développements proposés	124
4.5.2.	La nouvelle version du modèle micro-Macro.....	124

4.6.	Conclusion.....	136
4.7.	Références bibliographiques	137
Chapitre 5 :		143
Simulations numériques.....		143
5.1.	Introduction	143
5.2.	Implantation du modèle dans FORGE® 3D.....	143
5.2.1.	Le logiciel FORGE®.....	143
5.2.2.	Formulation de la loi de comportement.....	144
5.2.3.	Implantation du modèle dans les lois utilisateurs.....	146
5.2.4.	Identifications des lois de dépendance à la température des paramètres du modèle à l'état solide	152
5.3.	Résultats de simulation des essais expérimentaux	156
5.3.1.	Mise en données des simulations des essais de traction à l'état semi-solide.....	156
5.3.2.	Identifications des lois de dépendance à la température des paramètres du modèle à l'état semi-solide	157
5.3.3.	Résultats de simulations des essais de traction.....	163
5.3.4.	Simulations des opérations de thixoforgeage	172
5.4.	Conclusion.....	185
5.5.	Références bibliographiques	187
Conclusion générale		189
Annexe		193
Démarche d'homogénéisation dans le cas de l'élasticité linéaire : modèle Hashin-Strickman et modèle autocohérent [BOR01]		193
A1.1	Modèle Hashin-Strickman.....	193
A1.2	Modèle autocohérent	196
A1.3	Références bibliographiques	200

Introduction générale

Les progrès notables réalisés par les constructeurs automobiles au niveau de la motorisation, la sécurité et la réduction d'émission de CO₂, sont le fruit d'un travail d'innovation continu qui vise à développer des matériaux et à améliorer les propriétés mécaniques des pièces afin d'alléger les structures et augmenter leurs fiabilités. Dans cette optique, les industries automobiles portent un intérêt permanent à la mise en forme des matériaux et leurs exigences sur le produit final sont de plus en plus sévères : fabriquer des géométries complexes, réduire les gammes de fabrications, réduire le poids, minimiser les coûts, etc... Pour satisfaire ces exigences, l'amélioration des différentes techniques des procédés de mise en forme et le développement de nouveaux procédés font l'objet d'un grand nombre de travaux de recherche.

Des travaux de recherche sur la caractérisation du comportement des matériaux ont montré que les métaux à l'état semi-solide (température supérieure au solidus et inférieure au liquidus) présentent un comportement rhéofluidifiant caractérisé par une forte chute de la viscosité avec la vitesse de déformation facilitant le remplissage des matrices lors de la mise en forme. Ces résultats ont débouché sur le développement d'une nouvelle voie de mise en forme utilisant l'état semi-solide. La mise en forme à l'état semi-solide est une voie intermédiaire entre les procédés classiques de fonderie et de forge. Elle tire partie des avantages spécifiques à chacun des deux procédés. La mise en forme à l'état semi-solide permet de réaliser des pièces à géométrie complexe en une seule étape (near net shaping) avec des efforts moins importants que ceux obtenus en forgeage. Comparée à la fonderie, elle met en jeu des températures moins élevées et la santé interne des pièces fabriquées est meilleure (moins d'inclusion, moins de porosités). La mise en forme à l'état semi-solide se décompose en deux familles de procédés : le thixoformage pour lequel l'état semi-solide est atteint en refusion et le rhéoforgeage pour lequel l'état semi-solide est atteint en solidification. Les procédés utilisant les métaux semi-solides se sont développés industriellement dans les années 1980-1990 dans le cas des alliages à bas point de fusion comme les alliages d'aluminium et de magnésium. En revanche, les plus hautes températures mises en jeu dans le cas des matériaux à haut point de fusion comme les aciers rendent la maîtrise du procédé plus complexe. Néanmoins, des travaux antérieurs menés sur des aciers ont montré le potentiel de ce procédé. En particulier, le thixoforgeage des aciers (procédé de type thixoformage) permet de réduire les gammes de fabrication, la consommation en matière première ou encore en énergie [KAP93] [KIU96] [KOS99] [HAR02].

La figure 1 compare une pièce en acier obtenue par thixoforgeage en une seule passe et la même pièce, obtenue, toujours, en une seule passe mais cette fois par forgeage. Le thixoforgeage permet d'obtenir en une seule passe la pièce finie, alors que le forgeage requiert que d'autres opérations soient menées avant d'obtenir la géométrie désirée. Cette figure montre également la diversité des sections pouvant être obtenues par le thixoforgeage [ROU02].

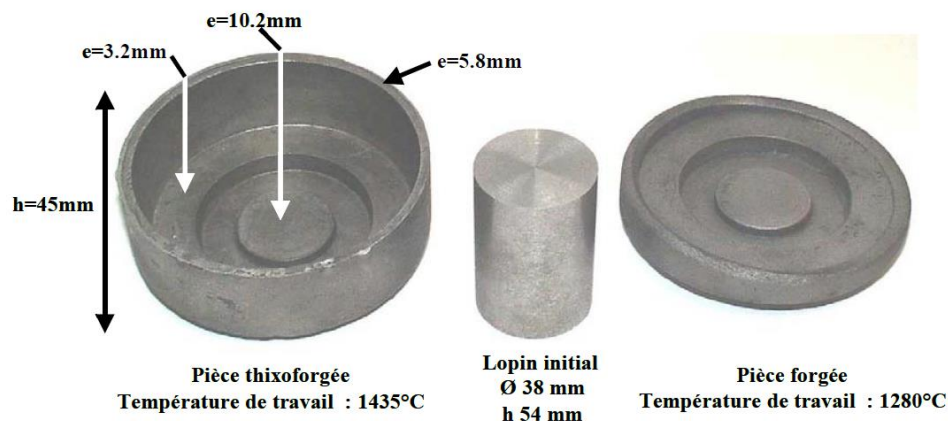


Fig. 1 – Comparaison de la géométrie d'une « assiette » réalisée en une seule passe en acier C80 par thixoforgeage et par forgeage [ROU02]

Le thixoforgeage d'aciers peut aussi produire des défauts comme une séparation des phases liquide/solide (figure 2) [BEC10], des fissures et des porosités. La nature des défauts observés et leurs conditions d'apparition ne sont pas encore connues ce qui fait que l'optimisation du procédé est encore difficile (choix de la vitesse de mise en forme, de la température du lopin et des outils, etc.).

La maîtrise et le développement industriel du procédé de thixoforgeage des aciers nécessitent une bonne connaissance du comportement thermomécanique du matériau à l'état semi-solide et le développement d'outils de simulation numérique adaptés.

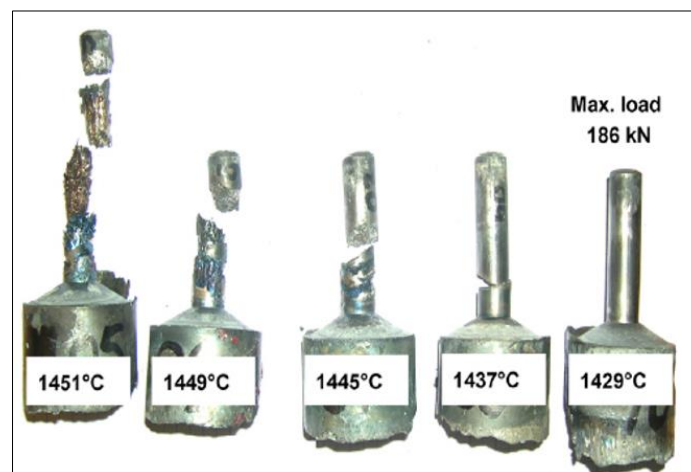


Fig. 2 – Photographies des pièces en aciers thixo-extrudés à différentes températures [BEC10]

La thèse s'inscrit dans le cadre du projet TACA «Thixoforgeage d'Aciers pour la fabrication de Composants Automobiles», qui a débuté en octobre 2013 et qui s'achèvera en décembre 2017. Son ambition est le développement industriel du thixoforgeage des aciers pour la fabrication de pièces automobiles. Le projet est piloté par l'Institut de Recherche Technologique en Matériaux, métallurgie, procédés, l'IRT-M2P, et s'effectue en collaboration avec des industriels issus du monde de la sidérurgie (ASCOMETAL), des clients automobiles (Renault et PSA) et des acteurs des métiers de la mise en forme (Forges de Courcelles et Atelier de Janves). Elle s'est déroulée dans le cadre d'une collaboration entre le laboratoire PIMM (Procédés et Ingénierie en Mécanique et Matériaux, campus de Paris), le laboratoire LCFC (Laboratoire de Conception, Fabrication et Commande, campus de Metz), deux laboratoires d'Arts et Métiers ParisTech et le laboratoire GRESPI (Groupe de Recherche en Sciences Pour l'ingénieur) de l'Université Reims Champagne-Ardenne.

Le travail de thèse a pour objectifs principaux de (i) caractériser le comportement thermomécanique des aciers à l'état semi-solide, (ii) développer un modèle de ce comportement pour simuler le thixoforgeage.

Trois objectifs ont servi de guide pour le développement du modèle : (1) avoir un modèle le plus prédictif possible dans une gamme de température allant de la température ambiante jusqu'à l'état semi-solide et couvrant tout l'état semi-solide (du 100% solide au 100% liquide), (2) implanter le modèle dans le logiciel FORGE® et (3) aller vers la prédiction de défauts de type fissuration à chaud.

Une étude expérimentale a été réalisée afin d'étudier les mécanismes de déformation et de caractériser la sensibilité du comportement à la nature de la sollicitation, à la variation de la température, et à la vitesse de déformation. Un travail portant sur le développement d'un modèle capable de prédire le comportement et intégrant les évolutions de la microstructure en cours de la mise en forme a été mené. Le travail de modélisation s'est appuyé sur des travaux antérieurs qui avaient déjà permis de mettre en place une approche d'homogénéisation intégrant la distribution spatiale et le comportement des différentes phases de la matière constituant la microstructure semi-solide pour déterminer la réponse mécanique effective du semi-solide [ROU02] [FAV04] [CEZ06] [FAV09] [FAV11]. Le modèle a été implanté sur le code simulation FORGE® afin de simuler le thixoforgeage.

Dans le cadre de ce travail, expérience et modélisation/simulation se sont nourris mutuellement. Le manuscrit de thèse comporte cinq chapitres.

Le **chapitre 1** présente un état de l'art des connaissances sur la mise en forme des alliages à l'état semi-solide. Les caractéristiques de la microstructure et leurs effets sur l'écoulement de la matière lors de la mise en forme sont discutés. Une description des propriétés rhéologiques des matériaux à l'état semi-solide ainsi que de leurs sensibilités aux différents paramètres (fractions de solide, vitesse de déformation, morphologie de la structure et état de contrainte) est présentée. Enfin, la problématique de fissuration à chaud, les mécanismes associés, ainsi que les critères de prédiction des défauts, sont discutés.

Le **chapitre 2** propose une méthodologie expérimentale permettant d'estimer le comportement mécanique, du matériau, à l'état semi-solide.

Le **chapitre 3** expose les résultats expérimentaux de caractérisation du comportement du matériau et présente les mécanismes associés.

Le **chapitre 4** synthétise les différents modèles existants dans la littérature pour la modélisation du comportement des semi-solides. Une modélisation micromécanique basée sur le principe d'homogénéisation est ensuite abordée avec une présentation et une description des différentes étapes du développement du modèle micro-Macro. Enfin, le développement du modèle réalisé dans le cadre de cette thèse est présenté.

Enfin, le **chapitre 5**, décrit l'implémentation de la nouvelle version du modèle micro-Macro dans FORGE®. L'identification des lois de dépendances à la température des paramètres ainsi que les lois d'évolution des variables internes du modèle, sont ensuite abordées. La question de l'apport du modèle pour la simulation des opérations de mise en forme à l'état semi-solide, et sa capacité à prédire les zones sensibles à la fissuration à chaud, est enfin discutée.

Références bibliographiques

[BEC10] Becker, E., Favier, V., Bigot, R., Cezard, P., & Langlois, L. (2010). Impact of experimental conditions on material response during forming of steel in semi-solid state. *Journal of Materials Processing Technology*, 210(11), 1482-1492.

[CEZ06] Cezard, P., Impact des effets thermiques sur le comportement du matériau lors de la mise en forme des aciers à l'état semi-solide : analyse expérimentale et numérique., Thesis in ENSAM Metz. 2006.

[FAV04] Favier, V., Rouff, C., Bigot, R., Berveiller, M., & Robelet, M. (2004). Micro-macro modeling of the isothermal steady-state behaviour of semi-solids. *International Journal of Forming Processes*, 7(1/2), 177-194.

[FAV09] Favier, V., Cezard, P., & Bigot, R. (2009). Transient and non-isothermal semi-solid behaviour: 3D micromechanical modelling. *Materials Science and Engineering: A*, 517(1), 8-16.

[FAV11] Favier, V., & Atkinson, H. V. (2011). Micromechanical modelling of the elastic-viscoplastic response of metallic alloys under rapid compression in the semi-solid state. *Acta Materialia*, 59(3), 1271-1280.

[HAR02] Hartmann, D., Morjan, U., Nohn, B., Zimmer, M., Hoffmann, A., Braun, R. : Final Technical Report P 483/11/2000 / S 24/28/9, ISBN 3-934238-60-2, Verlag und Vertriebsgesellschaft mbH, Düsseldorf (2002).

[KAP93] Kapranos, P., Kirkwood, D.H., Sellars, C.M. : *Journal of Engineering Manufacture*, B1a, Vol. 207 (1993), 4, p. 1.

[KIU96] Kiuchi, M., Sugiyama, S., Arai, M. : *Journal of the JSTP* vol.37 no.430 (1996) p. 1219-1224.

[KOS99] Koesling, D., Tinius, H.C., Cremer, R., Hirt, G., Morjan, U., Nohn, B., Wittstamm, Th., Witulski, T. : Final Technical Report P 322/08/96/ S 24/23/95, ISBN 3 930621-92-4, Verlag und Vertriebsgesellschaft mbH, Düsseldorf (1999).

[ROU02] Rouff C., Contribution à la caractérisation et à la modélisation du comportement d'un acier à l'état semi-solide - Application au thixoforgeage, Thèse, Ensam de Metz, 2002.

Chapitre 1 : Mise en forme des métaux à l'état semi-solide : Aspects métallurgiques et rhéologiques

1.1. Introduction

En 1972, Spencer [SPE72] découvre qu'un brassage mécanique appliqué à un matériau au cours de la solidification produit une structure globulaire de la phase solide. Cette morphologie présente un comportement rhéofluidifiant et thixotrope. Cette découverte a été le point de départ de nombreux travaux de recherche visant à tirer profit de ces propriétés rhéologiques pour faciliter la mise en forme selon une classe de procédés de mise en forme à l'état semi-solide, parmi lesquels le procédé du thixoforgeage, la thématique principale de ce travail.

Ce chapitre dresse une synthèse des connaissances accumulées et des notions nécessaires à la bonne compréhension de l'écoulement de la matière à l'état semi-solide. La capacité de mise en forme des pièces à l'état semi-solide dépend, en effet, de la maîtrise du comportement : sensibilité à la vitesse de déformation, sensibilité à la température, et effet de l'évolution de la microstructure.

Dans un premier temps, nous définissons les différents types de procédés de mise en forme à l'état semi-solide. Nous abordons dans un deuxième temps les questions de la microstructure des alliages à l'état semi-solide, de la structure favorable au thixoforgeage et des paramètres qui influent l'état semi-solide. Nous discutons, ensuite, le comportement rhéologique des semi-solides, avant d'évoquer, à la fin du chapitre, la problématique de fissuration à chaud et des critères de prédiction des défauts.

Un état de l'art concernant la modélisation du comportement des alliages métalliques à l'état semi-solide sera abordé dans le chapitre 4 dédié à la modélisation du comportement de ces systèmes.

1.2. Procédés de mise en forme à l'état semi-solide

Dans l'industrie, la mise en forme à l'état semi-solide est développée principalement sur les alliages à bas point de fusion (alliages d'aluminium et de magnésium). Le développement de nouvelles applications compatibles avec des matériaux à haut point de fusion (comme l'acier) fait l'objet de nombreux travaux de recherche [RAS10]. Pour obtenir un semi-solide avec une fraction de liquide définie, il est possible, soit de chauffer le matériau jusqu'à sa fusion

partielle, soit de refroidir partiellement un métal fondu. En se basant sur le critère du chemin thermique, les procédés de mise en forme à l'état semi-solide peuvent être subdivisés en deux familles : les procédés de rhéoformage (solidification partielle) et les procédés de thixoformage (fusion partielle) [FLE76, FLE91, SUE02]. Un autre point important caractérisant les procédés de mise en forme à l'état semi-solide est la fraction de liquide correspondant au rapport entre le volume de la phase liquide et le volume total du matériau.

1.2.1. Les procédés de rhéoformage

Pour les procédés de rhéoformage, le matériau à l'état semi-solide est obtenu à partir d'une solidification partielle du métal fondu. Les procédés de rhéoformage sont les procédés les plus anciens et leur intérêt principal tient à ce qu'ils offrent la possibilité de réaliser des pièces à géométries fines et complexes. Afin de limiter les effets néfastes de la structure dendritique sur l'écoulement de la matière et de privilégier une structure globulaire pour la mise en forme, des procédés d'améliorations ont été apportées au système de mise en forme (figure 1.1). Dans la littérature, ils sont par exemple représentés par les systèmes de brassage mécanique et électromagnétique [KAP93, KAN02], et par d'autres traitements tels que la décharge électrique ou les ultrasons qui permettent d'obtenir une morphologie globulaire.

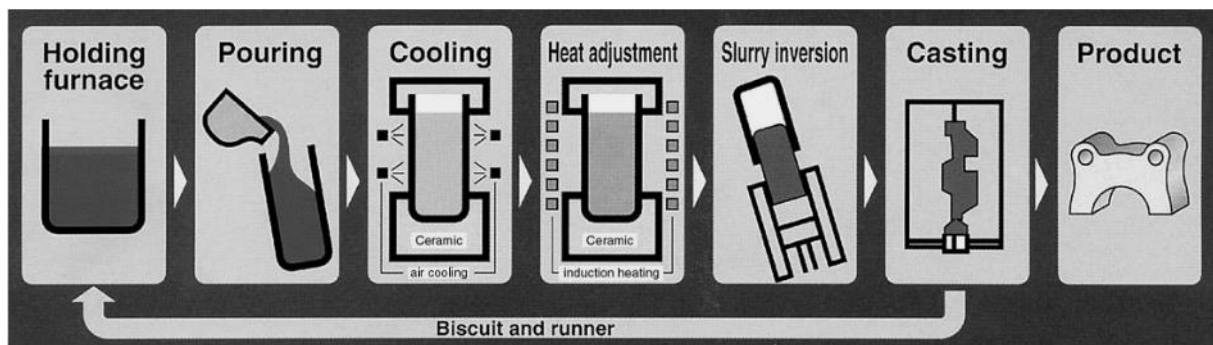


Fig. 1.1 – Schéma descriptif d'un procédé de rhéomoulage [KAU00]

En plus des avantages techniques et économiques (réalisation des pièces à géométries fines et complexes avec un chemin de fabrication fortement raccourci), les procédés de rhéoformage offrent des propriétés mécaniques particulièrement bonnes : haute résistance, bonne qualité de surface, bonne précision dimensionnelle et un faible taux de porosité [KAU00]. La figure 1.2 présente des pièces automobiles en aluminium fabriqués en rhéomoulage sous pression par HKPC industrie (Hong Kong Productivity Council).

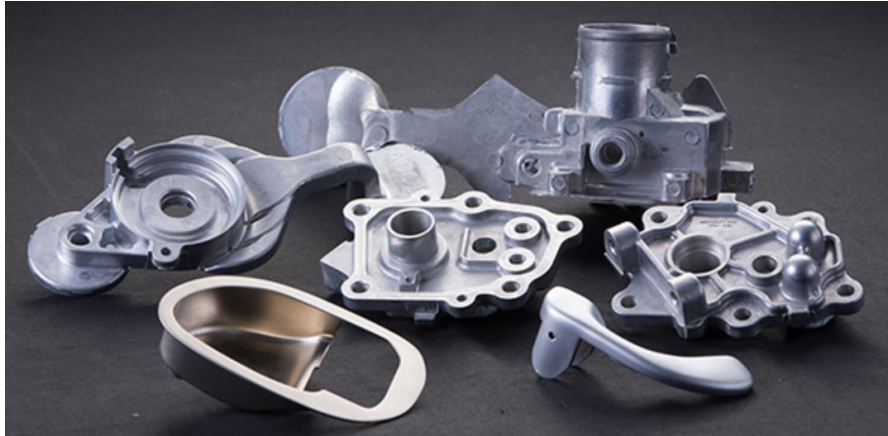


Fig. 1.2 – Composants automobiles fabriqués en rhéomoulage sous pression (HKPC industrie)

1.2.2. Les procédés de thixoformage

Les procédés de thixoformage rassemblent les procédés pour lesquels le matériau à l'état semi-solide est obtenu à partir d'une fusion partielle de l'état solide. Comparé au rhéoformage, leurs avantages tiennent à une manipulation de la matière plus aisée et à la plus grande simplicité et accessibilité des moyens de chauffage du matériau. La majorité de ces procédés s'est inspirée des procédés classiques de mise en forme comme le forgeage et le filage. L'opération de mise en forme s'effectue dans des conditions de faibles fractions de liquide (<0.2). La figure 1.3 illustre les différents types de procédés de thixoformage.

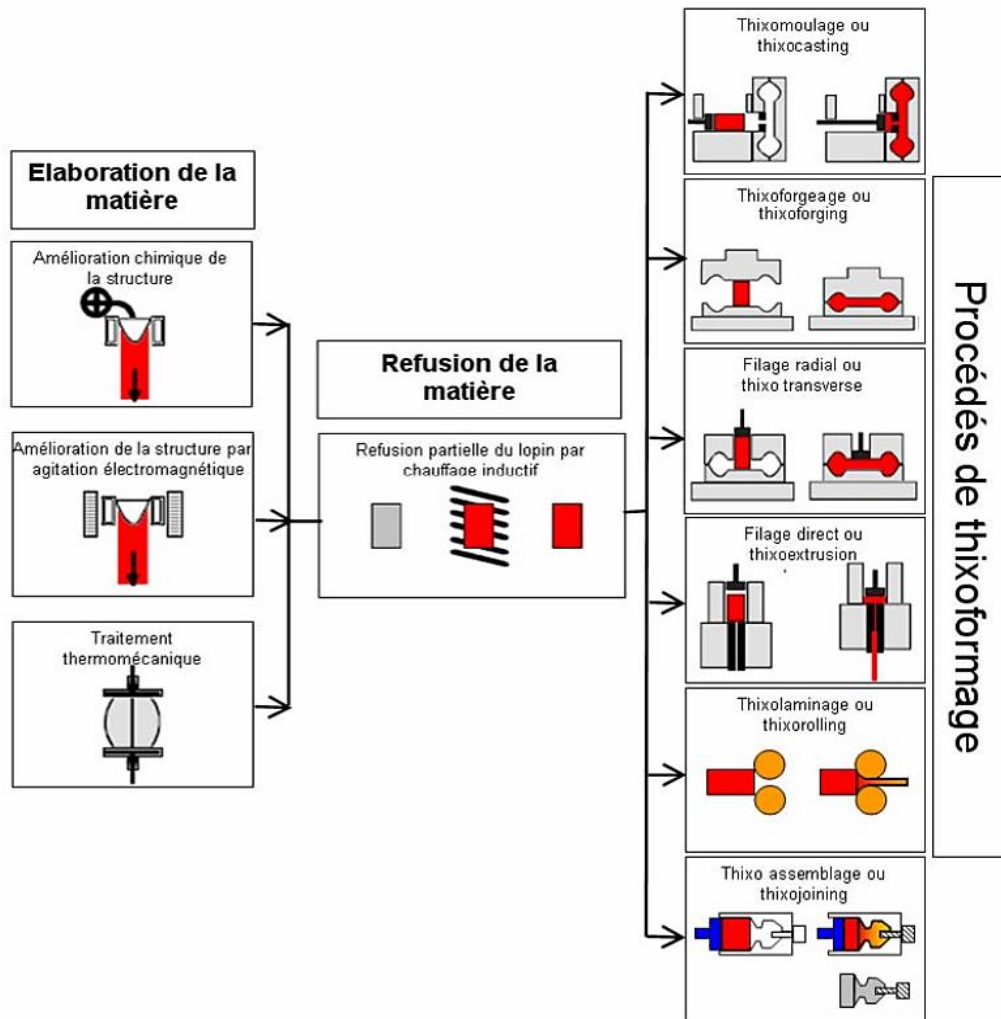


Fig. 1.3 – Représentation des différents procédés de thixoformage [IBF07]

La figure 1.4 montre quelques pièces automobiles fabriquées en thixoformage [IBF07].



Fig. 1.4 – Composants automobiles fabriqués en thixoformage [IBF07]

Le thixoforgeage se distingue par une fermeture totale des matrices pendant la mise en forme et par l'existence d'une matrice (supérieure ou inférieure) qui transmet l'énergie nécessaire à

la mise en forme. Les principaux avantages du thixoforgeage (comparé à un forgeage classique) résident dans sa capacité à fabriquer des pièces à géométrie complexe avec une économie d'étapes de mise en forme et de reprises d'usine (Near Net Shape). L'effort de mise en forme est, par ailleurs, moins important [FAN02, KIR94].

1.2.3. Le thixoforgeage des aciers

Dans le cadre de cette thèse, on s'intéresse au thixoforgeage des aciers. La température de mise en forme est de l'ordre de 1400°. La figure 1.5 synthétise différents procédés de mise en forme semi-solide en fonction de la température pour un acier (C38) [CEZ06].

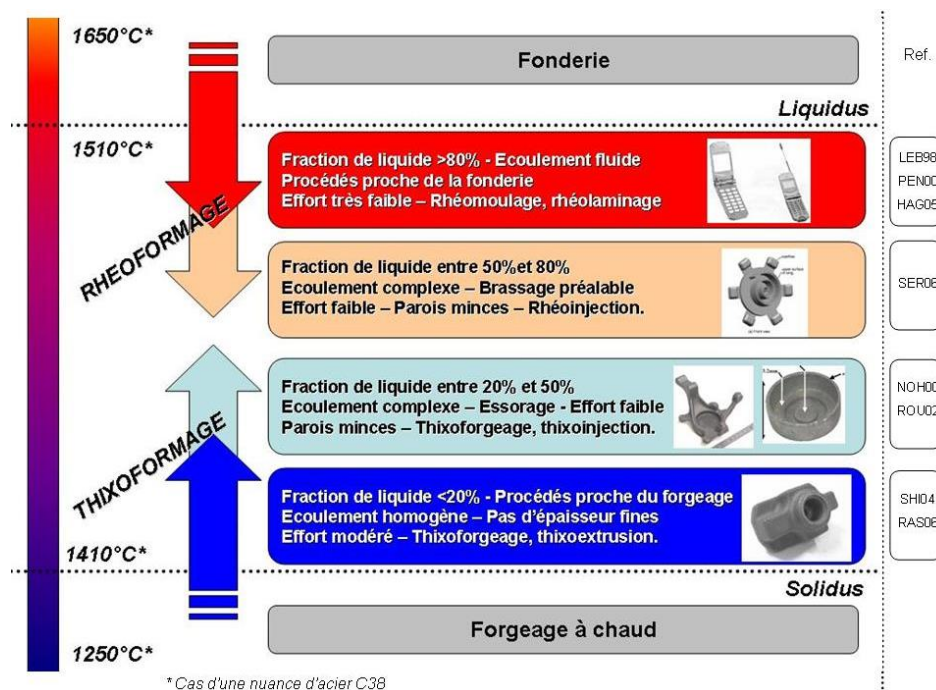


Fig. 1.5 – Synthèse des différents procédés de mise en forme semi-solide pour un acier (C38) en fonction des différents modes d'obtention, de la température, de la fraction de liquide, du type de géométrie, etc... [CEZ06]

L'industrialisation du thixoforgeage des aciers a fait l'objet de plusieurs travaux de recherche [HIR06] (tableau 1.1).

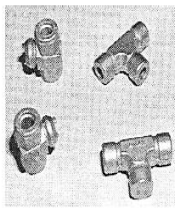
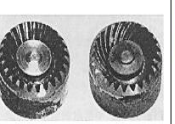
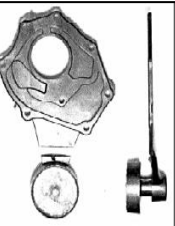
						
Year	1992	1992	1996	2003	2003	2004
Process	Thixoforging	Thixoforging	Thixoforging	Thixoforging	Thixoforging	Thixoforging
Weight	< 200 g	~ 1.3 kg	137 g	~ 630 g	-	3.5 kg
Alloy	X105CrMo17 ¹ , X5CrNi18-10 ²	HS6-5-2 ³ , CoCr28MoNi ⁴	FC-10/20/30, FCD-45 (Cast iron)	C38, C60, C80, HS6-5-3 ⁶	FCD450-10 (Cast iron)	49MnVS3, 70MnVS5

Tableau. 1.1 – Exemples de pièces en acier thixoforgées [HIR06]

L'intérêt du thixoforgeage des aciers réside dans la possibilité d'alléger les pièces mécaniques avec de bonnes propriétés mécaniques des produits par rapport à leur équivalent moulé. La figure 1.6 illustre le gain de poids entre un mécanisme piston+axe en aluminium et en acier thixoforgé. Il apparaît que la masse de ce mécanisme est bien plus faible pour un acier thixoforgé que pour un alliage d'aluminium (respectivement 681 g et 810 g).

 Alliage d'aluminium  Acier Thixoforgé	Propriétés du piston	Piston acier	Piston aluminium
	Hauteur de compression (mm)	35	46
	Diamètre de l'axe (mm)	20	29
	Poids du piston (g)	567	540
	Poids du piston + poids de l'axe (g)	681	810

Fig. 1.6 Allègement de la masse des pistons pour un moteur diesel en acier thixoforgé [fournis par LCFC : un travail en collaboration avec Jacqueline Lecomte-Beckers]

Par rapport au rhéofmage, les avantages du thixoforgeage sont :

1. l'obtention d'une structure globulaire sans avoir recours à des procédés de brassage (voir section 1.3.1),
2. la manipulation de lopin sans avoir besoin de moule grâce aux fractions de solide plus élevées,
3. des températures plus faibles, ce qui réduit l'usure des outils.

Dans le cas des aciers, les fractions de liquide visées sont inférieures à 20% pour éviter des séparations de phase liquide-solide trop importantes [BEC10]. Il faut noter qu'on s'écarte de la fenêtre de fraction liquide classiquement définies en thixoformage comprise entre 30 et 50 % dans le cas des alliages à bas point de fusion [ZAH16]. Les inconvénients du thixoforgeage par rapport au rhéoformage sont la difficulté de connaître la relation fraction de liquide – température aux faibles fractions [GU13] et la présence de séparation de phases entre liquide et solide dans les zones « trop » riches en liquide [BEC10]. Pour l'industrialisation du procédé, la difficulté principale réside dans la maîtrise de la température et les phénomènes physiques qui interviennent lors de la mise en forme, ce qui fait que l'optimisation des paramètres procédés est encore difficile. On peut noter aussi la présence de différents types de défauts observés sur des pièces en aciers thixoforgés sous différentes conditions opératoires (température de lopin, température d'outillage et température ambiante) [GU13] (Figures 1.7 et 1.8). En fonction des conditions de mise en forme des phénomènes d'hétérogénéisation de l'écoulement peuvent être observés conduisant à manque de remplissage ou à l'éjection de liquide ainsi qu'à l'apparition des fissures.

Afin de mieux maîtriser et d'optimiser le procédé en termes de vitesse de mise en forme, températures des outils et du lopin, éviter des écoulements hétérogènes à l'échelle macroscopique et la présence de défauts, il faut notamment mieux cerner les mécanismes de déformation et de dégradation du comportement thermomécanique des aciers à l'état semi-solide.

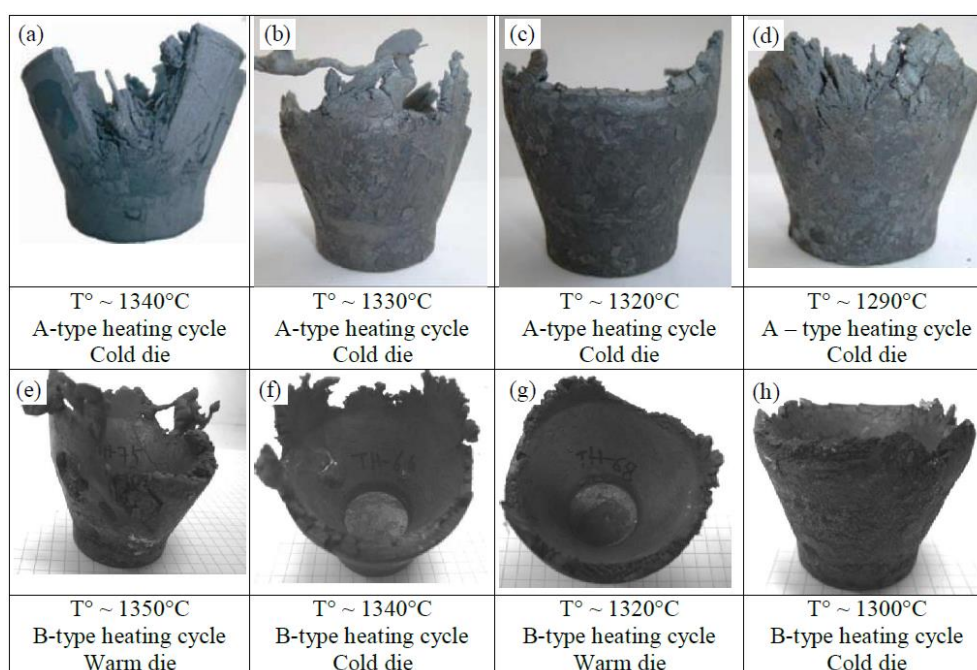


Fig. 1.7 Pièces thixoforgées sous différentes conditions opératoires [GU13]

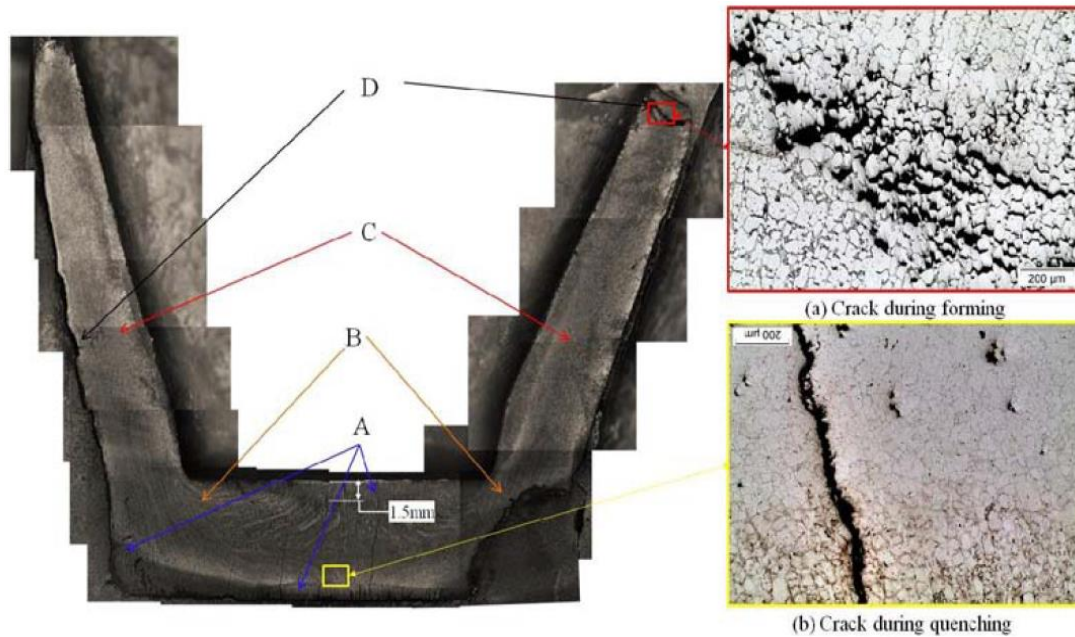


Fig. 1.8 Défauts internes dans les pièces thixoforgées [GU13]

1.3. Microstructure des matériaux à l'état semi-solide

À l'état semi-solide, le matériau est constitué d'une phase liquide et d'une phase solide, son comportement rhéologique est déterminé par les caractéristiques mécaniques, morphologiques et dimensionnelles de ces deux phases. La morphologie de la microstructure semi-solide dépend de la voie thermique suivie pour atteindre l'état semi-solide (en l'occurrence, ici, la solidification partielle ou la refusion partielle), ainsi que d'autres paramètres liés à la composition chimique du matériau et à sa méthode d'élaboration.

1.3.1. Obtention de l'état semi-solide par solidification partielle

À partir de l'état complètement liquide, la solidification débute par une étape de germination des particules solides dans les zones en contact avec la paroi à travers laquelle s'effectue l'extraction de la chaleur. La croissance ultérieure peut donner lieu à deux types, fondamentaux, de microstructure [SUE02] :

- une phase solide avec une morphologie de type colonnaire, dans le cas où la croissance s'effectue continûment à partir du solide déjà formé
- une phase solide avec une morphologie de type équiaxe, dans le cas où de nouveaux cristaux germent de façon répétée, puis croissent au sein du liquide surfondu en avant du front.

Dans les deux cas, les phénomènes de rejet de la chaleur et/ou de soluté associés à la croissance, sont susceptibles de générer une instabilité de forme du front et le développement d'une morphologie de type dendritique [SUE02].

La structure dendritique obtenue en solidification peut être plus au moins fine en fonction de la vitesse de refroidissement adoptée. Plus le refroidissement est rapide, plus la structure est fine (car le nombre de germes augmente) [LES86, ROU02]. Les conditions de refroidissement influencent également la morphologie de la structure dendritique. Un gradient généré par un flux de chaleur unidirectionnel favorise la formation d'une structure colonnaire, tandis que la convection dans le liquide favorise une solidification équiaxe (figure 1.9).

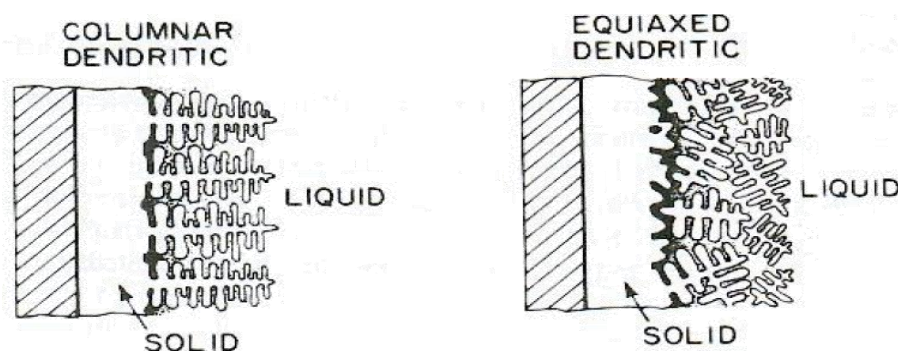


Fig. 1.9 – structures dendritique colonnaire et dendritique équiaxe [FLE91]

À l'issue d'une étape de solidification partielle, le mélange solide-liquide comporte une fraction de solide qui dépend principalement de la température finale atteinte. Le degré de ramification du solide, sa connectivité, et la taille du grain, dépendent des conditions de solidification (thermiques, brassage, addition d'un affinant, etc...). L'évolution ultérieure de la microstructure dépend, elle, du temps de maintien, ainsi que des contraintes mécaniques exercées [SUE02].

Pour les opérations de mise en forme à l'état semi-solide, l'état microstructural observé lors de la solidification (structure dendritique) favorise l'apparition de plusieurs défauts (porosité, ségrégation de liquide, etc...) et influence également l'écoulement de la matière. Il est donc préférable de travailler avec des structures non dendritiques (appelées aussi globulaires ou thixotropes) [KIR94]. L'appellation « globulaire » ou « dendritique » découle de la morphologie de la phase solide. La figure 1.10 représente des micrographies des microstructures dendritiques et globulaires.

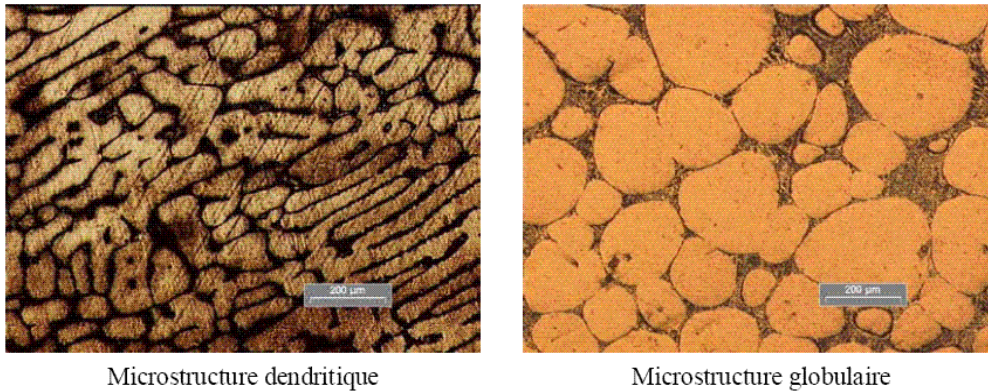


Fig. 1.10 – Structure primaire dendritique et globulaire observées sur un alliage Sn-15% Pb [ROU03]

Afin d'obtenir des états de microstructure compatible avec les conditions de mise en forme à l'état semi-solide, des opérations supplémentaires ont été mises en place lors de la solidification du matériau. En effet, sous l'action d'un cisaillement (agitation du matériau par brassage, malaxage [KAP93, KAN02]), la structure dendritique se transforme en structure globulaire. La figure 1.11 illustre l'influence du cisaillement sur la morphologie des dendrites en solidification.

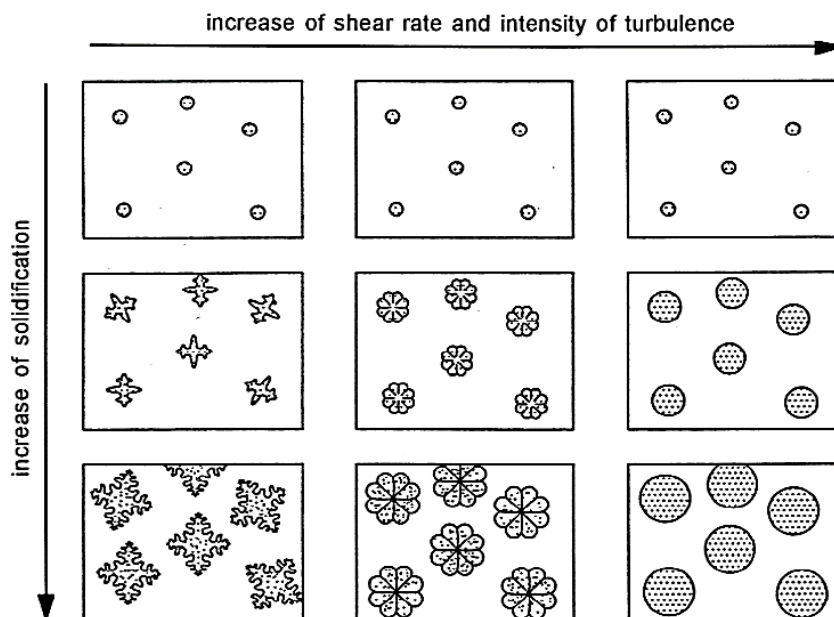


Fig. 1.11 – Schémas de principe de l'influence de cisaillement sur l'évolution de la morphologie des dendrites en morphologie rosette, puis sphérique en solidification [FLE91, FAN02]

1.3.2. Obtention de l'état semi-solide par refusion partielle

L'état semi-solide peut être également atteint en procédant à une refusion partielle à partir de l'état solide. Après une solidification totale de la matière intervenue lors du processus

d'élaboration première, suivie éventuellement d'un travail mécanique, le matériau subit une refusion partielle jusqu'à l'état semi-solide. En refusion partielle, à l'état semi-solide, la morphologie de la phase solide se présente sous la forme d'une structure globulaire, même si la structure de base issue de l'élaboration de la matière, est dendritique.

Les lieux d'apparition du liquide et l'évolution de la microstructure en refusion dépendent de la structure initiale du matériau qui résulte du processus d'élaboration (issue de la solidification ou travaillé sur le plan thermomécanique). La figure 1.12 illustre la dépendance de l'évolution de la microstructure à l'histoire thermomécanique du matériau. Les micrographies montrent les microstructures obtenues après refusion partielle puis trempe pour l'alliage d'aluminium A356 soit extrudé, soit laminé avant la refusion partielle. Les résultats montrent que pour le matériau laminé les particules solides sont pratiquement sphériques et homogènes en taille tandis que dans l'échantillon extrudé, ils sont plutôt allongés, parallèles à la direction d'extrusion et de tailles très inégales.

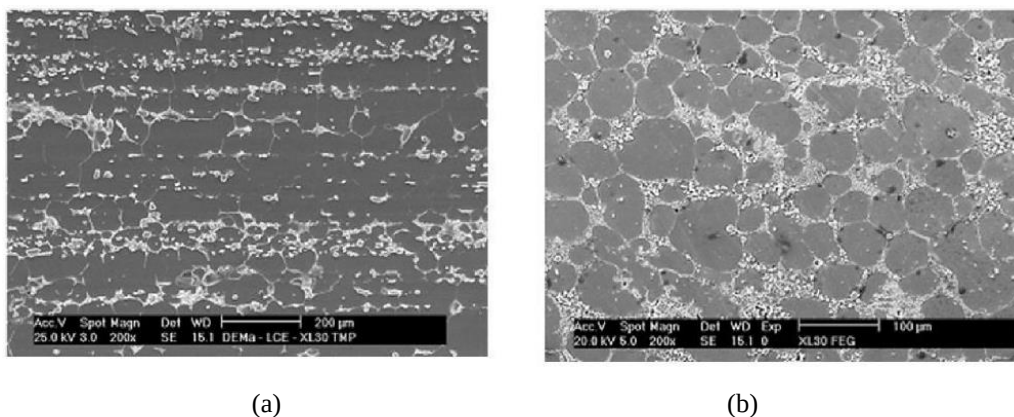


Fig. 1.12 – Microstructure de l'A356 à 575°C après maintien isotherme pendant 2 min. (a) échantillon extrudé ; (b) échantillon laminé [FLE91]

Concernant la répartition spatiale de la phase liquide durant la refusion, le liquide apparaît essentiellement entre les globules solides, au niveau des joints triples, tandis qu'une faible quantité se trouve à l'intérieur des globules, sous la forme de liquide piégé dans le globule solide (figure 1.13). Le liquide intergranulaire peut s'écouler librement s'il est en quantité suffisante.

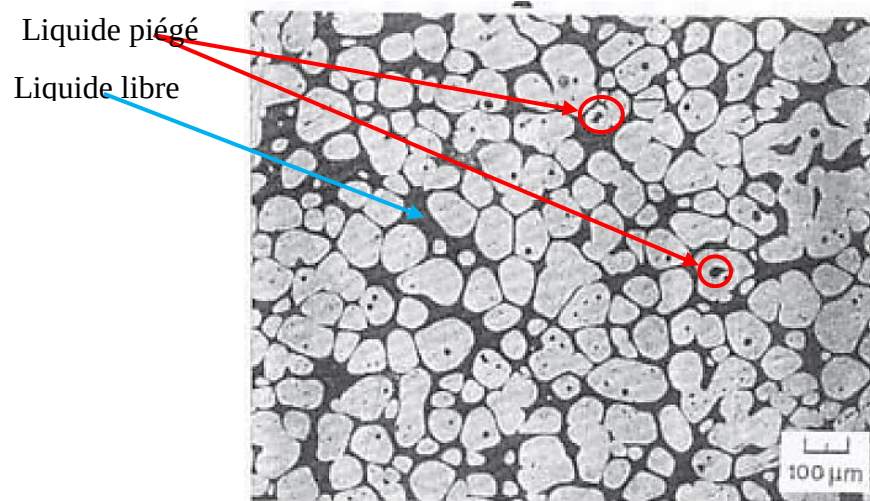


Fig. 1.13 – Micrographie d'un alliage Al-Si trempé à 584°C [NGU91]

Dans un processus de mise en forme à l'état semi-solide, il est important de minimiser le temps de chauffage et de maintien pour des raisons évidentes de coût, mais aussi pour prévenir un grossissement des grains qui serait néfaste sur les propriétés des pièces finales. Il est également essentiel, ici, de mentionner que le liquide piégé ne participe pas à l'écoulement du semi-solide, et que sa présence n'a pas d'effet sur la viscosité du matériau [SUE02].

Pour résumer, en situation de refusion partielle, la microstructure du matériau se présente sous la forme d'un réseau de globules solides connecté et les paramètres qui influent l'évolution de la microstructure sont les suivants :

- les conditions initiales de solidification héritées de l'étape de l'élaboration de la matière. En effet, dans les zones les plus ségréguées, la refusion débute à un niveau inférieur à la température de solidus d'équilibre, ce qui influence la distribution de la phase liquide [SUE02].
- les traitements thermomécaniques subis (recuit, écrouissage mécanique, etc...)
- les conditions de réchauffage
- la température et le temps de maintien dans l'intervalle semi-solide

1.3.3. Paramètres microstructuraux à l'état semi-solide

Pour décrire le comportement et l'évolution de la microstructure du matériau, il faut décrire la répartition spatiale des deux phases constituant l'état semi-solide. Les paramètres utiles à la description de la phase solide sont respectivement, la fraction volumique, la taille des particules solides, leur morphologie, leur distribution spatiale, et la cohésion du squelette

solide. Concernant la phase liquide, il faut distinguer la fraction de liquide libre et la fraction de liquide piégée qui, elle, ne participe pas à la déformation.

Lors de la mise en forme, les paramètres essentiels à la description de l'écoulement de la matière sont la fraction de liquide et la cohésion de la phase solide.

1.3.3.1. Détermination de la fraction liquide

L'évolution de la fraction de liquide (en fonction de la température) dépend de la composition chimique du matériau et de son histoire thermomécanique. Expérimentalement, plusieurs techniques sont disponibles pour évaluer la fraction de liquide, soit directement, soit indirectement via l'influence qu'exerce l'apparition du liquide sur certaines propriétés physiques du matériau [TZI00]. Les méthodes expérimentales les plus connues pour quantifier la fraction de liquide en fonction de la température sont :

- l'analyse thermique comme la DSC (Differential Scanning Calorimetry)
- la métallographie quantitative sur des microstructures trempées depuis l'état semi-solide
- la microtomographie aux rayons X in situ ou sur des microstructures trempées
- le contrôle par ultrasons mesurant la vitesse de propagation des ondes au sein du matériau
- la mesure de la résistivité électrique ou de la perméabilité magnétique.

Des modèles thermodynamiques et cinétiques intégrant des aspects de diffusion des éléments chimiques sont également utilisés. On peut citer par exemple la règle des leviers, la loi de Scheil [SCH42], le modèle IDS (interdendritic solidification model) [MIE10] et le logiciel ThermoCalc [SUN96].

Les techniques d'analyse thermique DSC sont les plus utilisées mais les vitesses de chauffage accessibles sont très inférieures à celles atteintes en mise en forme. La figure 1.14 illustre l'évolution de la fraction de liquide déterminée par DSC en fonction de la température pour différents aciers. Il est évident, ici, que la sensibilité de la fraction de liquide à la variation de la température n'est pas la même pour tous les aciers et varie d'une nuance à l'autre.

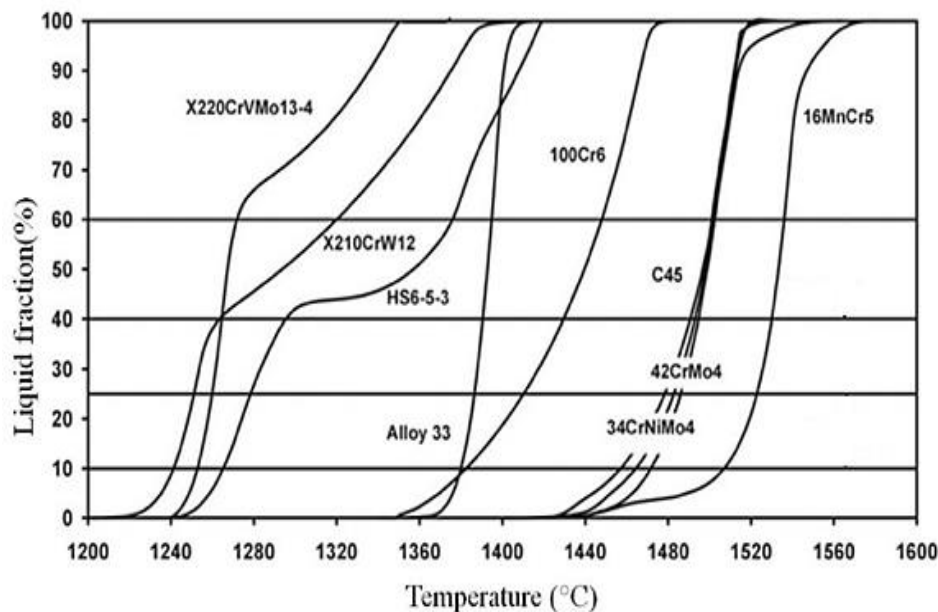


Fig. 1.14 – Courbes de fraction liquide en fonction de la température déterminée par DSC à une vitesse de chauffage de 10K/min pour différents aciers [PUT04]

Pour un même alliage, la relation fraction de liquide-température, déterminé par DSC, dépend également de la vitesse de chauffage ou de refroidissement. La figure 1.15 illustre l'évolution de la fraction de solide en fonction de la température pour un alliage Al6Si refroidi à partir de l'état liquide avec trois vitesses de refroidissement, respectivement 0.3°C/s, 1.1°C/s, 2.5°C/s. On constate que les courbes sont différentes et que l'intervalle de solidification augmente lorsque la vitesse de refroidissement augmente [NAF09].

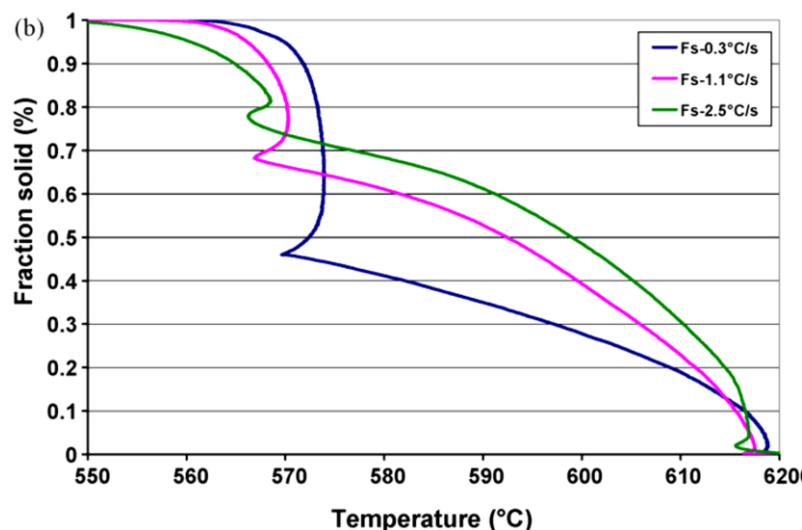


Fig. 1.15 – Evolution de la fraction de solide en fonction de la température pour un alliage Al6Si refroidi de l'état liquide à 0.3°C/s, 1.1°C/s, 2.5°C/s déterminée par analyse thermique [NAF09]

Zhang et al [ZHA16] ont également observé l'effet des vitesses de refroidissement et de chauffage sur un alliage eutectique binaire Al-Si (figure 1.16). On constate que, dans ce cas,

l'intervalle de solidification au contraire diminue avec la vitesse de chauffage et de refroidissement. On observe également que cet intervalle « au chauffage » est décalé vers les hautes températures par rapport à celui mesuré « au refroidissement ».

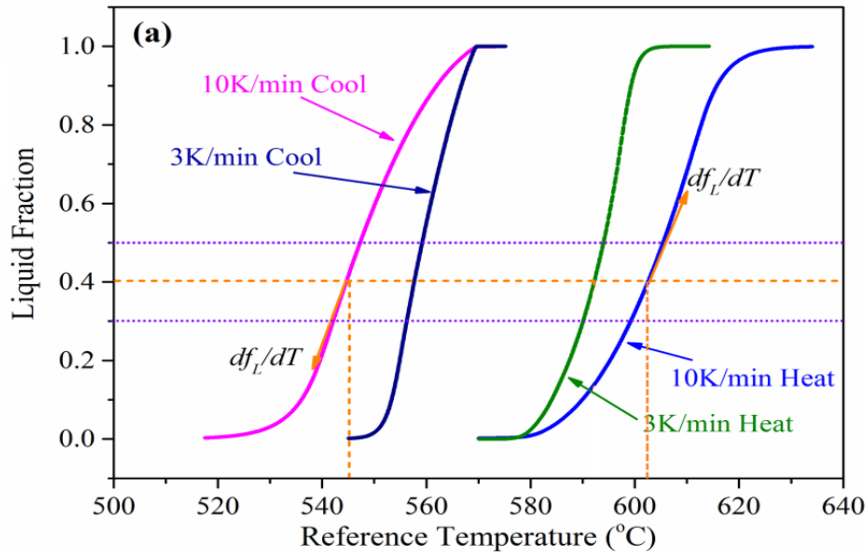


Fig. 1.16 – Evolution de la fraction de liquide en fonction de la température pour un alliage binaire eutectique Al-Si obtenue pour des vitesses de refroidissement de 3°C/min et 10°C/min et de vitesse de chauffage 3°C/min et 10°C/min

Les techniques de métallographie quantitative sur des microstructures trempées depuis l'état semi-solide surestiment la fraction de liquide présente à l'état semi-solide par rapport à celle déterminée par analyse thermique. La figure 1.17 illustre cet écart pour deux alliages d'aluminium Al7Si et A356 [NAF09].

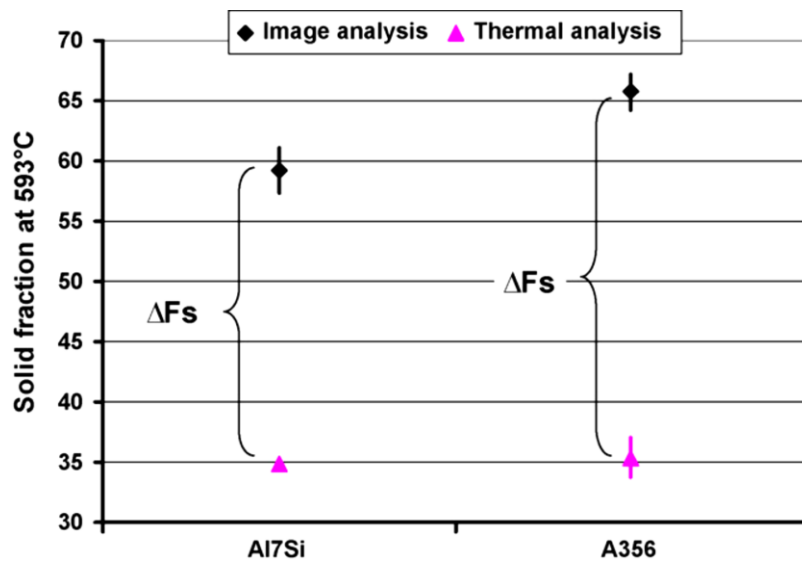


Fig. 1.17 – Fraction de solide à ~593°C mesurée par analyse thermique et analyse d'image pour deux alliages d'aluminium Al7Si et A356 : illustration des différences entre les deux mesures [NAF09]

Cet écart provient essentiellement du fait que la trempe n'est pas assez rapide pour figer la microstructure et la croissance de la phase primaire continue pendant la trempe [CHE96]. La figure 1.18 montre l'écart de la fraction liquide d'un alliage Al-Cu après refusion partielle mesurée par microtomographie rapide aux rayons X à l'état semi-solide (in situ) et après trempe [LUD04]. On constate que la fraction de liquide est nettement plus faible après trempe.

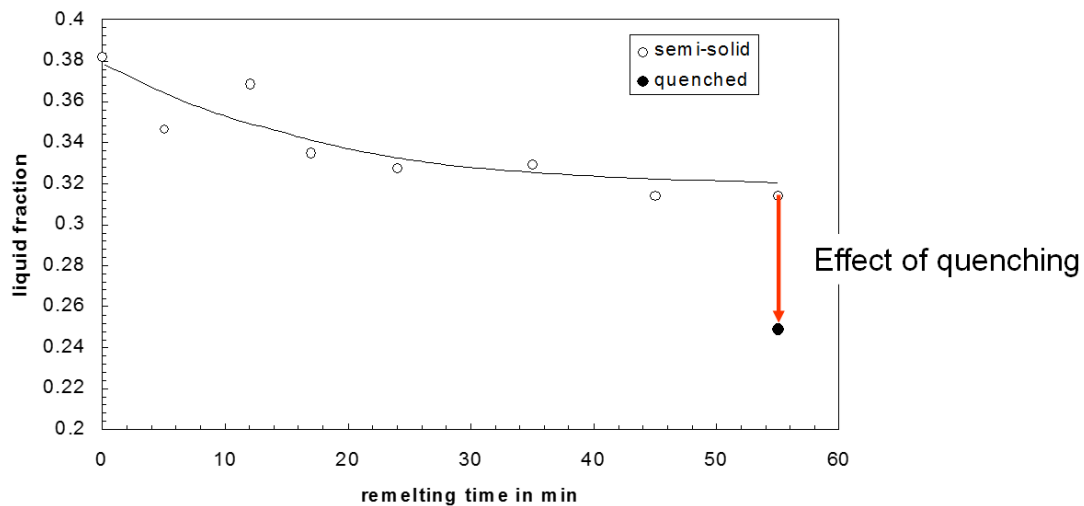


Fig. 1.18 Comparaison de la fraction de liquide obtenue par microtomographie rapide aux rayons X in situ (semi-solide) ou après trempe (quenched) pour un alliage Al-Cu après refusion partielle [LUD04]

La microtomographie aux rayons X peut être utilisée pour mesurer des fractions de liquide in situ avec des vitesses de chauffage rapide [GU13].

Pour les techniques de contrôle par ultrasons et par mesure de la résistivité électrique, on doit rappeler que celles-ci ne sont généralement pas utilisées car il n'existe pas de correspondance unique entre la caractéristique mesurée et la fraction liquide.

Concernant les modèles permettant de prédire l'évolution de la fraction de liquide avec la température, ils reposent sur la détermination de l'énergie libre de Gibbs de chaque phase essentiellement en fonction de sa composition chimique et de sa température. Au cours de la solidification, la phase qui se forme est la phase qui est thermodynamiquement la plus stable. Cette approche peut être couplée avec les lois de diffusion. Les hypothèses considérées sont différentes suivant le modèle utilisé :

- La règle des leviers suppose que le système est à l'équilibre thermodynamique
- La loi de Scheil considère que l'interface solide-liquide est à l'équilibre, qu'il n'y a pas de diffusion d'éléments chimiques dans la phase solide, que la composition

chimique dans la phase liquide est uniforme et que les densités des phases liquide et solide sont égales

- Le modèle IDS et en général les autres modèles thermodynamiques-cinétiques considèrent en plus des hypothèses de la loi de Scheil que la diffusion dans la phase solide est possible mais que la diffusion d'un élément est indépendante de la présence des autres éléments. Notons que les modèles de ce type prennent en compte la vitesse de refroidissement et considèrent que la phase initiale est la phase liquide. Ils ne peuvent donc pas directement être appliqués pour déterminer la relation fraction de liquide-température en refusion partielle.

En résumé, la relation fraction de liquide-température en refusion partielle reste aujourd'hui un problème ouvert d'autant qu'elle dépend de la vitesse de chauffage. Ce point sera à nouveau abordé au chapitre 2 dédié aux procédures expérimentales utilisées dans le cadre de cette thèse.

1.3.3.2. La cohésion du squelette solide

Le comportement des matériaux à l'état semi-solide est fortement induit par la morphologie de la phase solide et les phénomènes microstructuraux d'agglomération et de désagglomération du squelette solide [KAT91, MAC97]. Grâce à la technique de microtomographie aux rayons X, il est possible d'accéder au paramètre de cohésion du squelette solide à l'état semi-solide in situ lors du chauffage. La figure 1.19 représente une image 3D d'un alliage A356 refondu à 587°C, on constate que la phase solide est entièrement connectée alors que la phase liquide, entoure, en grande partie, les particules solides. La quantité de liquide intergranulaire contribue au glissement des particules solides lors de la mise en forme.

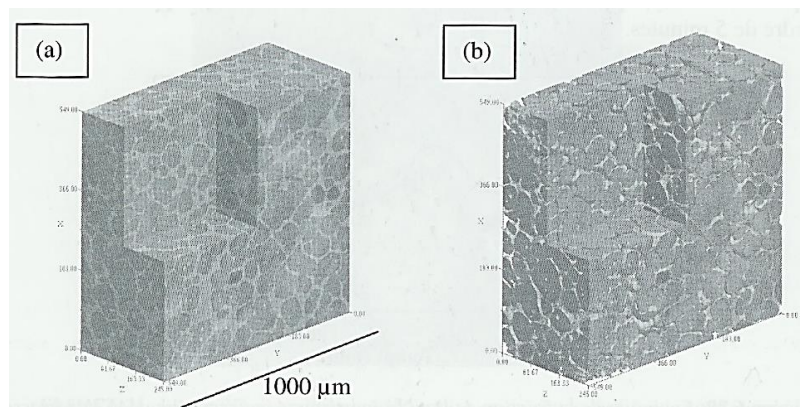


Fig. 1.19 – (a) Image 3D d'un alliage A356 obtenu par microtomographie, (b) même image sans la phase liquide [SUE02]

1.3.3.3. Le liquide emprisonné

À l'état semi-solide, une partie de la phase liquide est complètement enrobée dans les particules solides (liquide piégé). La microtomographie aux rayons X permet (figure 1.20), de représenter la distribution spatiale de la phase liquide pour un aluminium à l'état semi-solide in situ lors du chauffage. La quantité piégée de la phase liquide ne participe pas à l'écoulement tant qu'elle se trouve localisée dans le globule solide, et sa présence n'influence pas la viscosité du matériau. Au contraire, la quantité de liquide libre participe à l'écoulement et influence la viscosité du semi-solide.

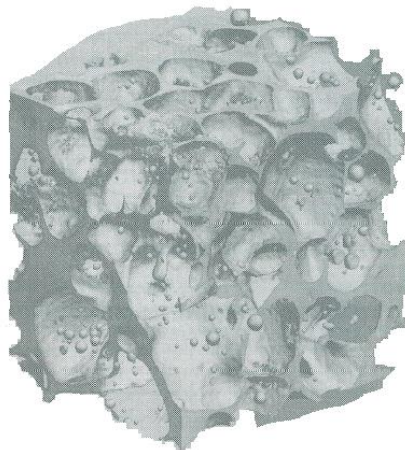


Fig. 1.20 – Visualisation 3D de la phase liquide d'un alliage A356 à l'état semi-solide: mise en évidence du liquide [SUE02]

1.4. Comportement des matériaux à l'état semi-solide

Le comportement des matériaux à l'état semi-solide dépend de celui des deux phases liquide et solide et de leurs interactions. En fonction de la fraction solide, on distingue deux types de comportement semi-solide :

- Type « liquide » pour les faibles taux de solide. Dans ce cas, le semi-solide est associé à une suspension de liquide contenant des agglomérats isolés de particules solides. Son comportement est classiquement caractérisé par une viscosité.
- Type « solide » pour les forts taux de solides. Dans ce cas, les phénomènes d'agglomération qui apparaissent entre les particules solides deviennent si importants que la phase solide forme un réseau tridimensionnel connecté. Dans cet état, le matériau se comporte plutôt comme un milieu poreux saturé de liquide [SUE02].

1.4.1. De l'état solide à l'état semi-solide

La figure 1.21 illustre l'évolution de la contrainte équivalente de von Mises en fonction de la déformation équivalente pour un alliage d'aluminium sollicité en cisaillement à l'état solide (à

chaud) et à l'état semi-solide (fraction de solide égale à 0.99). Le passage de l'état solide à l'état semi-solide se traduit par une chute de la contrainte au plateau viscoplastique ainsi que par une augmentation de la déformation nécessaire pour atteindre ce plateau. Ainsi, pour des conditions de vitesse similaire, à l'état solide, une déformation de l'ordre de 1% suffit à atteindre le régime viscoplastique stationnaire, alors qu'une déformation de 10 à 20% est nécessaire pour qu'il en soit ainsi à l'état semi-solide. À l'inverse, à l'état solide, le niveau de contrainte est deux fois plus élevé qu'à l'état semi-solide (avec une fraction solide élevée de l'ordre de 0.9).

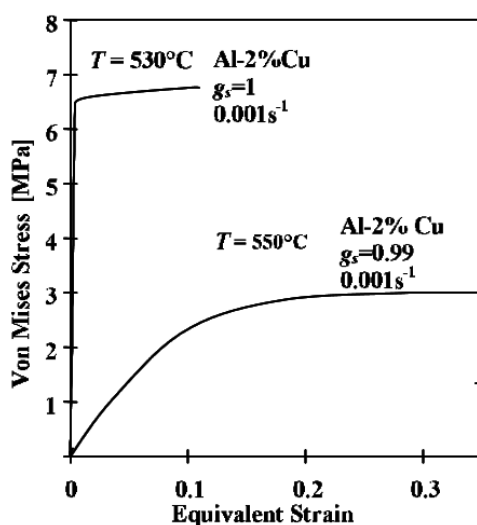


Fig. 1.21 – L'évolution de la contrainte équivalente en fonction de la déformation équivalente pour un alliage Al-2Cu testé en cisaillement à l'état solide et à l'état semi-solide [LUD05]

1.4.2. Caractérisation expérimentale du comportement des semi-solides pour des applications en mise en forme

1.4.2.1. Pour des fractions de solide inférieures à ~0.5

Pour des fractions de solides inférieures à ~0.5, le semi-solide se présente comme une suspension de liquide contenant des agglomérats isolés de particules solides. Pour caractériser le comportement dans cet état, le rhéomètre de Couette a été utilisé fréquemment dès les premiers travaux relatifs aux alliages à l'état semi-solide [SPE72]. Le principe de l'essai consiste à cisailer le métal entre deux cylindres concentriques, le cylindre intérieur étant fixe et l'autre entraîne une rotation à vitesse constante.

Ces essais ont permis de révéler deux propriétés rhéologiques: la thixotropie et le caractère rhéofluidifiant [SUE02, FAN02]. La thixotropie se définit comme la dépendance de la viscosité à l'égard du temps (figure 1.22 (a)) pour une même vitesse de déformation. Le caractère rhéofluidifiant se définit, lui, comme la dépendance de la viscosité à l'égard de la vitesse de déformation comme l'illustre la figure (figure 1.22 (b)). Plus précisément, il

caractérise le fait que la viscosité à l'état stationnaire décroît lorsque la vitesse de déformation augmente.

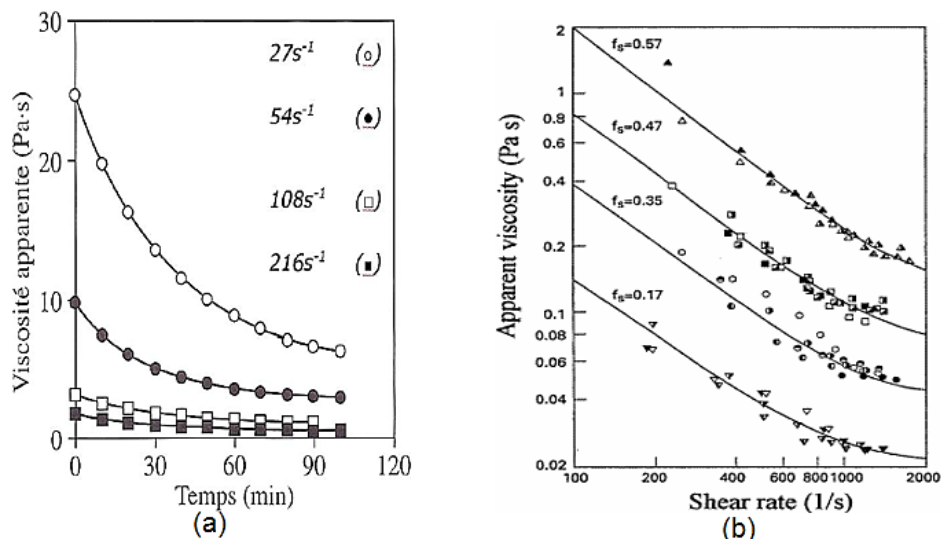


Fig. 1.22 – (a) Viscosité apparente en fonction du temps de cisaillement isotherme pour un alliage AS7G03 à 590°C pour des vitesses de cisaillement différentes [SUE02]; (b) Viscosité apparente d'un alliage Sn-15%Pb en fonction de la vitesse de cisaillement pour différentes fractions de solide f_s [FAN02]

1.4.2.2. Essai de compression

Pour des fractions de solide supérieure à 0.5, la réalisation des essais rhéométriques n'est plus possible. Des essais de compression rapide ont souvent été utilisés pour caractériser le comportement du matériau dans des conditions similaires à celles du thixoformage. En effet, le taux de compression est du même ordre de grandeur que dans le processus industriel et ce type d'essai permet d'étudier le comportement en régime transitoire. L'essai de compression le plus utilisé pour la caractérisation à l'état semi-solide consiste à écraser un lopin partiellement fondu entre deux plateaux. La figure 1.23 représente des courbes contrainte-déformation obtenues avec des essais de compression sur un alliage AZ91 pour différentes températures (et différentes fractions de solides) [GEB99]. Les résultats montrent que pour des fortes fractions de solides, la contrainte augmente jusqu'à un maximum puis décroît rapidement mettant en évidence la décohésion du squelette solide et la rupture du matériau. Au contraire, pour des faibles fractions de solide (à partir de 560°C), la contrainte augmente puis demeure relativement constante pour des niveaux de déformations importants.

