



HAL
open science

Vers une prise en compte du vieillissement thermique dans la filière de dimensionnement des structures pour la fatigue thermomécanique

François-Xavier Hoche

► **To cite this version:**

François-Xavier Hoche. Vers une prise en compte du vieillissement thermique dans la filière de dimensionnement des structures pour la fatigue thermomécanique. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Paris sciences et lettres, 2016. Français. NNT : 2016PSLEM051 . tel-03270760

HAL Id: tel-03270760

<https://pastel.hal.science/tel-03270760>

Submitted on 25 Jun 2021

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.

THÈSE DE DOCTORAT

de l'Université de recherche Paris Sciences et Lettres
PSL Research University

Préparée à MINES ParisTech

Thèse confidentielle jusqu'au 30/09/2020

Vers une prise en compte du vieillissement thermique dans la filière
de dimensionnement des structures pour la fatigue thermomécanique

Ecole doctorale n°432

Sciences des Métiers de l'Ingénieur

Spécialité Science et Génie des Matériaux

Soutenue par Francois-Xavier **HOCHE**
le 27 janvier 2016

Dirigée par **Luc REMY**



COMPOSITION DU JURY :

Mme. DONNADIEU Patricia
Grenoble INP, Rapporteur

M. VILLECHAISE Patrick
ENSMA, Rapporteur

M. HUG Eric
Université de Caen Basse Normandie,
Président du Jury

M. HAZOTTE Alain
Université de Lorraine, Examineur

M. RÉMY Luc
Mines ParisTech, Examineur

M. NAZÉ Loïc
Mines ParisTech, Examineur

M. KÖSTER Alain
Mines ParisTech, Examineur

M. OSMOND Pierre
PSA Peugeot Citroën, Examineur

Remerciement

En trois ans de thèse, on rencontre beaucoup de gens et parfois il est difficile de remercier comme il faut toutes les personnes qui ont participé au succès de ce projet. Malgré tout je vais essayer de faire de mon mieux, et si jamais j'oublie quelqu'un, je m'en excuse.

Je voudrais d'abord remercier tous les membres de mon Jury qui m'ont permis d'avoir une fin de thèse bien moins stressante que d'autres camarades. Je les remercie également pour les ajouts qu'ils ont tous pu apporter à ce travail au travers des rapports et des questions posées lors de la soutenance.

Je souhaite également remercier Pierre sans qui je n'aurais pas eu la possibilité – et la chance – de faire cette thèse. Merci à Luc pour avoir su être présent quand il fallait, à Loïc pour les heures passées à me former au MET et à corriger mon manuscrit, à Alain pour tous tes conseils professionnels ou non. Vous avez réussi à créer un environnement de travail où j'ai pu m'épanouir en tant qu'individu et en tant qu'apprenti chercheur pendant trois ans.

Merci à tous mes collègues de bureau – Agathe, Meriem, Hélène, Manon, Sébastien et tant d'autres. Merci à tous les techniciens – Steve, Matthieu, Anne avec une mention particulière pour Nicole qui m'a donné un coup de pouce pour arriver là où je suis maintenant. Merci à René, Christophe et toutes les personnes de l'atelier qui ont fabriqué mes (nombreuses) éprouvettes avec toujours une attention pour le travail de qualité.

Merci à mes parents pour m'avoir fait confiance dans cette aventure. Merci à mes amis qui ont dû écouter mes discours sur la métallurgie pendant de nombreuses soirées. Et merci à Yannis pour le soutien constant et indéfectible dont tu as fait preuve.

Et enfin merci au système éducatif français qui m'a permis d'étudier ce qui me plaît dans des conditions que beaucoup de personnes nous envient.

« Le futur n'est jamais écrit à l'avance pour personne ; votre futur sera exactement ce que vous en ferez alors faites qu'il soit beau pour chacun de vous »

Docteur Emmett Brown

A mon grand-père

SOMMAIRE

1	Contexte Industriel et Scientifique	1
1.1	La culasse moteur : un composant soumis à de fortes contraintes	2
1.2	Présentation des matériaux	3
1.2.1	Alliages d'aluminium de fonderie hypoeutectiques...	3
1.2.2	... durcis par précipitation	4
1.2.3	AlSi7Cu0,5Mg0,3 / AlSi7Cu3,5Mg0,1	6
1.3	La prise en compte du vieillissement	7
1.4	Le dimensionnement des structures	10
1.5	Objectifs et principes de l'étude	12
2	Caractérisation microstructurale du vieillissement isotherme	15
2.1	Introduction	16
2.2	Bibliographie : phases précipitées, précipitation, murissement	20
2.2.1	Nature de la précipitation	20
2.2.2	Etapas de la précipitation	27
2.2.3	Cinétique de mûrissement	29
2.3	Méthode expérimentale d'identification des phases précipitées et d'imagerie des précipités	30
2.4	Vieillissement isotherme des alliages AlSi7Cu0,5Mg0,3 et AlSi7Cu3,5Mg0,1 : étude de référence [OSMOND, 2010]	31
2.4.1	Vieillissement isotherme de l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3	33
2.4.2	Vieillissement isotherme de l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1	36
2.5	Vieillissement isotherme de l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 de la coulée utilisée dans la suite de cette étude	40
2.5.1	AlSi7Cu3,5Mg0,1 - Vérification de l'identification des phases précipitées	41

2.5.1.1	Identification en microscopie électronique en transmission .	41
2.5.1.2	Identification en diffraction des rayons X	44
2.5.2	AlSi7Cu3,5Mg0,1 - Mesure des paramètres morphologiques	50
2.6	Conclusion	52
3	Comportement Mécanique	55
3.1	Introduction	57
3.2	Etat de l'art	59
3.2.1	Contributions au durcissement...	59
3.2.1.1	Effet du réseau	59
3.2.1.2	Effet de la taille de grain	59
3.2.1.3	Effet des dislocations	60
3.2.1.4	Effet des éléments de solutés	60
3.2.1.5	Effet de la microstructure de précipitation	60
3.2.2	Ecrouissage	61
3.2.3	Comportement Viscoplastique	62
3.2.4	Effet Bauschinger	63
3.3	Protocole Expérimental	65
3.3.1	Géométrie d'éprouvette	65
3.3.2	Montage	65
3.4	Résultats	66
3.4.1	AlSi7Cu0,5Mg0,3 - Influence croisée du vieillissement et de la température d'essai sur le comportement mécanique	66
3.4.1.1	Comportement cyclique transitoire	66
3.4.1.2	Comportement cyclique stabilisé	69
3.4.1.3	Comportement viscoplastique	70
3.4.2	AlSi7Cu3,5Mg0,1 - Influence croisée du vieillissement et de la température d'essai sur le comportement mécanique	72
3.4.2.1	Comportement cyclique transitoire	72
3.4.2.2	Comportement cyclique stabilisé	74
3.4.2.3	Comportement viscoplastique	75
3.4.3	Comportement mécanique à iso-dureté	77
3.4.4	Bilan	80
4	Effet de la déformation plastique sur la microstructure de précipitation	83
4.1	Introduction	84
4.2	Essais mécaniques	85
4.2.1	Protocole expérimental	85

4.2.2	Résultats	86
4.3	Analyses microstructurales	90
4.3.1	Introduction : mesures de microdureté	90
4.3.2	Identification des phases	91
4.3.3	Mesures des paramètres morphologiques	93
4.4	Discussion	105
4.4.1	Effet de la déformation plastique	105
4.4.2	Effet du cyclage anisotherme	107
4.5	Conclusion	110
5	Simulation de l'évolution de la microdureté dans la culasse	111
5.1	Introduction	113
5.2	Méthodologie	115
5.3	Etude numérique des champs thermiques dans une culasse	115
5.3.1	Maillage	115
5.3.2	Conditions aux limites	116
5.3.3	Procédure de calcul	117
5.4	Modèle d'évolution de la microdureté	118
5.4.1	AlSi7Cu0,5Mg0,3	120
5.4.1.1	Hypothèses	120
5.4.1.2	Présentation du modèle	121
5.4.1.3	Identification des paramètres du modèle	122
5.4.2	AlSi7Cu3,5Mg0,1	125
5.4.2.1	Hypothèses	125
5.4.2.2	Présentation	125
5.4.2.3	Identification	126
5.5	Analyse de l'évolution de la microdureté dans le pontet-intersoupape d'une culasse Diesel	129
5.5.1	Analyse dans l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3	131
5.5.1.1	Pontet inter-soupape	131
5.5.1.2	Chemin dans le pontet	131
5.5.2	Analyse dans l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1	135
5.5.2.1	Pontet inter-soupape	135
5.5.2.2	Chemin dans le pontet	135
5.6	Analyse de l'évolution de la microdureté sur la face flamme d'une culasse Diesel	139
5.6.1	Analyse dans l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3	139
5.6.2	Analyse dans l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1	142

5.6.3 Bilan	144
5.7 Conséquence sur le comportement mécanique et la durée de vie	145
5.8 Conclusion	150
Conclusions et Perspectives	151
Références	157
Annexe A : Calibration Thermique	165
Annexe B : Figures du chapitre 3.3	175
Annexe C : Modèle d'évolution de la microdureté de l'alliage AlSi7Cu3.5Mg01	181
Annexe D : Analyse de l'évolution de la microdureté dans le pontet inter-soupape d'une culasse essence	187
Annexe E : Essai de Traction	195

Chapitre **1**

Contexte Industriel et Scientifique

Sommaire

1.1	La culasse moteur : un composant soumis à de fortes contraintes	2
1.2	Présentation des matériaux	3
1.2.1	Alliages d'aluminium de fonderie hypoeutectiques...	3
1.2.2	... durcis par précipitation	4
1.2.3	AlSi7Cu0,5Mg0,3 / AlSi7Cu3,5Mg0,1	6
1.3	La prise en compte du vieillissement	7
1.4	Le dimensionnement des structures	10
1.5	Objectifs et principes de l'étude	12

ZZ

1.1 La culasse moteur : un composant soumis à de fortes contraintes

La culasse d'un moteur a plusieurs fonctions : assurer l'approvisionnement de chaque cylindre en mélange air-carburant, maintenir l'étanchéité de la chambre de combustion lors de l'explosion du mélange et évacuer les "gaz brûlés", après explosion, vers la ligne d'échappement.

La succession d'explosions est à l'origine d'un échauffement de la culasse, localisé aux abords de la face flamme. Afin de limiter cet échauffement, la culasse est parcourue par un système de refroidissement. Cependant, à cause de la géométrie complexe de la culasse, certaines zones demeurent difficiles à refroidir. La zone du pontet inter-soupapes fait partie de ces zones. A chaque démarrage / arrêt du véhicule, cette zone subit un cycle de chauffage / refroidissement. Compte tenu de la rigidité de la structure qui ne permet pas la dilatation libre de la zone du pontet inter-soupapes, la montée en température peut provoquer la plastification en compression du pontet inter-soupapes. Puis, lors du refroidissement, la zone déformée plastiquement va se trouver en traction, favorisant ainsi l'amorçage de fissures dans cette zone et provoquant la ruine de la pièce.

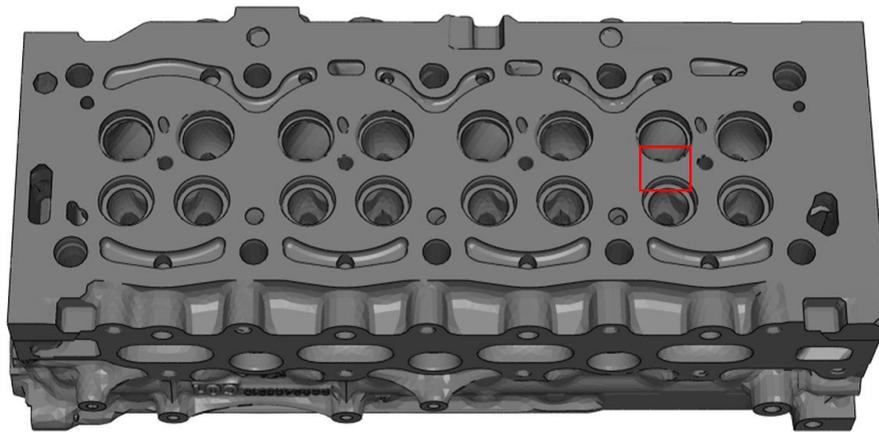


FIGURE 1.1 – Culasse PSA Peugeot Citroën. Face flamme en contact avec la chambre de combustion. La zone critique du pontet inter-soupapes est encadrée en rouge

Les chargements thermomécaniques deviennent de plus en plus importants avec la mise en place de nouvelles méthodes telles que le *downsizing* (réduction d'encombrement à iso-puissance), ou l'application des nouvelles normes européennes [COMMISSION-EUROPEENNE, 2010] sur les rejets de particules et de gaz polluants (figure 1.2). L'augmentation de ces chargements impose le développement de nouveaux

alliages d'aluminium présentant des caractéristiques mécaniques mieux adaptées à ces nouvelles spécifications. L'une des tendances actuelles est l'utilisation d'alliages plus riches en cuivre, présentant une microstructure de précipitation plus stable thermiquement qui permet d'obtenir de meilleures propriétés mécaniques à hautes températures.

	ESSENCE				DIESEL			
	CO	HC	NO _x	HC+NO _x	CO	NO _x	HC+NO _x	Particules
Euro 1 (1992)	2,72	-	-	0,97	2,72	-	0,97	0,14
Euro 2 (1996)	2,20	-	-	0,5	1,00	-	0,90	0,10
Euro 3 (2000)	2,30	0,20	0,15	-	0,64	0,50	0,56	0,05
Euro 4 (2005)	1,00	0,10	0,08	-	0,50	0,25	0,30	0,025
Euro 5 (2009)	1,00	0,075	0,06	-	0,50	0,18	0,23	0,005
Euro 6 (2014)				-	0,50	0,008	0,17	0,005

FIGURE 1.2 – Evolution des exigences des normes européennes de rejet de gaz et particules polluantes

1.2 Présentation des matériaux

1.2.1 Alliages d'aluminium de fonderie hypoeutectiques...

Les culasses de moteur Diesel PSA sont fabriquées à partir d'alliages d'aluminium de fonderie fortement chargés en silicium qui sont des binaires hypo-eutectiques Al-Si. Les raisons du choix d'un tel alliage sont multiples : faible densité, bonne coulabilité ainsi qu'une très bonne conductivité thermique. La solidification des alliages de cette étude a été réalisée par fonderie "coquille" suivi d'un refroidissement air.

Lors de la solidification, les premiers germes de cristaux d'(Al) apparaissent sur la surface du moule. Pendant la croissance, chaque germe se développe ensuite sous la forme d'une dendrite. Avant d'atteindre le palier eutectique, le liquide s'enrichit en Si puis lorsque la température eutectique (577°C) est atteinte, les zones entre les dendrites se solidifient en un agrégat eutectique de solution solide d'(Al) et de globules de (Si).

Ainsi les conditions de refroidissement contrôlent directement la structure de l'alliage en sortie de fonderie, en particulier l'espacement entre les bras de dendrites secondaires (SDAS :

secondary dendritic arm spacing) qui est le paramètre le plus souvent choisi pour définir la finesse de la structure. Cependant, au vu de l'aspect massif des pièces réalisées, la vitesse de refroidissement n'est pas homogène ce qui provoque une hétérogénéité de la microstructure de l'alliage dans la pièce.

1.2.2 ... durcis par précipitation

Les alliages d'aluminium durcis par précipitation sont apparus au début du XX^{ème} siècle avec l'invention du duralumin (alliage d'Al-Cu) par Alfred Wilm. Ces alliages présentent le double avantage d'avoir une densité plus faible que l'acier tout en gardant de bonnes performances mécaniques ce qui fait qu'ils ont été largement utilisés dans l'industrie aéronautique, notamment pour la réalisation du fuselage et des ailes.

L'utilisation dans l'industrie automobile, plus récente, est très largement motivée par un objectif d'allègement [COLE and SHERMAN, 1995] et [HIRSCH, 1997]. Ces alliages sont présents selon deux formes : les produits minces et les produits coulés. Les produits minces sont très largement utilisés pour les produits de structure et de caisse. Les alliages de la série 6000 (éléments d'alliages Mg et Si) sont, par leur bonne tenue à la corrosion, majoritairement employés. Les produits coulés sont eux utilisés principalement dans les liaisons au sol et pour les moteurs. L'apparition des premières culasses datent des années 70. Plus légères que les culasses en fonte et permettant de mieux évacuer la chaleur, elles ont permis un gain de masse et une augmentation des performances des moteurs.

Les performances des alliages d'aluminium dépendent majoritairement des éléments d'alliage. Les effets des principaux éléments d'alliages de l'étude sont les suivants :

1. Le cuivre permet le développement d'une microstructure de précipitation composée de précipités durcissants augmentant sensiblement les propriétés mécaniques par rapport à une solution solide à base d'Al. Il permet de conserver une bonne usinabilité de l'alliage même s'il provoque une diminution de la résistance à la corrosion.
2. Le magnésium, lorsqu'il est associé à du silicium, permet lui aussi le développement d'une microstructure de précipitation composée de précipités durcissants qui vont améliorer les propriétés mécaniques de l'alliage par rapport à une solution solide à base d'Al. Il augmente la résistance à la corrosion, mais diminue l'usinabilité du matériau.
3. Le silicium réduit les phénomènes de retassures lors de la solidification en compensant

la diminution du volume de l'Al.

Ces trois éléments d'alliage participent également à la précipitation de composés intermétalliques très stables qui sont mal distribués lors de la solidification et qui produisent donc un apport quasiment nul en terme de durcissement. Afin d'améliorer leurs propriétés mécaniques, ces alliages sont soumis à un traitement thermique qui a pour objectif la formation d'une précipitation fine, dense et uniformément distribuée.

La gamme de traitements thermiques subie par ces alliages est classiquement composée des étapes suivantes (figure 1.3) :

Mise en solution : Cette étape permet de dissoudre les précipités formés lors du refroidissement non contrôlé après solidification. La solution solide s'enrichit en éléments de solutés au fur et à mesure que les précipités se dissolvent et atteint une composition homogène. La température de mise en solution est juste inférieure à celle de fusion de l'eutectique afin d'éviter de "brûler" l'alliage.

Trempe : L'alliage se trouve en équilibre à la température de mise en solution. Il est refroidi le plus rapidement possible. La microstructure à haute température est ainsi figée lors de cette trempe pour obtenir une solution solide sursaturée. Lors de la trempe de pièces massives, cette étape peut provoquer l'apparition de contraintes résiduelles dans le matériau dues au gradient de refroidissement dans la pièce.

Revenu : A la suite de la trempe, l'alliage est porté pendant quelques heures à une température comprise entre 150°C et 300°C. Cette étape a deux objectifs : relaxer les contraintes internes résiduelles issues de la trempe et faire germer et croître les précipités durcissants dans la solution solide à base d'(Al). Certains traitements thermiques incluent une période de maturation pendant laquelle l'alliage est laissé à température ambiante après trempe. L'apparition d'amas d'atomes correspondant à la première étape de précipitation, peut se produire durant cette maturation.

Une fois traité thermiquement, l'alliage a une microstructure de précipitation suffisamment fine et dense pour lui conférer les propriétés mécaniques nécessaires au fonctionnement de la culasse.

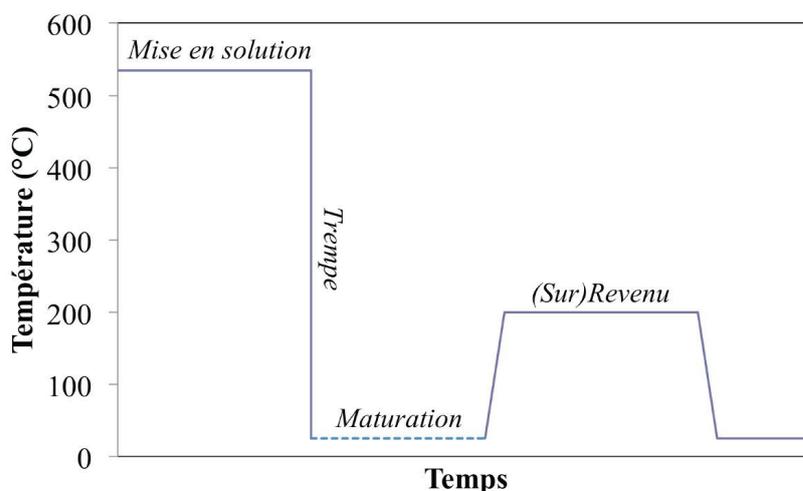


FIGURE 1.3 – Schéma de principe des gammes de traitements thermiques subis par les alliages d'aluminium après coulée

1.2.3 AlSi7Cu0,5Mg0,3 / AlSi7Cu3,5Mg0,1

L'étude porte sur deux alliages d'aluminium : AlSi7Cu0,5Mg0,3 et AlSi7Cu3,5Mg0,1 (pour la composition des alliages se référer aux tables 1.1 et 1.2).

Elément	Si	Cu	Mg	Zn	Mn	Ni	Ti	Pb	Fe	Sn
% en masse	7,00	0,50	0,34	<0,10	<0,10	<0,05	0,014	<0,05	<0,20	<0,05

TABLE 1.1 – Composition de l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3

Elément	Si	Cu	Mg	Zn	Mn	V	Ti	Pb	Fe	Zr
% en masse	7,00	3,50	0,1	<0,10	<0,10	<0,20	0,014	<0,05	<0,20	<0,05

TABLE 1.2 – Composition de l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1

Ces deux alliages, durcis par précipitation, ont subi un traitement thermique industriel T7 (cf tableau 1.3) réalisé par PSA. Ce traitement thermique permet d'obtenir un état dit "sur-revenu" signifiant que, pour la température du revenu choisie (200°C), le maximum de dureté a été dépassé [DEVELAY, 1986].

L'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3 et l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 présentent une microstructure proche de celle des alliages binaires Al-Si hypoeutectiques : des dendrites d'(Al) et un agrégat

Traitement Thermique	AlSi7Cu0,5Mg0,3	AlSi7Cu3,5Mg0,1
Mise en solution	5 heures à 535°C	5 heures à 500°C
Trempe	eau maintenue à 70°C	eau maintenue à 70°C
Revenu	5 heures à 200°C	5 heures à 200°C

TABLE 1.3 – Gammes de traitements thermiques appliqués aux culasses

eutectique composé d'une matrice d'(Al) et de globules de (Si) (figure 1.4). La taille de grain (proche de 300 μm) ainsi que la proportion surfacique d'agrégat eutectique (avoisinant 30%) et de globule de silicium eutectique (approchant 7%) ont des valeurs très proches pour les deux alliages. Par ailleurs, une analyse en EBSD montre que les deux alliages ne possèdent pas de texture cristallographique et présentent donc une distribution isotrope de l'orientation cristallographique des grains [OSMOND, 2011].

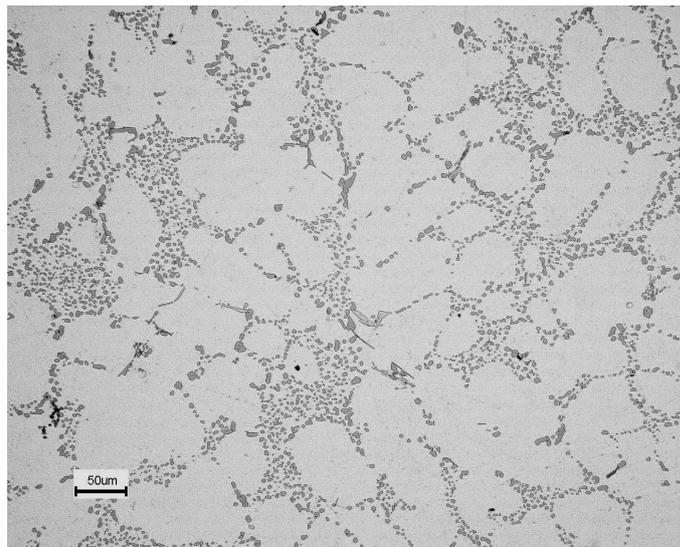


FIGURE 1.4 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 : Micrographie optique des dendrites d'Al et de l'eutectique [OSMOND, 2010]

La principale différence entre ces deux alliages porte donc sur la microstructure de précipitation présente dans la solutions solide d'(Al).

1.3 La prise en compte du vieillissement

Le maintien à haute température en service de ces deux alliages (figure 1.5) provoque un vieillissement c'est-à-dire une évolution de la microstructure de précipitation. Ce

vieillissement se traduit par le mûrissement de la microstructure de précipitation et donc le grossissement de certains précipités au détriment d'autres. Ce mûrissement a pour conséquence une augmentation de la distance entre précipités, ce qui facilite le déplacement des dislocations, et donc diminue la limite d'élasticité. Le vieillissement modifie donc la limite d'élasticité des alliages d'aluminium durcis par précipitation. Sachant que la limite d'élasticité est liée à la microdureté, cette dernière est un bon indicateur du vieillissement de ces alliages. Ainsi, des mesures de la microdureté Vickers, lors de vieillissement isothermes, ont été effectuées sous une charge de 25g à l'aide d'un microduromètre BUEHLER (figure 1.6). Les données (mesures d'empreinte et leur transformation en valeurs de microduretés) sont obtenues grâce au logiciel OMNIMET HMS.

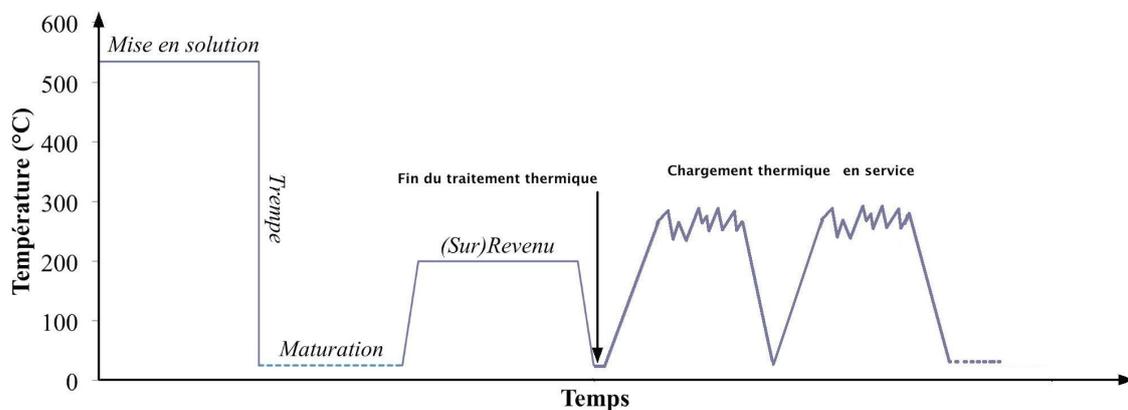


FIGURE 1.5 – Exemple d'un chargement thermique subi par l'alliage lors du fonctionnement de la culasse

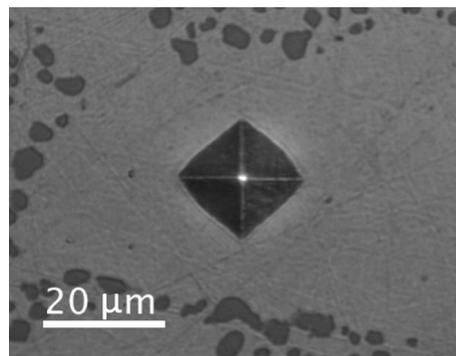


FIGURE 1.6 – Empreinte de microdureté dans l' AlSi7Cu0,5Mg0,3 sous une charge de 25g

Les figures 1.7 et 1.8 représentent respectivement les évolutions de la microdureté de l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3 et l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 dont nous exposerons l'étude au chapitre 5.

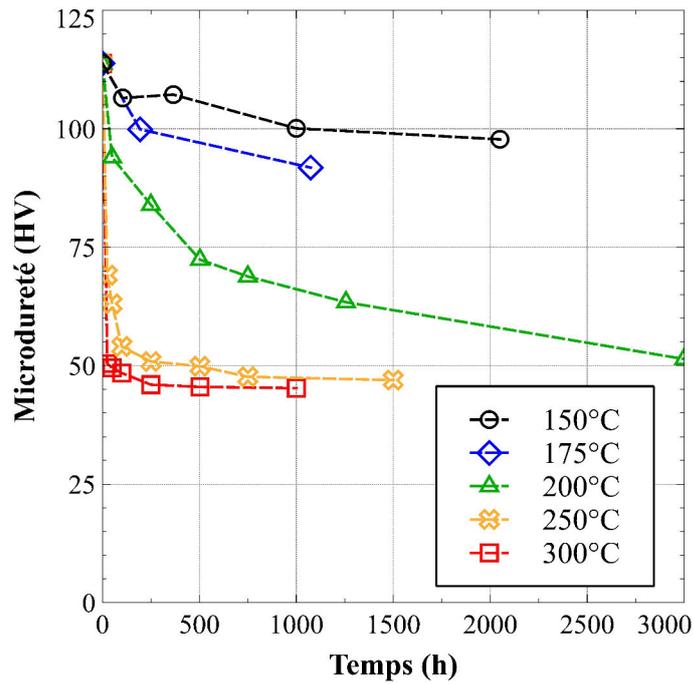


FIGURE 1.7 – Evolution de la microdureté dans l’alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3 lors de vieillissement isotherme

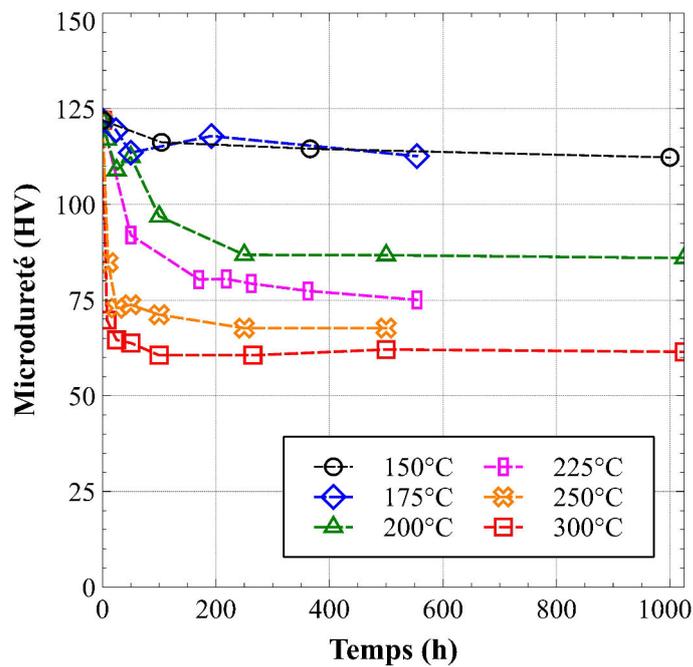


FIGURE 1.8 – Evolution de la microdureté dans l’alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 lors de vieillissement isotherme

En ce qui concerne l’AlSi7Cu0,5Mg0,3, lorsque la température de vieillissement est supérieure à 150°C, la microdureté converge vers une valeur asymptotique indépendante de la température. Plus la température de vieillissement est élevée, plus le vieillisse-

ment sera rapide. Ces résultats sont en adéquation avec les mesures réalisés par Osmond [OSMOND, 2010].

Pour l'AlSi7Cu3,5Mg0,1, deux régimes apparaissent :

1. Lorsque la température de vieillissement est inférieure à 175°C, nous n'observons pas d'évolution notable de la microdureté pour les durées de vieillissement qui correspondent à la durée de vie de la culasse.
2. Lorsque la température de vieillissement est supérieure à 175°C, la microdureté diminue et converge rapidement vers une valeur asymptotique qui dépend de la température du vieillissement. Plus la température est élevée, plus cette valeur asymptotique de la microdureté sera faible.