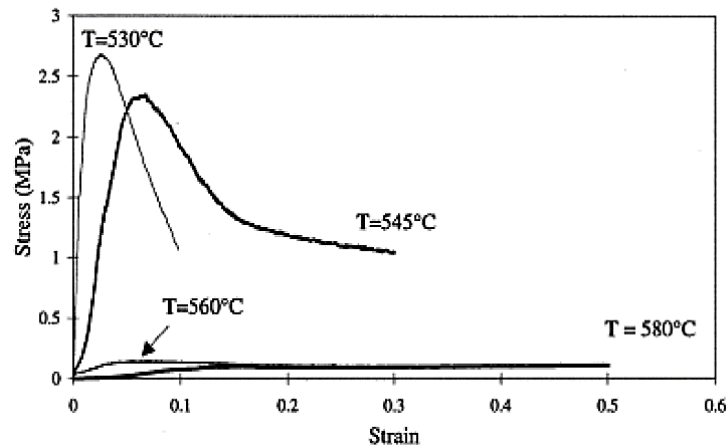


Fig. 1.23 – Evolution de la contrainte en fonction de la déformation pour des essais de compression à différentes températures sur un alliage AZ91 [GEB99]

L'effet de la morphologie de la phase solide sur le comportement en compression a été étudié par Suéry et Flemings [SUE82]. La figure 1.24 représente l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour des essais de compression à l'état semi-solide avec des structures dendritiques (ordinaire et fine) et autre globulaire pour une fraction de solide égale à 0.63. Les résultats montrent que pour la même déformation le niveau de la contrainte dans le cas des structures dendritiques est largement plus important que pour les structures dendritiques fines et les structures globulaires.

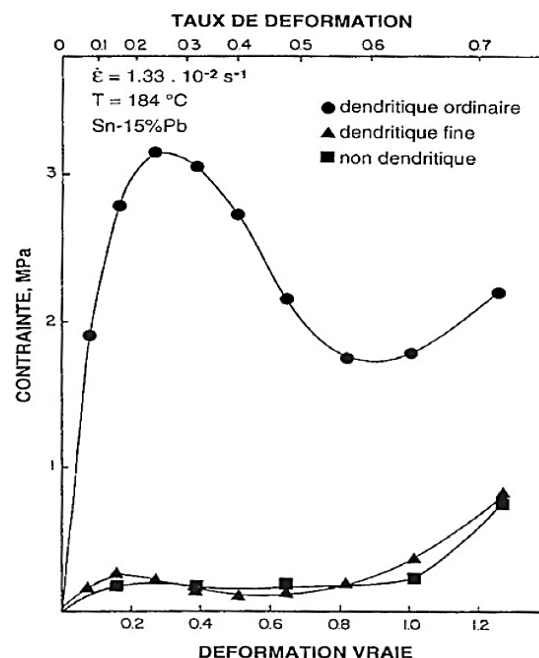


Fig. 1.24 – Evolution de contrainte en fonction de la déformation pour des microstructures dendritiques et globulaires d'un alliage Sn-15%Pb au cours d'essais de compression uniaxiale (fraction de solide égale à 0.63) [SUE82]

Pinsky et al [PIN84] se sont intéressés à l'effet du frottement entre l'éprouvette et les plateaux d'écrasement sur le comportement, lors d'un essai de compression. Les résultats ont montré que lorsque le frottement est élevé, la contrainte ne cesse de croître avec la déformation. Alors que, pour un frottement faible, la chute de la contrainte, après avoir atteint la contrainte maximale, est rapide (figure 1.25).

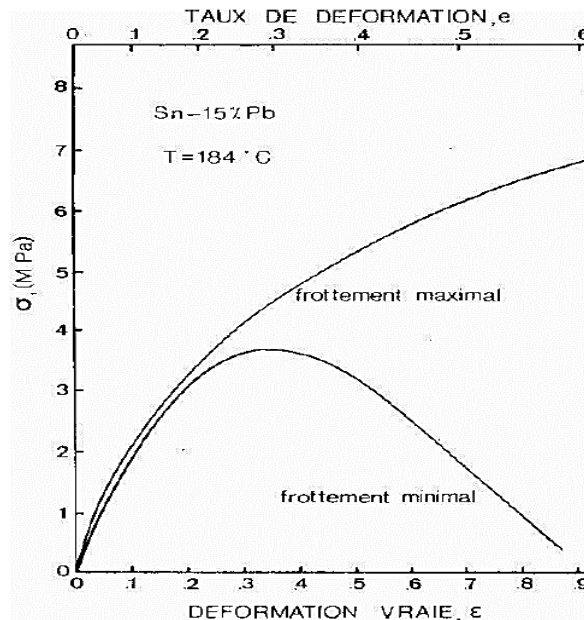


Fig. 1.25 – Effet du frottement sur l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour un essai de compression d'un alliage Sn-Pb semi-solide [PIN84]

La compression drainée a été aussi utilisée pour la caractérisation du comportement du matériau à l'état semi-solide. L'essai consiste à placer le matériau semi-solide dans un container et à le comprimer à l'aide d'un piston équipé d'une grille permettant au liquide de s'écouler librement vers l'extérieur de la structure en densifiant le solide. Il permet de caractériser la compressibilité de la phase solide et de déterminer le comportement de la phase solide à la densification après l'expulsion du liquide. La figure 1.26 montre l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation axiale (figure 1.26(a)) et de la fraction de solide (figure 1.26(b)) pour des essais de compression s'appuyant sur deux vitesses de déplacement données et pour une fraction de solide initiale égale à 0.8 [GIR10]. Les résultats montrent que la contrainte augmente en fonction de la déformation et de la fraction de solide. L'effet de la vitesse souligne le caractère viscoplastique de l'état semi-solide.

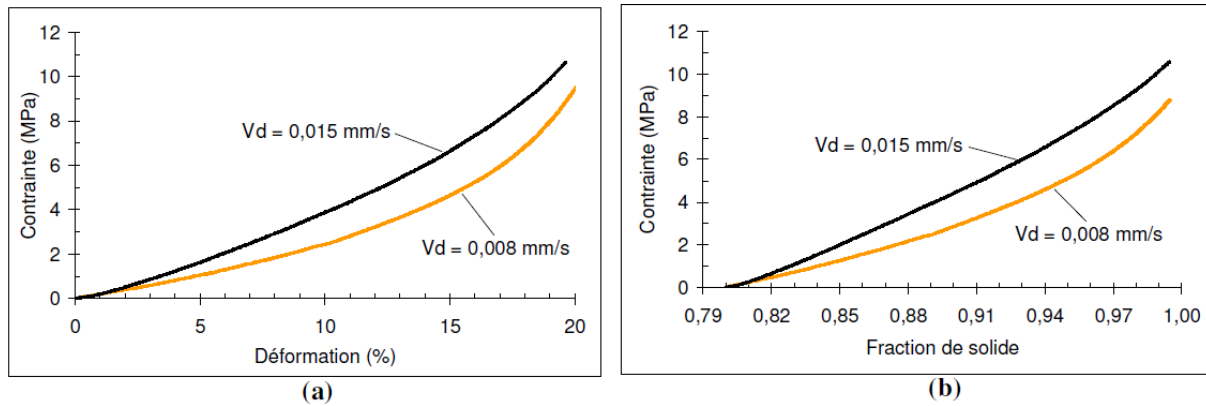


Fig. 1.26 – Evolution de la contrainte de Von Mises en fonction de la déformation (a) et de la fraction de solide (b) lors d'une compression drainée réalisée sur l'alliage 6061 avec deux vitesses de déplacement différentes (V_d) [GIR10]

L'effet de la fraction de solide initiale sur l'évolution de la contrainte en fonction de la fraction solide a aussi été étudié par Giraud et al [GIR10] (figure 1.27). Les résultats montrent que plus la fraction solide initiale est élevée, plus l'augmentation initiale de la contrainte en fonction de la fraction solide est importante. Ce résultat est expliqué par une connexion des particules solides plus importante. A la fin de l'essai, lorsque la totalité de liquide est éjecté, les courbes convergent.

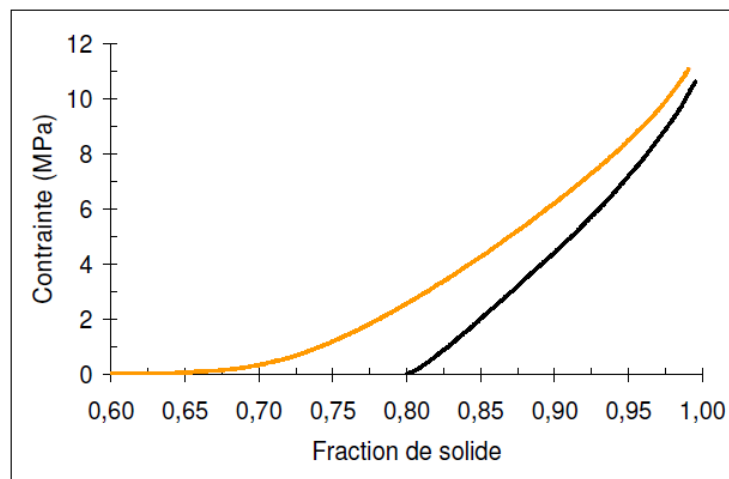


Fig. 1.27 – Evolution de la contrainte de Von Mises en fonction de la fraction de solide lors d'un essai de compression drainée sur l'alliage 6061 avec une vitesse de déplacement de 0.015 mm/s et une fraction de solide initiale de 0.6 et de 0.8 [GIR10]

L'effet de la taille de grain sur la pression, nécessaire pour éjecter le liquide (pression de filtration), a été étudié par Nguyen [NGU91]. La figure 1.28 met en évidence l'influence de la taille des globules solides sur l'évolution de la pression de filtration en fonction de la fraction de solide.

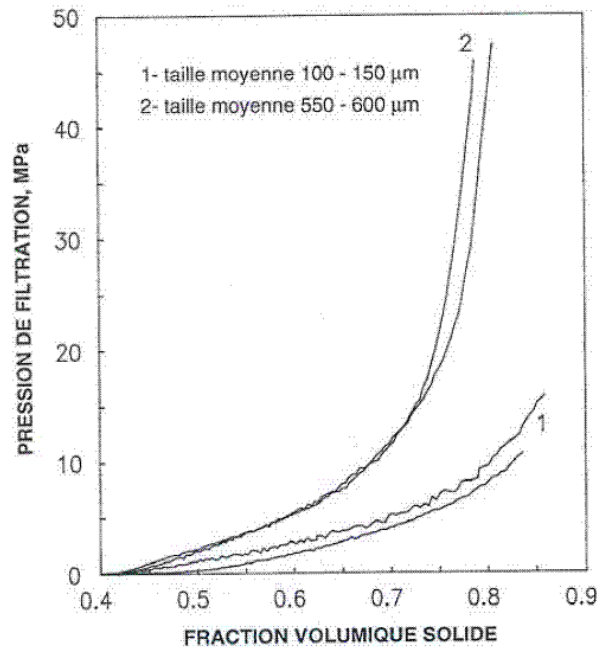


Fig.1.28 Evolution de la pression de filtration en fonction de la fraction solide avec deux tailles moyennes de globule solide pour des essais de filtrations [NGU91]

Les résultats montrent que le niveau de pression de filtration augmente en fonction de la taille de grain et que plus la fraction de solide est importante (cohésion plus importante du squelette), plus la différence du niveau de pression entre les deux gammes de taille est grande.

1.4.2.3. Essai de cisaillement

Ludwig [LUD02] a développé un dispositif pour caractériser le comportement en cisaillement des matériaux à l'état semi-solide pour des fractions solides élevées, supérieures à 0.5. La figure 1.29 représente le montage, l'essai consiste à cisailier un échantillon placé dans l'entrefer en fonction du déplacement vertical du cylindre en gardant le tube extérieur fixe.

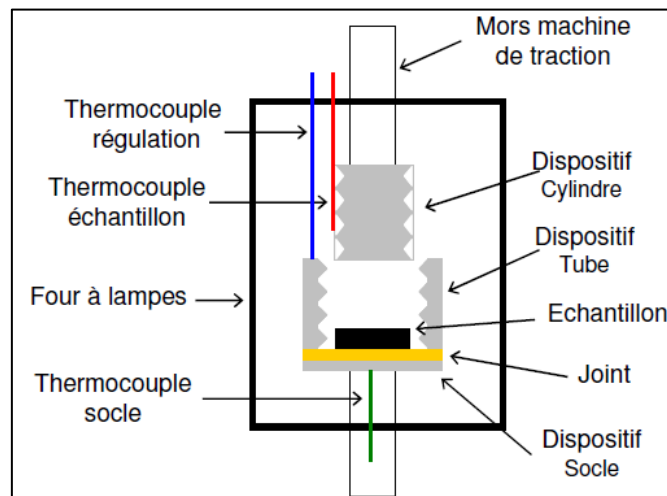


Fig. 1.29 – Dispositif utilisé pour réaliser les essais de cisaillement à l'état pâteux [GIR10]

Giraud [GIR10] a utilisé ce montage pour la caractérisation du comportement de l'aluminium 6061 avec différentes fractions (de 0.8 à 0.99). La contrainte augmente progressivement jusqu'à un plateau viscoplastique atteint pour une déformation entre 10 et 20% (figure 1.30). La fraction de solide influence directement la pente et le niveau de contrainte au plateau.

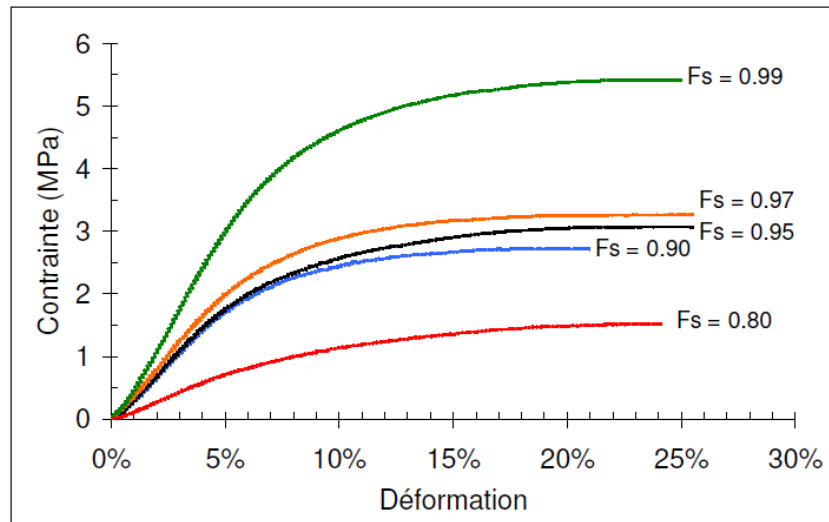


Fig. 1.30 – Variation de la contrainte de Von Mises avec la déformation après des essais de cisaillement réalisés sur l'alliage 6061 à différentes fractions de solide et avec une vitesse de déplacement de 0.006 mm/s [GIR10]

1.4.2.4. Essais de traction : vers la fissuration à chaud

En mise en forme à l'état semi-solide, les chargements prédominants sont des chargements en compression et en cisaillement. Les défauts de type « fissuration à chaud » qui peuvent apparaître sur des pièces thixoforgées sont en général associés à des zones sollicitées en traction.

Dans la littérature, le comportement des alliages semi-solides a été caractérisé en traction essentiellement pour des problématiques de fissuration à chaud lors de la solidification et le refroidissement de coulées et de soudures [LUD04], [PHI08], [FAB09], [GIR10]. Ce sont des essais uniaxiaux avec des montages adaptés, et pour des matériaux à bas point de fusion.

Les résultats ont montré qu'en traction, pour un alliage d'aluminium 6061 (figure 1.31), la contrainte augmente vers un maximum, puis décroît plus au moins rapidement jusqu'à la rupture. Ce comportement est fortement sensible à la fraction de solide puisqu'on passe d'un comportement ductile à une fraction de solide de 0.99 à un comportement fragile (chute de la ductilité) pour une fraction de solide à 0.94.

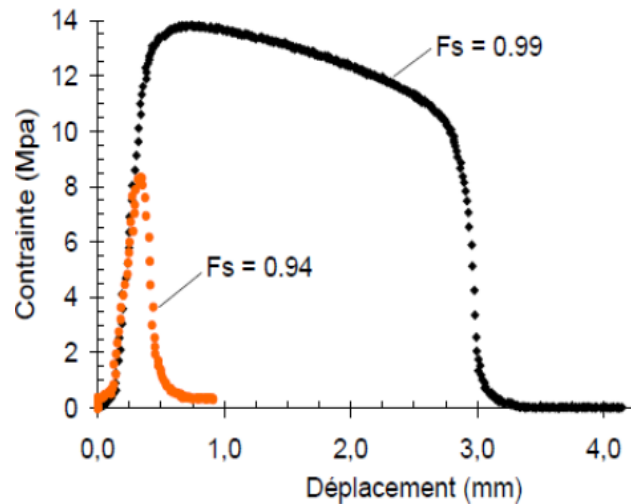


Fig. 1.31 – Évolution de la contrainte équivalente en fonction du déplacement de la traverse pour deux fractions solides en conditions isotherme sur une structure de refusion [GIR10]

Pour des faibles fractions de liquide, le matériau présente une chute des propriétés mécaniques et se retrouve dans l'incapacité de supporter une déformation significative, ce qui peut conduire à la formation de fissures. Pour accommoder ces déformations thermo-mécaniquement induites, un apport de matière dans les zones déformées est nécessaire. Celui-ci peut prendre la forme d'une alimentation en liquide à condition, cependant, que la perméabilité du squelette et que la quantité de liquide soient suffisantes. Les figures 1.32 et 1.33 illustrent l'évolution de la perméabilité en fonction de la fraction de solide pour les aciers ainsi que l'évolution des propriétés mécaniques mesurées en traction sur un alliage d'aluminium 6061.

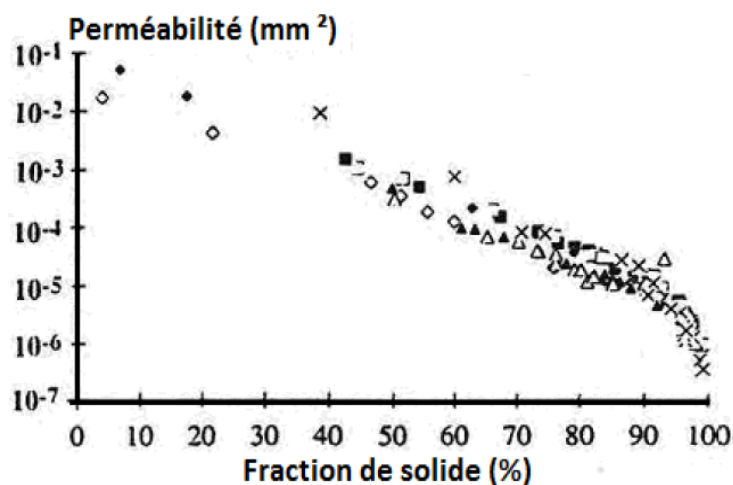


Fig. 1.32 – Évolution de la perméabilité en fonction de la fraction de solide pour des aciers [WIN94]

La figure 1.32 montre que la perméabilité chute pour des fractions solides proches d'une fraction critique qui correspond à la fraction de solide pour laquelle la phase liquide passe de l'état discontinu à l'état continu. Cette fraction critique est appelée fraction de coalescence. Pour les alliages d'aluminium, elle varie de 0.94 à 0.99 (dans le cas de l'aluminium 6061, elle est égale à 0.97 [GIR10]). La chute de la perméabilité bloque la circulation du liquide dans les canaux ce qui influence l'accommodation de la déformation par l'alimentation en liquide. De plus, une chute de pression hydrostatique dans le liquide interglobulaire (ou interdendritique) se produit, ce qui peut conduire à la formation de pores voire de fissures. Avec la chute de perméabilité, le matériau ne présente pas des caractéristiques mécaniques suffisantes lui permettant de résister à de fortes sollicitations en traction, ce qui peut également conduire à l'apparition de fissures. Pour ces raisons, d'un point de vue mécanique, on constate une ductilité très faible du matériau pour les fractions de solide proches de la fraction de coalescence (Fig. 1.33a). La résistance mécanique diminue également fortement lorsque la fraction de solide décroît vers cette fraction de coalescence (Fig. 1.33b).

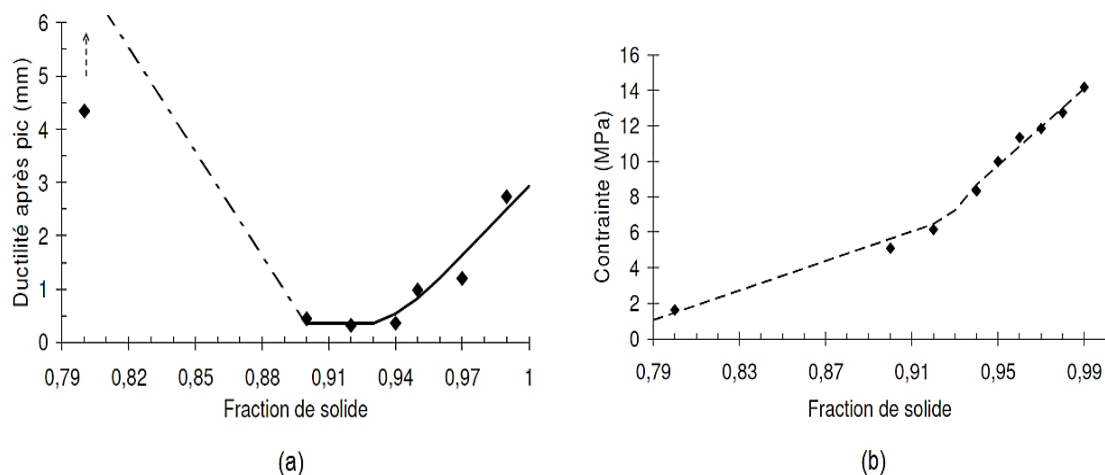


Fig. 1.33 – (a) Évolution de la ductilité après pic en fonction de la fraction de solide mesurée en traction sur un alliage d'aluminium 6061 en cours de refusion, (b) Évolution de la contrainte maximale dans les mêmes conditions [GIR10]

Le domaine de température qui correspond à l'intervalle de fragilité du matériau (perte de ductilité) est connu dans la littérature sous le nom de BTR (« Brittle Temperature Range » [ESK04]). Nous reviendrons sur cette notion dans le paragraphe 1.5 qui traite de la fissuration à chaud.

1.4.2.5. Influence de l'état de contrainte sur le comportement à l'état semi-solide

Les résultats des différents essais expérimentaux réalisés sur des alliages d'aluminium [LUD04, BRA00] montrent que, pour les mêmes conditions expérimentales (fraction de solide, vitesse de déformation), les valeurs et l'évolution de la contrainte équivalente peuvent varier selon le mode de sollicitation appliqué (traction, compression ou cisaillement). La figure 1.34 illustre la loi de comportement en traction et en cisaillement d'un alliage d'aluminium à l'état semi-solide pour la même fraction de solide et la même vitesse de déformation. Les résultats mettent en évidence une nette différence entre la réponse du matériau. En cisaillement, le matériau atteint un plateau viscoplastique après une déformation de l'ordre de 10 à 20%, alors qu'en traction, le matériau atteint rapidement la valeur maximale de la contrainte, puis chute en raison de la rupture survenue après une déformation de l'ordre de 1%.

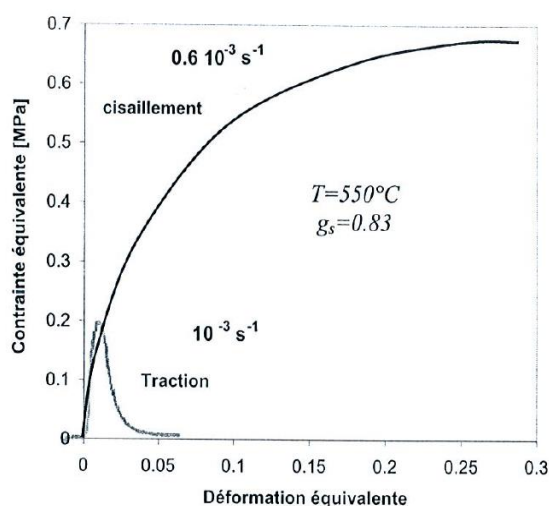


Fig. 1.34 – Évolution de la contrainte équivalente en fonction de la déformation équivalente pour un alliage Al-8%Pds à l'état semi-solide sollicité en traction et en cisaillement par rhéomètre de couette [BRA00]

Même dans le cas de la compression, les niveaux de contrainte atteints peuvent être 5 à 20 fois supérieurs à ceux observés en traction [SIG96]. Cette différence de comportement s'explique par le fait que la présence du liquide limite la cohésion des particules solides et que l'état de contrainte appliqué sur la structure influence aussi la cohésion du squelette solide. La contrainte de compression rapproche les grains solides et augmente la cohésion de la phase solide. Inversement, la traction dilate le squelette en favorisant l'affaiblissement de la cohésion, ce qui entraîne la rupture. La figure 1.35 représente des résultats d'observation par tomographie rayon-X in situ de l'évolution de la microstructure durant la déformation pour un essai de traction (figure 1.35(a)) et un essai de compression (figure 1.35(b)). Qualitativement,

on observe un enrichissement en liquide dans les zones de déformation en traction. Alors qu'en compression, on observe une densification des globules solides au sein de l'éprouvette et le liquide s'éjecte vers les bords de l'éprouvette.

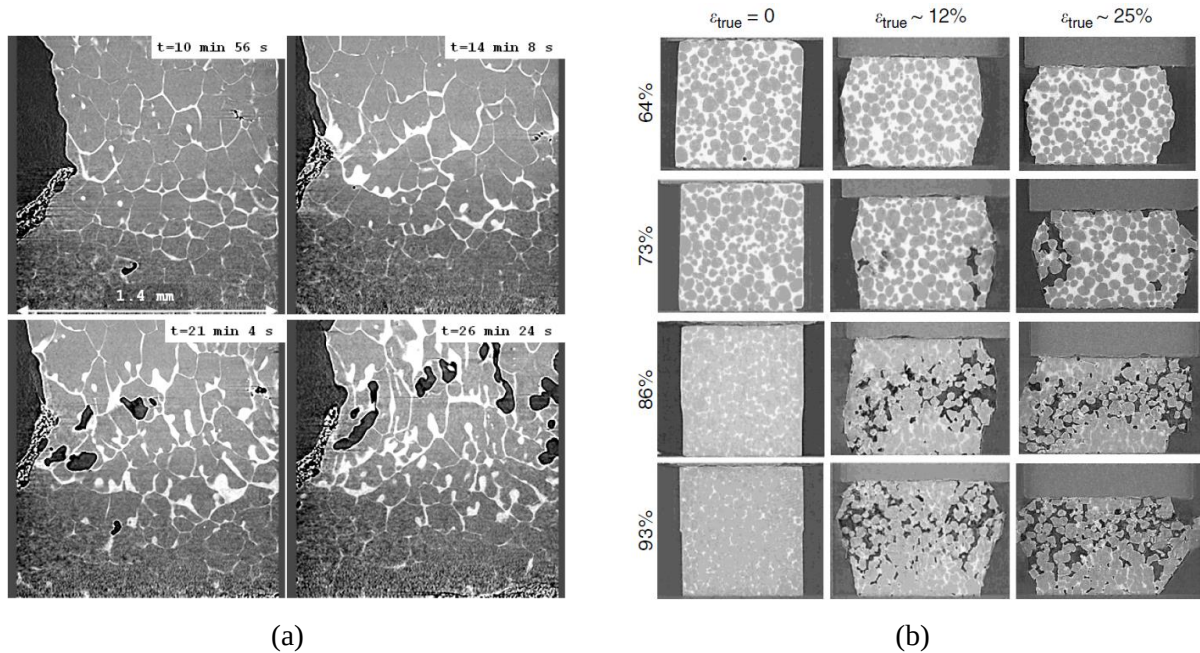


Fig. 1.35 – Évolution de la microstructure durant un essai de traction sur un aluminium pour une fraction de solide égale à 0.881 [SUE12] (a) ; Évolution de la microstructure durant un essai de compression sur un aluminium à différentes fractions de solide 0.93, 0.86, 0.73 et 0.64 [KAR14] (b)

L'écoulement de liquide au sein de la microstructure est ainsi complètement dépendant de l'état de contrainte. En effet, la compression densifie le squelette et favorise l'éjection du liquide vers l'extérieur alors que la dilation du squelette (lors de la traction) appelle le liquide pour remplir les cavités créées (figure 1.36).

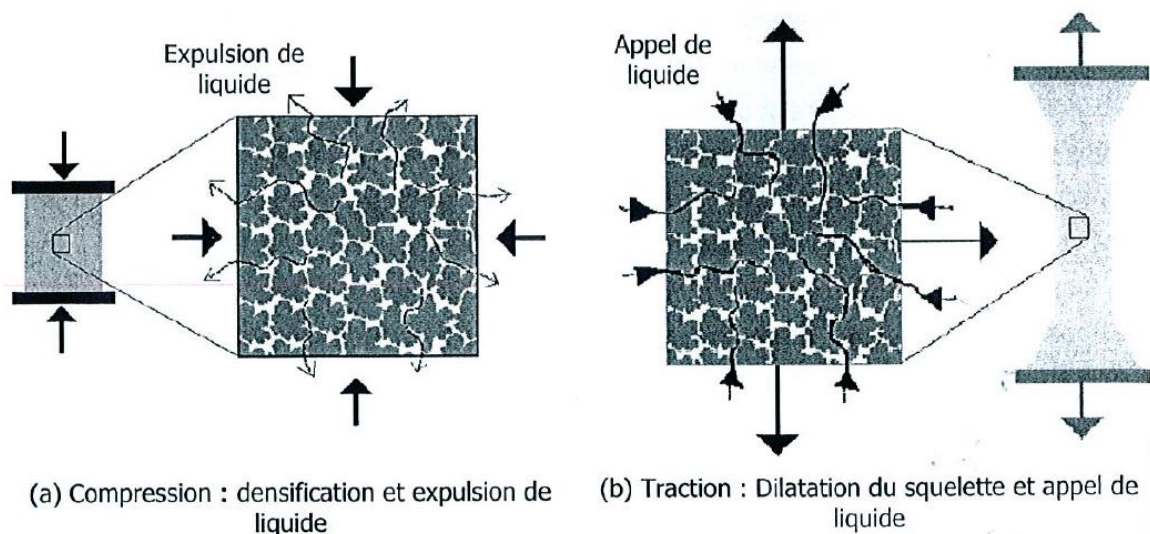


Fig. 1.36 – Schéma explicatif des mécanismes d'écoulement de liquide et de densification en fonction de l'état de contrainte : (a) en compression ; (b) en traction [LUD04]

1.4.3. Comportement des aciers à l'état semi-solide

Dans la littérature, la quantité de travaux qui portent sur la caractérisation du comportement thermomécanique des aciers à l'état semi-solide est faible relativement à celle concernant les alliages d'aluminium ou de magnésium. La raison majeure est la difficulté technique de caractériser le comportement sur un matériau possédant une très faible résistance à des températures voisines de 1400°C. De nouveaux dispositifs résistant mieux aux hautes températures doivent être fabriqués.

Solek et al [SOL10] ont utilisé un viscosimètre compatible avec des applications à haute température pour caractériser l'évolution la viscosité de la nuance d'acier 100Cr6 en fonction de la température pour des fractions de liquides supérieures à 50%. La figure 1.41 illustre l'évolution de la proportion des phases du 100Cr6 et de la viscosité en fonction de la température.

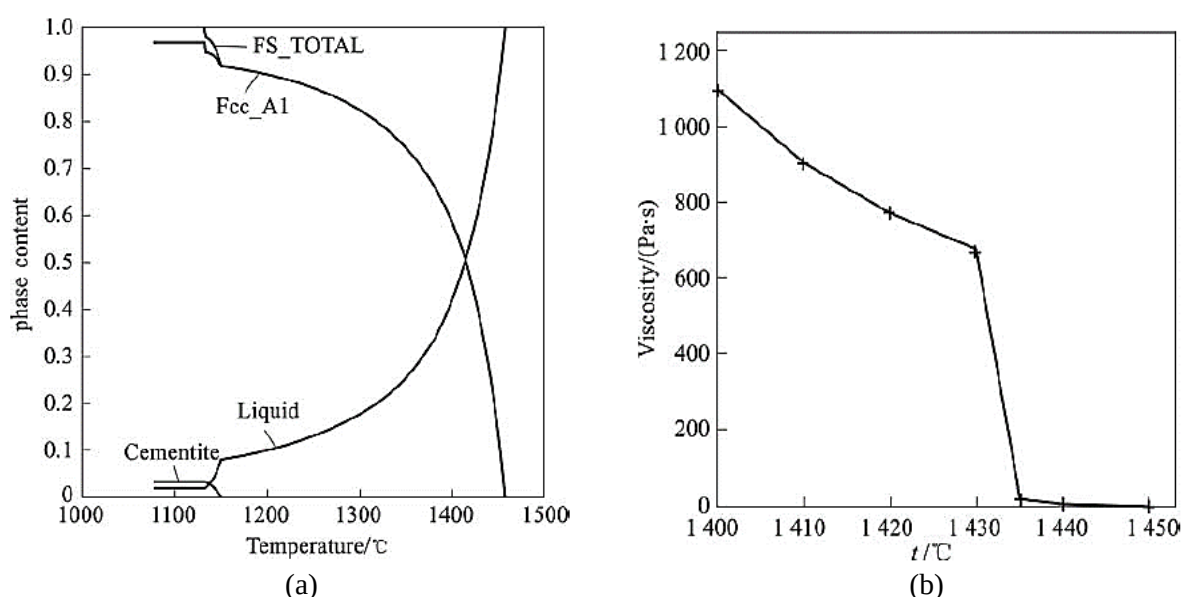


Fig. 1.41 – Evolution de la proportion des phases de l'acier 100Cr6 à l'état semi-solide (a) ; Evolution de la viscosité de 100Cr6 en fonction de la température pour des fractions de liquide comprise entre 0.5 et 0.9 et un taux de cisaillement égale à 5/s [SOL10]

Des essais de compression ont également été réalisés avec le simulateur thermodynamique Gleeble sur la nuance d'acier M2 pour des températures proches du solidus [SOL08]. La figure 1.42(a) représente l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation pour différentes températures à l'état solide (1190°C, 1210°C et 1225°C) et à l'état semi-solide pour des fractions de liquide inférieure à 15% (1235°C, 1245°C et 1300°C). La figure 1.42(b) représente la sensibilité du comportement en compression à la vitesse de déformation pour un essai de compression à 1210°C, à l'état solide (température de solidus est égale à 1230°C).

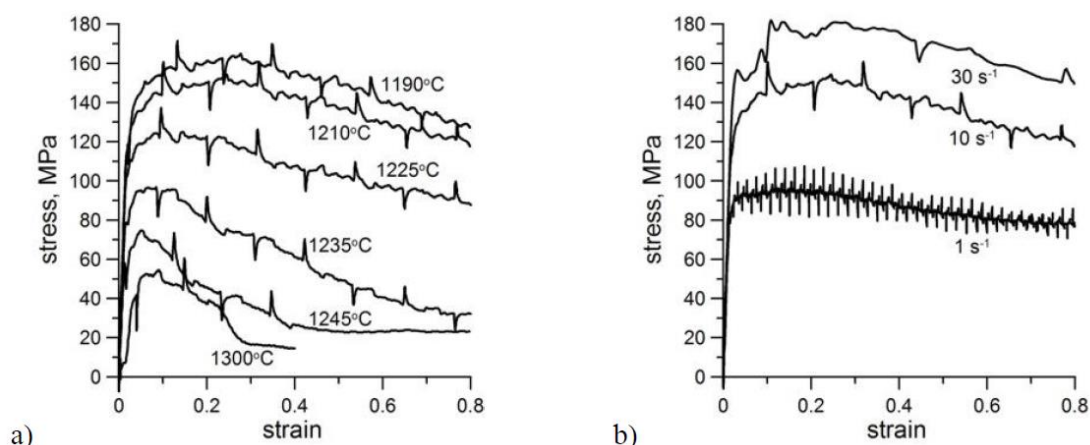


Fig. 1.42 – Evolution de la contrainte en fonction de la déformation en compression pour un acier M2 : (a) Pour différentes températures à l'état solide ; (b) Pour différentes vitesses de déformation [SOL08]

Notons aussi les travaux de Hojny et Glawocki qui ont déterminé les courbes contrainte-déformation en compression des aciers bas carbone, BW11 [GLO05][GLO09] et C45 [HOJ11], à l'état semi-solide par méthode inverse. Ils observent que la contrainte maximale décroît avec la montée de la température et que le matériau présente un comportement viscoplastique de plus en plus adoucissant avec la température lorsque la température augmente. Cet effet adoucissant est plus marqué à une vitesse de déplacement de 20 mm/s qu'à 1 mm/s, alors que la contrainte maximale augmente avec l'augmentation de la vitesse.

D'autres types d'essais représentatifs des conditions de mise en forme des aciers à l'état semi-solide ont été mis en place afin de connaître les différents facteurs ayant une influence sur les mécanismes de déformation. On cite par exemple les essais de filage directe (ou extrusion) [BEC08] et d'indentation [LOV97]. Wang et al [WAN15] se sont intéressés à l'étude des mécanismes d'écoulement du 9Cr18 en thixoforgeage. L'essai consiste à écraser un lopin à l'état semi-solide entre deux matrices pour différentes vitesses de déplacement (figure 1.43).

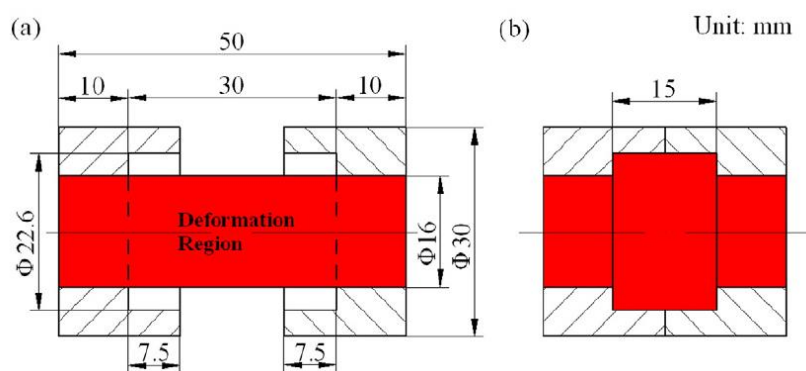


Fig. 1.43 – Illustration schématique de l'ensemble de l'échantillon et matrices : (a) l'étape de chauffage avant thixoforgeage; (b) fin du processus de thixoforgeage [WAN15]

Les résultats (fig. 1.44) montrent qu'à 1340°C, l'effort augmente avec l'augmentation de la vitesse de déformation (0.02/s, 0.05/s et 0.1/s). L'évolution de la courbe force (déplacement) suit trois étapes [WAN15] :

- (1) La charge augmente avec l'augmentation du déplacement (densification de la structure).
- (2) Une chute de l'effort en fonction déplacement est identifiée. A ce stade, le comportement thixotrope est supposé activé en raison de la libération du liquide.
- (3) Avec le remplissage des matrices, la charge augmente considérablement.

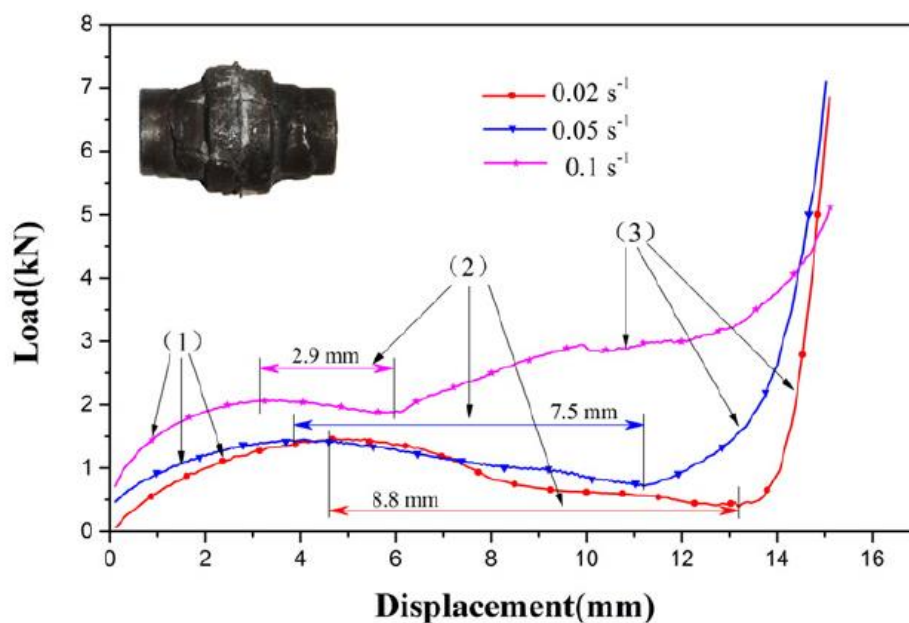


Fig. 1.44 – Force-déplacement pendant le thixoforgeage à 1340 ° C pour différentes vitesses de déformation [WAN15]

En ce qui concerne le comportement en traction, Wray dans les années 1970-1980 [WRA76] [WRA82] a étudié le comportement des aciers pour des températures allant de 800°C au solidus pour des vitesses de déformation comprises entre 6×10^{-6} et $2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. L'objectif de ces travaux était de caractériser la dépendance de la contrainte au « plateau » viscoplastique en fonction de la température et de la vitesse de déformation. L'effet du taux de carbone a également été étudié. Ces travaux ont permis de mettre en évidence le fait que lorsque la phase solide proche du solidus est ferritique, sa contrainte d'écoulement est plus de 4 fois inférieure à celle de l'austénite : proche du solidus, elle est de l'ordre de 2-4 MPa à $2.3 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ lorsque le solide est ferritique alors qu'elle est de l'ordre de 15-20 MPa pour une même vitesse lorsque la phase solide est austénitique. Zhang et al. [ZHA10] [ZHA11] ont

déterminé, par méthode inverse en simulant un essai de traction sur une machine Gleeble, le comportement d'un acier à très haute résistance (UHS) pour des températures s'approchant mais ne dépassant pas le solidus. D'autres auteurs [MAT86] se sont intéressés à la déformation critique à laquelle apparaissent des fissurations à chaud dans des zones sollicitées en traction. A partir de barreaux en refusion partielle soumis à un effort de flexion, ils montrent que cette déformation de l'ordre de 1% diminue avec le taux de carbone et plus précisément avec l'augmentation de l'intervalle solidus-liquidus.

Enfin, on peut noter les travaux sur le comportement en traction d'autres alliages à haut point de fusion tel que l'Inconel 600 [BOU13]. Le matériau, à l'état semi-solide est soit obtenu par solidification, soit coulé jusqu'à l'état semi-solide puis fondu partiellement.

1.5. Problématique de fissuration à chaud

La fissuration à chaud, ou crique à chaud (*hot tear*) est un défaut majeur en solidification. Elle conduit à jeter de nombreuses pièces dans les différents procédés industriels de mise en forme. Elle correspond à l'ouverture de criques au fond des zones pâteuses à haute fraction de solide (au-delà de 90%) [BHA52]. Les travaux qui ont été réalisés sur la question de la fissuration à chaud en coulée continue, coulée en moule ou soudage, ont conclu à la responsabilité principale des déformations thermiques induites lors du procédé. En effet, les gradients thermiques en général présents dans la pièce en cours de solidification provoquent des inhomogénéités des déformations susceptibles de mettre la zone pâteuse sous tension. Lorsque celle-ci est soumise à des déformations favorisant la mise en traction des films liquides résiduels, l'ouverture de ces criques entraîne, soit la constitution de filets ségrégés, par appel de liquide fortement chargé en éléments d'alliage, soit la formation de fissures au sein du produit solidifié lorsque la pression interstitielle de liquide est insuffisante pour compenser leur ouverture.

Lors de la mise en forme à l'état semi-solide, la déformation thermique engendrée par l'effet de thermique est beaucoup plus faible que la déformation mécanique imposée à la matière. Au cours de la mise en forme, les zones soumises à un état de contrainte dilatant et en fin de solidification sont des zones sensibles à la fissuration mais ces zones se déplaçant et donc leur état mécanique et microstructural évoluant, elles pourront donner lieu ou non à une fissuration à chaud. Lors du refroidissement, seule la déformation thermique pourra favoriser la fissuration à chaud.

1.5.1. Le phénomène de fissuration à chaud

Les origines de la fissuration à chaud sont multiples et le plus souvent combinées. En effet, la fissuration à chaud est la conséquence d'interactions entre des phénomènes thermiques, métallurgiques et mécaniques [PRA11] (figure 1.45).

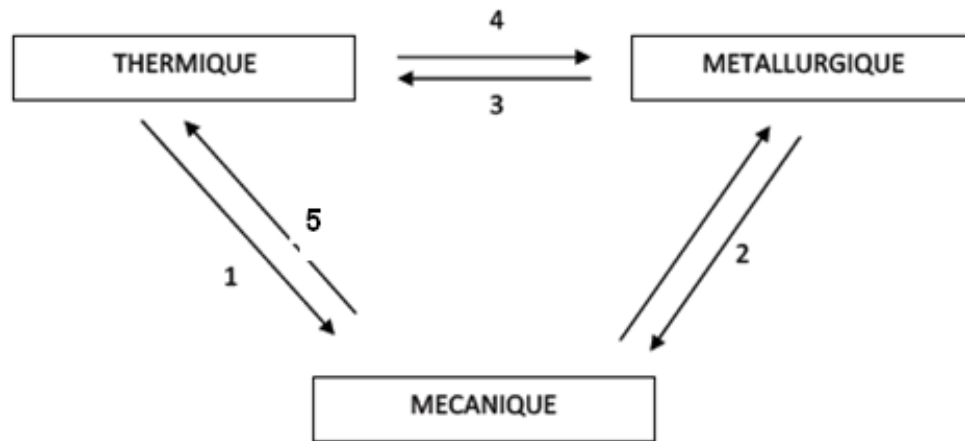


Fig. 1.45 – Représentation schématique des interactions croisées entre les phénomènes thermiques, métallurgiques et mécaniques [PRA11]

- **1** : Au cours de la phase de solidification, c'est-à-dire avant que la température ne soit, à l'intérieur de la pièce, totalement homogène, diverses sollicitations thermiques vont se produire. D'une part, les zones qui refroidissent plus vite vont agir mécaniquement sur les zones les plus chaudes. D'autre part, la température va influencer directement les paramètres rhéologiques du matériau.
- **2** : Les changements de phases métallurgiques (passage fer delta-fer gamma-fer alpha et apparitions de divers composés tels que la perlite ou la bainite...) s'accompagnent d'un changement de la compacité de la maille cristalline, ce qui se traduit par des mises en traction ou en compression de certaines zones. Les transformations de phase entraînent également des changements de propriétés mécaniques.
- **3** : Les changements de phase vont également directement influencer la thermique, en raison notamment des chaleurs latentes associées.
- **4** : Inversement, les changements de la température provoquent, à leurs tours, des changements de phase.
- **5** : La déformation, importante, pendant l'écoulement induit un dégagement de la chaleur lié au comportement viscoplastique du matériau.

1.5.2. Le BTR « Brittle Temperature Range »

Du point de vue thermodynamique, l'évolution de la microstructure durant la solidification du matériau (passage de l'état liquide à l'état solide) résulte des transferts de chaleur et des gradients de température agissant à l'échelle de la structure globale du produit aussi que des transferts de solutés agissant à l'échelle des interfaces liquide/solide.

Le passage de l'état complètement liquide à l'état solide se décompose en quatre étapes (ou stades), comme l'illustre la figure 1.46.

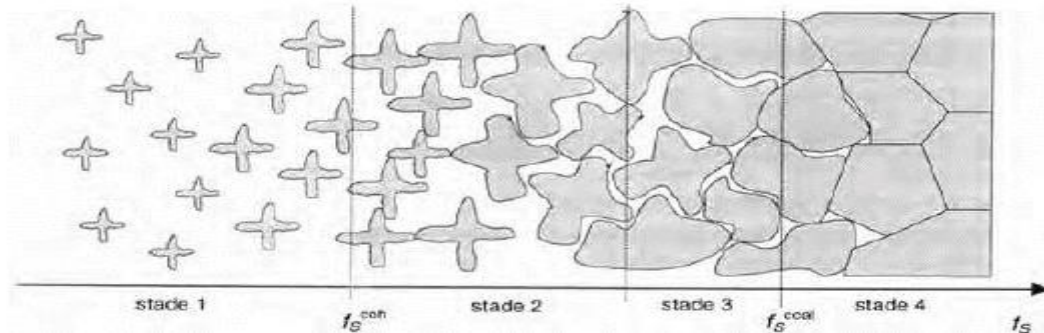


Fig. 1.46 – Différents stades de solidification d'un alliage mécanique [DAH96]

- 1 : suspension. Les dendrites flottent librement dans le liquide, la zone pâteuse peut être traitée comme une suspension et n'a pas de résistance mécanique en traction.
- 2 : formation d'un réseau solide. Les dendrites commencent à former un réseau connecté, on parle de cohérence dendritique, et l'on y associe généralement une fraction de solide seuil appelée fraction de cohérence. Pour les aluminiums cette valeur est comprise entre 0.15 et 0.6 selon les nuances [ESK04]
- 3 : apparition de film liquide. Le réseau dendritique devient de plus en plus dense, le liquide est présent sous forme de films et la perméabilité du squelette solide chute.
- 4 : les connexions dans la phase solide deviennent très denses. Alors, le liquide n'est présent que sous forme de poches isolées. Cette microstructure consolide fortement le matériau.

En fin de solidification (stades 3 et 4, figure 1.46), la perméabilité du milieu décroît fortement (figure 1.32) et l'alimentation en liquide devient de plus en plus difficile. Comme cela a déjà été expliqué, il se produit alors une chute de la pression hydrostatique dans les films de liquide, ce qui peut conduire à la formation de pores et éventuellement de fissures. En fait, dans les régions où les films de liquides résiduels sont piégés avec la présence des sollicitations thermomécaniques favorisant la traction, le réseau a tendance à se rompre et à s'ouvrir le long des films liquides créant ainsi un appel de matière. Un manque

d'alimentation en liquide dû à la chute de la perméabilité entraîne alors la formation de fissures.

Du point de vue mécanique, la fissuration à chaud est plutôt un problème de déformation. A l'état semi-solide et pour des fractions de solides élevées (stade 4, Figure 1.46), le matériau présente de grandes difficultés à accommoder les déformations alors que sa résistance mécanique augmente (figure 1.47). Par conséquent, l'alliage présente une chute de la ductilité correspondant à la fraction de solide de coalescence, c'est la fraction solide à partir de laquelle la circulation du liquide devient impossible et les ponts solides deviennent suffisamment résistants.

Nous avons déjà introduit dans le paragraphe « Essais de traction : vers la fissuration à chaud » la notion de « Brittle Température Range ». Cet intervalle démarre à la température correspondant à la chute de la ductilité : le liquide n'arrive pas à alimenter les zones fissurées sollicitées en traction car il ne forme pas une phase continue. Cette température correspond à la fraction de coalescence. La température marquant la fin du BTR est définie selon deux méthodes différentes selon les auteurs. La première méthode consiste à considérer la température associée à la remontée de la ductilité. La courbe ductilité-température présente en effet une forme en U [ESK04] comme illustré sur la figure 1.47 [BRA00]. La remontée de la ductilité est attribuée au fait que le liquide, présent en quantité suffisante, peut accommoder la déformation imposée au matériau. La deuxième méthode utilisée par d'autres auteurs comme Hu et al. [PHI09] ou [CHE96] consiste à considérer la température finale du BTR comme celle associée à la chute de la résistance mécanique du matériau. En effet, cette température est parfois trouvée supérieure à la précédente car le squelette solide garde une certaine résistance mécanique tant que la quantité de solide reste suffisante. Ces deux méthodes montrent que, la perte de la ductilité comme la perte de la résistance mécanique, peuvent être tous les deux, des facteurs favorisant la fissuration à chaud. Néanmoins, les différences entre la température associée à la perte de ductilité et celle associée à la chute de la contrainte ne sont pas toujours distinguables et sont parfois associées comme le montre la figure 1.47. Enfin, on peut noter une dernière température remarquable correspondant à la fraction dite de cohérence. Cette température correspond à une perte totale de résistance mécanique du matériau atteinte lorsque le solide n'est plus assez connecté pour supporter le moindre effort mécanique.

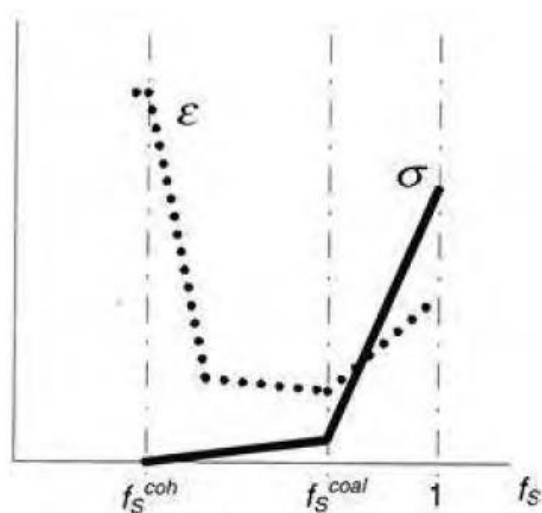


Fig. 1.47 – Evolution de la résistance et la ductilité pour des fractions de solides supérieure à la fraction de cohérence d'un alliage d'aluminium [BRA00]

Le BTR ne dépend pas de la vitesse de déformation [ESK04]. En revanche, les valeurs de la ductilité atteintes pour une même température peuvent en dépendre. Lorsque la ductilité est contrôlée par la déformation de la phase solide, on observe, pour des vitesses de déformation inférieures à 0.1 s^{-1} , une ductilité croissante lorsqu'on réduit la vitesse. Cet effet est attribué à la contribution du fluage à la déformation. Pour des vitesses supérieures, cette contribution est négligeable et on n'observe plus d'effet de vitesse. Lorsque la ductilité est contrôlée par la phase liquide, on constate que la ductilité augmente avec une diminution de la vitesse de déformation [ESK04]. Dans le cas intermédiaire correspondant à une perte de ductilité pour laquelle la quantité de liquide n'est pas suffisante pour accommoder la déformation, l'effet de la vitesse de déformation n'est pas clairement mis en évidence [FAB06].

La figure 1.48 présente une illustration proposée par Eskin et al [ESK07] pour les conditions et les mécanismes de la fissuration à chaud.

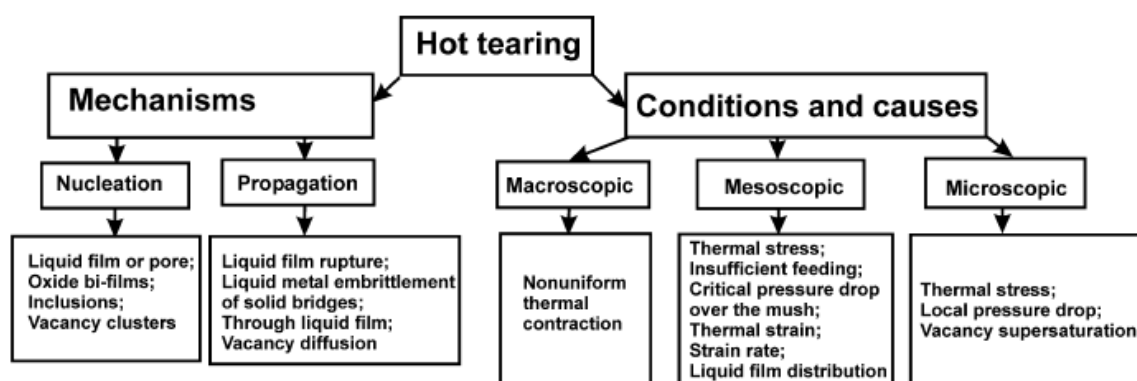


Fig. 1.48 – Schéma illustratif des mécanismes, conditions et causes de fissuration à chaud [ESK07]

1.5.3. Les paramètres influant la fissuration à chaud des aciers

En ce qui concerne les aciers, la fissuration à chaud dépend des transformations des phases du matériau en solidification, de la composition chimique du matériau et des phénomènes de microségrégation [CER07] et [PRA11].

Le retrait associé aux transformations des phases génère des déformations dans les régions environnantes aux zones de transformations. Le diagramme binaire fer-carbone (Figure 1.49) indique qu'en refroidissement les aciers subissent des transformations de phase : éventuellement selon la composition chimique de l'acier, la ferrite δ se transforme en austénite γ qui elle-même se transforme ferrite α , cémentite ou martensite. Ces transformations induisent des variations de volume, ce qui peut avoir des conséquences au niveau de la formation de défauts. En effet, ces phases ne possèdent pas la même maille cristalline, la ferrite a une maille cubique centrée alors que l'austénite est cubique face centrée. Les deux mailles n'ayant pas la même compacité, leur influence sur le milieu environnant ne sera pas la même. D'après Place [PLA95] les aciers qui résistent le mieux à la fissuration sont les aciers avec 0.15-0.2% de carbone.

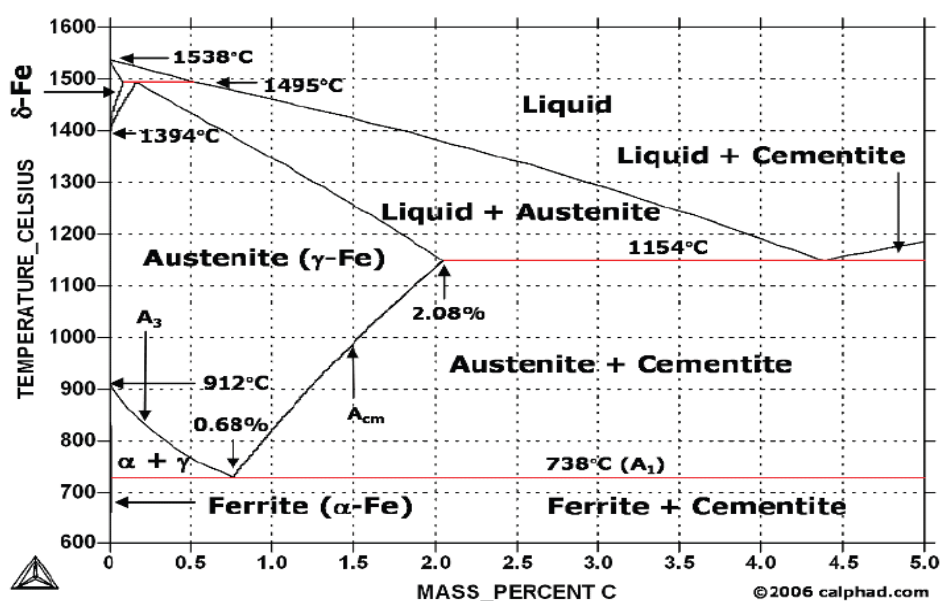


Fig. 1.49 – diagramme fer-carbone (calphad.com)

La composition chimique de l'alliage influence aussi la sensibilité du matériau à la fissuration à chaud. De manière générale plus l'alliage a un intervalle de solidification important, plus il est sensible à la fissuration à chaud. Cela est fortement lié au phénomène de microségrégation et à la présence de certains éléments chimiques comme le soufre et le phosphore. Ces deux éléments ont une influence sur la résistance à la fissuration [WIN94]. Le soufre tend à

abaisser la température de solidus, il influe donc sur la vitesse de disparition du liquide vers la fin de la solidification. Cette cinétique de disparition du liquide est d'autant plus lente que la concentration en soufre est élevée. Par contre le rôle du phosphore est plus difficile à quantifier mais il a une influence : quand le soufre tend à produire de fines gouttelettes de liquide, le phosphore favorise la formation de films liquides. Le manganèse tend à réduire le risque de fissuration à chaud, car il tend à abaisser la nocivité du soufre en modifiant la morphologie des sulfures. Ceci a pour conséquence d'augmenter leur point de fusion.

1.5.4. Les critères de la fissuration à chaud

La fissuration à chaud résulte d'un ensemble de mécanismes complexes dépendant de la microstructure du matériau, de sa composition chimique et des conditions thermomécaniques de la mise en forme. Dans l'optique où l'on chercherait à prédire l'apparition du défaut, précisons qu'il s'avérerait tout à fait complexe d'élaborer un critère qui soit représentatif de la totalité des mécanismes impliqués et de leurs complexités respectives.

Dans la littérature, différents types de critères ont été définis dans le cadre de la fonderie et de la solidification et sont réparties en deux familles : premièrement, des critères basés sur des considérations physiques ou chimiques qui prennent en compte les mécanismes d'alimentation en liquide et les mécanismes de déformation. La deuxième famille s'organise, elle, à partir de critères de type mécanique, basés sur le comportement mécanique de la zone semi-solide. Dans le cadre de cette étude, nous nous intéressons plutôt aux critères mécaniques parce qu'ils sont les plus compatibles avec les données accessibles par des simulations numériques de mise en forme utilisant des approches de la mécanique du solide. Pour ce type de critères, la fissure se développe lorsque des grandeurs mécaniques macroscopiques (par rapport aux hétérogénéités microstructurales, contraintes ou déformations) dépassent une valeur critique expérimentalement identifiée.

1.5.4.1. Critères basés sur des considérations physiques et chimiques

Ces critères s'appuient sur diverses considérations physiques ou chimiques de la fissuration à chaud : le manque d'alimentation en liquide, la formation de cavités, le temps de solidifications ...mais n'intègrent pas les propriétés mécaniques du matériau.

En 1977, Feurer [FEU77] a proposé un critère basé sur la possibilité d'alimenter la zone pâteuse en liquide pendant la solidification. Il considère que la chute de la pression dans le film de liquide, due au retrait de solidification, donne lieu à la fissuration si elle n'est pas

compensée. L'idée de base du critère repose sur une comparaison entre la vitesse de contraction en volume pendant la solidification (notée SRG et calculée par un bilan de masse) et la vitesse d'alimentation en liquide (notée SPV et calculée à partir de l'équation de Darcy). La condition nécessaire à la non apparition de criques est : $SPV > SRG$. Le critère prend en compte l'influence que possède la morphologie de la solidification sur l'écoulement de liquide résiduel. Il considère que le réseau solide ressemble à un filtre de perméabilité K qui intervient dans le calcul de SPV [FEU77].

En 1979, Clyne et Davies [CLY79] ont proposé un critère purement thermique en fonction de la composition chimique de l'alliage et la prise en compte de l'intervalle de solidification de l'alliage ainsi que les évolutions thermiques locales en cours de la solidification. L'idée consiste à comparer deux temps définis, T_v et T_r , à partir des fractions solides :

- T_v est le temps correspondant au passage de 0.9 à 0.99 de fraction de solide.
- T_r est le temps correspondant au passage de 0.4 à 0.9 de fraction de solide.

Le critère se base sur l'idée que pour des fractions de solide entre 0.4 et 0.9 l'alimentation en liquide du retrait se fait sans problème alors que pour des fractions 0.9 et 0.99 la zone pâteuse est considéré comme vulnérable (figure 1.50).

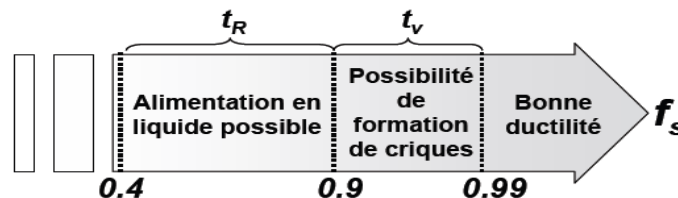


Fig. 1.50 – Considération thermique du critère

La sensibilité à la fissuration est définie par le coefficient HCS (Hot Cracking Sensitivity) :

$$HCS = \frac{t_v}{t_r} = \frac{t_{99} - t_{90}}{t_{90} - t_{40}}$$

En 1982, Kategerman [KAT82] a proposé un critère dérivé des considérations théoriques de [CLY79] et [FEU77]. A partir des conditions thermiques et de l'intervalle de solidification de l'alliage, il calcule une fraction de solide critique à partir de laquelle l'alimentation de la zone pâteuse en liquide devient difficile.

En 1999, Rappaz et al [RAP99] ont proposé un critère qui prend en compte la chute de la pression de liquide qui influence l'alimentation en liquide de la zone pâteuse et la déformation en tension du squelette solide perpendiculairement à la direction de croissance dendritique

(figure 1.51). Le modèle s'appuie sur le bilan des masses entre deux phases (solide et liquide) et ne prend pas en compte le comportement mécanique du solide. Par contre, il fait intervenir dans le bilan des masses, le flux de liquide à travers la zone semi-solide, en écrivant l'équation de Darcy en uniaxial [RAP99].

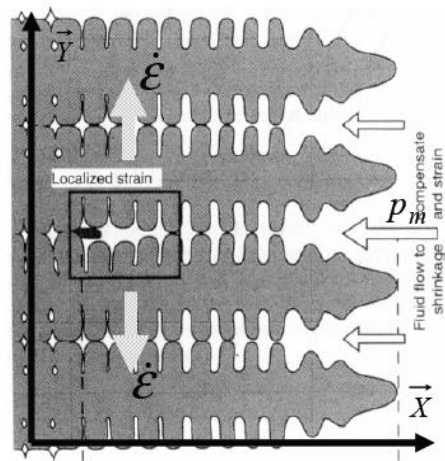


Fig. 1.51 – Schéma explicatif de la formation d'une fissure dans les zones sollicitées en traction [RAP99]

Le paramètre clé du critère est la pression critique dans le liquide interdendritique au niveau de la racine des dendrites à partir de laquelle une crique peut se former. D'autre part, une vitesse de déformation maximum en fonction du gradient thermique et la possibilité d'alimentation en métal liquide peut être définie.

Fabrègue et al. [FAB06] souligne le fait que, quel que soit la taille du BTR, il est préférable de refroidir rapidement le matériau pour que celui-ci reste le moins de temps possible dans le BTR et ainsi éviter la fissuration à chaud.

1.5.4.2. Critères mécaniques

1.5.4.2.1. Critères en contrainte limite

Pour ces critères, l'idée de base est que la fissuration (la rupture) du matériau se produit lorsque la contrainte appliquée ou induite dépasse une valeur critique. Dans ce type d'approche, on prend en considération la résistance du matériau massif, bien qu'en réalité, c'est la résistance du film liquide intergranulaire qui intervient directement dans la fissuration à chaud.

Prenant un critère de type résistance d'un film liquide, Lahaie et Bouchard [LAH01] ont modélisé la résistance en traction d'une zone pâteuse en considérant que celle-ci était gouvernée, d'une part, par le déplacement des grains de solide et, de l'autre, par l'écoulement

visqueux du liquide intergranulaire contraint entre ces grains. La morphologie de ces grains a été idéalisée par une géométrie hexagonale 3D pour une structure équiaxe ou par des cylindres infinis avec une base hexagonale pour une structure colonnaire, figure 1.52.

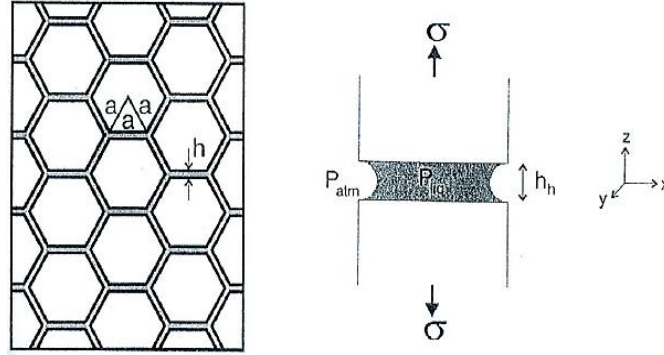


Fig. 1.52 – Illustration schématique du modèle de Lahaie et Bouchard [LAH01]

La contrainte de traction en fonction de la viscosité pour un film de liquide de hauteur h entre deux grains de solide de forme hexagonale et de dimension caractéristique a , soumis à une vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ s'exprime sous la forme suivante :

$$\sigma_T^{max} = \sqrt{3} \frac{\mu \dot{\epsilon} a^3}{h^3}$$

En reliant le rapport h/a à la fraction de solide volumique et en tenant compte des variations de la hauteur des films de liquide en fonction de la déformation selon leur orientation par rapport à la direction de la sollicitation, la contrainte en traction s'écrit :

$$\sigma_T = \frac{\mu \dot{\epsilon}}{9} \left(\frac{f_s^m}{1 - f_s^m} \right)^3 \left\{ \left[1 - \frac{1}{2} \left(\frac{f_s^m}{1 - f_s^m} \right) \epsilon \right]^{-3} + 2 \left[1 + \left(\frac{f_s^m}{1 - f_s^m} \right) \epsilon \right] \right\}$$

Où f_s est la fraction de solide et m , un exposant qui dépend de la microstructure : $m=1/2$ pour des grains colonnaires et $m=1/3$ pour des grains équiaxes.

La contrainte à la rupture est estimée grâce à la relation de Young Laplace, en considérant que les films liquides normaux à la direction de traction et de hauteur h_h sont liés aux grains de solide par des forces de capillarité :

$$\sigma_T^{max} = \frac{2\gamma_{lg}}{h_h}$$

Où γ_{lg} est l'énergie de surface de l'interface liquide/gaz.

Pour que cette relation soit valable, il est requis que les extrémités du film liquide soient en contact avec un gaz (par exemple un pore formé au préalable) ou avec la surface libre. Ce

modèle ne prend pas en compte le réarrangement des particules solides et il suppose que la totalité de la déformation est accommodée par le liquide. De plus, il ne prédit pas d'effet de la taille de grain sur le risque de la fissuration à chaud. Cependant, l'évolution de la contrainte à la rupture en fonction de la fraction liquide est cohérente.

Néanmoins, le modèle initial de Lahaie et Bouchard a donné lieu à un nouveau type de modèles prenant en compte la microstructure granulaire des semi-solides proches de leur température solidus. Ainsi des modèles permettant de générer des structures granulaires de solidification, appelés « granular solidification models » à deux dimensions [VER07] puis à trois dimensions [PHI09] ont été développés. Les représentations géométriques de la microstructure sont utilisées pour déterminer des propriétés effectives à partir de modèles par éléments finis [PHI08] ou couplant la méthode des éléments discrets à celle des éléments finis [SIS11]. L'objectif de ces modèles est de mieux comprendre le phénomène de fissuration et d'accéder à des grandeurs mécaniques locales. Mais l'application directe de ces simulations pour prédire la fissuration à chaud dans le cadre de procédés nécessite encore des développements pour d'une part bien prendre en compte les phénomènes locaux et d'autre part, effectuer un changement d'échelle pour obtenir des grandeurs à l'échelle d'un volume élémentaire représentatif [KOS15].

1.5.4.2.2. Critères en déformation limite

Ces critères considèrent que l'apparition des défauts est la conséquence d'une déformation atteinte dans l'intervalle de fragilité BTR supérieure à la déformation critique à la rupture du matériau. Les paramètres principaux à prendre en considération sont :

- le domaine de température de la fragilité : le BTR « Brittle Temperature Range »
- la déformation critique accompagnée dans certains critères d'une valeur de la vitesse de déformation critique à partir de laquelle la circulation du liquide devient insuffisante pour pouvoir combler les fissures [PRO62, YAM91, WON00, BEL09, FAV15, KOS16].

Won [WON00] établit une comparaison de la déformation cumulée du matériau dans le BTR et de la déformation critique, incluant, ici, l'influence de la vitesse de déformation. La déformation critique est exprimée à l'aide d'une équation empirique qui revêt la forme suivante pour les aciers :

$$\varepsilon_{critique} = \frac{0.02821}{\dot{\varepsilon}^{0.3131} BTR^{0.8638}}$$

Afin de prendre en compte l'anisotropie de comportement entre la traction et la compression, certains auteurs privilégient le critère avec la déformation maximale plutôt que la déformation équivalente pour le terme déformation cumulée.

Bellet et al [BEL09] ont montré que le critère de Won et al. [WON00] permettait de bien prédire le lieu des fissurations en chaud survenant en cours de solidification d'aciers.

1.7. Conclusion

Ce chapitre a permis de dresser un état de l'art des connaissances sur la mise en forme des alliages à l'état semi-solide. Les caractéristiques de la microstructure et leurs effets sur l'écoulement de la matière lors de la mise en forme ont été discutés. Une description des propriétés rhéologiques des matériaux à l'état semi-solide a été entreprise ainsi que de leurs sensibilités aux différents paramètres (fractions de solide, vitesse de déformation, morphologie de la structure et état de contrainte). Enfin, la problématique de fissuration à chaud, ses mécanismes associés, ainsi que les critères de prédiction des défauts, ont été discutés.

La plupart des résultats représentés dans ce chapitre ont été établis à partir de l'analyse du comportement d'alliages à bas point de fusion. L'étude des alliages à haut point de fusion tels que l'acier C38 LTT, acier hypoeutectoïde qui est l'acier de notre travail, présente des difficultés techniques en termes d'instrumentation liées aux températures élevées mises en jeu ($\sim 1400^{\circ}\text{C}$) et d'analyses liées aux microstructures complexes de ces alliages.

Les questions qui sont abordées dans ce travail de thèse sont :

- 1) Quel est le comportement de l'acier C38LTT à l'état semi-solide dans des conditions proches de celles du thixoforgeage ($T \sim 1400^{\circ}\text{C}$, $f_s > 0.8$)
- 2) Comment le caractériser ?
- 3) Le comportement en traction et en compression est-il similaire à celui des alliages d'aluminium largement documenté dans la littérature ? Existe-t-il un Brittle Temperature Range favorisant la fissuration à chaud ?
- 4) Les mécanismes de déformation sont-ils similaires à ceux décrits dans le cas des alliages d'aluminium ?
- 5) Comment modéliser ce comportement complexe dans le cadre d'une simulation du thixoforgeage ?
- 6) Dans le cadre du thixoforgeage pour lequel les défauts de type fissure peuvent apparaître lors de la mise en forme, lors du retrait des outils, lors du refroidissement (avec et sans solidification). Quelle grandeur mécanique et quel critère doit-on utiliser pour prédire ces défauts ?

Bien que, la détermination ou la prédiction de la relation fraction liquide-température du C38LTT à des vitesses de chauffage d'environ 10°C/s pour atteindre une refusion partielle soit une question cruciale pour la maîtrise complète du procédé, elle ne sera pas traitée dans ce travail.