Les deux alliages présentent donc des évolutions de microdureté différentes. L'étude d'Osmond [OSMOND, 2010] a identifié en microscopie électronique en transmission l'évolution de la microstructure de précipitation de ces alliages lors de vieillissements isothermes. Cette étude a mis en avant l'effet de vieillissements isothermes sur la nature de la précipitation et la cinétique de précipitation et donc sur les propriétés mécaniques. A la suite de cette étude microstructurale, Osmond [OSMOND, 2010] a analysé l'influence du vieillissement isotherme lors d'essais d'écrouissage cyclique isothermes. Ces essais ont montré le rôle de la microstructure de précipitation sur le comportement mécanique en présentant les interactions fortes entre dislocations et précipités (contournement des précipités par les dislocations) et l'influence des contraintes internes, dues à l'accommodation des incompatibilités de déformation entre précipités et matrice, sur l'écrouissage des matériaux [OSMOND, 2010].

Actuellement, le vieillissement est donc étudié uniquement en isotherme au travers de l'évolution de la microdureté et de la microstructure de précipitation lors de vieillissements à température constante.

1.4 Le dimensionnement des structures

Le dimensionnement en fatigue thermomécanique étant un problème crucial, PSA Peugeot Citroën a commencé à développer un modèle permettant d'estimer la durée de vie de structures sollicitées thermomécaniquement tels que les collecteurs d'échappement en fonte

[CHARKALUK, 1999] ou les culasses en aluminium [VERGER, 2002].

L'étude de Verger [VERGER, 2002] qui se concentrait sur le dimensionnement d'une culasse en AS7G0,3, a tenté de prendre en compte le vieillissement thermique dans la filière de dimensionnement. Son étude a montré que lorsque cet alliage est soumis à des traitements thermiques isothermes au dessus de 150°C, sa dureté évolue vers une valeur asymptotique indépendante de la température de traitement, qui correspond à la microstructure de l'alliage dans son état vieilli ultime.

Par ailleurs, plus la température de vieillissement est élevée, plus vite la dureté asymptotique est atteinte. Afin de prendre en compte le vieillissement dans le dimensionnement, Verger a donc considéré deux états de vieillissement pour son matériau :

1. L'état NV (non-vieilli) : l'alliage atteint une température inférieure à 150°C lors de l'utilisation du moteur. Son vieillissement est considéré comme négligeable par rapport à la durée de vie de la pièce. On admet qu'il ne subit donc pas de vieillissement au cours de l'utilisation du moteur.
2. L'état V (vieilli) : l'alliage est porté à une température supérieure à 150°C lors de l'utilisation du moteur. La période de transition entre la dureté initiale et la valeur asymptotique de la dureté étant courte par rapport à la durée de vie de la pièce, il est considéré comme vieilli dans le dimensionnement.

Cependant, cette méthode de dimensionnement présente un problème important. En effet, l'état NV et l'état V ont des propriétés mécaniques bien différentes, ce qui provoque une forte discontinuité dans le modèle à l'interface entre les deux états lors des calculs par éléments finis. Cette forte discontinuité a pour conséquence une augmentation importante du temps de calcul.

De plus, différents éléments empêchent l'utilisation directe de cette méthode pour les alliages de cette étude :

1. La méthode repose sur l'existence d'une valeur asymptotique de la dureté indépendant de la température. Or l'AlSi7Cu3,5Mg0,1 présente une valeur asymptotique de la dureté qui dépend de la température (figure 1.8).

2. Le vieillissement de l'AS7G0,3 est beaucoup plus rapide que le vieillissement de l'AlSi7Cu0,5Mg0,3. Ainsi, la solution choisie par Verger [VERGER, 2002] de ne pas prendre en compte la période de transition dans le vieillissement est probablement moins réalistes pour l'AlSi7Cu0,5Mg0,3.

Enfin, cette méthode étudie le vieillissement uniquement pour des vieillissements isothermes, alors que la culasse subit des chargements thermomécaniques anisothermes lors de son utilisation.

1.5 Objectifs et principes de l'étude

Les culasses de moteur Diesel sont des structures sollicitées par de forts chargements thermomécaniques lors du fonctionnement du moteur. Ainsi le dimensionnement au plus juste de cette structure est un sujet critique pour PSA. Certaines solutions ont été envisagées pour certains types d'alliages d'aluminium [VERGER, 2002]. Cependant, outre le fait que cette méthode de dimensionnement n'est plus valable pour l'AlSi7Cu3,5Mg0,1 et peut réclamer des temps de calcul lourds, ce dimensionnement repose uniquement sur des chargements isothermes. Or, en condition de service, la culasse subit un chargement thermomécanique anisotherme.

Différentes études ont décrit des interactions dynamiques entre la déformation plastique et la précipitation dans des alliages d'Aluminium qui peuvent provoquer la nucléation de phase [HAN et al., 2011], modifier la croissance [EMBURY et al., 2003] ou le mûrissement des précipités [FRIBOURG et al., 2011]. De plus, l'évolution rapide des chargements subis par les culasses et la volonté d'amélioration continue de PSA nécessitent de modifier les alliages constitutifs de cette structure et donc de faire évoluer la méthode de dimensionnement.

Pour y parvenir, nous avons d'abord analysé, en microscopie électronique en transmission, la microstructure de précipitation, et en particulier les modifications de la nature des phases précipitées, de la morphologie et de la taille des précipités lors de vieillissements isothermes. Puis, l'effet de l'évolution de la microstructure de précipitation au cours du vieillissement sur le comportement mécanique de l'alliage a été analysé sur la base d'essais cycliques réalisés à température ambiante, 150°C et 250°C, sur des éprouvettes ayant été soumises à différents vieillissements isothermes. Ces essais permettent d'avoir une meilleure compréhension à la fois de l'effet du vieillissement et de la température d'essai sur le comportement mécanique des alliages. De plus, nous avons choisi pour chaque alliage deux états de vieillissement

différents mais présentant la même dureté afin de déterminer si nous pouvions associer un comportement mécanique à une microdureté. Nous serions ainsi capable de définir une équivalence microdureté - comportement mécanique.

Afin de prendre en compte les chargements thermomécaniques anisothermes en service, nous avons analysé l'influence du chargement mécanique et anisotherme sur la microstructure de précipitation. Tout d'abord, nous avons étudié l'effet de la déformation plastique sur la microstructure de précipitation des alliages, afin de vérifier s'il existe un couplage plasticité - microstructure pour les alliages de cette étude. De plus, une analyse de la microstructure de précipitation après chargement représentatif des conditions en service permet d'analyser l'effet d'un chargement anisotherme sur cette microstructure.

Enfin, sachant que la microdureté est un bon indicateur du vieillissement des alliages d'aluminium durcis par précipitation, des modèles d'évolution de la microstructure ont été développés en se basant sur les analyses microstructurales. Puis, nous avons utilisé ces modèles afin de simuler l'évolution de la microdureté dans la culasse au cours d'un essai thermomécanique représentant les conditions de service de la culasse. Tous ces résultats nous permettent de mieux appréhender le vieillissement subi par les alliages lors d'un chargement en service et donc de proposer certaines pistes pour prendre en compte de façon plus précise ce vieillissement dans le dimensionnement de la culasse en fatigue thermomécanique.

Caractérisation microstructurale du vieillissement isotherme

Sommaire

2.1	Introduction	16
2.2	Bibliographie : phases précipitées, précipitation, murissement	20
2.2.1	Nature de la précipitation	20
2.2.2	Etapas de la précipitation	27
2.2.3	Cinétique de mûrissement	29
2.3	Méthode expérimentale d'identification des phases précipitées et d'imagerie des précipités	30
2.4	Vieillissement isotherme des alliages AlSi7Cu0,5Mg0,3 et AlSi7Cu3,5Mg0,1 : étude de référence [OSMOND, 2010]	31
2.4.1	Vieillissement isotherme de l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3	33
2.4.2	Vieillissement isotherme de l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1	36
2.5	Vieillissement isotherme de l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 de la coulée utilisée dans la suite de cette étude	40
2.5.1	AlSi7Cu3,5Mg0,1 - Vérification de l'identification des phases précipitées	41
2.5.1.1	Identification en microscopie électronique en transmission	41
2.5.1.2	Identification en diffraction des rayons X	44
2.5.2	AlSi7Cu3,5Mg0,1 - Mesure des paramètres morphologiques	50
2.6	Conclusion	52

2.1 Introduction

Les alliages AlSi7Cu0,5Mg0,3 et AlSi7Cu3,5Mg0,1 étant des alliages d'aluminium durcis par précipitation, leurs propriétés mécaniques sont fortement dépendantes de la nature des phases précipitées et de la distribution des précipités (en particulier en termes de distance entre précipités) dans leurs microstructures. De plus, les microstructures de précipitation de ces deux alliages évoluent significativement au cours des vieillissements thermiques en service [OSMOND, 2010]

Au stade de vieillissement auquel les culasses sont montées sur les moteurs et mises en service, c'est à dire dans l'état "T7", les phases précipitées (β' , $\beta\text{-Mg}_2\text{Si}$, Q' , θ' , $\theta\text{-Al}_2\text{Cu}$, (Si)), ne présentent pas une cohérence suffisante avec la matrice (Al) pour que les dislocations glissant dans la matrice puissent cisailer les précipités. Le durcissement de précipitation dans ces alliages dans leur état initial (après traitement thermique T7) et après vieillissements à différentes températures et pendant différentes durées, est donc uniquement relatif au mécanisme d'Orowan : la contrainte exercée sur une dislocation, quelle qu'elle soit, ne lui permettra jamais de cisailer un précipité mais doit atteindre une valeur suffisante pour lui permettre de "contourner" les précipités.

La valeur de cette contrainte est corrélée, à l'échelle macroscopique, à la limite d'élasticité de l'alliage et, parmi les résultats expérimentaux de la présente étude, à la valeur de microdureté mesurée pour chaque état de vieillissement de chacun des deux alliages. Cette contrainte de contournement est fonction de la distance entre les précipités. Dans un alliage donné, la distance entre précipités, la taille des précipités et la fraction volumique de phase précipitée sont trois paramètres inter-dépendants.

A une température de service donnée et après un temps de stabilisation suffisant les fractions volumiques de la matrice (Al) et de l'ensemble des phases précipitées peuvent être considérées constantes tout au long du vieillissement isotherme. Les transformations de phase se produisant pendant ce vieillissement se traduisent, en terme de fraction volumique de phases précipitées, par le remplacement d'une phase par une autre sans effet majeur sur la fraction volumique globale de phases précipitées.

Au cours du vieillissement les précipités croissent. Tant que la matrice n'a pas sa composition d'équilibre à la température de vieillissement, cette croissance se produit en s'accompagnant d'une augmentation de fraction volumique de phase précipitée et à nombre de précipités (à peu près) constant, et résulte en une diminution de la distance entre précipités et donc une

augmentation de la contrainte de contournement. Cette augmentation du durcissement de l'alliage au cours de la croissance des précipités sera donc fonction de l'augmentation de fraction volumique globale de phases précipitées mais sera très dépendante de la morphologie des précipités : pour une même fraction volumique, pour une distribution régulière de précipités, la distance minimale entre des précipités présentant des formes allongées, peut atteindre des valeurs bien inférieures à la distance minimale entre précipités qui seraient sphériques.

Lorsque la matrice a atteint sa composition d'équilibre (où, en fait, en est proche) à la température de vieillissement, la croissance - en fait le "grossissement" - des précipités se produit par mûrissement de la microstructure de précipitation. Ce mûrissement se traduit globalement par une re-dissolution des petits précipités et un grossissement des précipités déjà les plus gros, accompagné éventuellement d'un changement de phase de ceux-ci. Ce mûrissement se produisant à fraction volumique globale de phases précipitées approximativement constante, la re-dissolution de petits précipités se traduit par une augmentation de la distance moyenne entre précipités. Il en résulte une diminution de la contrainte de contournement c'est-à-dire du "durcissement" de l'alliage au cours du vieillissement en service de l'alliage.

La distance entre précipités est un paramètre très difficile à évaluer (c'est d'ailleurs la distance entre précipités dans un même plan de glissement d'une famille du type $\{111\}$ qu'il faudrait en toute rigueur considérer). Dans le cas d'une unique distribution de précipités sphériques, il est facile de mesurer la taille des précipités sur des images de la microstructure. La fraction volumique peut être éventuellement calculée dès lors qu'on est capable de mesurer l'épaisseur d'une zone examinée en MET dans laquelle on a compté les précipités qui y sont présents et qu'on en a mesuré le diamètre. Des méthodes - dont certaines peuvent être qualifiées "d'astuces" - permettent d'accéder, généralement indirectement, à cette épaisseur de zone examinée en MET. Cependant ces méthodes s'avèrent souvent parfaitement inutilisables. Des valeurs de diamètres de précipités et de fractions volumiques précipitées peuvent également être obtenus grâce à l'exploitation approfondie de spectres de diffraction X réalisés avec des techniques et des appareillages (source, géométrie d'échantillon, platine porte-objets) adéquats.

Dans le cas où les précipités présentent une morphologie anisotrope (précipités en forme de plaquettes, de lattes, de bâtonnets, d'aiguilles...) le seul concept de distance entre précipités devient difficile à définir et la mesure de la distance entre images de précipités sur les micrographies réalisées en MET se révèle compliquée à obtenir et à exploiter. La connaissance de la fraction volumique de phase précipitée et du volume moyen des précipités ne suffit

d'ailleurs plus pour déterminer une distance moyenne entre précipités, (qu'il faut d'ailleurs toujours ramener à une distance "utile" dans un plan de glissement). La complexité de la question de la détermination de la distance entre précipités augmente encore d'un cran du fait que la microstructure de ces alliages présente des précipités de plusieurs variants de plusieurs phases différentes et que ces précipités de différentes phases présentent des morphologies différentes. La corrélation entre l'évolution de la contrainte de contournement, c'est-à-dire, indirectement, de la limite d'élasticité ou de la microdureté, avec la distance entre précipités s'avère ainsi au-delà des moyens accordés à cette étude.

L'étude de l'évolution de la microstructure de précipitation des deux alliages au cours de vieillissements isothermes, destinée à interpréter l'évolution de leur durcissement en service, porte donc sur l'évolution au cours des vieillissements, des phases en présence et des paramètres morphologiques des précipités de ces différentes phases. Une corrélation sera établie entre l'évolution de ces paramètres morphologiques et celle du durcissement sans que l'on cherche à décrire l'évolution de la distance entre précipités. La corrélation entre distance entre précipités, paramètres morphologiques et fraction volumique de phases précipitées sera considérée qualitativement : à fraction volumique de phases précipitées constante, une augmentation des paramètres morphologiques des précipités se traduit par une augmentation de la distance "utile" entre précipités.

Il est donc nécessaire, dans un premier temps, d'identifier les phases précipitées présentes dans les alliages puis d'analyser l'évolution de la microstructure de précipitation pour différents vieillissements isothermes.

L'analyse du vieillissement isotherme des alliages AlSi7Cu0,5Mg0,3 et AlSi7Cu3,5Mg0,1 a été en grande partie réalisée dans le cadre de l'étude de Osmond [OSMOND, 2010]^{1, 2}.

Le tableau 2.1 présente les paramètres de vieillissements thermiques isothermes de tous les états étudiés à la fois dans la présente étude et dans celle d'Osmond [OSMOND, 2010]

La part du présent travail dans cette analyse porte d'une part sur une vérification des caractéristiques de la microstructure de précipitation de l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 dans deux états de vieillissement (100 heures à 200°C et 10 heures à 250°C). Cette vérification est justifiée par le fait que les échantillons de cet alliage (échantillons d'étude microstructurale et éprouvettes d'essais mécaniques) qui ont été utilisés dans la présente étude, ont été extraits de

1. La notation V signifie que l'alliage a subi un vieillissement thermique

2. Dans la suite de ce chapitre, les échantillons n'ayant subi aucun autre vieillissement que le traitement thermique industriel T7 (état de référence) sont appelés "état T7"

AlSi7Cu0,5Mg0,3

Température (°C)	Temps (h)
200	25 (a)
200	750 (a)
200	1250 (a)
250	25 (a)
50	100 (a)
250	500 (a)
250	1500 (a)

AlSi7Cu3,5Mg0,1

Température (°C)	Temps (h)
200	100 (a) et (b)
200	250 (a)
200	500 (a)
250	10 (a) et (b)
250	100 (a)
250	500 (a)
300	10 (a)
300	25 (a)
300	250 (a)

TABLE 2.1 – Traitements thermiques isothermes étudiés (a) par Osmond [OSMOND, 2010] et (b) dans la présente étude

pièces coulées provenant d'un lot de matière différent de celui utilisé dans le cadre de la thèse de Osmond [OSMOND, 2010]. Les échantillons et éprouvettes d'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3 utilisés dans la présente étude, proviennent eux, du même lot de matière que ceux utilisés par Osmond [OSMOND, 2010].

D'autre part, en apportant un certain nombre de mesures supplémentaires, le présent travail a également complété l'étude de l'évolution de la dureté en fonction des conditions de vieillissement des deux alliages dont les courbes ont déjà été présentées au chapitre I (§1.3) (figure 1.7 et figure 1.8) et seront exploitées dans le cadre du développement de modèles de microdureté exposés au chapitre 5. Ces mesures portent sur des états de vieillissement dits intermédiaires, c'est-à-dire les états pour lesquels la microstructure de précipitation a déjà commencé à mûrir mais n'est pas complètement stabilisée.

Avant de présenter les résultats de l'ensemble de l'étude sur l'effet du vieillissement isotherme sur la microstructure de précipitation de chacun des deux alliages, la nature des phases précipitées et les séquences de précipitation correspondantes seront décrites dans les systèmes

Al-Cu, Al -Mg-Si et Al-Cu-Mg-Si. Quelques notions sur la précipitation, la croissance et le mûrissement seront rappelées pour préciser le cadre des études sur les vieillissements des microstructures.

Les méthodes d'identification des phases précipitées sont décrites au §2.3. On retrouvera cependant diverses précisions expérimentales complémentaires au cours de l'exposé des résultats de l'étude sur l'évolution des microstructures au cours des vieillissements isothermes. On notera dès maintenant que l'ensemble des méthodes utilisées pour analyser les microstructures de précipitations après vieillissement isotherme est utilisé pour l'étude des microstructures après vieillissement anisotherme et fatigue thermomécanique.

2.2 Bibliographie : phases précipitées, précipitation, mûrissement

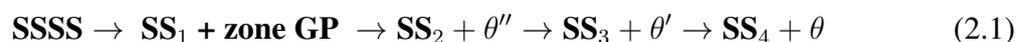
2.2.1 Nature de la précipitation

L'évolution de la microstructure de précipitation des deux alliages de cette étude, au cours du traitement thermique T7 et au cours de vieillissement ultérieurs fait intervenir des transformations de phases et le mûrissement de l'ensemble des précipités.

Les transformations de phase pouvant se produire au cours des vieillissements relèvent des séquences de précipitation qui ont été décrites dans les différents systèmes auxquels on peut rattacher les alliages de l'étude. Les caractéristiques cristallographiques de toutes les phases précipitées présentées sont regroupées dans le tableau 2.2.

Systeme Al-Cu

Les premières études concernant le durcissement par précipitation furent réalisées sur des alliages d'Al-Cu [HORNBOGEN, 2001] [POLMEAR, 2004]. Ainsi la séquence de précipitation de la phase Al_2Cu est connue depuis longtemps. Kelly et al. [KELLY and NICHOLSON, 1963] présente cette séquence de précipitation :



Degré de cohérence associé : *Cohérent* \rightarrow *Cohérent* \rightarrow *Semi-cohérent* \rightarrow *Incohérent*

SSSS signifie "solution solide sursaturée (super saturated solid solution)" et SS "solution solide". L'indice associé à "SS" rappelle que la composition de la solution solide, qui constitue la matrice, change avec l'évolution de la microstructure de précipitation.

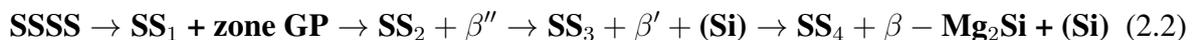
La première étape de la séquence de précipitation est la formation des zones de Guinier-Preston. Complètement cohérentes avec la matrice, ces zones sont des amas d'atomes de Cu prenant la forme de plaquettes. Par la suite, les zones GP se transforment en précipités θ'' totalement cohérents avec la matrice.

Lors du prolongement du vieillissement, la phase θ'' fait place à la phase θ' qui conserve la cohérence avec la matrice uniquement selon le plan $(200)_{\theta'}/(200)_{Al}$ qui est d'ailleurs son plan d'habitat, d'où le qualificatif de semi-cohérent. Quand le vieillissement est poursuivi encore plus longtemps, les précipités θ' , en grossissant, perdent toute cohérence avec la matrice ce qui provoque la transformation de la phase θ' en phase stable $\theta - Al_2Cu$.

Les sites de germination préférentiels des précipités θ' sont les lignes de dislocations et les sous-joints de grains. Il s'agit d'un phénomène de précipitation hétérogène classique pour des phases précipitées semi-cohérentes : Nicholson et al. [NICHOLSON et al., 1958] observent une germination préférentielle des θ' sur les dislocations dans l'alliage Al-4%Cu.

Système Al-Mg-Si

Dutta et al. [DUTTA and ALLEN, 1991] donnent la séquence de précipitation suivante :



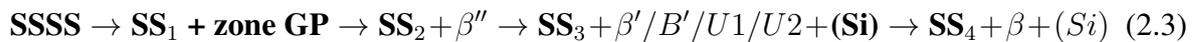
Degré de cohérence associé : *Cohérent* \rightarrow *Cohérent* \rightarrow *Semi-cohérent* \rightarrow *Incohérent*

La première étape de la séquence de précipitation est la formation des zones de Guinier-Preston. Complètement cohérentes avec la matrice, ces zones sont des amas d'atomes de Mg. Par la suite, les zones GP se transforment en précipités β'' totalement cohérents avec la matrice.

De la même manière que pour la phase Al_2Cu , les précipités β'' se transforment en β' qui en grossissant perdent leur cohérence avec la matrice au fur et à mesure du vieillissement.

D'autres phases sont éventuellement observées telles que la phase B' (morphologie en latte) [EDWARDS et al., 1998] [MIAO and LAUGHLIN, 1999]. Au total, trois nouvelles phases en plus du β'' et β' sont mises en évidence : B', U1-MgAl₂Si₂ et U2-MgAlSi [MARIOARA et al., 2006].

La séquence de précipitation présentée par Dutta et al. [DUTTA and ALLEN, 1991] est modifiée en :



Degré de cohérence associé : *Cohérent* \rightarrow *Cohérent* \rightarrow *Semi-cohérent* \rightarrow *Incohérent*

Système Al-Si-Mg-Cu

L'analyse de l'effet de l'addition de Cu sur la précipitation dans le système ternaire Al-Mg-Si a montré qu'il provoquait une augmentation de la vitesse de précipitation mais modifiait également la nature de la précipitation. Des phases précipitées contenant du Cu tels que : θ'' , θ' , θ , Q' et Q ont pu être identifiées [MIAO and LAUGHLIN, 2000].

Différentes études ont permis d'obtenir la structure cristallographique de la phase précipitée Q [WOLVERTON, 2001] et de la phase métastable Q' [MATSUDA et al., 2001] (tableau 2.2). Elles ont mis en avant le fait que la phase Q' est une version cohérente de Q avec une légère différence de paramètres de maille.

Chakrabarti et al. [CHAKRABARTI and LAUGHLIN, 2004] se sont aussi intéressés à l'effet de l'ajout de Cu sur la séquence de précipitation dans un système Al-Si-Mg. Ils ont également observé la présence de la phase Q' et ont représenté qualitativement dans un diagramme les différentes phases précipitées du système quaternaire Al-Si-Mg-Cu (figure 2.1).

En prenant en compte toutes les phases précipitées possibles dans un système quaternaire Al-Si-Cu-Mg, la séquence de précipitation est la suivante :

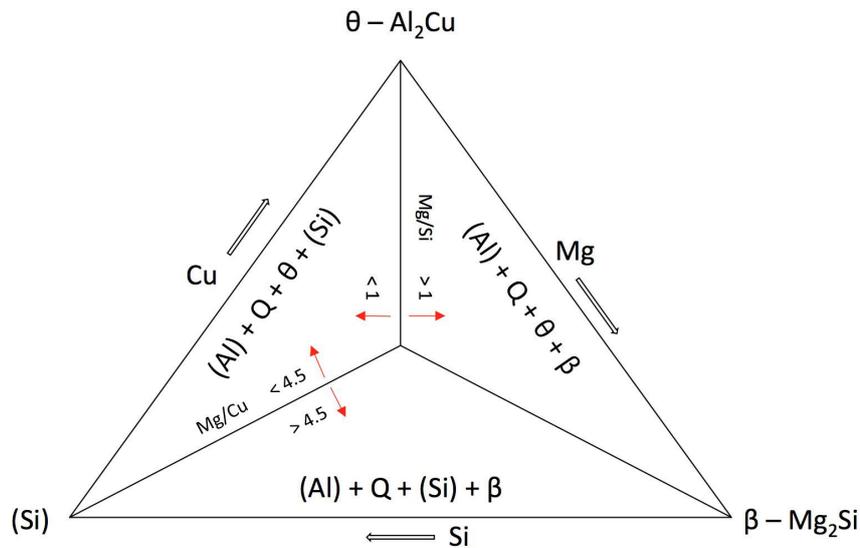
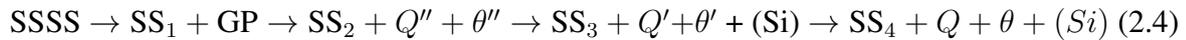


FIGURE 2.1 – Alliages Al-Mg-Si-Cu groupé par domaine d'existence des phases stables. Pseudo-projection du diagramme de phase selon l'axe Al [CHAKRABARTI and LAUGHLIN, 2004] modifié par [OSMOND, 2010]



Le tableau 2.2 regroupe toutes les données cristallographiques et morphologiques sur les différentes phases précipitées présentes dans les alliages étudiés et facilite l'identification des phases précipitées par microscopie électronique en transmission.

Phase	Composition	Cristallographie (système cristallin, groupe d'espace, paramètres)	Morphologie	Relation d'orientation entre précipité et matrice	Cohérence avec la matrice
β'' [1] [2] [3] [4]	Mg_5Si_6	Monoclinique C2/m a = 1,516 nm ; b = 0,405 nm c = 0,674 nm et $\beta = 105,3^\circ$	Aiguille	$(001)_\alpha // (010)_{\beta''}$	Cohérent
β' [1] [2] [3] [4]	$Mg_{1,8}Si$	Hexagonal P6 ₃ a = 0,71 nm ; b = 0,405 nm	Bâtonnet	$(001)_\alpha // (001)_{\beta'}$	Semi-Cohérent
β [1] [2] [3] [4] [5]	Mg_2Si	Cubique Fm $\bar{3}m$ a = 0,635 nm	Plaquette		Incohérent
U1 [3] [4] [6]	$MgAl_2Si_2$	Trigonal (réseau hexagonal) P $\bar{3}m1$ a = 405 nm ; c = 0,674 nm	Aiguille	$[001]_\alpha // [100]_{U1}$	Semi-Cohérent
U2 [3] [4] [6]	$MgAlSi$	Orthorhombique Pnma a = 0,675 nm ; b = 0,405 nm c = 0,794 nm	Aiguille	$(001)_\alpha // (010)_{U2}$	Semi-Cohérent
B' [4] [6]	$Mg_9Al_3Si_7$	Hexagonal P $\bar{6}$ a = 1,04 nm ; b = 0,405 nm	Latte	Proche de celle de Q'	Semi-Cohérent
(Si)	Si	Cubique Fd $\bar{3}m$ a = 0,54309 nm	Sphérique	$(001)_\alpha // (111)_{Si}$	Incohérent

Phases précipitées dans le système Al-Mg-Si

[1] [EDWARDS et al., 1998], [2] [MIAO and LAUGHLIN, 1999], [3] [MARIOARA et al., 2006], [4] [RAVI and WOLVERTON, 2004]
[5] [CAYRON and BUFFAT, 2000] [6] [MARIOARA et al., 2007]

Phase	Composition	Cristallographie (système cristallin, groupe d'espace, paramètres)	Morphologie	Relation d'orientation entre précipité et matrice	Cohérence avec la matrice
θ'' [7]	Al ₂ Cu	Tétragonal Mode Primitif a = 0,404 nm ; c = 0,769 nm	Disque	(100) θ'' // (100) α	Cohérent
θ' [7]	Al ₂ Cu	Tétragonal I(4/m)cm a = 0,404 nm ; c = 0,580 nm	Plaquette	(100) θ' // (100) α	Semi - Cohérent
θ [7]	Al ₂ Cu	Tétragonal I(4/m)cm a = 0,607 nm ; c = 0,487 nm	Plaquette	Incohérent	

Phases précipitées dans le système binaire Al-Cu

[7] [SON et al., 2004]

Phase	Composition	Cristallographie (système cristallin, groupe d'espace, paramètres)	Morphologie	Relation d'orientation entre précipité et matrice	Cohérence avec la matrice
Q' [8] [9] [10] [11]		Hexagonal P $\bar{6}$ a = 1,032 nm ; c = 0,405 nm	Latte	[001] $_{\alpha}$ // [001] $_{Q'}$	Semi-Cohérent
Q [8] [9] [10] [11]	Al ₃ Cu ₂ Mg ₉ Si ₇	Hexagonal P $\bar{6}$ a = 1,039 nm ; c = 0,4017 nm	Latte		Incohérent

Phases précipitées dans le système quaternaire Al-Mg-Si-Cu

^[9] [MATSUDA et al., 2001], ^[9] [MARIOARA et al., 2007], ^[10] [RAVI and WOLVERTON, 2004], ^[11] [WOLVERTON, 2001]

TABLE 2.2 – Caractéristiques cristallographiques des phases du système Al Si Mg Cu

2.2.2 Etapes de la précipitation

L'évolution de la microstructure de précipitation se divise en trois étapes successives (cf figure (2.2)) :

1ère étape : Germination

Les précipités germent à partir de la solution solide sur les sites préférentiels de germination. Puis, les embryons doivent atteindre un rayon critique pour devenir des germes stables et croître. La germination se traduit par une augmentation de la fraction volumique et du nombre de précipités par unité de volume.

2ème étape : Croissance

Lors de la croissance, les atomes de soluté migrent de la solution solide vers les germes stables. La solution solide s'appauvrit alors en élément de solutés au bénéfice des phases précipités et ce transfert durera jusqu'à ce que la concentration en éléments de soluté présents dans la solution solide atteigne la valeur de la composition d'équilibre thermodynamique. La fraction volumique ainsi que le rayon des précipités augmentent tandis que le nombre de précipités par unité de volume reste stable.

3ème étape : Mûrissement d'Ostwald

Lorsque la solution solide (Al) s'approche de sa composition d'équilibre, la force motrice de la diffusion n'est plus seulement la nécessité de rejoindre l'équilibre thermodynamique en termes de phases (c'est-à-dire défini par la fraction de chaque phases et sa composition), mais également la minimisation de l'énergie d'interface entre les phases résultant de la diminution de la surface totale de l'interface entre les précipités et la matrice. Il s'agit alors du mûrissement de la microstructure pendant lequel les petits précipités se re-dissolvent dans la solution solide alors que les gros précipités continuent à croître. Ce principe de mûrissement de la microstructure permet de le qualifier de "mûrissement d'Ostwald" [Ostwald, 1896]. Dans ce mécanisme de mûrissement, la diffusion est le processus le plus lent et la cinétique d'évolution de la microstructure peut être décrite, d'après Lifshitz et Slyozov [LIFSHITZ and SLYOSOV, 1959] par :

$$\langle r \rangle^3 - \langle r \rangle_0^3 = Kt \quad (2.5)$$

avec $\langle r \rangle$ est le rayon moyen des précipités sphériques et $\langle r \rangle_0$ le rayon moyen des précipités sphériques lorsque le mécanisme de murissement s'initie.