1.8. Références bibliographiques

- [ANN95] Annavarapu S, Doherty RD: Inhibited coarsening of solid-liquid microstructures in spray casting at high volume fractions of solid. *Acta Metallurgica et Materialia* 1995, 43:3207-3230.
- [ATK05] Atkinson, H. V. (2005). Modelling the semisolid processing of metallic alloys. *Progress in materials science*, 50(3), 341-412.
- [BAR97] Barnes H.A., Thixotropy – A review, *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, 70, 1997, pp.1-33
- [BEC08] Becker, E. (2008). Investigations experimentales et numeriques pour l'identification des parametres clefs du procede de thixoforgeage de l'acier sur le produit mis en forme (Doctoral dissertation, Arts et Métiers ParisTech).
- [BEC10] Becker, E., Favier, V., Bigot, R., Cezard, P., & Langlois, L. (2010). Impact of experimental conditions on material response during forming of steel in semi-solid state. *Journal of Materials Processing Technology*, 210(11), 1482-1492.
- [BEL09] Bellet, M., Cerri, O., Bobadilla, M., & Chastel, Y. (2009). Modeling hot tearing during solidification of steels: Assessment and improvement of macroscopic criteria through the analysis of two experimental tests. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 40(11), 2705-2717.
- [BHA52] U. K. Bhattacharya, C. M. Adams, H. F. Taylor, "Hot Tear Formation in Steel Casting", *Trans. AFS*, 60, 1952, 675
- [BIG05] Bigot R, Favier V, Rouff C: Characterisation of semi-solid material mechanical behaviour by indentation test. *Journal of Materials Processing Technology* 2005, 160:43-53.
- [BOU13] Bouffier, L. (2013). Modélisation de la fissuration à chaud lors du soudage de l'alliage base nickel IN600 (Doctoral dissertation, Grenoble).
- [BRA00] Braccini, M. (2000). Optimisation des pièces moulées : étude des phénomènes de fissuration à chaud dans les alliages Al-Cu (Doctoral dissertation).
- [CAM15] Campbell, J. (2015). *Complete casting handbook: metal casting processes, metallurgy, techniques and design*. Butterworth-Heinemann.
- [CAZ06] Cézard, P. (2006). Impact des effets thermiques sur le comportement du matériau lors de la mise en forme des aciers à l'état semi-solide : Analyses expérimentale et numérique (Doctoral dissertation, Metz, ENSAM).
- [CER07] Cerri, O. (2007). Rupture à chaud dans les aciers au cours de leur solidification: caractérisation expérimentale et modélisation thermomécanique (Doctoral dissertation, École Nationale Supérieure des Mines de Paris).
- [CHE96] Chen, S. W., & Huang, C. C. (1996). Solidification curves of Al Cu, Al Mg and Al Cu Mg alloys. *Acta materialia*, 44, pp. 1955-1965.

- [CHE96] Chen, S. W., & Huang, C. C. (1996). Solidification curves of Al Cu, Al Mg and Al Cu Mg alloys. *Acta materialia*, 44(5), 1955-1965.
- [CHI00] G. Chiarmetta (2000) Thixoformage et gain de poids : application industrielle du formage à l'état semi-solide. *Hommes et Fonderie* 302 29-34
- [CLY79] T.W. Clyne, G.J. Davies, Comparison between experimental data and theoretical predictions relating to dependence of solidification cracking on composition, *Solidification and casting of metals*, Metals Society; 1979, pp. 275
- [DAH96] Dahle, A. K., & Arnberg, L. (1996). The rheological properties of solidifying aluminum foundry alloys. *JOM*, 48(3), 34-37.
- [ESK04] Eskin, D. G., and Katgerman, L., "Mechanical properties in the semi-solid state and hot tearing of aluminium alloys," *Progress in Materials Science*, vol. 49, no. 5, pp. 629– 711, Jan. 2004.
- [ESK07] ESKIN, D.G., and KATGERMAN, L., *The Minerals, Metals et Materials Society ans ASM International* 2007
- [FAB06] Fabrègue, D., Deschamps, A., Suéry, M., & Drezet, J. M. (2006). Non-isothermal tensile tests during solidification of Al–Mg–Si–Cu alloys: Mechanical properties in relation to the phenomenon of hot tearing. *Acta materialia*, 54(19), 5209-5220.
- [FAB06] Fabregue, D., Deschamps, A., Suéry, M., & Poole, W. J. (2006). Rheological behavior of Al-Mg-Si-Cu alloys in the mushy state obtained by partial remelting and partial solidification at high cooling rate. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37(5), 1459-1467.
- [FAB09] Fabregue, D. (2009). Microstructure et fissuration à chaud lors du soudage laser d'alliages d'aluminium 6000 (Doctoral dissertation, INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE).
- [FAN02] Fan, Z., *Semisolid metal processing*. International Materials Reviews, 2002. 47-2: p. 49-85.
- [FAV15] Favier, V., Becker, E., & Bigot, R. (2015). Investigation of parameters promoting hot cracking during semi-solid forming processes. In *Solid State Phenomena* (Vol. 217, pp. 281-285). Trans Tech Publications.
- [FEU77] Feurer U. In: Nieswaag H, Schut JW, editors. *Quality control of engineering alloys and the role of metals science*. Delft: Delft University of Technology; 1977. pp. 131
- [FLE76] Flemings, M. C., Riek, R. G., & Young, K. P. (1976). Rheocasting. *Materials Science and Engineering*, 25, 103-117.
- [FLE91] Flemings M.C., Behavior of Metal alloys in the semisolid state, *Metall. Trans. A*, 22, 1991, pp957-981.
- [FLE91] Flemings, M. C. (1991). Behavior of metal alloys in the semisolid state. *Metallurgical Transactions B*, 22(3), 269-293.

- [GEB99] Gebelin, J.C., Suéry, M., Favier, D.: Characterisation of the rheological behaviour in the semi-solid state of grain-refined AZ91 magnesium alloys. *Mater. Sci. Eng.*, vol. 272A, pp. 134-144 (1999)
- [GIR10] Giraud, E. (2010). Étude expérimentale et modélisation du comportement mécanique d'un alliage d'aluminium 6061a l'état pâteux : application à la fissuration à chaud lors du soudage TIG et FE (Doctoral dissertation, PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble.
- [GIR10] Giraud, E., Suery, M., & Coret, M. (2010). Mechanical behavior of AA6061 aluminum in the semisolid state obtained by partial melting and partial solidification. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 41(9), 2257-2268.
- [GLO05] Glowacki, M., Malinowski, Z., Hojny, M., & Jedrzejczyk, D. (2005). The physical and mathematical modelling of plastic deformation of samples with mushy zone. *Inverse Problems, Design and Optimization-vol. 2*, 2, 277.
- [GLO09] Glowacki, M., & Hojny, M. (2009). Inverse analysis applied for determination of strain–stress curves for steel deformed in semi-solid state. *Inverse Problems in Science and Engineering ; Formerly Inverse Problems in Engineering*, 17(2), 159-174.
- [GU13] Gu, G. (2013). Caractérisation des propriétés d'emploi des aciers thixoforgés: vers la maîtrise du processus de fabrication (Doctoral dissertation, École nationale supérieure d'arts et métiers-ENSAM).
- [HIR06] Hirt, G., Bleck, W., Bührig-Polaczek, A., Shimahara, H., Püttgen, W., & Afrath, C. (2006). Semi solid casting and forging of steel. In *Solid State Phenomena* (Vol. 116, pp. 34-43). Trans Tech Publications.
- [HOJ11] Hojny, M., & Głowacki, M. (2011). Mechanical behaviour of C45 grade steel deformed in semi-solid state. *Procedia Engineering*, 10, 2353-2362.
- [IBF07] Sonderforschungsbereich 289 (SFB289) - Thixoforming - Abschlusskolloquium. 2007, RWTH University Aachen: Aachen, Germany.
- [KAN02] Kaneuchi, T., Shibata, R., & Ozawa, M. (2002). Development of new semi-solid metal casting process for automotive suspension parts. In *Proc. of the 7th Int. Conf. on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*, edited by National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, Japan Society for Technology of Plasticity, 2002) p (Vol. 145).
- [KAP93] Kapranos, P., D.H. Kirkwood, and C.M. Sellars, Semi-solid processing of tool steel. *Journal De Physique*, 1993. 3(7 pt 2): p. 835-840.
- [KAR14] Kareh, K. M., Lee, P. D., Atwood, R. C., Connolley, T., & Gourlay, C. M. (2014). Revealing the micromechanisms behind semi-solid metal deformation with time-resolved X-ray tomography. *Nature communications*, 5.
- [KAT82] Katgerman, L., A mathematical model for hot cracking of aluminium alloys during DC casting, *JOM*, 34(20), 1982, pp.46.

[KAT91] Kattamis T.Z., Picconne T.J., Rheology of semi solid Al-4.5%Cu-1.5%Mg alloy, Mat. Sci. Eng., A931, 1991, pp 262-272.

[KAU00] Kaufmann, H., Wabusseg, H., & Uggowitzer, P. J. (2000). Metallurgical and processing aspects of the NRC semi-solid casting technology. ALUMINIUM-DUSSELDORF THEN ISERNHAGEN-, 76(1/2), 70-74.

[KIR94] Kirkwood D.H., Semisolid metal processing, Int. Mat. Rev., 39, 1994, pp.173-189.

[KIR94] Kirkwood, D.H., Semisolid metal processing. International Materials Reviews, 1994. 39: p. 173-189.

[KLE04] Kleiner S, Beffort O, Uggowitzer PJ: Microstructure evolution during reheating of an extruded Mg–Al–Zn alloy into the semisolid state. Scripta Materialia 2004, 51:405 410.

[KOS15] Koshikawa, T., Bellet, M., Gandin, C. A., Yamamura, H., & Bobadilla, M. (2015). Study of hot tearing and macrosegregation through ingot bending test and its numerical simulation. In IOP Conference Series: Materials Science and Engineering (Vol. 84, No. 1, p. 012096). IOP Publishing.

[KOS16] Koshikawa, T., Bellet, M., Gandin, C. A., Yamamura, H., & Bobadilla, M.(2016). Study of Hot Tearing During Steel Solidification Through Ingot Punching Test and Its Numerical Simulation. Metallurgical and Materials Transactions A, 1-15.

[LAH01] Lahaie, D. J., & Bouchard, M. (2001). Physical modeling of the deformation mechanisms of semisolid bodies and a mechanical criterion for hot tearing. Metallurgical and materials Transactions B, 32(4), 697-705.

[LEB98] Lebeau S., Decker R., Microstructural design of thixmolding magnesium alloys, Proc. of the 5th Int. Conf. on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Golden, Colorado, 1998, pp.387-395

[LES86] Lesoult G., Solidification : Cristallisation et microstructures, Tech. Ing., MB, M58, 1986.

[LOU92] Loué, W. R. (1992). Évolution microstructurale et comportement rhéologique d'alliages Al-Si à l'état semi-solide (Doctoral dissertation).

[LOV97] Lovato G., Crocenzo M., Bobadilla M., Caractérisation de l'acier à l'état semisolide : essais d'indentation, modélisation et détermination par méthode inverse, Rapport interne, Février 1997.

[LUD02] Ludwig, O., Martin, C.L., Suéry, M.: A new shear method for testing aluminium alloys in the mushy state. Mater. Sci. Forum, vols. 396-402, pp. 265-270 (2002)

[LUD04] Ludwig, O. (2004). Étude expérimentale et modélisation du comportement rhéologique d'alliages Al-Cu en cours de solidification dans le cadre de la fissuration à chaud en coulée continue (Doctoral dissertation, Grenoble, INPG).

[LUD04] Ludwig, O., Dimichiel, M., Falus, P., Salvo, L., & Suery, M. (2004). In situ 3D microstructural investigation by fast X-ray microtomography of Al-Cu alloys during partial

remelting. In: Proceedings of the 8th S2P conference on semi-solid processing of alloys and composites,. Limassol, Cyprus: published as CD-ROM by NADCA, USA.

[LUD05] Ludwig, O., Drezet, J. M., Martin, C. L., & Suéry, M. (2005). Rheological behavior of Al-Cu alloys during solidification constitutive modeling, experimental identification, and numerical study. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 36(6), 1525-1535.

[LUX79] Lux, A. L., & Flemings, M. C. (1979). Refining by fractional melting. *Metallurgical Transactions B*, 10(1), 79-84.

[MAC97] Mac Lelland A.R.A., Henderson N.G., Atkinson H.V., Kirkwood D.H., Anomalous rheological behavior of semi-solid alloy slurries at low shear rates, *Mat. Sci. Eng.*, A232, 1997, pp.110-118

[MAT86] matsumiya, T., ito, M., kajioka, H., yamaguchi, S., & nakamura, Y. (1986). An evaluation of critical strain for internal crack formation in continuously cast slabs. *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*, 26(6), 540-546.

[MET69] Metz, A. and M.C. Flemings, Hot tearing in cast metals. *Trans. Amer. Foundrymen's Society*, 1969. 77: p. 329-334.

[MIE10] Miettinen, J., Louhenkilpi, S., Kytönen, H., & Laine, J. (2010). IDS: Thermodynamic–kinetic–empirical tool for modelling of solidification, microstructure and material properties. *Mathematics and Computers in Simulation*, 80, pp. 1536 1550.

[NAF09] Nafisi, S., Emadi, D., & Ghomashchi, R. (2009). Semi solid metal processing: the fraction solid dilemma. *Materials Sciences and Engineering A*, 507, pp. 87-92.

[NGU91] Nguyen T.G., *Modélisation du comportement rhéologique d'alliages à l'état semi-solide*, Thèse INPG, Décembre 1991.

[NOH00] Nohn B., Morjan U., Hartmann D., Thixoforming of steel, *Proc. of the 6th Int. Conf. on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*, Turin, Italie, Septembre 2000, pp.265-272

[PEN00] Peng H., Hsu W.M., Development on rheomolding of magnesium parts, *Proc. of the 6th Int. Conf. on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*, Turin, Italie, Septembre 2000, pp.313-317

[PHI08] Phillion, A. B., Thompson, S., Cockcroft, S. I., & Wells, M. A. (2008). Tensile properties of as-cast aluminium alloys AA3104, AA6111 and CA31218 at above solidus temperatures. *Materials Science and Engineering A*, 2008, pp. 388-394

[PHI09] Phillion, A. B., Cockcroft, S. L., & Lee, P. D. (2009). Constitutive behavior of as-cast magnesium alloy Mg-Al3-Zn1 in the semi-solid state. *Scripta Materialia*, 55, 489-492.

[PIN84] Pinsky D.A., Charreyron P.O., Flemings M.C., Compression of semi-solid dendritic Sn-Pb alloys at low strain rates, *Metall. Trans B*, 15B, 1984, pp 173-181.

[PLA95] Place, J.L., *Défaut de crique dans l'acier moulé*, 95 F 005, Aciéries Delachaux, Association Technique de Fonderie, 1995

- [PRA11] Pradille, C. (2011). Vers une meilleure compréhension et caractérisation du comportement des aciers à très haute température (Doctoral dissertation, École Nationale Supérieure des Mines de Paris).
- [PRA11] Pradille, C. (2011). Vers une meilleure compréhension et caractérisation du comportement des aciers à très haute température (Doctoral dissertation, École Nationale Supérieure des Mines de Paris).
- [PRO62] Prokhorov, N. N., "Resistance to hot tearing of cast metals during solidification," Russian Cast. Prod., vol. 2, pp. 172–75, 1962.
- [PUT04] Püttgen W, Bleck W: Thixoforming/semi-solid forming : DTA-measurements to determine the thixoformability of steels. Steel Research International 2004, 75:531-536.
- [QUA69] Quaak, C.J., Rheology of partially solidified aluminium alloys and composites. 1996, Technische Universiteit Delft: Delft Holland.
- [RAP99] Rappaz, M., JM. Drezet, M. Gremaud, A new hot-tearing criterion, Metall Mater Trans A, 1999, Vol.30A, pp.449-456.
- [RAS06] Rassili A., Robelet M., Fischer D., Series production of thixoformed steel parts, Proc. of the 9th ESAFORM Conf. on material forming, Glasgow, Royaume-Uni, 2006, pp.819-822
- [RAS10] Rassili, A., & Atkinson, H. V. (2010). A review on steel thixoforming. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 20, s1048-s1054.
- [ROU02] Rouff C., Contribution à la caractérisation et à la modélisation du comportement d'un acier à l'état semi-solide - Application au thixoforgeage, Thèse, Ensam de Metz, 2002
- [SCH42] Scheil, E. (1942). Bemerkungen zur schichtkristallbildung. Zeitschrift für Metallkunde, 34, pp.70-72
- [SEC84] Secondé, J.F. and M. Suéry, Effect of solidification conditions on deformation behaviour of semi-solid Sn-Pb alloys. Journal of Materials Science, 1984. 19: p. 3995-4006.
- [SER06] Sereni S.E., Fragner W., New Rheocasting : a new process for high performance and safety components, Proc. of the 9th ESAFORM Conf. on material forming, Glasgow, Royaume-Uni, 2006, pp.839-842
- [SHI04] Shimahara H., Kopp R., Investigations of basic data for the semi-solid forging of steels, Proc. of the 8th Int. Conf. on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Limassol, Chypre, Septembre 2004
- [SIG96] Sigworth, G. K. (1996). Hot Tearing of Metals (96-155). Transactions of the American Foundrymen's Society, 104, 1053-1062.
- [SIS11] Sistaninia, M., Phillion, A. B., Drezet, J. M., & Rappaz, M. (2011). Simulation of semi-solid material mechanical behavior using a combined discrete/finite element method. Metallurgical and Materials Transactions A, 42(1), 239-248.

- [SOL08] Sołek, K. P., Mitura, Z., Karbowniczek, M., Kapranos, P., Kuziak, R., & Dutkiewicz, J. (2008). Analysis of Rheological Properties of Steel near Solidus Point using Gleeble® Simulator. In Solid State Phenomena (Vol. 141, pp. 325-330). Trans Tech Publications.
- [SOL10] Solek, K. P., Rassili, A., Pierret, J. C., & Vaneetveld, G. (2010). Characterization of thixoforming process of 100Cr6 steel. Transactions of nonferrous metals society of China, 20, s916-s920.
- [SPE72] Spencer D.B., Mehrabian R. and Flemings M.C., Rheological behavior of Sn-15%Pb in the crystallization range, Met.. Trans, 3, 1972, pp 1925-1932.
- [SUE02] Suery, M. (2002). Mise en forme d'es alliages métalliques à l'état semi-solide. Lavoisier, Hermes Sciences.
- [SUE12] Suéry, M., Terzi, S., Mireux, B., Salvo, L., Adrien, J., & Maire, E. (2012). Fast in situ X-Ray microtomography observations of solidification and semisolid deformation of Al-Cu alloys. JOM, 64(1), 83-88.
- [SUE82] Suery M., Flemings M.C., Effect of strain rate on deformation behavior of semisolid dendritic alloys, Met. Trans. A, 13, 1982, pp1809-1819.
- [SUN96] Sundman, B. (1996). ThermoCalc Version I. User's Guide, Division of Computational Thermodynamic, Departement of Material Science and Engineering. Stockholm, Sweden: Royal Institute of Technology.
- [TZI00] Tzimas E, Zavaliangos A: Evaluation of volume fraction of solid in alloys formed by semisolid processing. Journal of Materials Science 2000, 35:5319-5329.
- [VER07] Vernède, S., & Rappaz, M. (2007). A simple and efficient model for mesoscale solidification simulation of globular grain structures. Acta materialia, 55(5), 1703-1710.
- [WAN15] Wang, Y., Song, R., & Li, Y. (2015). Flow mechanism of 9Cr18 steel during thixoforging and its properties for functionally graded material. Materials & Design, 86, 41-48.
- [WIN94] Wintz, M., Bobadilla, M., and Jolivet, J. M., "Fragilité à la solidification des aciers : influence du carbone, du soufre et du phosphore," La revue de Métallurgie- CIT, vol. 4, pp. 105-114, 1994.
- [WON00] Won, Y. M. O. K., Yeo, T., Seol, D. J. I. N., and Oh, K. Y. U. H., "A New Criterion for Internal Crack Formation in Continuously Cast Steels," vol. 31, no. August, pp. 779- 794, 2000.
- [WRA76] Wray, P. J. (1976). Plastic deformation of delta-ferritic iron at intermediate strain rates. Metallurgical Transactions A, 7(11), 1621-1627.
- [WRA82] Wray, P. J. (1982). Effect of carbon content on the plastic flow of plain carbon steels at elevated temperatures. Metallurgical Transactions A, 13(1), 125-134.

[YAM91] Yamanaka, A., Nakajima, K., Yasumoto, K., Kawashima, H., and Nakai, K., "Measurement of Critical Strain for Solidification Cracking." SUMITOMO METAL INDUSTRIES LTD AMAGASAKI (JAPAN) CENTRAL RESEARCH LABS, 1991.

[ZHA10] Zhang, C., Bellet, M., Bobadilla, M., Shen, H., & Liu, B. (2010). A coupled electrical–thermal–mechanical modeling of gleeble tensile tests for ultra-high-strength (UHS) steel at a high temperature. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 41(9), 2304-2317.

[ZHA11] Zhang, C., Bellet, M., Bobadilla, M., Shen, H., & Liu, B. (2011). Inverse finite element modelling and identification of constitutive parameters of UHS steel based on Gleeble tensile tests at high temperature. *Inverse problems in Science and Engineering*, 19(4), 485-508.

[ZHA16] Zhang, D. Y., Atkinson, H. V., Dong, H.B., "The Kinetics of Melting: Liquid Fraction versus Time", *Solid State Phenomena*, Vol. 256, pp. 94-99, 2016.

Chapitre 2 : Procédure expérimentale

2.1. Introduction

Dans l'optique de modéliser et de simuler le comportement des aciers à l'état semi-solide pour l'application du thixoforgeage, il est nécessaire de caractériser expérimentalement le comportement rhéologique dans des conditions thermomécaniques similaires ou s'approchant des conditions de mise en forme. Ce chapitre est consacré à la présentation de la procédure et du protocole expérimental mis en œuvre pour la caractérisation du comportement.

2.2. Matériau de l'étude

Dans notre étude, nous nous intéressons à la nuance C38LTT développée par ASCOMETAL pour le thixoforgeage.

2.2.1. Le C38LTT

Pour améliorer la robustesse du procédé de mise en forme de l'acier à l'état semi-solide, ASCOMETAL a travaillé sur le développement de nouveaux aciers comme le C38LTT, le terme LTT signifiant ici « Low Thixoforging Temperature ». L'objectif du développement de cette nouvelle nuance est d'abaisser les températures de solidus et de liquidus en comparaison de celles rencontrées dans les nuances d'aciers classiques afin de limiter les contraintes thermiques sur les outillages ([PUT04], [RAS06] et [FRA08]). Il s'agit également d'augmenter l'intervalle entre ces deux températures qui définissent le domaine semi-solide afin d'accroître la tolérance sur la température de chauffage ([PUT04], [RAS06] et [FRA08]). La figure 2.1 représente l'évolution de la fraction de liquide en fonction de la température pour les nuances C38 et C38LTT obtenue par DSC.

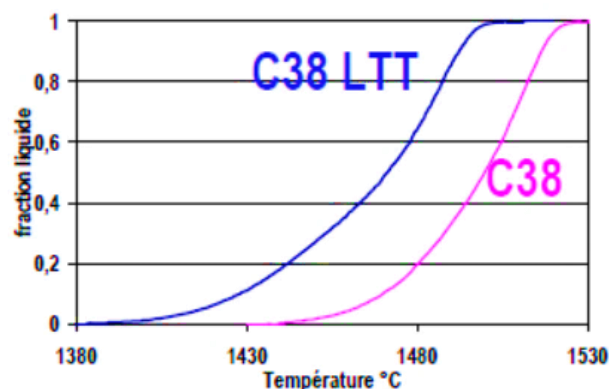


Fig. 2.1 – Evolution de la fraction de liquide en fonction de la température pour les nuances C38 et C38LTT [RAS06, LEC05]

2.2.2. Composition chimique et propriétés physiques

Comparée à la nuance C38 classique, la composition chimique du C38LTT, présentée dans le tableau 2.1, est plus riche essentiellement en silicium, phosphore, manganèse et soufre, ce qui influence directement la température de solidus et de liquidus du matériau.

	Composition chimique (wt 10 ⁻³ %)																
	C	Si	Mn	S	P	Ni	Cr	Mo	Cu	Al	Sn	As	B*	V	Ti	Nb	Ca*
C38	372	209	757	27	15	144	205	47	212	21	17	13	2	2	1	2	6
C38LTT	399	596	1424	83	77	91	130	29	114	3	9	9	4	89	15	0	10

Tableau. 2.1 – composition chimique du C38 et C38LTT (valeurs * en ppm) [GUO13]

La figure 2.2 illustre l'évolution de la conductivité (figure 2.2 (a)) et de la résistivité électrique (figure 2.2 (b)) en fonction de la température du C38LTT. On constate que la conductivité thermique et la conductivité électrique (inverse de la résistivité électrique) chute avec l'apparition du liquide (entre 1400 et 1410°C).

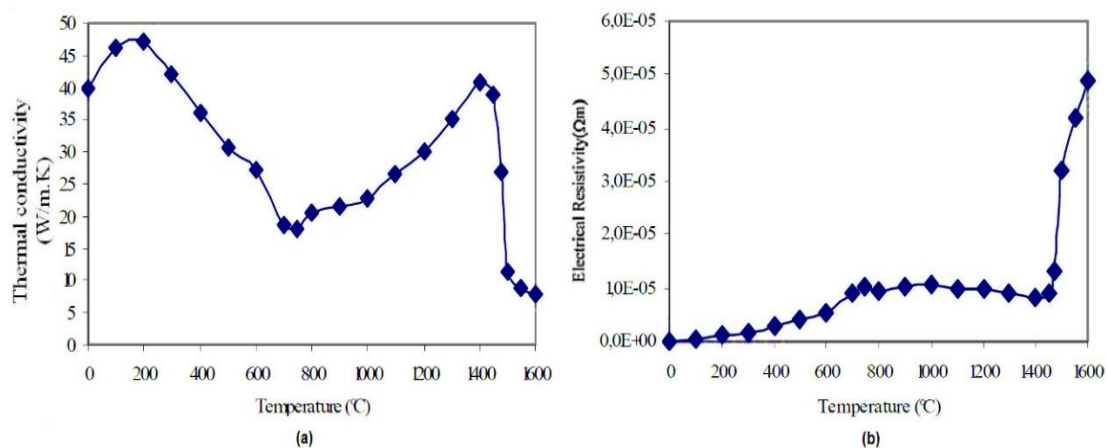


Fig. 2.2 – Évolution des propriétés thermo-physiques du C38LTT en fonction de la température, (a) de la conductivité thermique et (b) de la résistivité électrique [RAS06]

2.3. Évaluation de la fraction liquide et caractérisation de la microstructure

2.3.1. Évaluation de la fraction liquide à l'état semi-solide

L'état semi-solide est défini par l'intervalle solidus-liquidus et le développement de la phase liquide dans la plage de température correspondante. Pour la détermination de la fraction de la phase solide, différents procédés peuvent être utilisés ([GUO13] [LEC05], [TZI00]). Dans la pratique, les calculs thermodynamiques et les analyses thermiques (Differential Scanning Calorimetry) sont les plus mobilisés.

Comparées aux méthodes de chauffage par induction industrielles, les méthodes de caractérisations thermiques présentent un inconvénient qui a trait à la transférabilité directe des résultats. En effet, la vitesse de chauffage des essais DSC est beaucoup plus faible ($\sim 10^\circ\text{C}/\text{min}$) que celle issue du chauffage par induction ou par effet joule (utilisé dans notre cas pour la caractérisation expérimentale du comportement sur machine Gleeble) ($\sim 10^\circ\text{C}/\text{s}$). La figure 2.3 présente l'évolution de la puissance dégagée (signal DSC) et de la fraction de liquide en fonction de la température pour différentes vitesses de chauffage. Les courbes montrent que l'amplitude du signal DSC augmente avec la vitesse de chauffage, ce qui influence directement la température de liquidus et de solidus. On peut donc s'attendre à un écart entre la courbe fraction de liquide-température obtenue en DSC et celle qu'on observera lors de chauffage à des vitesses de l'ordre de $10^\circ\text{C}/\text{s}$.

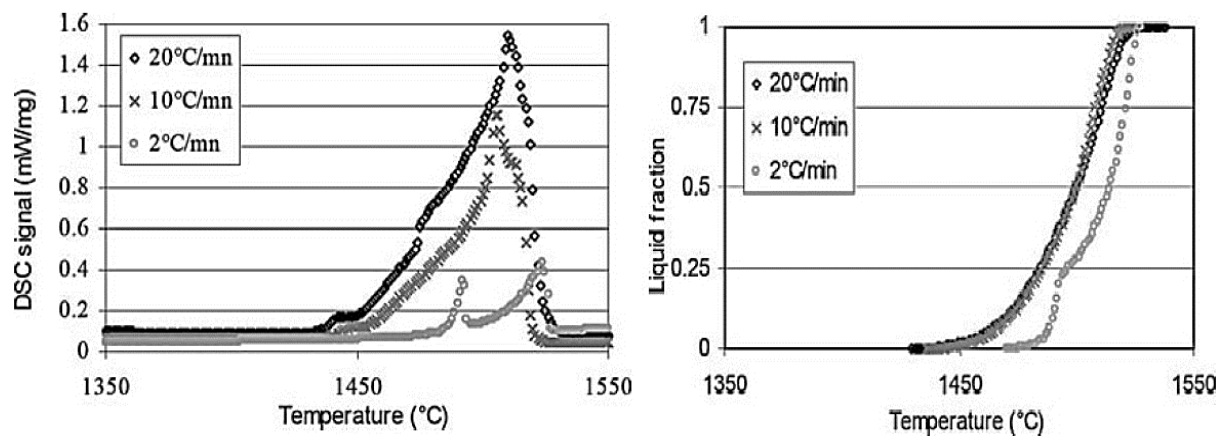


Fig. 2.3 –Évolution du signal de DSC (a) et Fraction liquide (b) en fonction de la température pour le C38 avec différentes vitesses de chauffage (2 $^\circ\text{C}/\text{min}$, 10 $^\circ\text{C}/\text{min}$ et 20 $^\circ\text{C}/\text{min}$) [LEC05]

Lozares et al [LOZ12] [LOZ14] ont montré que des pièces thixoforgées en C38LTT ont pu être produites à des températures inférieures à la température de solidus mesurée par DSC. Des observations de la microstructure sur des pièces mises en forme puis trempées ont montré des zones fondues pour des températures inférieures à la température de solidus mesurée par DSC.

Lozares et al [LOZ14] ont effectués des calculs thermodynamiques/cinétiques avec le logiciel IDS software pour estimer l'intervalle de solidification pour deux vitesses de solidification. Ces calculs montrent que le solidus diminue de 1390°C à 1320°C lorsque la vitesse de refroidissement augmente de $10^{-4}^\circ\text{C}/\text{s}$ à $10^\circ\text{C}/\text{s}$ (figure 2.4). Cet effet peut s'expliquer par la présence ou non de diffusion des éléments en solution solide avant fusion. En effet, pour des vitesses de chauffages lentes, les éléments ségrégés notamment aux joints de grain ont le

temps de diffuser produisant une homogénéisation de la composition chimique. Pour des vitesses de chauffage élevées, cette homogénéisation n'a pas le temps de se produire. La température de fusion est donc abaissée localement dans les zones riches en éléments d'alliage résultant en une diminution du solidus global. Dans le cas du C38LTT, le phénomène de ségrégation aux joints de grains concerne essentiellement le phosphore et le soufre. Il est intéressant de noter que ce phénomène a été décrit dans le cas d'alliages d'aluminium de la série 7000 et d'études portant sur la superplasticité au voisinage du solidus [DAN96] [TAK99] et dans le cas d'un alliage Inconel sollicité en traction après refusion partielle [BOU13]. La détermination expérimentale de la courbe fraction de liquide-température reste de toute manière complexe pour les matériaux industriels car de faibles variations de composition chimique créent différents intermétalliques/eutectiques qui modifient la courbe surtout aux fortes fractions de solide [PHI08].

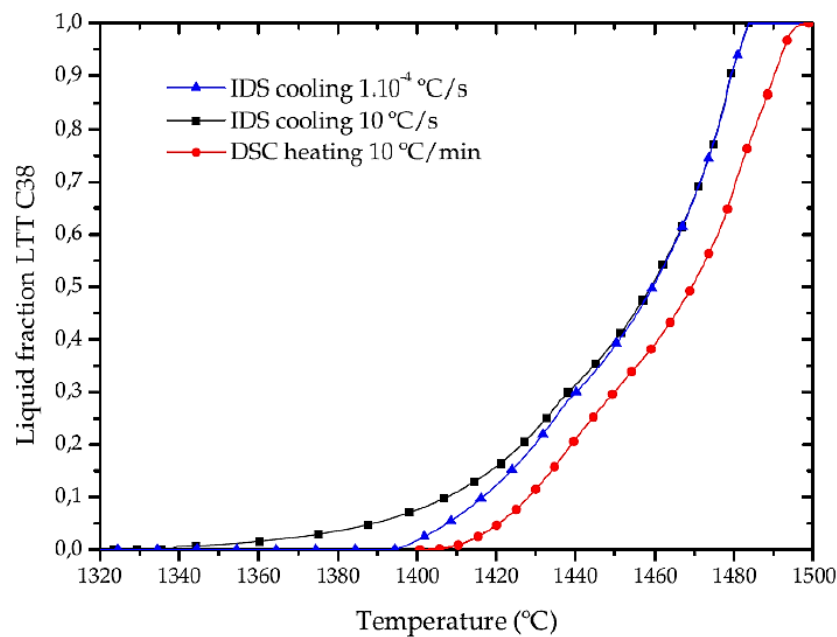


Fig. 2.4 –Evolution de la fraction de liquide en fonction de la température obtenue par DSC et par calculs thermodynamiques avec IDS software [LOZ14]

Concernant la suite de l'étude et pour l'interprétation des résultats du travail de la caractérisation expérimentale du comportement, le résultat de calcul IDS pour une vitesse de refroidissement égale à 10°C/s de la figure 2.4 sera retenue pour la détermination de la fraction de liquide en fonction de la température.

2.3.2. Caractérisation de la microstructure

Pour établir des liens entre les propriétés macroscopiques et le matériau, diverses caractérisations microstructurales ont été menées : (i) analyse des échantillons chauffés jusqu'à l'état semi-solide puis trempés, (ii) analyse des faciès de rupture des éprouvettes étirées en traction, (iii) analyse des coupes longitudinales des lopins comprimés.

Les caractérisations ont été réalisées par microscopie optique et microscopie électronique à balayage (MEB) avec utilisation d'une sonde EDS afin d'étudier la distribution des différents éléments d'alliage. Pour les observations métallographiques, les échantillons ont subi un polissage mécanique jusqu'à 1µm (finition avec particules diamantées) suivi d'une attaque chimique avec différents réactifs selon les objectifs poursuivis (les détails sont fournis dans le tableau 2.1). L'attaque Nital a été principalement utilisée pour révéler les joints de grains et la microstructure.

Attaque chimique	Composition	Concentration	Conditions	Application
Nital	Ethanol HNO ₃	100ml 2-4ml	Température ambiante de quelques secondes à quelques minutes	Microstructure
Groesbeck	Eau NaOH KMnO ₄	100ml 4g 4g	à 70°C	Carbures
Béchet-Beaujard	Acide picrique solution Teepol Eau		à 70°C	Joints de grain austénitiques
HCL 50%	Acide chlorhydrique Eau distillée	50ml 50ml	à 70°C 15-25 min	Observation du fibrage

Tableau. 2.1 – Réactifs pour les attaques chimiques [GUO13]

2.4. Protocole expérimental

Pour caractériser le comportement mécanique de l'acier C38LTT à l'état semi-solide, nous avons réalisé des essais de traction/compression sur le simulateur Gleeble du CREAS ASCOMETAL. Le chauffage de l'éprouvette est réalisé par effet Joule. Un courant électrique traverse l'éprouvette et une partie de l'énergie électrique est transformée en chaleur grâce à la résistivité électrique du matériau. Les intérêts du simulateur Gleeble pour atteindre le comportement du matériau sont multiples :

- (a) les températures accessibles varient entre 20°C et 1600°C, elles sont donc en bon accord avec les températures visées [1200°C-1450°C] dans le cadre de cette étude
- (b) les vitesses de chauffage sont proches de celles obtenues par induction, système de chauffage traditionnellement utilisé pour le thixoforgeage

- (c) les vitesses de déformation restent inférieures à celles obtenues en mise en forme (ne dépasse pas 100 s^{-1}) mais sont plus élevées que celles obtenues sur des machines de traction classique ($\sim 0.1 \text{ s}^{-1}$)
- (d) les essais peuvent s'effectuer sous vide pour éviter l'oxydation
- (e) des cellules de force permettant de mesurer des forces inférieures à 5 kN sont disponibles.

La principale difficulté rencontrée au cours des essais a été de mesurer et de contrôler la température en cours d'essais.

2.4.1. Essais de traction à l'état semi-solide avec la machine Gleeble

Le simulateur thermomécanique Gleeble se présente sous la forme d'une machine de traction horizontale avec des mors refroidis par une circulation d'eau. L'essai consiste à chauffer l'éprouvette par effet Joule à la température d'essai, selon un cycle de chauffage prédéfini, puis à déclencher le déplacement du vérin hydraulique à une vitesse précise. Un exemple de programme de pilotage est présenté sur la figure 2.5 où on définit le cycle de chauffage (choix d'une température cible pour une durée de temps de chauffage donnée, le rectangle rouge dans la figure 2.5) et la vitesse de déplacement (choix d'une course de déplacement du vérin pour une durée de temps déterminée, rectangle vert dans la figure 2.5).

#	L	Time	Axis 1	Axis 2	Axis 3
1		System			
2		Stress-Strain	Axial strain using LGauge, l = 8.000mm, d = 10.000mm		
3		Acquire	LForce1K LGauge PowAngle PTemp Strain Stress Stroke TC3		
4	*				
5	*				
6	*				
7		Start	☒ Mechanical	☐ High	☒ Thermal
8		Mode	Lforce1k (N)	Wedge (cm)	TC3 (C)
9		Sample	200.0Hz		
10		Zero	Stroke		
11		Mode	Stroke (mm)	Wedge (cm)	TC3 (C)
12		GSL>	set tpcoef to 0.2		
13		GSL>	set ticoef to 0.2		cycle de chauffage
14		00:01.0000	0.00	0.000	0
15		00:30.0000	0.00	0.000	1300
16		00:10.0000	0.00	0.000	1300
17		00:05.0000	0.00	0.000	1350
18		00:04.0000	0.00	0.000	1350
19		00:15.0000	0.00	0.000	1370
20		00:05.0000	0.00	0.000	1370
21		00:10.0000	10.00	0.000	1370
22		00:01.0000	10.00	0.000	0
23		00:10.0000	10.00	0.000	0
24		End	☐ Mechanical	☐ High	☐ Thermal

Fig. 2.5 –Exemple de programme de pilotage d'un essai de traction à l'état semi-solide

2.4.1.1. Eprouvette, montage et mise en place

Pour ce qui est de la géométrie de l'éprouvette, DSI Gleeble propose un ensemble de géométries optimisées pour différents tests de caractérisation. Pour les essais de traction, on a choisi des éprouvettes cylindriques de diamètre 10 mm et de longueur 116.5 mm (figure 2.6) pour laquelle la zone centrale homogène en température (zone utile de l'éprouvette) est estimée égale à une longueur de 10 mm [DSI13]. Les deux longueurs filetées de 15.25 mm aux extrémités sont prévues pour les écrous de serrages contre les mors.

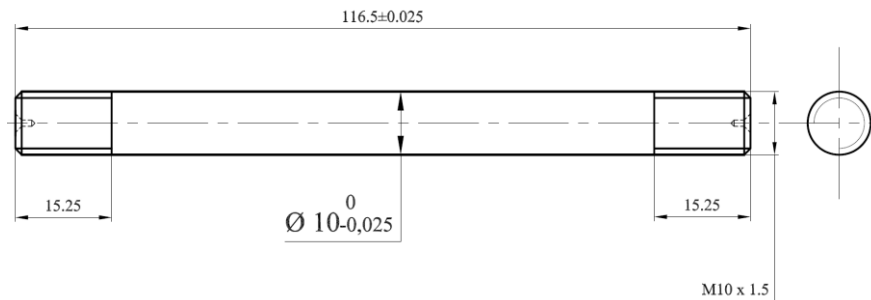


Fig. 2.6 –Géométrie d'une éprouvette testée en traction

Les éprouvettes ont été usinées dans des barres obtenues en forgeage à chaud (1100°C) à partir des lopins laminés (figure 2.7). Le forgeage des lopins a été fait en écrasant son diamètre en plusieurs passes suivant plusieurs angles (0° - 90° - 0°) afin de l'étirer dans sa longueur. À partir d'un lopin initial de 45mm de diamètre on obtient une barre étirée de 20mm*20mm de section (un taux de corroyage égal à 3.97) dont la microstructure après le refroidissement à l'air ambiante est ferrito-perlitique fine.

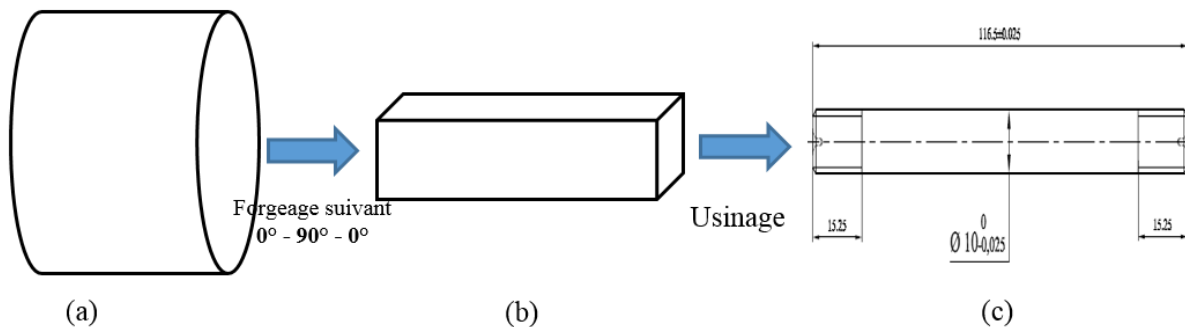


Fig. 2.7 –Histoire thermomécanique de fabrication de l'éprouvette : (a) lopin laminé, (b) barre forgée, (c) éprouvette usinée

Pour les essais de traction à l'état semi-solide, le montage low-force du module paketjaw de la gleeble [DSI13] a été utilisé avec une cellule d'effort sensible au faible effort dont la capacité de mesure est inférieure à 5KN.

Pour mesurer l'allongement des éprouvettes, nous n'avons pas retenu la mesure par déplacement du vérin car les phénomènes de rattrapage de jeu sont non négligeables devant

les faibles allongements observés durant les essais à l'état semi-solide. Par ailleurs, nous n'avons pas eu recours aux extensomètres dans ces gammes de température.

La mesure de l'allongement a été effectuée par le capteur LVDT (LGAUGE) monté entre les mors de la machine. Grâce à ce capteur, on peut mesurer le déplacement des deux mors que l'on suppose correspondre à l'allongement de l'éprouvette. En effet, étant donné la très faible raideur du matériau, dans cette gamme de température, on considère que le montage ne se déforme pas et que le déplacement mesuré au niveau des mors est quasiment identique à celui mesuré au niveau de l'éprouvette. La figure 2.8 offre une vue d'ensemble du montage de traction mis en œuvre.

Notons de plus que le fait d'être dans une phase pâteuse et de travailler autour de 1350°C exclut tout recours possible aux techniques de dépôts de réseau de grilles ou de motifs en surface afin de suivre leur déformation [SHI12]. Ce constat vaut également pour les différentes techniques par corrélation d'image.

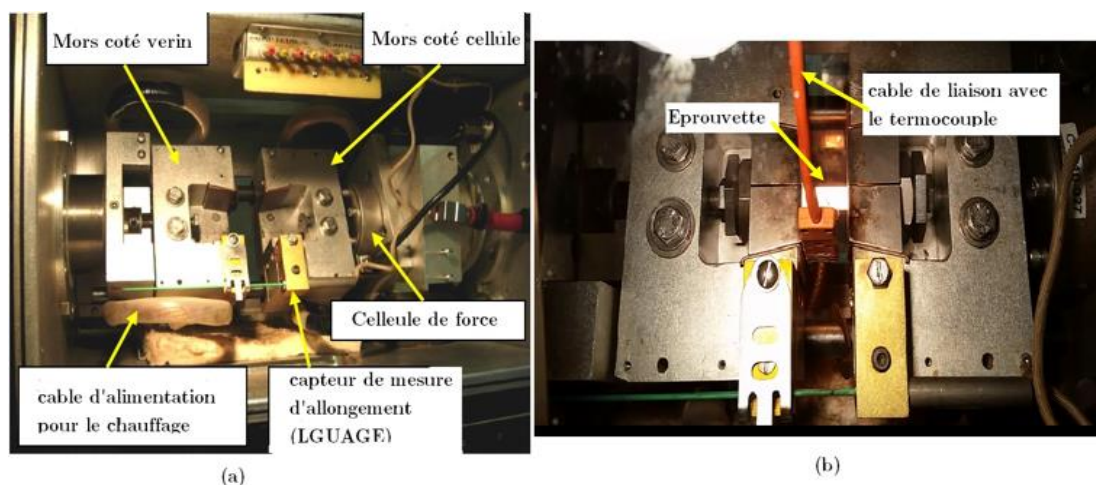


Fig. 2.8 –Montage d'essai de traction, (a) sans éprouvette ; (b) avec éprouvette

Le profil de la température enregistré sur la longueur de l'éprouvette dépend du type de mors employés et de la longueur de la zone de contact mors-éprouvette ([DSI13], [TRO91] et [NOR02]). Quatre principaux types de mors sont disponibles sur Gleeble [DSI13] :

- Hot Jaw : Mors creux en acier inoxydable employés à des applications à haute température (ce sont les mors utilisés dans le cadre de notre étude)
- Half-contact Jaw : Mors « demi-contact »
- Full-contact jaw : Mors de « contact total »
- Copper Jaw : Mors en cuivre

Un récapitulatif sur la spécificité des différents mors est réalisé dans le tableau 2.2.

Jaws	Hot jaw	Half -contact jaw	Full-contact jaw	Copper jaw
Jaw Material	AISI 304	AISI 304	AISI 304	Copper
Contact Length	4.25 mm	12.70 mm	30.48 mm	30.48 mm
$\Delta T/\Delta x$ over half free span	2°C/mm	7 °C/mm	27 °C/mm	62°C/mm

Tableau. 2.2 –Caractéristiques des mors utilisés sur la Gleeble [DSI13]

La figure 2.9 illustre, pour une éprouvette en acier de 10 mm de diamètre et de 116 mm de longueur, l'influence exercée par chacun des différents mors sur le profil de la température le long de l'éprouvette (position par rapport au centre).

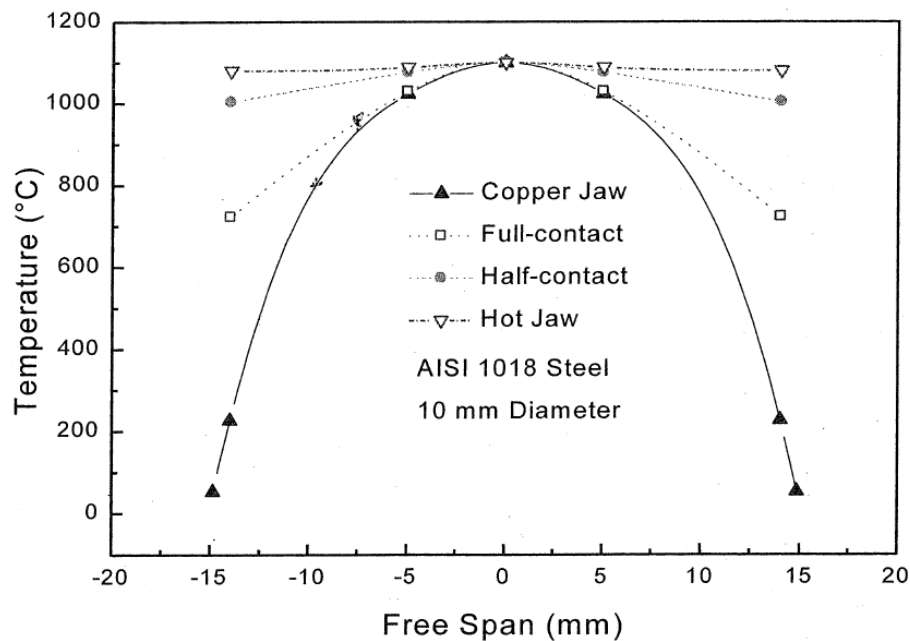


Fig. 2.9 – Profil de température mesurée sur toute la longueur de l'éprouvette pour les quatre types de mors [DSI13]

Dans notre étude, nous avons retenu des mors de fixations creux en inox (*stainless Hot Jaw*) pour lesquels le contact entre l'éprouvette et les mors froids intervient aux extrémités avec une longueur de contact de 4.25 mm (figure 2.10). Cela permet de réduire le gradient thermique longitudinal dans la zone utile de l'éprouvette.

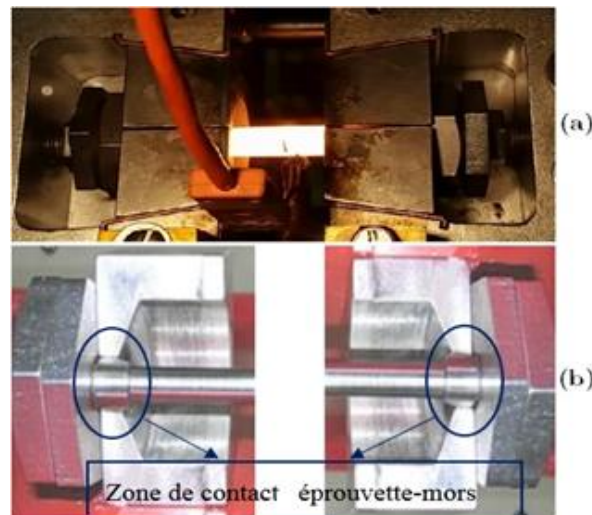


Fig. 2.10 –Montage de fixation de l'éprouvette (a) Éprouvette fixée avec les mors ; (b) Mors de serrage avec l'éprouvette

2.4.1.2. Gestion de la compensation de la dilatation thermique

Lors du chauffage, l'éprouvette se dilate sous l'effet de la température. Cette dilatation a été mesurée comme étant de l'ordre de 1.5 mm pour des températures de test de l'ordre de 1400°C, ce qui engendre une déformation de compression non négligeable de l'éprouvette. En général, pour accompagner cette dilatation, le vérin hydraulique de la Gleeble est piloté avec la consigne « garder une force nulle » lors du chauffage. La machine procède alors elle-même à des ajustements de la position des mors de sorte à annuler l'effort dû à la dilatation de l'éprouvette. Par contre, le temps de réponse de la machine et l'amplitude des oscillations du vérin qui est de l'ordre de grandeur de la contrainte d'écoulement de l'éprouvette à l'état semi-solide rendent cette solution peu efficace. Nous avons par exemple constaté une déformation de l'échantillon pendant le chauffage à des températures élevées.

Pour résoudre ce problème, nous avons mis en place un système de jeu manuel entre le mors et le vérin, avec l'intermédiaire de la vis de liaison entre les deux parties du montage, dégageant un jeu de 3 mm du côté mors mobile pendant la phase de chauffage (figure 2.11).

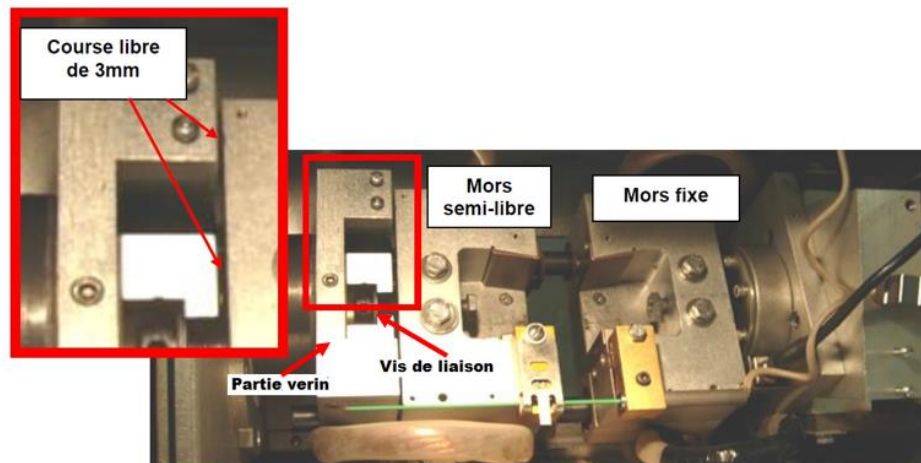


Fig. 2.11 – Compensation de la dilatation thermique

La méthode consiste à rendre libre le mors du coté vérin sur une distance égale à la longueur du jeu. Le mors peut donc bouger librement pendant le chauffage. L'effort mécanique de traction est appliqué lorsque le vérin est en butée avec la vis de liaison, et par conséquent avec le mors. La figure 2.12 décrit les différentes étapes du phénomène de compensation de la dilation pour un essai de traction. Pendant l'essai, il est important de maintenir un serrage de l'éprouvette sur chacun des mors (fixe et semi-libre), afin de garantir un bon contact électrique.

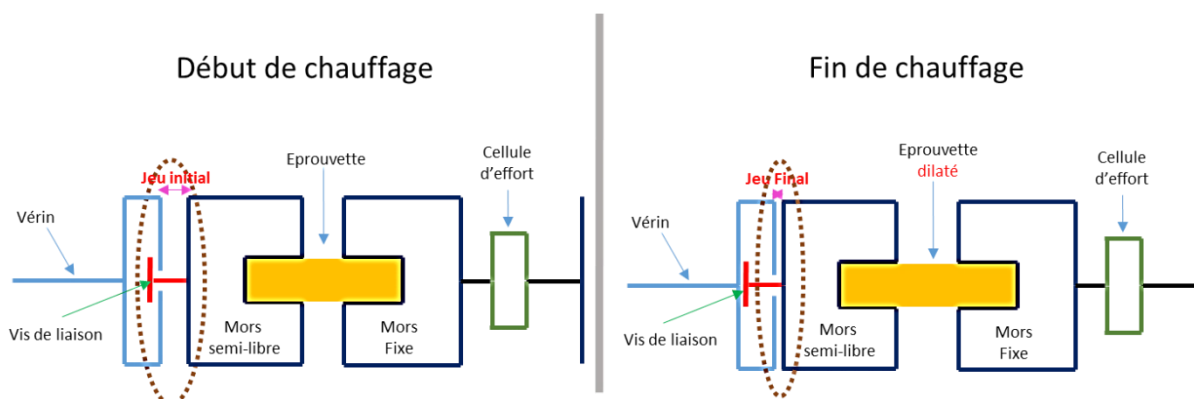


Fig. 2.12 – Compensation de la dilatation thermique de l'éprouvette durant le chauffage

2.4.2. Mesure et contrôle de la température d'essai

2.4.2.1. Contrôle de la température par thermocouple

Durant le chauffage, le contrôle de la température est réalisé grâce à un thermocouple de type S soudé sur la surface de l'éprouvette et lié à une chaîne d'acquisition qui permet de remonter la mesure au système de régulation de la machine. À son tour, le système de régulation contrôle la puissance électrique dégagée pour le chauffage en se basant sur un comparatif

entre la température de l'éprouvette (mesurée par le thermocouple) et la température de consigne déjà prédéfinie en fonction de cycle de chauffage programmé par l'opérateur (PID). Pour notre campagne d'essai, nous avons utilisé des thermocouples de type S à usage continu de 0°C jusqu'au 1450°C.

Le soudage du thermocouple à la surface de l'éprouvette (figure 2.13) a pour conséquence que la température mesurée est une température de surface. Etant donné les fractions de liquide faibles étudiées ici (< 0.2), l'éprouvette n'est pas confinée dans une gaine de quartz comme c'est parfois le cas dans les essais Gleeble.

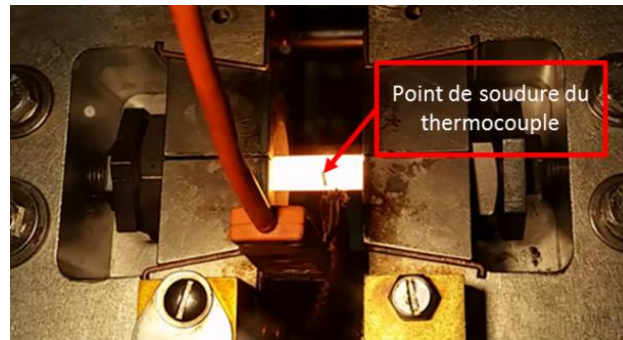


Fig. 2.13 Emplacement du thermocouple soudé sur l'éprouvette de traction

Pour vérifier la présence ou non d'un gradient thermique radial, nous avons calculé la perte de la chaleur due au rayonnement entre le cœur et la surface de l'éprouvette. Dans le cas d'un chauffage par effet joule sous vide, le cas de notre étude, les pertes radiales de la chaleur due aux échanges par convection sont négligeables devant celles dues au rayonnement. Nous ne considérerons donc que les pertes dues au rayonnement.

Pour un problème axisymétrique stationnaire et dans le cas des cordonnées cylindriques, la température ne dépend que du rayon r et l'équation de chaleur se présente sous la forme suivante :

$$\rho C \dot{T} = k \left(\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial T}{\partial r} \right) \right) + s = 0$$

Où ρ est la masse volumique, C la capacité thermique, k la conductivité thermique et s est la source de chaleur par unité de volume.

En supposant un état stationnaire (cette hypothèse est justifiée par le fait que la température au cours d'un essai évolue peu), on obtient :

$$\frac{-s r}{k} = \frac{\partial}{\partial r} \left(r \frac{\partial T}{\partial r} \right)$$

Une première intégration donne :

$$\frac{-s r}{2k} + \frac{A}{r} = \frac{\partial T}{\partial r}$$

Et après une deuxième intégration la température s'exprime sous la forme suivante :

$$\frac{-s r^2}{4k} + A \ln r + B = T$$

Où A et B sont deux constantes d'intégration à identifier en fonction des conditions aux limites.

Pour un rayon r nul, la température est égale à la température du cœur ($r \rightarrow 0 \Rightarrow T \rightarrow T_{fini}$ (température du cœur de l'éprouvette)). Ceci entraîne que la constante A est nulle $A=0$. En conséquent la formulation de la température devient :

$$\frac{-s r^2}{4k} + B = T$$

Avec la loi de Fourier, le flux de chaleur par conduction dans l'éprouvette s'exprime sous la forme suivante :

$$\varphi = -k \frac{\partial T}{\partial r} = \frac{s r}{2}$$

En surface de l'éprouvette ($r=R$), le flux est égal à :

$$\varphi(r = R) = \varepsilon \sigma_{SB} T^4$$

En conséquent :

$$\varphi(R) = \frac{s R}{2} = \varepsilon \sigma_{SB} \left(\frac{-s R^2}{4k} + B \right)^4$$

ε est l'émissivité du matériau et σ_{SB} est la constante de Stefan-Boltzmann.

Ce qui fait que la constante B est égale à la température du cœur T_0 et elle s'exprime sous la forme suivante :

$$B = \left(\frac{s R}{2 \varepsilon \sigma} \right)^{\frac{1}{4}} + \frac{s R^2}{4k} = T_0$$

Dans notre étude, pour un acier à chaud les constantes retenues sont :

$$\varepsilon=0.8, \sigma_{SB} = 5,67 \cdot 10^{-8} W.m^{-2}.K^{-4}, R = 0.005 m \text{ et } k = 33 W.m^{-1}.K^{-1}$$

La source de chaleur s dépend de la température. Elle était identifiée en fonction de la température au cœur (la constante B). Pour une température au cœur égale à 1360°C, la source $s=6 \cdot 10^7 W/m^3$.

Le gradient thermique entre le cœur et la surface G s'exprime sous la forme suivante :

$$G = \frac{T_0 - T_s}{T_0} = \frac{T_0 - T_0 + \frac{s R^2}{4k}}{T_0} \cong 0.85\%$$

Ce qui signifie que pour une température égale à 1360°C au cœur la surface est à 1348.5°C.

La connaissance de la température et de son évolution est cruciale dans notre étude car le comportement du matériau est très sensible à la température. La mesure de cette dernière par thermocouple est délicate car elle dépend de la qualité de contact entre l'éprouvette et le thermocouple. L'apparition de liquide engendre des défauts de contact et par conséquent, influence la qualité de la mesure de la température par le thermocouple. Afin de résoudre ce problème, un système optique dans le domaine ultraviolet de contrôle de température a été mis en place pour vérifier la mesure de la température par thermocouple pour chaque essai. Les mesures de température par pyrométrie UV ont été réalisées avec l'aide de Nicolas Ranc, Maître de Conférences au PIMM.

2.4.2.2. Mesure de la température par pyrométrie ultraviolet

La technique de pyrométrie optique est une technique de mesure sans contact entre le matériau d'étude et le moyen de mesure. Elle consiste à mesurer le flux thermique rayonné par une surface d'un matériau à une certaine température T . Le flux thermique associé à une longueur ou gamme de longueur d'onde choisie est en effet relié à la température via la loi de Planck.

Dans le cas d'un corps noir, cette relation est directe. Dans le cas général, elle dépend de l'état de surface et de la température du matériau. La notion d'émissivité permet de relier l'émission d'un corps réel par rapport à l'émission d'un corps noir. Ainsi, dans le cas d'un corps noir, l'émissivité vaut 1 et la loi de Planck vaut :

$$L^0(\lambda, T) = \frac{C_1 \lambda^{-3}}{\exp\left(\frac{C_2}{\lambda T}\right) - 1} \quad [2.1]$$

Avec λ la longueur d'onde du rayonnement, $C_1 = 2hc_0^2 = 1.19108 \times 10^{-16} \text{ W.m}^{-2}.\text{sr}^{-1}$ et $C_2 = \frac{hc_0}{\sigma_{SB}} = 1.4389362 \times 10^{-2} \text{ m.k}$ où C_0 est la vitesse de lumière, h la constante de Planck et σ_{SB} la constante de Boltzmann.

L'émissivité du matériau est le rapport entre le flux thermique du matériau et celle du corps noir pour une longueur d'onde donnée, l'équation de l'émissivité vaut :

$$\varepsilon(\theta, T) = \frac{L(\lambda, \theta, T)}{L^0(\lambda, T)} \quad [2.2]$$

La plupart des pyromètres actuels travaille dans le domaine de l'infrarouge (IR) car c'est dans cette bande spectrale que l'énergie émise est la plus importante. La figure 2.14 représente l'évolution de la luminance en fonction de la longueur d'onde pour plusieurs températures.

Cependant, l'incertitude sur le coefficient d'émissivité entache la mesure de température d'erreur. Les relations 2.1 et 2.2 permettent de déduire l'erreur relative de la température due à la méconnaissance de l'émissivité :

$$\frac{\Delta T}{T} = \frac{\lambda T}{C_2} \frac{\Delta \varepsilon}{\varepsilon}$$

Ce calcul montre que cette erreur est minimisée pour les faibles longueurs d'onde. Elle est donc plus faible pour les longueurs d'onde UV que pour les longueurs d'onde IR.

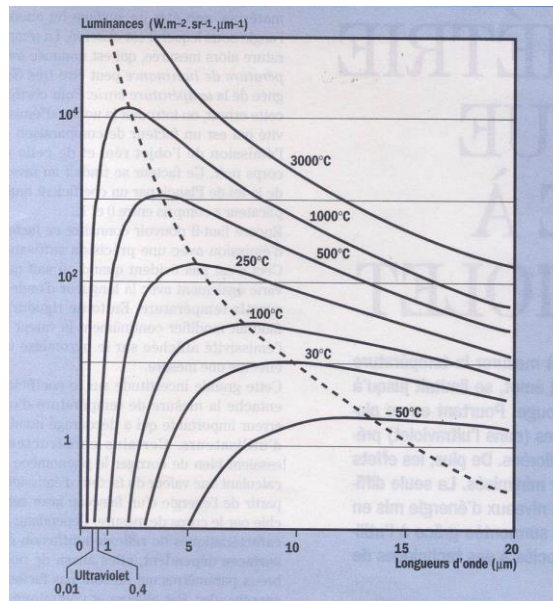


Fig. 2.14 Évolution de la luminance en fonction de la longueur d'onde pour différentes températures [PAJ89]

Dans le cas des corps à hautes températures, l'énergie du rayonnement émis est plus élevée qu'à température ambiante et devient donc détectable avec les détecteurs actuels. La pyrométrie UV est donc très bien adaptée pour mesurer des températures comprises entre 1000°C et 1500°C. Le signal émis pour des températures inférieures à 800°C est trop faible pour être détecté.

Un autre avantage de la pyrométrie UV par rapport à la pyrométrie IR est que travailler sur des faibles longueurs d'onde permet d'augmenter la précision sur la mesure de la température. En effet, on constate que le calcul de l'incertitude de mesure dans la gamme UV est faible : $\frac{\Delta T}{T} < 3\%$.

La figure 2.15 montre le système pyrométrie ultraviolet utilisé pour la vérification de la température mesurée par le thermocouple durant les essais. Il est composé d'une lentille qui focalise le rayonnement sur un détecteur qui le convertit en signal électrique. Le principe de fonctionnement est basé sur la mesure du rayonnement de l'éprouvette dans le domaine de l'ultraviolet. La température est déterminée en fonction de la relation, déjà prédéfinie au moment de l'étape de calibration (relation proportionnelle à la loi du Planck). Cette méthode de mesure peut être très précise à condition cependant d'être bien calibrée, le rayonnement mesuré étant dépendant de nombreux paramètres : émissivité de l'objet, uniformité de la source, géométrie du dispositif.

La calibration du pyromètre se fait par l'intermédiaire d'un corps noir placé dans un four à régulation manuelle. En effet, le corps noir est un corps isotherme qui absorbe la totalité du rayonnement qu'il reçoit quelles que soient les directions et la longueur d'onde. Il émet un maximum d'énergie pour chacune des températures considérées et pour chacune des longueurs d'onde. Il est un émetteur parfait caractérisé par une émissivité de 1 qui sert de référence aux autres sources de rayonnement puisque sa luminance dépend uniquement de la température et de la longueur d'onde [CHA10].

La figure 2.15 représente le dispositif de calibration. Celui-ci obéit aux mêmes conditions que la configuration en service sur la Gleeble. La distance entre l'éprouvette et le système de pyrométrie est par exemple la même qu'entre le pyromètre et l'éprouvette, et l'ouverture d'émission du corps noir est égale à la surface d'émission de l'éprouvette.

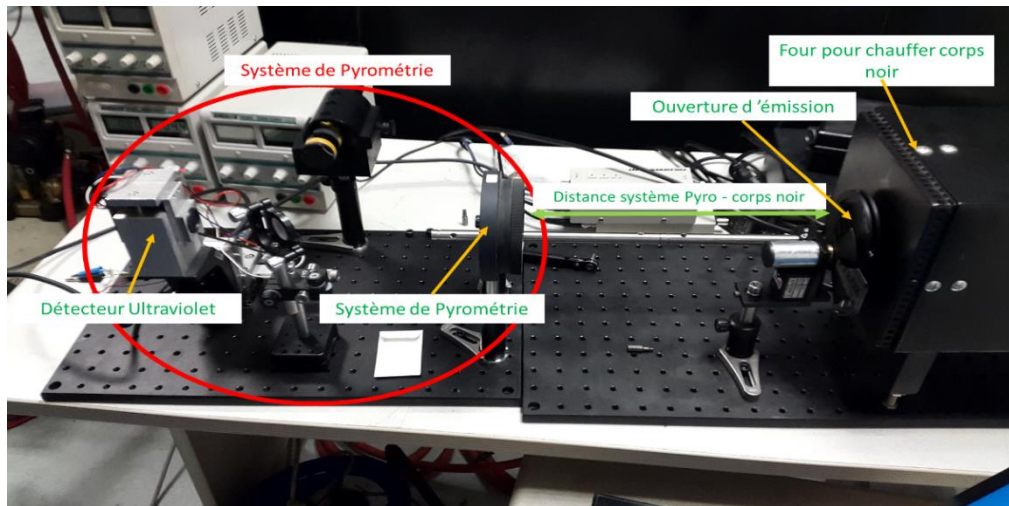


Fig. 2.15 Dispositif de calibration pour les essais de traction

La figure 2.16 montre la relation entre le nombre de photons mesuré par le capteur et la température du corps issue de l'étape de calibration. Nous constatons que pour des températures comprises entre 1300 et 1500°C, le pyromètre est très sensible à la variation de la température. En revanche, il est incapable de mesurer des températures inférieures à 1100°C.

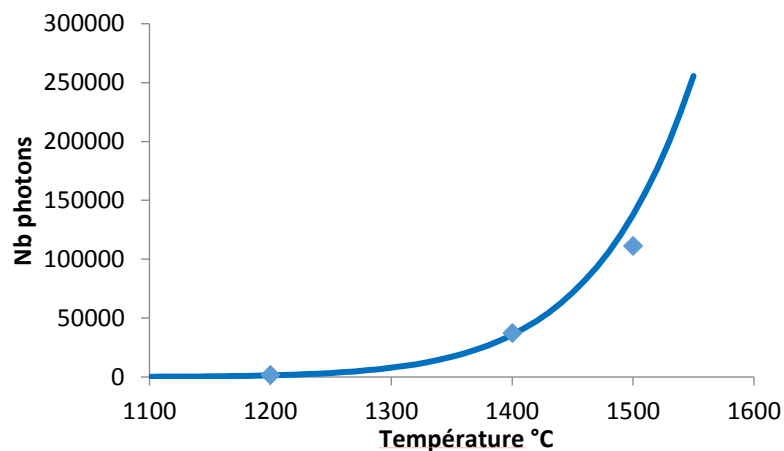


Fig. 2.16 Evolution du nombre de photons mesurés par le pyromètre en fonction de la température du corps noir

Notre choix de privilégier la pyrométrie UV [HER91] découle du fait que dans la bande spectrale la plus faible (qui correspond ici à l'UV, figure 2.17), l'émissivité peut être considérée comme constante [PIE07] et qu'en conséquence, l'influence de la variation de l'émissivité sur la mesure de la température est négligeable.

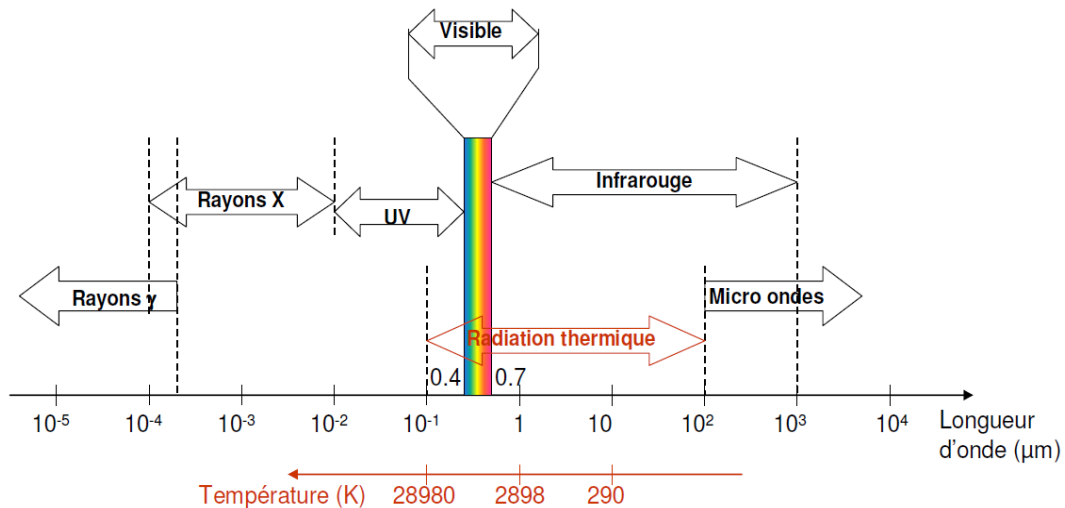


Fig. 2.17 Le rayonnement thermique dans le spectre électromagnétique [CHA10]

2.4.3. Visualisation des essais

Une caméra à haute fréquence d'acquisition (45 image/s) a été utilisée pour filmer les essais. Les images obtenues permettent d'observer l'évolution de la géométrie de l'éprouvette pendant la déformation et de la corrélérer avec la courbe Force-Déplacement. La figure 2.18 montre une photographie de l'éprouvette à l'état initial après le chauffage.

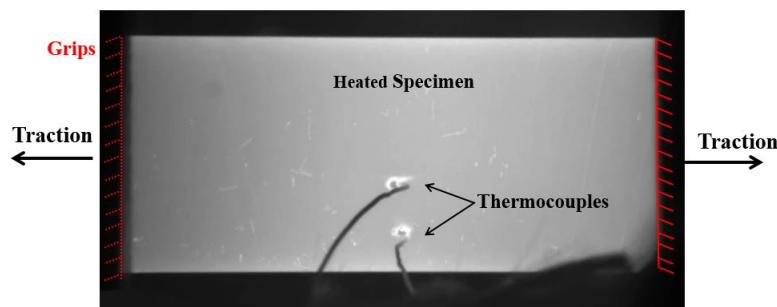


Fig. 2.18 Photo de l'état initial d'une l'éprouvette

Pour identifier les mécanismes de rupture, les éprouvettes rompues ont été systématiquement trempées dans un flux gazeux d'hélium.

2.4.4. Essais de compression

L'essai de compression consiste à comprimer un plot, de 10 mm de diamètre et de 15 mm de longueur, entre deux tas plats (figure 2.19). Tout comme pour l'essai de traction, l'essai débute par l'étape de chauffage de l'éprouvette jusqu'à la température d'essai, puis le déplacement du vérin hydraulique se déclenche pour écraser le plot. L'élongation de l'éprouvette est mesurée avec un extensomètre mors-à-mors (Lgauge) et l'asservissement de

la température est piloté avec un thermocouple. Le système de pyrométrie UV n'avait pas encore été mis en place lorsque cette campagne d'essais de compression a été menée.

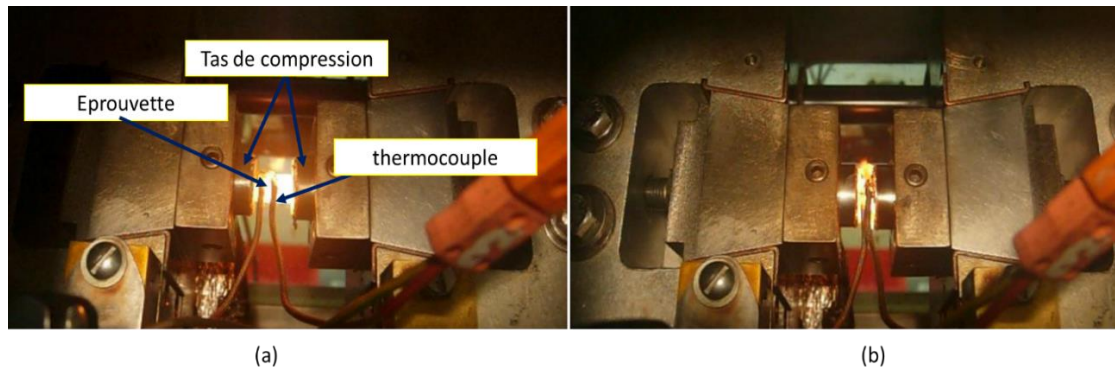


Fig. 2.19 Montage en compression : (a) début de l'essai, (b) fin de l'essai

Pour minimiser le gradient thermique longitudinal sur la longueur de l'éprouvette lors de la compression à haute température, le montage « ISO-T Flow stress » de la Gleeble a été utilisé car les échanges thermiques entre les tas de compression et les mors de la machine sont optimisés ([DSI Note] et [DSI96]). Entre l'éprouvette et les tas de compression, deux papiers ont été placés : un papier de graphite afin de minimiser l'effet de frottement lors de la compression et un papier de tantale afin de prévenir la diffusion du carbone due au graphite dans l'éprouvette (figure 2.20).

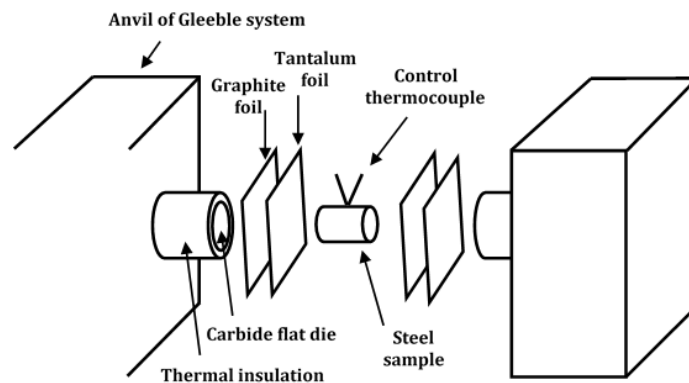


Fig. 2.20 Vue d'ensemble du montage de compression sur la Gleeble

2.5. Conclusion

Ce chapitre développe le protocole et la procédure de réalisation des essais pour la caractérisation expérimentale du comportement du C38 LTT à l'état semi-solide. Un récapitulatif sur les techniques et les moyens utilisés est détaillé dans le tableau 2.3.

Problématiques	Solutions techniques
----------------	----------------------

Mesure de la température à l'état semi-solide	(a) Utilisation d'un thermocouple de type S avec un système de pyrométrie UV
Géométrie de l'éprouvette Présence d'un gradient thermique longitudinale sur les éprouvettes	(b) Utilisation du montage « low-force » de la Gleeble en traction avec les mors de fixations « stainless Hot Jaw » et une géométrie d'éprouvette optimisée (c) Utilisation du montage « ISO-T Flow stress » en compression avec des papiers de graphite et tantale
Mesure de l'effort de l'essai	(a) Utilisation d'une cellule d'effort sensible au faible chargement sur le montage Low- force de la Gleeble
Mesure de l'allongement de l'éprouvette	(b) Utilisation du capteur LVDT (LGAUGE)
Compensation de la dilatation thermique	(c) Solution sur le montage avec la mise en place d'un jeu mécanique

Tableau. 2.3 Récapitulatif des techniques utilisées pour l'amélioration du protocole expérimental

Les moyens expérimentaux mobilisés ont été décrits en détails. Les améliorations apportées pour permettre des mesures force-déplacement-température ont été précisées. La spécificité de la nuance d'acier utilisée a été donnée.

Les résultats des essais expérimentaux ainsi que leurs intérêts pour la compréhension du comportement de l'acier à l'état semi-solide seront présentés dans le chapitre 3.

2.6. Références bibliographiques

- [BOU13] Bouffier, L. (2013). Modélisation de la fissuration à chaud lors du soudage de l'alliage base nickel IN600 (Doctoral dissertation, Grenoble).
- [CHA10] Chauvin, C. (2010). Contribution à la mesure de température des matériaux sous choc modéré par pyrométrie optique (Doctoral dissertation, ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique-Poitiers).
- [DAN96] Dang, M. C., Blandin, J., & Baudalet, B. (1996). Flow stress in a material with liquid grain boundaries under different test conditions. *Acta Materialia*, 44, pp. 3991-4002.
- [DSI Note] DSI Inc. Application Note: Axisymmetric Uniaxial Compression Testing Using ISO-T Anvils on Gleeble Systems.
- [DSI13] Training, G. U. (2013). Gleeble Systems and Applications. Dynamic Systems Inc., Poestenkill, New York, 8.
- [DSI96] GLEEBLE® 3500/3800 Options Reference Manual 2/98 N320, Chapter: Hot Deformation Options, Dynamic Systems Inc., 1996-1998.
- [FRA08] Fraipont, C., & Lecomte-Beckers, J. (2008, July). Alloy characterization to adapt steels to thixoforming: study of a high chromium high carbon steel. In *Solid State Phenomena* (Vol. 141, pp. 523-527).
- [GUO13] Guochao, GU. (2013) Caractérisation des propriétés d'emploi des aciers thixoforgés : vers la maîtrise du processus de fabrication (Doctoral dissertation, Arts et Métiers ParisTech).
- [HER91] Hervé, P., Sicard, J., & Rakotoarisoa, M. (1991). Pyrométrie dans l'ultraviolet. In *Actes du colloque de thermique SFT*, Belfort (pp. 139-142).
- [LEC05] Lecomte-Beckers J, Rassili A, Carton M, Robelet M, Koeune R: Study of the liquid fraction and thermophysical properties of semi-solid steels and application to the simulation of inductive heating for thixoforming. In *Advanced Methods in Material Forming*: Springer Berlin Heidelberg; 2005.

- [LOZ12] Lozares, J., Azpilgain, Z., Hurtado, I., Ortubay, R., & Berrocal, S. (2012, February). Thixo Lateral Forging of a Commercial Automotive Spindle from LTT45 Steel Grade. In *Key Engineering Materials* (Vol. 504, pp. 357-360). Trans Tech Publications.
- [LOZ14] Lozares, J., Azpilgain, Z., Hurtado, I., & Loizaga, I. (2014). Analysis of a Thixo-lateral Forged Spindle from LTT C45, LTT C38 and LTT 100Cr6 Steel Grades. *Solid State Phenomena*.
- [MAI93] Maillet, D., André, S., & Degiovanni, A. (1993). Les erreurs sur la diffusivité thermique mesurée par méthode flash: confrontation théorie-expérience. *Journal de Physique III*, 3(4), 883-809.
- [NOR02] Norton, S. J. (2002). Development of a Gleeble based test for post weld heat treatment cracking in nickel alloys (Doctoral dissertation, The Ohio State University).
- [PAJ89] PAJANI, D. Mesure par thermographie infrarouge. 1989. 450 pages. ADD ,diteur.
- [PH08] Phillion, A. B., Thompson, S., Cockroft, S. L., & Wells, M. A. (2008). Tensile properties of as-cast aluminium alloys AA3104, AA6111 and CA31218 at above solidus temperature. *Materials Science and Engineering A*, 497, pp. 388-394.
- [PIE07] Pierre, T. (2007). Mesure de la température à l'échelle microscopique par voie optique dans la gamme ultraviolet-visible (Doctoral dissertation, Vandoeuvre-les-Nancy, INPL).
- [PUT04] Püttgen W, Bleck W: Thixoforming/semi-solid forming: DTA-measurements to determine the thixoformability of steels. *Steel Research International* 2004, 75:531-536.
- [RAS05] A. Rassili, C. Geuzaine, P. Dular, M. Robelet, J. Demeurger and D. Fischer: "Semi solid metal forming, modelling and investigations", Int. Conf. on Computational Methods for Coupled Problems in Science and Engineering, Santorini, Greece, May (2005)
- [RAS06] Rassili, A., Robelet, M., & Fischer, D. (2006, October). Thixoforming of carbon steels: inductive heating and process control. In *Solid State Phenomena* (Vol. 116, pp. 717-720).
- [SHI12] Shi, B. Q., & Liang, J. (2012). Circular grid pattern based surface strain measurement system for sheet metal forming. *Optics and Lasers in Engineering*, 50(9), 1186-1195.
- [TAK99] Takayama, Y., Tozawa, T., & Kato, H. (1999). Superplasticity and thickness of liquid phase in the vicinity of solidus temperature in a 7475 aluminium alloy. *Acta Materialia*, 47, pp. 1263-1270.
- [TRI91] Troiano, E., Peek, D., & Nippes, E. (1991). Effect of Elevated Temperature Tensile Testing of AF1410 Steel (No. ARCCB-TR-91021). Army armament research development and engineering center watervliet ny benet labs.
- [TZI00] Tzimas, E., & Zavaliangos, A. (2000). Evaluation of volume fraction of solid in alloys formed by semisolid processing. *Journal of Materials Science*, 35(21), 5319-5330.

Chapitre 3 : Caractérisation du comportement rhéologique de l'acier C38LTT à l'état semi-solide

3.1. Introduction

Ce chapitre est consacré à l'exposition des résultats des essais de caractérisations expérimentales du C38LTT à l'état semi-solide en traction, un état dilatant qui favorise l'apparition du phénomène de fissuration à chaud, et en compression, l'état de contrainte majoritaire au moment de la mise en forme. La procédure et le protocole expérimental mis en œuvre ont été discutés dans le chapitre 2.

3.2. Comportement thermomécanique de l'acier C38LTT à l'état semi-solide en traction

Dans cette partie, nous traitons tout d'abord les questions du cycle de chauffage appliqué aux éprouvettes « Gleeble » et du contrôle de la température durant l'essai. La transition du comportement de l'état solide à l'état semi-solide et l'influence de la température et de la vitesse sur le comportement à l'état semi-solide sont ensuite abordées. En conclusion, nous comparerons les résultats du travail à ceux obtenus par d'autres travaux sur l'aluminium et autre alliage [GIR10] [BOU13].

Les essais ont été effectués sur une large plage de température allant de 1280°C (état solide) à 1410°C (état avancé du domaine semi-solide). Ce choix n'est pas fortuit. Il permet d'étudier l'influence de l'apparition du liquide sur le comportement et l'identification des mécanismes de déformation pour différentes fractions de liquide.

3.2.1. Cycle de chauffage et contrôle de température

Tous les essais ont été réalisés en refusion partielle : l'éprouvette est directement chauffée avec une vitesse de chauffage égale à 10-15°C/s en moyenne, jusqu'à la température d'essai, et y est maintenue pendant 30s pour homogénéiser et stabiliser les champs de température avant la déformation. La figure 3.1 représente l'évolution de la température de consigne de la machine (P_{tem}) en fonction du temps pour une température d'essai égale à 1325°C. À partir de la température ambiante, et avec une vitesse de chauffage égale à 14,5°C/s, l'éprouvette est chauffée jusqu'à 1300°C. A partir de cette température, la vitesse de chauffage est ralentie à 1°C/s jusqu'à 1325°C. Enfin, un temps de maintien pour homogénéiser les champs de température est appliqué.

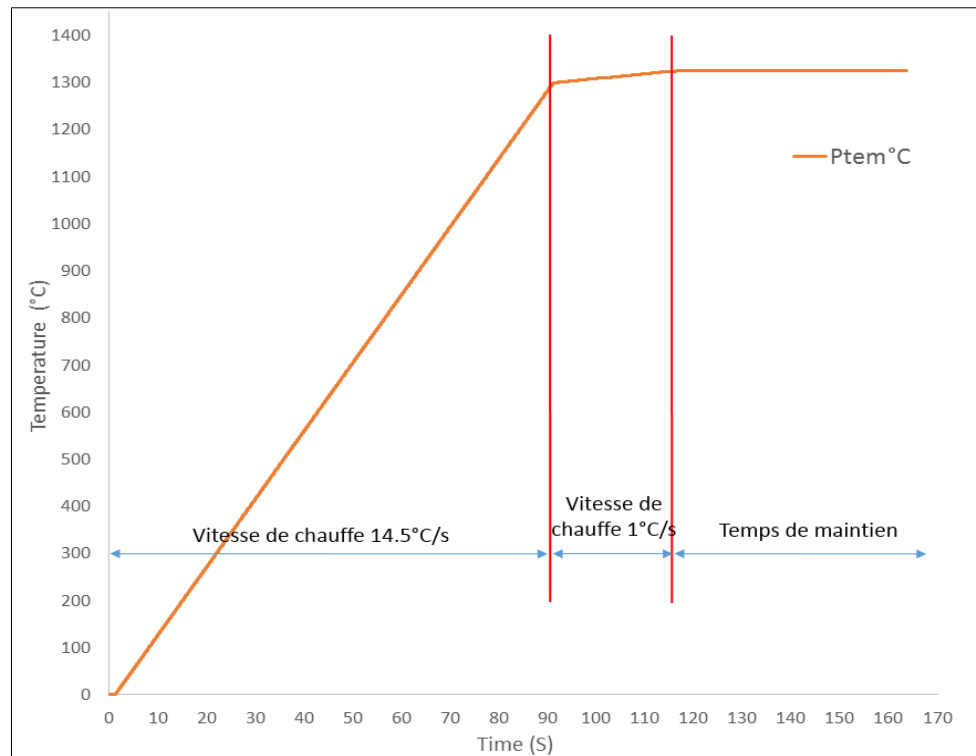


Fig. 3.1 – Cycle de chauffage suivi pour un essai à 1325°C

La mesure de la température de l'éprouvette est réalisée à l'aide d'un pyromètre UV et d'un thermocouple soudé à la surface de l'éprouvette (chapitre 2). Nous rappelons que le thermocouple sert à contrôler le système d'asservissement pour respecter la température de consigne. La figure 3.2 représente l'évolution de la température de consigne de la machine (Ptem) et les températures mesurées par le pyromètre et le thermocouple.

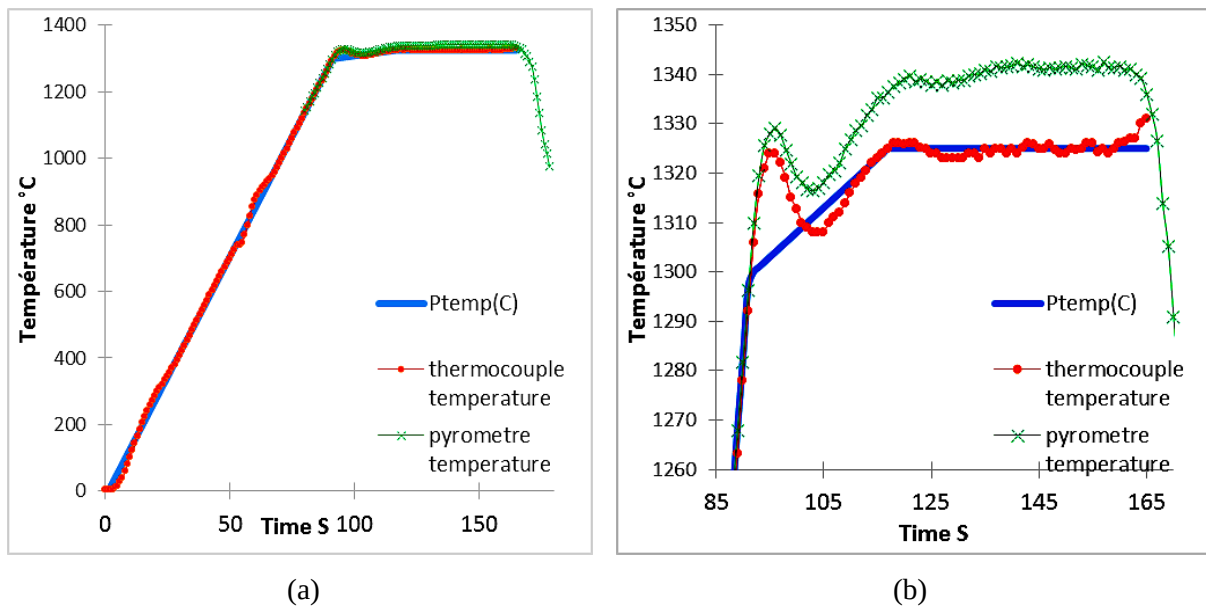


Fig. 3.2 – Évolution de la température de consigne et des températures mesurées par le pyromètre et le thermocouple en fonction du temps : (a) cycle de chauffage entier (b) zoom sur les températures élevées

Pour des températures inférieures à 1320°C, les mesures du pyromètre et du thermocouple sont cohérentes. Par contre, à partir de 1320°C, un décalage entre la mesure du pyromètre et celle du thermocouple a été identifié. Les deux mesures suivent cependant des évolutions similaires avec une montée (overshoot) puis une décroissance de la température pour finalement atteindre une température quasi-stationnaire. Ces évolutions sont dues au système d'asservissement du chauffage. La raison du décalage entre les deux mesures de températures n'est pas clairement identifiée : il peut être dû aux systèmes de mesures eux-mêmes et à leur précision et également à l'apparition de liquide qui peut induire des problèmes de contacts entre l'éprouvette et le thermocouple ou de détérioration de celui-ci. La présence de liquide modifie également l'émissivité du matériau mais l'impact de cette modification reste faible dans la gamme Ultraviolet (chapitre 2). Enfin, l'incertitude sur la position du thermocouple et de la zone de mesure du pyromètre est de l'ordre de 5mm. Elle pourrait être l'origine d'un écart de température. Etant donné le gradient de température donné par DSI [DSI13] (cf figure 2.13), il ne dépasse pas 10°C dans la zone centrale de l'éprouvette. Il reste donc faible et inférieur à l'incertitude de mesure théorique du pyromètre (chapitre 2).

La figure 3.3 montre l'écart entre les deux mesures en fonction de la température de consigne et les mesures de pyromètre pour les différents essais réalisés. Pour certaines températures (1325°C, 1330°C, 1340°C et 1350°C) les essais ont été refaits dans les mêmes conditions (les points en rouge) et nous avons identifié deux écarts de mesure différents. On constate une évolution aléatoire de l'écart avec la température de consigne même si la température donnée par le pyromètre est souvent supérieure à celle donnée par le thermocouple.

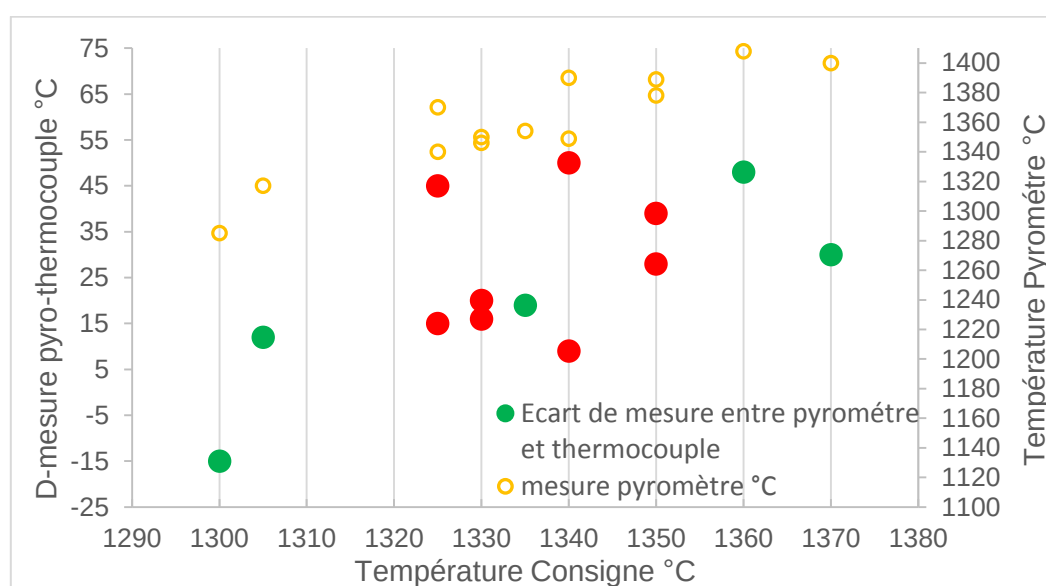


Fig. 3.3 – Évolution de l'écart entre les deux mesures (pyromètre-thermocouple) et la mesure de pyromètre en fonction de la température de consigne pour les différents essais réalisés

Par ailleurs, la mesure de la température par thermocouple s'est avérée aberrante pour certains essais comme illustré sur la figure 3.4. Pour ces raisons, nous avons considéré comme température de l'essai, la température mesurée par pyrométrie UV. Son évolution au cours du cycle de chauffage et jusqu'à l'essai, nous indique aussi si l'essai s'est bien déroulé (température qui suit l'évolution de la figure 3.2) ou bien si des variations aberrantes de la température ont eu lieu. Sur 35 essais, 15 essais ont pu être exploités pour déterminer le comportement du matériau.

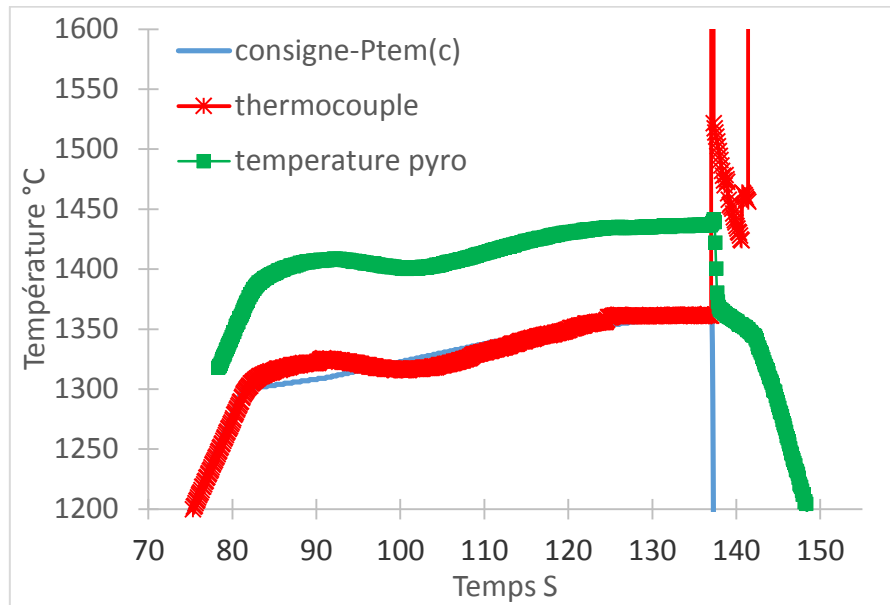


Fig. 3.4 – Évolution de mesures de la température pour un essai à 1436°C

La figure 3.5 représente l'évolution de l'effort en fonction du déplacement avec l'évolution des deux mesures de température par thermocouple et pyromètre au cours d'un essai de traction à 1349°C. Les résultats représentés montrent que la température reste constante durant la déformation jusqu'à la rupture de l'éprouvette. Ce résultat a été vérifié pour tous les essais gardés pour caractériser le comportement du matériau. Il permet de considérer que les essais de traction effectués sont quasi-isothermes.

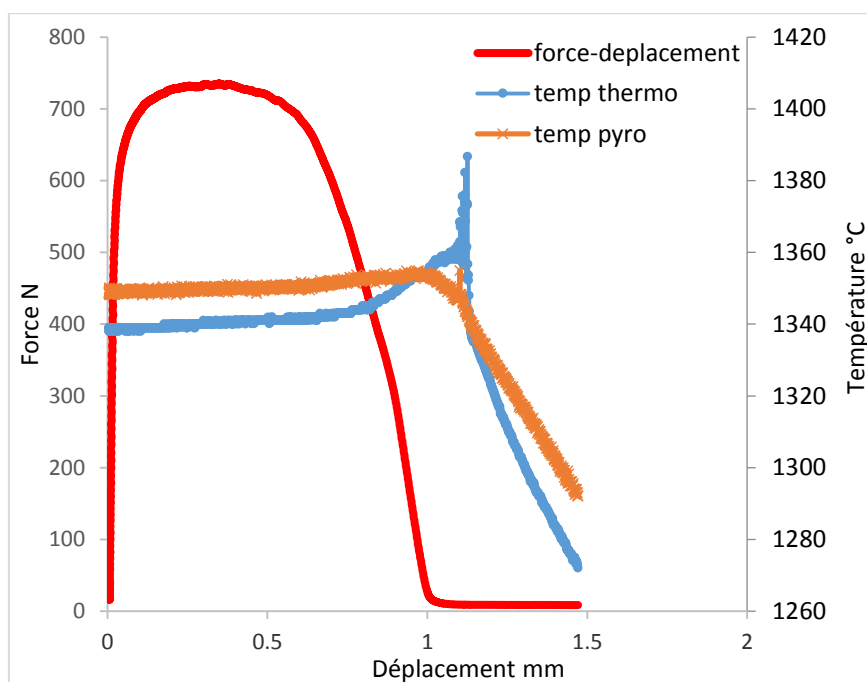


Fig. 3.5 – Évolution de l'effort en fonction du déplacement corrélée à l'évolution de la température mesurée par le thermocouple et le pyromètre en fonction du déplacement pour un essai de traction à 1349°C avec une vitesse de déplacement égale 0.1mm/s

3.2.2. Transition du comportement de l'état solide à l'état semi-solide

La figure 3.6 permet de comparer des courbes des essais de traction obtenues à l'état solide (entre 1285°C et 1317°C) et des courbes obtenues à l'état semi-solide (1350°C et 1378°C) avec des photographies de l'état de l'éprouvette à un stade avancé de la déformation (5mm de déplacement pour les courbes à 1285°C et 1317°C et après la rupture pour 1350°C). Les essais ont été effectués à une vitesse de déplacement de 10 mm/s (soit une vitesse de déformation de 1 s^{-1} si on considère une longueur de déformation égale à la longueur de la zone chauffée de 10 mm).

On observe une nette différence de comportement entre 1285°C-1317°C et 1350°C-1378°C. Le niveau de l'effort est nettement plus important à des températures inférieures ou égale à 1317°C et la courbe force-déplacement présente un plateau de déformation viscoplastique suivi d'une striction puis d'une rupture.

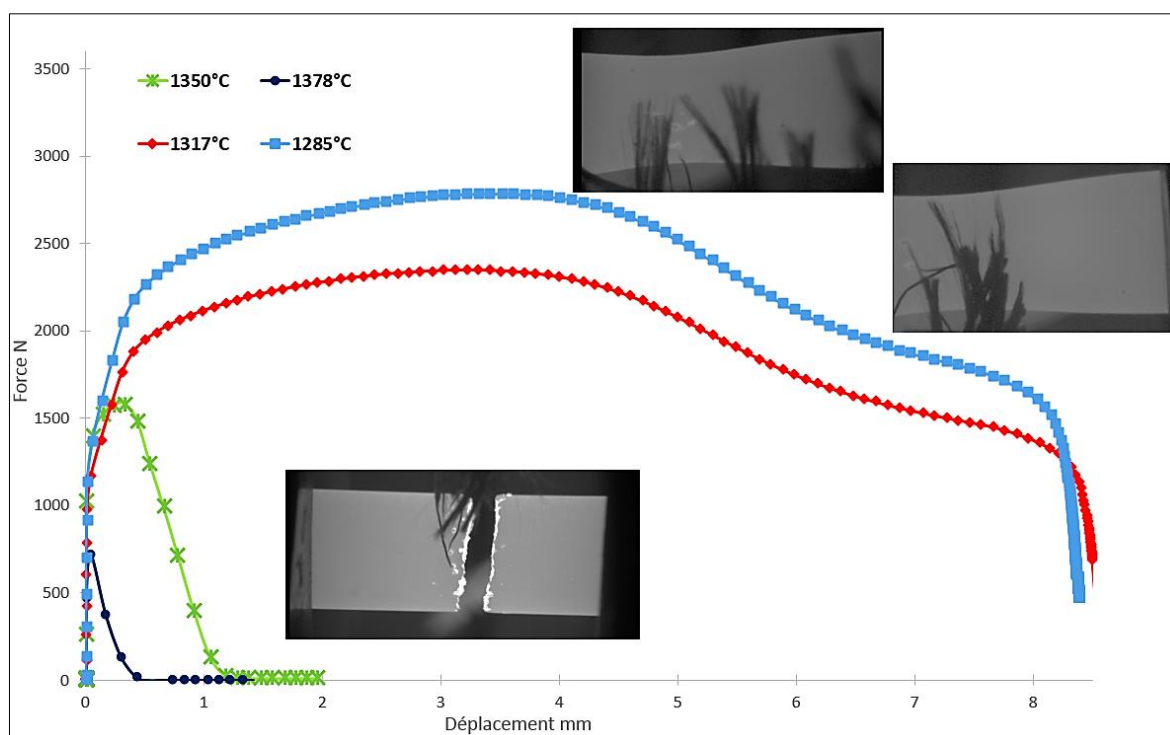


Fig. 3.6 – Évolution de l'effort en fonction du déplacement pour des essais de traction à 10mm/s en fonction de différentes températures (1285, 1317, 1350 et 1378°C) avec des photographies de l'état de l'éprouvette à 5mm de déplacement pour l'état solide et après la rupture pour l'état semi-solide

Les courbes force-déplacement obtenues à 1350°C et 1378°C présentent un fort changement d'allure : on passe d'un comportement ductile avec striction à un comportement fragile (chute de la déformation à rupture) et l'effort est plus faible. Cette transition ductile-fragile se situe aux températures entre 1320°C et 1330°C. Cette valeur de température de transition est cohérente avec celle obtenue sur la figure 3.2 en comparant l'écart de mesures de température données par le thermocouple et le pyromètre UV. Elle est également cohérente avec la valeur de solidus prédite pour des températures de chauffage d'environ 10°C/s (voir 2.3.1). En conséquence, 1320°C est considérée comme la température d'apparition de liquide (solidus), autrement dit la température de transition entre l'état solide et l'état semi-solide. Il faut néanmoins noter que cette température est une température de surface. Il est possible que le cœur soit plus chaud comme mentionné par [ZHA10] [HOJ11].

3.2.3. Influence de la température sur le comportement en traction à l'état semi-solide

Interrogeons-nous à présent sur l'influence de la température sur le comportement en traction d'éprouvettes à l'état semi-solide. La figure 3.7 représente l'évolution de l'effort en fonction du déplacement pour différentes températures d'essai (différentes fractions de liquide) et pour une vitesse de déplacement égale à 0.1 mm/s. Les courbes présentent globalement une même

allure : l'effort croît jusqu'à une valeur maximale avant de diminuer plus ou moins rapidement.

On note une baisse significative de l'effort maximum et du déplacement final lorsque la température augmente. Pour une température proche de la température de solidus, le comportement du matériau présente d'abord un effort maximum associé à un palier viscoplastique puis une diminution de l'effort avant la rupture de l'échantillon.

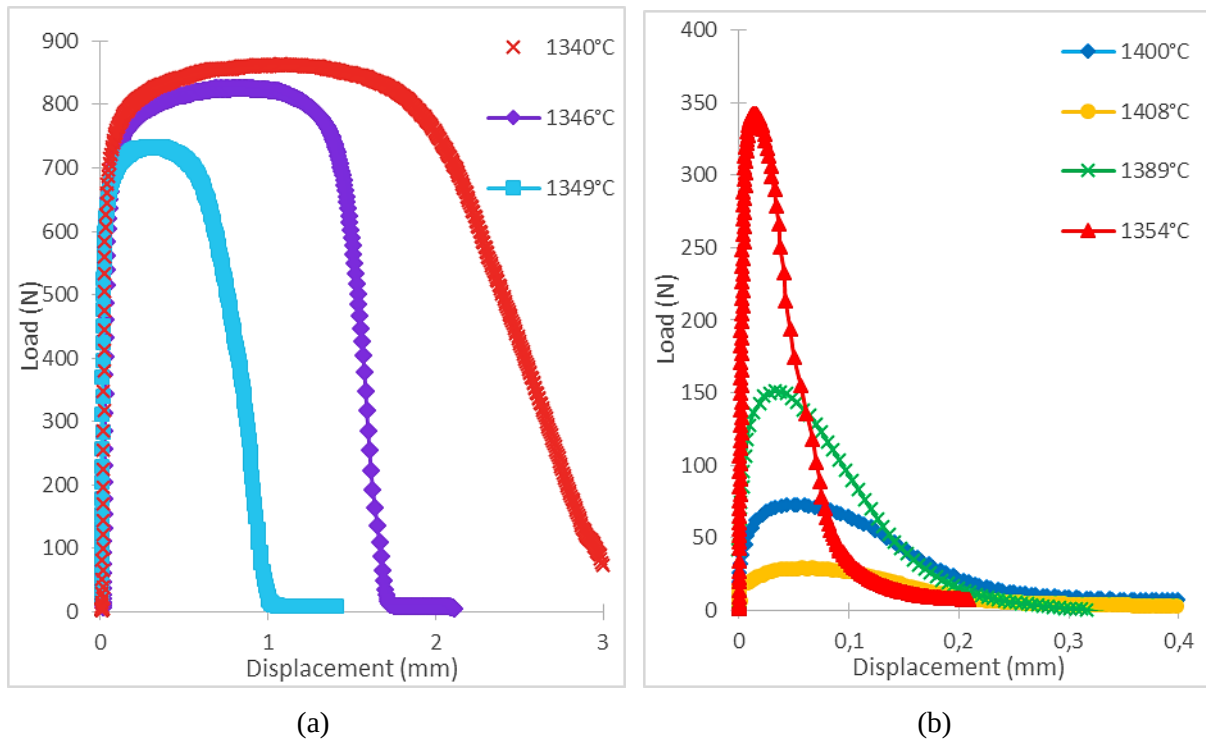


Fig. 3.7 – Évolution de l'effort en fonction du déplacement en traction avec une vitesse de déplacement égale à 0.1 mm/s pour différentes température : (a) à 1340°C, 1346°C et 1349°C ; (b) à 1354°C, 1389°C, 1400°C et 1408°C

A partir d'une température critique égale à 1350°C, la chute de l'effort maximal est encore plus forte. Cela se traduit par le fait qu'entre 1349°C et 1354°C, l'effort maximal diminue de 730N à 340N. En ce qui concerne, le déplacement à la rupture, correspondant ici à la valeur du déplacement pour un effort égal à ~5% de son maximum, il diminue de 3mm à 0.1mm.

A partir de 1380°C, on constate que le déplacement à la rupture augmente légèrement avec l'élévation de la température.

En ce qui concerne la mesure de la déformation, il est difficile d'estimer la zone déformée de l'éprouvette et, par conséquent, la déformation. En effet, on suppose que la longueur de la zone déformée est initialement égale à la longueur de la zone centrale homogène en température de 10mm. On constate néanmoins qu'au cours de l'essai, la déformation se

localise et la longueur de la zone déformée diminue (plus de détails sont apportés sur cette question dans le chapitre consacré à la simulation). Les valeurs de déformation sont donc quelque peu arbitraires. C'est pourquoi nous avons préféré baser notre analyse sur le déplacement et non pas sur la déformation pour les différentes courbes. Ce choix est classiquement fait dans les études sur le comportement en traction des alliages semi-solides [GIR10].

3.2.4. Visualisation de la zone de déformation des éprouvettes durant les essais

Les images de la section de l'éprouvette prises par la caméra au cours des essais montrent que la section de l'éprouvette est demeurée presque constante durant l'essai (ni rétrécissement ni striction observés).

La figure 3.8 représente les résultats de corrélation entre l'évolution de l'effort et de la géométrie de la section principale de l'éprouvette en fonction du temps pour un essai de traction à 1389°C avec une vitesse de déplacement égale à 0.1mm/s. L'expérience enseigne que des fissures commencent à apparaître sur la surface à partir de la première seconde de l'essai, c'est-à-dire à partir du moment où l'effort commence à décroître, puis elles se propagent jusqu'à la rupture finale. On constate ainsi systématiquement que l'apparition de fissures sur la surface de l'éprouvette se produit dès lors que l'effort atteint son maximum et se propage, jusqu'à la rupture finale.

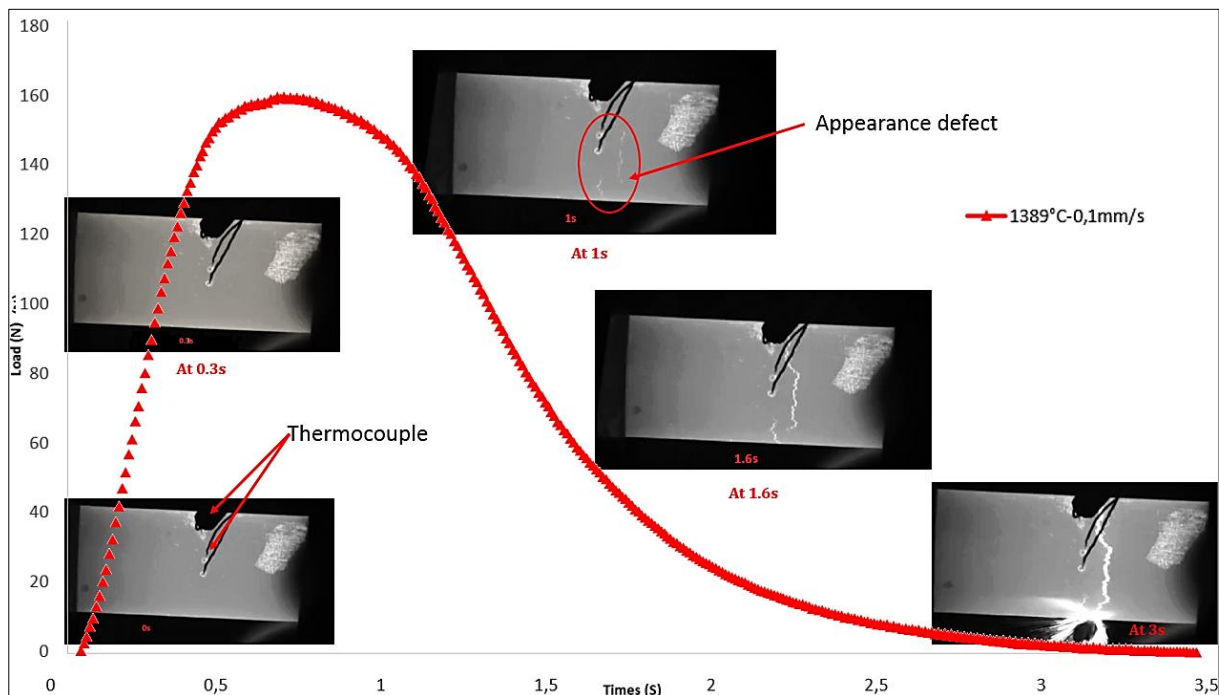


Fig. 3.8 – Évolution de l'effort en fonction du temps corrélié avec des photographies de l'éprouvette à différents instants de déformation pour un essai de traction à 1389°C et une vitesse de déplacement de 0.1 mm/s

Pour une température proche de la température de solidus, les résultats confirment que l'apparition des défauts sur la surface de l'éprouvette intervient toujours au moment où l'effort commence à décroître (Fig. 3.9). Le déplacement à rupture est presque 6 fois plus grand que dans le cas précédent. À la fin de l'essai, une légère striction dans la section centrale est identifiée.

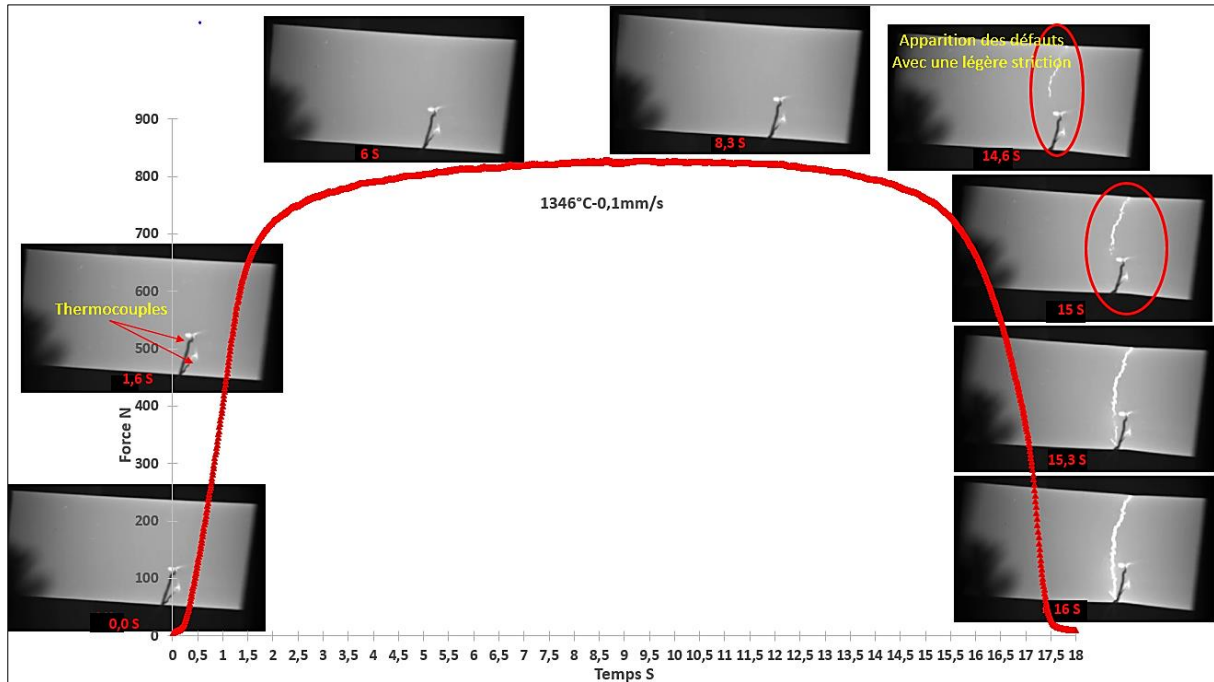


Fig. 3.9 – Évolution de l'effort en fonction du temps corrélée avec des photographies de l'éprouvette à différents instants de déformation pour un essai de traction à 1346°C

3.2.5. Évolution de la ductilité et de l'effort maximum en fonction de la fraction de solide

Les résultats des essais sont exploités à travers la lecture de deux paramètres qui représentent les propriétés en traction pour un matériau à l'état semi-solide : l'effort maximum (l'effort au pic), et la ductilité, comme ci-reproduits sur la figure 3.10. La ductilité est définie ici de manière classique pour les métaux : elle correspond au déplacement nécessaire pour atteindre l'effort maximum (critère de Considère), l'effort qui va entraîner l'apparition des fissures et provoquer l'endommagement.

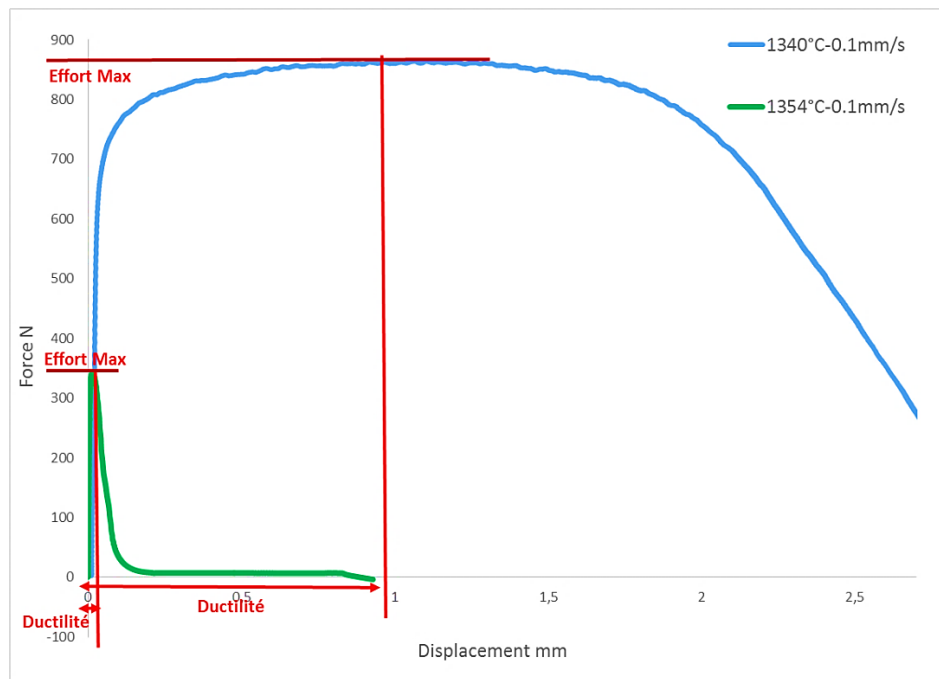


Fig. 3.10 – Évolution de l'effort en fonction de déplacement pour deux essais de traction à 1340°C et 1354°C avec représentation des paramètres exploités (Effort Max et Ductilité) pour l'analyse des résultats

La figure 3.11 représente l'évolution de l'effort maximal en fonction de la température (en fonction de la fraction solide). L'effort maximal diminue lorsque la température augmente (la fraction de solide décroît alors) en suivant deux pentes différentes : une forte pente entre 1340°C et 1350°C et une pente plus faible après 1350°C. La température associée à ce changement de pente vaut 1350°C. Cette évolution est conforme à celle mise en évidence par la littérature pour des alliages d'aluminiums coulées jusqu'à l'état solide puis refondus partiellement jusqu'à l'état liquide [ESK04], [TWI04] et [PHI08].

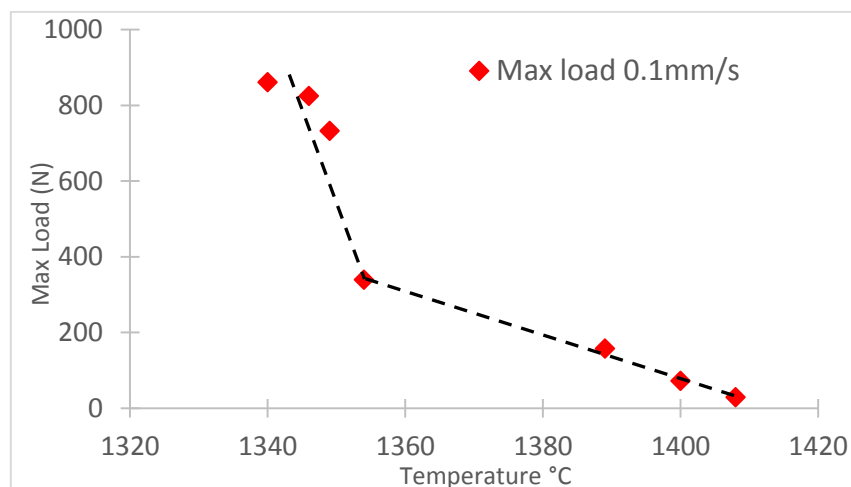


Fig. 3.11 – Évolution de l'effort maximum en fonction de la température pour les essais de traction à 0.1mm/s

La figure 3.12 représente l'évolution de la ductilité en fonction de la température. Cette courbe, comme la précédente, est typique du comportement du matériau à l'état semi-solide pour des alliages à bas point de fusion [GIR10], [FAB06], [ESK04] et [VAN00]. On constate une chute de la ductilité entre 1340°C et 1350°C puis une ductilité qui reste très faible même si une faible augmentation existe aux plus fortes températures. Cette croissance est également observée pour des alliages d'aluminium [GIR10] et [PHI08]. Dans la littérature, le minimum de ductilité est associé à la température de coalescence de la phase liquide.

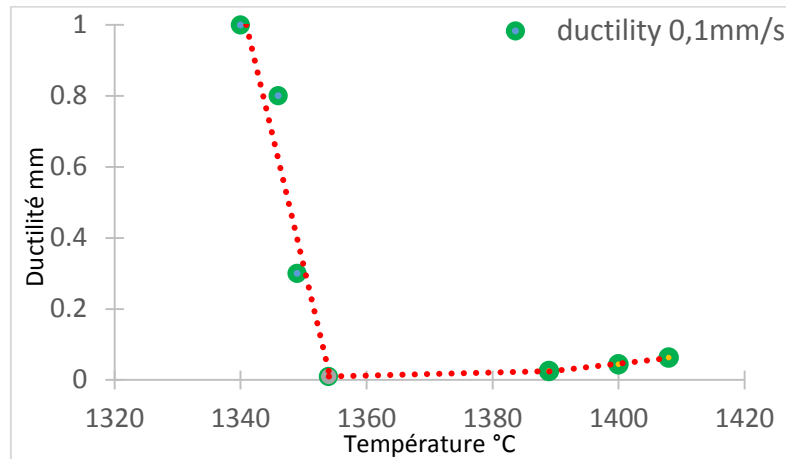


Fig. 3.12 – Évolution de la ductilité en fonction de la température pour des essais de traction à 0.1mm/s

Comme vu dans le chapitre 1, très peu de travaux concernant la réponse en traction d'aciers semi-solides à des températures proches et supérieures au solidus existent dans la littérature. Pour cette raison et afin de situer plus précisément nos résultats par rapport à ceux de la littérature, nous avons choisi de comparer nos résultats avec ceux de Giraud et al [GIR10]. Dans cette étude, l'alliage étudié est un alliage 6061 laminé pour lequel l'état semi-solide est obtenu après refusion partielle. Bien qu'étant d'une famille d'alliage différent, il a donc subi une histoire thermomécanique proche de celle de l'acier C38LTT étudié ici (on rappelle que beaucoup d'études portent sur des alliages issus de la solidification). Par ailleurs, ces travaux fournissent l'évolution de la contrainte maximale et de la ductilité en fonction de la température qui nous intéresse ici.

La figure 3.13 met en regard l'évolution de la contrainte maximale et de la ductilité en fonction de la fraction de solide pour les deux matériaux, le C38LTT et le AA6061. La contrainte uniaxiale a été calculée en divisant la force par la section supposée constante au cours de l'essai ($\sigma = \frac{F}{S}$). La ductilité est la ductilité après le pic, c'est à dire le déplacement nécessaire pour passer de la contrainte maximale à la contrainte nulle. Les résultats de la

figure 3.13 montrent que les propriétés mécaniques du C38LTT présentent les mêmes évolutions que le AA6061 en fonction de la fraction de solide et la présence d'un BTR. Les niveaux de contrainte pour les deux matériaux sont proches. Ils sont de l'ordre de la dizaine de MPa avant le BTR. En ce qui concerne la ductilité, on peut noter la faible augmentation de la ductilité avec la température dans le BTR pour les deux matériaux, C38LTT et AA6061. Enfin, dans le cas de l'AA6061, la chute de la ductilité se produit à une température inférieure à la celle de la chute de la contrainte maximale comme parfois observé dans la littérature (voir Chapitre 1, paragraphe 1.5.2). Au contraire, dans le cas de l'acier C38LTT, on ne note pas de différence significative. On associera donc la perte de ductilité à la perte de résistance mécanique (chute de la contrainte maximale), facteur favorisant la fissuration à chaud. Ces pertes se produisent pour une température mesurée en surface de 1350°C, considérée par la suite comme la température de coalescence (température à partir de laquelle un film continu de liquide existe le long des joints de grain) et la température initiale de l'intervalle « BTR ». Les essais menés n'ont pas permis d'observer une remontée nette de la ductilité avec la température marquant la fin de l'intervalle BTR [ESK04]. Aussi, nous considérons que la température finale de l'intervalle BTR est 1390°C, température maximale à laquelle nous avons effectués les essais de traction.

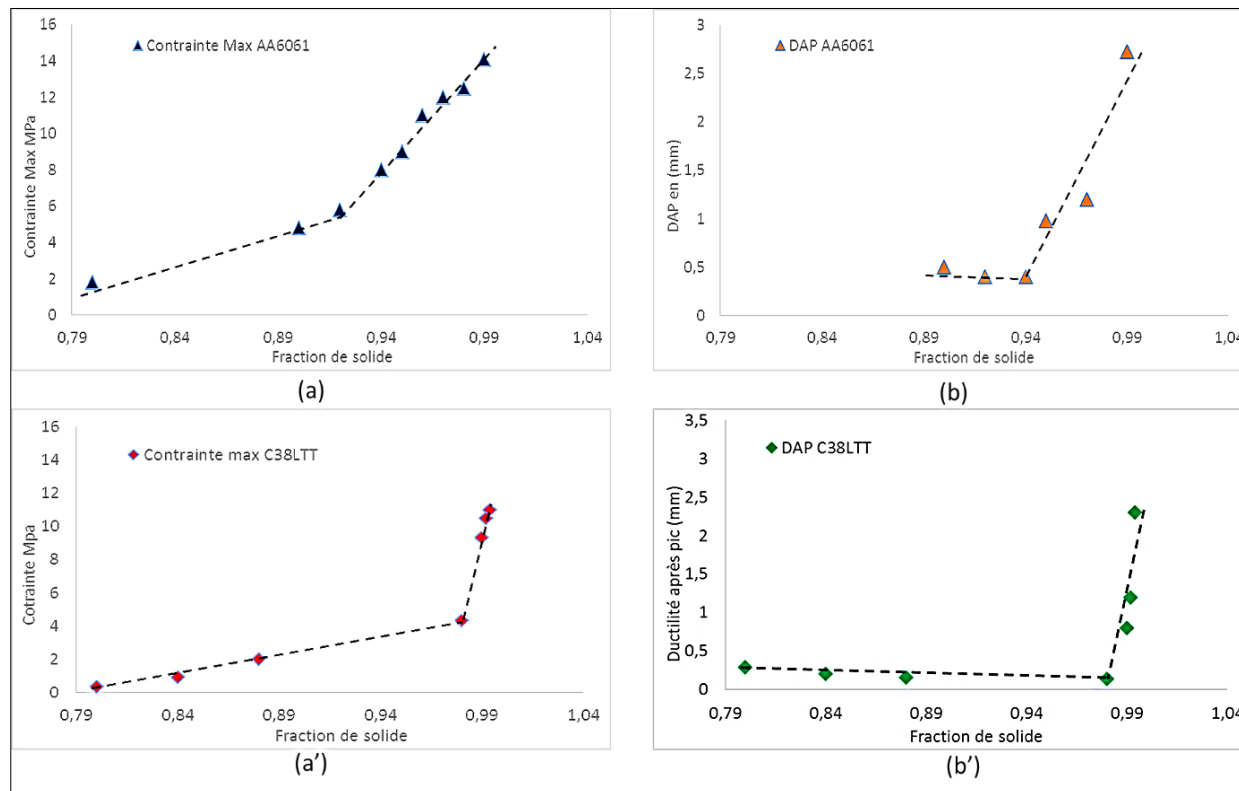


Fig. 3.13 – Comparaison entre les résultats obtenus avec le C38LTT et ceux obtenus avec l'aluminium AA6061 [GIR10] : (a) et (a') l'évolution de la contrainte max en fonction de la fraction solide ; (b) et (b') évolution de la ductilité après le pic en fonction de la fraction solide

3.2.6. Observation des éprouvettes rompues et trempées

3.2.6.1. Faciès de rupture

Les faciès de rupture des éprouvettes de traction trempées à la fin des essais avec de l'hélium ont été observés à l'aide d'un microscope électronique à balayage. La figure 3.14 illustre les faciès de rupture des éprouvettes pour différentes températures : les micrographies (a) et (a') à 1340°C (température inférieure à la température de transition) avec deux grossissements différents ; (b) et (b') à une température égale à 1354°C (juste après la température de coalescence de la phase liquide) avec deux grossissements différents et enfin ; (c) et (c') à une température élevée, de 1398°C, avec également deux grossissements différents. Suite à l'augmentation de la température (quantité de liquide plus importante), un changement de morphologie des faciès de rupture a été identifié. Pour des températures inférieures à la température critique, les micrographies ((a) et (a')) montrent des signes de rupture ductile des grains alors que pour une température légèrement supérieure, les micrographies ((b) et (b')) montrent une décohésion intergranulaire très nette avec la présence d'une fine couche lisse recouvrant certains grains qui pourrait résulter de la présence d'un film liquide mouillant aux joints de grains. Pour des températures élevées, les micrographies ((c) et (c')) révèlent une rupture fragile avec présence de résidus de matière étirés suggérant que des films liquides ont rompu. Ces observations sont en bon accord les résultats produits par la littérature pour les aluminiums [BIR10], [ESK04], [FAB04], [CROS05] et [CROS90].

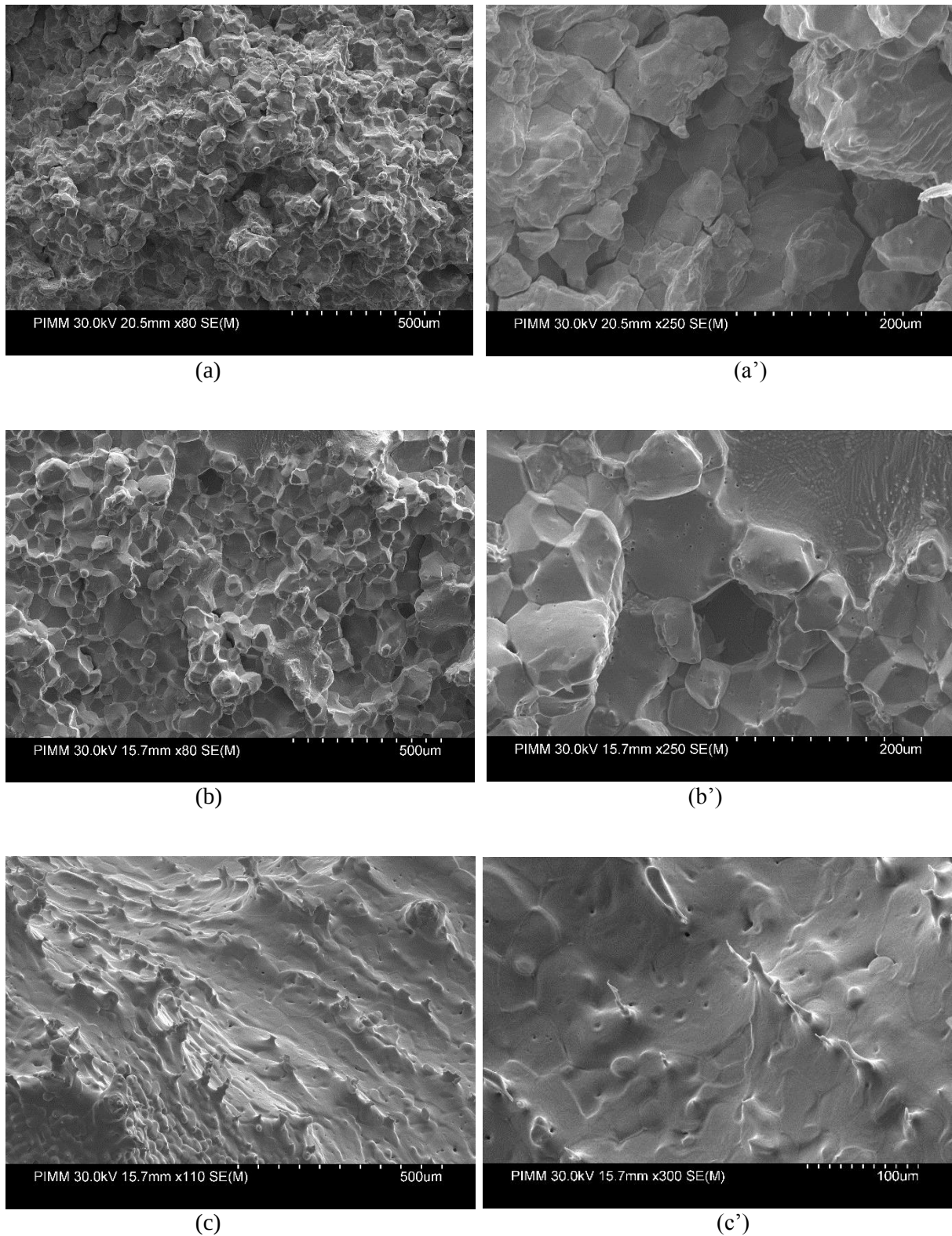


Fig. 3.14 – Faciès de rupture obtenus après trempe des éprouvettes étirées en traction réalisés avec une vitesse de déplacement de 0.1 mm/s et pour des températures égales à 1340°C ((a) et (a')), 1354°C ((b) et (b')) et 1398°C ((c) et (c'))

En ce qui concerne, enfin, les résidus de matière étirés observés sur les micrographies (c) et (c') de la figure 3.14, nous avons réalisé une analyse EDS sous MEB afin de comparer la

composition chimique de ces zones étirées avec celle des autres zones. L'objectif, ici, est de tenter de valider l'interprétation qui a été avancée selon laquelle ces zones étirées seraient des zones liquides à l'état semi-solide. L'analyse EDS montre que les zones étirées sont d'abord plus riches en éléments d'alliages, comme en atteste la figure 3.15. En se basant sur le fait que la concentration en éléments ségrégant (Si, Ni, P) abaisse significativement la température de solidus et augmente considérablement la mouillabilité du solide [KUJ87] et [BOU89], et qu'en plus, ces éléments n'ont pas eu le temps de diffuser lors de la trempe, on peut dire que, vraisemblablement, on est en présence, ici, de films liquides rompus.

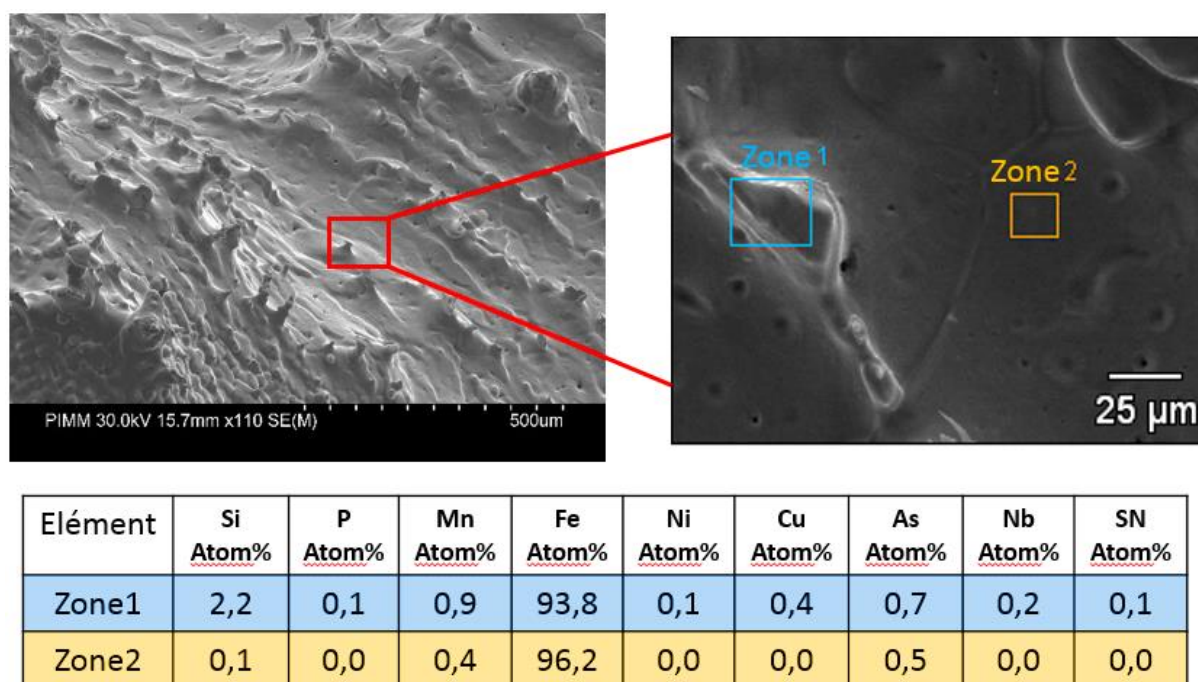


Fig. 3.15 – Résultats d'analyse chimique EDS sur un faciès de rupture d'éprouvette en traction à 1398°C

3.2.6.2. Coupes longitudinales

La figure 3.16 représente les résultats d'observation microscopique longitudinale des zones déformées des éprouvettes de traction dans la même direction que l'effort appliqué. Les observations ont été réalisées avec un microscope optique après polissage sans attaque chimique pour trois températures d'essai, (a) à 1340°C, température inférieure à la température critique ; (b) à 1349°C, température très proche de la température critique ; et enfin (c) à 1354°C, température juste au-dessus de la température critique. L'observation montre qu'à 1340°C, les défauts dans la zone de déformation sont présents sous forme de pores isolés et distribués sur une distance de 2.5 mm du faciès de rupture. Leur concentration

augmente lorsqu'on s'approche de la zone de rupture. À 1349°C, on remarque plutôt la présence de fissures continues ou pores connectés à une distance de 2mm et des pores de faibles tailles et isolés à une distance de 2.5 mm. À 1354°C, on note la présence d'une rupture nette dans la zone centrale de l'éprouvette et une quasi absence de cavités autour de la zone de rupture. Ces résultats montrent que le mécanisme d'endommagement s'est localisé vers la zone de rupture avec une augmentation de la température de l'essai. On peut penser que la déformation se concentre très rapidement sur des joints de grain mouillés, le film liquide qui devient continue à cette température s'ouvre, et la rupture se propage en suivant le film.

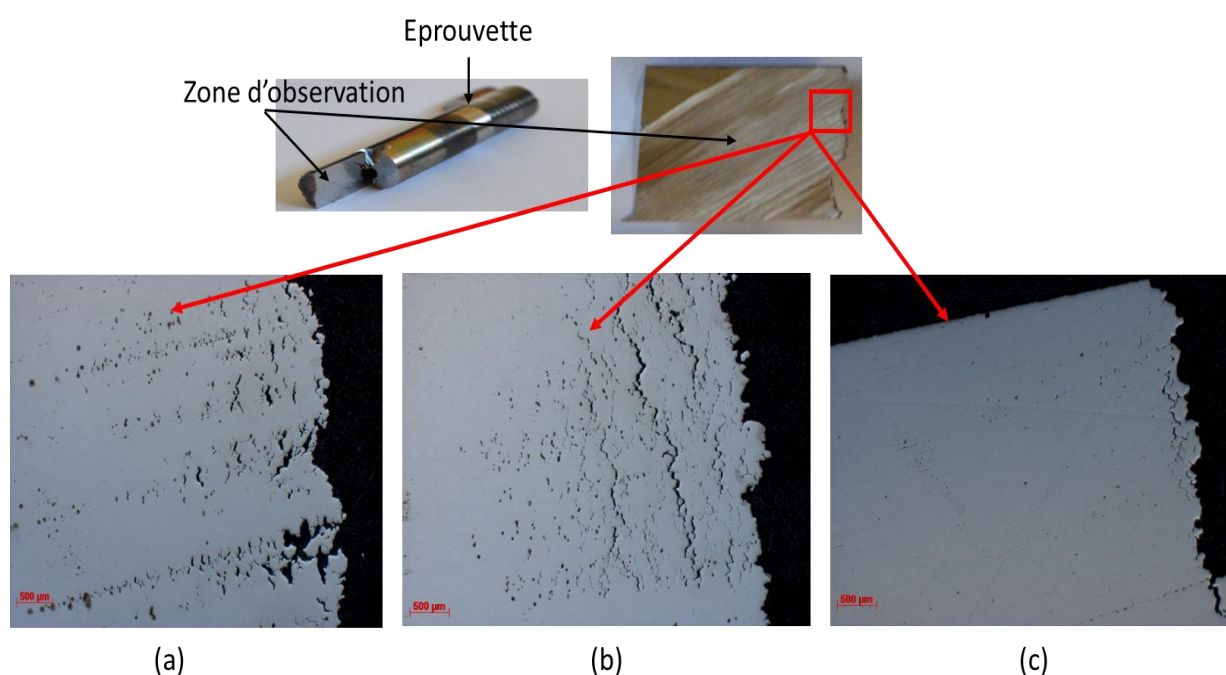


Fig. 3.16 – Résultats d'observation par microscope optique des coupes longitudinales des éprouvettes de traction à différentes températures : (a) 1340°C, (b) 1349°C et (c) 1354°C

3.2.7. Discussion : Mécanismes de déformation et d'endommagement

En ce qui concerne les mécanismes de dégradation du comportement, les résultats des essais de traction ainsi que les résultats d'observation microscopique montrent que l'acier à l'état semi-solide mobilise les mêmes mécanismes que différents types d'alliages métalliques à l'état semi-solide [GIR10], [BOU13], [FAB06], [PHI08], [VAN00], [CRO05] et [MIR12]. En refusion, le liquide apparaît aux joints de grain triples (on le trouve parfois aussi au cœur du grain, mais on suppose qu'il n'intervient pas pour l'accommodation de la déformation) puis s'étale le long des joints de grain au fur et à mesure que la température augmente, jusqu'à la formation de films continus. Pour des fractions de solide supérieures à la fraction de transition, le liquide est présent sous forme de poches isolées et l'accommodation est réalisée

par déformation des ponts solides. Pour des fractions de liquides supérieures à la fraction de coalescence de la phase liquide, le liquide est présent sous forme de films continus et l'accommodation est réalisée par la phase liquide. Cependant, le liquide n'est pas en quantité suffisante pour accommoder de trop grandes déformations et il se rompt. En règle générale, la rupture ductile est reliée à la plasticité des ponts solides tandis que la rupture fragile consiste plutôt en une rupture au niveau des films liquides.

Avec des fractions de liquide importantes, la quantité de liquide ainsi que la perméabilité du squelette solide deviennent suffisantes pour permettre la circulation du liquide qui remplit alors les cavités, comble la fracture et donc retarde la rupture de l'échantillon, ce qui explique la remontée de la ductilité par rapport à l'intervalle de température de transition.

Dans la zone de transition ductile-fragile, le risque de fissuration est maximal. À ce stade, la microstructure est composée de films liquides et de ponts solides fins ce qui fait que lorsque la rupture s'amorce, les ponts solides sont incapables de prévenir la propagation et la quantité de liquide n'est pas en quantité suffisante pour alimenter les cavités : dès qu'une fissure s'ouvre, elle conduit immédiatement à la rupture totale.

Des observations du comportement d'éprouvettes diabolos en Al-Cu soumises à une traction isotherme en refusions par micro-tomographie in-situ aux rayons X [TER09] ont mis en évidence l'effet de liquide lors de la déformation. Ces travaux mettent aussi en évidence l'effet du chargement mécanique sur la répartition de la phase liquide. Initialement, le liquide est réparti de façon homogène autour des grains sous forme de poches ou de films (la forme est fonction de la température). Avec la déformation, les ponts solides se brisent et le liquide se cumule dans la zone déformée dévoilant la circulation du liquide vers les zones en expansion. Lorsque l'alimentation en liquide n'est plus suffisante pour accommoder la déformation, un pore apparaît et se propage dans la phase liquide et finit par entraîner la rupture de l'échantillon comme l'illustre la figure 3.17.

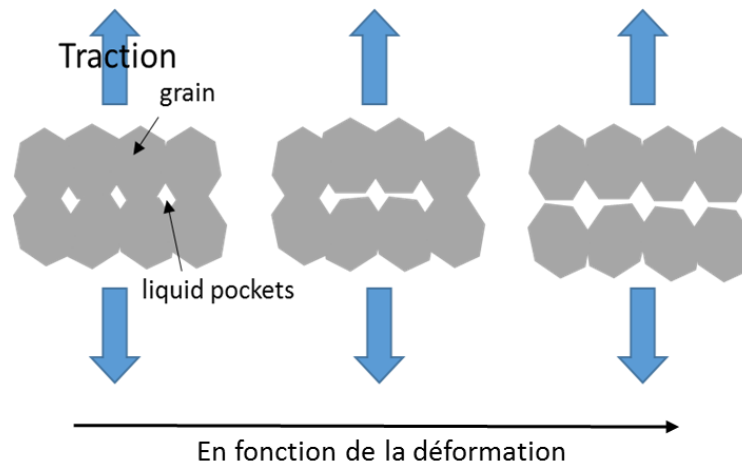


Fig. 3.17 – Illustration des mécanismes de déformation en traction

3.2.8. Impact de la vitesse de déplacement sur le comportement en traction

Pour étudier l'influence de la vitesse du déplacement sur le comportement en traction à l'état semi-solide, des essais à différentes vitesses ont été réalisés. La figure 3.18 représente les résultats en traction avec deux vitesses de déplacement (0.1 et 10 mm/s) pour deux températures d'essais (1350°C et 1390°C). Les courbes obtenues montrent que plus l'éprouvette est sollicitée rapidement, plus l'effort nécessaire pour sa déformation jusqu'à la rupture est élevée. L'expérience met donc en évidence une composante visqueuse et enseigne, ensuite, que l'effet de la vitesse sur la force est plus important à 1390°C qu'à 1350°C. Par contre, l'effet de la vitesse sur le déplacement final (ou la ductilité) semble faible. Il importe néanmoins de mentionner, ici, que ces essais ont été réalisés à des températures égales et supérieures à la température critique où la déformation est accommodée en grande partie par la phase liquide et le comportement est fragile. Cette absence d'effet de vitesse pourrait être due au fait que le matériau se rompt avant d'avoir pu atteindre réellement le comportement viscoplastique comme souligné par Fabrègue et al [FAB06] dans le cas d'alliage d'aluminium et par Bouffier [BOU13] dans le cas d'un alliage Inconel. D'autre part, les mécanismes mis en jeu dans le BTR, fissuration de films liquides sans possibilité de remplir les cavités par le liquide, ne mettent pas en jeu d'écoulement de la phase solide ou de la phase liquide et sont donc peu sensibles à la vitesse. Pour compléter cette étude, il serait intéressant d'analyser l'effet de la vitesse de déplacement à de plus faibles températures.