La nucléation et la croissance initiale des précipités étant des processus n'entrant pas dans le cadre du mûrissement, $\langle r \rangle_0$ n'est pas nul et considérer que $\langle r \rangle$ varie comme la racine cubique du temps réclame de définir un temps équivalent avec une nouvelle origine des temps telle que :

$$\langle r_0 \rangle = K(t_{eq0})^{1/3} \quad (2.6)$$

Alors

$$\langle r \rangle = K(t_{eq})^{1/3} \quad (2.7)$$

et

$$\langle r \rangle^3 - \langle r_0 \rangle^3 = K(t - t_e). \quad (2.8)$$

K est une constante par rapport au temps qui dans, le cas de précipités sphériques dont la croissance n'est pilotée que par la diffusion des atomes d'une seule espèce chimique, s'exprime comme :

$$K = \frac{8 \gamma C V_m^2 D}{9 RT} \quad (2.9)$$

avec : γ : l'énergie d'interface entre le précipité et la matrice à la température T

C : la concentration de l'élément qui diffuse à la température T

D : le coefficient de diffusion de l'élément à la température T

V_m : le volume molaire de l'élément qui diffuse

R : la constante des gaz parfaits

T : la température à laquelle se produit le mûrissement.

Il est important de noter que Lifshitz et Slyozov explicitent également une fonction de distribution de la taille des précipités en fonction du temps. En effet les données expérimentales doivent permettre de vérifier, en plus de l'évolution du rayon des précipités selon la loi explicitée ci-dessus, leur accord avec cette fonction de distribution pour que l'évolution de la microstructure de précipitation puisse être attribuée au phénomène de mûrissement provoqué par l'optimisation de l'énergie de surface et dont la cinétique est contrôlée par la diffusion des solutés.

Bien qu'utilisant une approche physique et un calcul différent, les travaux de Wagner [WAGNER, 1961] sur les systèmes dans lesquels la diffusion est lente, mènent aux mêmes conclusions que ceux de Lifshitz et Slyozov, ainsi que le montre Kahlweit [?]. Ce dernier donne une présentation combinée de l'ensemble des travaux de Lifshitz et Slyozov et de Wagner connue comme la "théorie LSW du mûrissement d'Ostwald".

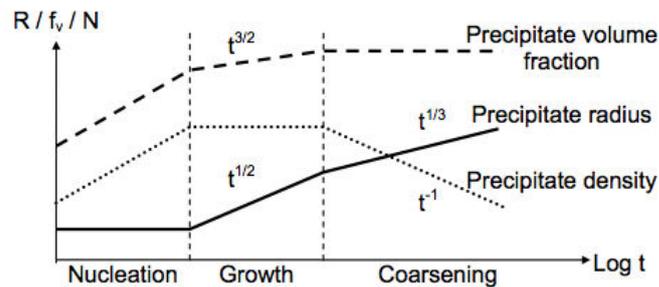


FIGURE 2.2 – Etapes de la précipitations et évolution de f_v , du nombre de précipités par unité de volume et du rayon des précipités. [FRIBOURG, 2009]

2.2.3 Cinétique de mûrissement

Les alliages de cette étude, ont subi un traitement thermique T7 ce qui, en principe, ramène la solution solide (Al) à sa composition d'équilibre à la température (200°C) du vieillissement inclus dans ce traitement "T7". Les précipités ne sont donc plus sensés croître en assimilant des éléments de soluté de la matrice (Al). Ainsi lors de vieillissements isothermes, les précipités murissent par croissance sélective.

Dans le cas du mûrissement d'Ostwald, la théorie utilisée pour décrire la cinétique est la théorie de Lifshitz-Slyozov-Wagner communément appelé LSW [WAGNER, 1961] [LIFSHITZ and SLYOSOV, 1959]. Cette théorie, qui considère que la vitesse de mûrissement est contrôlée par la diffusion des atomes de soluté dans la matrice, est basée sur la minimisation de l'énergie d'interface précipités/matrice résultant de la diminution de la surface totale de la population des précipités.

$$r^3(t) - r_o^3 = \frac{C_1 t}{T} \exp \frac{-Q_a}{RT} \quad (2.10)$$

avec C_1 une constante, r_0^3 la valeur de r à $t = 0$ et Q_a l'énergie d'activation pour la diffusion volumique des éléments de soluté dans la matrice d'(Al)

2.3 Méthode expérimentale d'identification des phases précipitées et d'imagerie des précipités

L'essentiel des identifications de phases et de l'analyse de la microstructure de précipitation a été réalisé en microscopie électronique en transmission.

Les échantillons soumis aux vieillissements expérimentaux sont prélevés dans les zones inter-soupapes de culasses fabriquées et traitées thermiquement "T7" avec les outils et selon les processus industriels utilisés pour la fabrication en série.

Les "lames minces" destinées à être examinées en MET, sont préparées par carottage par électroérosion d'un cylindre de 3 mm de diamètre dans les échantillons vieillis. Des disques de 200 μm sont découpés dans ces cylindres puis amincis mécaniquement jusqu'à 130 μm d'épaisseur. Ces disques sont finalement amincis électrolytiquement par la méthode des jets dans une solution constituée de 1/3 en volume d'acide nitrique dans du méthanol à la température de -30°C . La tension de cellule électrolytique adaptée à la réalisation de ces lames de MET dans l'amincisseur électrolytique à double jet conçu par Fischione et utilisé au Centre des Matériaux, est de 9V. Les lames minces sont conservées dans de l'éthanol pour limiter au mieux l'épaisseur de la couche d'oxyde qui se crée instantanément.

Les examens des microstructures et les analyses de phases ont été menées avec un microscope électronique en transmissions à cathode LaB_6 et 300kV de tension d'accélération, convenant parfaitement à la diffraction en aire sélectionnée et à l'imagerie en champ sombre. Ce microscope était un Philips EM430T pour les travaux de Osmond qui sont rappelés dans ce chapitre, et un FEI Tecnai 30T pour la présente étude.

La diffraction en aire sélectionnée a été utilisée pour identifier la nature des phases précipitées. Cependant à cause de la complexité des relations de cohérences entre les phases précipitées et la matrice, le nombre de variants (deux ou trois en fonction des phases précipitées), et la faible intensité des faisceaux diffractés dus à la faible fraction volumique de précipités et aux faibles numéros atomique de Mg, Al et Si, les clichés de diffraction d'axe de zone $\langle 100 \rangle$ sont les seuls qui peuvent être facilement exploités pour l'identification.

Les clichés de diffractions ont été indexés par comparaison avec des simulations de clichés de diffraction d'axe de zone $\langle 100 \rangle$ calculées en prenant en compte la matrice (Al) et les différents variants d'une phase parmi les différentes phases semi cohérentes susceptibles d'être présentes dans les alliages de cette étude, soient β' , Q' et θ' (figure 2.3). De même des simulations des cercles de taches de diffraction (anneaux de diffraction) des phases incohérentes (Si), β Mg₂Si, θ -Al₂Cu ont également été calculées pour identifier ces phases sur les clichés de diffraction expérimentaux (figure 2.4).

L'orientation de la zone observée de la lame mince selon cette direction cristallographique et l'indexation du cliché de diffraction d'axe de zone $\langle 100 \rangle$ permettent ensuite de réaliser des images en champ sombre mettant en contraste les précipités dont la phase correspond au faisceau diffracté sélectionné pour produire ce contraste. Dans cette étude, les champs sombres ont dû être réalisés en sélectionnant simultanément, dans le diaphragme de la lentille objective, plusieurs faisceaux diffractés correspondant à différents variants d'une même phase, ou même, comme nous le verrons plus loin à plusieurs variants de différentes phases.

Dans le cas de phases cohérentes ou semi-cohérentes, les corrélations entre les clichés de diffraction et des images en champ sombre permettent d'identifier les phases précipitées en s'aidant de leur morphologie. Les différentes caractéristiques (longueur, diamètre, épaisseur...) de la morphologie des précipités d'une phase donnée peuvent être déterminées en réalisant des images en champ sombre de différents variants de cette phase.

Les précipités des phases non cohérentes identifiés grâce aux anneaux de diffraction sont imagés en champ clair et les différentes phases sont différenciées en se basant sur la morphologie des précipités.

2.4 Vieillissement isotherme des alliages AlSi7Cu0,5Mg0,3 et AlSi7Cu3,5Mg0,1 : étude de référence [OSMOND, 2010]

Pour assurer la logique de la présente étude, il est nécessaire de présenter préalablement les résultats de l'étude sur l'évolution de la microstructure de précipitation des deux alliages au cours de vieillissement isothermes, réalisée par Osmond [OSMOND, 2010].

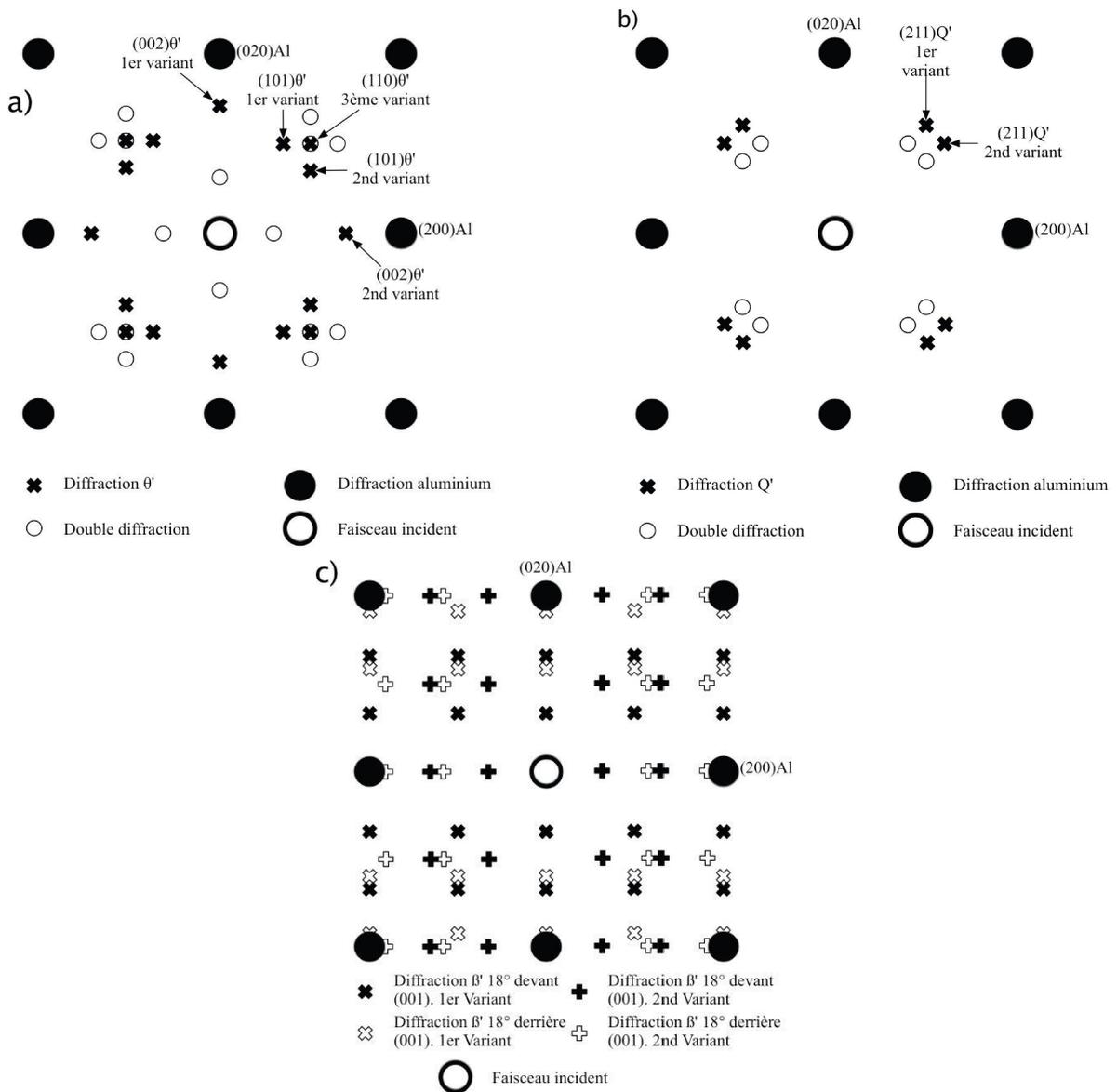


FIGURE 2.3 – Schéma des clichés de diffractions d’axe de zone $[001]_{Al}$ a) des précipités θ' , b) des précipités Q' et c) des précipités β'

Dans l’ensemble de cette étude, l’état initial, pour chacun des deux alliages, est l’état traité thermiquement selon le traitement T7, c’est-à-dire remis en solution pendant 5 heures à 500°C, trempé eau maintenue à 70°C puis revenu 5 heures à 200°C.

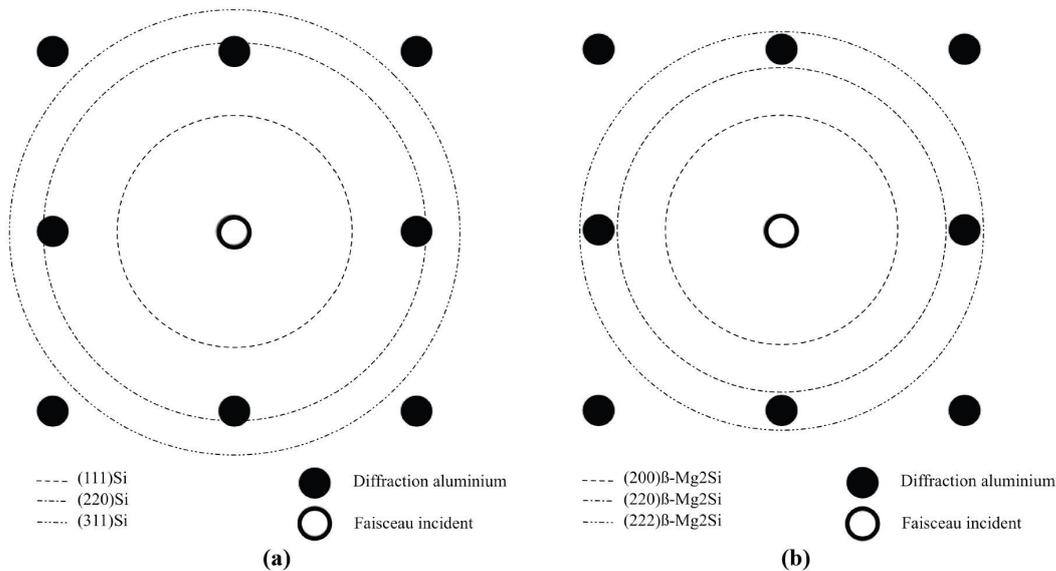


FIGURE 2.4 – Schéma des clichés de diffractions d’axe de zone $[001]_{Al}$ a) des précipités (Si) et b) des précipités β

2.4.1 Vieillissement isotherme de l’alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3

L’évolution de la microstructure de précipitation de l’alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3 au cours de vieillissements isothermes a été étudiée pour les températures et les temps de vieillissement précisés dans le tableau 2.1.

Dans l’état initial, l’analyse des phases précipitées permet de retenir la présence de précipités des phases β'' , β' , Q’, et, en faible fraction volumique, (Si) intra-dentritique et θ' .

Les modifications dans la nature des phases précipitées provoquées par les vieillissements à 200°C se limitent essentiellement à la disparition de la phase β'' et à la transformation d’une faible proportion des précipités de phase métastable β' en précipités de phase stable incohérente β -Mg₂Si.

Au cours des vieillissements à 250°C, les fractions de phases métastables β' et Q’ diminuent au profit des phases stables β -Mg₂Si et Q respectivement. La transformation de Q’ en Q s’avère cependant beaucoup plus lente que celle de β' en β .

La faible fraction volumique de phase θ' ne semble pas affectée par les vieillissement à 200°C et 250°C.

Au vu de l'évolution de la nature des phases précipitées au cours des vieillissements isothermes de l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3, Osmond s'est intéressé à l'étude de la cinétique de croissance des précipités de phases β' , Q' et (Si) à 200 et 250°C.

Le tableau 2.3 regroupe les différents paramètres mesurés pour chaque phase précipitée.

Phase précipitée	Morphologie	Paramètre(s) mesuré(s)
β'	bâtonnet	longueur et rayon équivalent
Q'	latte	longueur et rayon équivalent
(Si)	sphère	rayon

TABLE 2.3 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 - Paramètres morphologiques mesurés pour chaque phase précipitée

Osmond note que les distributions de taille de rayon équivalent des sections des précipités des phases β' et Q' en forme, respectivement de bâtonnets et de lattes, établies sans distinction entre l'une et l'autre phase, ne semblent pas montrer l'existence de deux populations distinctes. Il en conclut que les cinétiques de croissance des précipités de phases β' et Q' peuvent être étudiées de manière globale, c'est-à-dire sans faire de distinction entre les deux types de précipités.

La figure 2.5 montre que le rayon équivalent moyen et la longueur moyenne des précipités β' - Q' élevés au cube, ne sont pas incompatibles avec une variation linéaire avec le temps de vieillissement. Sur la base de mesures de la fraction volumique globale des phases, Osmond identifie deux stades d'évolution de la croissance des précipités β' - Q' au cours des vieillissements à 200°C et 250°C :

- Aux temps courts, c'est-à-dire 50 heures à 200°C et 2 heures à 250°C, la fraction volumique de phase β' - Q' est constante. On est alors en régime de mûrissement d'Ostwald, ce qu'Osmond confirme en montrant que les distributions de tailles de précipités mesurées expérimentalement s'accordent correctement avec les distributions théoriques déduites de la théorie de LSW ([WAGNER, 1961] [LIFSHITZ and SLYOSOV, 1959]). L'évolution de la distribution des précipités β' - Q' correspond à un grossissement des gros précipités au détriment des petits précipités qui se dissolvent.
- Aux temps longs, la fraction volumique de phase β' - Q' diminue. Cette diminution correspond à la transformation de précipités de phase métastable semi-cohérente β' , en

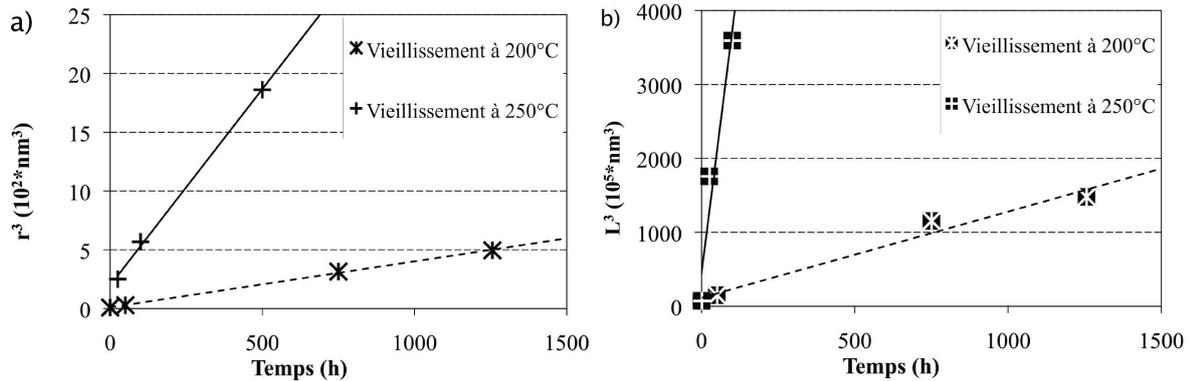


FIGURE 2.5 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 - Evolution a) du rayon équivalent moyen et b) de la longueur moyenne des précipités des phases métastable β' et Q' au cours du vieillissement [OSMOND, 2010]

forme de bâtonnets, en précipités de phase stable incohérente β -Mg₂Si, en forme de plaquettes, qui ne sont donc plus comptabilisés (figure 2.6). L'évolution de la précipitation de phase β' - Q' ne correspond alors plus à un régime de mûrissement d'Ostwald, ce qui est d'ailleurs confirmé par le déplacement global des distributions de tailles mesurées expérimentalement vers des tailles inférieures à ce que prévoit les distributions calculées sur la base de la théorie de LSW. Néanmoins, les évolutions des rayons équivalent moyens $\langle r \rangle$ et des longueurs moyennes $\langle L \rangle$ continuent à respecter des lois faisant varier $\langle r \rangle^3$ et $\langle L \rangle^3$ linéairement par rapport au temps (figure 2.5).

Les cinétiques de croissance des précipités de (Si) intra-dendritique au cours de vieillissements à 200°C et 250°C sont présentées figures 2.7. La croissance rapide du rayon équivalent moyen pour des temps courts se poursuit par une croissance beaucoup plus lente. L'évolution de la fraction volumique de phase (Si) intra-dendritique suit le même schéma et semble même se stabiliser au temps de vieillissement longs. L'évolution de la précipitation correspond donc essentiellement à la croissance des précipités qui résulterait de la sursaturation en atomes de silicium dans la matrice d' (Al).

Cette hypothèse supposerait que le traitement de revenu de 5 heures à 200°C de la gamme "T7" n'aurait pas suffi pour ramener la solution solide (Al) à sa composition d'équilibre à cette température en permettant l'exsolution du surplus de Si, la teneur en Si de la solution solide (Al) étant plus élevée à la température de remise en solution qu'à la température de revenu et de vieillissement. Osmond ne dispose pas d'informations suffisantes pour conclure sur le mode d'évolution de la précipitation de phase (Si) pour les temps de vieillissement longs.

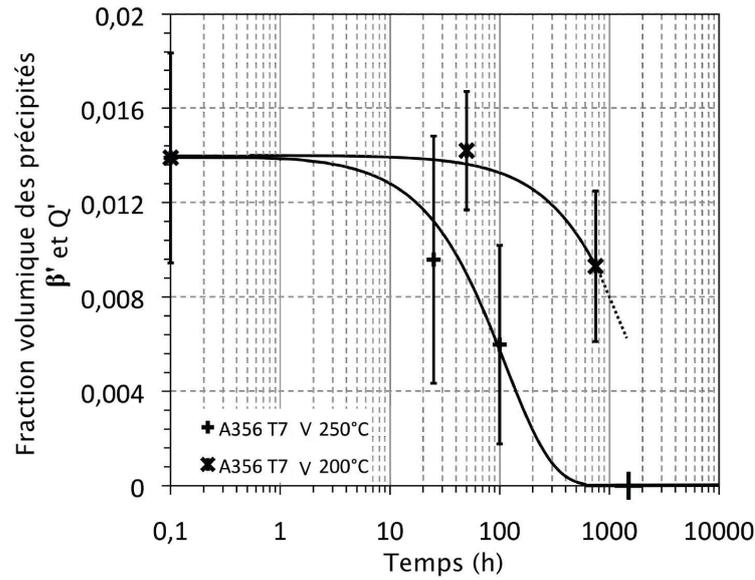


FIGURE 2.6 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 - Evolution de la fraction volumique des précipités β' [OSMOND, 2010]

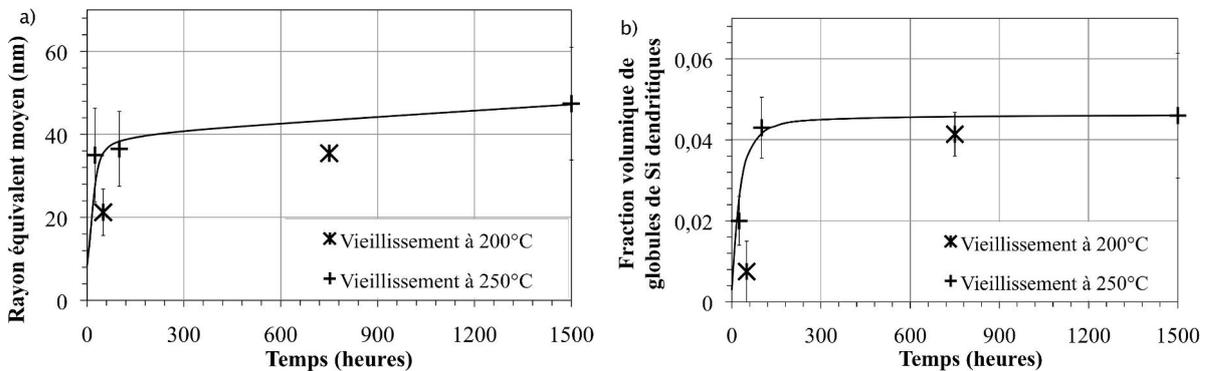


FIGURE 2.7 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 - Evolution du a) rayon équivalent moyen et b) de la fraction volumique des précipités (Si) [OSMOND, 2010]

2.4.2 Vieillissement isotherme de l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1

L'évolution de la microstructure de précipitation de l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 au cours de vieillissements isothermes a été étudiée pour les températures et les temps de vieillissement précisés dans le tableau

Dans l'état initial, l'analyse des phases précipitées ne révèle pratiquement que la présence de précipités de phase θ' .

Au cours des vieillissements à 200°C et 250°C, outre l'épaississement des précipités de phase θ' , la formation de précipités de phase Q' a été détectée.

Au cours des vieillissements à 300°C, la population de précipités de phase métastable semi-cohérente θ' se transforme progressivement en précipités de phase stable incohérente θ - Al₂Cu. A cette température, les globules de (Si) intra-dentritiques grossissent notablement. Aucun précipité de phase Q' n'est identifié dans les échantillons vieillis à 300°C.

L'étude de la cinétique de croissance des précipités au cours de vieillissements isothermes qu'Osmond a réalisée dans l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1, s'est concentrée sur le grossissement des précipités de phases θ' .

La phase θ' est cohérente avec la matrice (Al) selon les relations : $(002)_{\theta'} // (002)_{(Al)}$ et $[110]_{\theta'} // [110]_{(Al)}$.

Les précipités de phase θ' croissent sous forme de fines plaquettes (de forme approximativement carrée) dont les faces principales partagent le plan d'habitat $(002)_{\theta'} // (002)_{(Al)}$ avec la matrice.

Les figures 2.8 et 2.9 présentent respectivement l'évolution de la largeur moyenne (appelée longueur moyenne lors de l'étude d'Osmond) et de l'épaisseur moyenne des plaquettes de phase θ' à 200°C, 250°C et 300°C. Les cinétiques mesurées par Osmond correspondent bien à celles établies au cours d'autres études [MERLE and FOUQUET, 1981] [SANKARAN and LAIRD, 1974], en particulier en ce qui concerne l'épaisseur. En ce qui concerne la largeur des plaquettes, les écarts entre les mesures relevées dans les diverses études présentées figure 2.8 résultent essentiellement de paramètres de traitement thermique tels que la vitesse de trempe, le temps de maintien dans le bain de trempe, le temps de maturation ou la vitesse de chauffage jusqu'à la température de revenu qui influent fortement sur la densité de germes (nombre de germes par unité de volume).

En effet au cours de l'étape de croissance des plaquettes contrôlée par l'appauvrissement en solutés de la solution solide sursaturée après la trempe, la largeur des plaquettes augmente rapidement jusqu'à ce que les extrémités des plaquettes se soient rapprochées d'autres plaquettes. Les plaquettes partageant alors la zone de matrice où elles puisent les solutés

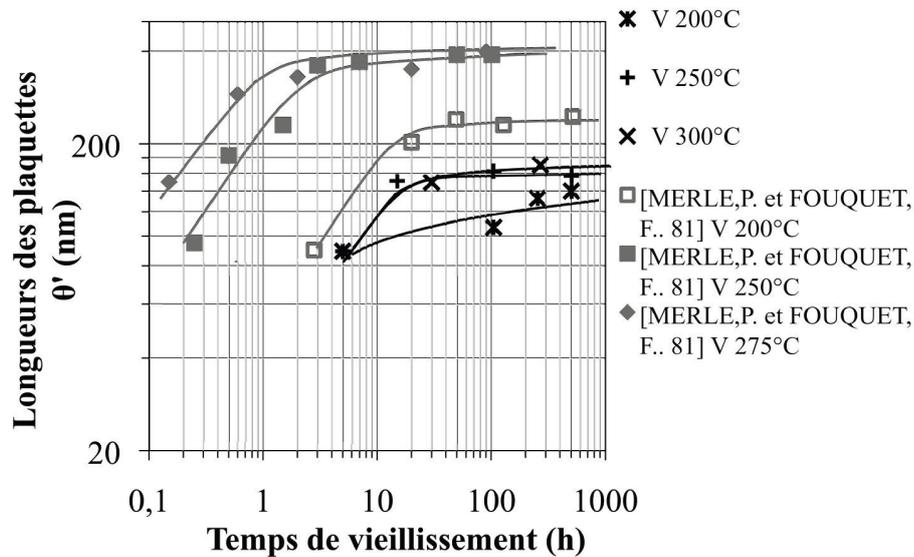


FIGURE 2.8 – AISi7Cu3,5Mg0,1 - Evolution de la largeur de la précipitation métastable θ' et Q' au cours du vieillissement pour différentes études [OSMOND, 2010] [MERLE and FOUQUET, 1981]

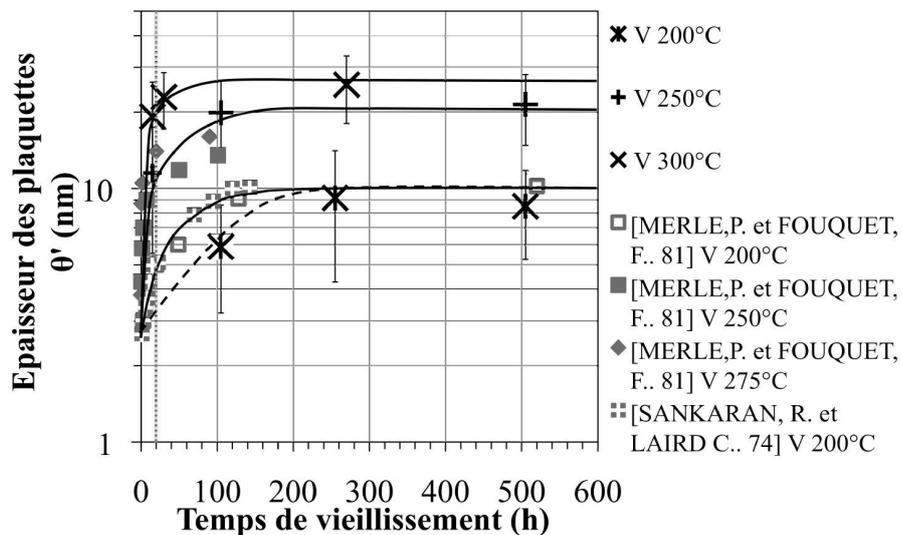


FIGURE 2.9 – AISi7Cu3,5Mg0,1 - Evolution de l'épaisseur de la précipitation métastable θ' et Q' au cours du vieillissement pour différentes études [OSMOND, 2010] [MERLE and FOUQUET, 1981] [SANKARAN and LAIRD, 1974]

permettant leur grossissement, voient alors leur cinétique de croissance ralentir, ce qui sera d'ailleurs plus sensible sur l'élargissement des plaquettes que sur leur épaisseur. Ainsi, d'une part la distribution des germes de précipité a un effet remarquable sur la largeur que peuvent atteindre les plaquettes puisque plus ces germes seront nombreux, plus les plaquettes

limiteront mutuellement leur croissance rapidement et moins ces plaquettes pourront étendre leur surface. D'autre part, la cinétique de croissance en largeur à 250°C et 300°C présente un premier stade de croissance rapide suivi d'un second stade de croissance beaucoup plus lent voire même une saturation de la largeur moyenne des plaquettes.