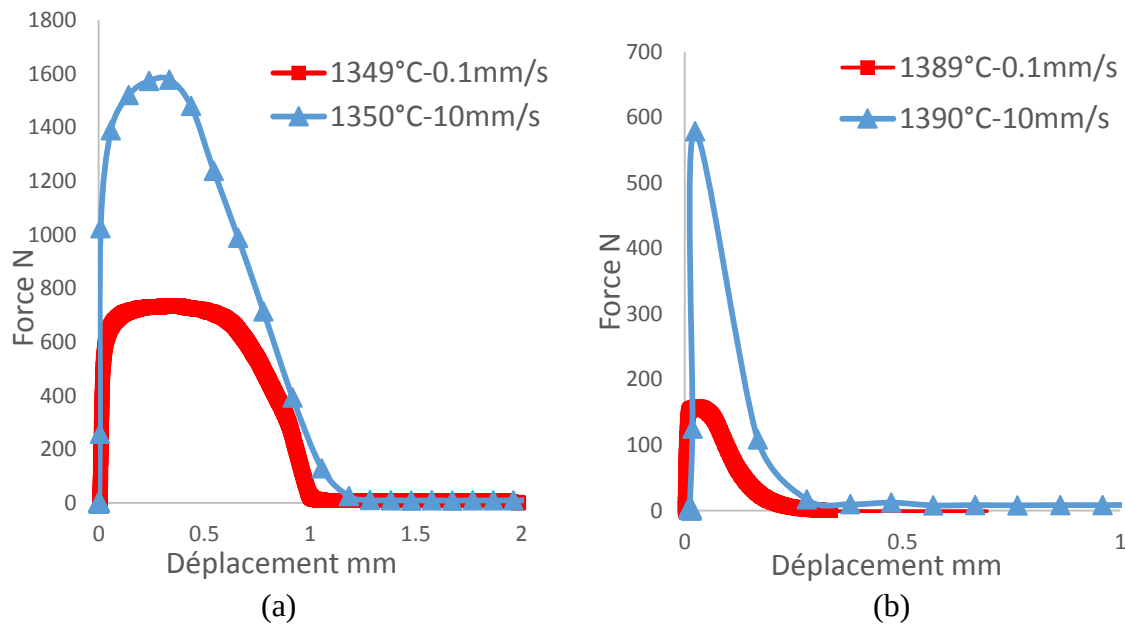


Fig. 3.18 – Courbes force-déplacement de traction pour différentes vitesses de déplacement à deux températures : (a) à 1350°C et (b) à 1390°C

3.3. Comportement thermomécanique de l'acier à l'état semi-solide en compression

Dans le cadre, toujours de la caractérisation expérimentale du comportement rhéologique de l'acier à l'état semi-solide, des essais de compression ont été réalisés avec le simulateur Gleeble dans des conditions similaires à celles appliquées lors des essais de traction. L'essai consiste, ici, à comprimer un lopin à l'état semi-solide avec une vitesse de déplacement contrôlée (les détails du protocole expérimental ont été présentés dans le chapitre 2). La figure 3.19 représente le montage d'essai en compression avec des photographies de l'état du lopin avant et après l'essai pour des températures proches de la température de solidus. Les essais ont été réalisés avant la mise en place du pyromètre, les températures indiquées correspondent aux valeurs mesurées par le thermocouple.

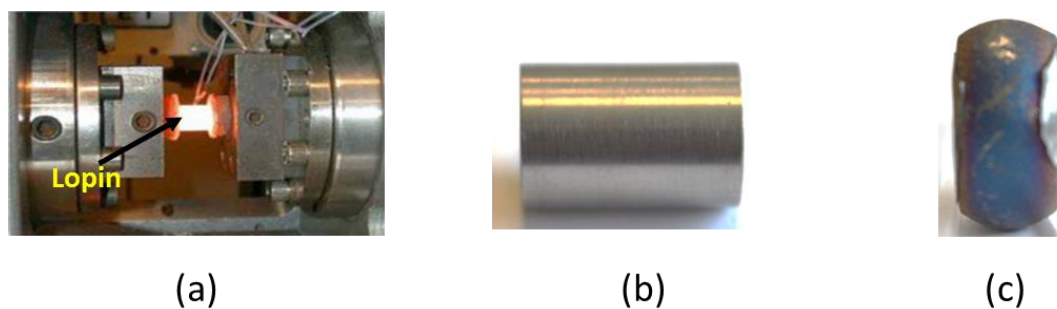


Fig. 3.19 – Configuration des essais de compression : (a) montage d'essai en compression ; (b) lopin avant déformation et (c) lopin après écrasement

3.3.1. Effet de la température et de la vitesse de déplacement sur le comportement en compression

Pour étudier l'influence de la température d'essai sur le comportement en compression, des essais de compression ont été réalisés à 1340°C, à 1350°C et à 1360°C, avec une vitesse de déplacement égale à 1mm/s. Les résultats des essais, représentés sur la figure 3.20, montrent que l'effort augmente progressivement jusqu'à atteindre une valeur maximale, pour un niveau de déplacement compris entre 1.5 et 2mm. À ce stade de la déformation, on constate une petite chute d'effort suivie d'une remontée brutale qui se poursuit jusqu'à la fin de l'essai. La variation de la température d'un essai à l'autre influence le niveau d'effort, ce qui signifie que pour une température plus importante (fraction de solide plus faible), le niveau d'effort est plus faible. De plus, dans le cas d'une température supérieure à la température critique (égale à 1350°C), l'effort en fonction du déplacement connaît une évolution différente. Il augmente en effet lentement jusqu'à une valeur faible d'effort et demeure pratiquement constant jusqu'à la fin de l'essai. Pour l'analyse des résultats, notons, ici, toutefois, qu'un risque se présente d'avoir un champ de déformation hétérogène à des stades avancés de l'essai, ce qui complique l'interprétation des résultats surtout à la fin de l'essai étant donné la forte évolution de la géométrie de l'éprouvette et la projection de la matière sur les plateaux de compression.

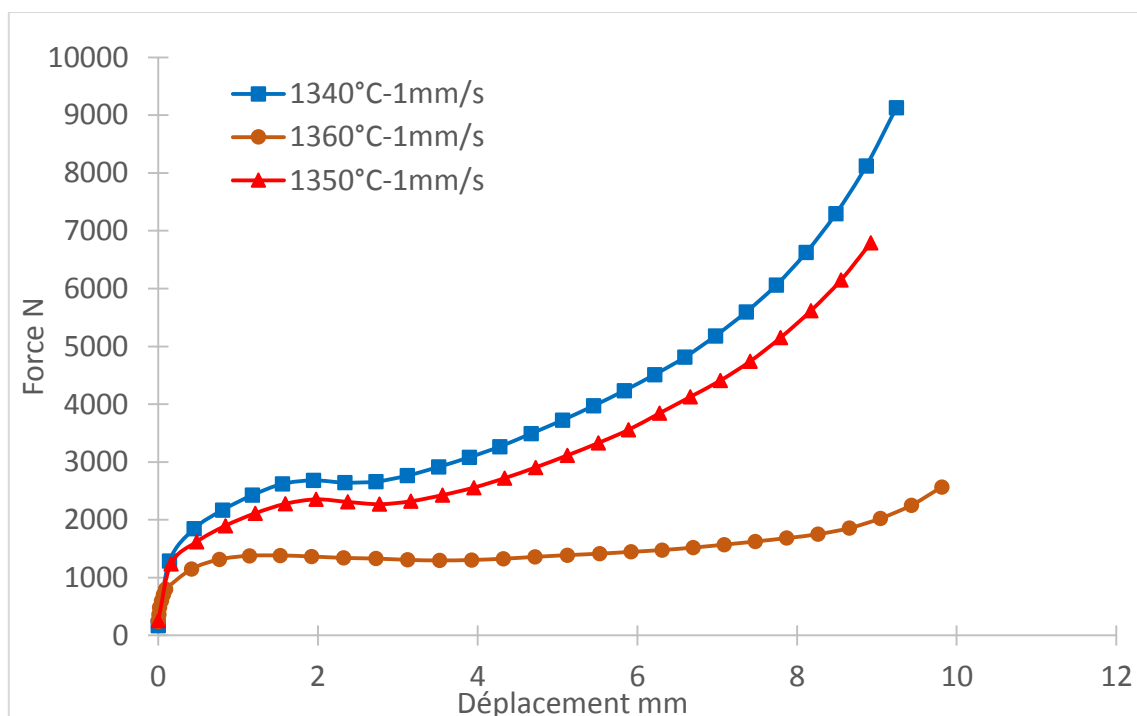


Fig. 3.20 – Evolution de l'effort en fonction du déplacement en compression pour une vitesse de déplacement égale à 1mm/s à 1340 ,1350 et 1360°C

La figure 3.21 représente les résultats des essais de compression à 1350°C en fonction de différentes vitesses de déplacement. On constate que dans ce cas de figure, la vitesse influence directement le niveau de l'effort ce qui confirme le caractère visqueux du comportement en compression.

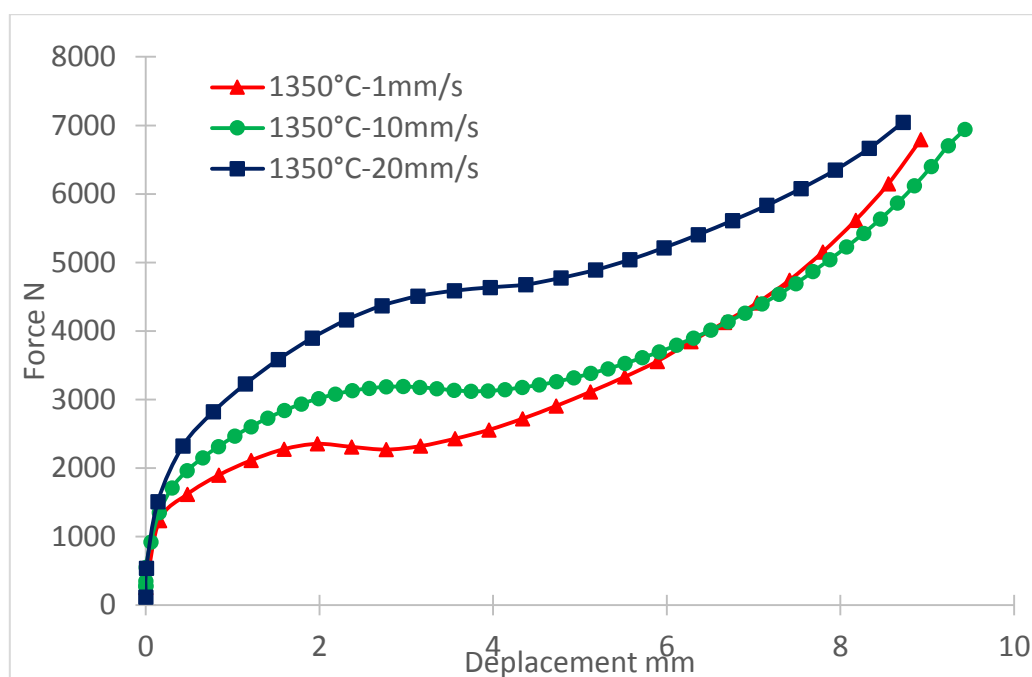


Fig. 3.21 – Evolution de l'effort en fonction du déplacement en compression à 1350°C avec des vitesses de déplacement égales à 1,10 et 20mm/s

3.3.2. Comparaison des microstructures obtenues sur les faciès de rupture en traction avec celles des surfaces fissurées obtenues après essais de compression à l'état semi-solide

Pendant la phase de mise en place des essais de compression, nous avons constaté, pour certains essais présentant dès le départ, avant l'essai, un profil de température hétérogène, l'apparition de fissures radiales sur la surface des lopins lors de l'écrasement à l'état semi-solide. Ces fissures se situent dans des zones soumises à un état de contrainte dilatant surtout dans la direction circonférentielle.

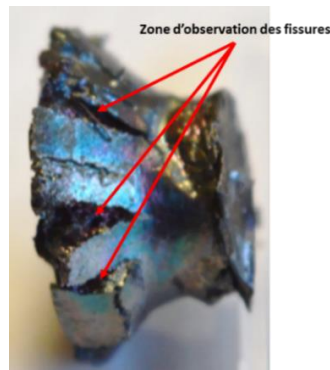


Fig. 3.22 – Lopin fissurés après une étape d'écrasement à l'état semi-solide

Des micrographies obtenues grâce à l'observation microscopique réalisée à l'aide du MEB permettent de visualiser les différentes zones de fissuration sur le lopin (figure 3.23 (a)) et les faciès de rupture des éprouvettes de traction (figure 3.23 (b)). Nous constatons d'abord une parfaite correspondance des morphologies entre les faciès des éprouvettes et les fissures, ce qui confirme que les mécanismes qui conduisent à la fissuration à chaud sont identiques à ceux produits par la déformation en traction.

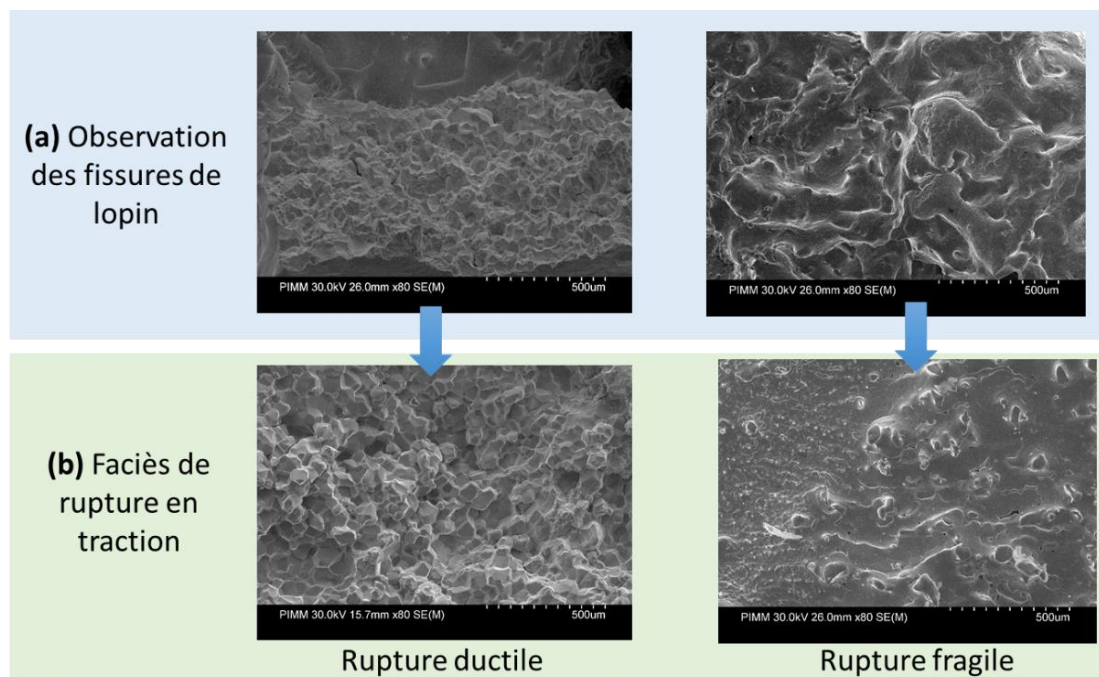


Fig. 3.23 – Micrographies MEB : (a) fissure sur les surfaces de lopin sollicité en compression ; (b) faciès de rupture en traction

3.3.3. Discussion : Mécanisme de déformation en compression

La figure 3.24 représente les résultats d'observation des coupes longitudinales de lopins, après écrasement. Les deux photos (figure 3.24 (a)) du haut montrent une vue de dessus du lopin et une vue de face du lopin coupé. En périphérie du lopin on constate la présence de morceaux sortant du contour principal du lopin (figure 2.34(b)). Les micrographies de la coupe polie mais non attaquée chimiquement montrent la présence de nombreuses zones noires. Ces zones noires sont de la résine bakélite. Cette dernière s'est insérée dans les zones poreuses connectées vers l'extérieur du lopin lors de l'enrobage du lopin sous pression que nous avons effectué pour polir le demi-lopin. Sa présence démontre un degré de porosité très élevée à la périphérie du lopin par rapport à celle au centre et que les pores, débouchant à la surface, sont connectés sur une distance d'environ 2mm. Après attaque chimique (les deux figures du bas), on observe, sur la partie supérieure du lopin, des lignes de fibrage verticales selon le sens de l'écrasement qui tournent pour devenir horizontales au milieu du lopin pour rejoindre la périphérie. Ce fibrage est une trace des lignes d'écoulement de la matière et révèlent le sens d'écoulement de la matière, du cœur vers la périphérie du lopin écrasé. En particulier, le liquide est rejeté vers la périphérie du lopin.

Pour des températures inférieures à la température critique, en compression, au tout début de la déformation, le squelette connecté se déforme et induit une pression à l'intérieur des poches liquides. Puis, des pontages solides se rompent libérant du liquide piégé. La figure 3.25 représente des résultats d'observation par tomographie par rayons X de l'évolution de la microstructure d'un alliage d'aluminium à l'état semi-solide durant un essai de compression pour différentes fractions de solide [KAR14]. Le même résultat a été vérifié par Wang [WAN15] sur les aciers. En effet, en cours de la déformation, l'ensemble de l'éprouvette sera mis sous un gradient de pression dirigé de l'intérieur vers l'extérieur et avec la destruction du squelette, le liquide se rassemble et forme plusieurs canaux d'écoulement qui facilitent son écoulement à l'extérieur.

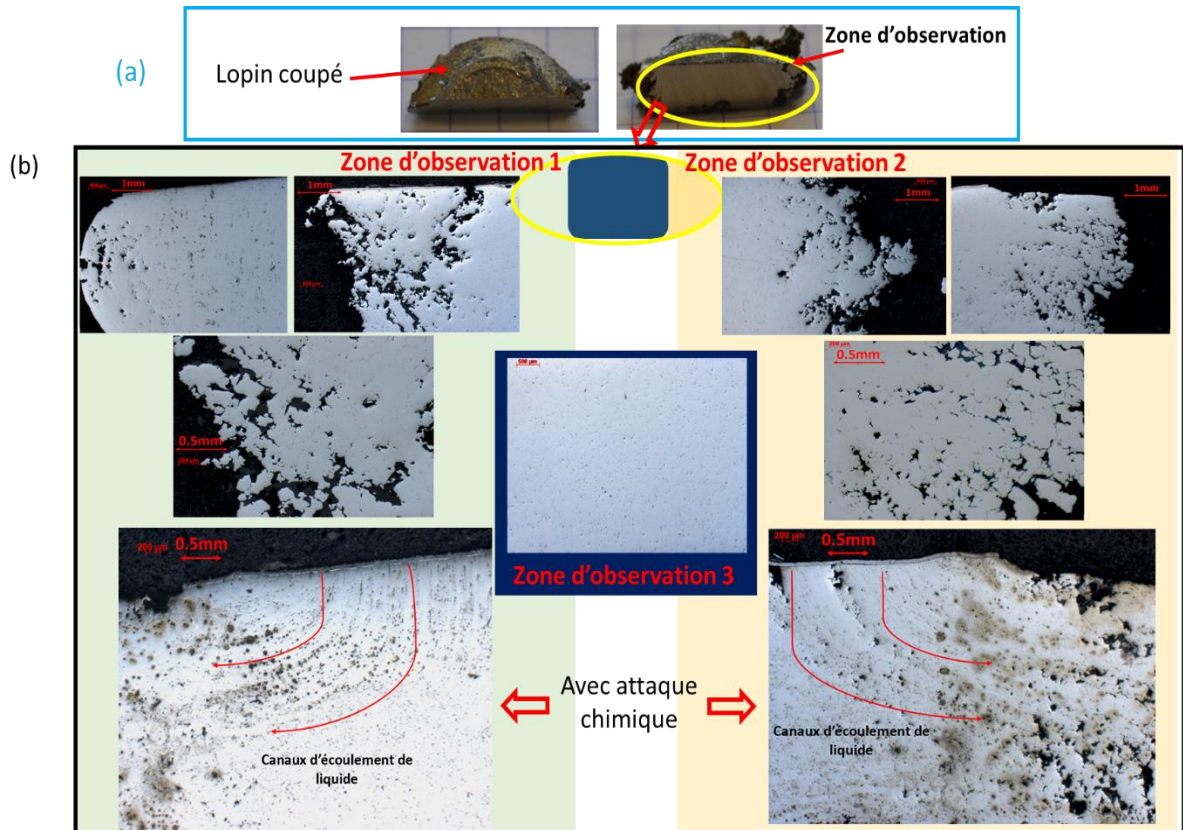


Fig. 3.24 – Observations par microscope optique de la surface transversale du lopin après écrasement dans trois zones prédéfinies

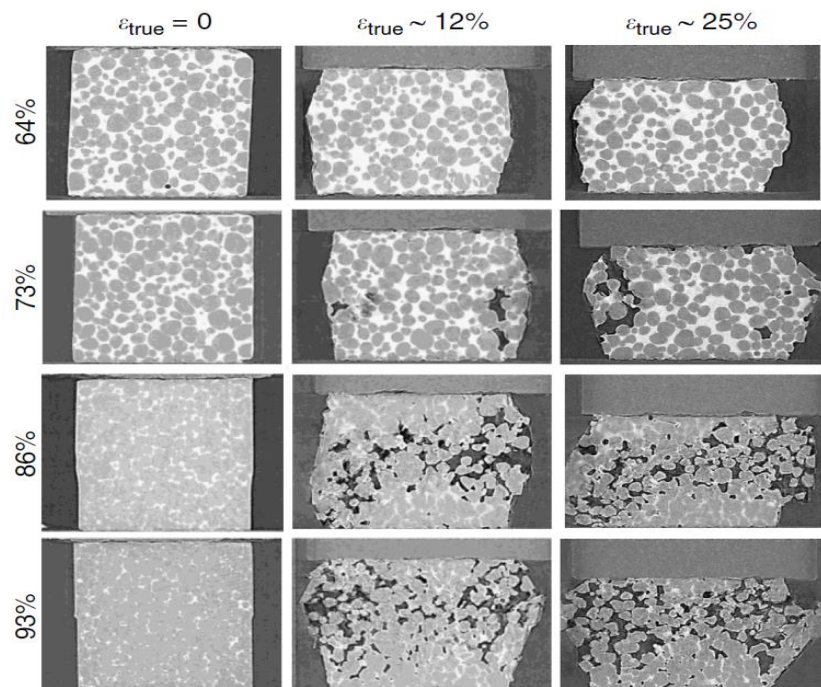


Fig. 3.25 – Evolution de la microstructure d'un alliage Al-Cu à l'état semi-solide durant un essai de compression à différentes fractions de solide 93, 86, 73 et 64% [KAR14]

La différence entre la traction et la compression résulte ensuite du fait que le liquide va s'écouler du cœur vers l'extérieur en compression et de l'extérieur vers le cœur en traction, autrement dit dans les deux cas, des zones de forte pression vers des zones de faible pression. Les pontages solide résistent jusqu'à leurs destructions, puis, au fur et à mesure que la compression s'accroît, le solide se 're-densifie' au cœur, ce qui peut expliquer la chute de l'effort observée dans un premier temps et ensuite, la remontée brutale observée lors de l'expérience précédente (figures 3.22 et 3.23). A 1360°C, c'est-à-dire pour des températures supérieures à la température critique, c'est une évolution différente qui se dessine. On constate un long plateau viscoplastique avec un effort faible. Ce plateau suggère que la déformation se fait par réarrangement des particules solides sans que celles-ci se déforment beaucoup et grâce à l'écoulement du liquide, notamment vers les zones de traction [FAB06].

3.4. Conclusion

Ce chapitre a été consacré à l'étude de la transition du comportement de l'acier de l'état solide à l'état semi-solide ainsi qu'à l'analyse de la sensibilité du comportement à la température et la vitesse de déplacement en traction et en compression. Les essais de traction ont permis de connaître le comportement de l'acier à l'état semi-solide et d'identifier un intervalle de température (de fraction solide) pour lequel la ductilité est très faible. Ainsi l'intervalle dit « BTR » a été identifié entre 1350°C et 1390°C. Comme rappelé dans le chapitre 1, il est associé à un risque de fissuration à chaud, élevé. Par ailleurs, les observations microscopiques des faciès de rupture ont permis d'identifier les mécanismes de déformation et de dégradation du comportement. Enfin, les essais de compression réalisés et les observations microscopiques qui ont suivi ont permis de caractériser le comportement en compression et d'identifier les mécanismes de déformation.

En se basant sur les résultats de caractérisation expérimentale du comportement, un travail de développement de la modélisation micromécanique du comportement des semi-solides sera détaillé dans le chapitre 4.

3.5. Références bibliographiques

- [BOU13] Bouffier, L. (2013). Modélisation de la fissuration à chaud lors du soudage de l'alliage base nickel IN600 (Doctoral dissertation, Grenoble).
- [BOU13] Bouffier, Lionel. 2013. Modélisation de la fissuration à chaud lors du soudage de l'alliage base nickel IN600. Grenoble : Université Grenoble Alpes, 2013. PhD.
- [BOU89] Boucher, C., "Aspect métallurgique du soudage des alliages base Nickel employés dans la construction des équipements sous pression," in Colloque AFIAP 1989 "Fabrication - Soudage - Contrôle", 1989.
- [CHE14] Chen, G., Jiang, J., Du, Z., Han, F., & Atkinson, H. V. (2014). Hot tensile behavior of an extruded Al–Zn–Mg–Cu alloy in the solid and in the semi-solid state. *Materials & Design* (1980-2015), 54, 1-5.
- [CRO05] Cross, C.E. : On the origin of weld solidification cracking. Hot cracking phenomena in welds, pp. 3-18 (2005), Eds : Bollinghaus Th., Herold H., ISBN : 978-3-540-22332-0
- [CRO90] Cross, C.E., Tack, W.T., Loechel, L.W., Kramer, L.S.: Aluminum weldability and hot tearing theory, *Weldability of materials*. ASM, Materials Park, Ohio, pp. 275-282 (1990)
- [ESK04] Eskin, D.G., Suyitno, Katgerman, L.: Mechanical properties in the semi-solid state and hot tearing of aluminium alloys. *Prog. Mater. Sci.*, vol. 49, pp. 629-711 (2004)
- [ESK04] Eskin, D G, Suyitno, L et Katgerman, L. 2004. Mechanical properties in the semi-solid state and hot tearing of aluminium alloys. *Progress in Materials Science*. 2004, Vol. 49, pp. 629-711.
- [FAB04] Fabrègue, D. : Microstructure et fissuration à chaud lors du soudage laser d'alliages d'aluminium 6000. Thèse INPG (2004)
- [FAB06] Fabrègue, D., Deschamps, A., Suéry, M., Poole, W.J.: Rheological behavior of Al–Mg–Si–Cu alloys in the mushy state obtained by partial remelting and partial solidification at high cooling rate. *Metal. Mater. Trans.*, vol. 37A, pp. 1459-1467 (2006)
- [FAB06] Fabrègue, D., Deschamps, A., Suery, M., & Drezet, J. M. (2006). Non-isothermal tensile tests during solidification of Al–Mg–Si–Cu alloys: Mechanical properties in relation to the phenomenon of hot tearing. *Acta materialia*, 54(19), 5209-5220.
- [FAB06] Fabrègue, D., Deschamps, A., Suéry, M., & Drezet, J. M. (2006). Non-isothermal tensile tests during solidification of Al–Mg–Si–Cu alloys: Mechanical properties in relation to the phenomenon of hot tearing. *Acta materialia*, 54(19), 5209-5220.
- [FAB06] Fabregue, D., Deschamps, A., Suery, M., & Poole, W. J. (2006). Rheological behavior of Al–Mg–Si–Cu alloys in the mushy state obtained by partial remelting and partial solidification at high cooling rate. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37(5), 1459-1467.
- [GIR10] Giraud, E., Suery, M., & Coret, M. (2010). Mechanical behavior of AA6061 aluminum in the semisolid state obtained by partial melting and partial solidification. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 41(9), 2257-2268.

- [GIR10] Giraud, Eliane, Suéry, Michel et Coret, Michel. 2010. Mechanical Behavior of AA6061 Aluminum in the Semisolid State Obtained by Partial Melting and Partial Solidification. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2010, pp. 2257-2268.
- [HOJ11] Hojny, Marcin et Glowacki, Mirosław. 2011. Mechanical Behaviour of C45 Grade Steel Deformed in Semi-Solid State. *Procedia Engineering*. 2011, Vol. 10, pp. 2353–2362.
- [KAR14] Kareh, K. M., Lee, P. D., Atwood, R. C., Connolley, T., & Gourlay, C. M. (2014). Revealing the micromechanisms behind semi-solid metal deformation with time-resolved X-ray tomography. *Nature communications*, 5.
- [KUJ87] Kujanpaa, V. P., David, S. A., and White, C. L., “Characterization of Heat-Affected Zone Cracking in Austenitic Stainless Steel Welds,” *Welding research*, no. August, 1987.
- [LUD04] Ludwig O, DiMichiel M, Falus P, Salvo L, Suery M. In: 8th international S2P conference on semi-solid processing of alloys and composites, limassol, cyprus, NADCA, Wheeling, IL, 21–23 September, 2004.
- [MAT86] MATSUMIYA, T., ITO, M., KAJIOKA, H., YAMAGUCHI, S., & NAKAMURA, Y. (1986). An evaluation of critical strain for internal crack formation in continuously cast slabs. *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*, 26(6), 540-546.
- [MIR12] Mireux, B. (2012). Microtomographie in situ appliquée à la déformation et la solidification d'alliages d'aluminium (Doctoral dissertation, Université de Grenoble).
- [PHI08] Phillion, A. B., Thompson, S., Cockcroft, S. L., & Wells, M. A. (2008). Tensile properties of as-cast aluminum alloys AA3104, AA6111 and CA31218 at above solidus temperatures. *Materials Science and Engineering: A*, 497(1), 388-394.
- [TER09] Terzi, S., Salvo, L., Suéry, M., Limodin, N., Adrien, J., Maire, E., Pannier, Y., Bornert, M., Bernard, D., Felberbaum, M., Rappaz, M., Boller, E.: In situ X-ray tomography observation of inhomogeneous deformation in semi-solid aluminium alloys. *Scripta Mater.*, vol. 61, pp. 449 452 (2009)
- [TWI04] Twite, M.R., Spittle, J.A., Brown, S.G.R.: The tensile properties of semi-solid aluminium alloys. *Int. J. Forming Proces.*, vol. 7, pp. 233-260 (2004)
- [VAN00] van Haaften, W.M., Khool, W.H., Katgerman, L.: Microstructural observations of cracking in AA5182 at semi-solid temperatures. *Mater. Sci. Forum*, vol. 331-337, pp. 265-270 (2000)
- [WAN15] Wang, Y., Song, R., & Li, Y. (2015). Flow mechanism of 9Cr18 steel during thixoforging and its properties for functionally graded material. *Materials & Design*, 86, 41-48.
- [WRA82] Wray, Peter J. 1982. Effect of carbon content on the plastic flow of plain carbon steels at elevated temperatures. *Metallurgical Transactions A*. 1982, Vol. 13, pp. 125-134.
- [ZAB06] Zabner S, Haibel A, Lohmüller A, Banhart J, Rueda A, Rack A., ECNDT 2006-We.1.5.2. <[http://www.ndt.net/article/ecndt2006/doc/ We.1.5.2.pdf](http://www.ndt.net/article/ecndt2006/doc/We.1.5.2.pdf)>.

[ZHA10] Zhang, C., Bellet, M., Bobadilla, M., Shen, H., & Liu, B. (2010). A coupled electrical–thermal–mechanical modeling of Gleeble tensile tests for ultra-high-strength (UHS) steel at a high temperature. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 41(9), 2304-2317..

Chapitre 4 : Modélisation du comportement

4.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous proposons une synthèse des différents modèles existants dans la littérature pour la modélisation du comportement des semi-solides. Le modèle micro-Macro est ensuite abordé avec une présentation et une description des différentes étapes du développement du modèle.

Pour les équations du chapitre : $\underline{\underline{\quad}}$ désigne un tenseur d'ordre 2 et $\underline{\underline{\underline{\quad}}}$ un tenseur d'ordre 4.

4.2. Contexte général de la modélisation du comportement des alliages semi-solides en mise en forme

En mise en forme des alliages semi-solides, on peut distinguer deux grands types d'approche : l'approche monphasique et l'approche diphasique. La première approche considère l'alliage métallique à l'état semi-solide comme un milieu continu homogène possédant un même comportement global (comportement effectif) que celui du semi-solide. Le volume élémentaire représentatif du matériau (VER) est perçu comme un milieu homogène monphasique et les équations de conservation sont écrites pour ce VER. Les lois de comportement les plus largement utilisées décrivent le semi-solide comme un fluide viscoplastique incompressible. Le tenseur de contrainte s'exprime sous la forme suivante :

$$\underline{\underline{\sigma}} = -p \underline{\underline{i}} + \underline{\underline{S}}$$

Où p est la pression, $\underline{\underline{i}}$ le tenseur identité et $\underline{\underline{S}}$ est la partie déviatorique du tenseur de contrainte qui caractérise les efforts visqueux :

$$\underline{\underline{S}} = 2 \mu \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^{vp}$$

μ est la viscosité du milieu et $\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^{vp}$ est le déviateur du tenseur des vitesses de déformation. Dans ces modèles de type suspension, la viscosité du milieu semi-solide peut intégrer la température, la fraction de solide [EIN06, EIN11, QUE85], des paramètres décrivant la morphologie [NAN90, KAT91]. Certains modèles font intervenir des variables internes représentant l'état de cohésion de la phase solide en prenant en compte les mécanismes d'agglomération et de désagglomération de la structure [JOL76, FLE91, KUM92, KUM93, KUM94].

D'autres auteurs utilisent des lois thermiquement activées [KIM96] [VAN02] [GLO05] [FAB06] [ZHA10] [ZHA11]. Des modèles fondés sur une approche micromécanique [FAV09] prenant en compte une déformation élastique ou thermique [FAV09] [FAV11] [KOE14] [ZHA11] ont également été développés. Nous en reparlerons dans la suite du chapitre. L'approche monophasique pour la simulation du thixoformage est la plus utilisée car les lois de comportement peuvent être implantées relativement facilement dans des codes commerciaux comme FORGE® [BEC10] [NEA16] ou dans des codes CFD en mécanique des fluides [FER97]. L'identification des paramètres nécessitent des essais mécaniques classiques comme les essais de cisaillement sur rhéomètre [MOD01] et les essais de compression rapide [LIU03]. Ils permettent de prédire de manière raisonnable les écoulements [NEA16] et ainsi d'optimiser les géométries de pièces. Cependant ils ne peuvent pas représenter les phénomènes de séparation des phases liquide et solide (encore appelé macroségrégation) observés parfois en mise en forme.

Dans les modèles diphasiques, le VER est vu comme la superposition de deux milieux continus, la phase solide et la phase liquide. Ils prennent en compte les réponses différentes des phases liquide et solide dans les équations de conservation. D'un point de vue comportement des matériaux, il existe deux approches. La première consiste à écrire les lois d'écoulement du système global et du liquide en supposant que la contrainte équivalente ne dépend que du deuxième invariant du tenseur des contraintes [MOD99] [PET04] [PET08] [HUF06]. On se retrouve alors avec le même type de loi viscoplastique que dans le cas des modèles monophasiques. La deuxième approche, pour des fractions de solides supérieures à 0.6, consiste à traiter le milieu semi-solide comme un squelette poreux viscoplastique saturé en liquide. Ces modèles s'inspirent de la mécanique des sols. L'effort de modélisation porte sur la représentation de l'écoulement viscoplastique au travers d'une contrainte équivalente qui dépend du deuxième mais aussi du premier invariant du tenseur des contraintes. Ainsi, la réponse du matériau prend en compte le taux de triaxialité des contraintes et prend en compte la dissymétrie du comportement entre la traction et la compression [NGU94] [MAR97] [ZAV98] [MAR99]. Le squelette solide étant partiellement cohésif, Ludwig et al [LUD05] et Giraud et al [GIR10] ont introduit une variable interne décrivant l'état de cohésion du squelette en fonction de la fraction de solide, de la déformation et du taux de triaxialité des contraintes.

Malgré son potentiel à décrire la réponse des alliages semi-solides en mise en forme et notamment les phénomènes de macroségrégation, l'approche diphasique reste peu utilisée

aujourd'hui car le développement des modèles de comportement nécessitent également le développement des résolutions numériques associées. Ils ne peuvent donc pas être directement implantés dans des codes commerciaux. Parmi les travaux dans ce domaine, on peut noter ceux de Choi et al [CHO00] pour la thixoextrusion, Petera et Kotynia [PET04] pour le thixoforgeage et Pineau et d'Amours [PIN10] pour le thixocasting. L'approche diphasique se heurte à la difficulté d'identifier les paramètres des modèles. L'équipe de Michel Suéry à Grenoble a développé de nombreux essais spécifiques et originaux comme la compression drainée [GEB99], compression non drainée, compression triaxiale drainée [MAR94], le test de l'anneau [MAR99]. Certains paramètres restent néanmoins inaccessibles expérimentalement ce qui amène souvent à simplifier la formulation finale des modèles.

Dans le souci de développer un modèle de comportement qui puisse être implanté dans le code commercial FORGE® afin d'être utilisé par les partenaires industriels, nous avons choisi d'utiliser un modèle monophasique à l'échelle du VER. Néanmoins, afin d'avoir un modèle le plus prédictif possible lors de changement de température ou de vitesse de déformation, nous avons choisi de modéliser le comportement des semi-solides par une approche d'homogénéisation, c'est-à-dire une approche micromécanique qui intègre explicitement le rôle mécanique des phases liquide et solide et qui permet d'obtenir un comportement effectif à l'échelle du VER par des méthodes de transition d'échelle. Ce modèle micro-Macro est une extension de premiers modèles développés au cours des thèses de Rouff et Cézard [ROU02] [CEZ06]. L'objectif premier de l'extension est d'intégrer une description de la réponse en traction qui est différente de celle obtenue en compression et cisaillement afin de faire un premier pas vers la prédiction des zones sensibles à la fissuration à chaud en thixoforgeage.

4.3. Cas particulier de la modélisation du comportement en traction

Comme déjà mentionné dans le chapitre 1, beaucoup de travaux se sont intéressés au comportement en traction et à la fissuration à chaud lors de la solidification en coulée continue, soudage. On retrouve les classes de modèle définis plus haut.

La majorité des modèles vise à représenter l'évolution du plateau viscoplastique (effort ou contrainte maximaux) avec la température et/ou la vitesse de déformation. Comme déjà indiqué au paragraphe précédent, des lois puissance ou thermiquement activées ont été utilisées [KIM96] [VAN02] [GLO04] [FAB06] [ZHA10] [ZHA11]. Pour prendre en compte l'effet du liquide, Kim et al [Kim96] et Fabrègue et al [FAB06] introduisent une fraction de liquide ou une fraction effective pour pondérer la valeur de la contrainte d'écoulement. Zhang

et al [ZHA10] [ZHA11] introduisent une déformation thermique liée à la variation de densité lors du changement de phase liquide/solide. Glowacki et al [GLOW04] introduisent également la variation de densité liée au changement de phase dans la résolution de l'équation de la chaleur mais n'observe pas d'écart significatif avec le cas où la densité est supposée constante. Ces modèles ne donnent néanmoins aucune information sur la déformation à rupture en traction.

Les premières approches traitant le semi-solide comme un milieu viscoplastique poreux saturé en liquide [MAR99] représentent correctement la dissymétrie de la résistance du matériau en traction et en compression mais ne donnent non plus aucune information sur la déformation à rupture. Ludwig et al [LUD05] introduisent une variable interne pour décrire l'état partiellement cohésif du squelette et son évolution avec la déformation. Giraud et al [GIR10] enrichissent la modélisation de la cohésion pour mieux décrire le comportement en traction à l'aide d'une représentation 2D d'une distribution de grains solides entourés de liquide. Ce modèle prend en compte l'augmentation de l'effort avec le déplacement mais ne décrit pas l'adoucissement brutal final avant la rupture. Néanmoins, il permet d'évaluer le déplacement au pic de contrainte. Il prédit une diminution progressive linéaire de ce déplacement avec l'augmentation de la fraction de liquide alors qu'expérimentalement cette évolution suit la forme d'un U (BTR). Par ailleurs, le modèle repose sur une distribution spatiale des phases figées (film continu de liquide autour des grains solides) et donc ne peut pas être appliqué pour des fractions de liquide inférieures à 0.1.

D'autres approchent prenant en compte le rôle mécanique des grains solides d'une part et du liquide intergranulaire d'autre part ont été développés. Ils reposent sur une représentation géométrique explicite de la microstructure. La microstructure représentée est simplifiée. Lahaie et Bouchard [LAH01] propose une forme des grains idéalisée par une géométrie hexagonale 3D pour une structure équiaxe ou par des cylindres infinis à base hexagonale pour une structure colonnaire. Ces grains sont entourés d'un film liquide continu (voir chapitre 1). La courbe contrainte-déformation prédite en traction est néanmoins très différente de celle observée expérimentalement car la contrainte reste quasi-nulle au début de la déformation puis augmente fortement au moment de la rupture. Cet écart avec nos observations expérimentales vient du fait que ce modèle ne prend pas compte la présence du squelette solide initial qui rigidifie fortement le matériau. Des modèles permettant de générer des microstructures plus complexes issues de la solidification (« granular solidification models » à deux dimensions [VER07] et à trois dimensions [PHI09] ont été développés. Les

représentations géométriques de la microstructure sont utilisées pour déterminer des propriétés effectives à partir de modèles par éléments finis [PHI08] ou couplant la méthode des éléments discrets à celle des éléments finis [SIS11]. Phillion et al [PHI08] considèrent une microstructure à deux dimensions de type Voronoï où les grains sont entourés de canaux liquides plus ou moins épais selon la fraction de solide. Les simulations éléments finis sur cette microstructure permettent de reproduire la localisation de la déformation au sein des films liquides intergranulaires et d'étudier l'effet de paramètres microstructuraux comme la taille des globules ou la présence de porosité aux points triples sur le comportement effectif. Néanmoins, l'adoucissement brutal final et la ductilité en traction ne sont pas prédits. Sistaninia et al [SIS11] introduisent des éléments de connections entre les grains de solide pour représenter le rôle mécanique de la phase liquide (méthode des éléments discrets). Une limitation du caractère prédictif de ce modèle est la nécessité d'identifier les paramètres de comportement des éléments de connections entre les grains solides, qui en fait dépendent de la température et de la distribution spatiale du liquide. De ce fait, le modèle est limité aux fractions de solide comprises entre 0.9 et 1. Ce modèle rend compte correctement de l'évolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la température. Il est aussi capable de décrire les différentes réponses d'un matériau semi-solide en traction et en compression et apporte des éléments de compréhension des mécanismes à l'échelle de la microstructure (localisation de la déformation). Néanmoins et comme pour les autres modèles, il n'est pas capable de décrire l'adoucissement brutal final et l'évolution de la ductilité en fonction de la température.

En résumé, les modèles développés pour décrire le comportement des semi-solides en traction permettent de décrire assez correctement la résistance en traction et sa variation avec la fraction de solide et la vitesse de déformation. Ils sont en revanche incapables de décrire l'adoucissement brutal et la déformation finale qui en résulte observés expérimentalement. Ils sont aussi limités à de faibles intervalles de fraction de solide : supérieures à 0.9 dans le cas où un squelette solide est présent ou inférieures à 0.9 dans le cas où un film liquide continu est présent. Cette limitation vient du fait que ces modèles considèrent une microstructure figée. Or le comportement des semi-solides est très fortement contrôlé par la distribution spatiale des phases liquide et solide et leur évolution au cours de la déformation. Il est donc important de modéliser le passage d'un comportement gouverné par la phase solide à un comportement gouverné par la phase liquide.

Dans les thèses de Carole Rouff et de Pierre Cézard, ce passage a été modélisé. Dans la suite du chapitre nous détaillons la modélisation micro-Macro développée par Carole Rouff et Pierre Cézard en focalisant sur certaines limites et les points à améliorer pour aboutir à un nouveau modèle.

4.4. Le modèle micro-Macro

Dans cette partie, on présente le modèle micro-Macro tel qu'il a été développé lors des travaux de thèses de Rouff [ROU02], [FAV05] et Cézard [CEZ06].

4.4.1. La démarche suivie pour la modélisation micro-Macro

Le comportement mécanique du matériau à l'état semi-solide dépend de la morphologie et la répartition spatiale des deux phases, liquide et solide, constituant la microstructure du matériau. La difficulté principale de la modélisation réside dans la description de l'évolution constante et non linéaire de deux phases du matériau durant l'écoulement. L'objectif de suivre une démarche micromécanique par transition d'échelle (micro-Macro) pour la modélisation du comportement est de mieux présenter les relations entre les spécificités microstructurales et les propriétés mécaniques macroscopiques du matériau.

Le modèle micro-Macro est un modèle multi échelle basé sur le principe d'homogénéisation [BOR01] où on remplace un matériau hétérogène à l'échelle microscopique par un milieu homogène équivalent à l'échelle macroscopique. Il utilise le caractère biphasé du semi-solide en tenant compte : du comportement de chacune des deux phases, de leur arrangement spatial, de leur interaction et de leur évolution.

On peut distinguer trois étapes majeures pour la démarche de modélisation micro-macro :

- 1- l'étape de représentation : c'est l'étape de description microstructurale du volume élémentaire représentatif (VER) du matériau : identification de la taille de VER, identification des différentes phases et de la fraction volumique de chacune des phases ainsi que leurs natures géométriques. Cette description permet de définir le milieu homogène équivalent (MHE).
- 2- l'étape de localisation : cette étape consiste à relier les champs mécaniques locaux (contrainte, déformation, vitesse ...) aux champs globaux à l'échelle de la structure. Cette relation se fait au travers d'un tenseur de localisation.
- 3- l'étape d'homogénéisation : Cette étape consiste à estimer le comportement effectif homogénéisé du MHE. Elle résulte de la combinaison des relations issues de

l'étape de localisation avec celles assurant la description d'un comportement mécanique local.

4.4.2. La description de la microstructure et son évolution

La figure 4.1 représente le volume élémentaire représentatif de la microstructure du matériau à l'état semi-solide. Pour qu'il soit représentatif, il doit être suffisamment grand par rapport à la taille des hétérogénéités. Pour pouvoir être considéré comme étant sollicité par une contrainte homogène dans un calcul de structure, il doit être suffisamment petit par rapport aux dimensions de la structure étudiée.

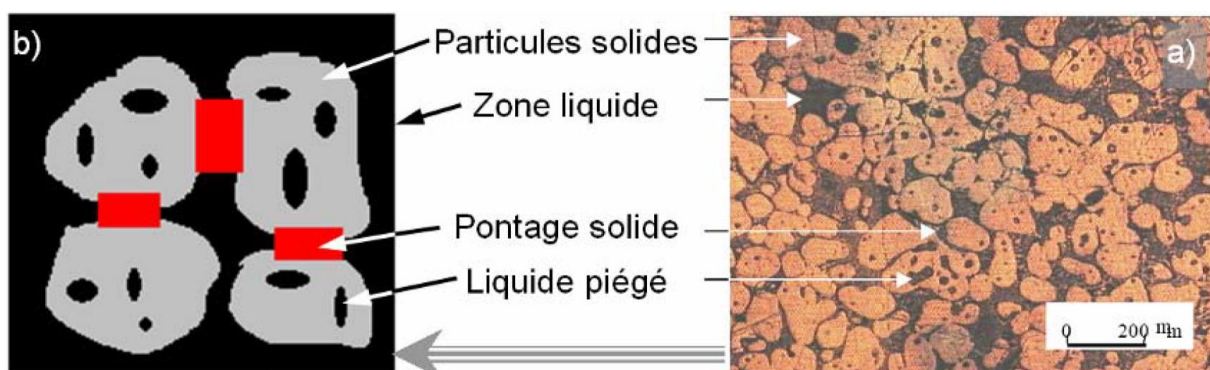


Fig. 4.1 – Description de la microstructure d'un semi-solide : (a) micrographie d'un alliage Sn-15%Pb ; (b) représentation schématique du VER [FAV05]

En se basant sur les observations microscopiques de la microstructure et les critères de choix du VER. On peut distinguer quatre composants essentiels :

- 1 Les particules solides
- 2 Les ponts solides reliant les particules solides
- 3 La zone de liquide libre (zone intergranulaire)
- 4 Le liquide piégé

Dans la littérature, il a été démontré que la déformation est souvent localisée. Ce sont les ponts solides et le liquide non emprisonné qui accommodent la déformation [DOH84, SEC84, KUM93]. Il est donc important de distinguer le rôle des pontages solides et du liquide libre qui participent à la déformation par rapport à celui des globules solides et du liquide piégé qui ne participent pas à la déformation.

Dans cette optique, la microstructure a été représentée par le motif d'une inclusion enrobée [ROU02, FAV05] (figure 4.2). L'inclusion est composée des globules solides et du liquide piégé tandis que l'enrobage est constitué du liquide libre et des pontages solides.

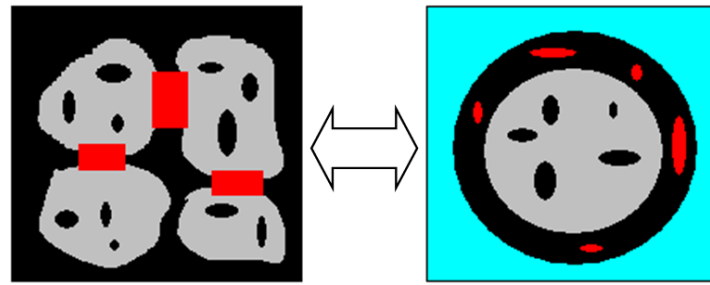


Fig. 4.2 – Schématisation du motif représentatif de la microstructure du matériau [ROU02, FAV05]

Durant la déformation, c'est la zone active, l'enrobage de l'inclusion, qui accommode la déformation du matériau tandis que l'inclusion se déforme très peu et a la faculté de pouvoir glisser relativement aisément par rapport aux autres inclusions. Il est important de distinguer les fractions volumiques de solide et de liquide qui accommodent et n'accommodent pas la déformation :

- La fraction de solide dans la zone active f_A^S (c'est la fraction des pontages qui représente l'état de cohésion du squelette solide)
- La fraction de solide dans l'inclusion f_I^S (c'est la fraction des globules solides)
- La fraction de liquide dans la zone active f_A^L (c'est le liquide libre)
- La fraction de liquide dans l'inclusion f_I^L (c'est le liquide piégé)

Au cours de la déformation, la présence du cisaillement au niveau des pontages solides a tendance à les rompre ce qui conduit à un phénomène de désagglomération du squelette solide [JOL76]. Dans le modèle, le motif représentatif est qualifié d'évolutif à travers l'évolution de la fraction solide dans la zone active f_A^S . Cette dernière permet de rendre compte de l'évolution de la distribution spatiale des phases durant la déformation et pilote le comportement de matériau (figure 4.3).

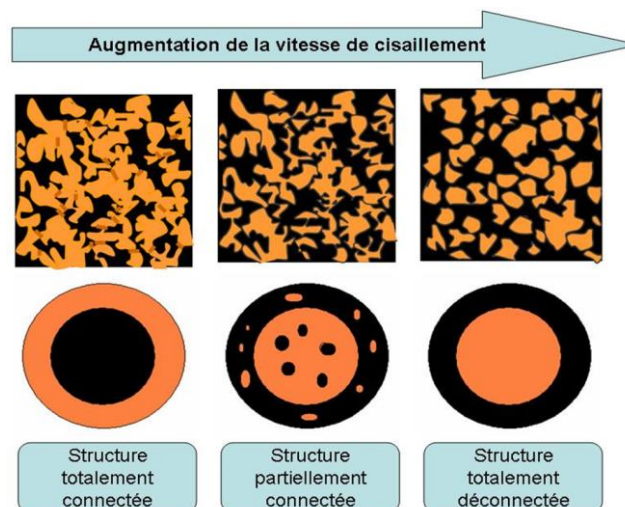


Fig. 4.3 – Évolution de la microstructure et du motif morphologique en fonction de la vitesse de cisaillement [CEZ06]

La variation de la fraction de solide dans la zone active résulte d'une compétition entre les phénomènes d'agglomération et de désagglomération du squelette solide. La variation de f_A^S dépend :

- De la fraction de solide globale f^S qui dépend de la température. Plus celle-ci sera élevée plus la fraction solide dans la zone active f_A^S sera grande. Elle dépend aussi du taux de cisaillement $\dot{\gamma}$. Plus le cisaillement est important plus la probabilité de rompre les pontages sera grande et donc plus f_A^S sera faible.
- De l'incrément de température : un refroidissement augmente la capacité de la phase solide à s'agglomérer (solidification), un échauffement augmente la capacité de la phase solide à se désagglomérer (fusion).

L'expression de l'évolution de la fraction de solide dans la zone active $\dot{f}_A^S$ proposée par Cézard [CEZ06] s'exprime sous la forme suivante :

$$\dot{f}_A^S = -K^T \cdot \text{sign}(\dot{T}) \cdot |\dot{T}|^b \cdot f^S \cdot (1 - f_A^S) - \frac{1}{\gamma_c} \cdot (1 - f^S) \cdot f_A^S \cdot \dot{\gamma}_A^S \quad [4.1]$$

Où :

- $\dot{\gamma}_A^S$ vitesse de cisaillement du solide dans la zone active
- γ_c cisaillement critique de séparation des globules solides correspondant à la rupture du pontage
- $\text{Sign}(\dot{T})$ négatif en solidification (chute de la température) et positif pour un réchauffement
- K^T et b sont des paramètres décrivant les mécanismes d'agglomération

4.4.3. Détermination des comportements locaux et global du semi-solide

Après avoir défini les fractions de solide et de liquide dans la zone active et l'inclusion, il faut définir le comportement des deux phases du matériau. La phase liquide est supposée isotrope, incompressible et son comportement est considéré comme étant un fluide newtonien avec une très faible viscosité. Le tenseur déviatorique des contraintes dans la phase liquide $\underline{S}^L$ s'exprime en fonction du tenseur des vitesses de déformation $\underline{\dot{\epsilon}}^L$ sous la forme suivante :

$$\underline{S}^L = 2\mu^L \underline{\dot{\epsilon}}^L \quad [4.2]$$

Avec μ^L , la viscosité du liquide qui est égale à la consistance du liquide $\approx 10^{-3} Pa.s$

La phase solide est supposée également isotrope et incompressible et son comportement est considéré comme non-newtonien (viscoplastique) avec une viscosité élevée. La loi d'écoulement s'écrit avec le tenseur déviatorique de contrainte sous la forme suivante :

$$\underline{S}^S = 2\mu^S \underline{\dot{\epsilon}}^S \quad \text{avec} \quad \mu^S = k^S \left(\frac{\dot{\epsilon}_{eq}}{\dot{\epsilon}_0} \right)^{m-1} \quad [4.3]$$

Avec :

- k^S est la consistance du solide $\approx 10^6 \text{ Pa.s}$
- m est le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation
- $\dot{\epsilon}_0$ est la vitesse de déformation de référence considérée égale à 1s^{-1}

La détermination de la viscosité effective du matériau à l'état semi-solide passe en premier lieu par la détermination de la viscosité de la zone active (A) et de l'inclusion (I) du motif représentatif du VER, c'est la première transition d'échelle. En second lieu, à partir de la viscosité de l'inclusion et de la zone active, on détermine la viscosité effective μ_{ss} du VER, milieu homogène équivalent. C'est la deuxième transition d'échelle (figure 4.4).

Pour la première transition d'échelle, nous avons utilisé le modèle autocohérent, c'est à dire que l'on suppose que chaque phase (liquide ou solide) ressent l'action mécanique de son environnement de façon moyenne au travers du milieu homogène équivalent (cf Annexe). Les viscosités de l'inclusion et de la zone active sont définies par l'équation suivante :

$$\mu_B = f_B^S \cdot \mu_B^S \cdot T_B^S + (1 - f_B^S) \cdot \mu_B^L \cdot T_B^L \quad [4.4]$$

Avec T_B^S et T_B^L sont les tenseurs de localisation dans la phase solide et liquide qui relient le tenseur des vitesses de déformation moyennes dans les phases solide et liquide respectivement au tenseur des vitesses de déformations moyennes du milieu B qui contient ces deux phases ($\underline{\dot{\epsilon}}_B^{S/L} = T_B^{S/L} \underline{\dot{\epsilon}}_B$) (réduits à des scalaires dans notre cas) (voir Annexe A):

$$T_B^S = \frac{5 \cdot \mu_B}{3 \cdot \mu_B + 2 \cdot \mu_B^S} \quad [4.5]$$

$$T_B^L = \frac{5 \cdot \mu_B}{3 \cdot \mu_B + 2 \cdot \mu_B^L} \quad [4.6]$$

L'indice B devient I quand on fait référence à l'inclusion et A lorsqu'on fait référence à la zone active.

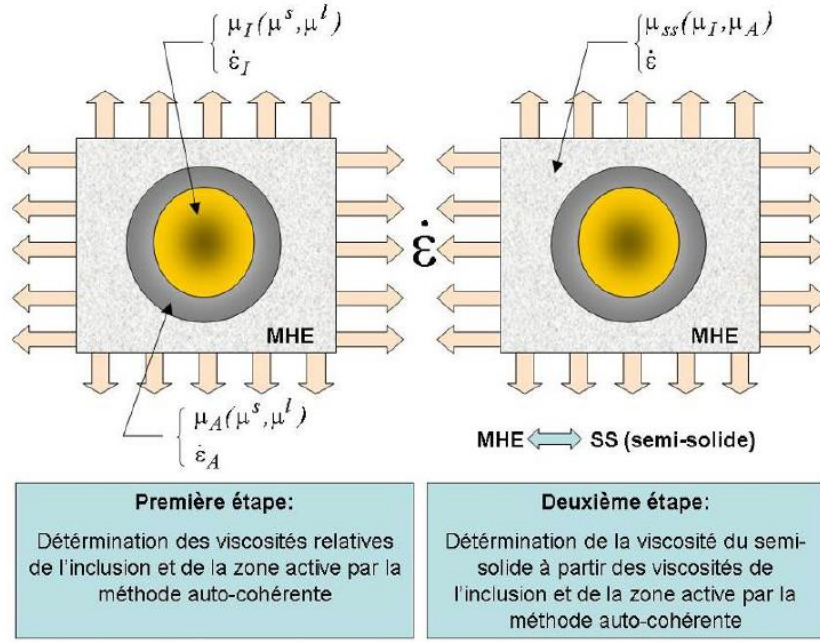


Fig. 4.4 – Double transition d'échelle par le modèle autocohérente [CEZ06]

Connaissant les viscosités de l'inclusion et de la zone active, la viscosité effective du semi-solide peut être déterminée par l'équation suivante. Pour cette deuxième transition d'échelle, le modèle utilisé est le modèle trois phases qui est équivalent au modèle autocohérent appliqué au cas de l'inclusion enrobée :

$$\mu_{ss} = \mu_A + f_I \cdot (\mu_I - \mu_A) \cdot T_{ss} \quad [4.7]$$

Mais où l'expression du tenseur de localisation diffère pour prendre en compte la morphologie de l'inclusion enrobée. Dans le cas d'un système isotrope et incompressible, le tenseur de localisation de la zone active $T_{ss}(\dot{\epsilon}_A = T_{ss}\dot{\epsilon})$ s'écrit (voir Annexe):

$$T_{ss} = \frac{5 \cdot \mu_{ss}}{3 \cdot \mu_{ss} + 2 \cdot \mu_A + \left(\frac{1-f_I}{f_I}\right) \cdot \frac{6}{5} \cdot (\mu_I - \mu_A) \cdot \left(\frac{\mu_{ss}}{\mu_A} - 1\right)} \quad [4.8]$$

Où f_I est la fraction volumique de l'inclusion qui dépend du rayon des inclusions sphériques R et de l'épaisseur de l'enrobage (la zone active) ΔR suivant l'équation :

$$f_I = \frac{R^3}{(R + \Delta R)^3} \quad [4.9]$$

La formulation du tenseur de localisation T_{ss} (équation 4.8) est valable pour une fraction volumique de l'inclusion comprise entre 0.6 et 1.

On remarque également qu'en faisant tendre f_l vers 1 (enrobage nulle) l'équation [4.8] tend prend la forme des équations [4.5] et [4.6]. On se retrouve dans le cas d'un modèle autocohérent classique.

La double transition d'échelle précédemment décrite permet de déterminer la viscosité effective du semi-solide et de définir la loi de comportement reliant le déviateur du tenseur de contrainte au tenseur de vitesse de déformation comme suit :

$$\underline{S} = 2 \cdot \mu_{ss} \cdot \underline{\dot{\epsilon}} \quad [4.10]$$

La loi de comportement issue du modèle micro-Macro, à l'échelle du VER, est une loi isotrope purement viscoplastique où le matériau est considéré homogène avec une viscosité effective μ_{ss} . Par contre, pour la détermination de la viscosité effective, elle prend en compte la nature biphasique du matériau et le comportement de chaque phase à l'échelle microscopique.

4.4.4. Les limites de l'ancienne version du modèle micro-Macro

L'objectif de lister certaines limites du modèle s'inscrit dans l'optique d'améliorer la modélisation afin de la rendre plus performante.

La figure 4.5 représente les résultats de l'expérience et de la prédiction du modèle pour un essai de compression sur un alliage d'aluminium avec une fraction de solide de 0.7 et pour une vitesse de déplacement égale à 500 mm/s [FAV11]. Comparativement au résultat de l'expérience, la version actuelle du modèle (purement viscoplastique) ne décrit pas les premiers stades de la déformation. Or en traction, les déformations sont très faibles et il est donc indispensable de décrire ces premiers stades pour modéliser la résistance du matériau pour cet état de chargement. De plus, il prédit bien un pic d'effort suivi d'une chute et d'une remontée conformes à l'expérience mais décalé en déplacement. L'origine de ce décalage n'est pas complètement comprise mais il peut venir d'une mauvaise représentation de la réponse du matériau aux premiers stades de la déformation. Etant donné les faibles déformations mises en jeu, il est raisonnable de penser qu'un comportement de type élastique est à l'origine de la résistance du matériau dans ces premiers stades. Favier et Atkinson [FAV11] ont proposé une première approche encourageante pour intégrer un comportement

élastique dans l'approche micro-Macro. Le comportement élastique est écrit directement à l'échelle du VER pour le matériau homogène équivalent. Il est associé à la déformation élastique de la structure squelette solide. Dans leur modèle monophasique, Koeune et Ponthot [KOE14] ont également intégré un comportement élastique permettant ainsi une transition continue entre le domaine solide et le domaine semi-solide. Nous proposons dans la suite une nouvelle approche pour modéliser un comportement de type élastique du matériau.

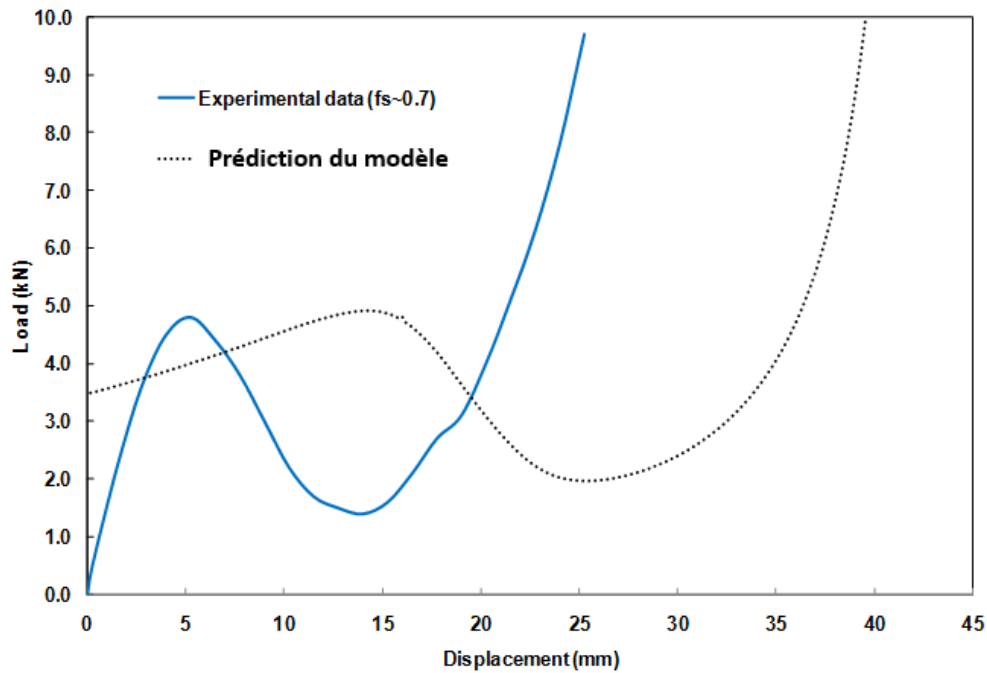


Fig. 4.5 – Évolution de l'effort en fonction du déplacement pour un essai de compression à l'état semi-solide pour un aluminium : Résultat de modèle/expérience

Rappelons que la fraction de solide dans la zone active représente la fraction des pontages solides entre les particules solides. C'est une variable interne du modèle qui donne une mesure du degré de connexion/cohésion du squelette solide. L'évolution de cette variable interne du modèle représente l'évolution de l'état de cohésion de la microstructure ce qui est essentiel pour comprendre et prédire le comportement des semi-solides (chapitre 1 et 3). Contrairement à ce qui a été proposé par Rouff [ROU02] pour l'évolution de la fraction de solide dans la zone active avec le passage instantané d'une microstructure très agglomérée vers une microstructure très désagglomérée, Cézard [CEZ06] a proposé une loi d'évolution (équation 4.1) où les phénomènes d'agglomération et de désagglomération ont leurs cinétiques propres. Cette formulation favorise la désagglomération (la destruction du pontage) qui dépend des forces générées par la contrainte de cisaillement appliquée au pontage, alors que, l'agglomération peut survenir lorsque le matériau est au repos ou par des effets thermiques

qui rendent la structure plus solide avec une chute de la température (en solidification). Elle ne prend pas en compte l'effet de l'état de contrainte (traction ou compression) sur l'agglomération du squelette solide alors que, comme montré dans les chapitres 1 et 3, la compression favorise la densification de la phase solide et l'agglomération du squelette.

Du point de vue de la modélisation, l'évolution de la fraction solide dans la zone active doit dépendre de l'état de contrainte ce qui est important pour prédire la dissymétrie de comportement entre la traction et la compression, à l'instar des travaux de Giraud et al [GIR10]. La figure 4.6 représente une comparaison des évolutions de l'effort en fonction du déplacement pour des essais expérimentaux en traction et en compression à 1350°C (détails des essais dans les chapitres 2 et 3). Les résultats mettent en évidence cette dissymétrie de comportement qui devrait être prédite par le modèle à travers l'évolution de la variable interne qu'est la fraction de solide dans la zone active.

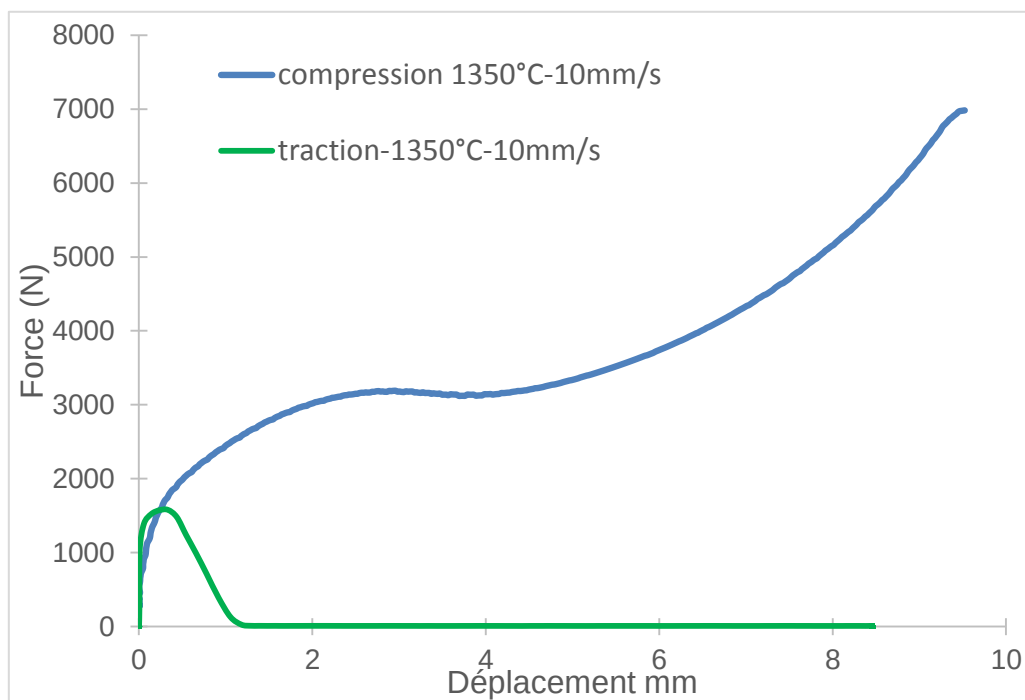


Fig. 4.6 – Évolution de l'effort en fonction du déplacement pour un essai de traction et un essai de compression à 1350°C

Dans la suite du chapitre nous présenterons les améliorations apportées au modèle. Nous en proposons une nouvelle version qui associe clairement la réponse de type élastique avec le squelette solide saturé en liquide afin de prédire les premiers instants de déformation en traction et compression (la phase « élastique ») ainsi que la nouvelle formulation pour l'évolution de la fraction de solide dans la zone active.

4.5. Les développements apportés dans le cadre du modèle micro-Macro

4.5.1. Base physique des développements proposés

Rappelons que, initialement au repos, pour des fractions solides élevées, la microstructure du semi-solide est constituée d'un squelette solide poreux contenant des poches de liquide ne formant pas un chemin continu. Sous la sollicitation, le squelette solide se déforme. En traction, il se dilate induisant une sous-pression dans les pores saturés de liquide. En compression, il se contracte entraînant au contraire une sur-pression. Cette pression interne exercée par le liquide sur le squelette augmente la résistance du squelette. La rupture des pontages crée des cavités mais libère également du liquide piégé. Ainsi, la désagglomération du squelette permet finalement la formation de canaux intergranulaires dans lequel le liquide peut s'écouler. L'écoulement se fait des zones en sur-pression vers les zones en sous-pression. En traction, le liquide va donc remplir les cavités laissées par le solide tant qu'il est en quantité suffisante. Si les cavités sont trop grandes par rapport à la quantité de liquide disponible, des fissures apparaissent. Les films pris des essais de traction ont montré que la chute de l'effort était associée à l'apparition de fissures qui sont plus ou moins facilement remplies de liquide. On a alors un adoucissement plus ou moins brutal de l'effort jusqu'à sa valeur nulle. En compression, le liquide tend à s'écouler vers l'extérieur du lopin cylindrique. Sous l'écrasement, la partie centrale du lopin se densifie et le squelette solide se ré-agglomère.

Cette synthèse des phénomènes physiques intervenant lors de la déformation d'une structure à l'état semi-solide va servir de base pour proposer une nouvelle version du modèle dont les améliorations sont détaillées dans la partie suivante.

4.5.2. La nouvelle version du modèle micro-Macro

Pour le développement du modèle, une nouvelle formulation élasto-visco-plastique de loi de comportement a été définie. Nous avons eu recours à la théorie de la poro-élasticité afin de modéliser le comportement au tout début de la déformation. L'intérêt de la poro-élasticité est de décrire l'élasticité d'origine structurale durant les premiers stades de la déformation (élasticité due à la structure « squelette poreux » et non pas aux propriétés élastiques des deux phases liquide et solide) et de pouvoir prendre l'effet additionnel de la pression du liquide dans les pores sur la résistance mécanique de la structure semi-solide.

De plus, concernant l'évolution de l'état de cohésion du squelette solide, une nouvelle formulation pour la loi d'évolution de la fraction de solide dans la zone active a été proposée afin de mettre en évidence l'influence de l'état de contraintes sur les phénomènes d'agglomération et de désagglomération.

4.5.2.1. Formulation élastoviscoplastique

Dans le cadre de la nouvelle formulation, on considère que le comportement du matériau à l'état semi-solide est de type élasto-visco-plastique. La vitesse de déformation totale du matériau s'exprime comme la somme des vitesses de déformations élastique $\underline{\dot{\epsilon}}^e$ et viscoplastique $\underline{\dot{\epsilon}}^{vp}$:

$$\underline{\dot{\epsilon}} = \underline{\dot{\epsilon}}^e + \underline{\dot{\epsilon}}^{vp} \quad [4.11]$$

La relation d'élasticité est considérée comme linéaire isotrope et le tenseur des vitesses de contraintes est relié au tenseur des vitesses de déformations élastique de façon linéaire par la loi de Hooke :

$$\underline{\dot{\sigma}} = \underline{\underline{C}} : (\underline{\dot{\epsilon}} - \underline{\dot{\epsilon}}^{vp}) \quad [4.12]$$

$\underline{\underline{C}}$ est le tenseur des modules d'élasticité, dans le cas d'un comportement isotrope, il vaut :

$$\underline{\underline{C}} = 3K^{Poro} \underline{\underline{j}} + 2G^{Poro} \underline{\underline{k}} \quad [4.13]$$

Où K^{Poro} et G^{Poro} sont les modules de compressibilité et de cisaillement poro-élastique. Nous déterminons ces modules à travers un calcul micromécanique poro-élastique où nous prenons en compte l'interaction mécanique entre la phase solide et liquide. $\underline{\underline{j}}$ et $\underline{\underline{k}}$ sont les projecteurs sphérique et déviatorique.

4.5.2.2. Le calcul poro-élastique

Pour le calcul des modules poro-élastiques du milieu effectif, on considère un problème purement élastique. Durant les premiers stades de la déformation, aux fractions de solide étudiées ($f^S > 0.8$), la phase solide forme un milieu continu poreux, appelé squelette solide. La phase liquide est piégée dans des poches isolées et ne peut s'écouler. La déformation du squelette solide modifie le volume des poches et le liquide compressible produit une pression dans ces poches. Pour représenter ce système, on suppose que le liquide n'agit sur le milieu qu'au travers de la pression P^L qu'il induit. Il est modélisé comme un solide élastique de modules nuls. Le VER est donc composé de globules solides de fraction f^S et de modules

élastiques $\underline{\underline{C}}^S$, qui forment un squelette poreux, et de poches de modules élastiques nuls, appelées pores, de fraction f^P et soumises à une pression interne P^L .