L'épaississement atteint un stade lent bien plus tard que la croissance en largeur. L'épaississement est globalement moins gêné que ne l'est l'élargissement par la proximité entre plaquettes et se poursuit donc rapidement jusqu'à ce que la concentration en soluté de la solution solide ait rejoint la valeur d'équilibre à la température de vieillissement. Ensuite, l'évolution de l'épaisseur moyenne des plaquettes relève du mûrissement de la microstructure de précipitation de la phase θ' . L'augmentation de la valeur moyenne de l'épaisseur est cependant très faible, voire nulle bien que le mûrissement se produise à la fois par dissolution des plus petites plaquettes mais également par épaississement de chaque plaquette aux dépens de sa surface : les atomes de solutés quittent la surface latérale de la plaquette pour participer à la constitution d'une "couche" supplémentaire sur la surface de la plaquette. Le rapport surface / longueur - ou largeur si l'on considère toujours que la plaquette est carrée - , que l'on appellera "rapport d'élancement", tend alors vers une valeur d'équilibre correspondant à la minimisation de la somme de l'énergie de surface (ou plutôt d'énergie d'interface entre les plaquettes et la matrice) et de l'énergie élastique.

A noter que la fraction volumique de phase θ' reste stable pour des vieillissements isothermes à 250°C pendant des temps allant jusqu'à 500 heures, alors que celle-ci diminue significativement pour des vieillissements à 300°C dès les premières 250 heures de vieillissement pendant lesquelles les précipités de phase θ' commencent progressivement à se transformer en précipités de phase θ -Al₂Cu (Figure 2.10).

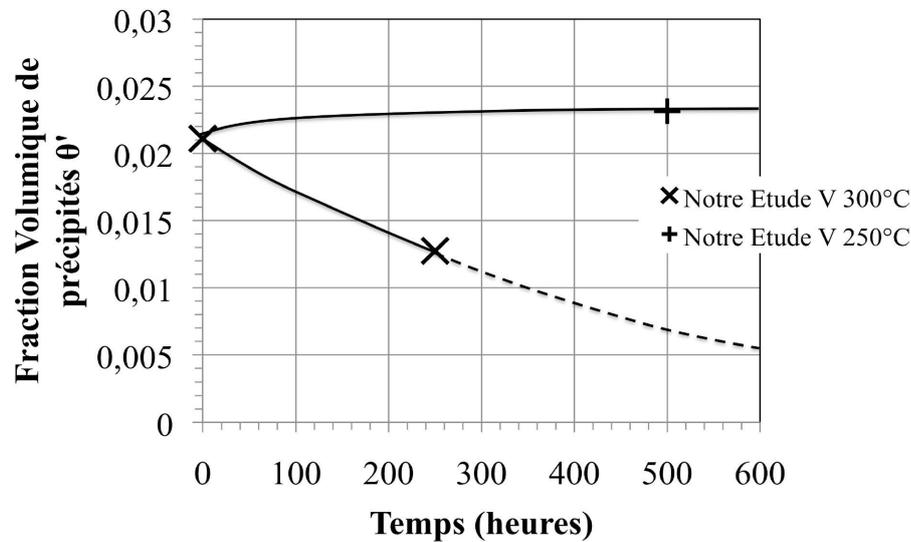


FIGURE 2.10 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 - Evolution de la fraction volumique de la précipitation métastable θ' et Q' au cours du vieillissement

2.5 Vieillissement isotherme de l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 de la coulée utilisée dans la suite de cette étude

Ainsi qu'il l'a déjà été signalé, les échantillons (échantillons d'étude microstructurales et éprouvettes d'essais mécaniques) de cet alliage qui ont été utilisés dans la présente étude, ont été extraits de pièces coulées provenant d'un lot de matière différent de celui utilisé dans le cadre de la thèse de Osmond [OSMOND, 2010]. Le processus d'élaboration de l'alliage puis de coulée et de traitement thermique des culasses étant relativement complexe et étant réalisé dans les conditions de la production industrielle qui laisse certaines marges d'incertitudes sur de nombreux paramètres de ce processus, il s'est avéré nécessaire de vérifier que les résultats de l'étude du vieillissement isotherme de l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 réalisée par Osmond restaient pertinents pour la suite de l'étude de cet alliage qui fait l'objet du présent travail.

La vérification de la nature des phases précipitées ainsi que les mesures de paramètres morphologiques des précipités des différentes phases ont été réalisées pour deux états de vieillissement qui avaient déjà été analysés dans l'étude d'Osmond, ce qui permet à la fois de s'assurer de la cohérence des résultats avec l'étude précédente et d'y apporter des résultats complémentaires.

2.5.1 AlSi7Cu3,5Mg0,1 - Vérification de l'identification des phases précipitées

2.5.1.1 Identification en microscopie électronique en transmission

L'analyse des phases précipitées dans les échantillons d'alliage dans les deux états de vieillissement considérés a été réalisée selon la méthode présentée au paragraphe 2.3.

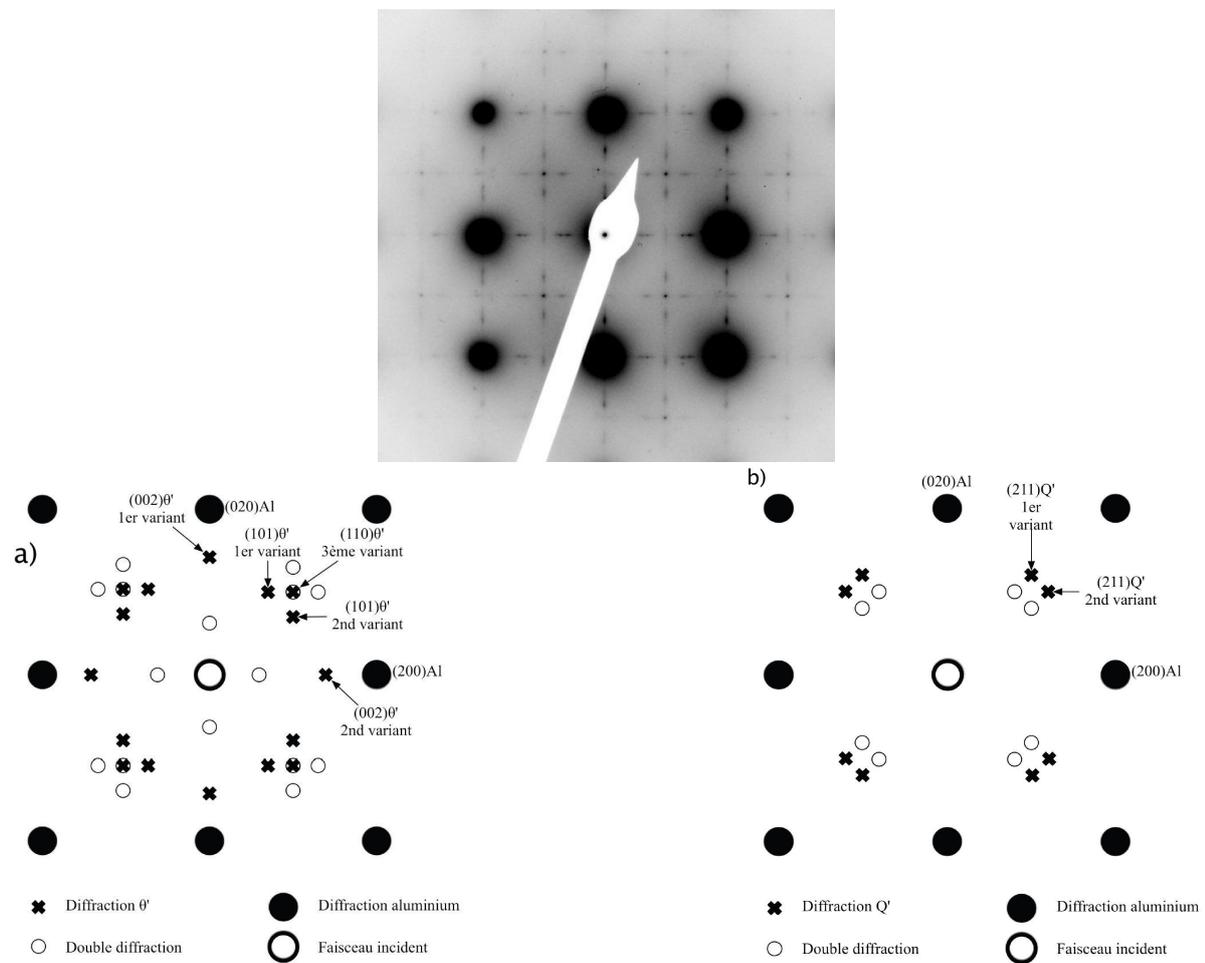


FIGURE 2.11 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 - V200°C/100h : Cliché de diffraction d'axe de zone $[001]_{Al}$ et simulation des clichés de diffraction d'axe de zone $\langle 100 \rangle$ calculées en prenant en compte la matrice (Al) et les différents variants d'une phase parmi les différentes phases semi cohérentes susceptibles d'être

La figure 2.11 présente un cliché de diffraction d'axe de zone $[001]_{Al}$ représentatif de tous les clichés réalisés dans les échantillons correspondant à l'état V 200°C / 100h ainsi qu'à l'état V 250°C / 10h. Ce cliché a été indexé par comparaison avec des simulations de clichés de diffraction d'axe de zone $\langle 100 \rangle$ calculées en prenant en compte la matrice (Al) et les différents variants d'une phase parmi les différentes phases semi cohérentes susceptibles d'être

présentes dans les états de vieillissement étudiés, soient Q' et θ' [OSMOND, 2010]. Ces comparaisons permettent de vérifier la présence de la phase θ' et, peut-être, de phase Q' dans les échantillons correspondant aux deux états de vieillissement. En effet, d'une part, si le cliché de diffraction d'axe de zone $\langle 001 \rangle$ présente des taches spécifiques à la phase θ' , les taches relatives à la phase Q' sont difficilement dissociables de taches de la phase θ' . On note qu'aucun des clichés de diffraction réalisés dans ces échantillons, ne présente de cercles ("anneaux") de taches de diffraction qui auraient permis de vérifier la présence de précipités des phases incohérentes (Si) et θ' - Al_2Cu . En imagerie en champ clair, il apparaît que les précipités incohérents présents dans l'alliage sont trop espacés pour permettre d'obtenir de tels anneaux de taches sur un cliché de diffraction réalisé avec un diaphragme d'aire sélectionnée d'un diamètre cohérent avec l'étendue des zones minces de l'échantillon de MET. Les précipités incohérents observés en champ clair sont considérés comme des précipités de phase (Si), la transformation de la phase semi-cohérente θ' en phase incohérente θ n'ayant pas encore débuté pour les état de vieillissement analysés ici.

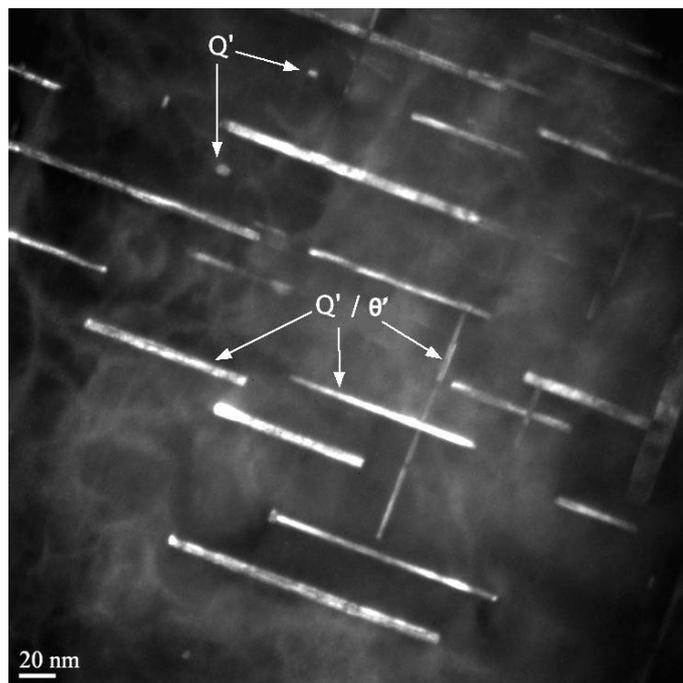


FIGURE 2.12 – $AlSi_7Cu_{3,5}Mg_{0,1}$: Image en champ sombre sur $g = \frac{1}{2}\langle 220 \rangle_{(Al)}$. Mise en contraste des précipités θ' et/ou Q'

Les images en champ sombre ont été réalisées en laissant la zone de l'échantillon dans l'orientation correspondant à celle permettant d'obtenir un cliché de diffraction d'axe de zone $[001]_{(Al)}$, c'est-à-dire une orientation pour laquelle le rayon incident est proche de la

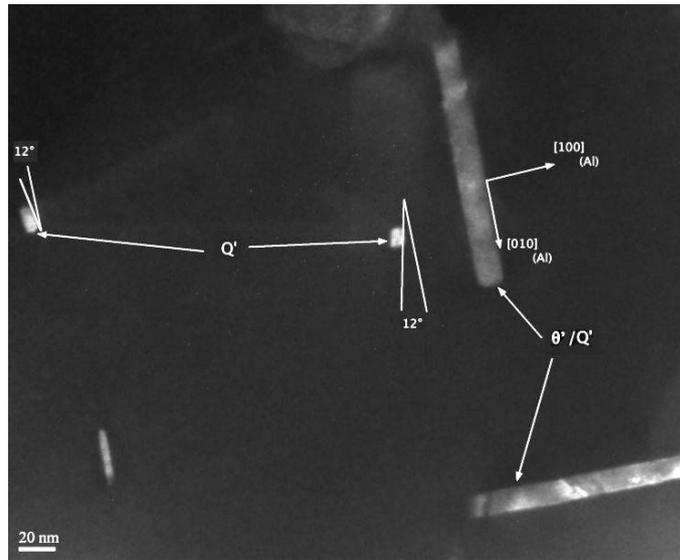


FIGURE 2.13 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 - Image en champ sombre sur $g = \frac{1}{2}\langle 220 \rangle_{(Al)}$. Mise en contraste des précipités Q' dans la matrice (Al)

direction [001] de la matrice (Al). Le contraste de ces images en champs sombres résulte du placement du plus petit diaphragme de l'objectif (diaphragme de contraste) autour de la position, dans le cliché de diffraction, correspondant à $g = \frac{1}{2}\langle 220 \rangle_{(Al)}$.

Les clichés de diffraction simulés de la figure 2.11 permettent de déterminer que ces images en champs sombres mettent en contraste les précipités de trois variants de la phase θ' et deux variants de la phase Q' (figure 2.12). Les précipités de phase θ' ayant la morphologie de fines plaquettes de surface approximativement carrée, leurs images dans ces champs sombres sont, pour deux variants, des rectangles de longueur parallèle aux deux directions $\langle 100 \rangle$ de la matrice et de faible largeur correspondant à l'épaisseur de la plaquette, et, pour le troisième variant, des carrés présentant un faible contraste du fait de la faible épaisseur des plaquettes. Les précipités de phase Q' ayant la morphologie de fines lattes de section rectangulaire, les images dans ces champs sombres, des deux variants identifiés dans les clichés de diffraction sont des rectangles de longueur parallèle aux deux directions $\langle 100 \rangle$ de la matrice et de faible largeur correspondant à l'épaisseur des lattes (mesurée dans une direction perpendiculaire à leur longueur dans le plan de l'image). Il apparaît que dans ces champs sombres les images des précipités de phase Q' et de deux des variants de phase θ' ont la même géométrie.

Le cliché de diffraction d'axe de zone $\langle 001 \rangle$ et ces champs sombres sur $g = \frac{1}{2}\langle 220 \rangle_{(Al)}$ ne suffisent donc pas à vérifier la présence de la phase Q'. Cependant, des images en champs

sombres correspondant à $g = 2/3 \langle 100 \rangle^*$ permettent de mettre en contraste les seuls précipités θ' et par comparaison entre ces différents champs sombre, la présence de précipités de phase Q' est ainsi vérifiée.

De plus les champs sombres sur $g = \frac{1}{2} \langle 220 \rangle_{(Al)}^*$ présentent des images rectangulaires de faible dimension qui correspondent aux sections des précipités d'un troisième variant de la phase Q' dont les lattes sont alignées, selon leur longueur, avec la direction $\langle 001 \rangle$ à peu près parallèle à la direction du faisceau d'électrons incidents (figure 2.13). En effet, les limites de ces images rectangulaires présentent des directions qui forment un angle de 12° avec les directions $\langle 100 \rangle$ de la matrice, caractéristique des relations d'interface entre les lattes de phase Q' et la matrice (Al). On notera que les précipités de ce variant de Q' sont en contraste dans les champs sombres réalisés avec $g = \frac{1}{2} \langle 220 \rangle_{(Al)}^*$ alors que le cliché de diffraction simulé figure 2.11 ne fait apparaître aucune tache relative à ce variant. Ce contraste est en fait relatif à une tache de diffraction qui se situe hors du plan $(001)^*$ du cliché de diffraction mais suffisamment proche de ce plan pour que le faisceau diffracté suivant cette direction de diffraction puisse participer au contraste du champ sombre relatif à $g = \frac{1}{2} \langle 220 \rangle_{(Al)}^*$. La présence de précipités de phase Q' est ainsi vérifiée dans l'alliage dans les deux états de vieillissement étudiés.

Les précipités de (Si) dans les dendrites d'aluminium sont incohérents avec la matrice. Il s'agit des seuls précipités de l' $AlSi7Cu3.5Mg0.1$ avec une morphologie globulaire, ils sont facilement discernables en champ clair (figure 2.14). Leur présence a été vérifiée pour chacun des deux états de vieillissement.

En conclusion, la présence de trois phases : θ' , Q' et Si a été vérifiée par microscopie électronique en transmission dans le lot d'alliage $AlSi7Cu3.5Mg0.1$ utilisé dans la présente étude, pour les deux états de vieillissement examinés.

2.5.1.2 Identification en diffraction des rayons X

Afin de déterminer la microstructure de précipitation par une autre méthode, des échantillons de l' $AlSi7Cu3.5Mg0.1$ ont été analysés par diffraction des rayons X en utilisant le rayonnement de haute énergie produit par le synchrotron de l'ESRF.

L'échantillon polycristallin est irradié par le faisceau incident, soit en le maintenant fixe, soit en lui faisant subir une rotation autour d'un axe arbitraire de manière à multiplier les positions dans lesquels des grains se retrouveront orientés par rapport au faisceau incident en respectant la condition de Bragg. Le cliché de diffraction enregistré grâce à un détecteur 2D,

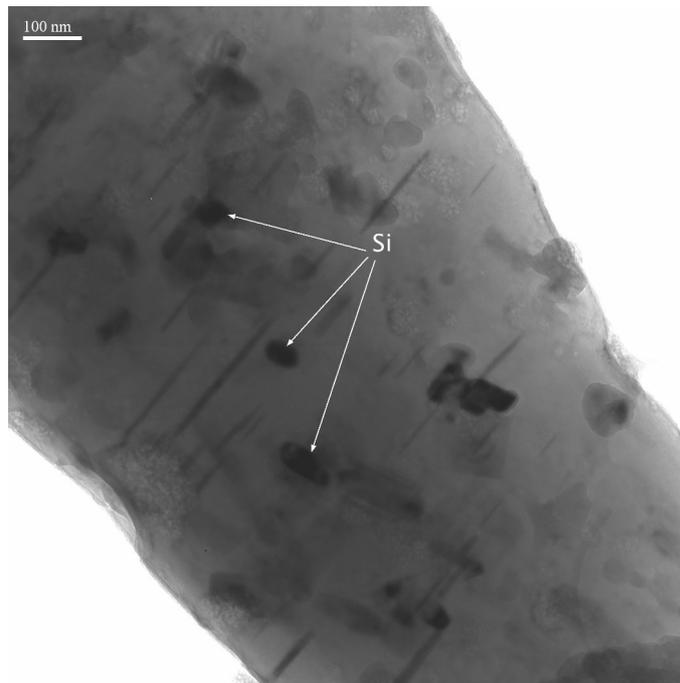


FIGURE 2.14 – ALSi7Cu3,5Mg0,1 - V 250°C/10h : Image en champ clair. Précipités de (Si)

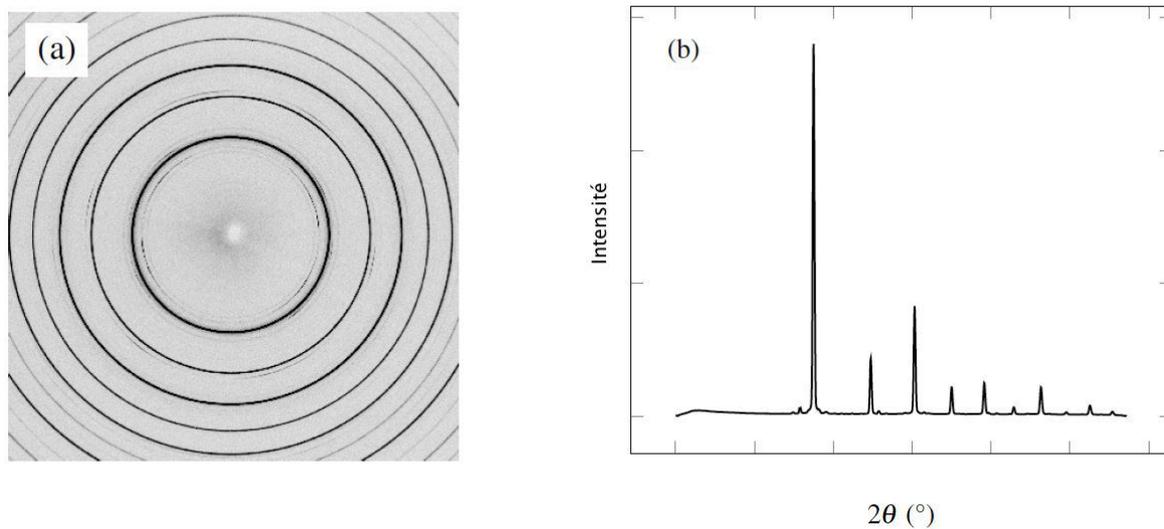


FIGURE 2.15 – Exemple d'un motif obtenu classiquement par HEXRD (a) obtenu avec un détecteur 2-D et (b) après l'intégration réalisée avec le logiciel Fit2D ([ESIN et al., 2014])

est un cliché d'anneaux (analogue à un cliché de Debye-Sherrer).

Le nombre de photons X diffractés comptés par le détecteur plan en chaque pixel est intégré circulairement avec le logiciel Fit2D de manière à obtenir un diffractogramme présentant l'intensité diffractée (relative) en fonction de l'angle de diffraction 2θ . Le diffractogramme est dépouillé grâce au logiciel Fullproof (ILL) : l'identification des phases présentes dans l'échantillon est réalisée par comparaison entre un diffractogramme simulé à partir d'une liste de phases potentiellement présentes et des données cristallographiques qui leur sont relatives, fournies par une base de données associée au logiciel ou introduite par l'expérimentateur.

Deux protocoles expérimentaux ont été utilisés :

1. Dans un premier type d'essai, les échantillons ont été placés sur la platine porte objet sans rotation (l'échantillon est gardé fixe par rapport au faisceau incident). Cet essai ne permet d'obtenir que des informations qualitatives puisque le nombre de grains dans lesquels le faisceau incident diffracte est trop faible pour que des analyses quantitatives puissent être réalisées.
2. Dans un deuxième type d'essais, la platine a été mise en rotation afin de faire diffracter le faisceau incident dans un plus grand nombre de grains de l'échantillon, ce qui permet un dépouillement quantitatif du diffractogramme en termes de fraction de phases et de taille de précipités.

Un mauvais alignement de l'axe de la platine avec le faisceau incident a cependant rendu inexploitable les diffractogrammes obtenus par ce second type d'essais. Ainsi seules des informations qualitatives sur la nature des phases en présence ont pu être acquises dans les échantillons analysés par cette méthode.

Seul l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 a été analysé en HEDRX. En effet, dans l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3 , la fraction volumique de la phase β' , les dimensions des précipités de cette phase et les faibles numéros atomiques des éléments constituant cette phase font que l'intensité diffractée par cette phase β' reste trop faible pour permettre l'exploitation, même qualitative, des diffractogrammes.

Pour chaque phase, les paramètres utilisés dans l'exploitation du diffractogramme sont :

1. son groupe d'espace
2. ses paramètres de maille
3. son motif (nature des atomes et coordonnées dans la maille)

Ces données sont regroupées dans le tableau 2.2.

Le premier échantillon qui a été analysé correspond à l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 dans l'état T7. Le diffractogramme expérimental est superposé avec le diffractogramme simulé afin de pouvoir indexer les pics de diffraction. Les résultats de cette indexation sont présentés figure 2.16. Cette indexation permet de confirmer la présence des phases θ' , θ , Q' et (Si).

Le deuxième échantillon correspond à l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 vieilli pendant 10h à 250°C . L'indexation du diffractogramme confirme également la présence des phases θ' , θ , Q' et (Si) (figure 2.17).

Le troisième échantillon correspond à l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 vieilli pendant 100h à 200°C . Le diffractogramme obtenu s'avère trop bruité pour pouvoir être exploité. Seules les raies d'(Al) de structure CFC et de (Si), de structure diamant sont identifiables

Ces analyses permettent de confirmer que les phases θ' , Q' sont présentes dans l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 dans certains des états de vieillissement étudiés. Elles attestent également de la présence de la phase θ que qui n'a pas été identifiée en microscopie électronique en transmission. Cependant, il est probable que ces précipités de phases θ dont la présence est révélée par HEDRX ont précipité pendant l'élaboration de l'alliage et n'ont pas été dissouts lors de l'étape de remise en solution du traitement thermique T7. Il s'agit donc probablement de précipités d'occurrence faible et de taille plus importante que les précipités apparus pendant le revenu et les vieillissements, ce qui justifie le fait qu'ils n'aient pas été identifiés en MET.

Bilan

L'identification des phases précipités qui a été réalisée dans l' AlSi7Cu3,5Mg0,1 à la fois en microscopie électronique à transmission et en diffraction des rayons X a donné les résultats analogues à ceux obtenus par Osmond [OSMOND, 2010]. On confirme ainsi que les deux lots de matières présentent des microstructures de précipitation formées des mêmes phases.

Dans les états de vieillissement examinés dans la présente étude, la microstructure de précipitation est composée de précipités de phases θ' , Q' et (Si).

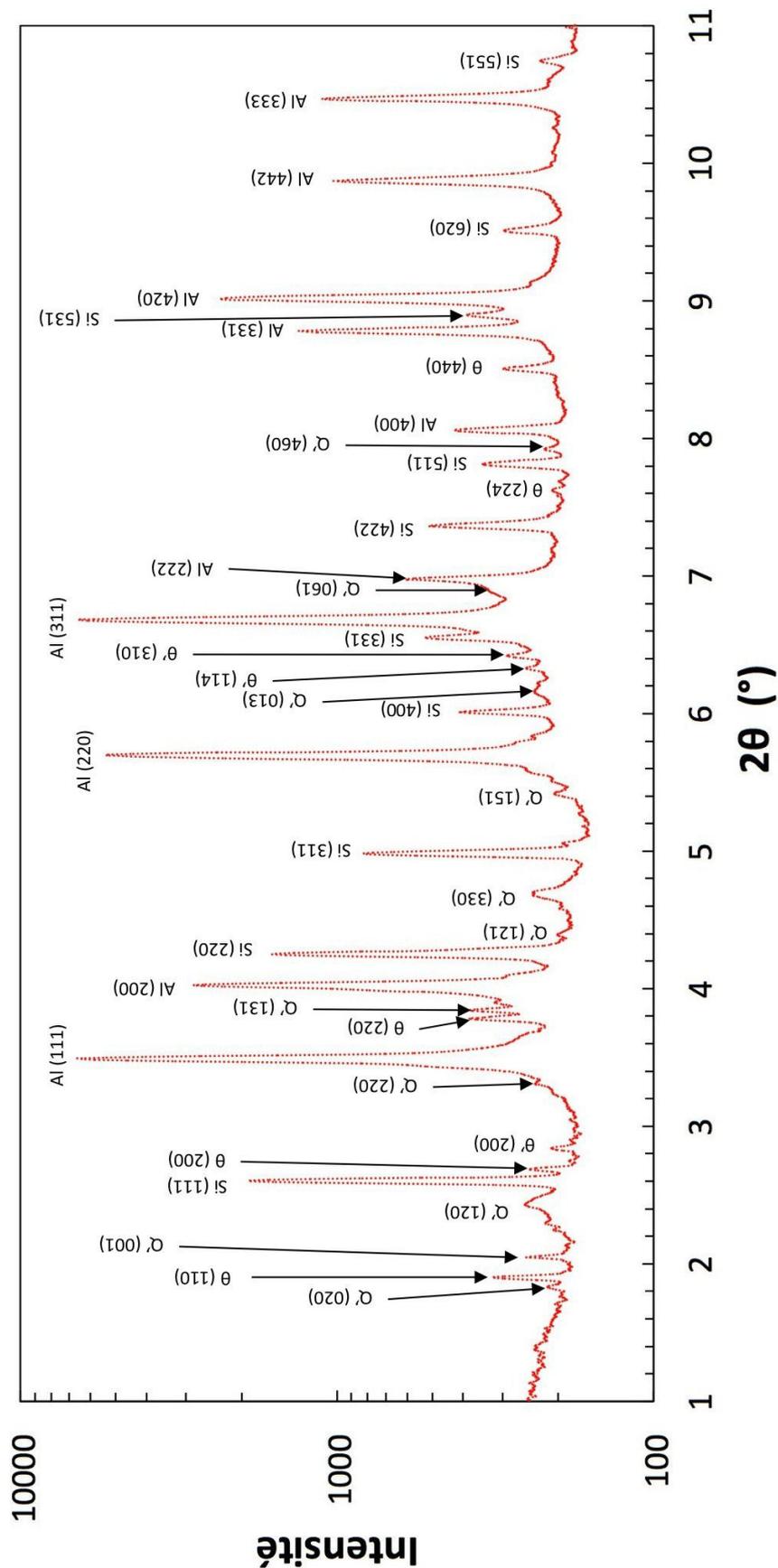


FIGURE 2.16 – AlSi7Cu3.5Mg0.1 - T7 : Diffractogramme indexé

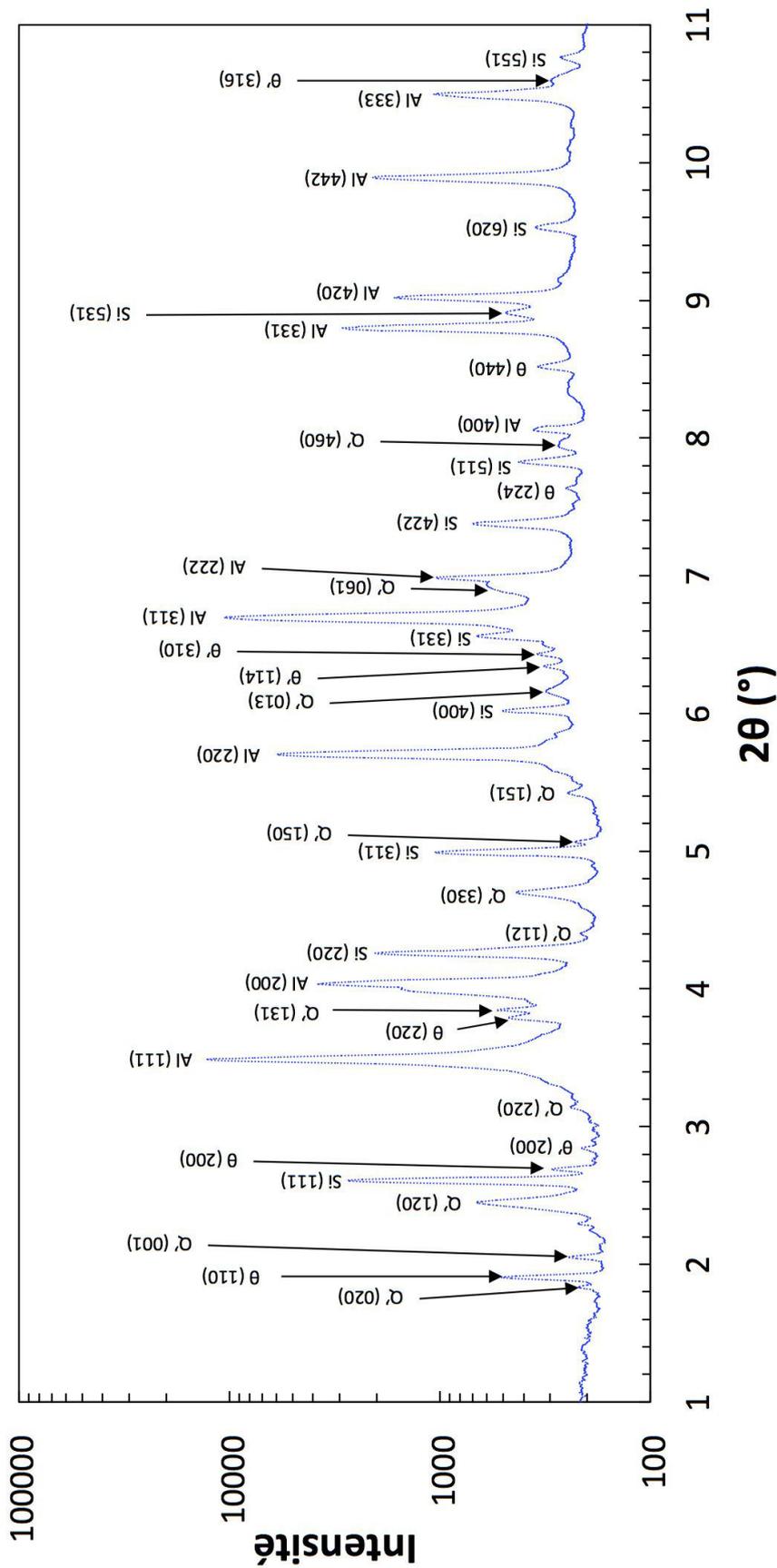


FIGURE 2.17 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 - V 250°C/10h : Diffractogramme indexé

2.5.2 AlSi7Cu3,5Mg0,1 - Mesure des paramètres morphologiques

Les mesures ont été réalisées sur différents grains de plusieurs lames minces afin d'avoir un échantillonnage représentatif de l'état de précipitation de l'alliage.