En homogénéisation, cette distribution des phases dans laquelle la phase rigide (le solide) entoure une phase souple (les pores) est bien décrite par le modèle d'Hashin-Strickman qui est donc retenu dans la suite. Plus de détails sur ce modèle sont donnés dans l'Annexe.

Comme la phase liquide est entièrement contenue dans les pores, la fraction de pores f^P est considérée égale à la fraction de liquide f^L (on rappelle que $f^S + f^L = 1$). La figure 4.7 illustre une représentation du VER et du motif représentatif du système selon l'approche d'homogénéisation d'Hashin-Strickman.

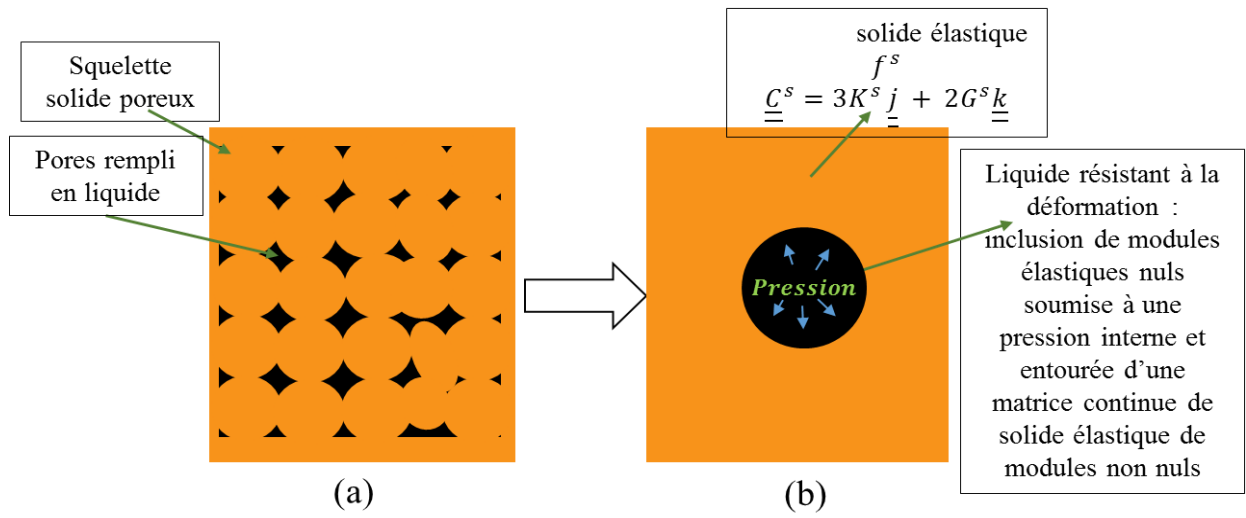


Fig. 4.7 – Représentation du problème selon le modèle d'Hashin-Strickman (a) VER du semi-solide ; (b) motif : Inclusion soumise à une pression interne

Les équations locales de ce VER s'écrivent (on rappelle qu'on suppose ici dans un premier temps que la phase solide à un comportement purement élastique):

$$\underline{\underline{\sigma}}^S(x) = \underline{\underline{C}}^S : \underline{\underline{\varepsilon}}^S(x) \quad [4.14]$$

$$\underline{\underline{\sigma}}^P(x) = -P^L \cdot \underline{\underline{i}} \quad [4.15]$$

$$\text{div}(\underline{\underline{\sigma}}(x)) = 0 \quad [4.16]$$

$$u(x) = \underline{\underline{E}} \cdot x \quad [4.17]$$

L'équation [4.14] exprime la loi de comportement élastique dans la phase solide de tenseur de module élastique $\underline{\underline{C}}^S$. Ce comportement est isotrope et s'écrit :

$$\underline{\underline{C}}^S = 3K^S \underline{\underline{j}} + 2G^S \underline{\underline{k}} \quad [4.18]$$

Où K^S et G^S sont les modules de compressibilité et de cisaillement élastiques. L'équation [4.15] exprime « la loi de comportement » dans les pores. L'équation [4.16] exprime l'équilibre du VER et l'équation [4.17] exprime les conditions aux limites imposées en déplacement sur la frontière du VER. En micromécanique, ce système est formellement identique à celui d'un matériau hétérogène thermoélastique [BOR01] dans lequel la polarisation moyenne est nulle dans la phase solide ($\underline{\underline{\tau}}^S = \underline{\underline{0}}$) et égale à $\underline{\underline{\tau}}^P = -P^L \cdot \underline{\underline{i}}$ dans la phase poreuse. On peut montrer que le comportement homogénéisé d'un tel système s'écrit [BOR01] :

$$\underline{\underline{\Sigma}} = \underline{\underline{C}}^e : \underline{\underline{E}} + \langle \underline{\underline{A}} : \underline{\underline{\tau}} \rangle \quad [4.19]$$

Où $\underline{\underline{C}}^e$ est le tenseur des modules élastiques homogénéisés et $\underline{\underline{A}}$ sont les tenseurs de localisation moyens relatifs à la phase solide et à la phase poreuse.

La contrainte homogénéisée $\underline{\underline{\Sigma}}$ et la déformation élastique homogénéisée $\underline{\underline{E}}$ encore appelées contrainte et déformation élastique macroscopiques s'écrivent :

$$\underline{\underline{\Sigma}} = f^S \underline{\underline{\sigma}}^S + f^P P^L \underline{\underline{i}} = (1 - f^P) \underline{\underline{\sigma}}^S + f^P P^L \underline{\underline{i}} \quad [4.20]$$

$$\underline{\underline{E}} = f^S \underline{\underline{\varepsilon}}^S + f^P \underline{\underline{\varepsilon}}^P = (1 - f^P) \underline{\underline{\varepsilon}}^S + f^P \underline{\underline{\varepsilon}}^P \quad [4.21]$$

$\underline{\underline{\sigma}}^S, P^L \underline{\underline{i}}, \underline{\underline{\varepsilon}}^S, \underline{\underline{\varepsilon}}^P$ sont respectivement les tenseurs des contraintes et des déformations moyennes dans la phase solide et dans la phase poreuse. Dans le cas présent :

$$\langle \underline{\underline{A}} : \underline{\underline{\tau}} \rangle = -f^P P^L \underline{\underline{A}}^P : \underline{\underline{i}} \quad [4.22]$$

$$\underline{\underline{C}}^e = \langle \underline{\underline{C}} : \underline{\underline{A}} \rangle = f^S \underline{\underline{C}}^S : \underline{\underline{A}}^S \quad [4.23]$$

L'équation [4.19] s'écrit donc :

$$\underline{\underline{\Sigma}} = \underline{\underline{C}}^e : \underline{\underline{E}} - f^P \underline{\underline{A}}^P P^L \cdot \underline{\underline{i}} = \underline{\underline{C}}^e : \underline{\underline{E}} - P^L \underline{\underline{B}} \quad [4.24]$$

$\underline{\underline{B}}$ est le tenseur de Biot classiquement introduit en poroélasticité. Il décrit l'effet d'une pression interstitielle sur la contrainte du système. Ainsi la contrainte du milieu homogénéisé résulte de la déformation macroscopique et de la pression interstitielle.

Pour un système isotrope, le tenseur de localisation peut être représenté sous la forme suivante :

$$\underline{\underline{A}}^P = a^P \underline{j} + b^P \underline{k} \quad [4.25]$$

a^P et b^P sont déterminés dans l'annexe A et d'après les propriétés des tenseurs de projection $\underline{j} : \underline{i} = \underline{i}$ et $\underline{k} : \underline{i} = 0$, on a

$$\underline{B} = f^P a^P \underline{i} = b \underline{i} \quad [4.26]$$

Dans notre problème, la variation de la pression est reliée à la variation du volume des pores dont l'origine est la déformation macroscopique. La pression moyenne induite P^L par la phase liquide se calcule à partir de la relation suivante :

$$P^L = -K^L \text{trace}(\underline{\varepsilon}^P) \quad [4.27]$$

où K^L est le module de compressibilité du liquide et $\underline{\varepsilon}^P$ la déformation moyenne dans la phase poreuse. Cette dernière résulte de la déformation macroscopique $\underline{E}$ au niveau du VER mais aussi de la pression du liquide dans les pores. Le problème étant linéaire, les deux contributions s'ajoutent :

$$\underline{\varepsilon}^P = \underline{A}^P \text{trace}(\underline{E}) + P^L \underline{N} \quad [4.28]$$

$\underline{N}$ est un tenseur décrivant la linéarité entre la pression interstitielle et la déformation des pores.

- Détermination de $\underline{N}$

Pour déterminer $\underline{N}$, prenons le cas particulier d'une déformation macroscopique nulle ($\underline{E} = \underline{0}$) et d'une pression interstitielle P^L égale à 1 Pa. Pour noter cette condition particulière, les champs de contraintes et de déformation sont annotés de l'indice 1.

On déduit de les équations [4.28] et [4.21] que :

$$\underline{\varepsilon}^{P1} = \underline{N} = -\frac{1-f^P}{f^P} \underline{\varepsilon}^{S1} \quad [4.29]$$

En utilisant l'équation [4.20] et les conditions particulières, l'équation [4.24] devient

$$\underline{\Sigma} = -\underline{B} = -b \underline{i} = (1-f^P) \underline{\sigma}^{S1} - f^P \underline{i} \quad [4.30]$$

L'équation [4.29] se ré-écrit alors

$$\underline{\varepsilon}^{P1} = \underline{N} = -\frac{1-f^P}{f^P} \underline{S}^S : \sigma^{S1} = -\frac{1}{f^P} \underline{S}^S : [f^P \underline{i} - b \underline{i}] \quad [4.31]$$

La déformation des pores s'écrit donc finalement :

$$\underline{\varepsilon}^P = \underline{A}^P : \underline{E} - \frac{P^L}{f^P} (f^P - b) \underline{S}^S : \underline{i} \quad [4.32]$$

Dans le cas isotrope, cette relation s'écrit encore

$$\underline{\varepsilon}^P = \left(a^P \underline{j} + b^P \underline{k} \right) : \underline{E} - \frac{P^L}{f^P} (f^P - b) \left[\frac{1}{3K^S} \underline{j} + \frac{1}{2G^S} \underline{k} \right] : \underline{i} \quad [4.33]$$

$$\underline{\varepsilon}^P = \left(a^P \underline{j} + b^P \underline{k} \right) : \underline{E} - \frac{P^L (f^P - b)}{f^P 3K^S} \underline{i} \quad [4.34]$$

On en déduit en utilisant également l'équation [4.26] que :

$$trace(\underline{\varepsilon}^P) = a^P trace(\underline{E}) - \frac{P^L}{K^S} (1 - a^P) \quad [4.35]$$

A partir des équations [4.27] et [4.35], on en déduit l'expression de P^L qui traduit bien que la pression interstitielle est due à la déformation macroscopique :

$$P^L = -\frac{K^L a^P}{1 - \frac{K^L}{K^S} (1 - a^P)} trace(\underline{E}) \quad [4.36]$$

Dans le cas du modèle de Hashin-Strickman (Annexe) a^P est égale à :

$$a^P = \frac{1}{f^P} \left(1 - \frac{K^e}{K^S} \right) \quad [4.37]$$

La pression s'écrit donc finalement :

$$P^L = -\frac{K^L \frac{1}{f^P} \left(1 - \frac{K^e}{K^S} \right)}{1 - \frac{K^L}{K^S} \left(1 - \frac{1}{f^P} \left(1 - \frac{K^e}{K^S} \right) \right)} trace(\underline{E}) \quad [4.38]$$

Le comportement macroscopique du milieu poreux saturé en liquide s'écrit alors :

$$\underline{\Sigma} = \underline{C}^e : \underline{E} - f^P \underline{A}^P P^L \cdot \underline{i} = \left(3K^e \underline{j} + 2G^e \underline{k} \right) : \underline{E} + \frac{3 \frac{K^L}{f^P} \left(1 - \frac{K^e}{K^S} \right)^2}{1 - \frac{K^L}{K^S} \left(1 - \frac{1}{f^P} \left(1 - \frac{K^e}{K^S} \right) \right)} \underline{j} : \underline{E}$$

$$\underline{\underline{\Sigma}} = \left(3 \left(K^e + \frac{\frac{K^L}{f^p} \left(1 - \frac{K^e}{K^s} \right)^2}{1 - \frac{K^L}{K^s} \left(1 - \frac{1}{f^p} \left(1 - \frac{K^e}{K^s} \right) \right)} \right) \right) \underline{\underline{J}} + 2G^e \underline{\underline{k}} : \underline{\underline{E}} \quad [4.39]$$

Ainsi, il apparait une contribution supplémentaire au module de compressibilité K^p égale à :

$$K^p = \frac{\frac{K^L}{f^p} \left(1 - \frac{K^e}{K^s} \right)^2}{1 - \frac{K^L}{K^s} \left(1 - \frac{1}{f^p} \left(1 - \frac{K^e}{K^s} \right) \right)} \quad [4.40]$$

Cette contribution est positive : on prévoit donc une réponse plus raide sous l'effet de la pression interstitielle. À partir de [4.39] les modules de compressibilité et de cisaillement poro-élastique K^{Poro} et G^{Poro} de la structure semi-solide valent :

$$K^{Poro} = K^e + K^p \quad [4.41]$$

$$G^{Poro} = G^e \quad [4.42]$$

4.5.2.3. Détermination de propriétés effectives K^e G^e du squelette

Pour déterminer le module de compressibilité effectif K^e et le module de cisaillement effectif G^e du mélange semi-solide, le modèle d'homogénéisation de Hashin-Strickman a été utilisé. On rappelle que le squelette semi-solide est traité comme un squelette poreux sec (pores de modules élastiques nuls) et le rôle de liquide est pris en compte uniquement à travers sa pression exercée sur les pores lors de la déformation représentant un effet rigidifiant supplémentaire K^p sur la rigidité du squelette.

Selon le calcul Hashin-Strickman (voir Annexe A) pour les modules de compressibilité et de cisaillement effectives, K^e et G^e , du squelette semi-solide on obtient :

$$K^e = \frac{1}{\frac{f^s}{K^s + K^*} + \frac{f^L}{K^L + K^*}} - K^* \quad [4.43]$$

$$G^e = \frac{1}{\frac{f^s}{G^s + G^*} + \frac{f^L}{G^L + G^*}} - G^* \quad [4.44]$$

$$\text{Où } K^* = \frac{4}{3} G^S \text{ et } G^* = \frac{G^S(9K^S+8G^S)}{6(K^S+2G^S)}$$

Pour des modules de compressibilité et de cisaillement nuls dans la phase liquide ($K^L = G^L = 0$) et en notant $f^L = f^P$, la fraction de phase poreuse, les modules homogénéisés du squelette poreux sec deviennent :

$$K^e = \frac{K^S(1-f^P)}{1 + \left(\frac{f^P K^S}{\frac{4}{3} G^S} \right)} \quad [4.45]$$

$$G^e = \frac{G^*(G^S + G^*)}{f^P G^S + G^*} - G^* \text{ avec } G^* = G^S \frac{(9K^S + 8G^S)}{6(K^S + 2G^S)} \quad [4.46]$$

Dans le cas où $K^S \rightarrow \infty$ (phase solide incompressible) et $K^L = G^L = 0$ s'expriment sous la forme suivante (détails de calcul en Annexe) :

$$K^e = \frac{4}{3} \left(\frac{1-f^p}{f^p} \right) G^S \quad [4.47]$$

$$G^e = 3 \left(\frac{1-f^p}{3+2f^p} \right) G^S \quad [4.48]$$

Dans ce cas, le terme de rigidité supplémentaire K^P lié à l'effet de pression se réduit à :

$$K^P = \frac{K^L}{f^p} \quad [4.49]$$

Finalement pour une phase solide incompressible saturée en liquide, les modules de compressibilité et de cisaillement poro-élastique valent :

$$K^{Poro} = \frac{4}{3} \left(\frac{1-f^p}{f^p} \right) G^S + \frac{K^L}{f^p} \quad [4.50]$$

$$G^{Poro} = 3 \left(\frac{1-f^p}{3+2f^p} \right) G^S \quad [4.51]$$

On constate que lorsque la fraction de pores tend vers zéro, $G^{Poro} = G^S$ et $K^{Poro} \rightarrow \infty$. On retrouve les propriétés de la phase solide incompressible.

Dans la suite, nous avons pris en compte les expressions [4.45] et [4.46] pour K^e et G^e avec K^{Poro} et G^{Poro} intégrant une compressibilité élastique de la phase solide. Cette compressibilité reste faible. Nous reviendrons sur ce point dans le chapitre 5 au sujet de l'identification des paramètres du modèle.

Le tenseur des modules poro-élastiques étant déterminé, revenons maintenant à la formulation complète de la loi de comportement dans le cas d'un comportement élasto-visco-plastique décrites par les équations générales [4.11] et [4.12]. La vitesse de déformation élastique est la différence entre la vitesse de déformation totale et la vitesse de déformation viscoplastique et la loi de comportement macroscopique du milieu semi-solide vaut :

$$\underline{\underline{\dot{\sigma}}} = \left(3(K^e + K^P)\underline{\underline{j}} + 2G^e\underline{\underline{k}} \right) : (\underline{\underline{\dot{\epsilon}}} - \underline{\underline{\dot{\epsilon}}^{vp}}) \quad [4.52]$$

Où $\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}$ est le tenseur de vitesse de déformation total et $\underline{\underline{\dot{\epsilon}}^{vp}}$ et le tenseur de vitesse de déformation viscoplastique. K^P est donné par [4.40]. K^e est donné par [4.45]. G^e est donné par [4.46]. La déformation viscoplastique est donnée par la relation [4.10] réécrite sous la forme suivante

$$\underline{\underline{\dot{\epsilon}}^{vp}} = \frac{1}{2\mu_{ss}} \underline{\underline{S}} \quad [4.53]$$

où $\underline{\underline{S}} = \underline{\underline{\sigma}} - \frac{1}{3} \text{trace}(\underline{\underline{\sigma}}) \underline{\underline{1}}$ et μ_{ss} est la viscosité effective du semi-solide calculée par la double transition d'échelle comme expliquée dans le paragraphe 4.4.3. La seule différence avec le modèle présenté dans le paragraphe 4.4.3 vient de la loi d'évolution de la variable interne f_A^S présentée dans la suite.

4.5.2.4. Loi d'évolution du variable interne de modèle

Toujours dans la même philosophie que celle de l'ancienne version du modèle micro-Macro, le modèle décrit l'évolution de l'état de cohésion du squelette solide à travers la variable interne, fraction de solide f_A^S . L'évolution de la fraction de solide dans la zone active résulte d'une compétition entre les mécanismes d'agglomération et de désagglomération qui dépendent de la fraction de solide initiale, du taux de cisaillement et de la variation de la température, c'est l'équation [4.1] déjà présentée et que l'on rappelle ici :

$$\dot{f}_A^S = K^T \cdot (\dot{T})^b \cdot f^S \cdot (1 - f_A^S) - \frac{1}{\gamma_c} \cdot (1 - f^S) \cdot f_A^S \cdot \dot{\gamma}_A^S$$

Dans cette formulation de $\dot{f}_A^S$, l'agglomération dépend uniquement de la température, c'est-à-dire, qu'elle est directement et uniquement liée à la solidification. Expérimentalement, il a été vérifié que l'état de contrainte influence les mécanismes d'agglomération (chapitre 1 et 3) et que la présence de la compression favorise l'agglomération.

Dans le cadre de ce travail une nouvelle loi d'évolution de f_A^S où on prend en compte l'effet de l'état de contrainte sur l'agglomération a été proposée. Elle se présente dans des conditions isothermes comme suit :

$$\dot{f}_A^S = D_{ag} \cdot \text{signe}(P) \cdot (1 - f_A^S) \cdot f^S - D_{dag} \cdot (1 - f^S) \cdot f_A^S \cdot \dot{\gamma}_A^S \quad [4.53]$$

Avec :

- D_{ag} est un paramètre d'agglomération
- D_{dag} est un paramètre de désagglomération
- $\dot{\gamma}_A^S = \sqrt{3} \cdot \dot{\varepsilon}_{vp Eq A}^S$ où $\dot{\varepsilon}_{vp Eq A}^S$ est la vitesse de déformation équivalente de la phase solide dans la zone active
- $\text{signe}(P)$ est un paramètre qui dépend du signe de la pression hydrostatique, il vaut 1 pour une pression hydrostatique supérieure ou égale à 0 (un état de contrainte compressif ou de cisaillement) et il vaut 0 pour une pression hydrostatique négative. Ce qui fait que le terme d'agglomération n'est pas nul pour la compression alors qu'il demeure nul en traction.

Dans des conditions anisothermes la chute de la température (la solidification) favorise l'agglomération du squelette solide et la montée de la température (la refusion) favorise la désagglomération. Ce qui fait que dans des conditions anisothermes l'équation devient :

$$\dot{f}_A^S = D_{ag}(1 - f_A^S)f^S(A + B) - D_{dag}(1 - f^S) \cdot f_A^S \cdot \dot{\gamma}_A^S \quad [4.54]$$

Avec :

- $A = \frac{\text{Max}(\text{Press}, 0)}{|\text{Press}|}$ c'est la valeur supérieure entre la pression hydrostatique et 0 divisée par la valeur absolue de la pression. Ce qui fait que A vaut 1 pour une pression hydrostatique supérieure à 0 et vaut 0 par ailleurs.

- $B = \text{Max}\left(\frac{-\Delta T}{T}, 0\right)$ c'est la valeur maximale entre $\frac{-\Delta T}{T}$ et 0. Ce qui fait que B vaut 0 pour la refusion et $\frac{-\Delta T}{T}$ pour la solidification.

L'effet de la refusion sur la désagglomération est pris en compte par le terme $(1 - f^s)$ qui augmente avec la montée de la température.

La nouvelle version du modèle a été codée en langage fortran et les figures 4.7 et 4.8 représentent des résultats de calcul numérique avec un compilateur fortran d'un essai de traction et un essai de compression à l'état semi-solide (fraction de solide de 0.99) avec une vitesse de déplacement égale à 0.1mm/s dans des conditions isothermes. La figure 4.7 représente les évolutions de la fraction de solide dans la zone active avec celles des termes d'agglomération et désagglomération qui gèrent l'évolution de f_A^s en traction et en compression. Les résultats montrent que pour la compression les termes d'agglomération et de désagglomération sont non nuls et la fraction de solide dans la zone active varie de 0.99 jusqu'à 0.7.

En traction le terme d'agglomération est nul et la fraction de solide dans la zone active diminue de façon continue jusqu'à une valeur de fraction solide égale à 0.4, valeur à partir de laquelle la viscosité de la zone active chute et s'approche de la viscosité du liquide.

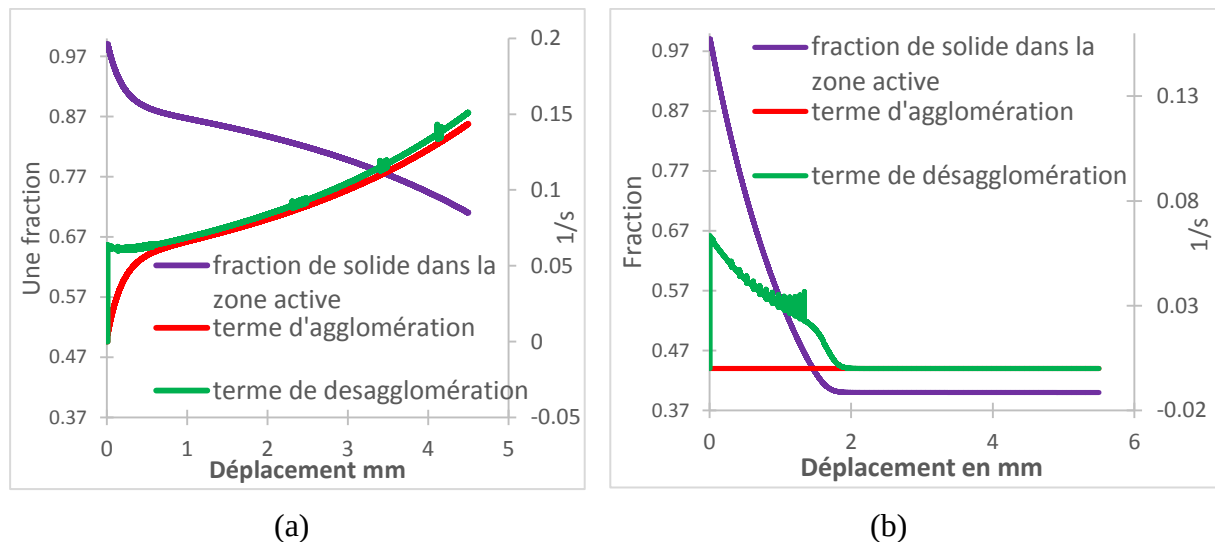


Fig. 4.7 – L'évolution de la fraction solide dans la zone active et des termes d'agglomération et désagglomération pour un essai de compression (a) et un essai de traction (b)

La figure 4.8 représente l'évolution de la contrainte en fonction du déplacement en traction et en compression. Les résultats montrent que le modèle prédit la dissymétrie de comportement entre la traction et la compression. De plus, le modèle décrit les différents stades de la

déformation en traction : la forte augmentation de la contrainte au très faible déplacement suivi du quasi-plateau viscoplastique et la chute finale de la contrainte. Le début de la chute de la contrainte correspond au déplacement à partir duquel la fraction solide dans la zone active atteint la valeur critique 0.4. Ainsi pour les fractions de solide dans la zone active inférieure à 0.4, il n'y a plus de squelette continu de solide, le liquide s'écoule dans des canaux intergranulaires et contrôle la résistance mécanique du semi-solide qui décroît alors rapidement.

La valeur 0.4 est reliée à la nature de la modélisation et au contraste entre les propriétés des phases liquide et solide dans la zone active. Elle est donc donnée par le modèle et n'est pas une variable à ajuster. L'explication de cette valeur de 0.4 est détaillée en Annexe partie 2.

La prise en compte des trois stades de la déformation en traction est un des points forts du modèle développé par rapports aux modèles antérieurs disponibles dans la littérature (voir paragraphe 4.2). Une discussion plus approfondie sur la représentation des mécanismes de déformation et du comportement donnée par le modèle est présentée dans le chapitre 5 après que les paramètres du modèle aient été identifiés. Comme souligné par Zhang et al [ZHA10] [ZHA11], les essais mécaniques menés sur les machines Gleeble sont hétérogènes même dans la zone centrale d'environ 10 mm où les gradients de température sont très faibles. De ce fait, l'identification des paramètres du modèle à partir des essais expérimentaux de traction décrits dans le chapitre 3 nécessite de représenter entièrement les éprouvettes de traction et d'y introduire le gradient de température pour simuler l'essai et identifier les paramètres du modèle par méthode inverse. La procédure d'identification utilisée dans ce travail est indiquée dans le chapitre suivant.

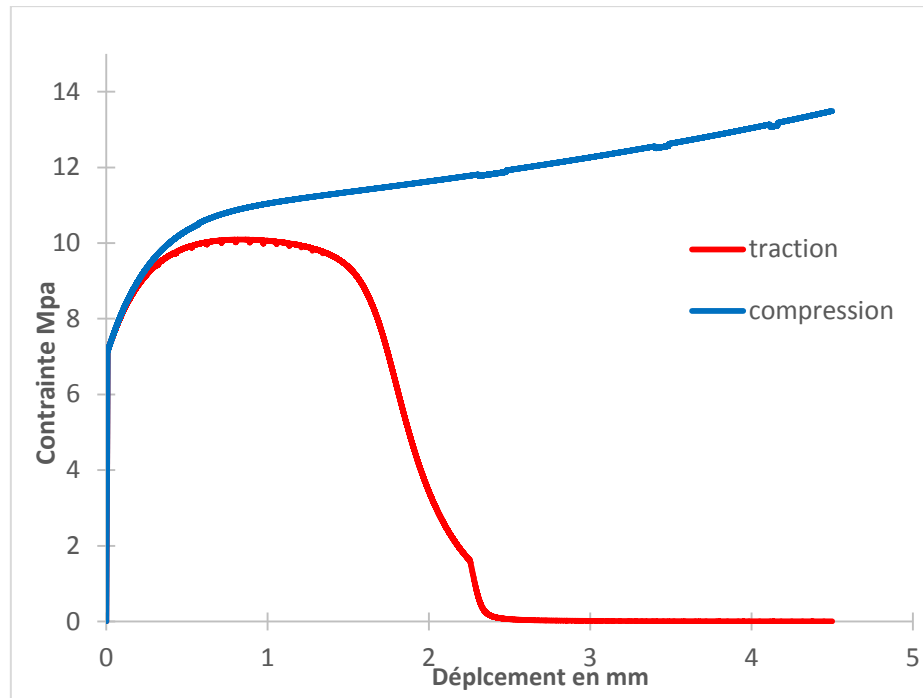


Fig. 4.8 – L'évolution de la contrainte en fonction du déplacement pour un essai de traction et un essai de compression à 0.99 de fraction de solide

4.6. Conclusion

Ce chapitre a été consacré à la modélisation du comportement des matériaux à l'état semi-solide. Les différentes approches existant dans la littérature pour la modélisation des semi-solides ont, d'abord, été présentées. La modélisation micromécanique basée sur le principe d'homogénéisation a été aussi discutée à travers la présentation des différentes étapes de développement du modèle micro-Macro. Dans ces travaux, des améliorations sur l'évolution de la variable interne du modèle, prenant en compte l'effet de l'état de contrainte sur l'évolution de l'état de cohésion du squelette solide, ont été proposées. Ces avancées découlent des observations expérimentales qui ont montré le lien entre la dissymétrie de comportement, en fonction de la nature de la sollicitation, et les mécanismes d'agglomération et de désagglomération du squelette solide. Une nouvelle formulation élasto-visco-plastique du modèle micro-Macro a été proposée. Elle prend en compte l'incidence de la présence d'un squelette solide saturé en liquide sur l'apparition d'une élasticité d'origine structurale au tout début de la déformation de la structure semi-solide. Dans le chapitre suivant, nous abordons l'implantation de ce modèle dans le code commercial FORGE®, l'identification des paramètres du modèle et discutons des résultats de simulation par comparaison avec des résultats expérimentaux.

4.7. Références bibliographiques

- [BEC10] Becker, E., Favier, V., Bigot, R., Cezard, P., & Langlois, L. (2010). Impact of experimental conditions on material response during forming of steel in semi-solid state. *Journal of Materials Processing Technology*, 210, 1482-1492.
- [BOR01] Bornert, M., Bretheau, T., & Gilormini, P. (2001). *Homogénéisation en mécanique des matériaux*. Hermes Science Europe, Stanmore, UK.
- [BUR01] Burgos, G. R., Alexandrou, A. N., & Entov, V. (2001). Thixotropic Rheology of Semisolid Metal Suspensions. *Journal of Materials Processing and Technology*, 110, pp. 164-176.
- [CEZ06] Cézard, P. (2006). Impact des effets thermiques sur le comportement du matériau lors de la mise en forme des aciers à l'état semi-solide: Analyses expérimentale et numérique (Doctoral dissertation, Metz, ENSAM).
- [CHE68] Cheng, D. C., & Evans, F. (1968). Phenomenological Characterization of the Rheological Behavior of Inelastic Reversible Thixotropic and Antithixotropic Fluids. *British Journal of Applied Physics*, 6, pp. 1599–1617.
- [CHO00] Choi, J. C., Park, J. H., & Kim, B. M. (2000). Finite Element Analysis of the Combined Extrusion of Semi-Solid Materials and Its Experimental Verification. *J. Mater. Process. Technol.*, 105, pp. 49-54.
- [COU12] Coussot, P. (2012). *Rhéophysique des pâtes et des suspensions*. EDP sciences.
- [DOH84] Doherty R., Lee H., Feest E., Microstructure of stir-cast metal, *Mat. Sc. And Eng.*, 65, 1984, pp181-189.
- [EIN06] Einstein A., Eine neue Bestimmung des moleküldimensionen, *Ann. Phys.*, 19, 1906, pp289-306.
- [EIN11] Einstein A., Berichtigung zu meiner Arbeit : eine neue Bestimmung des moleküldimensionen, *Ann. Phys.*, 34, 1911, pp591-592.
- [FAB06] Fabrègue, D., Deschamps, A., Suéry, M., & Drezet, J. (2006). Non-isothermal tensile tests during solidification of Al-Mg-Si-Cu alloys: mechanical properties in relation to the phenomenon of hot tearing. *Acta Materialia*, 54, pp. 5209-5220.
- [FAV05] Favier V., Rouff C., Bigot R., Berveiller M., Robelet M., Micro-Macro Modeling of the Isothermal Steady-State Behaviour of Semi-Solids, *Int. J. Form. Proc.*, 7/1-2, 2005, pp.177-194
- [FAV09] Favier, V., Cezard, P., & Bigot, R. (2009). Transient and non-isothermal semi-solid behavior: A 3D micromechanical modelling. *Materials Science and Engineering A*, 517, 8-16.
- [FAV11] Favier, V., & Atkinson, H. (2011). Micromechanical modelling of the elastic–viscoplastic response of metallic alloys under rapid compression in the semi-solid state. *Acta Materialia*, 59, 1271-1280.

- [FAV11] Favier, V., & Atkinson, H. V. (2011). Micromechanical modelling of the elastic–viscoplastic response of metallic alloys under rapid compression in the semi-solid state. *Acta Materialia*, 59(3), 1271-1280.
- [FER97] Ferziger, J. H., & Peric, M. (1997). *Computational Methods for Fluid Dynamics*, 2nd ed.; Springer-Verlag: Berlin Heidelberg, New York, 1997. 2nd ed.; Springer-Verlag: Berlin Heidelberg, New York, 1997.
- [FLE91] Flemings M.C., Behavior of metal alloys in the semisolid state, *Met. Trans. A.*, 22A, 1991, pp.957-981
- [GEB99] Gébelin J.C., Etude expérimentale et simulation numérique du comportement de l’alliage de magnésium AZ91 à l’état semi-solide, Thèse, INPG, Grenoble, 1999.
- [GIR10] Giraud, E. (2010). Étude expérimentale et modélisation du comportement mécanique d’un alliage d’aluminium 6061a l’état pâteux : application à la fissuration à chaud lors du soudage TIG et FE (Doctoral dissertation, PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble.
- [GIR10] Giraud, E. (2010). Etude expérimentale te modélisation du comportement mécanique d'un alliage d'aluminium 6061 à l'état pâteux: application à la fissuration à chaud lors du soudage TIF et FE. Thèse de Doctorat de l'INP Grenoble, Grenoble.
- [GIR10] Giraud, E., Suéry, M., & Coret, M. (2010). Mechanical Behavior of AA6061 Aluminum in the Semisolid State Obtained by Partial Melting and Partial Solidification. *Metallurgical and Materials Transactions A*, pp. 2257-2268.
- [GLO04] Glowacki, M., Malinowski, Z., Hojny, M., & Jędrzejczyk, D. (2004). The physical and mathematical modelling of plastic deformation of samples with mushy zone. *Inverse Problems, Design and Optimization Symposium*. Rio de Janeiro, Brazil.
- [GLO05] Glowacki, M., Malinowski, Z., Hojny, M., & Jędrzejczyk, D. (2005). THE PHISICAL AND MATHEMATICAL MODELLING OF PLASTIC DEFORMATION OF SAMPLES WITH MUSHY ZONE. *Inverse Problems, Design and Optimization-vol. 2*, 2, 277.
- [GLO05] Glowacki, M., Malinowski, Z., Hojny, M., & Jędrzejczyk, D. (2005). The phisical and mathematical modelling of plastic deformation of samples with mushy zone. *Inverse Problems, Design and Optimization-vol. 2*, 2, 277.
- [HUF06] Hufschmidt, M., Modigell, M., & Petera, J. (2006). Modeling and Simulation of Forming Processes of Metallic Suspensions under Non-Isothermal Conditions. *Journal of Non-Newtonian Fluid*.
- [JOL76] Joly P.A., Mehrabian R., The rheology of a partially solid alloy, *J. of Mat. Sci.*, 11, 1976, pp1393-1418.
- [JOL76] Joly P.A., Merhabian R., The rheology of a partially solid alloy, *J. Mat. Sci.*, 11, 1976, pp. 1393-1418
- [KAT91] Kattamis T.Z., Picconne T.J., Rheology of semi solid Al-4.5%Cu-1.5%Mg alloy, *Mat. Sci. Eng.*, A931, 1991,pp 262-272.

- [KIM96] Kim, K.-h., Oh, K., & Lee, D. N. (1996). Mechanical behavior of carbon steels during continuous casting. *Scripta Materialia*, 34, pp. 301-307.
- [KOE14] Koeune, R., & Ponthot, J. (2014). A one phase thermomechanical model for the numerical simulation of semi-solid material behavior. Application to thixoforming. *International Journal of Plasticity*, 58, pp. 120–153.
- [KOS15] Koshikawa, T., Bellet, M., Gandin, C., Yamamura, H., & Bobadilla, M. (2015). Study of hot tearing and macrosegregation through ingot bending test and its numerical simulation. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 84, p. 012095.
- [KUM92] Kumar P., Martin C., Brown S.B., Flow behavior of semi-solid alloys slurries, *Proc. of the 2nd Int. Conf. on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites*, Cambridge, Massachussetts, 1992, pp.248-262
- [KUM93] Kumar P., Martin C., Brown S.B., Shear rate thickening behavior of semisolid slurries, *Metall. Trans. A*, 24, 1993, pp1107-1116.
- [KUM93] Kumar P., Martin C., Brown S.B., Shear rate thickening behavior of semisolid slurries, *Metall. Trans. A*, 24, 1993, pp.1107-1116
- [KUM93] Kumar, P., Martin, C. L., & Brown, S. (1993). Shear Rate Thickening Behavior of Semisolid Slurries. *Metallurgical Transactions*, 24, pp. 1107-116.
- [KUM94] Kumar P., Martin C., Brown S.B., Constitutive modeling and characterization of the flow behavior of semi-solid metal alloy slurries – I The flow response, *Acta Metall. Mater.*, 42, 1994, pp.3595-3602
- [KUM94] Kumar, P., Martin, C. L., & Brown, S. (1994). Constitutive Modeling and Characterization of the Flow Behavior of Semi-Solid Metal Alloy Slurries – I The Flow Behavior. *Acta Metallurgica and Materialia*, 42, pp. 3595–3602.
- [LAH01] Lahaie, D. J., & Bouchard, M. (2001). Physical modeling of the deformation mechanisms of semisolid bodies and a mechanical criterion for hot tearing. *Metallurgical and materials Transactions B*, 32.
- [LAH01] Lahaie, D. J., & Bouchard, M. (2001). Physical modeling of the deformation mechanisms of semisolid bodies and a mechanical criterion for hot tearing. *Metallurgical and materials Transactions B*, 32(4), 697-705.
- [LAL85] Lalli, L. A. (1985). A Model for Determination and Segregation of Solid-Liquid Mixtures. *Metallurgical Transactions A*, 16, pp. 1393-1403.
- [LIU03] Liu, T. Y., Atkinson, H. V., Kapranos, P., Kirkwood, D. H., & Hoggs, S. C. (2003). Rapid compression of aluminum alloys and its relationship to thixoformability. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 34, pp. 1545-1554.
- [LUD05] Ludwig, O., Drezet, J. M., Martin, C. L., & Suéry, M. (2005). Rheological behavior of Al-Cu alloys during solidification constitutive modeling, experimental identification, and numerical study. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 36(6), 1525-1535.

- [LUD05] Ludwig, O., Drezet, J., Martin, C. L., & Suéry, M. (2005). O. Ludwig, J.M. Drezet, C.L. Martin, M. Suéry : Rheological behaviour of Al-Cu alloys during solidification : constitutive modelling, experimental identification, and numerical study. *Metal. Mater. Trans. Metallurgical Materials Transactions A*, 36, pp. 1525-1535.
- [LUD05] Ludwig, O., Drezet, J., Martin, C., & Suéry, M. (2005). Rheological behavior of Al-Cu alloys during solidification constitutive modeling, experimental identification, and numerical study. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 36, pp. 1525-1535.
- [MAR94] Martin, C. L., Kumar, P., & Brown, S. (1994). Constitutive Modeling and Characterization of the Flow Behavior of Semi-Solid Metal Alloy Slurries – II Structural Evolution under Shear. Deformation. *Acta Metall. Mater.* 1994, 42, 3603–3614., 42, pp. 3603-3614.
- [MAR97] Martin, C. L., Favier, D., Martin, C. L., Favier, D., & Suéry, M. (1997). Viscoplastic Behavior of Porous Metallic Materials Saturated with Liquid, Part I: Constitutive Equations. *International Journal of Plasticity*, 13, pp. 237-259.
- [MAR99] Martin, C. L., Favier, D., & Suéry, M. (1999). Fracture Behaviour in Tension of Viscoplastic Porous Metallic Materials Saturated with Liquid. *International Journal of Plasticity*, 15, pp. 981-1008.
- [MOD01] Modigell, M., & Koke, J. (2001). Modigell, M.; Koke, J. Rheological Modeling on Semi-Solid Metal Alloys and Simulation of Thixocasting Process. *Journal of Materials Processing and Technology*, 111, pp. 53-58.
- [MOD99] Modigell M. Koke J., Time dependant rheological properties of semi-solid metal alloys, *Mech. Time Depend Mater.*, 3, 1999, pp.15-30
- [NAN90] Nan W.S, Guangji S., Hanguo Y., Rheological study of partially solidified Tin-Lead and Aluminium-Zinc alloys for stir-casting, *Mater Trans, JIM*, 31, 8, 1990, pp715-722.
- [NEA12] Neag, A., Favier, V., Bigot, R., & Pop, M. (2012). Microstructure and flow behavior during backward extrusion of semi-solid 7075 aluminium alloy. *Journal of Materials Processing and Technology*, 212, 1472-1480.
- [NEA16] Neag, A., Favier, V., Bigot, R., & Atkinson, H. V. (2016). Comparison between numerical simulation of semisolid flow into a die using FORGE© and in situ visualization using a transparent sided die. *Journal of Materials Processing Technology*, 229, pp. 338-348.
- [NGU94] Nguyen, T. G., Favier, D., & Suéry, M. (1994). Theoretical and Experimental Study of the Isothermal Mechanical Behavior of Alloys in the Semi-Solid State. *International Journal of Plasticity*, 10, pp. 663-693.
- [PET04] Petera, J., & Kotynia, M. (2004). The Finite Element Model of Non-Isothermal Semi-Solid Fluid Flow. *International Journal of Heat Mass Transfer*, 47, pp. 1483-1498.
- [PET08] Petera, J. (2008, ; Atkinson, H. V., Ed.; Shaker-Verlag: Germany, 2008; pp 77–101). Two-Phase Approach to Modeling of Semi-Solid Processes, *Modeling of Semi-Solid Processing* (Vol. Chapter 4). (H. V. Atkinson, Éd.) haker-Verlag: Germany.

- [PHI08] Phillion, A. B., Cockroft, S. L., & Lee, P. D. (2008). A three-phase simulation of the effect of microstructural features on semi-solid tensile deformation. *Acta Materialia*, 56, pp. 4328-4338.
- [PHI09] Phillion, A. B., Desbiolles, J. L., & Rappaz, M. (2009). A 3D Granular Model of equiaxed-granular solidification. *Modeling of Casting, Welding and Advanced Solidification Processes—XII* (pp. 353-360). TMS (The Minerals, Metals&Materials Society).
- [PIN10] Pineau, F., & D'Amours, G. (2010). Prediction of Shear-Related Defect Locations in Semi-Solid Casting Using Numerical Flow Models. *Transactions Nonferrous Metals Society of China*, 20, pp. s878–s882.
- [QUE85] Quemada D., Phenomenological reology of concentrated dispersions, I : clustering effects and structure dependent packing fraction, *J. Mech. Th. Appl*, vol special, 1985, pp267-288.
- [ROU02] Rouff C., Contribution à la caractérisation et à la modélisation du comportement d'un acier à l'état semi-solide - Application au thixoforgeage, Thèse, Ensam de Metz, 2002
- [SEC84] Seconde J.F., Microstructure et rhéologie des alliages Sn-Pb semi-solides, Thèse, INP Grenoble, 1984
- [SEC84] Seconde J.F., Suery M., Effect of solidification conditions on deformation behaviour of semi-solid Sn-Pb alloys, *J. Mat. Sci.*, 19, 1984, pp.3995-4006.
- [SIS11] Sistaninia, M., Phillion, A. B., Drezet, J. M., & Rappaz, M. (2011). Simulation of semi-solid material mechanical behavior using a combined discrete/finite element method. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 42, pp. 239-248.
- [SIS11] Sistaninia, M., Phillion, A. B., Drezet, J. M., & Rappaz, M. (2011). Simulation of semi-solid material mechanical behavior using a combined discrete/finite element method. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 42(1), 239-248.
- [VAN02] Van Haaften, W. M., Kool, W. H., & Katgerman, L. (2002). Tensile behaviour of semi-solid industrial aluminium alloys AA3104 and AA5182. *Materials Science and Engineering A*, 336, pp. 1-6.
- [VER07] Vernède, S., & Rappaz, M. (2007). A simple and efficient model for mesoscale solidification simulation of globular grain structures. *Acta Materialia*, 55, pp. 1703-17010.
- [ZAV98] Zavaliangos, A. (1998). A. Modeling of the Mechanical Behavior of Semisolid Metallic Alloys at High Volume Fractions of Solid. *Int. J. Mech. Sci.* 1998, 40, 1029–1041. *International Journal of Mechanical Sciences*, 40, pp. 1029-1041.
- [ZHA10] Zhang, C., Bellet, M., Bobadilla, M., Shen, H., & Liu, B. (2010). A coupled electrical-thermal-mechanical modeling of Gleeble tensile tests for Ultra-High-Strength (UHS) steel at a high temperature. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 41, pp. 2304-2317.
- [ZHA11] Zhang, C., Bellet, M., Bobadilla, M., Shen, H., & Liu, B. (2011). Inverse finite element modelling and identification of constitutive paramters of UHTS steel based on

Gleeble tensile tests at high temperature. Inverse problems in Science and Engineering, 19, pp. 485-508

Chapitre 5 : Simulations numériques

5.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous abordons l'implantation de la loi de comportement présentée dans le chapitre 4 dans le code éléments finis FORGE® ainsi que son extension au domaine solide. La procédure d'identification des paramètres de la loi de comportement complète, d'une part dans le domaine solide et d'autre part dans le domaine semi-solide, est présentée. Des simulations des essais expérimentaux de traction et des essais représentatifs des applications industrielles de thixoforgeage réalisés dans le cadre du projet TACA ont été effectuées. Les résultats issus de ces simulations ont été comparés aux résultats expérimentaux. La capacité du modèle à représenter l'écoulement de la matière à l'état semi-solide et son aptitude à prédire les zones susceptibles à la fissuration à chaud sont discutées. Le travail d'implantation dans FORGE® a été réalisé par Philippe Lestriez, co-encadrant de la thèse. Les simulations numériques et le travail d'identification des paramètres ont été en grande partie réalisés par Paul Bornier, étudiant en stage de fin d'études de l'ESTACA avec l'aide de Tudor Balan, Maître de Conférences au LCFC [BOR16].

5.2. Implantation du modèle dans FORGE® 3D

Afin de simuler l'écoulement de la matière durant le procédé de mise en forme à l'état semi-solide, le modèle a été implanté dans le code de calcul par éléments finis FORGE® 3D.

5.2.1. Le logiciel FORGE®

FORGE® est un logiciel très utilisé au niveau industriel, pour la simulation des procédés de mise en forme des matériaux. Aujourd'hui, ce logiciel est une référence en terme de simulations numériques auprès des acteurs majeurs de l'industrie aéronautique et automobile.

L'architecture du logiciel comporte trois modules (figure 5.1) :

- a- Le préprocesseur GLpre : Mise en données de la simulation (géométries, données matériaux, type de presse, échanges thermiques, lubrification ...). La mise en données est introduite par l'utilisateur à travers les fichiers *.tmf et *.uvf qui synthétisent les informations nécessaires concernant les lois de comportement et les propriétés matériaux.
- b- Le Solveur : La mise en données réalisée et synthétisée est sauvegardée dans un fichier *.ref puis utilisée par le solveur pour résoudre le calcul thermo-mécanique au niveau des éléments du maillage. La résolution du calcul s'appuie sur un fichier DLL compilé à partir des routines utilisateurs (*.f) contenant les modèles rhéologiques.

c- Le post-processeur Glview : Ce module permet d'afficher les différents résultats numériques.

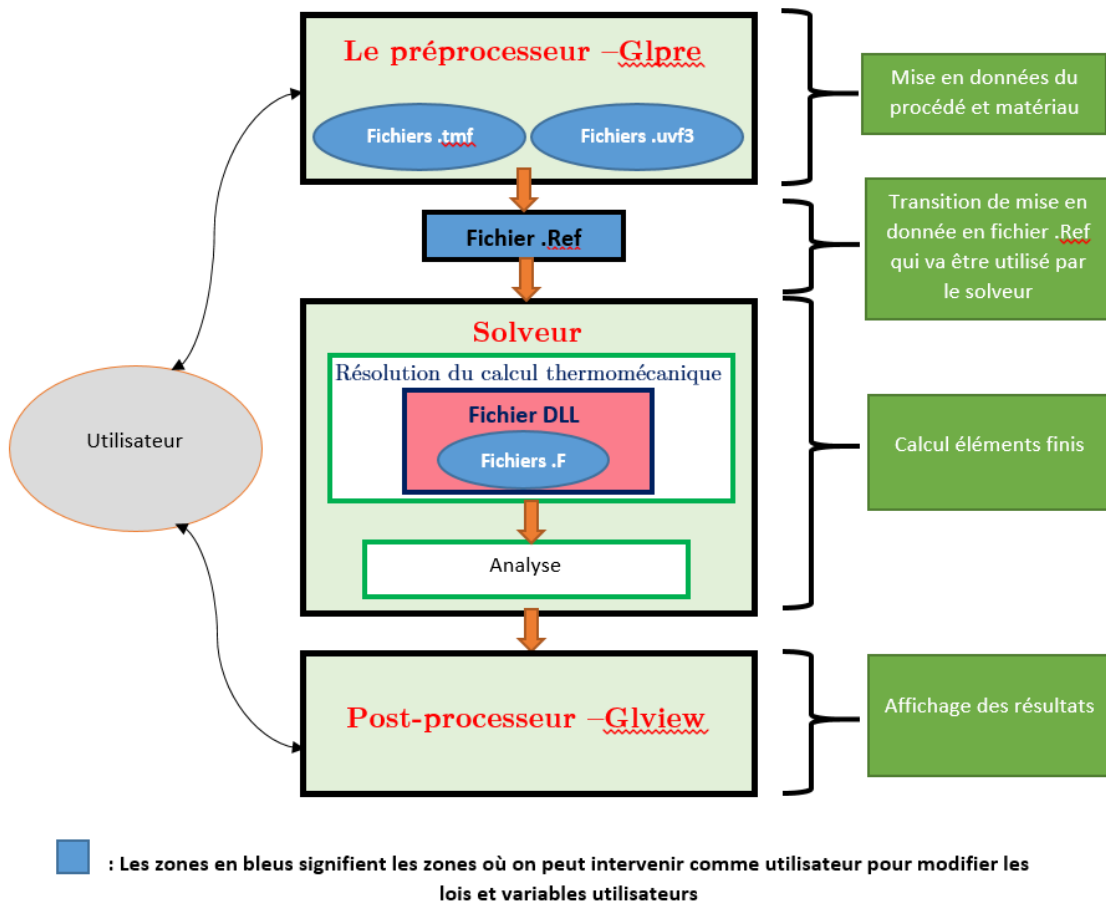


Fig. 5.1 – Architecture du logiciel FORGE®

5.2.2. Formulation de la loi de comportement

On rappelle que le comportement est choisi élastique-viscoplastique isotrope. L'élasticité est compressible et la viscoplasticité est incompressible. On rappelle les équations :

$$\underline{\dot{\sigma}} = \left(3K\underline{j} + 2G\underline{k} \right) : (\underline{\dot{\varepsilon}} - \underline{\dot{\varepsilon}}^{vp}) \quad [5.1]$$

avec

$$\underline{\dot{\varepsilon}}^{vp} = \frac{1}{2 \cdot \mu} \underline{S} \quad \text{ou} \quad \underline{S} = 2 \cdot \mu \underline{\dot{\varepsilon}}^{vp} \quad [5.2]$$

et $\underline{S} = \underline{\sigma} - \frac{1}{3} \text{trace}(\underline{\sigma})$. K et G sont les modules élastiques de compressibilité et de cisaillement, respectivement. μ représente le module viscoplastique de cisaillement et est appelé viscosité.

Le comportement viscoplastique défini par les équations [5.2] est implanté dans FORGE® en définissant une contrainte d'écoulement utilisateur σ_0 (contrainte équivalente selon von Mises) sous la forme suivante :

$$\sigma_0 = 3 \cdot \mu \cdot \dot{\epsilon}_{eq}^{vp}$$

Une autre contribution importante de ce travail a été d'établir une formulation générale unique valable du domaine solide à froid au domaine semi-solide en passant par le domaine solide à chaud pour permettre un passage continu d'un domaine à l'autre. L'utilisation d'une loi de comportement s'appuyant sur un domaine de validité qui s'étale du forgeage à froid jusqu'au thixoforgeage (figure 5.2), s'inscrit dans l'optique de simuler les essais de traction et des opérations de thixoforgeage pour lesquelles les profils de températures hétérogènes varient de la température ambiante à 1450°C. De plus, lors des opérations de thixoforgeage, les études des champs de température du lopin à l'instant de la mise en forme ont prouvé que le matériau est à l'état solide en peau et semi-solide au cœur (cf. § 5.3). A notre connaissance, seuls Koeune et Ponhot [KOE14] ont également développé une loi de comportement valable de l'état solide à 20°C jusqu'à l'état liquide. Cette loi de type élastoviscoplastique dépendante de la température intègre une variable interne représentant le degré de cohésion du squelette solide. Contrairement à l'approche micromécanique proposé ici dans le domaine semi-solide, elle est écrite directement à l'échelle du VER. Elle contient un grand nombre de paramètres qui ne sont pas toujours identifiables facilement.

Dans le cas du modèle présenté ici, pour la partie élastique, le comportement élastique isotrope est représenté via K et G ou via le module d'Young et le coefficient de Poisson. Dans FORGE®, ce sont ces deux derniers coefficients qui sont à rentrer. Dans le domaine solide, ils sont fonction de la température selon une loi empirique (voir paragraphe 5.2.4). Dans le domaine semi-solide, ils sont donnés par :

$$E = \frac{9K^{Poro} G^{Poro}}{3K^{Poro} + G^{Poro}} \quad \text{et} \quad \nu = \frac{3K^{Poro} - 2G^{Poro}}{2(3K^{Poro} + G^{Poro})}$$

Où K^{Poro} et G^{Poro} sont les modules poroélastiques de compressibilité et de cisaillement calculés au chapitre 4.

Pour la partie viscoplastique, nous avons choisi d'enrichir la loi viscoplastique en intégrant une fonction d'écrouissage selon une loi linéaire puissance. La contrainte d'écoulement du matériau dans le domaine solide (chaud et froid) et le domaine semi-solide s'écrit :

$$\sigma_0 = 3\mu(1 + B\epsilon_{eq}^{vpn}) \dot{\epsilon}_{eq}^{vp} \quad [5.1]$$

B et n sont les paramètres d'écrouissage et μ la viscosité du matériau. Cette loi contient un terme dépendant de la vitesse de déformation décrit au travers de la viscosité et un terme d'écrouissage dépendant de la déformation. La présence du terme d'écrouissage est nécessaire pour décrire le comportement à froid et à chaud [KOE14] [KOS16], elle est plus discutable à l'état semi-solide. A l'état semi-solide, μ vaut la viscosité effective du matériau calculée par le modèle micro-macro μ_{ss} , alors qu'à l'état solide, μ vaut :

$$\mu = k^s(T).(\dot{\epsilon}_{eq}^{vp})^{m-1} \quad [5.2]$$

Avec m le coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation et k^s la consistance du solide qui dépend de la température.

Les paramètres B , n , k^s et m sont fonction de la température.

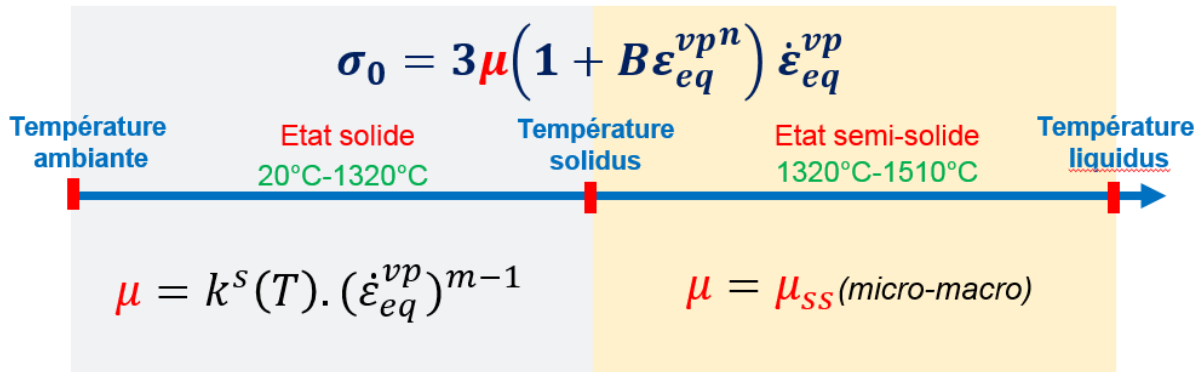


Fig. 5.2 – Formulation de la loi d'écoulement en fonction de la température

5.2.3. Implantation du modèle dans les lois utilisateurs

L'implantation de la nouvelle loi de comportement dans FORGE® s'effectue à travers les lois utilisateurs (fichiers *.f). Elles permettent la modification et/ou la création des variables d'états définies aux points d'intégration volumiques ou surfaciques. Aucune variable nodale ne peut être créée par l'utilisateur. Les variables nodales se limitent aux inconnues d'un

problème thermo-mécanique (température, vitesse, pression ...). Elles peuvent, cependant, être utilisées pour le calcul des variables utilisateurs aux points d'intégration.

5.2.3.1. Les lois utilisateurs utilisées pour l'implantation

Afin d'implanter le modèle, trois lois utilisateurs, trois routines, ont été utilisées pour coder le modèle :

- La loi utilisateur LOIV INTG, gère la création de variables d'état utilisateur en volume. Ces variables peuvent être définies avec deux approches :

- soit avec une équation explicite de paramètres :

$$a = f(p_1, p_2, \dots, p_m)$$

- Soit avec une équation de transport intégrée sur chaque pas de temps Δt :

$$a^{(1)} = f(a^{(0)}, \Delta t, p_1^{(0)}, p_2^{(0)}, \dots, p_m^{(0)}, p_1^{(1)}, p_2^{(1)}, \dots, p_m^{(1)})$$

Où $a^{(0)}$ et $a^{(1)}$ désignent la valeur de la variable d'état en début et en fin d'incrément. $p_i^{(0)}$ et $p_i^{(1)}$ désignent les valeurs des paramètres de la loi en début et en fin d'incrément.

L'essentiel des calculs liés au modèle micro-Macro s'effectue dans cette routine qui génère l'évolution de la fraction de solide dans la zone active et la viscosité du semi-solide. Ces dernières sont définies comme des variables utilisateurs afin de pouvoir les visualiser lors de la simulation. Par ailleurs, les différentes variables dépendantes de la température, permettant de calculer la contrainte d'écoulement, sont calculées en chaque point d'intégration.

- La loi utilisateur LOIV SIG0 gère l'évolution de la contrainte d'écoulement plastique σ_0 en fonction de la vitesse de déformation viscoplastique équivalente $\dot{\epsilon}_{eq}^{vp}$, de la déformation viscoplastique équivalente ϵ_{eq}^{vp} et, le cas échéant, d'autres variables utilisateurs créées pour d'autres lois intégrées. Par ailleurs, dans cette routine, sont également calculées les dérivées de σ_0 par rapport, d'une part à la vitesse de déformation viscoplastique équivalente $\dot{\epsilon}_{eq}^{vp}$ et, d'autre part, par rapport à la déformation viscoplastique ϵ_{eq}^{vp} .
- La loi utilisateur LOIV EVOL gère l'évolution des paramètres élastique (E et ν).

5.2.3.2. Algorithme de calcul

Dans cette partie, sont présentées les différentes opérations effectuées et la séquence des appels aux différentes lois utilisateur durant le calcul micro-Macro au cours d'un incrément de calcul $i+1$.

En suivant la chronologie d'enchaînement du calcul dans FORGE® 3D, le modèle micro-Macro commence par le calcul, dans la routine LOIV EVOL, des propriétés élastiques (module de Young E et coefficient de Poisson ν). Le calcul se fait en fonction des variables d'états des utilisateurs, module de cisaillement poro-élastique G^{Poro} et module de compressibilité poro-élastique K^{Poro} :

$$E_{i+1} = \frac{9 K_{i+1}^{Poro} G_{i+1}^{Poro}}{3 K_{i+1}^{Poro} + G_{i+1}^{Poro}} \quad \text{et} \quad \nu = \frac{3 K_{i+1}^{Poro} - 2 G_{i+1}^{Poro}}{2(3 K_{i+1}^{Poro} + G_{i+1}^{Poro})}$$

Les deux modules poro-élastiques, dépendent de la variable fraction de liquide définie et calculée dans la routine LOIV INTG à l'incrément i .

La deuxième étape de calcul se déroule dans la routine LOIV SIG0 pour la résolution des équations mécaniques. Dans cette routine la contrainte d'écoulement s'écrit :

$$\sigma_0 = 3\mu(1 + B\varepsilon_{eq\ i+1}^{vpn})\dot{\varepsilon}_{eq\ i+1}^{vp}$$

Pour des températures supérieures à celle de solidus, μ vaut la viscosité du semi-solide déterminée à l'incrément précédent i dans la routine LOIV INTG :

$$\sigma_0 = 3\mu_{ss\ i}(1 + B\varepsilon_{eq\ i+1}^{vpn})\dot{\varepsilon}_{eq\ i+1}^{vp}$$

Concernant la détermination des dérivées de la contrainte d'écoulement σ_0 par rapport à la déformation viscoplastique équivalente ε_{eq}^{vp} et à la vitesse de la déformation viscoplastique équivalente $\dot{\varepsilon}_{eq}^{vp}$, nous avons considéré que la variation de la viscosité était constante.

Pour des températures inférieures à celle du solidus le terme μ vaut la viscosité du solide qui dépend de la consistance du solide $k^s(T)$, identifiée en fonction de la température à l'incrément précédent i dans LOIV INTG, et la vitesse de déformation viscoplastique équivalente totale calculée à $i+1$. La formulation de la contrainte d'écoulement devient :

$$\sigma_0 = 3k^s(T)_i \dot{\varepsilon}_{eq\ i+1}^{vp\ m-1} (1 + B\varepsilon_{eq\ i+1}^{vpn})\dot{\varepsilon}_{eq\ i+1}^{vp}$$

La dernière étape de calcul du modèle se fait dans la routine utilisateur LOIV INTG pour le calcul de la viscosité du semi-solide qui s'appuie sur une succession de calculs et d'identifications d'autres variables : consistance du solide en fonction de la température $k^s(T_{i+1})$, fraction de solide en fonction de la température $f^s(T_{i+1})$, fraction de solide dans la zone active f_A^s , viscosité de la zone active, viscosité de l'inclusion et la viscosité de semi-

solide $\mu_{ss,i+1}$. La détermination de la fraction de solide et de la consistance de la phase solide s'effectue à travers de relations directes avec la température, des lois mathématiques identifiées avec les résultats des calculs IDS de la fraction de liquide et les essais expérimentaux. L'évolution de la température d'un incrément à l'autre est gérée par le logiciel, c'est une variable de FORGE®. Les différentes lois d'évolution des différentes variables d'état seront détaillées par la suite. La figure 5.3 représente un schéma récapitulatif de l'algorithme de calcul du modèle à l'incrément $i+1$ avec les différentes routines utilisateur utilisées.

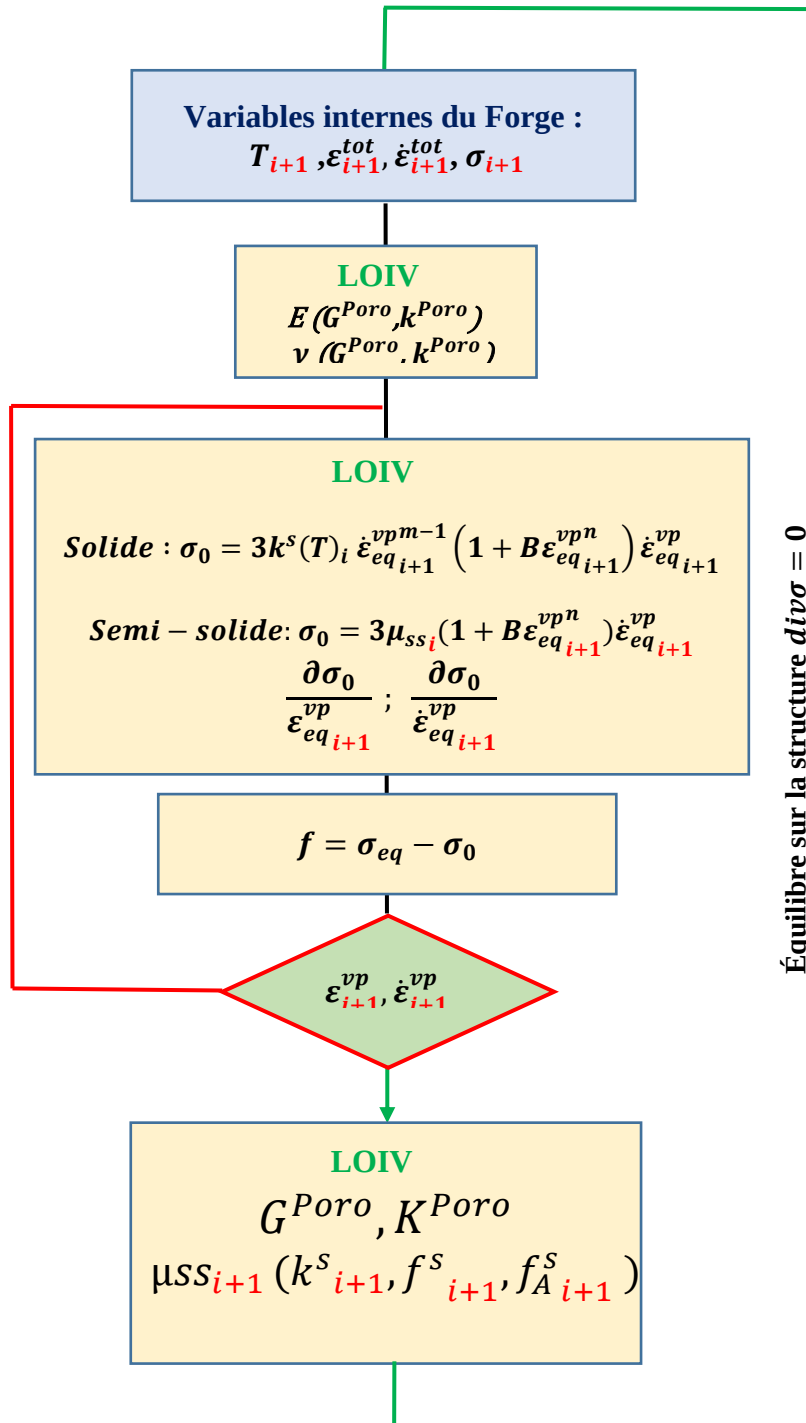


Fig. 5.3 – Schéma récapitulatif de l'algorithme de calcul dans le logiciel FORGE®

La figure 5.4 représente une illustration des données d'entrées et les résultats analysés pour une simulation avec le modèle micro-Macro.

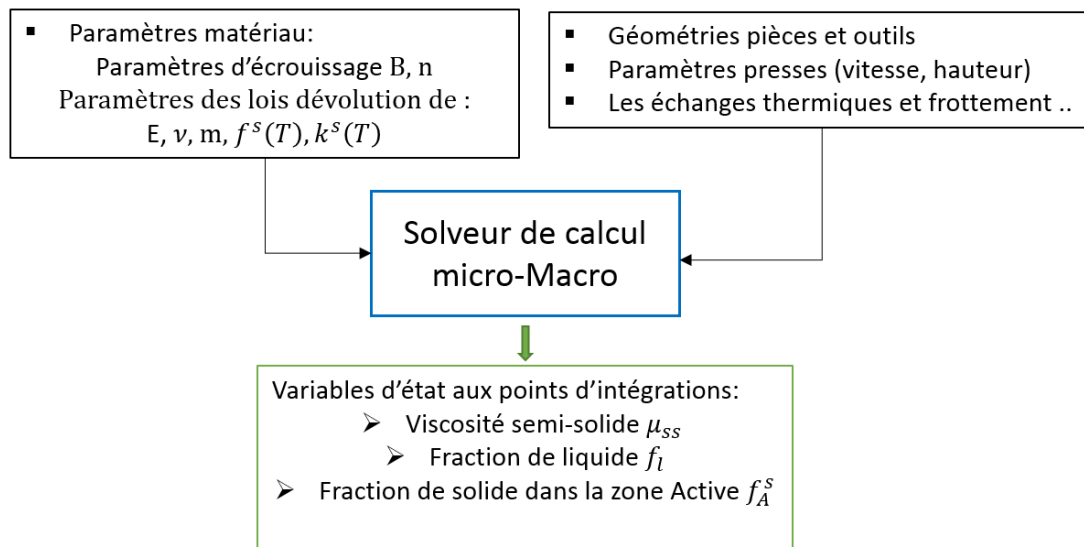


Fig. 5.4 – Données d'entrées et de sortie de la simulation micro-Macro

5.2.3.3. Validation de l'implantation

Afin de vérifier la bonne implantation du modèle, des comparaisons entre les résultats de simulations des essais de traction sur FORGE® et de calculs réalisés par en dehors de FORGE® (compilateur FORTRAN) sur un point matériel (champs homogènes) ont été réalisées. La figure 5.4 représente l'évolution de la force en fonction du déplacement pour des résultats de simulation avec FORGE® 3D d'un essai de traction isotherme à 1340°C et les résultats du calcul analytique pour un même jeu de paramètres.

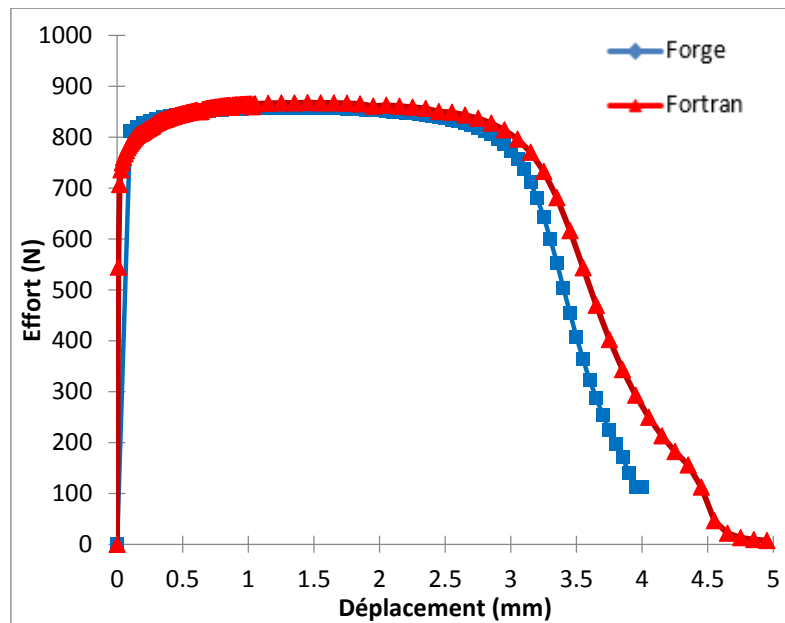


Fig. 5.4 – Evolution de l'effort en fonction du déplacement pour des résultats de simulation et de calcul analytique d'un essai de traction à 1340°C

Afin de se rapprocher des conditions du calcul sur un point matériel (champs homogènes, sans thermique en un point matériel), la simulation de l'essai sur FORGE® a été faite sur un lopin de 10 mm de diamètre et de longueur contenant un faible nombre d'éléments (figure 5.5). La température du lopin est homogène et tous les échanges thermiques avec l'air et les outils sont négligés. La conductivité thermique du matériau est nulle et le contact entre le lopin et les outils est bilatéral et glissant.

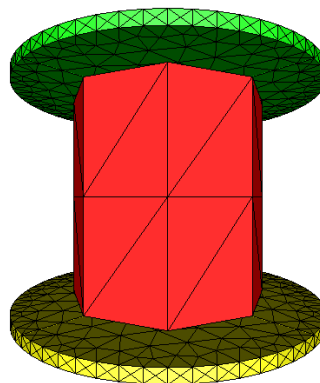


Fig. 5.5 – Maillage de l'éprouvette pour la configuration de la simulation de l'essai sur FORGE®

Les résultats obtenus par les deux méthodes de calcul concordent ce qui prouve la validité de l'implantation du modèle. La présence d'une différence infime est due aux approximations numériques de calcul dans un logiciel éléments finis. L'analyse de l'évolution des différentes variables utilisateurs et la bonne prise en compte des hétérogénéités du comportement ainsi

que les comparaisons des résultats de simulations et expérimentaux seront abordés à la fin du chapitre.

5.2.4. Identifications des lois de dépendance à la température des paramètres du modèle à l'état solide

Les paramètres de la loi à identifier dans le domaine solide, à froid et à chaud, sont :

k^s , m , B et n .

Sur FORGE®, habituellement, la loi de comportement utilisée pour la simulation du forgeage, à froid ou à chaud, est la loi Hansel-Spittel dont la contrainte d'écoulement s'exprime sous la forme suivante :

$$\sigma_0 = A. e^{m1.T} . \varepsilon_{eq}^{vp m2} . e^{\frac{m4}{\varepsilon_{eq}^{vp}}} . \dot{\varepsilon}_{eq}^{vp m3} \quad [5.3]$$

Où T est la température et les paramètres (A , $m1$, $m2$, $m3$, et $m4$) de la loi du matériau choisi sont accessibles dans la bibliothèque de FORGE® et varient si on s'intéresse au comportement à froid ou à chaud. Pour FORGE®, la température du forgeage à froid pour les aciers varie de 20°C jusqu'à 300°C et pour le forgeage à chaud de 700 à 1250°C.