L'analyse de la microstructure de précipitation et des paramètres géométriques a été effectuée par diffraction et imagerie en microscopie électronique en transmission pour chaque état de vieillissement. Comme Osmond [OSMOND, 2010], l'observation des phases semi-cohérentes a été réalisée par imagerie en champ sombre et les phases incohérentes ont été imagées en champ clair. Un traitement d'image de seuillage réalisé avec le logiciel ImageJ a été utilisé afin d'obtenir les paramètres morphologiques des précipités (figure 2.18).

Les paramètres morphologiques retenus pour illustrer le mûrissement des précipités θ' et Q' sont l'épaisseur des images des précipités θ' , la longueur des images des précipités θ' et Q' (nous avons vu lors de l'identification des phases précipitées que ces précipités ne peuvent être différenciés lorsqu'ils sont vus "de coté" sur une image en champ sombre correspondant à $g = \frac{1}{2}\langle 220 \rangle_{(Al)}$ et le rayon du cercle dans lequel la section rectangulaire d'une image de précipités Q' vu "debout", est inscrite

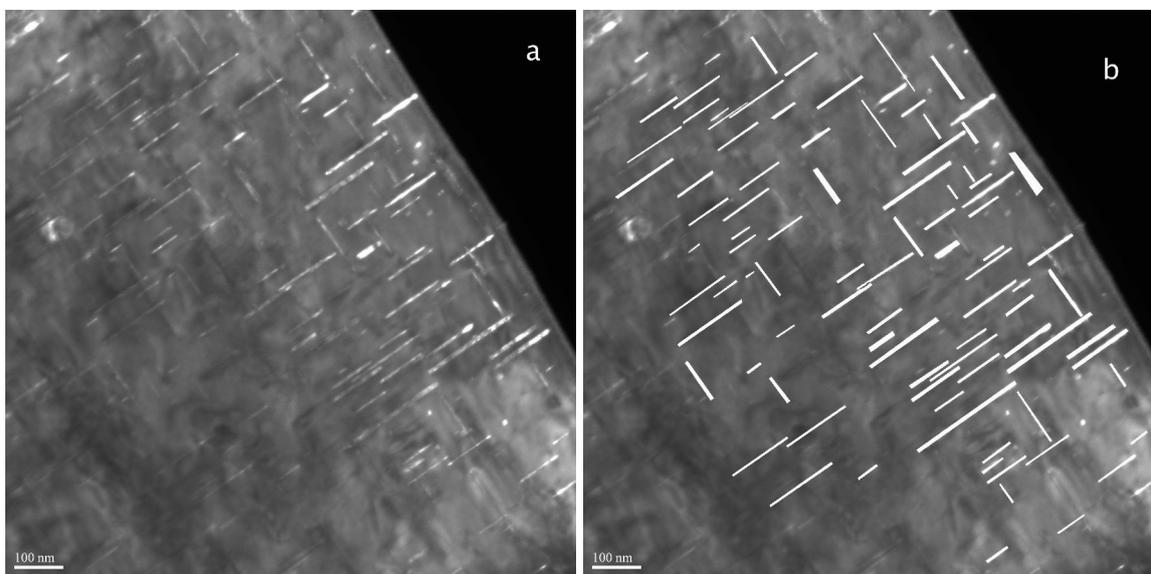


FIGURE 2.18 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 - Image en champ sombre sur $g = \frac{1}{2}\langle 220 \rangle_{(Al)}$: a) image originale avec des précipités θ' et/ou Q' en contraste, b) image avec les images des précipités "seuillées"

Pour chaque paramètre morphologique, des histogrammes du nombre de précipités, ayant une valeur de paramètre dans une fourchette donnée, ont été réalisés (figure 2.19 et 2.20).

L'identification des phases précipitées dans l'AlSi7Cu3,5Mg0,1 a montré que les précipités θ' et Q' ne peuvent être différenciés lorsqu'ils sont vus de profil sur une image en champ sombre correspondant à $g = \frac{1}{2}\langle 220 \rangle_{(Al)}$. La structure unimodale de l'histogramme des longueurs des images des précipités θ' et Q' confirme que ces précipités ne peuvent être différenciés selon leur longueur

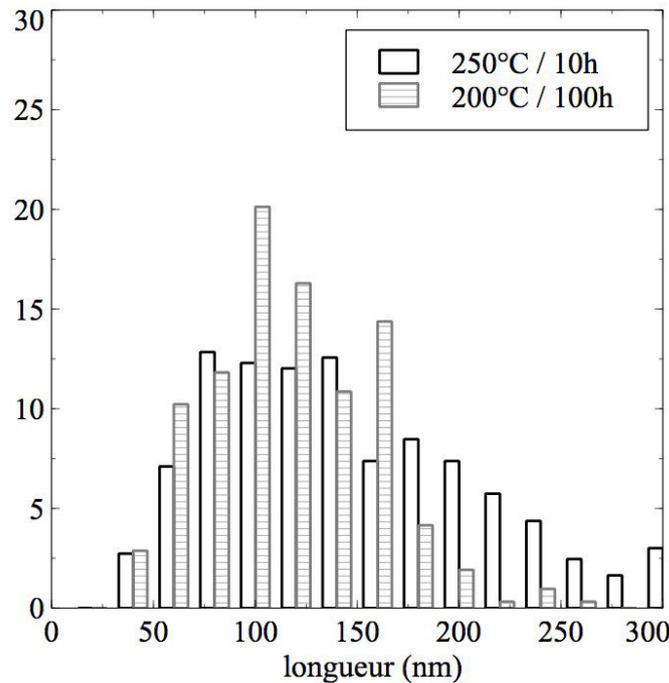


FIGURE 2.19 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 : Distribution des longueurs de Q' et θ'

Précipitation semi-cohérente θ' et Q'

Etats de vieillissement	Longueur (nm)	Épaisseur (nm)
T7	89,27	4,27
250°C - 10h	139,9	10,89
200°C - 100h	109,9	5,58

Précipitation incohérente Si

Etats de vieillissement	Rayon (nm)
250°C - 10h	35,33
200°C - 100h	31,09 8

TABLE 2.4 – Valeurs moyennes des paramètres morphologiques de l'alliage l'AlSi7Cu3,5Mg0,1

Les mesures des paramètres morphologiques des précipités θ' et Q' confondus sont très

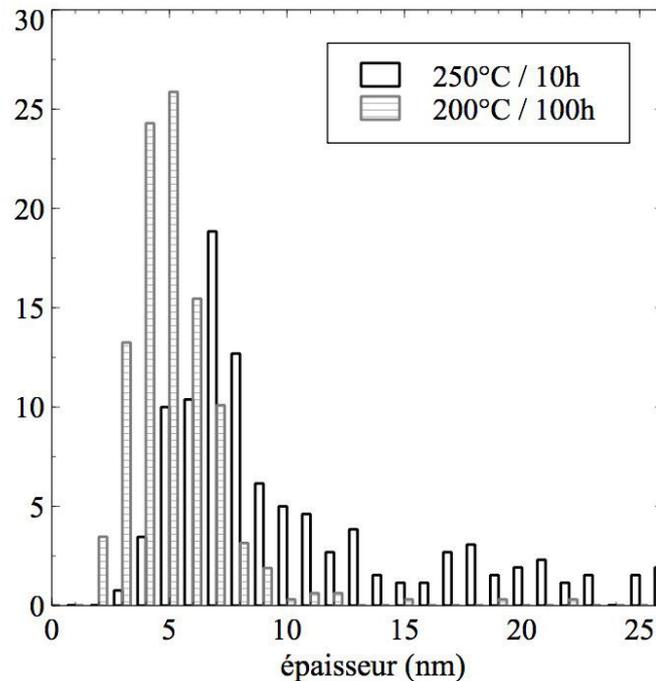


FIGURE 2.20 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 : Distribution des épaisseurs de Q' et θ'

proches de celles obtenues par Osmond [OSMOND, 2010]. Il n'y a donc de différence entre les deux lots de matière en termes de paramètres morphologiques de la précipitation.

2.6 Conclusion

L'identification des phases précipitées de l'AlSi7Cu3,5Mg0,1 en microscopie électronique en transmission et en diffraction des rayons X a permis de confirmer que les phases précipitées identifiées dans le lot d'alliage utilisé pour la présente étude sont identiques à celles identifiées par Osmond dans le lot d'alliage utilisé dans son étude [OSMOND, 2010].

Les mesures des paramètres morphologiques réalisées pour les deux états de vieillissement de l'alliage l'AlSi7Cu3,5Mg0,1 examinés dans la présente étude montrent que la microstructure de précipitation est également identique dans les deux lots d'alliages.

Les caractéristiques des précipités β' dans l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3 n'a pas permis d'identifier la microstructure de précipitation en diffraction des rayons X. Cependant, l'étude réalisée par Osmond [OSMOND, 2010] permet de connaître de façon précise les phases

précipitées présentes dans l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3 dans les états de vieillissements et de température d'essais qui sont étudiés dans les chapitres suivants.

Par ailleurs, afin de disposer de l'ensemble des informations relatives aux phases précipitées dans l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 , il aurait été utile de mesurer la fraction volumique des phases précipités θ' , Q' et (Si). L'identification des phases précipitées par HERDX a montré que la répétition de ces analyses dans des conditions expérimentales permettant la rotation des échantillons permettra d'accéder à des mesures d'intensités relatives permettant la détermination de ces fractions volumiques.

Chapitre 3

Comportement Mécanique

Sommaire

3.1	Introduction	57
3.2	Etat de l'art	59
3.2.1	Contributions au durcissement...	59
3.2.1.1	Effet du réseau	59
3.2.1.2	Effet de la taille de grain	59
3.2.1.3	Effet des dislocations	60
3.2.1.4	Effet des éléments de solutés	60
3.2.1.5	Effet de la microstructure de précipitation	60
3.2.2	Ecrouissage	61
3.2.3	Comportement Viscoplastique	62
3.2.4	Effet Bauschinger	63
3.3	Protocole Expérimental	65
3.3.1	Géométrie d'éprouvette	65
3.3.2	Montage	65
3.4	Résultats	66
3.4.1	AlSi7Cu0,5Mg0,3 - Influence croisée du vieillissement et de la température d'essai sur le comportement mécanique	66
3.4.1.1	Comportement cyclique transitoire	66
3.4.1.2	Comportement cyclique stabilisé	69
3.4.1.3	Comportement viscoplastique	70
3.4.2	AlSi7Cu3,5Mg0,1 - Influence croisée du vieillissement et de la température d'essai sur le comportement mécanique	72
3.4.2.1	Comportement cyclique transitoire	72

3.4.2.2	Comportement cyclique stabilisé	74
3.4.2.3	Comportement viscoplastique	75
3.4.3	Comportement mécanique à iso-dureté	77
3.4.4	Bilan	80

3.1 Introduction

Le chapitre 2 a permis d'analyser l'effet de vieillissements isothermes sur la microstructure de précipitation. Les alliages $AlSi7Cu0,5Mg0,3$ et $AlSi7Cu3,5Mg0,1$ étant des alliages d'aluminium durcis par précipitation, la microstructure de précipitation joue un rôle majeur dans les propriétés mécaniques.

Il est donc nécessaire d'analyser le comportement mécaniques de ces alliages pour différents états de vieillissement. Pour cela, et dans le cas de figure de matériaux travaillant sur une large gamme de températures, la démarche expérimentale est d'effectuer des essais d'érouissage cyclique, à différentes températures, avec un contrôle en déformation [[RE, 2003]. Afin d'analyser le comportement viscoplastique des alliages, l'essai comprend une période de maintien en déformation, qui provoque une relaxation des contraintes (figure 3.1).¹. Ces essais d'érouissage cyclique ont été effectués pour plusieurs niveaux successifs de déformation. La période de maintien en déformation permet d'obtenir des informations sur le comportement viscoplastique que nous supposons important à haute température. Les essais à 150°C et 250°C ont un nombre de cycles réduits par rapport aux essais à 25°C afin d'éviter un vieillissement du matériau au cours de l'essai.

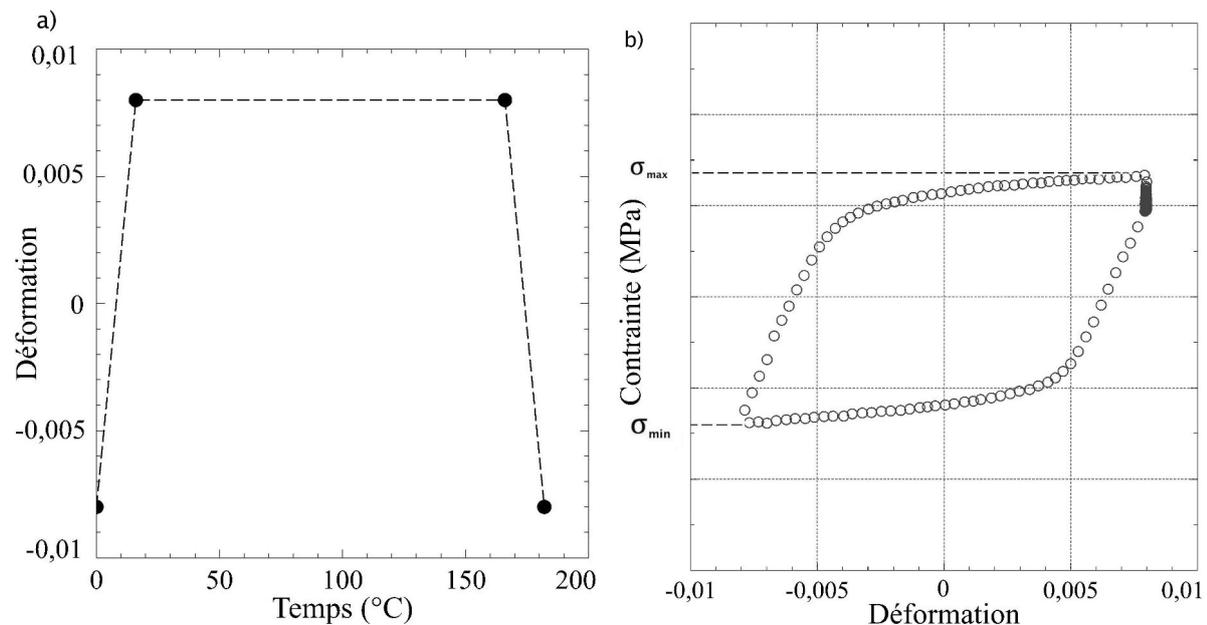


FIGURE 3.1 – a) Evolution de la déformation lors d'un cycle type d'un essai d'érouissage cyclique b) Courbe contrainte - déformation pour un cycle type

1. σ_{max} la contrainte maximum en traction, et σ_{min} la contrainte maximum en compression

La figure 3.2 regroupe tous les états de vieillissement ainsi que toutes les températures qui ont été testées. Ces états de vieillissement ont été choisis afin de couvrir une gamme large de vieillissement isotherme et donc obtenir le plus d'informations sur le comportement mécanique. L'étude réalisée par Osmond [OSMOND, 2010] s'était déjà intéressée à des états T7 (non vieilli) ou très vieilli (V 300°C / 250h)².

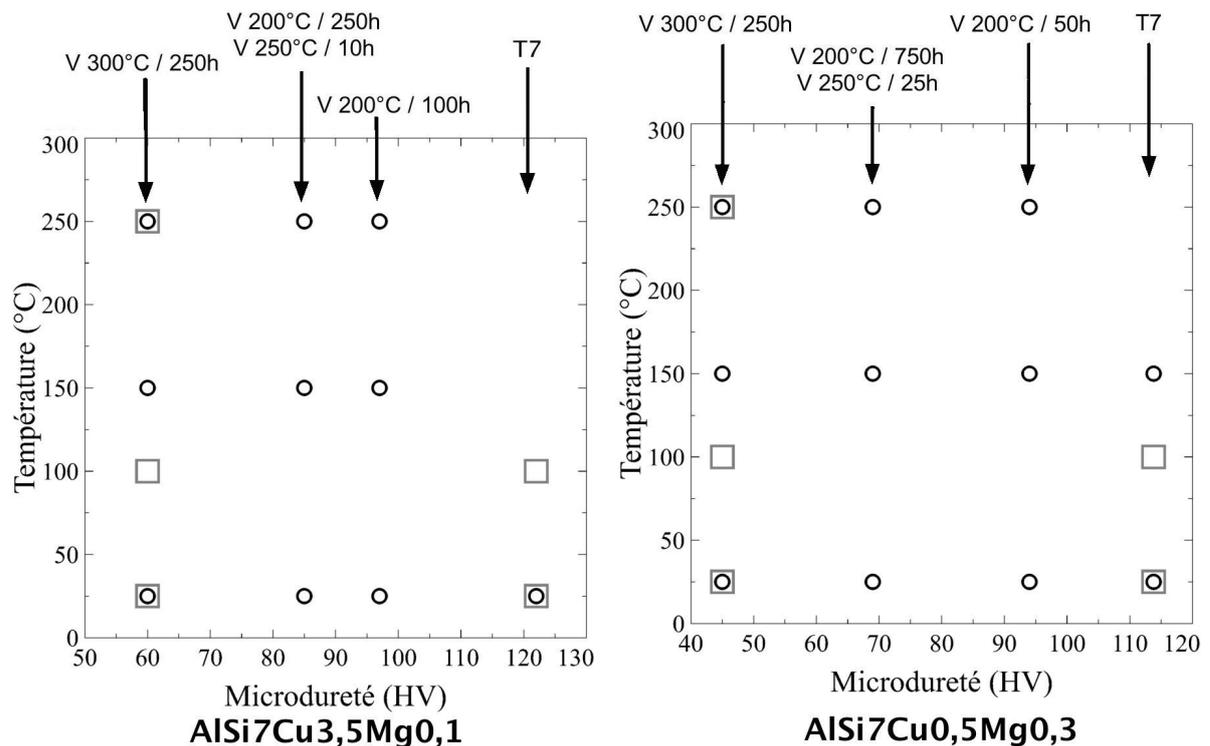


FIGURE 3.2 – Ensemble des essais réalisés pour l'AlSi7Cu3,5Mg0,1 et l'AlSi7Cu0,5Mg0,3 (carré gris : essais effectués lors de l'étude d'Osmond [OSMOND, 2010], rond noir : essais effectués au cours de cette étude)

Pour chaque alliage, deux états de vieillissement avec la même microdureté ont été analysés. Ces états ont été sélectionnés afin d'étudier si, pour une microdureté commune mais avec un vieillissement différent, deux échantillons pouvaient avoir le même comportement cyclique et viscoplastique. Ainsi, nous pourrions obtenir une équivalence dureté - comportement cyclique qui sera utile pour le dimensionnement de la structure.

Avant de présenter les résultats de l'étude de l'effet du vieillissement sur le comportement cyclique des deux alliages, les différentes contributions de la microstructure de précipitation dans la réponse mécanique seront décrites au §3.2. Le protocole expérimental utilisé pour réaliser les essais d'écrouissage cyclique est présenté au §3.3.

2. La notation V signifie que l'alliage a subi un vieillissement thermique

3.2 Etat de l'art

L'objectif de cet état de l'art est de présenter les différents effets des phases précipitées sur la réponse mécanique du matériau (comportement élastique, comportement plastique et comportement viscoplastique).

3.2.1 Contributions au durcissement...

Lors de la déformation élastique, chaque obstacle qui s'oppose au déplacement des dislocations provoque une augmentation de la contrainte d'écoulement et un durcissement du matériau. Ce durcissement se traduit en partie par une augmentation de la limite d'élasticité. Il existe plusieurs types de contribution au durcissement qui vont être présentés ci-dessous. Certaines contributions peuvent être modifiées par la présence de phases précipitées.

3.2.1.1 Effet du réseau

La première opposition au déplacement des dislocations dans le réseau est le réseau lui-même qui provoque une contrainte de friction, appelée contrainte Peirls-Nabarro, sur les dislocations. Cette résistance est, malgré tout, faible dans le cas des matériaux CFC.

3.2.1.2 Effet de la taille de grain

Si le matériau a une densité de dislocations faible, la déformation plastique va apparaître d'abord dans les grains les mieux orientés cristallographiquement pour se déformer. Une fois émise, les dislocations vont glisser sur leur plan de glissement jusqu'à s'empiler sur des obstacles. Les joints de grain sont des obstacles puisqu'ils empêchent les dislocations de passer dans le grain adjacent. Les dislocations proches du joint de grain exercent sur lui une force qui est proportionnelle au nombre de dislocations dans l'empilement. C'est cette force qui lorsqu'elle atteint une certaine valeur permet le glissement dans l'autre grain. Or plus le grain est petit, plus l'empilement sera faible et donc la force provoquée par ce dernier aussi. Ainsi il faudra une contrainte extérieure plus importante pour permettre de transmettre la déformation plastique dans les autres grains. Ainsi la contribution due aux joints de grain est quantifiée par l'équation d'Hall-Petch. Cette relation empirique (équation 3.1) relie la taille de grain d à une contrainte :

$$\sigma_{HP} = \frac{k}{\sqrt{d}} \quad (3.1)$$

Les contributions du réseau et de la taille de grain sont considérées comme indépendantes de la déformation appliquée et souvent représentées par une constante σ_0 qui a une valeur proche de 10 MPa pour des alliages d'aluminium. [FRIBOURG, 2009]

3.2.1.3 Effet des dislocations

Lorsqu'une dislocation glisse sur son plan de glissement, elle peut rencontrer une dislocation immobile qui peut alors s'opposer à son déplacement. Cette dislocation immobile peut se trouver soit sur le même plan de glissement que la dislocation mobile ou dans un autre qui est croisée avec celui de la dislocation mobile [FRIEDEL, 1957]. La présence de dislocations immobiles dans le matériau provoque une augmentation de la limite d'élasticité.

3.2.1.4 Effet des éléments de solutés

Les atomes de solutés présents soit en insertion, soit en substitution dans la matrice s'opposent au déplacement des dislocations et provoquent un durcissement du matériau. En effet, la différence de taille entre un atome de soluté et un atome de la matrice provoque un champ de contrainte local qui va bloquer le déplacement des dislocations.

3.2.1.5 Effet de la microstructure de précipitation

Afin d'améliorer les performances mécaniques de certains matériaux, comme les alliages d'aluminium, des phases sont précipitées avec pour objectif d'être des obstacles au déplacement des dislocations. Ces phases précipitées vont durcir le matériau en augmentant la limite d'élasticité. En fonction de plusieurs variables spécifiques aux phases précipitées (morphologie, taille, fraction volumique, cohérence, distribution), le durcissement par précipitation sera plus ou moins important [MARTIN, 1980].

Des précipités cohérents avec la matrice peuvent être cisailés par les dislocations car présentant une compatibilité cristallographique avec la matrice (cf figure 3.3). Ce cisaillement des précipités par les dislocations provoque le durcissement du matériau.

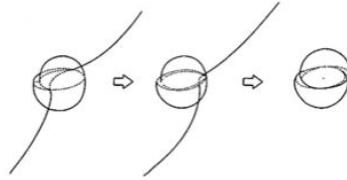


FIGURE 3.3 – Précipité cisailé par une dislocation [MARTIN, 1980]

D'autres précipités, parce qu'ils ont perdus toute cohérence avec la matrice ou parce que leur taille est trop grande, ne peuvent être cisailés et doivent être contournés par les dislocations. Pour les contourner, le niveau de contrainte doit atteindre la contrainte d'Orowan :

$$\sigma_{OR} \propto \frac{\mu b}{l} \quad (3.2)$$

avec μ le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers et l la distance inter-précipité

Plus la distance inter-précipités l sera petite, plus la valeur de σ_{OR} sera importante et donc plus le durcissement sera effectif.

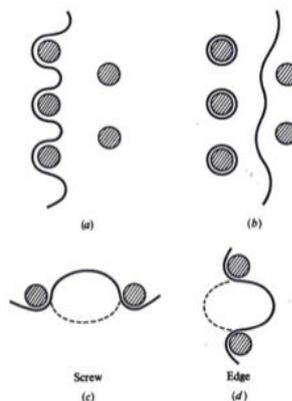


FIGURE 3.4 – Dislocation contourne les précipités et forme une boucle d'Orowan [MARTIN, 1980]

3.2.2 Ecoulement

Lorsque la limite d'élasticité est dépassée, le matériau se déforme plastiquement. L'écrouissage peut être défini comme l'augmentation nécessaire de la contrainte d'écoulement pour déformer plastiquement le matériau. Nos matériaux étant des polycristaux, nous

partirons du principe que différents plans de glissement ont déjà été activés dans chaque grain et que des forêts de dislocations sont déjà formées.

Lorsque la déformation plastique augmente, la densité de dislocations augmente aussi. Les interactions entre les dislocations mobiles et les forêts de dislocations vont donc s'accroître. Ainsi de plus en plus de dislocations mobiles vont être bloquées par des forêts de dislocations provoquant une augmentation de la contrainte d'écoulement et donc de l'écrouissage.

Certains obstacles, comme les joints de grains, provoquent des phénomènes d'empilement de dislocations qui vont se repousser élastiquement entre elles ce qui se traduit par une augmentation de l'écrouissage.

De la même manière que pour le durcissement, la présence de précipités modifie l'écrouissage du matériau. En effet, les précipités sont des sites d'accumulation de dislocations. Price et al. [PRICE and KELLY, 1964] ont également montré que la présence de précipités non-cisaillables provoque une forte augmentation du taux d'écrouissage et crée un glissement multiple.

Cependant la nature des phases précipitées influe sur l'effet de la microstructure de précipitation sur l'écrouissage. Ainsi, si le matériau possède des phases précipitées cohérentes, le taux d'écrouissage sera contrôlé par les mêmes phénomènes que pour un matériau pur. Byrne et al [BYRNE et al., 1961] ont ainsi observé que, pour des alliages d'aluminium possédant des zones GPI et GPII (cisaillables), le taux d'écrouissage est proche d'un Al pur tandis que les alliages durcis par des précipités θ et θ' (non cisaillables) possèdent un taux d'écrouissage initial beaucoup plus important et possèdent plusieurs systèmes de glissement.

3.2.3 Comportement Viscoplastique

A haute température (250°C), les alliages d'aluminium sont fortement viscoplastiques. Les phénomènes viscoplastiques sont particulièrement mis en évidence lors d'essais de fluage ou de maintien en déformation. Ce type de sollicitation permet d'obtenir des informations importantes sur le comportement viscoplastique des matériaux. Des études se sont intéressées au fluage dans les solides cristallins [WEERTMAN, 1960], [POIRIER, 1976], [STOCKER and ASHBY, 1973] et aussi dans les matériaux durcis par précipitation [LAGNEBORG and BERGMAN, 1976] [RÖSLER and ARZT, 1990] [ARTZ, 1991] [RÖSLER et al., 1992].

Une première manière de modéliser le fluage est d'exprimer l'évolution de la vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte. Une manière classique de représenter cette évolution est l'utilisation d'une loi phénoménologique en puissance dite loi de Norton.

$$\dot{\epsilon}_{vp} \propto (\sigma)^n \quad (3.3)$$

Le facteur n permet de quantifier la sensibilité de la vitesse de déformation viscoplastique à la contrainte mécanique. Dans la plupart des matériaux purs, n est compris entre 3 et 5 [WEERTMAN, 1960], [STOCKER and ASHBY, 1973], [ARTZ, 1991]. Cependant dans le cas des matériaux durcis par précipitation, nous pouvons observer des valeurs de n pouvant atteindre 150 [ARTZ, 1991] [RÖSLER et al., 1992]. Ces valeurs de n étant élevées par rapport à celle observée pour les matériaux purs, une nouvelle équation présentant une contrainte seuil a été définie :

$$\dot{\epsilon}_{vp} \propto (\sigma - \sigma_{th})^n \quad (3.4)$$

Arzt [ARTZ, 1991] essaye de donner une explication physique à l'existence de cette contrainte seuil : il s'agit du niveau de contrainte à partir duquel les alliages durcis par précipitation deviennent beaucoup plus résistant au fluage que leur équivalent sans précipitation.

3.2.4 Effet Bauschinger

L'effet Bauschinger est défini comme une diminution de la limite d'élasticité retour après un premier chargement au dessus de la limite d'élasticité (figure 3.5) Il fut observé pour la première fois par un ingénieur allemand Johann Bauschinger.

Un tel effet voit son origine dans deux types de mécanismes :

1. Mécanismes courte distance : ces mécanismes provoquent un abaissement de la résistance au déplacement des dislocations dans le sens opposé de la déformation initial.
2. Mécanismes longue distance : La contrainte interne au matériau facilite le déplacement des dislocations dans le sens contraire de déformation. Cette contrainte interne peut être

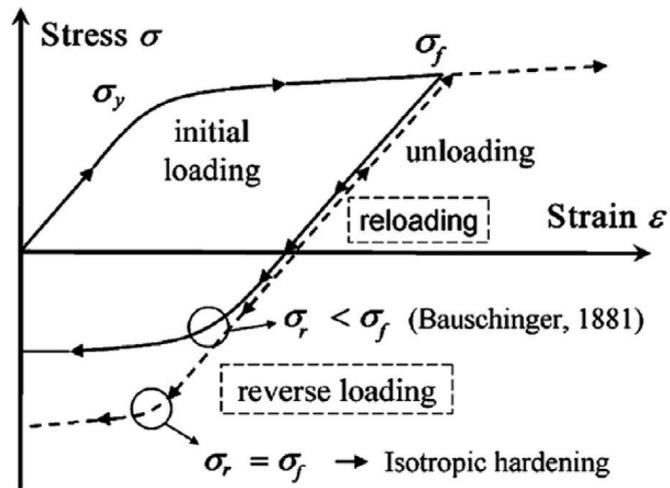


FIGURE 3.5 – Présentation de l'effet Bauschinger [JORDON et al., 2007]

due à des empilements de dislocations aux joints de grains ou aux boucles d'Orowan formées autour des précipités non cisillables.