On rappelle que, dans notre étude, nous utilisons un modèle élasto-visco-plastique qui suit une loi d'évolution d'écoulement de la forme linéaire puissance à l'état solide et semi solide :

$$\sigma_0 = 3k^s(T). (1 + B\varepsilon_{eq}^{vp n}). \dot{\varepsilon}_{eq}^{vp m} \quad [5.4]$$

En fonction des deux expressions de la contrainte d'écoulement (équation 5.3 et 5.4), dans le domaine solide (à froid et à chaud), on arrive à extraire des relations entre les paramètres de la loi linéaire puissance et ceux de la loi Hansel-Spittel comme suit :

$$\dot{\varepsilon}_{eq}^{vp m3} = \dot{\varepsilon}_{eq}^{vp m} \quad [5.5]$$

$$A. e^{m1.T} = X. 3k^s(T) \quad [5.6]$$

$$\varepsilon_{eq}^{vp m2} . e^{\frac{m4}{\varepsilon_{eq}^{vp}}} = \frac{(1 + B\varepsilon_{eq}^{vp n})}{X} \quad [5.7]$$

Où on fait intervenir le terme X (égal à 2 dans notre cas) pour faciliter l'identification des paramètres d'écrouissages (B et n).

Le choix du matériau solide à chaud et à froid s'est porté sur l'acier C35 dont la composition chimique et le comportement est proche de l'acier C38 LTT. Les valeurs des paramètres dépendent de la température. Dans la suite, nous avons choisi de décrire l'évolution des paramètres Y dépendant de la température entre les températures $T1$ et $T2$ via l'équation :

$$T1 < T < T2: \quad Y = Y_1 + \frac{Y_2 - Y_1}{2} \left(\frac{T - T1}{T2 - T1} \right)^{P1} \quad [5.8]$$

Cette équation décrit une évolution parabolique de Y en fonction de T (Fig.5.6). Y_1 représente la valeur de Y à $T1$, Y_2 la valeur de Y à $T2$ et $P1$ la courbure de la courbe.

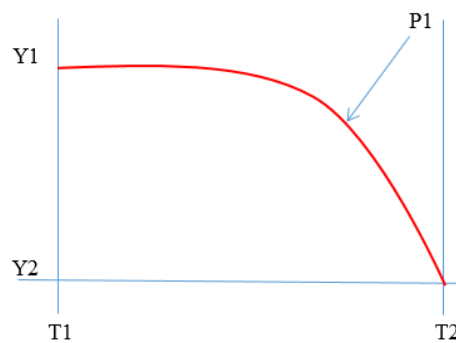


Fig. 5.6 – Evolution du paramètre quelconque Y en fonction de la température décrite par l'Eq. [5.8]

À partir de la relation 5.5 on identifie facilement le coefficient de sensibilité à la vitesse m égal au paramètre m_3 . Pour les paramètres du matériau C35 utilisant la loi Hansel-Spittel, on remarque qu'il y a un facteur 10 entre le paramètre m_3 à froid et à chaud. Afin de prendre en compte cette variation de sensibilité à la vitesse de déformation nous choisissons de décrire cette évolution par la sigmoïde décrite à l'aide de deux paraboles décrites chacune par l'équation [5.8] représentée sur la figure 5.7.

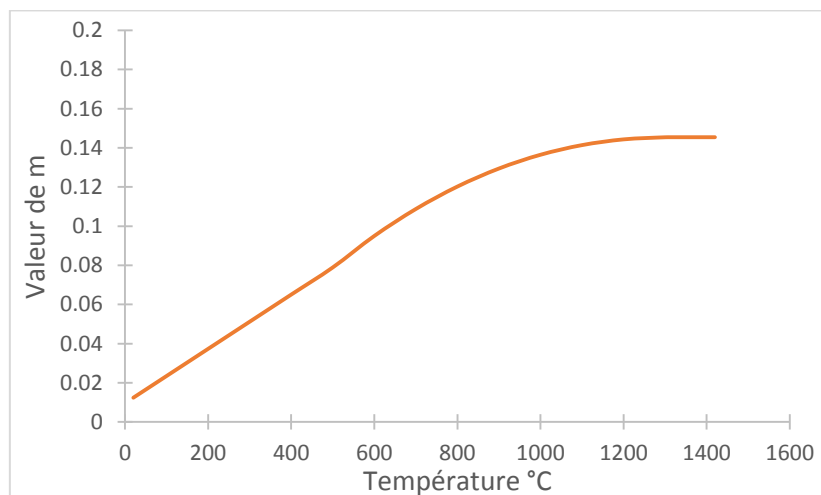


Fig. 5.7 – Evolution du coefficient de sensibilité à la vitesse m en fonction de la température

L'équation 5.9 permet d'écrire l'évolution de k^s en fonction de la température :

$$k^s(T) = \frac{A \cdot e^{m_1 T}}{3 \cdot X} \quad [5.9]$$

Dans la bibliothèque FORGE®, les paramètres A et m_1 de la loi Hansel-Spittel sont définis dans deux intervalles de températures séparés (20 à 300°C) et (700 à 1250°C) mais sans définir la plage de température variant de 300°C à 700°C. Comme pour le paramètre m , nous avons choisi de décrire l'évolution de k^s en fonction de la température de façon continue en prenant en compte les évolutions identifiées dans les intervalles de validité des paramètres Hansel-Spittel. La figure 5.8 montre l'évolution de k^s en fonction de la température identifiées via les paramètres Hansel-Spittel à chaud et à froid.

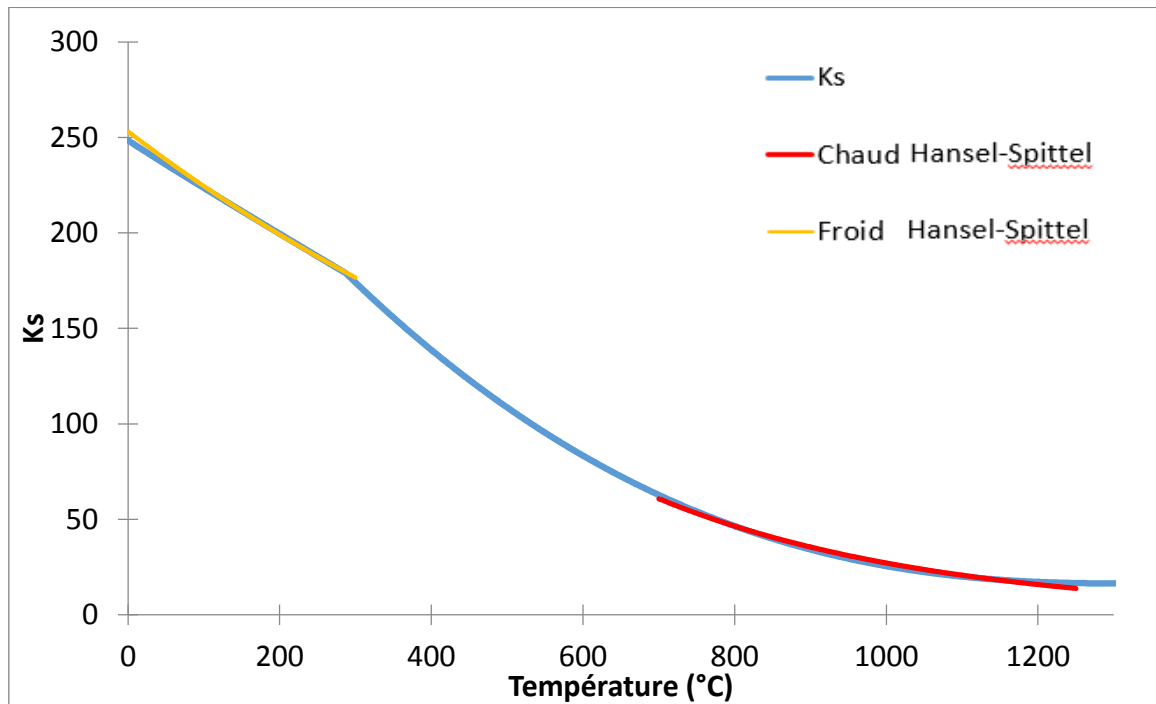


Fig. 5.8 – Evolution de k^s en fonction de la température dans l'état solide

Les paramètres d'écrouissage B et n sont déterminés via l'équation 5.7 avec la méthode des moindres carrés à chaud et à froid à partir des paramètres m_2 et m_4 de la loi Hansel-Spittel.

En ce qui concerne les propriétés élastiques du matériau, le module de Young et le coefficient de Poisson, les deux paramètres présentent les mêmes évolutions que le paramètre de sensibilité à la vitesse m en fonction de la température (figure 5.6). Le module de Young (E), évolue d'un module égal à 210 GPa à froid jusqu'à une valeur égale à 8000 MPa à chaud et le coefficient de Poisson ν varie de 0.33 à froid à 0.48 à chaud. Les valeurs à chaud ont été

déterminées à partir des données obtenues expérimentalement à l'état semi-solide (voir paragraphe 5.3.2^e)

Un récapitulatif sur les différents paramètres, leurs lois d'évolution en fonction de la température et leurs valeurs est présenté dans le tableau 5.1 :

Paramètres	Lois de dépendance à la température	Valeurs
m	$T1 < T < T2: \quad m = m^s_1 + \frac{m^s_2 - m^s_1}{2} \left(\frac{T - T1}{T2 - T1} \right)^{P1}$ $T2 < T < T3: \quad m = m^s_2 + \frac{m^s_1 - m^s_2}{2} \left(\frac{T3 - T}{T3 - T2} \right)^{P2}$	$m^s_1 = 0.145$ $m^s_2 = 0.21$ $T1 = 20$ $T2 = 500$ $T3 = 1320$ $P1 = 2.13$ $P2 = 1$
B	Constante	0.531
n	Constante	0.2
k^s	$T1 < T < T2: \quad k^s = k^s_1 + \frac{k^s_2 - k^s_1}{2} \left(\frac{T - T1}{T2 - T1} \right)^{P1}$ $T2 < T < T3: \quad k^s = k^s_2 + \frac{k^s_1 - k^s_2}{2} \left(\frac{T3 - T}{T3 - T2} \right)^{P2}$	$k^s_1 = 250$ $k^s_2 = 14$ $T1 = 0$ $T2 = 288$ $T3 = 1320$ $P1 = 1$ $P2 = 2.13$
E (MPa)	$T1 < T < T2: \quad E^s = E^s_1 + \frac{E^s_2 - E^s_1}{2} \left(\frac{T - T1}{T2 - T1} \right)^{P1}$ $T2 < T < T3: \quad E^s = E^s_2 + \frac{E^s_1 - E^s_2}{2} \left(\frac{T3 - T}{T3 - T2} \right)^{P2}$	$E^s_1 = 210000$ $E^s_2 = 7716.4$ $T1 = 20$ $T2 = 500$ $T3 = 1320$ $P1 = 5$ $P2 = 5$
ν	$T1 < T < T2: \quad \nu^s = \nu^s_1 + \frac{\nu^s_2 - \nu^s_1}{2} \left(\frac{T - T1}{T2 - T1} \right)^{P1}$ $T2 < T < T3: \quad \nu^s = \nu^s_2 + \frac{\nu^s_1 - \nu^s_2}{2} \left(\frac{T3 - T}{T3 - T2} \right)^{P2}$	$\nu^s_1 = 0.33$ $\nu^s_2 = 0.48$ $T1 = 20$ $T2 = 1200$ $T3 = 1320$ $P1 = 5$ $P2 = 5$

Tableau. 5.1 – Récapitulatif des paramètres à l'état solide (les températures sont données en °C)

Pour vérifier l'identification des paramètres à l'état solide, un calcul analytique de l'évolution de l'effort en fonction du déplacement pour un essai de traction avec les deux formulations (Hansel-Spittel et linéaire puissance) a été fait.

5.3. Résultats de simulation des essais expérimentaux

Dans cette partie, dans un premier temps, nous abordons la simulation des essais de traction et de compression : mise en données, identification des paramètres et résultats. Dans un deuxième temps, nous présentons des résultats de simulations des essais représentatifs des opérations industrielles de mise en forme à l'état semi-solide. Une discussion de l'apport de la modélisation micro-Macro par rapport à la loi Hansel-Spittel est faite dans chaque partie.

5.3.1. Mise en données des simulations des essais de traction à l'état semi-solide

Une éprouvette cylindrique de 10 mm de diamètre et 86 mm de longueur a été utilisée pour la simulation des essais de traction. Par rapport à la géométrie réelle de l'éprouvette, la longueur de 86 mm correspond à la zone entre mors de l'éprouvette étirée pendant la traction (figure 5.10 (a)). En effet, les zones filetées servent juste à serrer l'éprouvette au niveau des mors.

En se basant sur des résultats des travaux de simulations des essais de traction à haute température avec la Gleeble [PRA11] [ZHA11] [GLE96], on définit le profil de température avec une parabole dont la température des extrémités est de l'ordre de 200°C et la température du centre est égale à la température de l'essai. La figure 5.10 ((b) et (c)) présente un exemple du profil de température pour un essai à 1350°C.

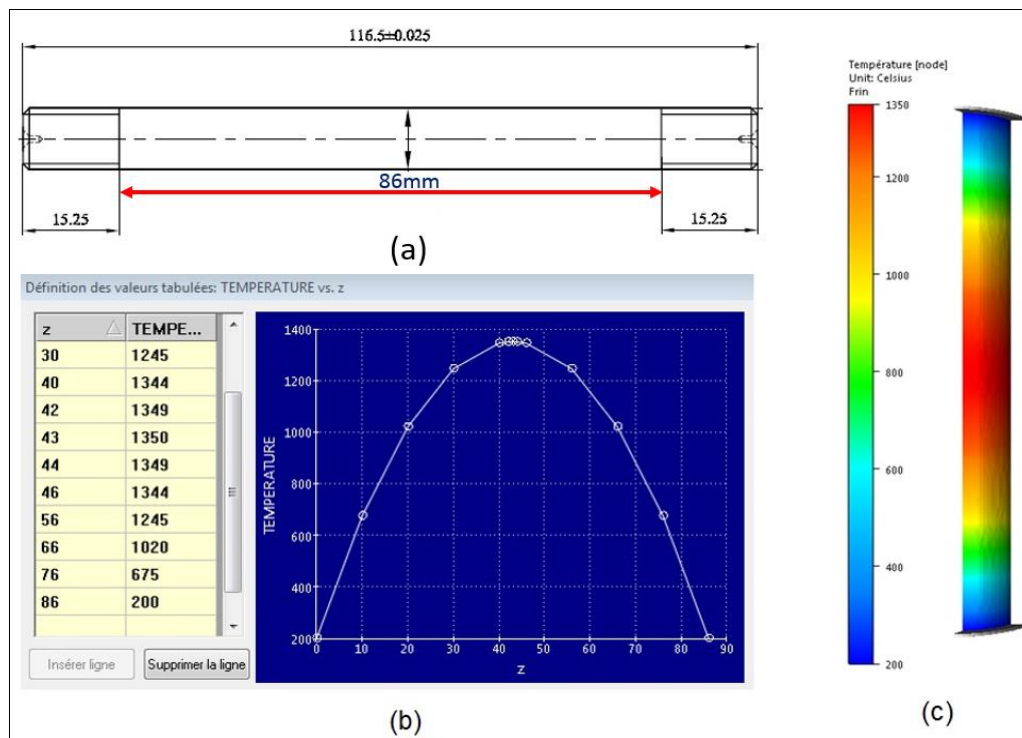


Fig. 5.10 – Profil de la température de l'éprouvette de traction :

(a) Géométrie de l'éprouvette ;

(b) Profil de la température le long de l'éprouvette ;

(c) Epreuve avec le profil de la température pour une température d'essai à 1350°C

Les échanges thermiques, avec les outils et avec l'air, sont définis comme adiabatiques et la conductivité du matériau est définie nulle.

Les outils, supérieur et inférieur, sont considérés être en contact bilatéral-collant avec l'éprouvette. La presse utilisée pour appliquer le déplacement est choisie de type hydraulique avec une vitesse de déplacement égale à la vitesse de déplacement appliquée expérimentalement

Concernant le maillage de l'éprouvette, une taille de maille triangulaire de 1 mm est utilisée.

Pour les essais de compression, l'éprouvette utilisée est un lopin de 10 mm de diamètre, 15 mm de longueur et homogène en température. Tous les échanges thermiques avec l'extérieur et les outils ont été négligés, la conductivité thermique du matériau est considérée être nulle. Le frottement entre le lopin et les outils est de type eau+graphite.

Les paramètres du modèle pour l'état solide (température inférieure à 1320°C) sont ceux déjà définis dans le tableau 5.1 (identifié via les lois Hansel-Spittel pour l'acier C35 données dans la bibliothèque FORGE®).

5.3.2. Identifications des lois de dépendance à la température des paramètres du modèle à l'état semi-solide

Dans le modèle micro-Macro utilisé à l'état semi solide un certain nombre de paramètres dépendent de la température. L'évolution de ces paramètres avec la température dans un intervalle de température donné est décrite par l'équation générale [5.8] comme pour ceux de l'état solide.

a- fraction de liquide f^l

Suite au bon accord obtenu sur la valeur du solidus prédit par le logiciel IDS avec une vitesse de chauffage de 10°C/s et la chute des propriétés (résistance mécanique et ductilité) en traction (chapitre 3), les paramètres de l'équation [5.8] ont été identifiés pour décrire correctement la courbe fraction de liquide – température de la figure 2.5 (chapitre 2).

b- consistance de la phase solide k^s

En ce qui concerne l'évolution du paramètre k^s en fonction de la température, l'identification de la loi d'évolution se base sur les résultats des essais de traction à 0.1 mm/s, à l'état semi-solide obtenus pour six températures : 1340°C, 1346°C, 1349°C, 1389°C, 1400°C et 1408°C (chapitre 3). Au niveau du modèle, le paramètre k^s influence directement la résistance

maximale du matériau (plateau visco-plastique) qui présente une grande sensibilité à la variation de la température. La figure 5.11 représente l'influence de l'augmentation de la valeur de k^s (k^s égal à 8 et k^s égal à 9) sur la réponse force-déplacement d'un essai de traction à 1340°C.

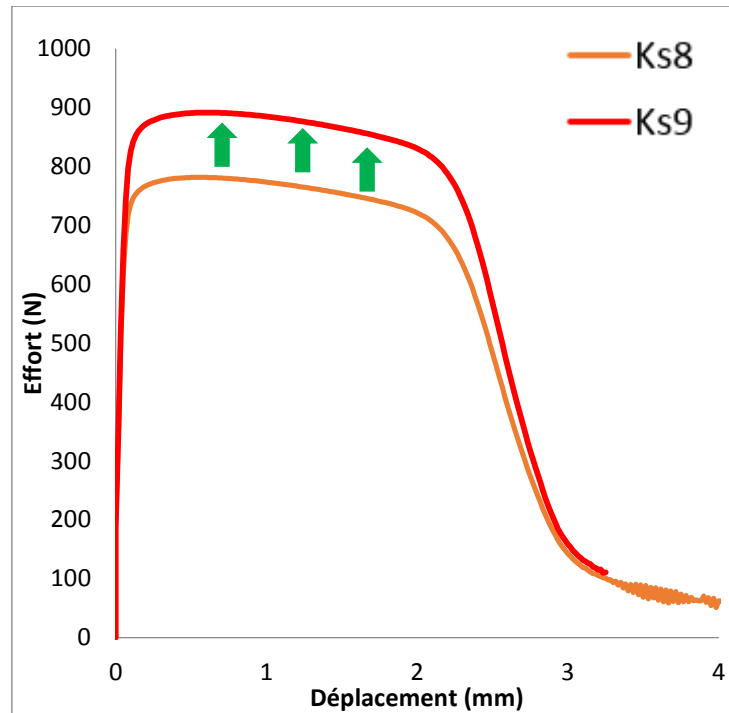


Fig. 5.11 – Courbes force-déplacement obtenues par la simulation d'un essai de traction à 1340°C pour deux valeurs de k^s

Ainsi, une valeur de k^s a été déterminée, à chaque température d'essai, pour obtenir un bon accord de la valeur du plateau visco-plastique obtenue expérimentalement et numériquement. Pour décrire cette évolution, une loi puissance sigmoïde a été définie sur deux intervalles de température : un premier intervalle entre la température de solidus T_1 et la température de coalescence T_2 et le deuxième entre la température de coalescence T_3 et la température T_3 correspondant à la température de liquidus. La figure 5.12 représente ainsi l'évolution de la consistance k^s , identifiée à partir des résultats expérimentaux, en fonction de la température.

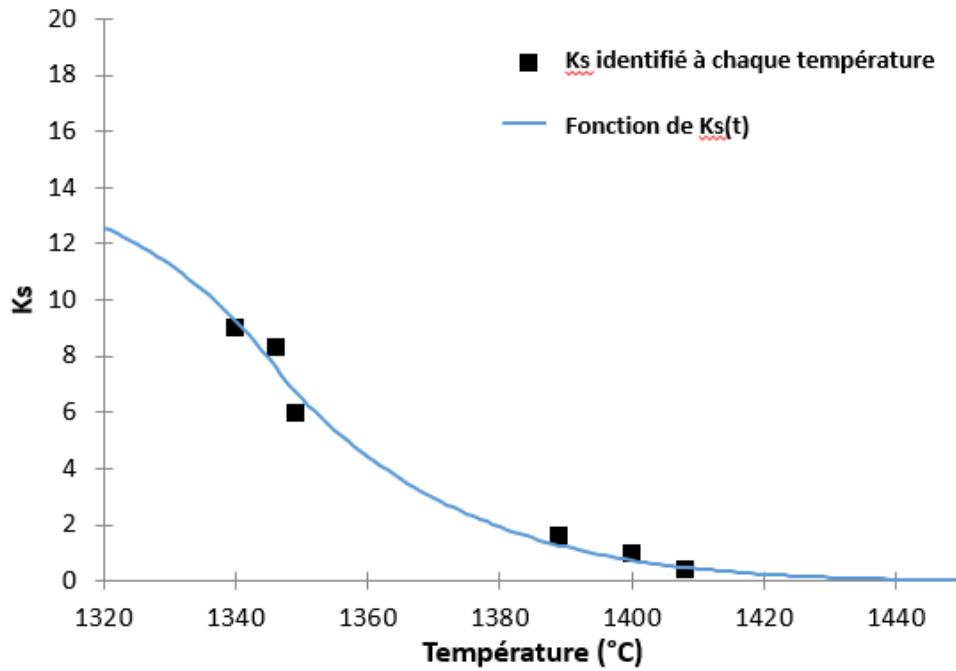


Fig. 5.12 – Evolution de k^s en fonction de la température pour l'état semi solide

c- paramètres d'écrouissage (B et n) et paramètre de sensibilité à la vitesse (m)

Pour simplifier l'identification, les paramètres d'écrouissage (B , n et le paramètre de sensibilité à la vitesse m) de la phase solide ont été considérés comme constants dans le domaine semi-solide et pris égaux à ceux déterminés pour la loi linéaire puissance « solide à chaud ». La pertinence de ce choix est vérifiée dans le paragraphe 5.3.3.

d- paramètres d'agglomération D_{ag} et de désagglomération D_{dag} dans la loi d'évolution de la fraction de solide dans la zone active

On rappelle que la variable interne principale du modèle est la fraction de solide dans la zone active. Via cette variable, le modèle représente l'évolution de la microstructure durant la déformation en prenant en compte des phénomènes d'agglomération et désagglomération des particules solides. La valeur initiale est prise égale à la valeur de la fraction de solide. Cela signifie que la proportion initiale de liquide et de solide dans l'inclusion et dans la zone active sont égales et sont égales à la proportion sur l'ensemble du matériau. L'évolution de la fraction de solide dans la zone active résulte d'une compétition entre deux termes représentant les mécanismes d'agglomération et de désagglomération (Chapitre 3) :

$$\dot{f}_A^s = D_{ag}(1 - f_A^s)f^s(A + B) - D_{dag}(1 - f^s) \cdot f_A^s \cdot \dot{\gamma}_A^s$$

Les paramètres d'agglomération D_{ag} et de désagglomération D_{dag} sont identifiés à partir des essais de traction et de compression. Pour les essais de traction, le paramètre de désagglomération D_{dag} influence directement le déplacement final à la rupture de l'échantillon qui dépend à son tour de la température (chapitre 3). La figure 5.13 montre que l'augmentation de D_{dag} ne modifie pas la valeur du plateau viscoplastique mais produit une chute de l'effort pour un déplacement plus faible. Utilisant la même méthode que pour k^s , la valeur obtenue de D_{dag} pour chaque température d'essai a été déterminée pour obtenir un bon accord entre la courbe force-déplacement simulée et la courbe expérimentale.

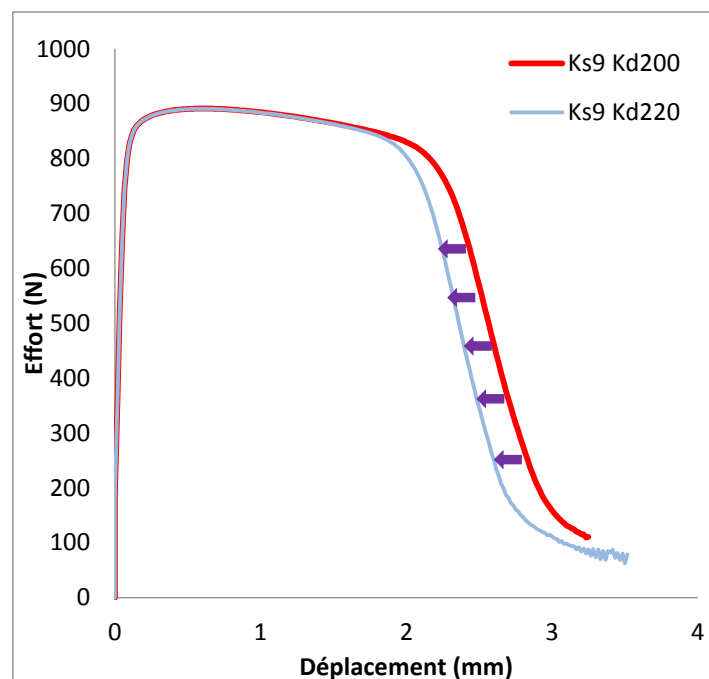


Fig. 5.13 – Courbes force-déplacement obtenues pour une simulation d'un essai de traction à 1340°C pour deux valeurs de D_{dag}

Les résultats sont reportés sur la figure 5.14. On constate une évolution non monotone de D_{dag} en fonction de la température. Pour cette raison, nous avons choisi de garder D_{dag} constant et égale à 205, valeur moyenne des valeurs identifiées.

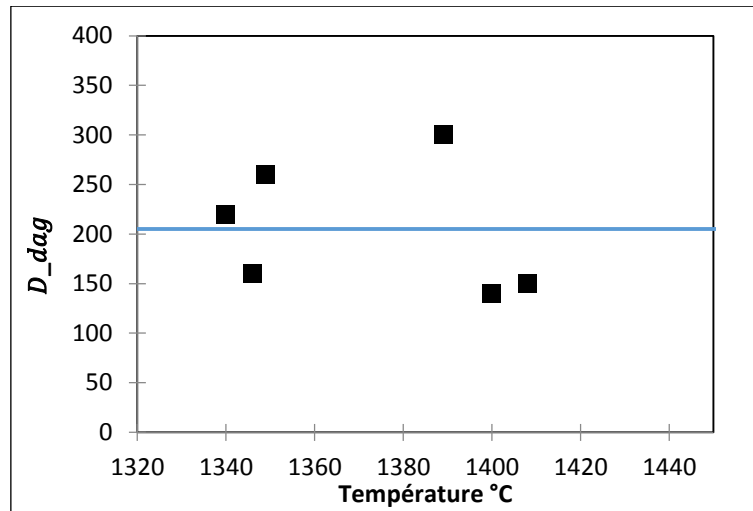


Fig. 5.14 – Evolution de D_{dag} en fonction de la température

Le paramètre d'agglomération D_{ag} caractérise la vitesse de la densification de la phase solide en compression qui dépend de la température : plus la fraction de solide est importante plus on agglomère vite. La figure 5.15 illustre l'influence de l'augmentation de la valeur de D_{ag} sur le résultat de simulation d'un essai de compression. N'ayant pas pu mener complètement une campagne d'essais de compression à l'état semi-solide, nous n'avons pas pu identifier précisément la valeur de D_{ag} . Dans la suite, D_{ag} a été considéré comme constant et égale à 0.02 s^{-1} .

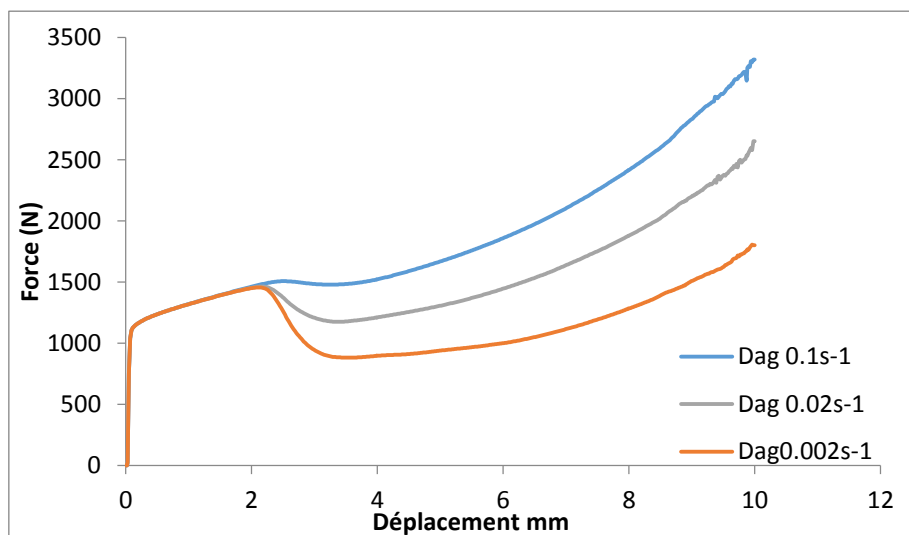


Fig. 5.15 – Courbes force-déplacement obtenues par la simulation d'un essai de compression à 1340°C pour trois valeurs de D_{ag}

e- Paramètres associés aux propriétés élastiques

Concernant les propriétés élastiques effectives (E et ν), dans le domaine semi-solide, on rappelle que ceux-ci sont déterminés à partir des modules élastiques de cisaillement et de compressibilité effectives du squelette au travers du modèle de Hashin-Strickman (chapitre 4). Les propriétés des phases ont été supposées constantes dans le domaine semi-solide. Seule la variation de la fraction de liquide avec la température va induire un changement des propriétés élastiques effectives avec la température.

$$E = \frac{9K^{Poro} G^{Poro}}{3K^{Poro} + G^{Poro}} \quad \text{et} \quad \nu = \frac{3K^{Poro} - 2G^{Poro}}{2(3K^{Poro} + G^{Poro})}$$

Dans le domaine élastique, le liquide est supposé agir uniquement via la pression qu'il applique sur le squelette solide. Son module élastique de cisaillement est nul. La phase solide à chaud est quasiment incompressible. Comme vu au chapitre 4 et Annexe, dans ce cas, le module de cisaillement élastique effectif du semi-solide G^{Poro} est proche de celui de la phase solide G^S . Si on suppose que le module de compressibilité élastique K^{Poro} est bien supérieur au module G^{Poro} alors :

$$E \sim 3G^{Poro} \sim 3G^S$$

La pente initiale de la courbe mesurée vaut approximativement 8000 MPa. G^S est donc proche de 2600 MPa. Les choix de K^S et K^L ont été faits de manière à ce que $K^L > \frac{4}{3}G^S$ pour capter un effet de la pression et soit bien inférieur à K^S .

Un récapitulatif sur les différents paramètres du modèle micro-Macro et leurs valeurs dans le domaine semi-solide, pour le C38LTT, est présenté dans le tableau ci-dessous :

Paramètres	Lois de dépendance à la température	Valeurs
G^S (MPa)	constant	2600
K^S (MPa)	constant	80000
K^L (MPa)	constant	4000
m	Constant	0.145
B	Constant	0.531
n	Constant	0.2

k^s	$T1 < T < T2: \quad k^s = k^s_1 + \frac{k^s_2 - k^s_1}{2} \left(\frac{T - T1}{T2 - T1} \right)^{P1}$ $T2 < T < T3: \quad k^s = k^s_2 + \frac{k^s_1 - k^s_2}{2} \left(\frac{T3 - T}{T3 - T2} \right)^{P2}$	$k^s_1 = 12.5$ $k^s_2 = 0$ $T1 = 1320$ $T2 = 1352$ $T3 = 1535$ $P1 = 1.4095$ $P2 = 6.9$
f^s	$f^s = 1 - f^L$ $f^L = f^L_1 + \frac{f^L_2 - f^L_1}{2} \left(\frac{T - T1}{T2 - T1} \right)^{P1}$	$f^L_1 = 0$ $f^L_2 : 1$ $T1 = 1320$ $T2 = 1445$ $P1 = 2$
D_{ag}	Constante	0.02 s^{-1}
D_{dag}	Constante	205

Tableau. 5.2 – Récapitulatif des paramètres du modèle à l'état semi-solide

5.3.3. Résultats de simulations des essais de traction

Après l'étape d'identification, et en gardant le même jeu de paramètres, des simulations des essais expérimentaux de traction ont été réalisées pour vérifier la qualité de l'identification et évaluer le caractère prédictif vis à vis de la sensibilité à la vitesse de déformation. L'intérêt de l'utilisation du modèle par rapport à la loi Hansel-Spittel, très utilisée en simulation du forgeage à chaud, a aussi été étudié.

5.3.3.1. Influence de la variation de la température et de la vitesse du déplacement

Les figures 5.16 et 5.17 représentent une comparaison des courbes effort -déplacement expérimentales et numériques sur des essais de tractions réalisés avec une vitesse de déplacement de 0.1mm/s, et pour 6 températures différentes.

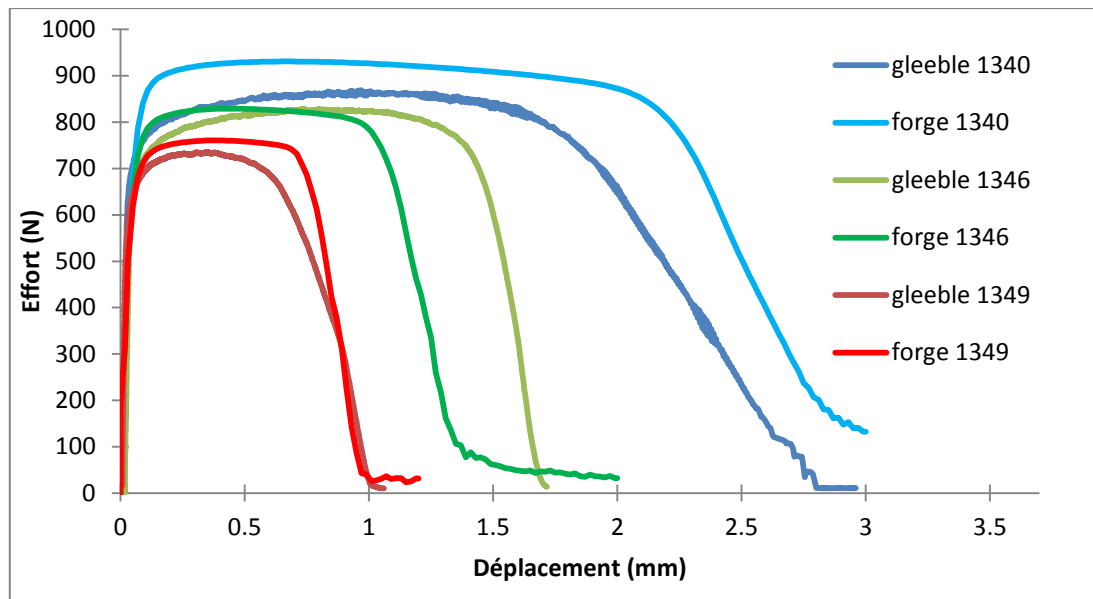


Fig. 5.16 – Résultats simulations/expériences des essais de traction avec une vitesse de déplacement égale à 0.1mm/s de 1340 à 1349°C

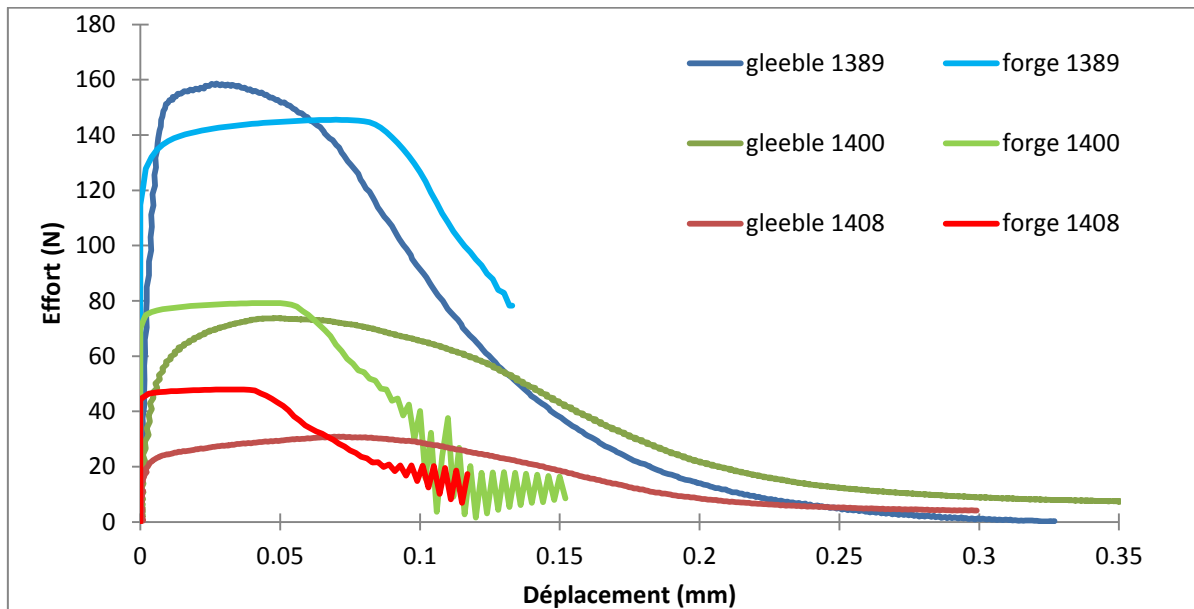


Fig. 5.17 – Résultats simulations/expériences des essais de traction avec une vitesse de déplacement égale à 0.1mm/s de 1389 à 1408°C

Le modèle décrit très bien l'influence de la température sur les propriétés mécaniques du matériau en traction et en particulier l'évolution de l'effort maximal au plateau viscoplastique et du déplacement final après pic en fonction de la température (figure 5.18), ce qui est important pour la prédiction de la fissuration à chaud.

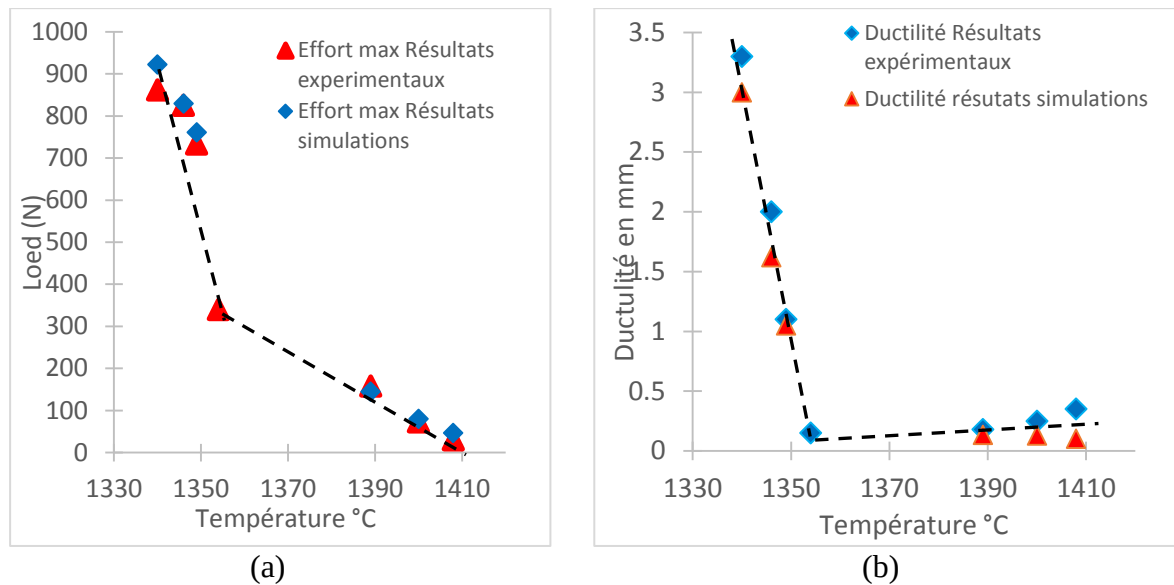


Fig. 5.18 – Comparaison simulations/expériences de l'évolution des propriétés mécaniques en fonction de la température pour les essais de traction : (a) effort max ; (b) ductilité

Pour certaines températures, un décalage de l'ordre de 10% de la valeur expérimentale est identifié entre les quantités prédites par la simulation et les quantités mesurées expérimentalement. Cet écart vient probablement du nombre réduit de paramètres à identifier par méthode inverse à partir des essais de traction à l'état semi-solide. En effet, on compte 5 paramètres liés à la consistance de la phase solide k^s (T2 coalescence, $ks2$, $ks3$, P1 et P2) (tableau 5.2) et 1 paramètre lié à la loi d'évolution de la fraction de solide dans la zone active dag (tableau 5.2). Les autres paramètres liés à la réponse mécanique ont été supposés constants et déterminés à partir de la loi Hansel-Spittel à chaud.

De plus, il convient de mentionner que la mise en données de la simulation : profil de température sur l'éprouvette, les échanges thermiques, les paramètres de maillages... peuvent influencer la certitude des résultats de simulations [ZHA10] [ZHA11] [KOE14].

Pour vérifier la sensibilité du modèle à la vitesse de sollicitation, une simulation d'un essai de traction à 1350°C et à 10mm/s a été effectuée en gardant le jeu de paramètres du tableau 5.2. Le résultat est comparé à la courbe force-déplacement expérimentale. La comparaison montre une cohérence entre le résultat de simulation et le résultat de l'expérience ce qui confirme que la valeur de sensibilité à la vitesse de déformation choisie comme étant celle d'un solide à chaud est correcte.

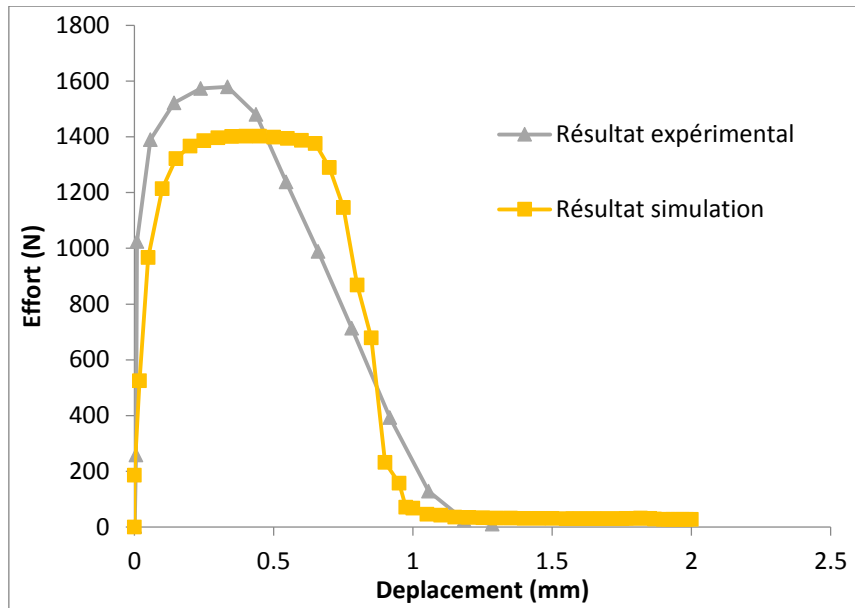


Fig. 5.19 – Résultats simulation/expérience d'un essai de traction à 1350°C avec une vitesse de déplacement égale à 10mm/s

5.3.3.2. Illustration de l'évolution de la déformation et des différentes variables de sortie du modèle lors des essais de traction

Les résultats des simulations numériques des essais de traction montrent que, tout au long de l'éprouvette, la déformation n'est pas homogène et qu'elle dépend du profil de température initiale. La figure 5.20 illustre le profil de la température avec l'évolution de la déformation équivalente tout au long de l'éprouvette à deux incréments de calcul, un premier incrément à 2 mm du déplacement et un deuxième à 3 mm du déplacement pour un essai de traction à 1340°C.

D'une part, on constate que la partie centrale de l'éprouvette (longueur d'environ 40 mm) supporte la totalité de la déformation. Cette zone coïncide avec le sommet de la parabole du profil de température. Nous constatons la zone de plus grande déformation rétrécit et la déformation se localise dans les zones les plus chaudes, les 10 mm centraux de l'éprouvette. D'autre part, la déformation est nulle dans les parties de l'éprouvette où la température est inférieure à 1100°C.

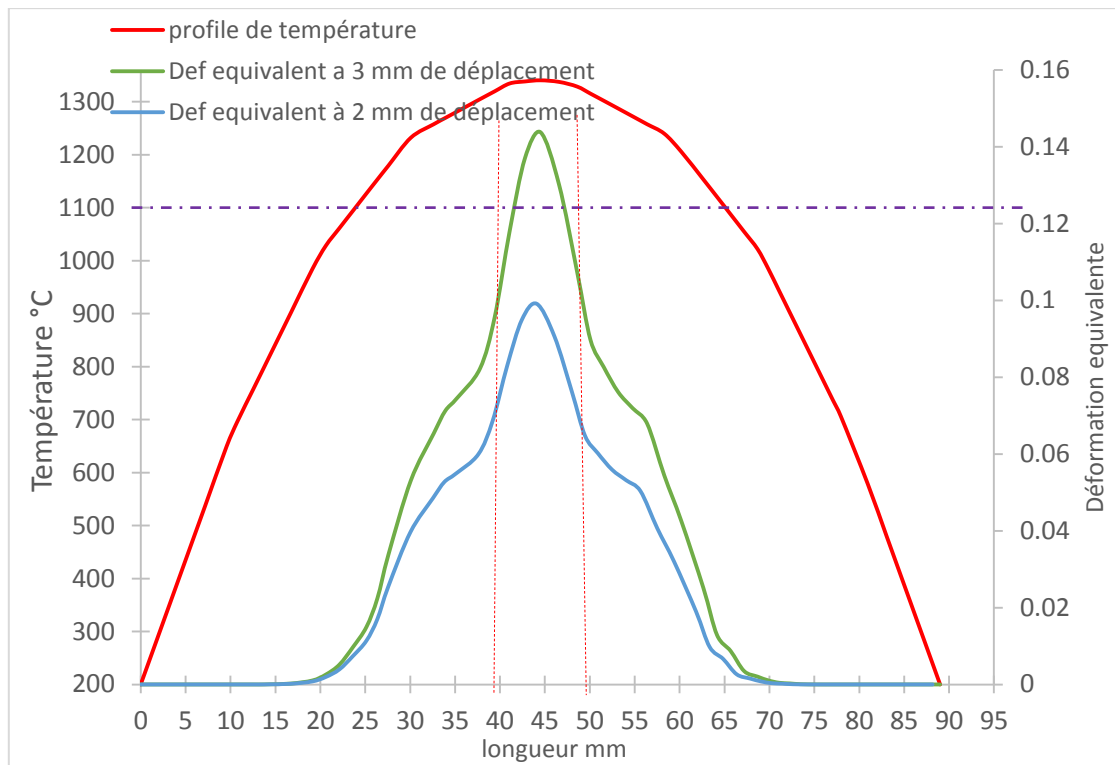


Fig. 5.20 – Profil de la température avec celui de la déformation équivalente durant un essai de traction à 1340°C

La figure 5.21 représente l'évolution de la fraction de solide dans la zone active f_A^s sur une zone centrale de 10 mm de longueur au centre de l'éprouvette pour un essai de traction réalisé à 1389°C. Les résultats mettent en évidence l'effet de localisation de la déformation en traction sur la chute de la fraction de solide dans la zone active du modèle.

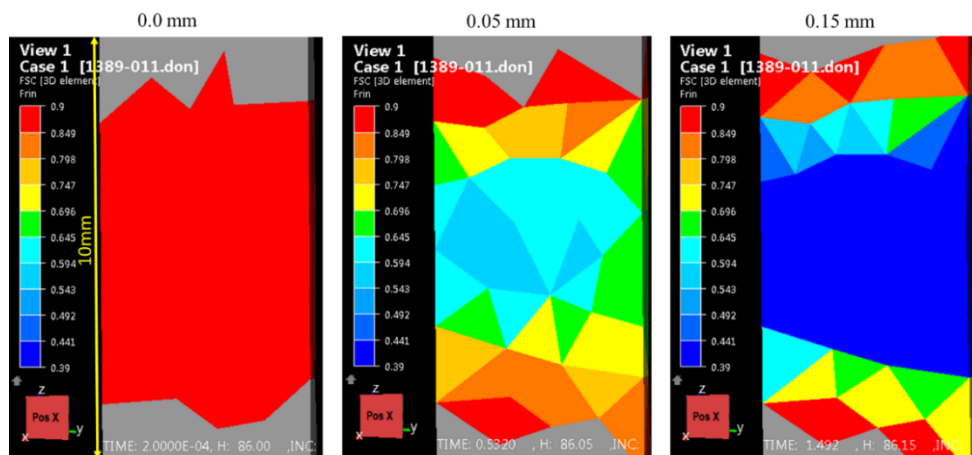


Fig. 5.21 – Evolution de la fraction de solide dans la zone active en fonction du déplacement (à 00mm, 0.05mm et 0.15 mm) pour un essai de traction à 1389°C et une vitesse de déplacement égale à 0.1mm/s

5.3.3.3. Comparaison avec le modèle Hansel-Spittel

La figure 5.22, compare les courbes force-déplacement obtenues lors d'un essai de traction simulé en utilisant le modèle micro-Macro et le modèle Hansel-Spittel. Pour les paramètres de la loi Hansel-Spittel utilisés, nous avons utilisé les paramètres du C35 à chaud disponibles dans la bibliothèque de FORGE® prolongés jusqu'à la plage de température de nos essais.

Les conditions initiales en température sont les mêmes pour les deux simulations. Deux températures maximales au centre de 1340°C et 1400°C ont été étudiées, les courbes expérimentales ont été ajoutées à titre de comparaison. Contrairement au modèle micro-Macro, à 1340°C, on constate que la loi de Hansel-Spittel prédit une évolution de la force en fonction du déplacement très différente de l'expérience : après une forte évolution initiale, la loi de Hansel-Spittel prédit une augmentation régulière et assez forte de la force avant d'atteindre un plateau dont le niveau n'est pas trop éloigné du niveau expérimental. La contrainte d'écoulement visco-plastique est sous-estimée par rapport à la valeur expérimentale. L'augmentation régulière et assez forte de la force est due à un coefficient d'écrouissage surestimé. Enfin et comme attendu, la loi de Hansel-Spittel ne peut pas prédire la chute finale de l'effort (stade III). Les résultats montrent également que Hansel-Spittel n'est pas assez représentatif de la sensibilité du comportement à la température à l'état semi-solide.

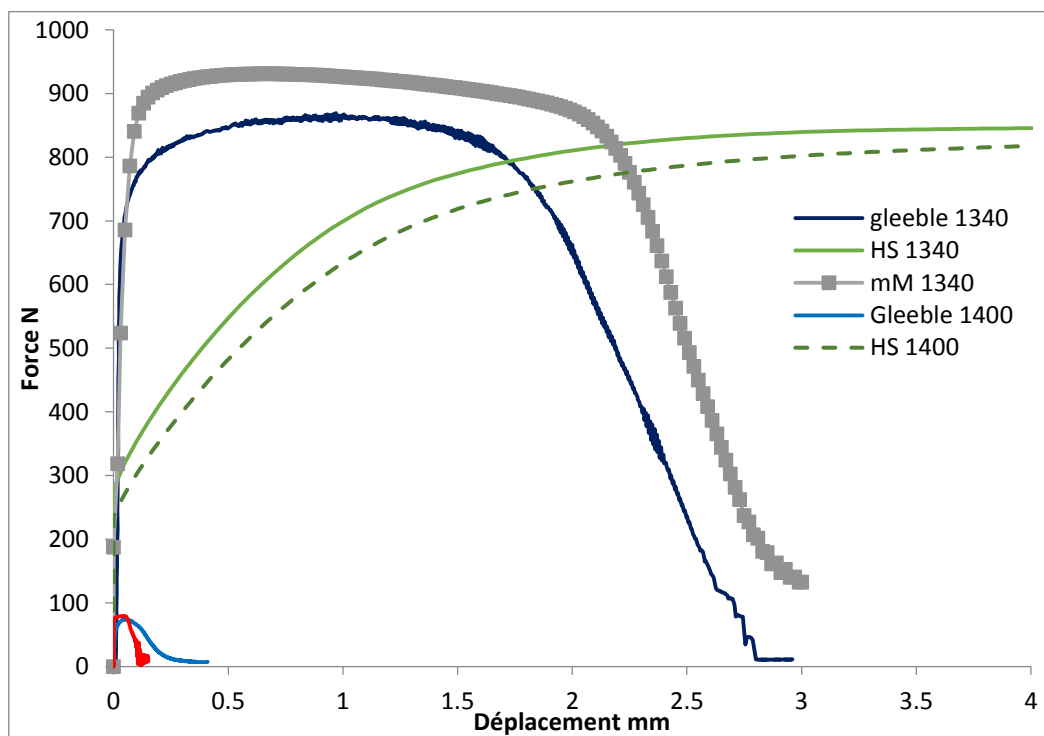


Fig. 5.22 – Evolution de l'effort en fonction du déplacement pour des essais de traction à 1340°C et 1400°C : Résultats expérimentaux et résultats numériques avec loi Hansel-Spittel (HS) et loi micro-Macro (mM)

La figure 5.23 représente le profil de la déformation équivalente sur la longueur de l'éprouvette à la fin d'un essai de traction à 1340°C pour une simulation utilisant la loi Hansel-Spittel et la loi micro-Macro (mM). Les résultats montrent que pour le modèle micro-Macro la déformation est plus élevée et localisée plutôt au centre de l'éprouvette.

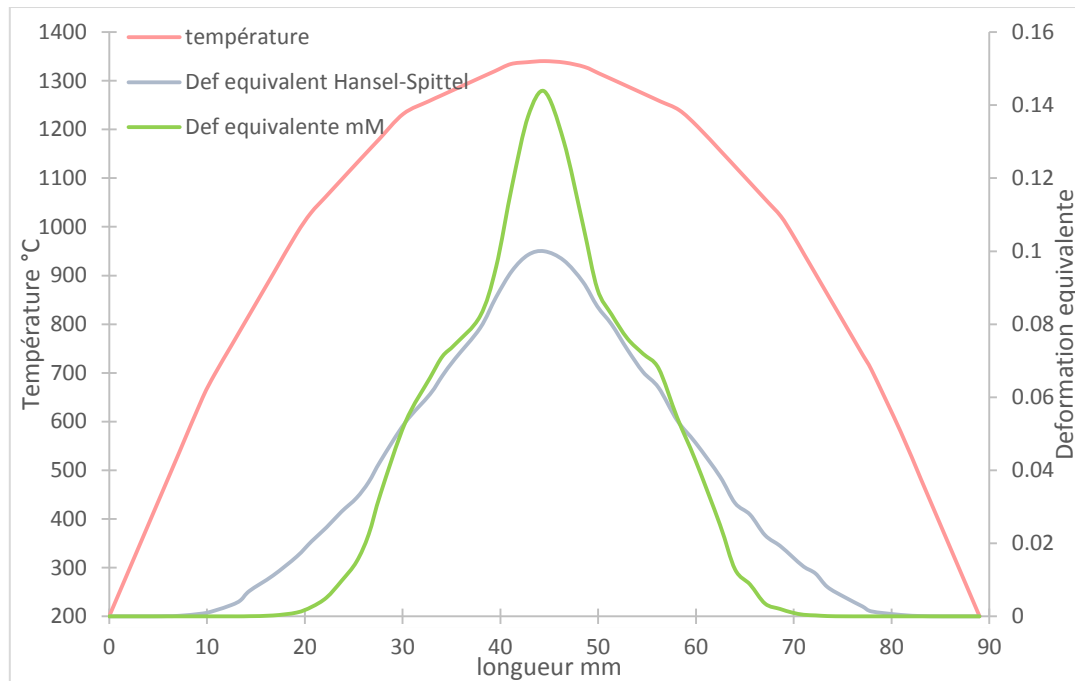


Fig. 5.23 – Profil de la déformation équivalente Hansel-Spittel/micro-Macro sur la longueur de l'éprouvette à la fin de l'essai de traction à 1340°C

La figure 5.24 représente une cartographie de la composante ε_{zz} (la direction de traction) du tenseur des déformations dans la zone centrale de l'éprouvette, pour des résultats de simulation d'un essai de traction à 1349°C, avec un déplacement de 1.2 mm avec les lois Hansel-Spittel et micro-Macro, ainsi qu'une photographie de la zone de rupture d'une éprouvette sollicitée expérimentalement à 1349°C. Les résultats montrent que la déformation au centre de l'éprouvette est plus élevée pour le modèle micro-Macro que pour la loi Hansel-Spittel. On observe également une légère réduction de la section ce qui est en cohérence avec les observations expérimentales (chapitre 2). La déformation et le mécanisme d'endommagement se sont localisés vers la zone de rupture et la rupture se propage en suivant le film liquide perpendiculairement à la direction de l'application de l'effort.

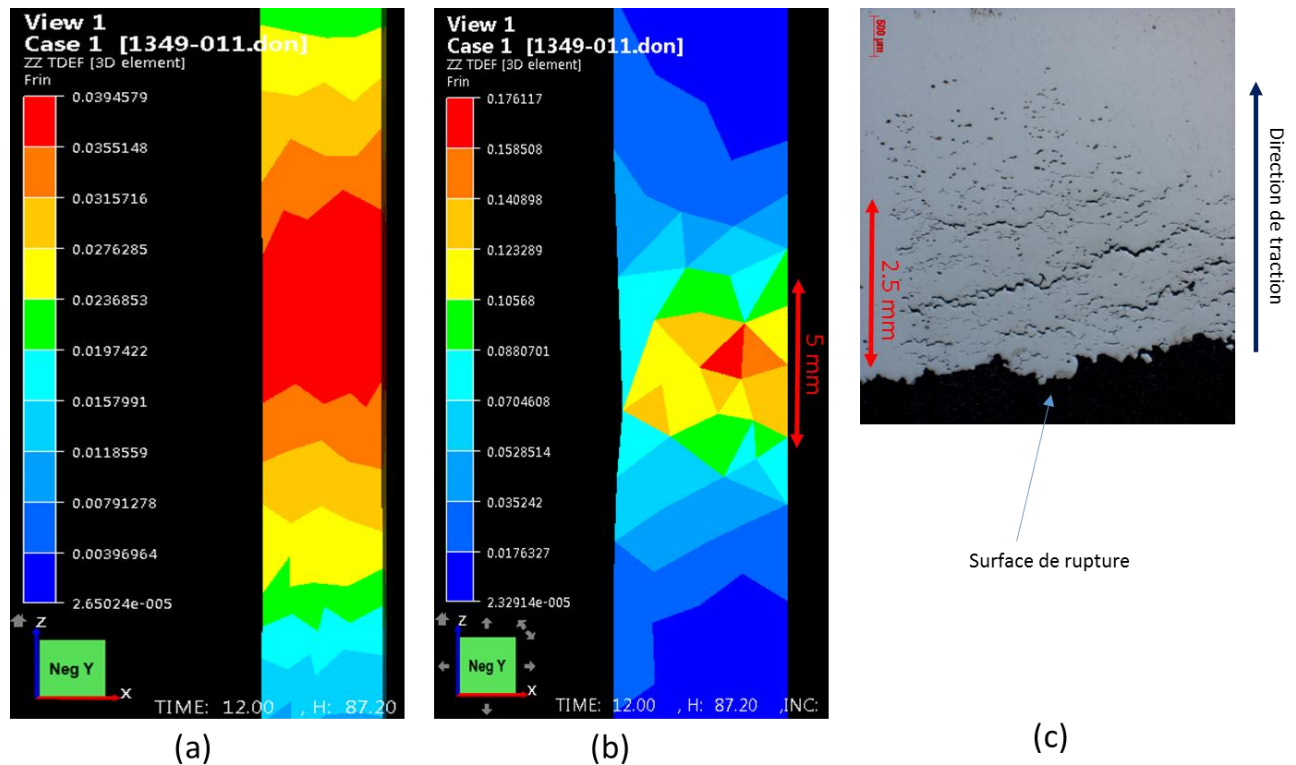


Fig. 5.24 – Cartographie de la déformation ε_{zz} du tenseur des déformations pour des résultats de simulation d'un essai de traction : (a) Hansel-Spittel ; (b) modèle micro-macro et (c) une photographie d'une coupe longitudinale de l'éprouvette testée

5.3.3.4. Discussion sur la simulation des essais de traction

5.3.3.4.1. Mécanismes de déformation

Comme déjà évoqué à la fin du chapitre 4, le modèle mM permet une description complète de la courbe force-déplacement constituée de la forte augmentation de l'effort aux très faibles déformations (stade I), suivi du quasi-plateau viscoplastique (stade II) et la chute finale plus ou moins abrupte de l'effort (stade III). D'un point de vue modélisation, le stade I représente la réponse poroélastique du matériau. Le manque de points expérimentaux dans ce premier stade ne rend pas possible une analyse fine de l'effet de la température sur le module d'Young. Dans le domaine des fortes fractions de solide étudié ici (>0.8), cet effet est sans doute faible puisque la rigidité du matériau est portée par le squelette solide et dépend donc peu de la fraction de solide. Le plateau du stade II représente la résistance du squelette solide à la déformation viscoplastique. Le squelette résiste tant qu'il existe, autrement dit tant que la phase solide forme un réseau 3D continu au sein du matériau. Cela se traduit par une valeur de fraction de solide dans la zone active supérieure à 0.4. Au cours de la déformation, la déformation jusqu'à rupture des pontages solides et l'enrichissement en liquide des zones étirées par la traction fait que le liquide va percoler formant un film continu essentiellement

intergranulaire. La fraction de liquide dans la zone active devient alors supérieure à 0.6 (ou la fraction de solide dans la zone active devient inférieure à 0.4 indiquant que le squelette solide est rompu). Le film continu de liquide va alors contrôler la résistance mécanique du semi-solide. Le liquide étant très faiblement résistant, la résistance globale du matériau chute jusqu'à une valeur très faible. Dans la modélisation proposée, la chute de l'effort après le plateau viscoplastique n'est pas due à l'apparition de fissures ou de cavités mais est due à la formation d'un film liquide continu intergranulaire venu remplir les zones étirées du matériau.

5.3.3.4.2. Chute de la résistance mécanique et perte de ductilité

Le modèle ne décrit ainsi aucun phénomène de rupture au sens de l'endommagement mais il décrit une perte de résistance mécanique. Cette dernière étant due à la rupture du squelette déformé viscoplastiquement, le matériau doit nécessairement se déformer viscoplastiquement avant la chute finale de l'effort. D'un point de vue expérimental, Bouffier (Bouffier, 2013) indique qu'une éprouvette sollicitée dans l'intervalle BTR peut montrer une rupture prématurée au sens que le matériau n'est pas rentré dans le domaine viscoplastique. Ce résultat n'est pas représenté par le modèle mM.

Dans le modèle micro-Macro, la chute de la résistance mécanique (ou de manière équivalente de la viscosité) au cours de la déformation est responsable du déplacement maximal du matériau. En effet, l'adoucissement brutal entraîne une très forte localisation de la déformation comme illustrée sur les distributions de déformation des figures 5.20 et 5.21 et la rupture du matériau. L'utilisation de la loi Hansel-Spittel sous-estime la localisation de la déformation. Zhang et al [ZHA10] ont également montré l'impact de la loi d'écoulement sur la longueur de la zone déformée dans une simulation d'un essai de traction sur une machine Gleeble. Une loi puissance tend à augmenter la longueur de la zone déformée alors qu'elle est trouvée constante dans le cas d'une loi thermiquement activée. On voit alors la nécessité d'avoir un modèle permettant de bien prédire les zones de localisation car la localisation modifie l'écoulement de la matière et produit des zones qui peuvent être peu résistantes à un état de contrainte dilatatant.

Pour les températures supérieures à 1350°C, le squelette est plus vite détruit au profit de la formation du film liquide parce qu'il est moins connecté à l'état initial ($f_A^S = f^S$).

Le modèle proposé permet ainsi de prédire une transition ductile-fragile liée à la chute de la résistance mécanique qui conduit au déplacement final. Pour la première fois à notre

connaissance un modèle de comportement est capable de reproduire une évolution de la ductilité en traction d'un alliage semi-solide avec la température sous la forme d'un 1/2U. Sur cette évolution que l'on trouve classiquement dans la littérature (voir chapitre 1, Fig. 1.47), on peut faire une remarque : Comme la perte de ductilité et la perte de résistance mécanique sont associées dans le modèle mM, il ne pourra pas, de manière évidente, représenter une éventuelle remontée de la ductilité aux plus fortes températures puisqu'il n'y a pas de remontée de la résistance mécanique.

5.3.3.4.3. Vers un critère de fissuration à chaud

Les critères de fissuration à chaud combinent grandeurs de contrainte ou déformation avec un intervalle de température (le BTR). Dans la modélisation proposée, le domaine de fragilité en traction correspond aux situations pour lesquelles la fraction de solide dans la zone active est inférieure à 0.4. Le critère de fragilité du matériau peut donc s'écrire de manière très simple :

$$f_A^s < 0.4$$

La variable f_A^s dépend à la fois de l'histoire thermique et mécanique du matériau. On peut donc la suivre en mise en forme. La valeur de 0.4 est intrinsèque au modèle. Elle vient du fort contraste mécanique entre les phases liquide et solide, contraste qui est du même ordre de grandeur pour tous les alliages semi-solides. C'est donc une grandeur critique que l'on n'a pas à déterminer, contrairement à une contrainte critique ou à une déformation critique. Couplée avec une analyse des champs de contraintes dilatants, l'analyse de la valeur de f_A^s pourrait permettre d'identifier les zones fragiles en traction et donc sensibles à la fissuration à chaud.

5.3.4. Simulations des opérations de thixoforgeage

Ce travail de simulation a été réalisé avec l'aide de Paul bornier dans le cadre de son stage fin d'étude d'école d'ingénieur à l'IRT-M2P avec l'aide de Tudor Balan de LCFC.

5.3.4.1. Présentation de l'essai de thixoforgeage d'un U

Dans le cadre du projet TACA des essais représentatifs et de référence des opérations de thixoforgeage de U en acier ont été réalisés. Le thixoforgeage du U s'effectue en filage inverse : la matière s'écoule dans le sens opposé au déplacement du coulisseau (Figure 5.26).

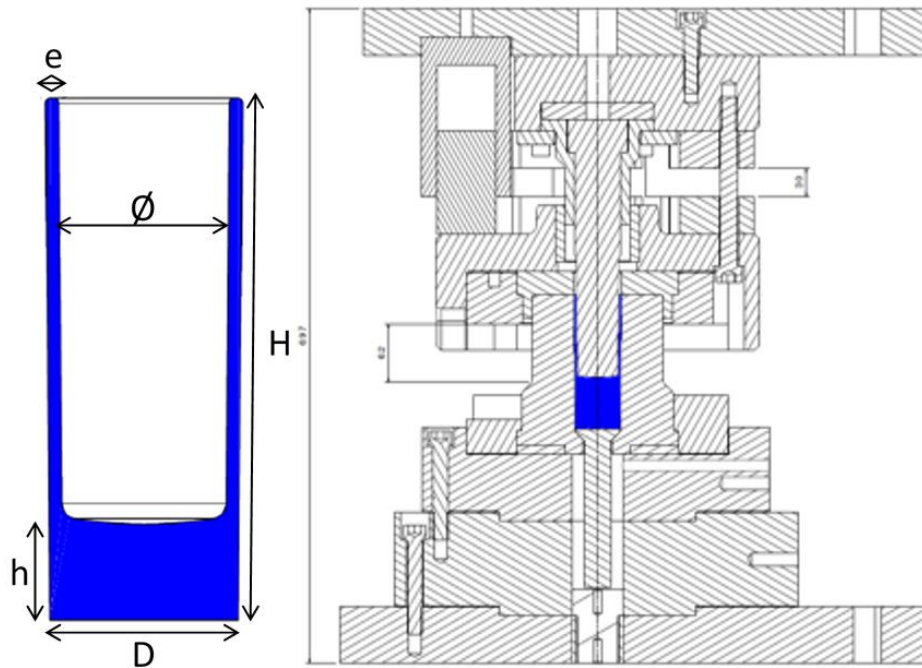


Fig. 5.26 – Dessin d'ensemble de l'outillage avec la pièce pour le thixoforgeage des essais de référence [fourni par les partenaires du projet TACA]

Concernant la géométrie de la pièce, parmi les différentes variantes de U fabriquées dans le projet TACA, nous nous sommes concentrés sur les pièces de dimensions suivantes :

- Hauteur de fond : $h = 10 \text{ mm}$
- Diamètre extérieur $D = 49 \text{ mm}$
- Epaisseur de paroi : $e = 7 \text{ mm}$

Ce choix a été fait car le nombre d'essais réalisés était conséquent avec des paramètres initiaux variés. Les données expérimentales exploitées pour les comparer avec les résultats de simulations sont :

- (a) Effort de forgeage en fonction du temps et du déplacement du coulisseau
- (b) Géométrie finale des pièces forgées
- (c) Les défauts macroscopiques et microscopiques

La géométrie initiale du lopin thixoforgé est un cylindre de 45 mm de diamètre et de 60 mm de longueur. L'échauffement du lopin se fait initialement dans un inducteur de chauffe et le transfert de l'inducteur jusqu'à la presse se fait avec un robot. Les essais ont été réalisés par l'équipe de recherche en mise en forme du laboratoire LCFC à l'ENSAM de Metz (plateforme Vulcain de mise en forme). Afin de réaliser une cartographie de la température du

lopin initialement, l'équipe du LCFC a réalisé des essais de chauffe avec les lopins instrumentés avec des thermocouples (figure 5.27) placés à plusieurs hauteurs et rayons.

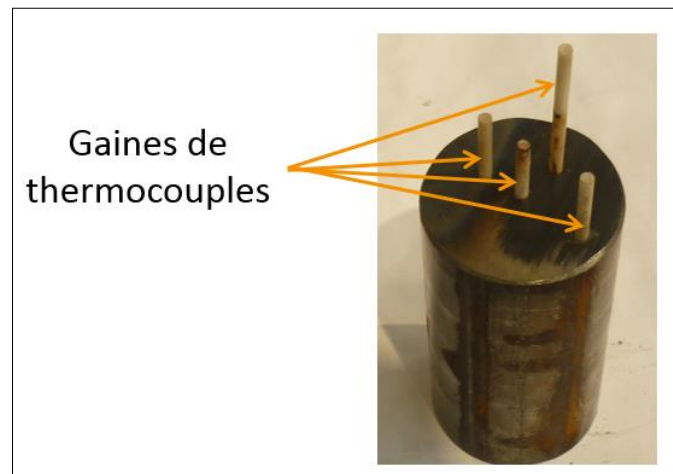


Fig. 5.27 –Lopin percé avec emplacements des thermocouples

Lors de ces essais, le cycle de chauffe était rigoureusement le même que lors des essais expérimentaux de thixoforgeage. On suppose que la présence des thermocouples dans les lopins n'affecte pas la chauffe de manière significative. Les résultats de mesure sont présentés dans la figure 5.28. On constate que le cœur du lopin est plus chaud que la périphérie et que le haut du lopin est plus chaud que le bas.

Il faut noter que la température ainsi mesurée n'est pas la température du lopin au moment du forgeage puisqu'il faut prendre en compte le temps de transfert du lopin de l'inducteur à la presse avec un robot manipulateur, puis le temps avant la descente du coulisseau. Il faut également attendre que la tête du robot se retire et que les portes de sécurité se ferment. Pendant ce temps de transfert, le lopin perd de la chaleur dans l'air et par conduction dans les outils de forgeage. Il a été mesuré 5 secondes de transfert et 3 secondes au contact des outils avant mise en forme. Nous verrons dans la partie simulation, l'impact de ce temps de transfert sur le champ de température du lopin avant mise en forme.

Lopin H60			
	cœur	mi rayon	peau
Profondeur \ Rayon	0	11.25	19
15.00	1354	1392	1347
22.50	1400	1426	1414
30.00	1413	1442	1393
50.00	1380	1378	1373

Fig. 5.28 – Relevés de température dans un lopin de hauteur 60 mm et de rayon 22.5 mm
[fourni par les partenaires du projet TACA]

Les essais de mise en forme ont été réalisés avec une presse à vis équipée de capteurs permettant l'enregistrement de l'effort de presse pendant l'opération de mise en forme. La figure 5.29 représente une courbe de l'évolution de l'effort en fonction du déplacement du coulisseau lors du thixoforgeage.