3.3 Protocole Expérimental

3.3.1 Géométrie d'éprouvette

Etant donnée la taille de grain importante des matériaux étudiés (de l'ordre de la centaine de μm), il est nécessaire d'avoir un volume utile important pour obtenir un comportement représentatif du matériau. La géométrie de la zone utile choisie pour les essais d'écrouissage cyclique est rectangulaire de section 24mm^2 ($4\text{ mm} * 6\text{ mm}$) et de longueur utile 12 mm (figure 3.6). Afin d'analyser le comportement mécanique cyclique de la "zone critique" de la culasse, à savoir le pontet inter-soupapes, les éprouvettes sont obtenues suivant le schéma de prélèvement présenté figure 3.7.

Pour éviter tout effet parasite pouvant être dû aux défauts présents en surface, les éprouvettes sont polies avant essais mécaniques (polissage réalisé avec des papiers SiC puis avec de la poudre diamantée jusqu'au $\frac{1}{4}$ de μm).

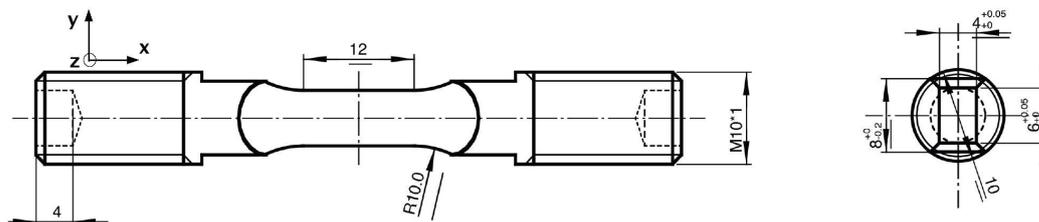


FIGURE 3.6 – Géométrie des éprouvettes pour les essais d'écrouissage cyclique

3.3.2 Montage

Les essais ont été réalisés sur une machine servo-hydraulique avec un extensomètre à jauge de contrainte. La longueur de jauge de ces extensomètres est comprise entre 8 mm et 11 mm . L'extensomètre est placé sur la face courte de l'éprouvette afin de réduire au maximum le risque de flambage (figure 3.8).

La cellule de charge utilisée pour les essais est une cellule de 10kN qui permet d'obtenir une précision suffisamment importante pour les niveaux de charge atteints lors des essais. L'alignement des lignes est réalisé pour chaque essai grâce à l'utilisation d'un alliage à faible point de fusion (même principe d'alignement qu'avec un métal de Wood).

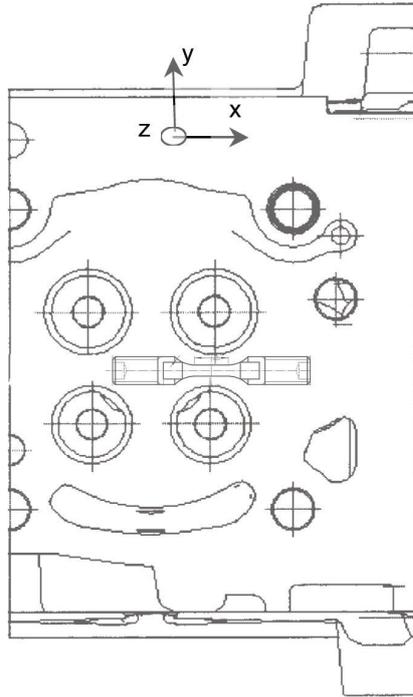


FIGURE 3.7 – Prélèvement d'éprouvette dans le soupape inter-pontet [OSMOND, 2010]

Le chauffage des éprouvettes a été réalisé avec des fours à lampes à halogènes. Le contrôle en température est assuré grâce à un thermocouple de type K et un régulateur Eurotherm 2024 qui pilote le chauffage (figure 3.9). Une calibration thermique de l'éprouvette a été réalisée afin de connaître le gradient thermique présent dans l'éprouvette et de le réduire au maximum (Annexe A). Le montage utilisé pour cette étude permet d'avoir des gradients radiaux et longitudinaux inférieurs à 5°C.

3.4 Résultats

3.4.1 AlSi7Cu0,5Mg0,3 - Influence croisée du vieillissement et de la température d'essai sur le comportement mécanique

3.4.1.1 Comportement cyclique transitoire

Les essais d'érouissage cyclique nous permettent d'observer le comportement mécanique transitoire de l'alliage. Pour observer ce comportement, l'évolution de la contrainte σ_{max} et σ_{min} a été tracée à température ambiante (figure 3.10), à 150°C et 250°C (figure 3.11).

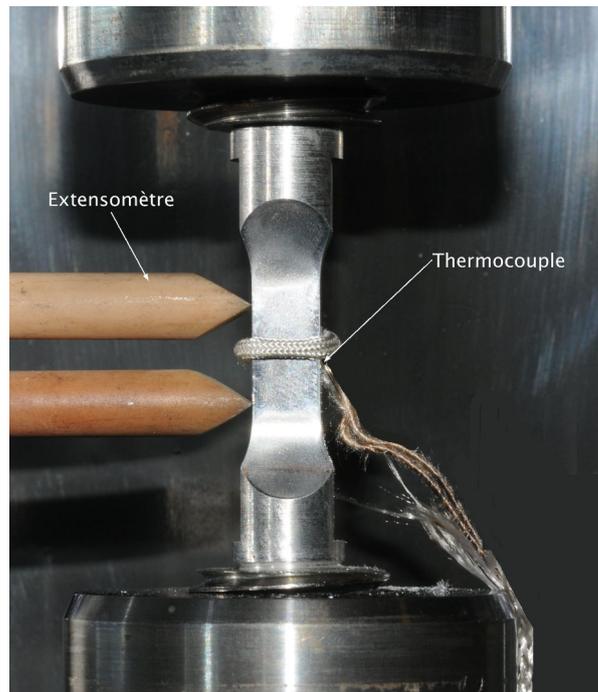


FIGURE 3.8 – Positionnement de l'extensomètre sur une éprouvette

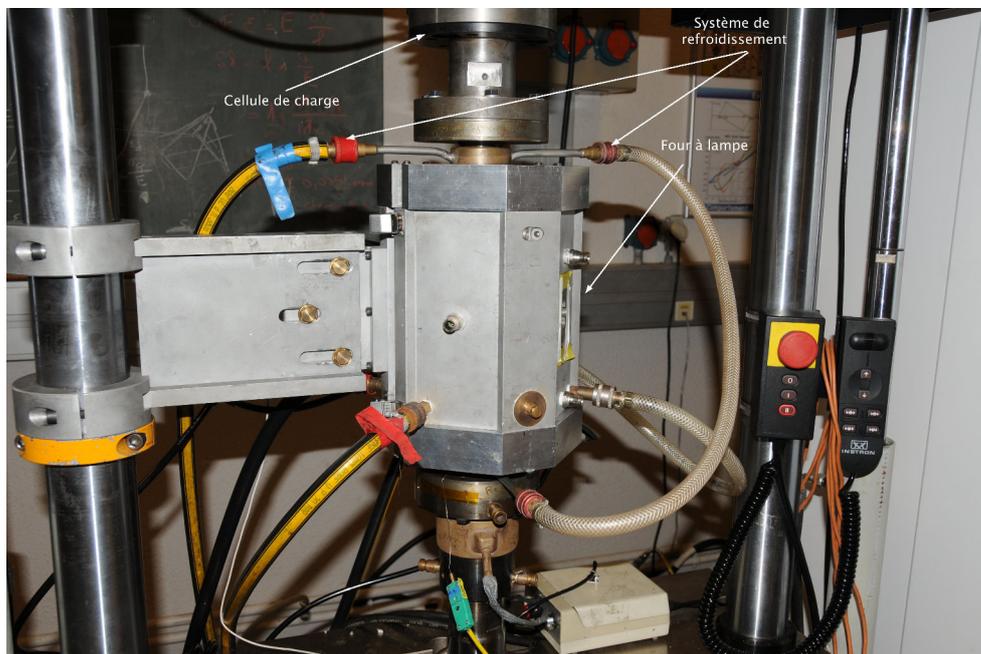


FIGURE 3.9 – Montage expérimentale avec four à lampe fermé

A température ambiante, quel que soit l'état de vieillissement, l'alliage durcit au cours des premiers cycles puis les contraintes se stabilisent. Le comportement cyclique de l'alliage atteint donc rapidement son comportement stabilisé.

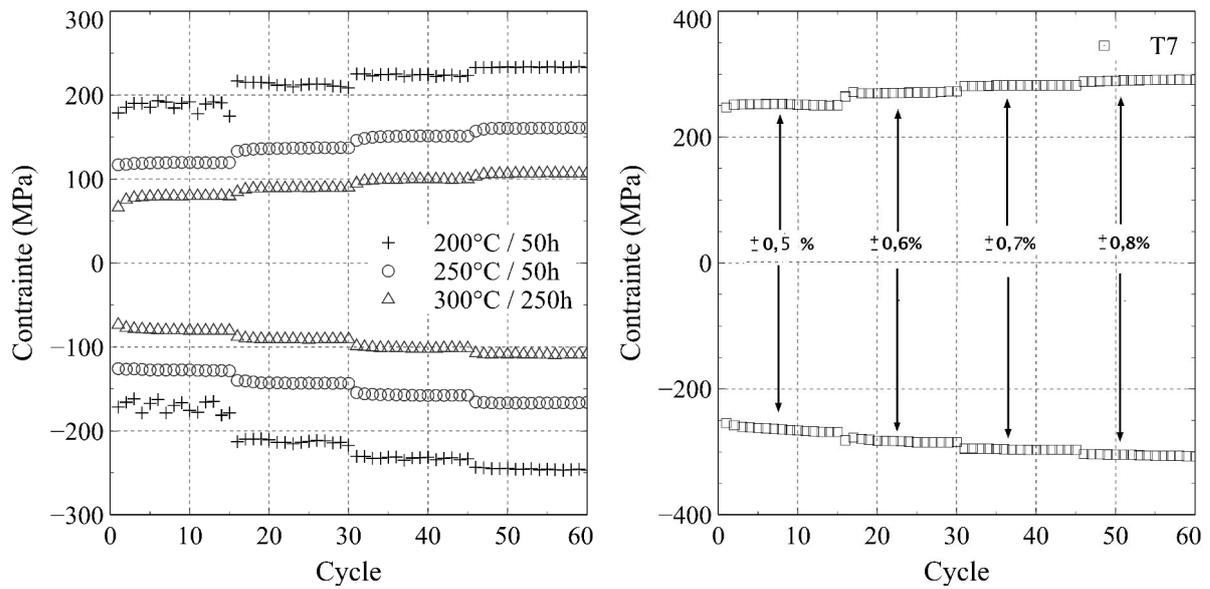


FIGURE 3.10 – AISi7Cu0,5Mg0,3 : Evolution de σ_{max} et σ_{min} au cours des cycles à température ambiante

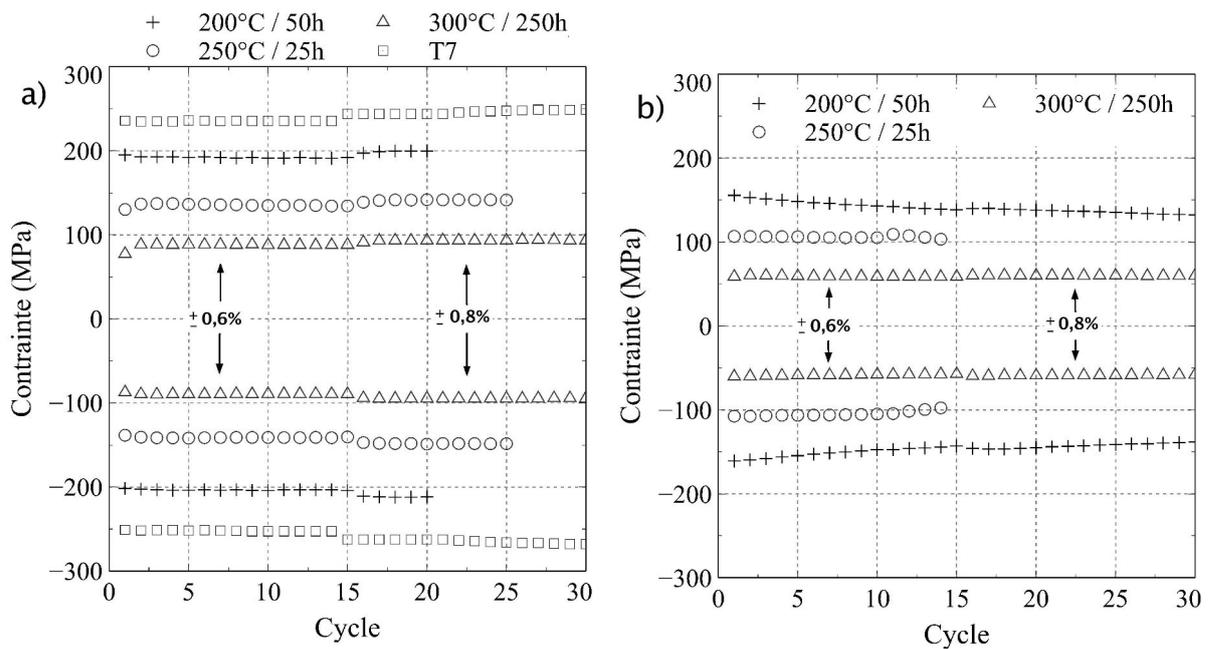


FIGURE 3.11 – AISi7Cu0,5Mg0,3 : Evolution de σ_{max} et σ_{min} au cours des cycles a) à 150 °C, b) à 250 °C

A 150°C, l’alliage ne présente pas de durcissement significatif au cours des premiers cycles. L’alliage ne présente donc pas de comportement cyclique transitoire et est directement dans un comportement stabilisé.

A 250 °C, nous observons, en comparant le premier cycle et le dernier cycle, une diminution

des contraintes σ_{max} et σ_{min} (environ 12%) pour la condition V 200°C/50h, ce qui peut être justifié par le vieillissement du matériau durant l'essai. Les états V 250°C/25h et V 300°C/250h ne présentent pas de vieillissement au cours de l'essai. Pour la première condition, une explication possible réside dans la courte durée de l'essai : 1h d'essai à 250°C ne représente qu'une augmentation de 4% du temps de vieillissement global du matériau ce qui semble ne pas être suffisant pour provoquer un vieillissement significatif durant l'essai. Pour la deuxième condition, s'agissant d'un état pour lequel le matériau a déjà atteint sa dureté asymptotique, il ne vieillit plus.

La température de l'essai joue un rôle important dans le comportement cyclique transitoire (hors état T7) :

- lorsque la température de l'essai est inférieure ou égale à la température de vieillissement, le comportement cyclique de l'alliage se stabilise très rapidement.
- Lorsque la température de l'essai est supérieure ou égale à la température de vieillissement, l'alliage vieillit au cours de l'essai ce qui se traduit par une diminution des contraintes σ_{max} et σ_{min} . Ainsi le comportement cyclique transitoire évolue de façon notable au cours de l'essai. Cependant dans tous les cas de figures, nous considérons que la durée d'essai est suffisamment courte pour que le vieillissement au cours de l'essai soit négligeable. Le dernier cycle obtenu est considéré comme le cycle stabilisé.

3.4.1.2 Comportement cyclique stabilisé

Les cycles stabilisés pour tous les essais réalisés sont regroupés en annexe B. Afin d'étudier l'effet de la température d'essai et de l'état de vieillissement sur le comportement cyclique stabilisé, l'évolution des contraintes σ_{max} et σ_{min} a été tracée figure 3.12.

Plus la température d'essai est élevée, plus les contraintes σ_{max} et σ_{min} vont être faibles quelque soit l'état de vieillissement. De même, plus l'état de vieillissement est important (i.e. plus la microdureté est faible), plus les contraintes σ_{max} et σ_{min} sont faibles. Cependant, il peut être noté que pour les températures d'essai importantes, l'effet de l'état de vieillissement sur les contraintes σ_{max} et σ_{min} est moins important.

Nous observons donc, pour toutes les températures d'essai, un lien direct entre l'état de vieillissement de l'alliage et son comportement cyclique stabilisé.

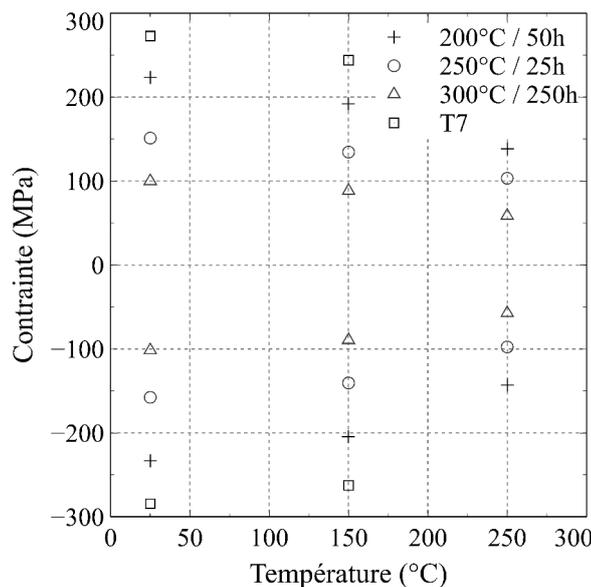


FIGURE 3.12 – AISi7Cu0,5Mg0,3 : Evolution de σ_{max} et σ_{min} du cycle stabilisé en fonction de l'état de vieillissement et de la température (valeur prise pour 0,6% de déformation)

3.4.1.3 Comportement viscoplastique

Le maintien en traction provoque une relaxation des contraintes qui permet d'analyser le comportement viscoplastique de l'alliage. L'étude de la relaxation a été réalisée sur le premier cycle pour les essais en température (150°C et 250°C) et pour le premier cycle à 0,6% de déformation pour l'essai à 25°C. A température ambiante, la relaxation des contraintes lors de la période de maintien en traction est faible quel que soit l'état de vieillissement (figure 3.13). Etant donné le caractère faiblement viscoplastique du matériau à température ambiante, ce résultat était attendu.

A 150 °C et 250 °C, la relaxation des contraintes est assez importante, traduisant un comportement viscoplastique important de l'alliage à ces températures (figure 3.13). La relaxation est légèrement plus importante à 250°C qu'à 150°C pour certains états de vieillissement. Cependant, il n'y a pas d'effet important de la température d'essai sur la quantité de contrainte relaxée.

Afin de connaître l'effet du vieillissement sur le comportement viscoplastique, l'évolution de la vitesse de déformation plastique a été tracée en fonction de la contrainte (figure 3.14). Nous décrivons l'évolution de la vitesse de déformation plastique par une relation de Norton avec contrainte seuil (équation 3.4). La figure 3.15 regroupe l'évolution des valeurs de l'exposant n et de la contrainte seuil σ_{seuil} pour les différents états de vieillissement testés et pour les différentes températures. Ces valeurs ont été identifiées à partir des données expérimentales

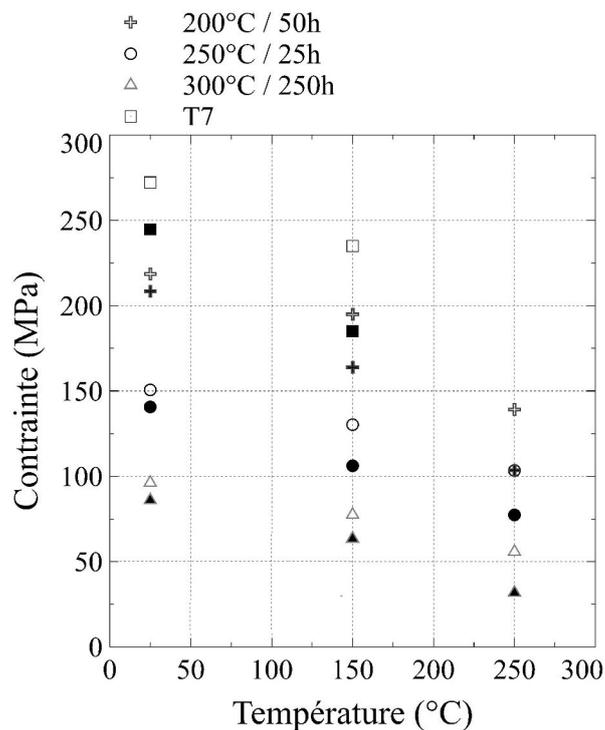


FIGURE 3.13 – AISi7Cu0,5Mg0,3 : Contraintes avant (point vide) et après (point plein) relaxation lors du maintien en déformation (valeur prise pour 0,6% de déformation)

obtenues au cours de la relaxation des contraintes.

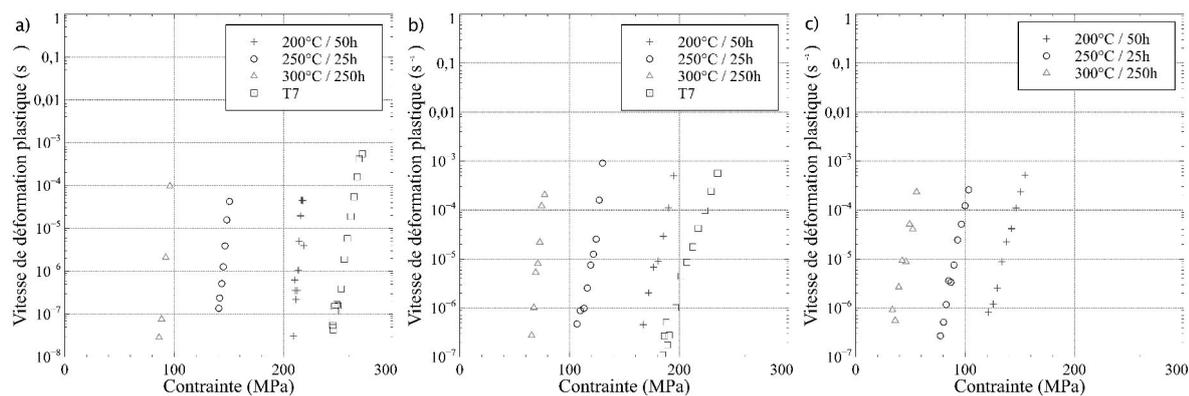


FIGURE 3.14 – AISi7Cu0,5Mg0,3 : Vitesse de déformation plastique lors de la relaxation des contraintes a) à température ambiante, b) à 150 °C et c) à 250 °C

La valeur de l'indice n ne varie quasiment pas en fonction de la température d'essai ou du vieillissement thermique. Au contraire, la valeur de la contrainte seuil dépend, pour

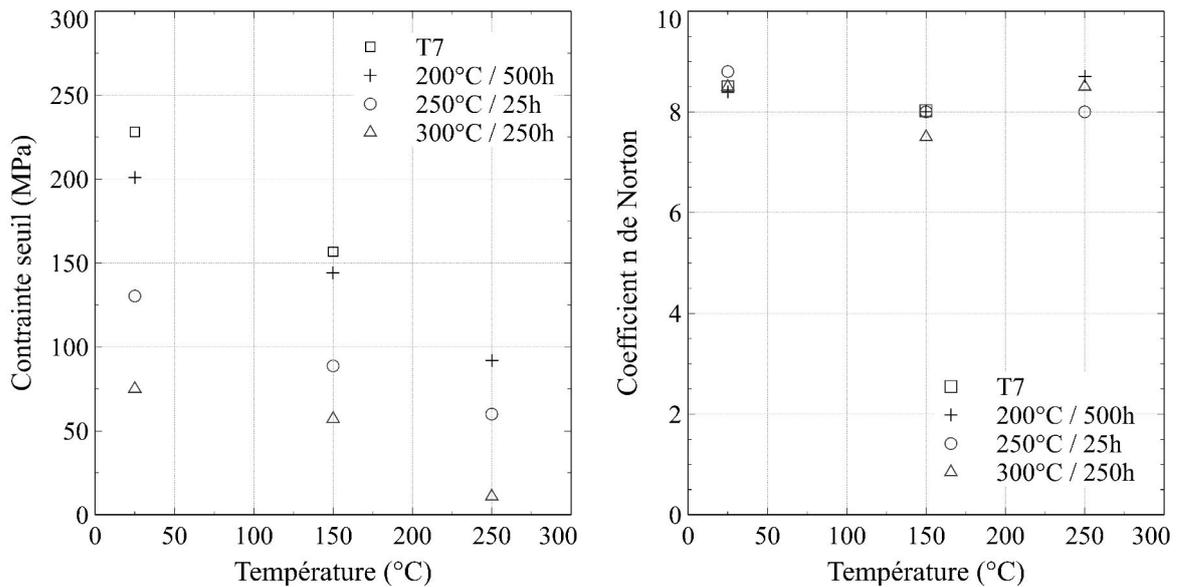


FIGURE 3.15 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 : Evolution des paramètres de la loi de Norton en fonction de la température d'essai et de l'état de vieillissement

une température donnée, de l'état de vieillissement. Ainsi plus le vieillissement sera important, plus cette contrainte seuil diminuera. Ce résultat traduit l'évolution de la microstructure de précipitation avec le vieillissement. De plus, pour un état de vieillissement donné, la contrainte seuil diminue également avec l'augmentation de la température de l'essai.

3.4.2 AlSi7Cu3,5Mg0,1 - Influence croisée du vieillissement et de la température d'essai sur le comportement mécanique

3.4.2.1 Comportement cyclique transitoire

Afin d'observer le comportement cyclique transitoire, l'évolution des contraintes σ_{max} et σ_{min} a été tracée à température ambiante (figure 3.16) et 150 °C et 250 °C (3.16).

Certaines observations sont identiques à celles réalisées pour l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3 :

1. A température ambiante, quel que soit l'état de vieillissement, l'alliage durcit au cours des premiers cycles puis les contraintes se stabilisent. Le comportement cyclique de l'alliage atteint donc rapidement son comportement stabilisé.
2. A 150°C, l'alliage ne présente pas de durcissement significatif au cours des premiers cycles. L'alliage ne présente donc pas de comportement cyclique transitoire et est

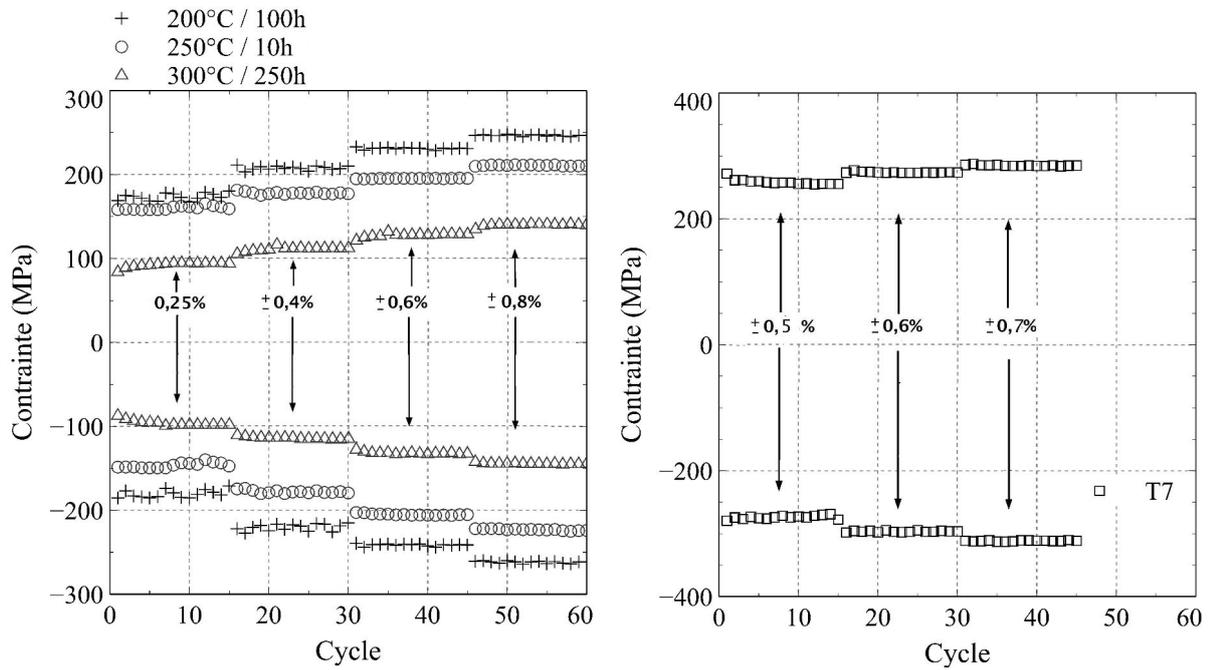


FIGURE 3.16 – AISi7Cu3,5Mg0,1 : Evolution de σ_{max} et σ_{min} en fonction des cycles à température ambiante

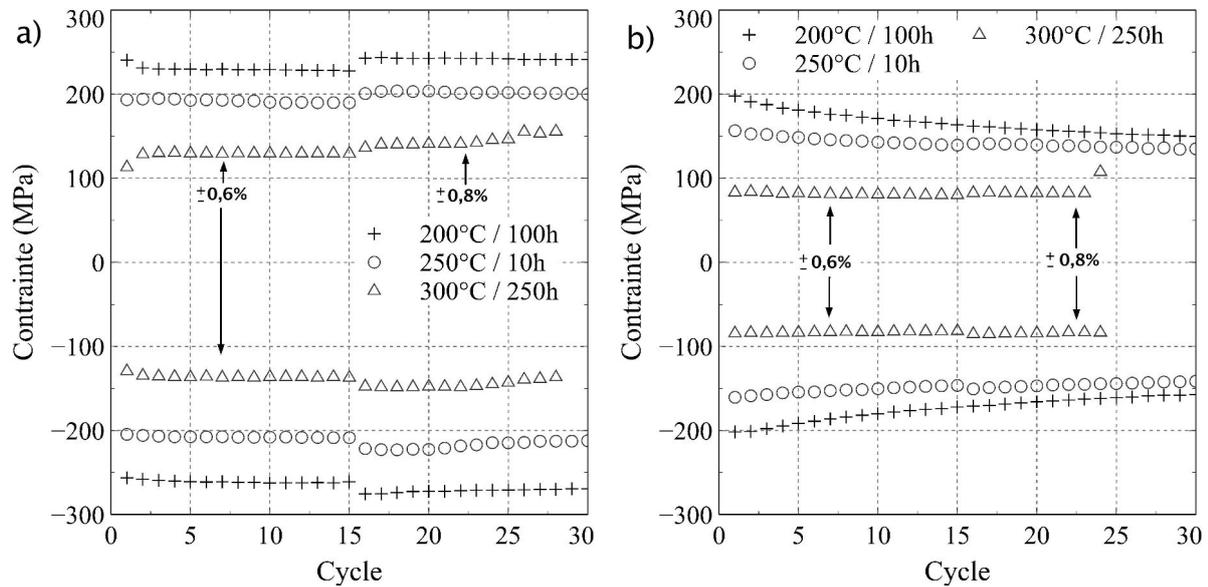


FIGURE 3.17 – AISi7Cu3,5Mg0,1 : Evolution de σ_{max} et σ_{min} au cours des cycles a) à 150 °C, b) à 250 °C

directement dans un comportement stabilisé.