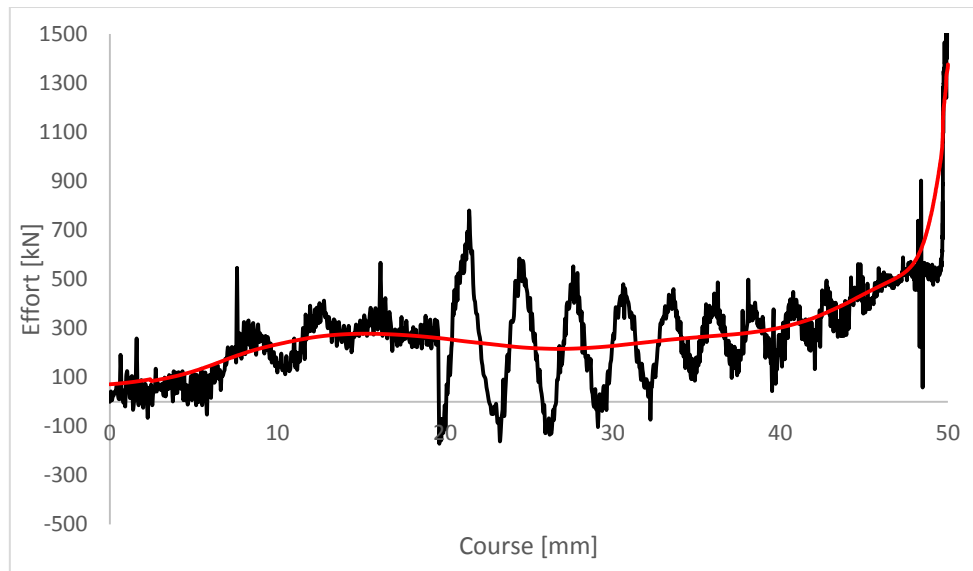


Fig. 5.29 – Courbes d'effort non lissée (noire) et lissée (rouge)

La présence des oscillations est reliée à la présence d'une fréquence de résonnance dans le bâti de la presse ainsi que dans les vérins à gaz servant à amortir la chute du coulisseau. Un lissage de la courbe a alors été proposé, il s'agit d'une moyenne glissante des valeurs d'effort (utilisation d'un filtre passe bas très étroit).

5.3.4.2. Mise en données de simulations

Les simulations des pièces en U sont faites en 3D et sont de type forgeage à chaud avec la prise en compte des frottements et des échanges thermiques avec les outils et l'air. Le pilotage de l'outil se fait à partir des données d'acquisitions expérimentales du déplacement de la presse (un tableau donne l'évolution de la hauteur en fonction du temps).

Les paramètres de la loi de comportement sont ceux décrits dans les paragraphes précédents et utilisés pour simuler les essais de traction (tableaux 5.1 et 5.2). Les paramètres liés à la thermique sont :

- (d) Coefficient de convection thermique avec l'air : $10 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$
- (e) Coefficient de conduction thermique avec les outils : $1000 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$
- (f) Coefficient de conduction thermique dans la pièce : $35.5 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$
- (g) Chaleur spécifique : $668.8 \text{ J.Kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$
- (h) Densité : 7373.13 Kg/m^3

La température initiale des outils est 250°C. En ce qui concerne le frottement outil-matière, la lubrification utilisée est eau+graphite et la loi de Coulomb limitée à celle de Tresca a été utilisée avec une contrainte de cisaillement τ égale à :

$$\tau = \mu \sigma_n \begin{cases} \text{Si } \mu \sigma_n < \bar{m} \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}} \text{ alors } \tau = \mu \sigma_n \\ \text{Si } \mu \sigma_n \geq \bar{m} \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}} \text{ alors } \tau = \bar{m} \frac{\sigma_0}{\sqrt{3}} \end{cases}$$

Où σ_n est la pression de contact, μ le coefficient de frottement (0.15 pour notre simulation), $\bar{m}$ nombre compris entre 0 et 1 (0.3 pour notre simulation) et σ_0 la contrainte d'écoulement.

Pour le maillage du lopin, une maille triangulaire avec une longueur d'arête égale à 1.5 mm a été utilisée, alors que pour les outils, un maillage surfacique grossier a été utilisé.

Concernant la température initiale de lopin, le champ de température initial hétérogène après chauffage a été pris en compte dans la simulation (figure 5.30).

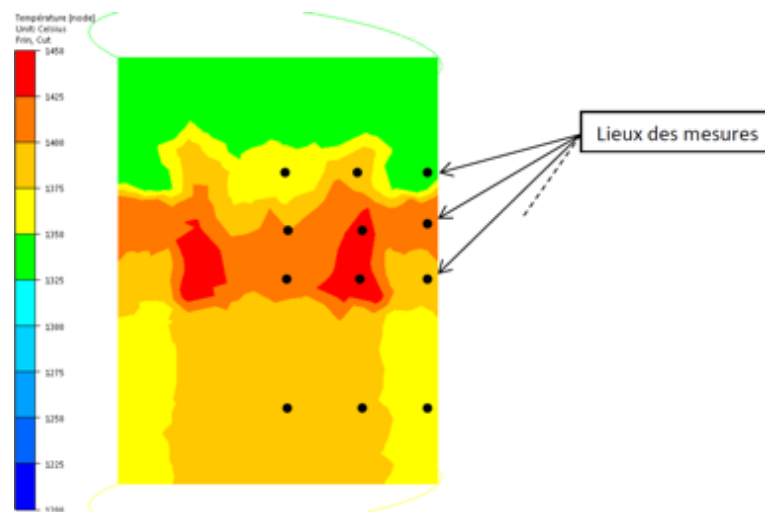


Fig. 5.30 – Relevé de la température sous Forge : Vue en coupe du lopin

On rappelle qu'après le chauffage, le lopin est transféré vers l'outillage. Le refroidissement induit par ce transfert a été simulé avec FORGE® : il est modélisé par une simple attente dans l'air à température ambiante, puis une attente dans les outils. La figure 5.31 illustre le résultat de simulation de refroidissement du lopin juste avant la mise en forme.

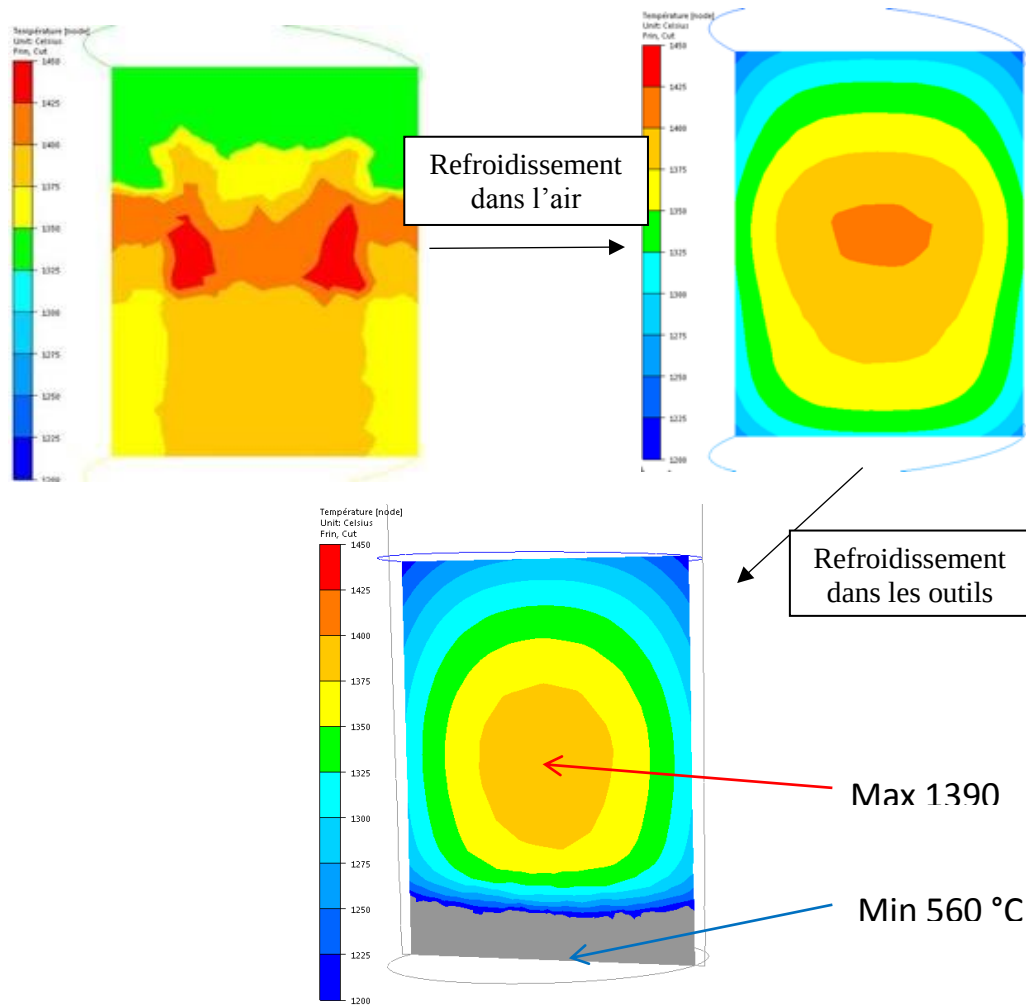


Fig. 5.31 - Simulation du refroidissement du lopin avant mise en forme

La température du lopin s'homogénéise et présente rapidement un gradient de température de l'intérieur vers l'extérieur après le temps d'attente dans l'air. Quant au temps d'attente dans les outils, il amène un refroidissement très important de la face inférieure du lopin (celle en contact avec l'outil).

Ce gradient de température dépend fortement des valeurs de conduction et de convection utilisées dans le logiciel de calcul. Il dépend également des conditions de forgeage (choix de la lubrification, nature de l'acier, ...). L'influence du coefficient d'échanges thermiques avec les outils a été testée, les résultats de cette étude montrent que la température de la face inférieure peut varier entre 400 °C et 1000 °C ce qui peut influencer la géométrie de la pièce au cours de la mise en forme [BOR16].

En ce qui concerne la température des outils, expérimentalement, les outils ont été chauffés afin de minimiser les échanges thermiques et pour la simulation la température des outils (supérieure et inférieure) est égale à 250°C.

5.3.4.3. Résultats de simulations

Nous présentons dans cette partie l'évolution des différents champs caractéristiques de l'état de matériau durant la mise en forme : la fraction de liquide f^L , la viscosité du semi-solide μ_{ss} et la fraction de solide dans la zone active f_A^S .

Les figures 5.32 et 5.33 illustrent l'évolution de la fraction de liquide f^L durant la mise en forme. La figure 5.33 montre cette évolution à l'échelle d'une faible quantité de liquide (comprise entre 0.0001 et 0.01) pour les trois derniers incréments de simulation. Les résultats mettent en évidence qu'avant la mise en forme, le lopin est solide à sa périphérie est semi-solide au cœur avec une fraction de liquide inférieure à 0.2. Au cours de la mise en forme, la zone semi-solide se déforme et le matériau se solidifie à cause des échanges thermiques.

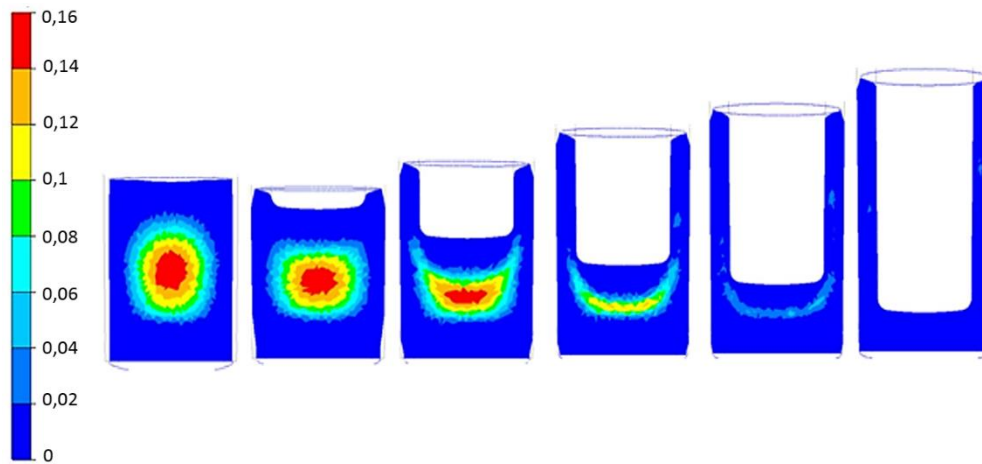


Fig. 5.32 - Observation de la fraction de liquide f^L du matériau au cours du thixoforgeage

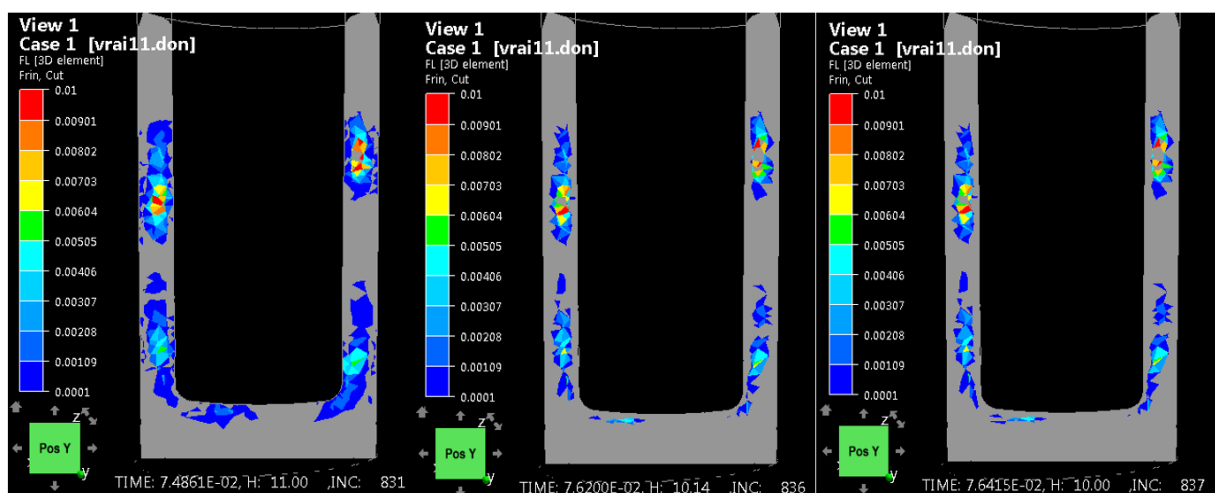


Fig. 5.33 - Observation des fractions de liquide f^L comprise entre 0.0001 et 0.01 durant les trois derniers incréments de calcul

Si on regarde la viscosité (figure 5.34), on constate que la zone semi-solide a une viscosité plus de 10 fois plus faible que la zone solide. Ainsi le cœur du lopin est beaucoup plus fluide que sa périphérie et va donc se déformer préférentiellement.

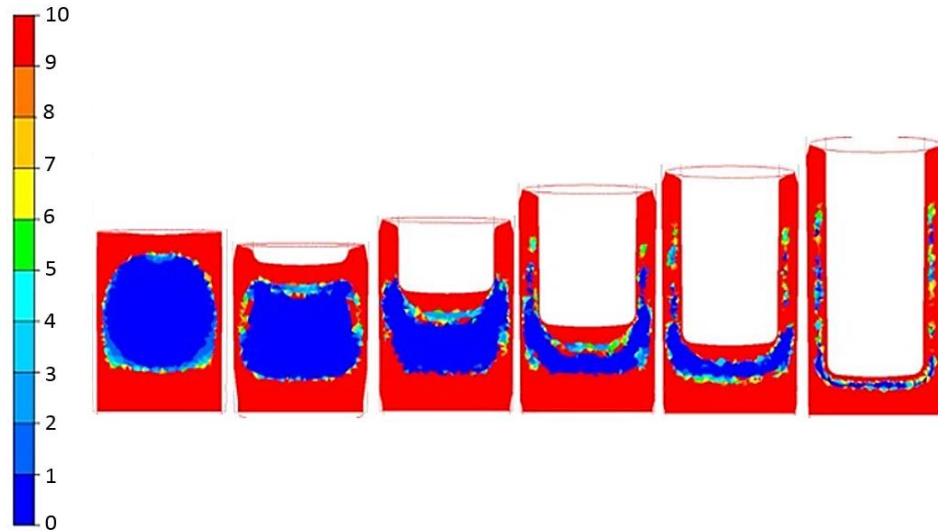


Fig. 5.34 - Observation de la viscosité μ_{ss} (en MPa s) au cours du thixoforgeage

Rappelons que la fraction de liquide dans la zone active représente la quantité de liquide disponible pour accommoder la déformation, elle dépend de la température et des phénomènes d'agglomération et de désagglomération. L'évolution de ce paramètre en cours de la mise en forme (figure 5.35) dépend de la présence des phénomènes de localisation de la déformation et de l'état de contrainte (traction, cisaillement ou compression). On rappelle qu'une fraction de solide dans la zone active inférieure ou égale à 0.4 signifie que la déformation du matériau est principalement accommodée par le liquide et la viscosité de semi-solide devient très faible, proche de celle de la phase liquide et le semi-solide n'a plus de résistance mécanique en traction. La valeur de cette variable (supérieure ou inférieure à 0.4) donne donc une indication sur les zones de fragilité. Lors du retrait du poinçon à la fin de la mise en forme ou lors du refroidissement de la pièce finale induisant des déformations thermiques et un retrait de solidification, ces zones peuvent devenir partiellement vulnérables à la fissuration lorsqu'elles sont soumises à un état de contraintes dilatant. Les résultats d'observations microscopiques avec un microscope optique de la pièce finale (figure 5.36) permettent de vérifier la santé interne et d'identifier la présence des défauts. Comparant avec la cartographie de l'évolution de la fraction de solide dans la zone active, un lien entre les zones où la fraction est proche de 0.4 (les zones en bleu) et la présence des défauts de fissuration peut être établi. Les défauts majeurs sont localisés dans les zones correspondant à

une faible fraction et sont de moins en moins présentes avec l'augmentation de f_A^s (les zones jaunes et rouges).

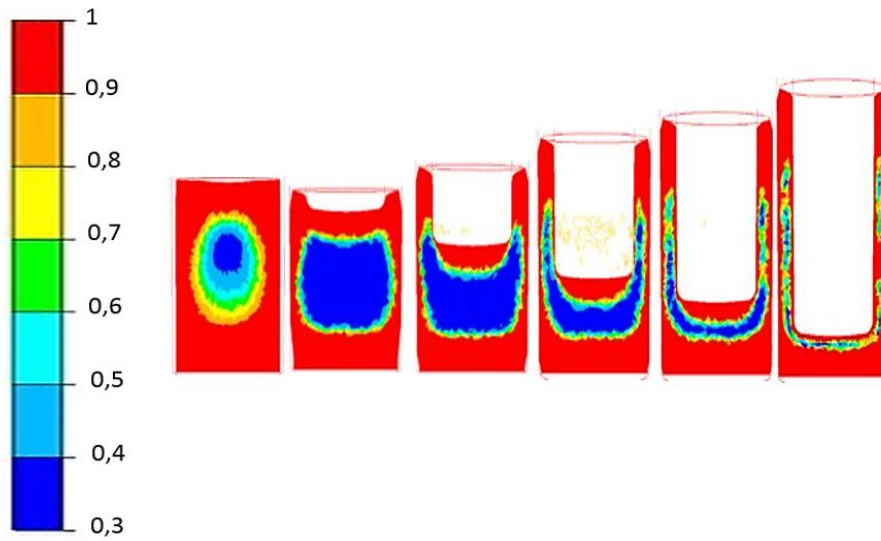


Fig. 5.35 - Evolution de la fraction de solide dans la zone active f_A^s lors de thixoforgeage des pièces U

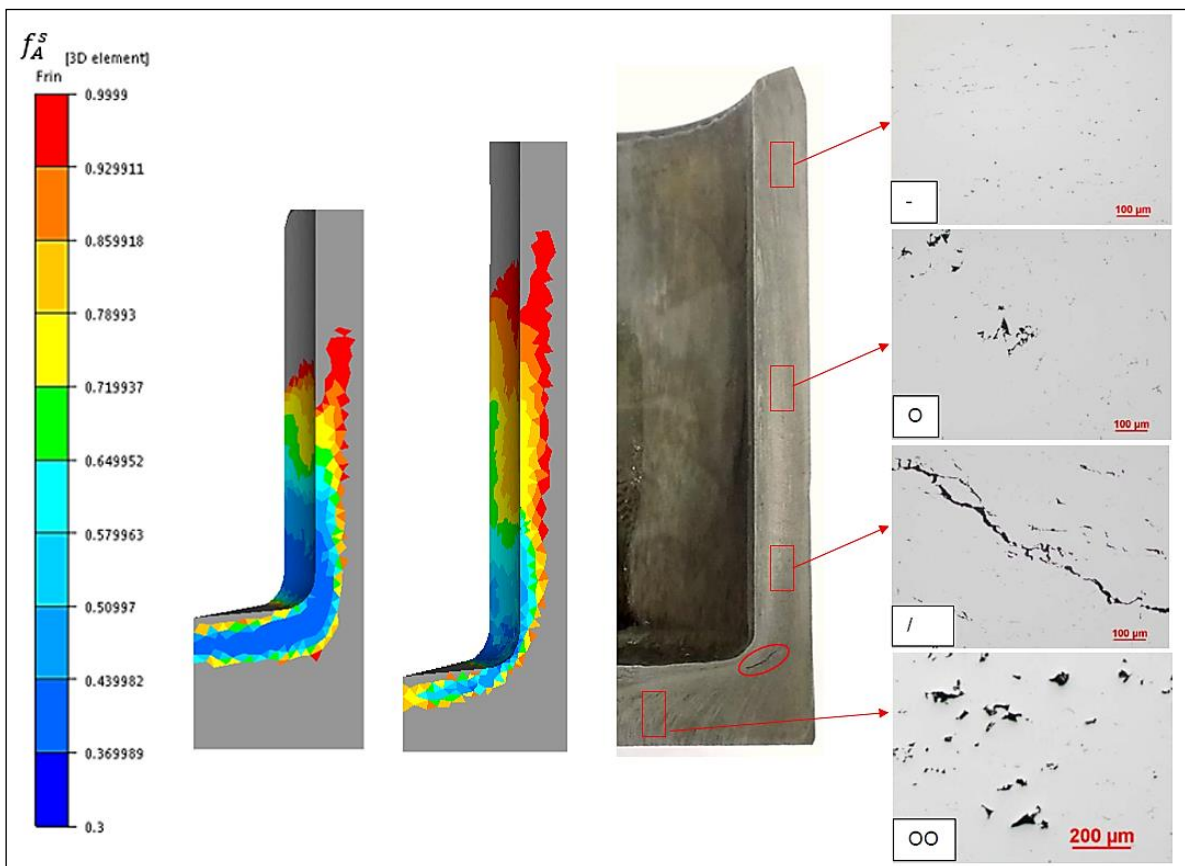


Fig. 5.36 – Lien entre l'évolution de f_A^s et la présence des défauts observés sur la pièce finale

Les efforts de presse simulés en utilisant le modèle micro-Macro et la loi Hansel-Spittel sont confrontés à la courbe expérimentale effort-déplacement (figure 5.37). On observe que le lissage de la courbe expérimentale fait perdre des informations sur le début de l'évolution de l'effort de mise en forme, c'est pourquoi la figure 5.37 comporte une courbe où les oscillations sont toujours présentes avec un filtrage de bruit.

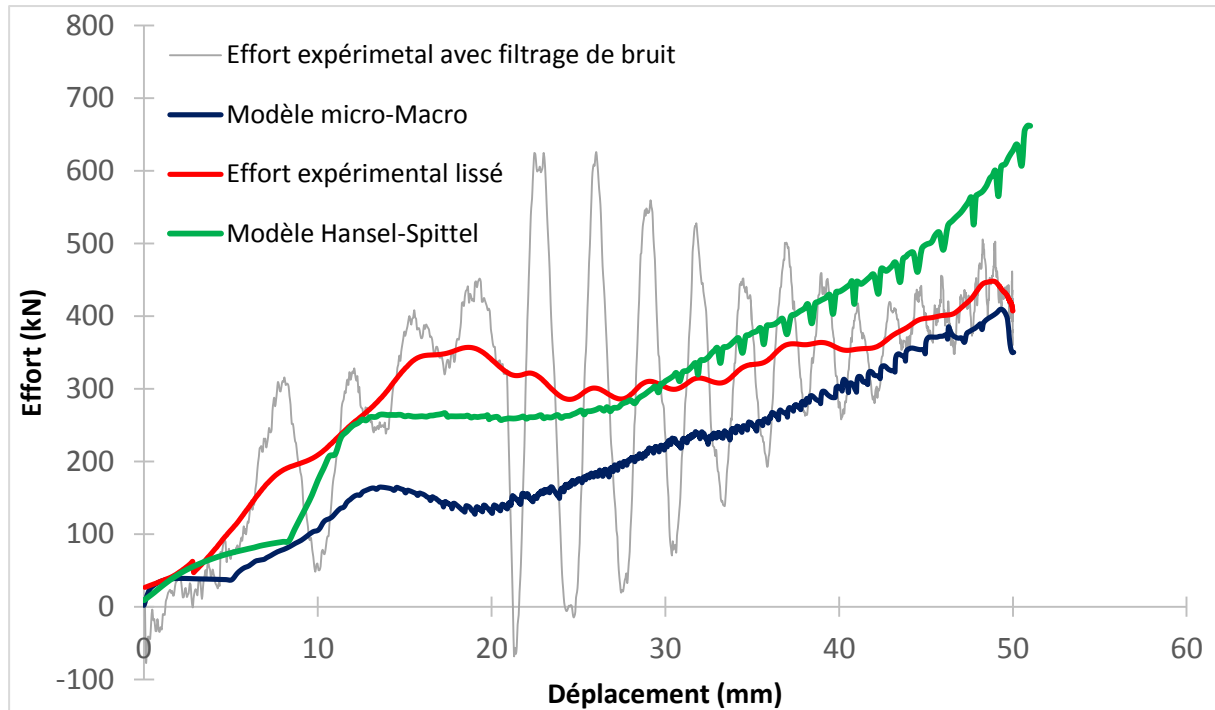


Fig. 5.37 – Comparaison des efforts de presse simulés avec les modèles micro Macro, Hansel-Spittel et des résultats expérimentaux

On constate que le niveau moyen de l'effort de mise en en forme prédit par la loi Hansel-Spittel est cohérent vis-à-vis celui de l'expérience. Le modèle micro Macro donne également une bonne estimation de l'effort au début et à la fin de la mise en forme et sous-estime l'effort dans la phase intermédiaire. La figure 5.38 représente les différentes étapes de l'opération de mise en forme :

- Etape 1 : écrasement libre jusqu'au contact entre le lopin et la matrice (image 1).
- Etape 2 : début du filage inverse, déformation de la peau solide du lopin (image 2).
- Etape 3 : début du filage du cœur chaud, semi-solide, accompagné d'une chute de l'effort pour le modèle micro-Macro alors que Hansel-Spittel prédit un effort constant (image 3). Expérimentalement, on constate également une chute de l'effort.
- Etape 4 : fin du filage, l'augmentation de la longueur de la partie filée s'accompagne d'une augmentation du frottement imposant une augmentation de l'effort (image 4).

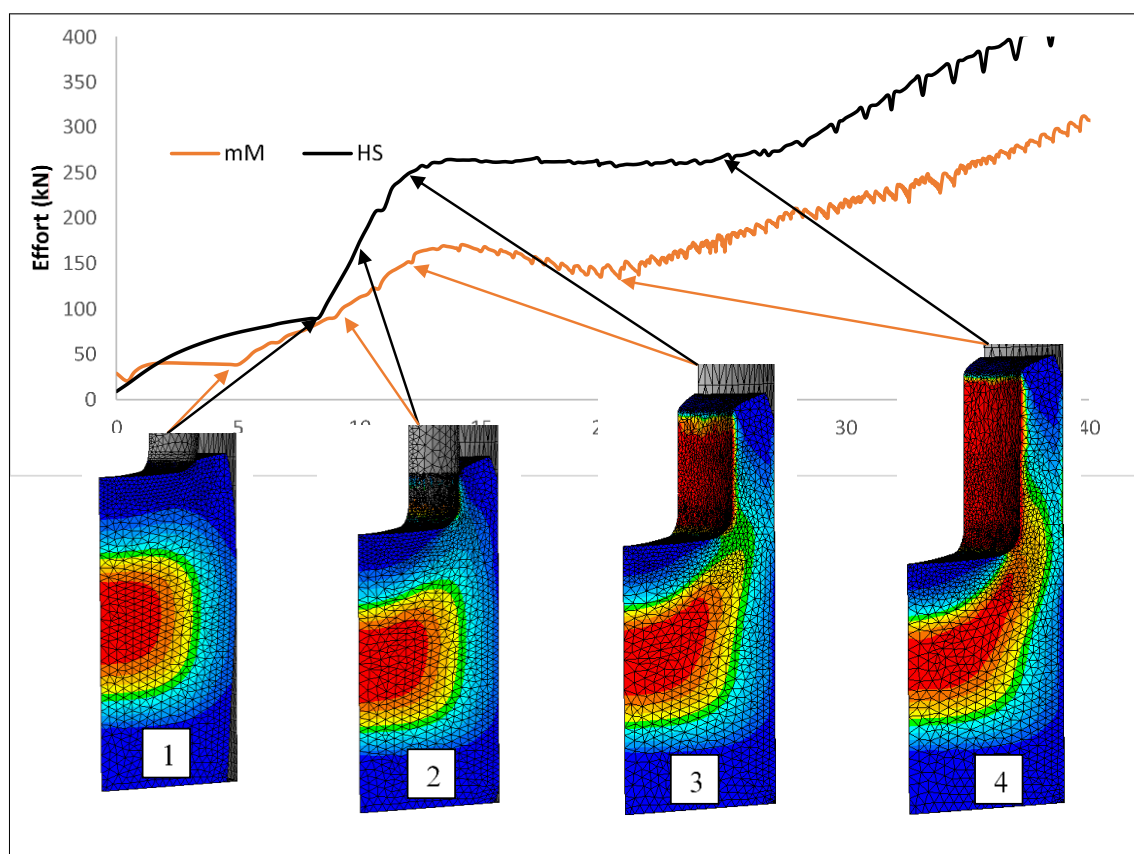


Fig. 5.38 – Evolution de la géométrie et de l'effort pendant le forgeage

Les résultats issus de la simulation Hansel-Spittel montrent que l'évolution de l'effort prédite avec le modèle micro-Macro est cohérente avec celle trouvée expérimentalement. Le refoulement paraît plus réaliste avec la nouvelle modélisation. En effet, l'augmentation de l'effort, correspondant au contact entre le lopin et la matrice, a lieu pour un niveau de descente du coulisseau proche du déplacement expérimental (environ 5 mm de descente de coulisseau contre 8 mm avec la modélisation Hansel & Spittel). Cela s'explique par l'évolution de la géométrie du lopin différente selon le modèle de comportement. En effet si on regarde la géométrie du lopin à 5 mm de descente du coulisseau, on observe un lopin très bombé dans le cas du modèle micro-Macro alors que sa section reste quasi-uniforme dans le cas de la loi Hansel & Spittel (Figure 5.39). Ce phénomène est dû à la plus grande sensibilité à la température de la résistance du matériau décrite par le modèle micro-Macro de par sa prise en compte de la partie liquide. Ainsi la différence entre la contrainte d'écoulement de la partie la plus chaude (au centre) et de la partie la plus froide est plus importante avec le modèle micro-Macro, la déformation est concentrée au centre du lopin.

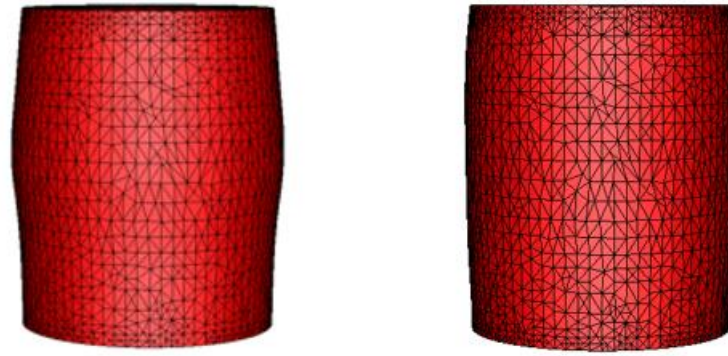
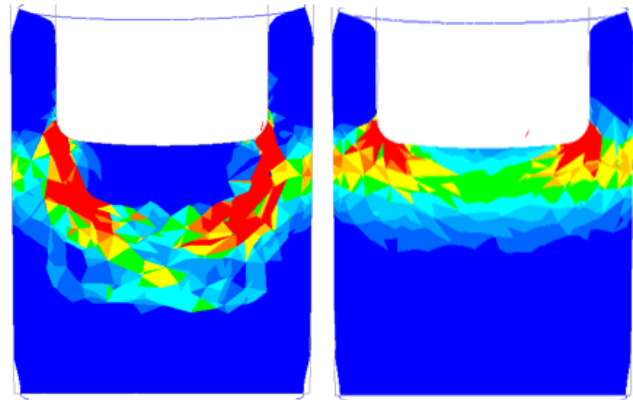


Fig. 5.39 – Géométrie des lopins à 5 mm de descente du coulisseau - Gauche : micro-Macro ; Droite : Hansel-Spittel

Les étapes 2 et 3 s'accompagnent d'une augmentation suivie d'une légère chute de l'effort. Dans la littérature, Freitas et al [FRE04] ont observé une évolution similaire mais plus accentuée dans le cas d'un alliage d'aluminium 2024 mis en forme dans des conditions isothermes pour une pièce très similaire et avec une fraction de solide de 0.6. En revanche, Neag et al [NEA12] n'ont pas observé de chute d'effort dans le cas de l'alliage d'aluminium 7075 mis en forme avec une fraction de solide de 0.75 également dans des conditions isothermes. Les simulations utilisant le modèle micro-Macro reproduisent cette légère chute alors qu'elle n'apparaît pas lorsqu'on utilise la loi Hansel-Spittel. Cette chute est due (i) à la plus grande sensibilité du modèle à la température (fraction de liquide) mais aussi (ii) à la prise en compte de la désagglomération du squelette solide (fraction de solide dans la zone active). Koeune et Ponthot [KOE14] ont montré que leur modèle était également capable de reproduire cette baisse d'effort grâce à la prise en compte de la décohésion du squelette solide et des effets thermiques.

Dans cette zone correspondant à une fraction de solide active inférieure à 0.4, l'écoulement est donc contrôlé par le liquide : les grains solides se désagglomèrent, le liquide s'écoule dans les canaux intergranulaires. Il se forme ainsi une zone où la déformation se localise fortement, elle est illustrée sur la figure 5.40. La zone colorée en bleue au-dessus de cette zone de localisation de la déformation (en dessous du poinçon) se déforme très peu. Cet écoulement est cohérent avec celui observé expérimentalement. En effet, l'observation du fibrage sur les pièces finales montre que la zone sous le poinçon reste non déformée jusqu'à un état avancé de déformation (Fig. 5.41). Cet écoulement spécifique n'apparaît pas du tout dans le cas de la loi de Hansel-Spittel (Fig. 5.40).



(a) (b)

Fig. 5.40 – Champ de vitesse de déformation – (a) : micro-Macro ; (b) : Hansel-Spittel

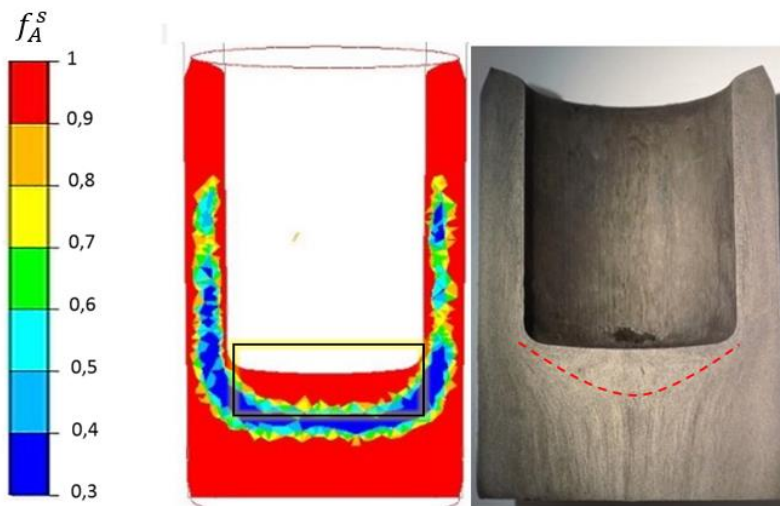


Fig. 5.41 – Observation de la zone non déformée contourné par le fibrage

Comme précisé ci-dessus, la zone de localisation de la déformation correspond à une zone de chute de la viscosité du semi-solide pour laquelle la fraction de solide dans la zone active est inférieure à 0.4 (figure 5.35 et 5.36).

Dans la littérature, il existe des exemples où cette zone fragile se rompt. La figure 5.42 montre un lopin après compression et refroidissement. On constate une fissure en forme de parabole créée lors du retrait du poinçon après l'essai [TZI99]. Le retrait du tas plan a créé un état de contrainte de tension dans le lopin et en particulier dans cette zone fragile dans l'intervalle BTR.

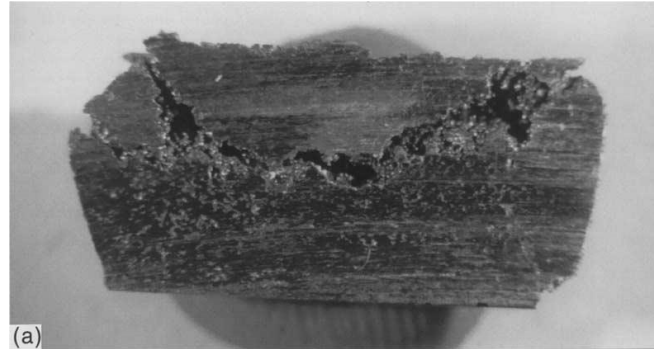


Figure 42 : Coupe d'un lopin en alliage A2014 comprimé à l'état semi-solide à une fraction de solide de 0.9 [TZI99] (Tzimas & Zavalinagos, 1999)

5.4. Conclusion

Ce chapitre décrit l'implantation de la nouvelle version du modèle micro-Macro : loi d'écoulement, lois utilisateurs utilisées et l'algorithme de calcul. L'implantation du modèle a été validée en comparant les résultats de simulation à des résultats de calculs analytiques réalisés avec un compilateur fortran. L'identification des lois de dépendances à la température des paramètres ainsi que les lois d'évolution des variables internes du modèle ont été discutées et validées en comparant les résultats de simulations numériques et expérimentaux d'essais de traction. L'apport du modèle pour la simulation des opérations de mise en forme à l'état semi-solide et sa capacité à prédire les zones sensibles à la fissuration à chaud a également été discuté.

De ce chapitre, les résultats marquants sont les suivants :

- (i) Un modèle de comportement élastoviscoplastique décrivant le comportement de l'acier C38LTT de façon continue dans un intervalle de température allant de 20°C à 1535°C a été proposé.
- (j) Dans le domaine semi-solide, le modèle micro-Macro est capable de décrire la courbe force-déplacement complète (3 stades de déformation en traction) et plus précisément l'évolution de la ductilité avec la température. Ceci est un apport majeur de ce modèle par rapport à ceux issus de la littérature.
- (k) La prise en compte du rôle mécanique des phases liquide et solide permet de décrire la très forte sensibilité du comportement à la température. Cet aspect est à l'origine des phénomènes de localisation de la déformation et produit des écoulements différents de ceux habituellement trouvés en forgeage à chaud. Une loi viscoplastique de type

puissance comme la loi de Hansel-Spittel n'est pas assez sensible à la température pour produire un tel effet.

- (l) Une procédure d'identification des paramètres du modèle correspondant au matériau à l'état solide (froid et chaud) a été proposée. Elle permet d'identifier rapidement les paramètres à partir de la base de données du logiciel FORGE®.
- (m) Dans le domaine semi-solide, le travail d'identification a montré que deux paramètres sont déterminants dans la description du comportement en traction d'un matériau à l'état semi-solide : la consistance de la phase solide qui contrôle la résistance du matériau au « plateau » viscoplastique et le paramètre de désagglomération de la phase solide qui contrôle la ductilité du matériau (associée à la chute de la résistance). Des essais de traction menés à l'état semi-solide permettent d'identifier facilement ces deux paramètres. Néanmoins, la réponse des semi-solides en traction et en compression diffèrent. L'état de contrainte dominant en thixoforgeage est plutôt contractant et cisailant que dilatant, il serait intéressant dans la suite de mener une campagne d'essais expérimentaux en compression à l'état semi-solide.
- (n) La valeur de la variable interne « fraction de solide dans la zone active » permet de détecter les zones de fragilité après mise en forme. La comparaison avec des observations expérimentales a montré que ce critère ($f_A^S < 0.4$) est une première approche encourageante pour prédire les zones fragilisées de la pièce en thixoforgeage. D'autres confrontations avec l'expérience sont nécessaires pour approfondir la pertinence de cette approche.

5.5. Références bibliographiques

[BOR16] Bornier, P. (2016). Rapport de stage. IRT-M2P.

[FRE04] De Freitas, E. R., Ferracini Jr, E., & Ferrante, M. (2004). Microstructure and rheology of an AA2024 aluminium alloy in the semi-solid state, and mechanical properties of a back-extruded part. *Journal of materials processing technology*, 146(2), 241-249.

[FRE04] Freitas, E. R., Ferracini, E., & Ferrante, M. (2004). Microstructure and rheology and an AA2024 aluminium alloy in the semi-solid state, and mechanical properties of a back-extruded part. *Journal of Materials Processing Properties*, 146, pp. 241-249.

[GLE96] GLEEBLE® 3500/3800 Options Reference Manual 2/98 N320, 1996-1998 Dynamic Systems Inc. Chapter Hot Deformation Options.

[KOE14] Koeune, R., & Ponthot, J. (2014). A one phase thermomechanical model for the numerical simulation of semi-solid material behavior. Application to thixoforming. *International Journal of Plasticity*, 58, pp. 120–153.

[KOS16] Koshikawa, T., Bellet, M., Gandin, C.-A., Yamamura, H., & Bobadilla, M. (2016). Study of Hot Tearing During Steel Solidification Through Ingot Punching Test and Its Numerical Simulation. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 47, pp. 4053-4067.

[NEA12] Neag, A., Favier, V., Bigot, R., & Pop, M. (2012). Microstructure and flow behaviour during backward extrusion of semi-solid 7075 aluminium alloy. *Journal of Materials Processing Technology*, 212(7), 1472-1480.

[NEA12] Neag, A., Favier, V., Bigot, R., & Pop, M. (2012). Microstructure and flow behavior during backward extrusion of semi-solid 7075 aluminium alloy. *Journal of Materials Processing and Technology*, 212, 1472-1480.

[PRA11] Pradille, C. (2011). Vers une meilleure compréhension et caractérisation du comportement des aciers à très haute température (Doctoral dissertation, École Nationale Supérieure des Mines de Paris).

[TZI99] Tzimas, E., & Zavaliangos, A. (1999). Mechanical behavior of alloys with equiaxed microstructure in the semisolid state at high solid content. *Acta Materialia*, 47(2), 517-528.

[TZI99] Tzimas, E., & Zavaliangos, A. (1999). Mechanical behavior of alloys with equiaxed microstructure in the semisolid state at high solid content. *Acta Materialia*, 47, pp. 517-528.

[ZHA10] Zhang, C., Bellet, M., Bobadilla, M., Shen, H., & Liu, B. (2010). A coupled electrical–thermal–mechanical modeling of gleeble tensile tests for ultra-high-strength (UHS) steel at a high temperature. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 41(9), 2304-2317.

[ZHA10] Zhang, C., Bellet, M., Bobadilla, M., Shen, H., & Liu, B. (2010). A coupled electrical-thermal-mechanical modeling of Gleeble tensile tests for Ultra-High-Strength (UHS) steel at a high temperature. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 41, pp. 2304-2317.

[ZHA11] Zhang, C., Bellet, M., Bobadilla, M., Shen, H., & Liu, B. (2011). Inverse finite element modelling and identification of constitutive parameters of UHS steel based on

Gleeble tensile tests at high temperature. *Inverse problems in Science and Engineering*, 19(4), 485-508.

[ZHA11] Zhang, C., Bellet, M., Bobadilla, M., Shen, H., & Liu, B. (2011). Inverse finite element modelling and identification of constitutive parameters of UHTS steel based on Gleeble tensile tests at high temperature. *Inverse problems in Science and Engineering*, 19, pp. 485-508.

Conclusion générale

Ce travail de thèse s'est articulé autour de trois axes de recherche complémentaires :

- la caractérisation expérimentale du comportement des aciers à l'état semi-solide,
- l'amélioration de la modélisation du comportement des semi-solides en développant le modèle micro-Macro,
- implantation d'un modèle de comportement élastoviscoplastique décrivant le comportement de l'acier C38LTT de façon continue dans un intervalle de température allant de 20°C à 1535°C dans le logiciel FORGE et la simulation des opérations de thixoforgeage sur l'acier.

Ce travail a débuté par un état de l'art des connaissances relatives au comportement et à la mise en forme des alliages à l'état semi-solide (chapitre 1). Afin de caractériser expérimentalement le comportement des aciers à l'état semi-solide, un protocole expérimental et une procédure de réalisation des essais ont été conçus (chapitre 2). Les améliorations apportées pour permettre des mesures force-déplacement-température dans des conditions expérimentales extrêmes (température élevée, gradient thermique important...) ont également été présentée. La spécificité de la nuance d'acier C38 LTT a également été utilisée et discutée. Puis des essais mécaniques isothermes de traction et de compression à l'état semi-solide, obtenus en refusion partielle, ont été réalisés pour différentes températures et vitesses de déplacement sur une machine GLEEBLE (chapitre 3). Une attention particulière a été prêtée au comportement en traction afin de caractériser l'intervalle de température dans lequel le matériau devient extrêmement sensible à la fissuration à chaud. Les essais en traction menés à différentes températures ont permis de déterminer la température à partir de laquelle la résistance et la ductilité du matériau chutent drastiquement (1350°C pour l'acier C38LTT). Les mécanismes qui sont à l'origine de ces chutes ont été identifiés et sont conformes à ceux décrits dans la littérature.

À partir des résultats de caractérisation expérimentale, un travail d'amélioration du modèle micro-Macro a été mené (chapitre 4). Une nouvelle version enrichie intégrant le comportement élastique du squelette solide saturé en liquide et distinguant les évolutions de distribution spatiale des phases liquide et solide en fonction du trajet de chargement en traction ou en compression a pu être développée. Celle-ci permet de décrire avec succès la dissymétrie de comportement entre la traction et la compression, et pour la première fois,

intègre en modélisation, les trois stades de la réponse mécanique en traction (augmentation, stabilisation puis chute de la contrainte en fonction du déplacement) et la chute drastique de la résistance mécanique et de la ductilité en traction observée à partir d'une température supérieure mais proche du solidus. Le modèle décrit avec succès la sensibilité du comportement à la variation de la vitesse de déplacement et de la température.

Le modèle, dans sa dernière version, a ensuite été implanté dans le code éléments finis FORGE® (chapitre 5). Une série de simulations des essais GLEEBLE ont permis d'identifier les lois de dépendances à la température des paramètres, ainsi que les lois d'évolution des variables internes du modèle. Des comparaisons des résultats de simulations obtenus en utilisant le modèle micro-Macro ou la loi Hansel-Spittel ont montré contrairement à la loi Hansel-Spittel, (i) une plus forte sensibilité du comportement à la température décrite par le modèle micro-Macro, (ii) l'apparition des phénomènes de localisation de la déformation, conformes à l'expérience. Par ailleurs, des simulations des opérations de thixoforgeage ont été réalisées et ont permis une comparaison des résultats issus des modèles micro-Macro ou Hansel-Spittel, avec les résultats expérimentaux. Un critère a été identifié et proposé afin de définir des zones sans résistance mécanique en traction et donc sensibles à la fissuration à chaud. La comparaison avec des observations expérimentales a montré que ce critère ($f_A^S < 0.4$) constitue une première approche encourageante pour prédire les zones de fragilité de la pièce en thixoforgeage.

Ces différents résultats, rapportés aux objectifs initiaux de l'étude, enseignent qu'un travail portant sur l'amélioration des techniques et des méthodes pour déterminer la fraction de liquide dans des conditions représentatives des conditions industrielles (chauffage par induction, vitesse de chauffe élevée ...) est nécessaire. La maîtrise de la fraction de liquide au moment de la mise en forme est un paramètre clé dans le processus d'optimisation du procédé et d'affinement de la description de l'évolution du comportement.

Il semble également nécessaire d'affiner les résultats de l'étude expérimentale du comportement en compression : utilisation du pyromètre pour améliorer la précision de mesure de la température des essais et réaliser des essais balayant une large gamme de températures et de vitesses de déplacement. Cela s'avère tout à fait essentiel pour l'identification paramétrique en compression afin d'améliorer la capacité du modèle à prédire

le niveau d'effort requis pour la mise en forme. Cela s'explique, par le fait que l'état de contrainte dominant en thixoforgeage est plutôt contractant et cisailant que dilatant.

Pour continuer à développer la modélisation et la simulation du procédé, plusieurs pistes d'études ont été évoquées. Comme indiqué précédemment, la représentation du comportement en compression via notamment la loi d'évolution de la variable interne « fraction de solide dans la zone active » sera nécessaire pour mieux prédire les efforts de mise en forme. Dans la modélisation proposée, la perte de la ductilité en traction est associée à la perte de la résistance mécanique liée au fait que le liquide peut s'écouler dans des canaux intergranulaires continus. Or, il existe un intervalle de température entre la fraction de coalescence et la fraction de cohérence, pour lequel le liquide n'arrive pas encore à s'écouler. La perte de ductilité est alors associée à des fissures qui ne peuvent être remplies par la phase liquide. Cet endommagement n'est pas pris en compte aujourd'hui dans la modélisation. Ainsi, la modélisation proposée indique des zones sans résistance mécanique, et donc a priori, fragiles si sollicitées en traction. La prédiction plus précise de l'occurrence de défauts nécessiterait d'une part de les modéliser et d'autre part de simuler toutes les phases du procédé après mise en forme comme le retrait des outils et le refroidissement. Le modèle prend en compte l'effet rigidifiant de la pression du liquide dans les pores du squelette solide. L'apport de cet effet n'a pas été étudié car nous n'avons pas identifié des variations de la pente initiale de la courbe avec la température dans les essais expérimentaux. Ceci s'explique par le fait que les fractions de liquide celles sont restées faibles (<0.2). Il serait néanmoins intéressant de caractériser le comportement à de plus grandes fractions de liquide pour vérifier la capacité du modèle à prédire la pente initiale des courbes force-déplacement et d'analyser les variations de cette pente pour des vitesses de déformation beaucoup plus élevées. On s'attend en effet, comme pour tous les milieux poreux saturés, à un retard d'écoulement du fluide par rapport à la sollicitation lorsque celle-ci est très rapide et donc aussi à une plus forte pression interne.

Enfin, concernant la simulation, une validation poussée de l'outil simulation numérique est nécessaire. Confronter l'outil de simulation à des cas d'études pour le thixoforgeage des pièces industrielles est important afin de vérifier la pertinence de la modélisation privilégiée.

Des comparaisons entre les résultats de simulations et expérimentaux des courbes force-déplacement, des géométries des pièces thixoforgées, des cartographies de défauts mises en regard de celles de la variable « fraction de solide dans la zone active » seront menés dans la suite du projet TACA.

Annexe

Démarche d'homogénéisation dans le cas de l'élasticité linéaire : modèle Hashin-Strickman et modèle autocohérent [BOR01]

A1.1 Modèle Hashin-Strickman

Pour un matériau hétérogène où on distingue clairement la matrice des inhomogénéités, chaque hétérogénéité peut être traitée comme si elle existait dans une matrice homogène. Pour établir la loi de localisation, le modèle Hashin-Strickman affecte à la matrice (le milieu de référence) les propriétés de la phase la plus rigide du matériau hétérogène (figure A1.1).

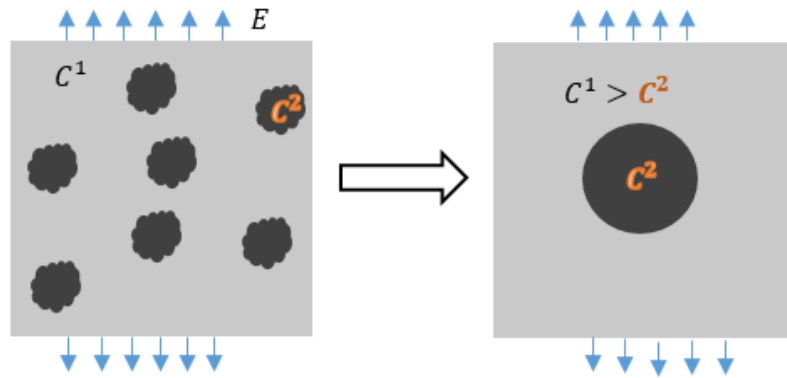


Fig. A1.1 – Représentation du modèle Hashin-Shtrikman

Dans le cas où les deux phases ont un comportement isotrope, que la phase 1 est la matrice et que la distribution spatiale de la phase 2 est isotrope, le système global est isotrope. Dans ce cas, les tenseurs des modules d'élasticité $\underline{\underline{C}}$ pour les phases 1 et 2 se représentent sous la forme suivante :

$$\underline{\underline{C}}^1 = 3K^1 \underline{\underline{j}} + 2G^1 \underline{\underline{k}} \quad [A1.1]$$

$$\underline{\underline{C}}^2 = 3K^2 \underline{\underline{j}} + 2G^2 \underline{\underline{k}} \quad [A1.2]$$

K^1, K^2, G^1, G^2 représentent les modules élastiques de compressibilité et de cisaillement des phases 1 et 2. Les tenseurs $\underline{\underline{j}}$ et $\underline{\underline{k}}$ sont les tenseurs de projection sphérique et déviatorique, respectivement. Le comportement homogénéisé s'écrit :

$$\underline{\underline{C}}^e = 3K^e \underline{\underline{j}} + 2G^e \underline{\underline{k}} = \underline{\underline{C}}^1 - f^2 \underline{\underline{A}}^2 : (\underline{\underline{C}}^1 - \underline{\underline{C}}^2) \quad [A1.3]$$

Avec f^2 la fraction volumique de la phase 2 et $\underline{\underline{A}}^2$ le tenseur de localisation de la phase 2.

Le tenseur de localisation $\underline{\underline{A}}^2$ est le tenseur qui relie le tenseur des déformations moyennes dans la phase 2 au tenseur des déformations macroscopiques ($\underline{\underline{\varepsilon}}^2 = \underline{\underline{A}}^2 \underline{\underline{E}}$).

Dans le cas isotrope, $\underline{\underline{A}}^2$ est égal à [BOR01] :

$$\underline{\underline{A}}^2 = a^2 \underline{\underline{j}} + b^2 \underline{\underline{k}} = \frac{3(K^* + K^1)}{3(K^* + K^2)} \underline{\underline{j}} + \frac{2(G^* + G^1)}{2(G^* + G^2)} \underline{\underline{k}} \quad [A1.4]$$

Où $K^* = \frac{4}{3} G^1$ et $G^* = \frac{G^1(9K^1 + 8G^1)}{6(K^1 + 2G^1)}$

À partir des relations A1.3 et A1.4 et en regroupant les termes associées à $\underline{\underline{j}}$ et $\underline{\underline{k}}$ on arrive à :

$$\frac{1}{K^e + K^*} = \frac{f^1}{K^* + K^1} + \frac{f^2}{K^* + K^2} \quad [A1.5]$$

$$\frac{1}{G^e + G^*} = \frac{f^1}{G^* + G^1} + \frac{f^2}{G^* + G^2} \quad [A1.6]$$

Pour le cas d'un squelette solide poreux saturé en liquide, dans le cadre du modèle de Hashin-Strickman, on considère la phase liquide de fraction f^L comme la phase la plus souple entourée par le solide, la phase la plus rigide de fraction f^S , considéré comme la matrice (figure A1.2).

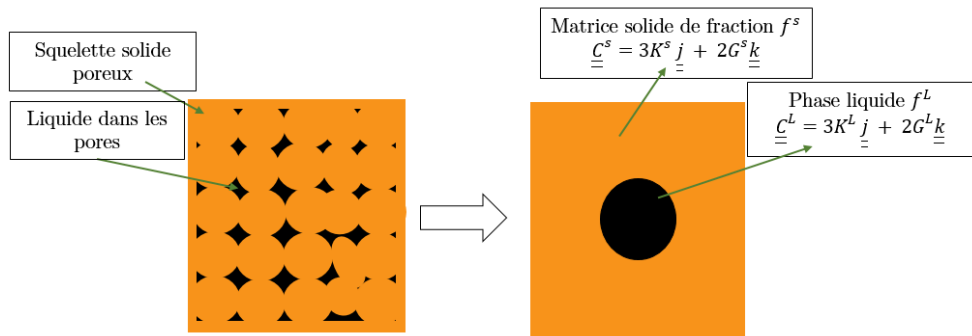


Fig. A1.2 – Représentation Hashin-Shtrikman du problème du squelette poreux saturé en liquide

À partir des relations A1.5 et A1.6, en remplaçant $G^{1/2}$ par $G^{S/L}$, $K^{1/2}$ par $K^{S/L}$ et $f^{1/2}$ par $f^{S/L}$ on obtient pour les propriétés effectives :

$$K^e = \frac{1}{\frac{f^s}{K^s + K^*} + \frac{f^L}{K^L + K^*}} - K^* \quad [A1.7]$$

$$G^e = \frac{1}{\frac{f^s}{G^s + G^*} + \frac{f^L}{G^L + G^*}} - G^* \quad [A1.8]$$

$$\text{Où } K^* = \frac{4}{3} G^s \text{ et } G^* = \frac{G^s(9K^s + 8G^s)}{6(K^s + 2G^s)}$$

Dans le cadre de la poroélasticité, notre cas d'étude, le squelette semi-solide est traité comme un squelette poreux sec (pores de modules élastiques nuls) et le rôle de liquide est pris en compte uniquement à travers sa pression exercée sur les pores lors de la déformation. Cet effet de pression apporte un effet rigidifiant supplémentaire sur la rigidité du semi-solide. Il a été calculé dans le manuscrit au chapitre 4. Pour le calcul des propriétés effectives du squelette poreux sec (relations A1.7 et A1.8), on suppose que les modules de compressibilité et de cisaillement de la phase liquide sont nuls ($K^L = G^L = 0$). On en déduit les modules homogénéisés du squelette poreux sec en notant $f^L = f^P$, la fraction de phase poreuse :

$$K^e = \frac{K^s(1 - f^P)}{1 + \left(\frac{f^P K^s}{\frac{4}{3} G^s} \right)} \quad [A1.9]$$

$$G^e = \frac{G^*(G^s + G^*)}{f^P G^s + G^*} - G^* \text{ avec } G^* = G^s \frac{(9K^s + 8G^s)}{6(K^s + 2G^s)} \quad [A1.10]$$

Pour déterminer les composantes a^P et b^P du tenseur de localisation de la déformation dans la phase poreuse (A1.4) à partir de la relation A1.3, on écrit :

$$\underline{\underline{C}}^e = 3K^e \underline{\underline{j}} + 2G^e \underline{\underline{k}} = \underline{\underline{C}}^s - f^P \underline{\underline{A}}^P : \underline{\underline{C}}^s$$

Ce qui fait que :

$$\underline{\underline{C}}^e = 3K^e \underline{\underline{j}} + 2G^e \underline{\underline{k}} = \left(3K^s \underline{\underline{j}} + 2G^s \underline{\underline{k}} \right) - f^P \left(a^P \underline{\underline{j}} + b^P \underline{\underline{k}} \right) : \left(3K^s \underline{\underline{j}} + 2G^s \underline{\underline{k}} \right)$$

On regroupant les termes associés à $\underline{j}$ puis à $\underline{k}$ on obtient :

$$a^P = \frac{K^S - K^e}{f^P K^S}$$

$$b^P = \frac{G^S - G^e}{f^P G^S}$$

Dans le cas où le solide constituant le squelette est incompressible $K^S \rightarrow \infty$, on a :

$$K^* = \frac{4}{3} G^S \ll K^S$$

Et par conséquent :

$$K^e = \frac{4}{3} \left(\frac{1 - f^P}{f^P} \right) G^S \quad [A1.9]$$

$$G^e = 3 \left(\frac{1 - f^P}{3 + 2f^P} \right) G^S \quad [A1.10]$$

Le squelette est compressible de module de compressibilité K^e à cause de la présence des pores.

A1.2 Modèle autocohérent

Le modèle autocohérent consiste à établir la loi de localisation en considérant que chaque phase du matériau est, tour à tour, rassemblée dans un domaine ellipsoïdal plongé dans le milieu hétérogène qui l'entoure. Ce milieu est supposé être le milieu homogène équivalent (MHE) cherché et constitue la matrice (figure A1.3). Lorsque la distribution spatiale des phases est isotrope, le domaine ellipsoïdal devient un domaine sphérique. Si les deux phases ont un comportement isotrope, le comportement du MHE est lui aussi isotrope. Le comportement de ce dernier est identifié en faisant jouer successivement à chaque phase le rôle de l'inclusion, le comportement de la matrice restant le même, et en réalisant les opérations de moyenne adéquates entre les diverses configurations considérées (avec comme « poids relatif » la fraction volumique de la phase prise en compte).

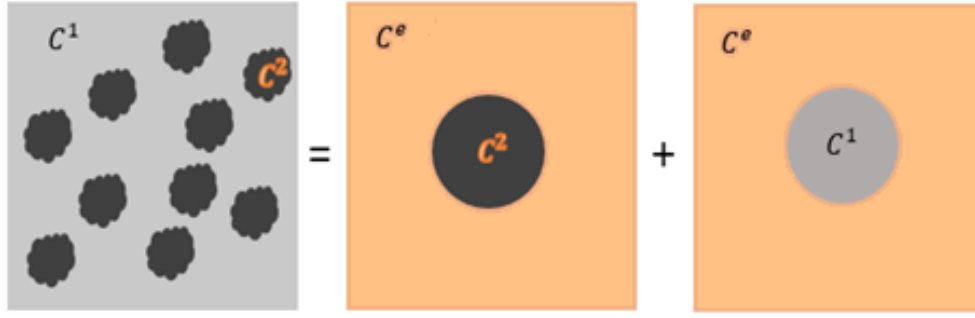


Fig. A1.3 – Représentation du modèle autocohérent

Le comportement homogénéisé se représente en fonction des propriétés des deux phases 1 et 2 sous la forme :

$$\underline{\underline{C}}^e = f^1 \underline{\underline{A}}^1 : \underline{\underline{C}}^1 + f^2 \underline{\underline{A}}^2 : \underline{\underline{C}}^2 \quad [A1.11]$$

Où

$$\underline{\underline{A}}^i = \frac{3(K^* + K^e)}{3(K^* + K^i)} \underline{\underline{j}} + \frac{2(G^* + G^e)}{2(G^* + G^i)} \underline{\underline{k}} \quad [A1.12]$$

Avec $K^* = \frac{4}{3}G^e$, $G^* = \frac{G^e(9K^e + 8G^e)}{6(K^e + 2G^e)}$ et i désigne la phase 1 ou 2.

On retrouve les mêmes équations que dans le cas du modèle de Hashin-Strickman mais la matrice, au lieu d'être constituée de la phase la plus rigide, est constituée maintenant du milieu homogène équivalent.

Dans le cas isotrope et incompressible le tenseur de localisation se réduit à un scalaire égale à ($\underline{\underline{\varepsilon}}^i = b^i \underline{\underline{E}}$) :

$$b^i = \frac{5 G^e}{3G^e + 2G^i} \quad [A1.13]$$

Où i désigne la phase 1 ou 2.

À partir des relations A1.11 et A1.13, la valeur de G^e dans le cas isotrope incompressible se définit comme la solution de l'équation de second degré suivante :

$$3 G^{e^2} + (2G^1 + 3G^2 - 5f^1 (G^1 - G^2)) G^e - 2G^1 G^2 = 0 \quad [A1.14]$$

Dans le cadre de notre étude, pour le comportement viscoplastique, on a eu recours au modèle autocohérent pour déterminer la viscosité effective dans la zone active et dans l'inclusion du mélange semi-solide en fonction de la viscosité de solide μ^s , la viscosité de liquide μ^L et les fractions de solide et de liquide f^s et f^L . La loi de comportement s'écrit (voir chapitre 4) :

$$\underline{\underline{S}} = 2 \cdot \mu(\underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^{vp}) \cdot \underline{\underline{\dot{\epsilon}}}^{vp}$$

Elle est donc non linéaire. Néanmoins, lors de la transition d'échelle, on fige la déformation viscoplastique intégrée dans la viscosité de manière à considérer cette dernière constante. On se retrouve alors dans le cas d'un comportement linéaire. On peut reprendre alors le même formalisme que celui décrit précédemment. Les tenseurs de localisation prennent alors la forme de l'équation [A1.13] mais le module de cisaillement élastique est remplacé par le module de cisaillement viscoplastique, encore appelé la viscosité. On obtient ainsi les équations [4.5] et [4.6] du chapitre 4. De la même façon que la relation A1.14, la viscosité effective d'un milieu biphasé solide-liquide est donnée par et la solution de l'équation suivante :

$$3 \mu^e + (2\mu^s + 3\mu^L - 5f^s(\mu^s - \mu^L)) \mu^e - 2\mu^s \mu^L = 0 \quad [A1.15]$$

Pour résoudre l'équation on calcule le discriminant Δ défini par :

$$\Delta = b^2 - 4ac$$

Avec $b = 2\mu^s + 3\mu^L - 5f^s(\mu^s - \mu^L)$, $a = 3$ et $c = -2\mu^s \mu^L$

Pour notre cas d'étude $\mu^L \sim 10^{-6} MPa \ll \mu^s \sim 10 Pa$, en conséquent le terme b vaut :

$$b = \mu^s(2 - 5f^s) \quad [A1.16]$$

Ce qui fait que pour $\mu^L \ll \mu^s$, Δ devient égal à :

$$\Delta = \mu^{s2}(2 - 5f^s)^2 + 24 \mu^L \mu^s > 0$$

La solution de l'équation A1.15 se définit comme suit :

$$\mu_{solution}^e = \frac{-b + \sqrt{b^2 - 4ac}}{2a} = \frac{-b + |b| \sqrt{1 - \frac{4ac}{b^2}}}{2a}$$

$\frac{4ac}{b^2} \ll 1$ implique que le développement limité de $\sqrt{1 - \frac{4ac}{b^2}} \cong 1 - \frac{4ac}{2b^2}$

Si $b < 0$: implique que $2 - 5f^s < 0$ soit **$f^s > 0.4$**

$$\mu_{solution}^e = \frac{|b|(2 - \frac{4ac}{2b^2})}{2a} \approx \frac{\mu^s(5f^s - 2)}{3} \text{ avec } \mathbf{f^s > 0.4}$$

Si $b > 0$: soit **$f^s < 0.4$**

$$\mu_{solution}^e = -\frac{c}{b} = \frac{2\mu^L}{(2 - 5f^s)} \approx \mu^L \text{ avec } \mathbf{f^s < 0.4}$$

La valeur **$f^s = 0.4$** marque donc la transition entre un comportement contrôlé par la phase solide et un comportement contrôlé par la phase liquide.

Dans le cas du modèle 3 phases ou enire le modèle autocohérent dans le cas de l'inclusion enrobée, la même démarche s'applique. Seul le tenseur de localisation diffère par son expression pour prendre en compte la morphologie de l'inclusion enrobée. Dans le cas d'un système isotrope et incompressible, le tenseur de localisation de l'enrobage (aussi appelé zone active) s'écrit T_A [CHER95]:

$$T_A = \frac{5 \cdot \mu^e}{3 \cdot \mu^e + 2 \cdot \mu_A + \left(\frac{1-f_I}{f_I}\right) \cdot \frac{6}{5} \cdot (\mu_I - \mu_A) \cdot \left(\frac{\mu^e}{\mu_A} - 1\right)} \quad [A1.17]$$

Où f_I est la fraction volumique de l'inclusion qui dépend du rayon des inclusions sphériques R et de l'épaisseur de l'enrobage (la zone active) ΔR suivant l'équation :

$$f_I = \frac{R^3}{(R + \Delta R)^3} \quad [A1.18]$$

La formulation du tenseur de localisation T_A [A1.17] est valable pour une fraction volumique de l'inclusion comprise entre 0.6 et 1.

On remarque également qu'en faisant tendre f_I vers 1 (enrobage nulle) l'équation [A1.17] tend prend la forme de l'équation [A1.13]. On se retrouve dans le cas d'un modèle autocohérent classique.

A1.3 Références bibliographiques

[BOR01] Bornert, M., Bretheau, T., & Gilormini, P. (2001). Homogénéisation en mécanique des matériaux. Hermes Science Europe, Stanmore, UK.

[CHER95] Cherkaoui, M., Sabar, H., & Berveiller, M. (1995). Elastic composites with coated reinforcements: a micromechanical approach for nonhomothetic topology. *International journal of engineering science*, 33(6), 829-843.

Caractérisation et modélisation micromécanique du comportement des alliages métalliques à l'état semi-solide pour la simulation du thixoforgeage des aciers

Résumé : Les métaux à l'état semi-solide présentent un comportement rhéofluidifiant caractérisé par une forte chute de la viscosité avec la vitesse de déformation facilitant le remplissage des matrices lors de la mise en forme. L'exploitation de ce comportement donne lieu à un procédé de mise en forme appelé « thixoforgeage ». L'état semi-solide est obtenu en refusion partielle à partir de l'état solide et la fraction de solide est supérieure à 0.8. Les plus hautes températures mises en jeu dans le cas des matériaux à haut point de fusion comme les aciers rendent la maîtrise du procédé plus complexe. Cependant, les travaux antérieurs sur le thixoforgeage d'aciers ont montré le potentiel de ce procédé pour réduire la consommation en matière première et en énergie. La thèse s'inscrit dans le cadre du projet TACA «Thixoforgeage d'Aciers pour la fabrication de Composants Automobiles» piloté par l'IRT-M2P. Il ambitionne le développement industriel du thixoforgeage des aciers pour la fabrication de pièces automobiles. La maîtrise et le développement du thixoforgeage nécessitent une bonne connaissance du comportement mécanique du matériau à l'état semi-solide et le développement d'outils de simulation numérique adaptés. Ce travail de thèse a pour objectifs de (i) caractériser expérimentalement le comportement thermomécanique des aciers à l'état semi-solide, (ii) développer un modèle de comportement destiné à être implanté dans le logiciel FORGE® pour simuler le thixoforgeage. Une attention particulière a été portée sur le comportement en traction pour caractériser l'intervalle de température dans lequel le matériau devient très sensible à la fissuration à chaud. Des essais en traction menés à différentes températures ont permis de déterminer la température à partir de laquelle la résistance et la ductilité du matériau chutent drastiquement. Les mécanismes conduisant à ces chutes ont été identifiés et sont conformes à ceux décrits dans la littérature. Un modèle basé sur une approche d'homogénéisation qui prend en compte explicitement le rôle mécanique des phases liquide et solide a été développé. Ce modèle repose sur une approche viscoplastique établie antérieurement puis enrichie afin (i) d'intégrer le comportement élastique du squelette solide saturé en liquide et (ii) distinguer les évolutions de distribution spatiale des phases liquide et solide selon le trajet de chargement en traction ou en compression. Il permet de décrire avec succès, pour la première fois, les trois stades de la réponse mécanique en traction (augmentation, stabilisation puis chute de la contrainte en fonction du déplacement). Le modèle a ensuite été implanté dans le code éléments finis FORGE®. Les simulations des essais de traction GLEEBLE ont permis d'identifier les paramètres du modèle. Des comparaisons des résultats expérimentaux et numériques ont permis de reproduire des phénomènes de localisation de la déformation réelle. Après la validation sur des essais de traction, des simulations de procédés de thixoforgeage industriel, tels que le forgeage de U, ont été étudiées et comparées aux résultats expérimentaux réalisés sur la plateforme Vulcan de l'ENSAM de Metz. Un critère permettant de définir des zones sensibles à la fissuration à chaud a été proposé. La comparaison avec des observations expérimentales a montré que ce critère constitue une première approche encourageante pour prédire les zones de fragilité de la pièce en thixoforgeage.

Mots clés : Rhéologie, Homogénéisation, Semi-solide, Aciers, Thixoforgeage, Simulation numérique.

Characterizing and micromechanical modelling of metals and alloys in the semi-solid state for thixoforging of steels

Abstract : Semi-solid metals and alloys exhibit a shear thinning behavior characterized by a sharp drop in viscosity with increasing strain rate. This property promotes a smooth die filling during forming. To exploit this advantage, several semi-solid forming process have been developed. Among these processes, we find the thixoforging when the semi-solid state is obtained by a partial remelting from solid state. The solid fraction is above 0.8. Thixoforging of high melting point alloys such as steels is particularly challenging because of about 1400°C temperatures involved. However, previous works showed that this process reveals high potential to reduce material as well as energy consumption. The present PhD thesis is part of a French research project named TACA «Thixoforging of steels for fabrication of automotive parts» led by IRT-M2P. It aims at industrial development of steel thixoforging for manufacturing automotive components. The mastery and the development of steel thixoforging require a good knowledge of the mechanical behavior of semi-solid steels and appropriate numerical tools to simulate the process. The PhD work aims to (1) characterize the thermomechanical behavior of semi-solid steels and (2) develop constitutive equations that have to be implemented into the commercial code FORGE® to simulate thixoforging. A special attention was paid to the tensile behavior to investigate the temperature range in which the material is very sensitive to hot cracking. Tensile tests provided the temperature from which the material lost its tensile strength and its ductility. Mechanisms leading to the drop of these two properties were identified and were found to be consistent with mechanisms described in literature. A model based on homogenization approach, namely taking explicitly into account the mechanical role of the liquid and solid phases was developed. This model is based on a viscoplastic approach previously developed that was enhanced to (1) include the elastic response of the solid skeleton saturated with liquid and to (2) distinguish the evolution of the spatial liquid/solid distribution according to the tensile or compressive loading path. It successfully describes the three stages of the response in tension: increase, stabilization and decrease of the stress with increasing displacement. The model was implemented in the FORGE® finite element code. The experimental tensile tests were simulated to provide identification of the model parameters. The simulation results showed that strong deformation localization zones were predicted consistently with experiments. Simulations of thixoforging industrial processes such as forging U were studied and compared with experimental results achieved on the Vulcan platform (ENSAM Metz). In addition, a criterion determining the zones without any tensile strength and so sensitive to hot cracking was proposed. Comparison with experimental observations showed that this criterion is an encouraging first approach to predict the brittle zones of thixoforging parts.

Keywords : Rheology, Homogenization, Semi-solid, Steels, Thixoforging, Numerical simulation.