Concernant les essais à 250 °C, les contraintes σ_{max} et σ_{min} diminuent au cours des cycles pour les états V 200°C/100h et V 250°C/10h (figure 3.17). Pour l'état V 200°C/100h, nous justifions la diminution des contraintes par l'utilisation d'une température d'essai supérieure

à la température de vieillissement. En effet, à partir de la figure 5.3, nous observons que le vieillissement dépend de la température et que plus celle-ci est élevée, plus le vieillissement sera rapide. Ainsi, lors de l'essai à 250 °C, l'état V200°C/100h continue à vieillir, expliquant la diminution des contraintes. Concernant l'état V 250°C/10h, 1h d'essai à 250°C représente 10% de temps supplémentaire passé à 250°C, et provoque un vieillissement du matériau ce qui explique la diminution des contraintes.

Donc, si la température de l'essai est inférieure à celle du vieillissement, le comportement du matériau se stabilisera rapidement (après un léger durcissement à température ambiante) mais si la température de l'essai est supérieure à celle du vieillissement, les contraintes σ_{max} et σ_{min} vont diminuer traduisant un vieillissement du matériaux.

Lorsque la température de l'essai est égale à la température du vieillissement, une diminution des contraintes σ_{max} et σ_{min} peut être observée si la durée du vieillissement est courte par rapport à la durée de l'essai. Cependant dans tous les cas de figures, nous considérons que la durée d'essai est suffisamment courte pour que le vieillissement au cours de l'essai soit négligeable. Le dernier cycle obtenu est considéré comme le cycle stabilisé.

3.4.2.2 Comportement cyclique stabilisé

Les cycles stabilisés pour tous les essais réalisés sont regroupés en annexe B. Afin d'étudier l'effet de la température d'essai et de l'état de vieillissement sur le comportement cyclique stabilisé, l'évolution des contraintes σ_{max} et σ_{min} a été tracé figure 3.18.

Les observations sont identiques à celles réalisées sur l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3 : Plus la température d'essai est élevée, plus les contraintes σ_{max} et σ_{min} vont être faibles quelque soit l'état de vieillissement. De même, plus l'état de vieillissement est important (i.e. plus la microdureté est faible), plus les contraintes σ_{max} et σ_{min} sont faibles. Encore une fois, il peut être noté que pour les températures d'essai importantes, l'effet de l'état de vieillissement sur les contraintes σ_{max} et σ_{min} est moins important.

Nous observons donc, pour toutes les températures d'essai, un lien direct entre l'état de vieillissement de l'alliage et son comportement cyclique stabilisé.

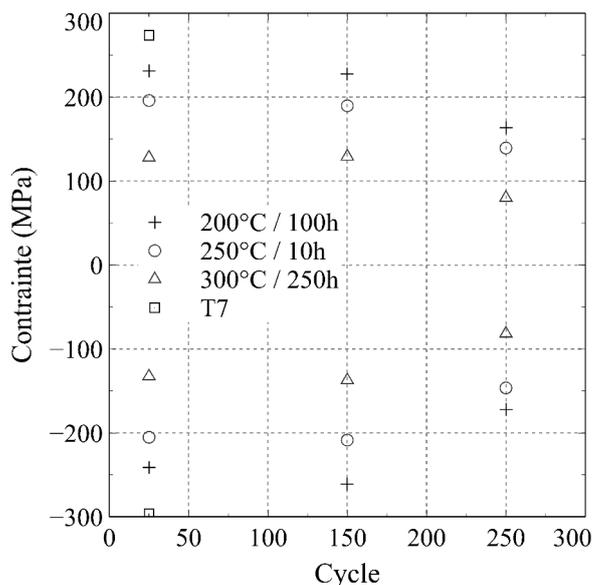


FIGURE 3.18 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 : Evolution de σ_{max} et σ_{min} du cycle stabilisé en fonction de l'état de vieillissement et de la température (valeur prise pour 0,6% de déformation)

3.4.2.3 Comportement viscoplastique

Comme pour l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3, l'alliage ne présente pas de comportement viscoplastique important à température ambiante ce qui se traduit par une relaxation faible des contraintes lors de la période de maintien en traction (figure 3.19). L'étude de la relaxation a été réalisée sur le premier cycle pour les essais en température (150°C et 250°C) et pour le premier cycle à 0,6% de déformation pour l'essai à 25°C.

A 150 °C et 250 °C, la relaxation des contraintes est plus importante et permet d'obtenir le comportement viscoplastique de l'alliage à ces températures. Nous pouvons remarquer que pour un état de vieillissement donné, la température de l'essai (150°C ou 250°C) influe peu sur la quantité de contrainte relaxé. Afin de connaître l'effet du vieillissement sur le comportement viscoplastique, la vitesse de déformation plastique a été tracée en fonction de la contrainte (figure 3.20) afin de représenter cette évolution par une relation de Norton avec contrainte seuil (équation 3.4).

La figure 3.21 regroupe l'évolution des valeurs de l'exposant n et de la contrainte seuil σ_{seuil} pour les différents états testés et pour les différentes températures d'essai. Ces valeurs ont été identifiées à partir des données expérimentales obtenues au cours de la relaxation des contraintes.

La valeur de n n'est pas affectée par le vieillissement thermique quelque soit la température

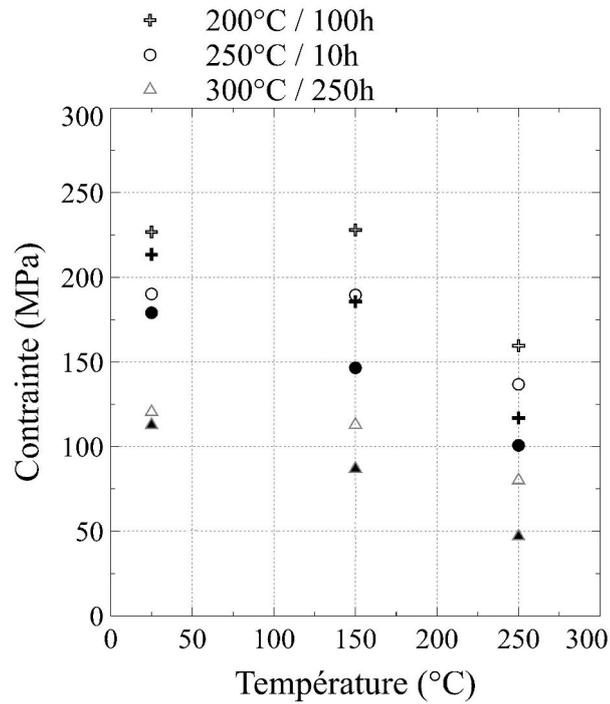


FIGURE 3.19 – AISi7Cu3,5Mg0,1 : Contraintes avant (point vide) et après (point plein) relaxation lors du maintien en déformation (valeur prise pour 0,6% de déformation)

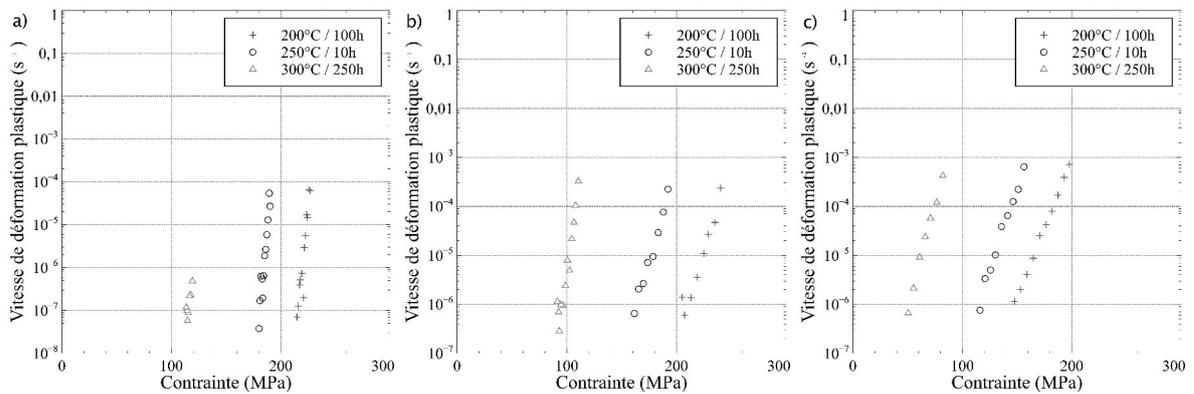


FIGURE 3.20 – AISi7Cu3,5Mg0,1 : Vitesse de déformation plastique lors de la relaxation des contraintes a) à température ambiante, b) à 150 °C et c) à 250 °C

de l'essai. Au contraire, la valeur de la contrainte seuil diminue fortement avec la température d'essai et l'état de vieillissement. Ainsi, plus l'échantillon est vieilli, plus la contrainte seuil sera faible. De la même manière, la hausse de la température d'essai provoque une diminution de la contrainte seuil pour un état donné.

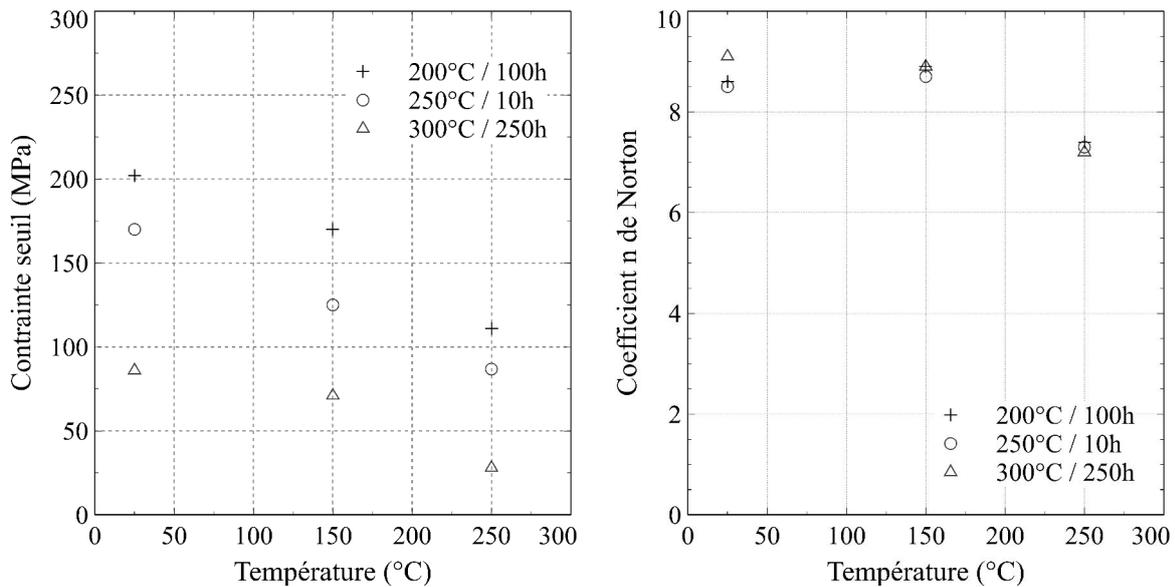


FIGURE 3.21 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 : Evolution des paramètres de la loi de Norton [ARTZ, 1991] en fonction de la température d'essai et de l'état de vieillissement

3.4.3 Comportement mécanique à iso-dureté

Nous avons voulu examiner si pour deux états de vieillissement différents, pour lesquels le matériau a la même microdureté, le comportement mécanique cyclique est le même. Concernant l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3, les deux états de vieillissements ayant la même dureté sont V 250°C/25h et V 200°C/750h. Le comportement mécanique de chacun des deux états a été analysé à température ambiante et à 250 °C uniquement. Nous considérons que si nous obtenons le même comportement mécanique cyclique à température ambiante et 250 °C, il en sera de même pour toute température entre 25°C et 250°C.

Les deux états ont leur comportement mécanique qui se stabilise rapidement au bout de quelques cycles quel que soit le niveau de déformation ou la température (figure 3.22). Les cycles stabilisés sont quasiment identiques pour les deux états que ce soit à température ambiante ou à 250 °C (figure 3.23).

Nous allons maintenant nous intéresser au comportement viscoplastique des deux états de vieillissement. Nous avons tracé l'évolution de la vitesse de déformation plastique en fonction de la contrainte à température ambiante et à 250°C (figure 3.24). Les courbes ont des allures semblables pour les deux états de vieillissement pour les deux températures. Par ailleurs, en utilisant le modèle développé par Arzt [ARTZ, 1991] (formule 3.4) pour décrire l'évolution de la déformation plastique durant le fluage dans des alliages durcis par précipitation, les valeurs de n et de la contrainte seuil sont très proches pour les deux états de

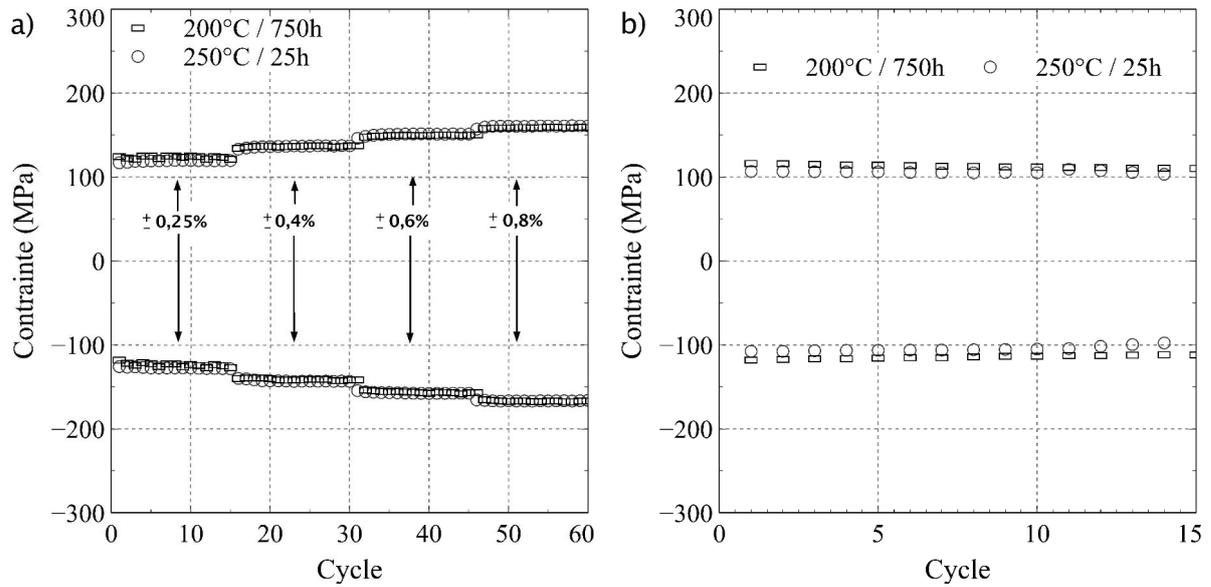


FIGURE 3.22 – AISi7Cu0,5Mg0,3 : Evolution de σ_{max} et σ_{min} au cours des cycles à a) température ambiante et b) 250°C

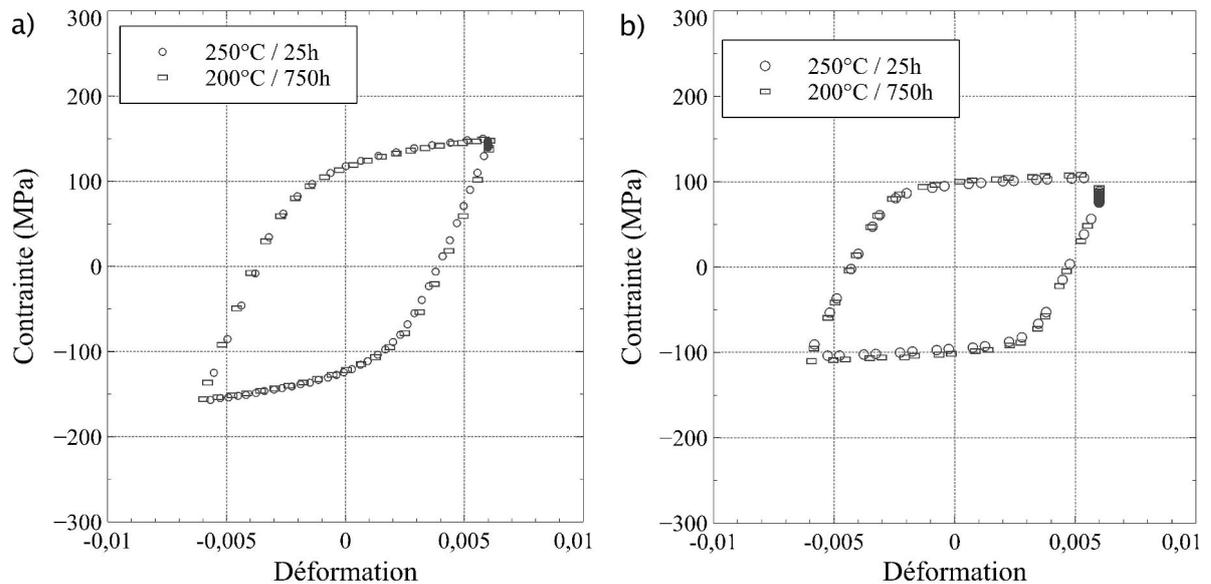


FIGURE 3.23 – AISi7Cu0,5Mg0,3 : Comportement mécanique à a) température ambiante et b) 250°C

vieillessement et pour les deux températures d’essais (tableau 3.1). Nous considérons donc que le comportement viscoplastique est donc identique pour ces deux états de vieillessement.

Après analyse des résultats, les deux états V 250°C/25h et V 200°C/750h ont un comportement cyclique et viscoplastique identique pour toute température inférieure à 250 °C. Nous considérons donc que pour l’AISi7Cu0,5Mg0,3, deux états de vieillessement ayant la même

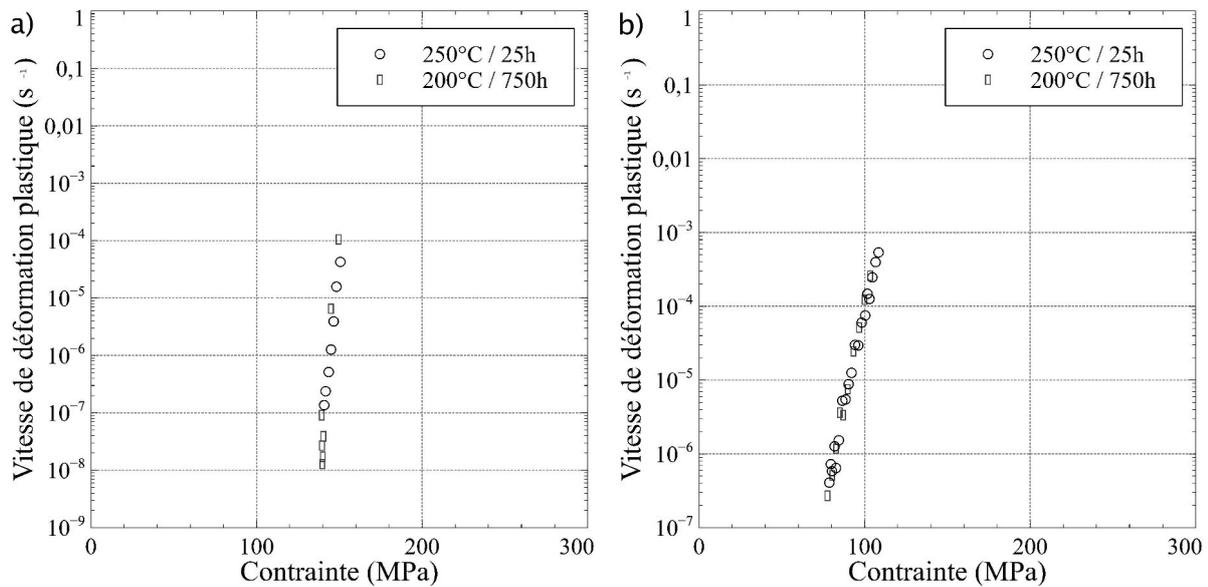


FIGURE 3.24 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 : Vitesse de déformation plastique lors du maintien en déformation à a) température ambiante et b) 250 °C

250°C			T_{amb}		
	V 200°C / 750h	V 250°C / 25h		V 200°C / 750h	V 250°C / 25h
n	8,1	8,6	n	8	8
σ_{seuil}	135	130	σ_{seuil}	60	60

TABLE 3.1 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 - Paramètres de la loi de Norton [ARTZ, 1991] pour deux états de vieillissement ayant la même dureté

dureté auront le même comportement mécanique pour toute température inférieure à 250 °C.

Concernant l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1, la microstructure de précipitation est plus stable thermiquement (en particulier la phase précipitée θ') que dans l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3. Ainsi d'après l'étude microstructurale présentée §2.4, nous savons qu'il n'y a pas de changement de phase lors du vieillissement de l'alliage pour la gamme de température qui nous intéresse. La microstructure ne change donc pas de nature au cours des vieillissements thermiques que nous pouvons lui appliquer. Ainsi nous faisons l'hypothèse que si deux états de vieillissement ont la même dureté, ils auront la même microstructure de précipitation. Sachant que la microstructure de précipitation contrôle une majeure partie du comportement mécanique, nous considérons que comme pour l'alliage AlSi7Cu05Mg01, deux états de vieillissements différents mais ayant la même microdureté auront le même comportement cyclique et viscoplastique pour toute température inférieure à 250°C.

Ainsi pour les deux alliages, nous avons montré l'existence d'une équivalence dureté - comportement cyclique et viscoplastique valable sur toute la gamme de température de fonctionnement de la culasse. Ainsi, en plus d'être un indicateur de l'état de vieillissement des alliages, la dureté est également un indicateur du comportement cyclique de ces matériaux.

3.4.4 Bilan

Les essais d'érouissages cycliques réalisés sur les deux alliages pour différentes températures et différents états de vieillissement ont permis de connaître l'effet du vieillissement et de la température d'essai sur le comportement mécanique.

Pour les deux alliages, le comportement mécanique se stabilise au bout de quelques cycles quelque soit l'état de vieillissement lorsque l'essai est à T_{amb} et 150°C. Cette stabilisation du comportement mécanique au bout de quelques cycles avait déjà été observée dans différentes études soit pour d'autres alliages d'aluminium pour culasse [VERGER, 2002], soit pour d'autres conditions d'essai [OSMOND, 2011] et permet de définir un comportement cyclique stabilisé.

Pour les essais réalisés à 250°C, nous avons observé une diminution des niveaux de contraintes au début de l'essai pour les états les moins vieillis (pour l'AlSi7Cu0,5Mg0,3 l'état V 200°C / 50h et pour l'AlSi7Cu3,5Mg0,1 l'état V 200°C / 100h). Cette baisse de contrainte a été justifiée par le vieillissement des matériaux durant l'essai. Pour les états de vieillissement présentant ce vieillissement, la durée de l'essai est cependant suffisamment courte, pour que le dernier cycle réalisé soit considéré comme le cycle stabilisé. Pour les états de vieillissement plus avancés, le comportement mécanique se stabilise au bout de quelques cycles comme à T_{amb} et 150°C.

Les maintiens en traction et donc la relaxation des contraintes qui en découle, ont permis d'analyser le comportement viscoplastique des deux alliages. A température ambiante, les alliages AlSi7Cu0,5Mg0,3 et AlSi7Cu3,5Mg0,1 ne présentent pas un comportement viscoplastique important ce qui se traduit par une faible relaxation des contraintes à cette température. Au contraire, à 150°C et à 250°C, la relaxation des contraintes au cours de la période de maintien est significative (comprise entre 22% et 28%). Cependant, l'état de vieillissement ne modifie pas de manière notable la quantité de contrainte relaxée lors du maintien.

Lorsque le comportement viscoplastique des alliages est représenté par une loi de Norton avec contrainte seuil, l'état de vieillissement ne modifie pas de façon notable l'exposant n . Cependant, plus le vieillissement est important, plus la contrainte seuil diminue. De même, pour un état de vieillissement donné, lorsque la température d'essai augmente, la contrainte seuil diminue. Ce résultat traduit l'évolution de la microstructure de précipitation avec le vieillissement.

Ces essais cycliques ont également permis de montrer que pour deux états de vieillissement différents mais à microdureté équivalente, le comportement cyclique stabilisé (élastique, plastique et viscoplastique) du matériau était identique pour toute température d'essai inférieure à 250°C. Ceci permet de réaliser une équivalence dureté - comportement mécanique : à une dureté donnée, on peut associer un comportement cyclique stabilisé pour toute température inférieure ou égale à 250°C. Ainsi la dureté n'est plus seulement un indicateur du vieillissement du matériau mais également un indicateur du comportement mécanique des deux alliages.

Effet de la déformation plastique sur la microstructure de précipitation

Sommaire

4.1	Introduction	84
4.2	Essais mécaniques	85
4.2.1	Protocole expérimental	85
4.2.2	Résultats	86
4.3	Analyses microstructurales	90
4.3.1	Introduction : mesures de microdureté	90
4.3.2	Identification des phases	91
4.3.3	Mesures des paramètres morphologiques	93
4.4	Discussion	105
4.4.1	Effet de la déformation plastique	105
4.4.2	Effet du cyclage anisotherme	107
4.5	Conclusion	110

4.1 Introduction

La méthode de dimensionnement des culasses en alliage d'aluminium, a été décrite dans la partie 1.4. Cette méthode repose sur l'étude de Verger [VERGER, 2002] qui a montré que lorsque l'alliage AS7G0,3 est soumis à des traitements thermiques isothermes au dessus de 150°C, sa dureté évolue vers une valeur asymptotique indépendante de la température de traitement. Cette dureté correspond à la microstructure de l'alliage dans son état vieilli ultime.

Ainsi cette méthode part du principe qu'à la température de service de la zone du pontet inter-soupapes, la microstructure de précipitation évolue au cours du temps depuis son état après traitement thermique de remise en solution et revenu vers un état non vieilli si la température est inférieure à 150°C ou un état complètement vieilli si la température est supérieure à 150°C. Les culasses sont donc dimensionnées sur la base des caractéristiques mécaniques du matériau en supposant que le matériau a atteint, ou non, cet état de vieillissement extrême compte tenu des cycles thermiques auxquels il est exposé.

Cependant, outre le fait que cette stratégie n'est plus valable pour l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1, ce dimensionnement repose uniquement sur l'analyse de chargements isothermes. Or, en service, la culasse subit un chargement thermomécanique anisotherme. De plus, différentes études ont décrit des interactions dynamiques entre la déformation plastique et la précipitation dans des alliages d'Aluminium. Ces interactions peuvent faciliter la nucléation de certaines phases [HAN et al., 2011], augmenter la vitesse de croissance des précipités [EMBURY et al., 2003], modifier la vitesse de mûrissement des précipités [FRIBOURG et al., 2011] et même, dans le cas de précipités cisailables, entraîner la dissolution partielle ou totale des précipités [HUTCHINSON et al., 2009]. Ainsi il s'avère nécessaire d'étudier l'effet de la déformation plastique sur l'évolution de la microstructure de précipitation lors des chargements thermomécaniques représentatifs des conditions en service.

Des essais de fatigue thermomécanique ont été effectués selon un cycle simulant à la fois les variations de température et de chargement mécanique subis par la culasse en service. Chaque essai de fatigue thermomécanique a été associé à un autre essai dans lequel l'échantillon n'a été exposé qu'au cyclage thermique et cela pendant le même nombre de cycles.

En première approche, des mesures de microdureté Vickers ont été réalisées sur chaque éprouvette ayant subi les essais thermomécaniques. Ces mesures ont ensuite été comparées à celles obtenues sur les éprouvettes n'ayant été exposées qu'au cyclage thermique.

Afin de déterminer précisément l'effet des chargements thermomécaniques sur l'évolution microstructurale de ces alliages, la microstructure de précipitation a été analysée en MET pour chacun des essais de fatigue thermomécanique et de cyclage thermique. La nature des phases précipitées a été identifiée et les mesures des paramètres morphologiques des précipités ont été effectuées sur chaque échantillon.

Il a été rappelé au chapitre 2 que l'évolution des phases précipitées depuis l'état atteint après le traitement thermique T7, suit un régime de mûrissement : pour chaque phase précipitée, certains précipités croissent au détriment d'autres plus petits. Puisque le nombre de précipités diminue, la croissance des précipités des différentes phases et l'augmentation de la distance inter-précipités sont liées. L'évolution des distributions de précipités peut donc être étudiée sur la base de la mesure de différents paramètres morphologiques (diamètre, longueur, épaisseurs).

4.2 Essais mécaniques

4.2.1 Protocole expérimental

Les essais thermomécaniques ont été réalisés selon le cycle présenté figure 4.1. Ce cycle thermomécanique est proche d'un cycle "start and stop", qui est le chargement thermomécanique le plus sévère que peut subir la culasse durant le fonctionnement du moteur. Les paramètres des différents essais sont présentés dans le tableau 4.1. Le même numéro d'essai a été attribué à l'essai de fatigue thermomécanique et à l'essai de cyclage thermique correspondant.

La durée du cycle, de 180s, est la même pour tous les essais mais la déformation appliquée varie. Pour chaque alliage, deux amplitudes de déformation (totale) ont été appliquées. Deux essais ont été réalisés avec la même amplitude de déformation mais leur durée - c'est-à-dire le nombre de cycle avant interruption de l'essai - est différente. Au total, trois essais ont donc été réalisés par alliage.

Le cyclage thermique, compris entre 100°C et 250°C, est identique pour tous les essais de fatigue thermomécanique. Les essais de cyclage thermique associés, chacun, à un essai de fatigue thermomécanique suivent donc tous également le même cycle thermique et ne diffèrent que par leur nombre de cycles.

Les paramètres d'essais (déformation totale et nombre de cycle) ont été choisis afin d'at-

teindre une amplitude de déformation plastique différente pour chaque essai.

Les essais thermomécaniques ont été réalisés sur une machine électromécanique équipée d'un four à lampes à halogène. Les essais de cyclages thermiques sont réalisés dans le même four que ces essais de fatigue thermomécanique et sur des éprouvettes de géométrie identique à celle des éprouvettes de fatigue thermomécanique (figure 4.2) de manière à reproduire le mieux possible le cycle thermique entre les deux types d'essais. La température dans la partie utile de l'éprouvette suit la consigne avec un écart inférieur à 5°C (la calibration thermique de l'essai thermomécanique est présentée en Annexe A).

Les essais sont contrôlés en déformation en utilisant un extensomètre à jauges de contrainte de longueur de jauge de 10 mm.

AlSi7Cu0,5Mg0,3				
Test n°	ϵ_{max} (%)	ϵ_{min} (%)	Durée de l'essai (s)	Nombre de cycles
1	0	-0,5	36000	200
2	0	-0,5	180000	1000
3	0	-0,4	900000	5000

AlSi7Cu3,5Mg0,1				
Test n°	ϵ_{max} (%)	ϵ_{min} (%)	Durée de l'essai (s)	Nombre de cycles
4	0	-0,6	27000	150
5	0	-0,6	172800	960
6	0	-0,4	720000	4000

TABLE 4.1 – Liste des essais de fatigue thermomécanique

4.2.2 Résultats

Le comportement thermomécanique de chacun des deux alliages est respectivement présenté figure 4.3 et figure 4.5 qui reproduisent les courbes contrainte - déformation pour différents cycles de l'un des essais. En effet, pour chaque alliage, les courbes de contrainte - déformation suivent le même schéma pour tous les essais réalisés.

Au cours de la première mise en compression, la contrainte dépasse la limite d'élasticité et l'échantillon se déforme plastiquement (voir cycle 1 des figures 4.3 et 4.5). Puis, au cours des cycles suivants, l'essai étant piloté en déformation totale, la limite d'élasticité

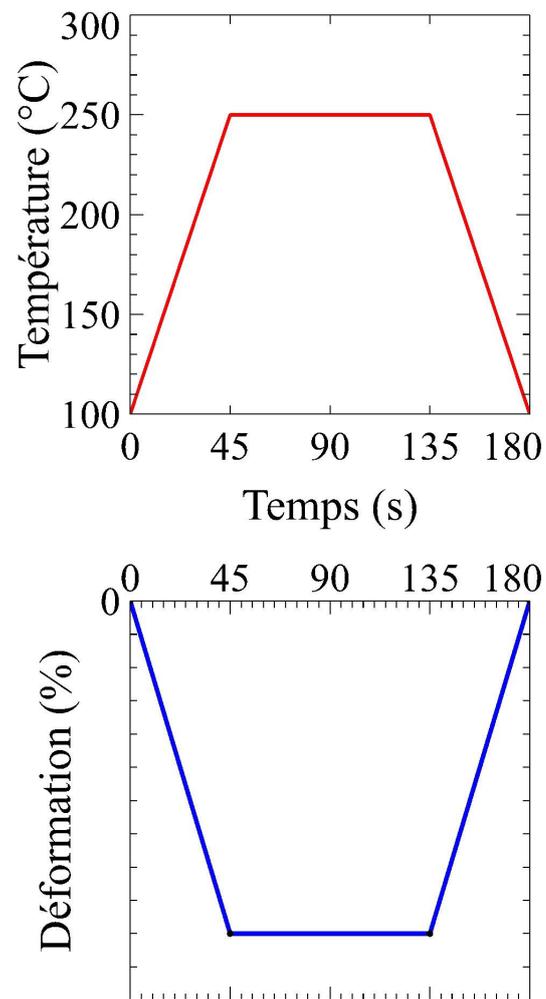


FIGURE 4.1 – Chargement thermomécanique

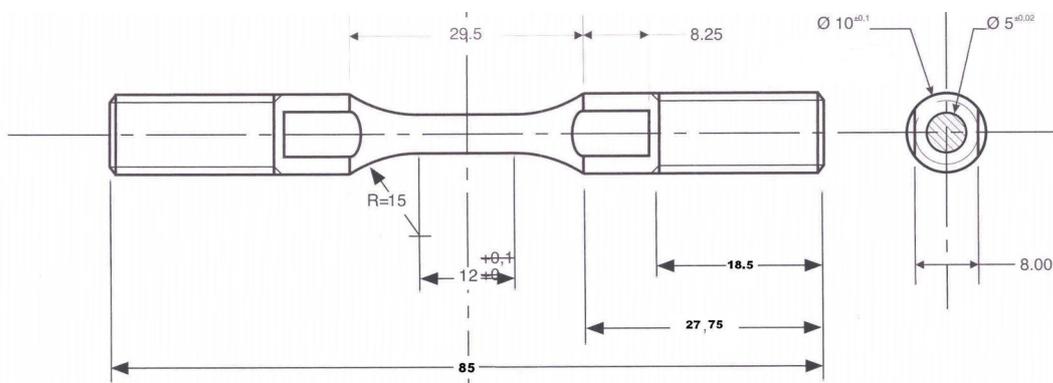


FIGURE 4.2 – Géométrie d'éprouvette pour les essais de fatigue thermomécanique

n'est plus atteinte au cours de la déformation en compression (voir cycle 2 et 20 dans la figure 4.3). Cependant, l'éprouvette continue à se déformer plastiquement au cours du palier à température et déformation totale constante pendant lequel se produit la relaxation des contraintes.

Puis, le cyclage thermique, qui se superpose au chargement mécanique, provoque le mûrissement de la microstructure de précipitation ([SASAKI and TAKAHASHI, 2005], [SEHITOGLU et al., 2000], [SEHITOGLU et al., 2005]), ce qui provoque une baisse de la limite d'élasticité. Il en résulte une diminution de l'amplitude de déformation élastique puisque le module d'Young n'est pas affecté par le mûrissement de la microstructure de précipitation [FOUQUET et al., 1979]. L'amplitude de déformation totale étant constante, l'échantillon recommence à se déformer plastiquement à la fin des étapes de compression et de traction. La limite d'élasticité diminuant continuellement, la déformation plastique augmente à chaque cycle (voir cycles 150 et 960 dans la figure 4.5). La limite d'élasticité continue à diminuer tant que l'alliage n'a pas atteint son état vieilli ultime, ce qui n'est jamais réalisé pour les nombres de cycles étudiés.

Afin d'atteindre des temps de vieillissement assez long en fatigue anisotherme sans que l'éprouvette ne se fissure, il a été nécessaire de conduire des essais interrompus pour des amplitudes de déformation plus faibles que celle choisie initialement. Les niveaux de contrainte maximum dépendent de l'amplitude de déformation. Pour comparer le comportement présenté au cours des différents essais, nous avons dû normaliser les amplitudes de contrainte au cycle N : $\Delta\sigma(N)$ (avec $\Delta\sigma = \sigma_{max} - \sigma_{min}$) par l'amplitude mesurée au deuxième cycle $\Delta\sigma_0$ (N=2). En effet la déformation plastique est significative en compression au premier cycle et la contrainte minimale en compression est partiellement relaxée après le temps de maintien à déformation maximale (figure 4.3).

Cette normalisation, notée par commodité $\frac{\Delta\sigma}{\Delta\sigma_0}$, permet de mieux visualiser l'influence du nombre de cycles (et du temps d'exposition à haute température) sur l'amplitude de contrainte au cours d'un essai de fatigue anisotherme à déformation imposée (figure 4.4).

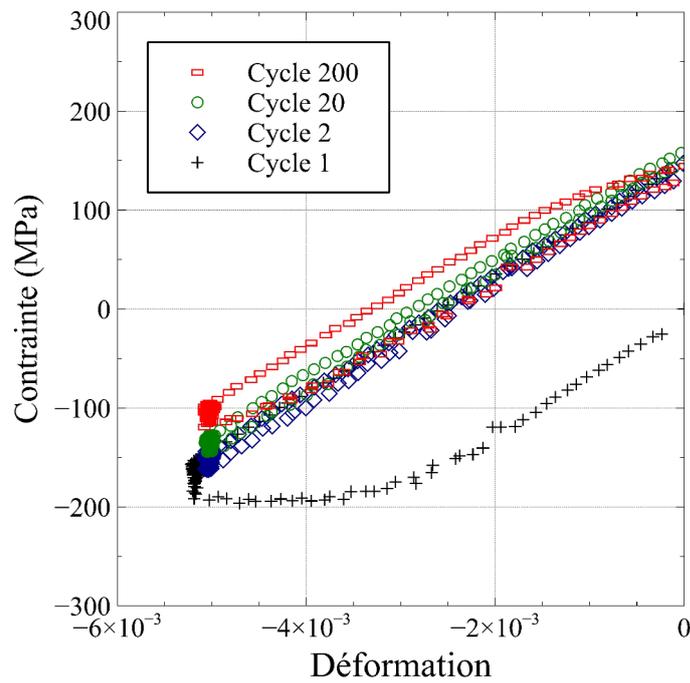


FIGURE 4.3 – AISi7Cu0,5Mg0,3 - Courbes contrainte - déformation pour l'essai n°1

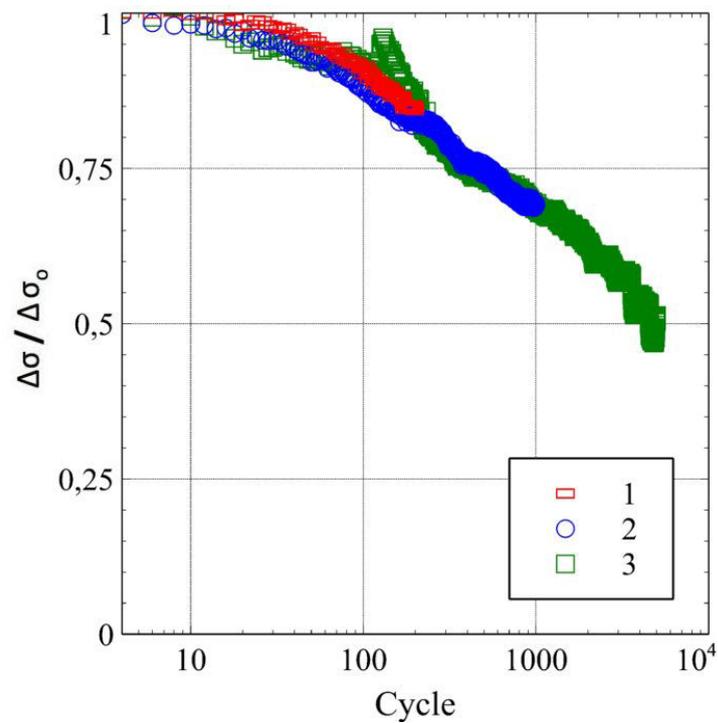


FIGURE 4.4 – AISi7Cu0,5Mg0,3 - Evolution des contraintes au cours des essais n°1, 2 et 3

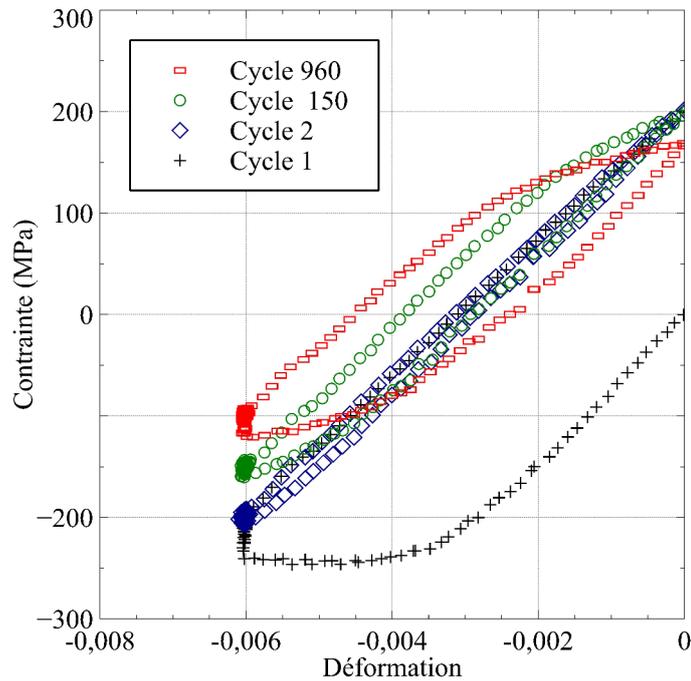


FIGURE 4.5 – AISi7Cu3,5Mg0,1 - Courbes contrainte - déformation pour l'essai n°5

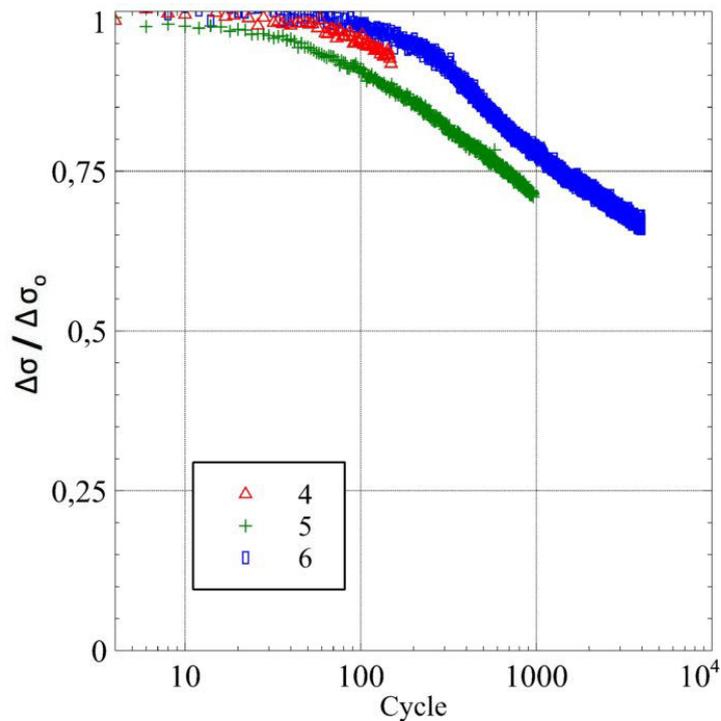


FIGURE 4.6 – AISi7Cu3,5Mg0,1 - Évolution des contraintes au cours des essais n°4 , 5 et 6

4.3 Analyses microstructurales

4.3.1 Introduction : mesures de microdureté

Des mesures de microdureté Vickers ont été réalisées pour chaque échantillon (essais thermomécaniques et cyclages thermiques). La charge utilisée est de 25g afin de produire

Test n°	Echantillons FMT (HV)	Echantillons cyclages thermiques (HV)
1	81	83
2	66	69
3	55	57
4	112	109
5	85	86
6	71	71

TABLE 4.2 – Dureté Vickers pour les différents essais réalisés

des tailles d’empreinte suffisamment faibles par rapport à la taille des dendrites et de pouvoir caractériser autant que possible la microdureté en cœur de dendrite. Un minimum de dix mesures a été réalisé pour chaque échantillon. Les valeurs moyennes sont données dans le tableau 4.2. L’analyse de ces valeurs montre que chaque échantillon d’essai thermomécanique a une dureté proche de celle de l’échantillon exposé uniquement au cyclage thermique correspondant, c’est-à-dire soumis à un nombre de cycles thermiques égal au nombre de cycles de l’essai thermomécanique.

Ces mesures de microdureté suggèrent que le vieillissement en cyclage thermique est peu affecté par le chargement mécanique superposé en fatigue anisotherme. Afin de s’en assurer, une étude détaillée de la microstructure de précipitation c’est-à-dire de la nature des phases précipitées et des paramètres de taille, a été réalisée pour les différents états obtenus par cyclage thermique et en fatigue anisotherme.

4.3.2 Identification des phases

Des lames minces ont été préparées à partir d’échantillons prélevés dans la zone utile de chaque éprouvette d’essai thermomécanique et de cyclage thermique, selon la méthode présentée au paragraphe 2.3. Les observations microstructurales ont été réalisées avec un MET FEI TECNAI 30T avec une tension d’accélération de 300kV.

L’identification des phases précipitées a été réalisée par diffraction en microscopie électronique à transmission en utilisant les mêmes méthodes que celles présentées au paragraphe 2.3. Des clichés de diffraction d’axe de zone $[001]_{Al}$ ont été effectués pour chaque zone examinée et les figures 4.7 et 4.8 sont représentatives de tous les clichés réalisés dans les échantillons respectivement pour l’alliage $AlSi7Cu3,5Mg0,1$ et pour l’alliage $AlSi7Cu0,5Mg0,3$.

Dans les deux alliages, l’analyse des clichés de diffraction n’a révélé la présence d’aucune

nouvelle phase précipitée dans les échantillons déformés plastiquement par rapport à ceux ayant subi le cyclage thermique. En résumé, dans l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3, les phases précipitées identifiées pour tous les échantillons sont les phases β' et Q' (figures 4.7 et 4.9). Dans l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1, les phases précipitées identifiées, pour tous les échantillons, sont les phases θ' et Q' (figures 4.8 et 4.10).

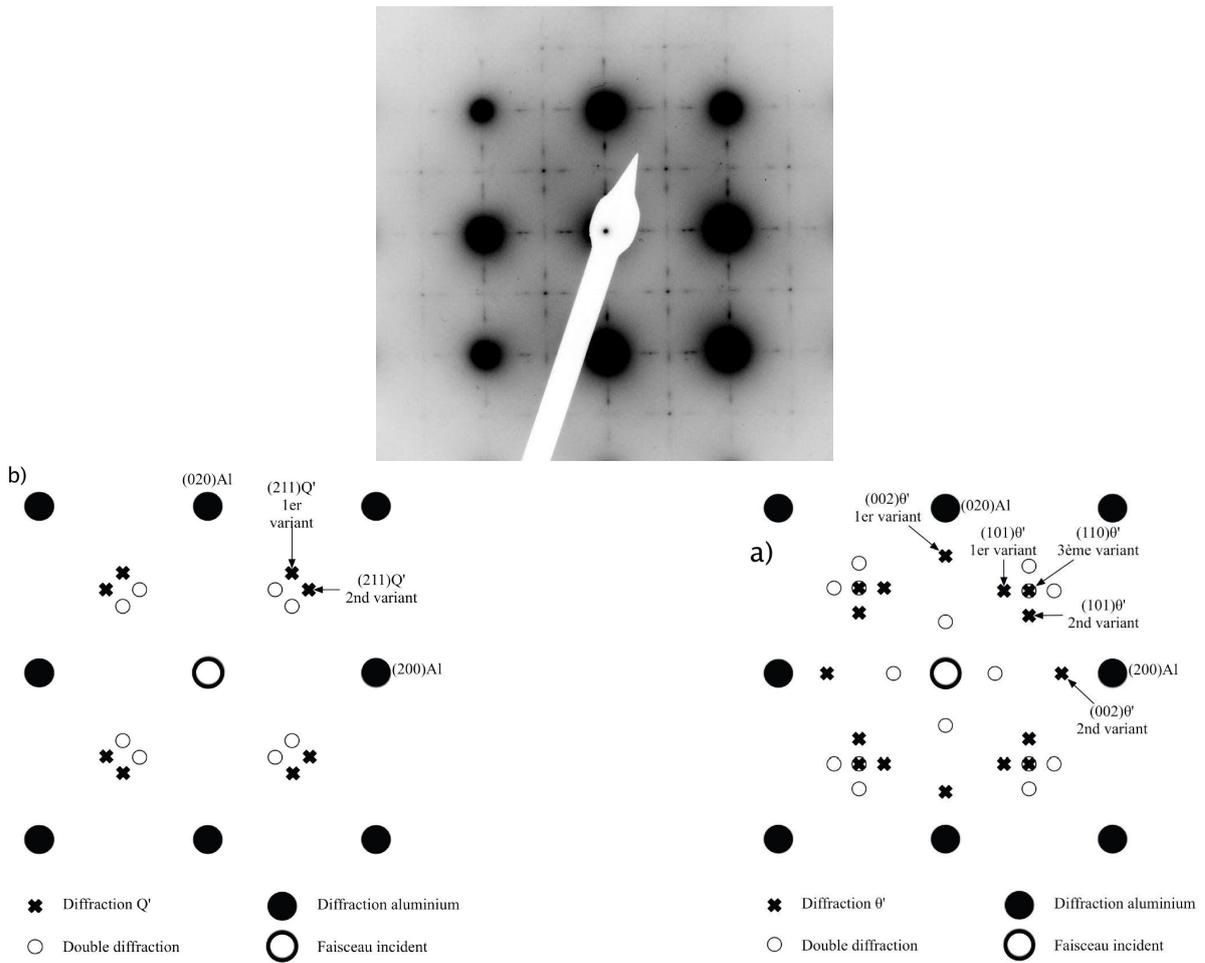


FIGURE 4.7 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 - 150 cycles de fatigue thermomécanique : Cliché de diffraction d'axe de zone $[001]_{(Al)}$ et simulation des clichés de diffraction d'axe de zone $[001]_{Al}$ a) des précipités Q' et b) des précipités θ'

Les clichés en champ clair indiquent la présence de précipités (Si) dans tous les échantillons (figure 4.11 et figure 4.12).

Les phases présentes dans les deux alliages, sont les mêmes dans les essais de fatigue

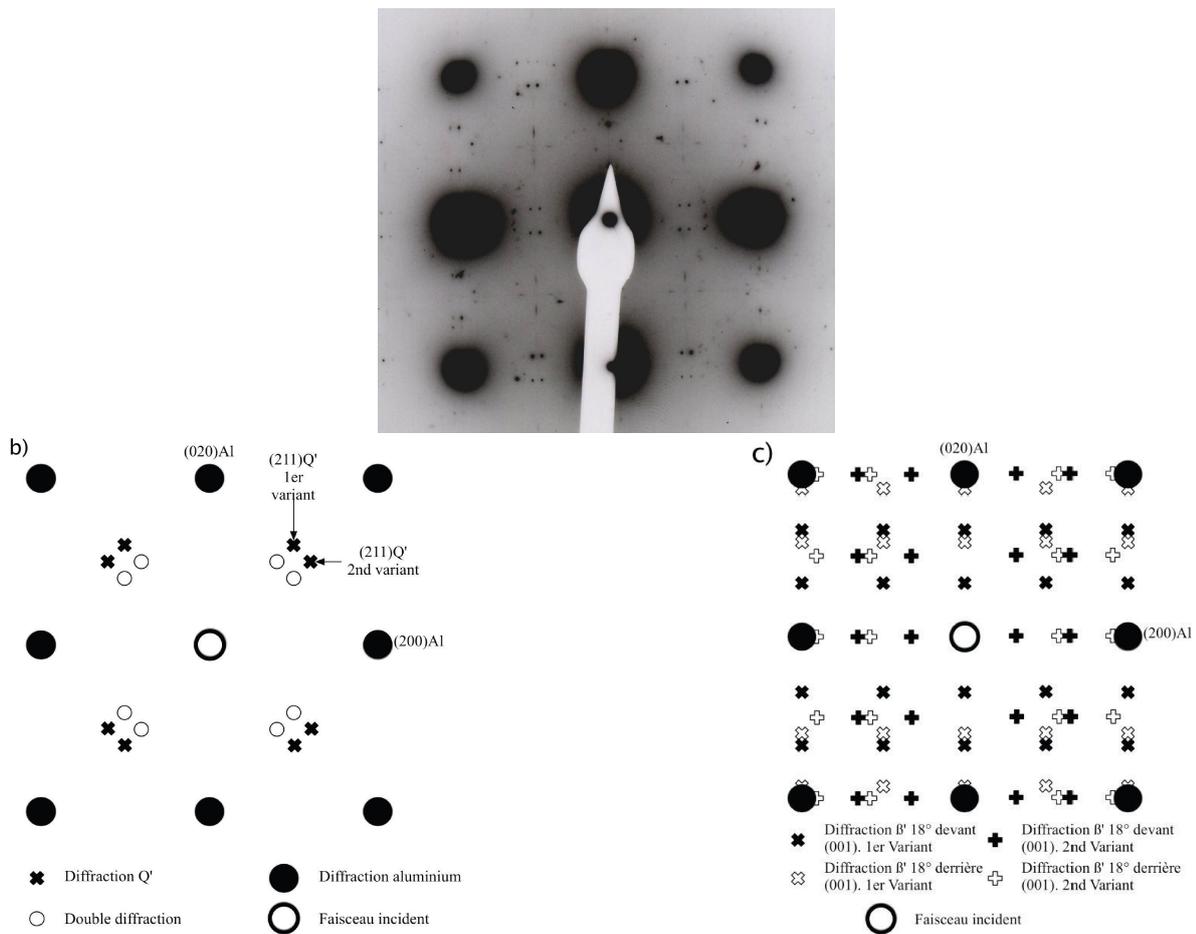


FIGURE 4.8 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 - 1000 cycles de fatigue thermomécanique : Cliché de diffraction d'axe de zone $[001]_{Al}$ et simulation des clichés de diffraction d'axe de zone $[001]_{Al}$ a) des précipités Q' et b) des précipités θ'

thermomécanique et dans les essais de cyclage thermique pour les paramètres d'essais que nous avons étudiés. Ainsi, la déformation plastique, produite dans les échantillons ayant subi un essai de fatigue thermomécanique, ne modifie pas la séquence de précipitation et ne provoque pas la nucléation de nouvelles phases dans les alliages AlSi7Cu0,5Mg0,3 et AlSi7Cu3,5Mg0,1.

4.3.3 Mesures des paramètres morphologiques

Pour chaque alliage et pour chaque essai de fatigue thermomécanique et de cyclage thermique, la mesure des paramètres morphologiques des différents types de précipités a été réalisée sur plusieurs lames minces afin d'obtenir une bonne représentativité statistique. La

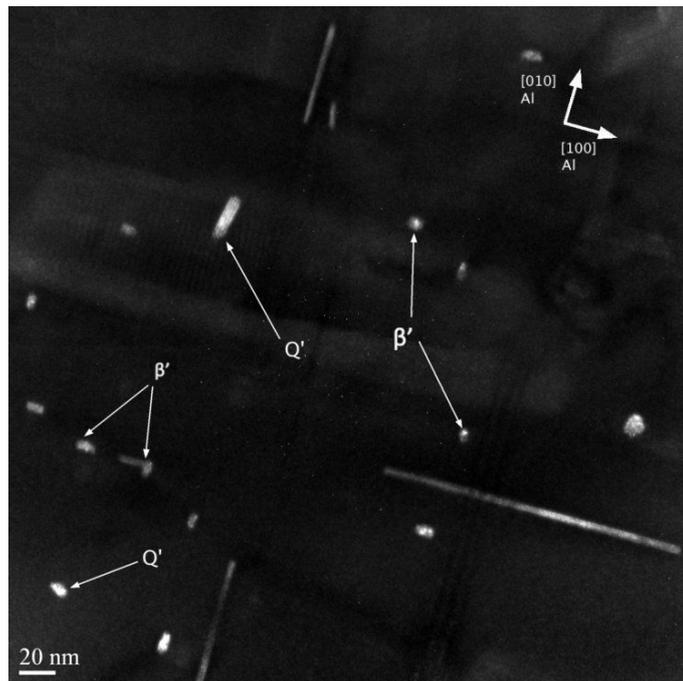


FIGURE 4.9 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 - 200 cycles anisothermes : Image en champ sombre en MET sur $g = \frac{1}{2}\langle 220 \rangle_{(Al)}$: mise en contraste des précipités β' et Q' dans la matrice (Al)

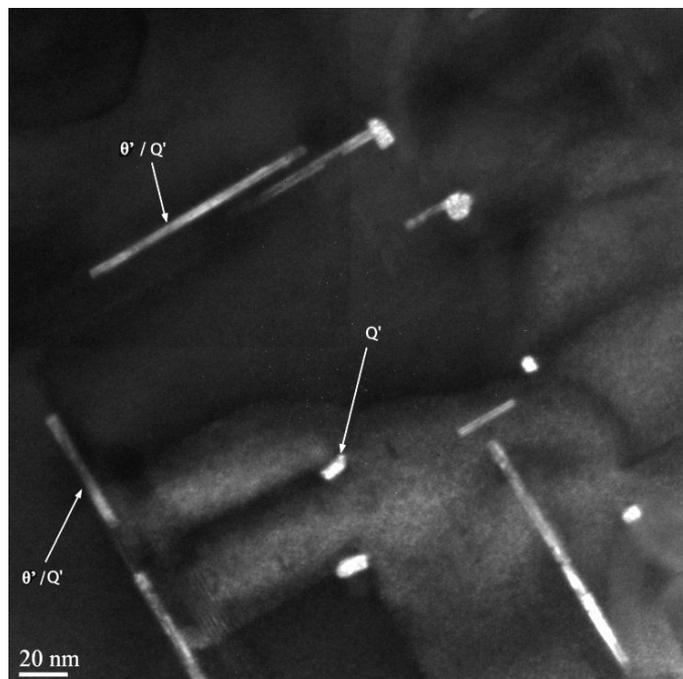


FIGURE 4.10 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 - 960 cycles de fatigue thermomécanique : Image en champ sombre en MET sur $g = \frac{1}{2}\langle 220 \rangle_{(Al)}$: mise en contraste des précipités θ' et Q' dans la matrice (Al)

méthode de mesure est la même que celle présentée dans le paragraphe 2.3. Un minimum de

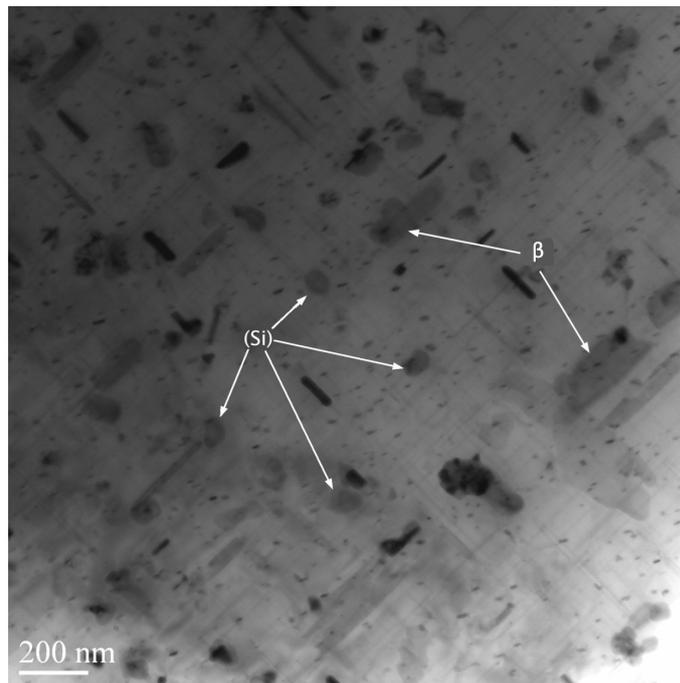


FIGURE 4.11 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 - 200 cycles de fatigue thermomécanique : Image en champ clair réalisée au MET : mise en contraste des précipités de (Si) dans la matrice (Al)

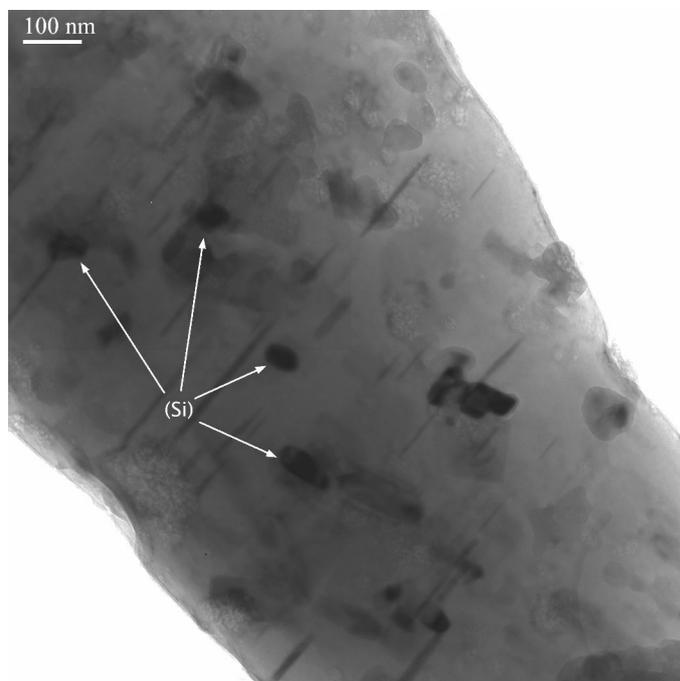


FIGURE 4.12 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 - 150 cycles anisothermes : Image en champ clair réalisée au MET : mise en contraste des précipités de (Si) dans la matrice (Al)

100 mesures a été réalisé sur plusieurs zones par échantillon et par phase précipitée.

Les paramètres morphologiques mesurés sont les mêmes que ceux mesurés pour l'étude pour chaque alliage de la cinétique de vieillissement isotherme (voir paragraphe 2.4). Les tableaux 4.3 et 4.4 rappellent ces paramètres. La longueur de θ' et de Q' dans l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1, la longueur de β' et de Q' et le rayon de β' et de Q' dans l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3 ne seront pas différenciés puisque, à l'occasion de l'étude du vieillissement isotherme (voir paragraphe 2.4), l'analyse des distributions correspondant à chacun de ces paramètres morphologiques a montré qu'elles étaient unimodales.

Phase précipitée	Morphologie des précipités	Paramètre(s) mesuré(s)
β'	bâtonnet	longueur et rayon équivalent
Q'	latte	longueur et rayon équivalent
(Si)	sphère	rayon

TABLE 4.3 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 - Paramètres morphologiques mesurés pour chaque phase précipitée

Phase précipitée	Morphologie des précipités	Paramètre(s) mesuré(s)
θ'	plaquette	largeur et épaisseur
Q'	latte	longueur et rayon équivalent
(Si)	sphère	rayon

TABLE 4.4 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 -Paramètres morphologiques mesurés pour chaque phase précipitée

Ces mesures sont présentées sous la forme d'histogrammes des paramètres de taille qui ont été tracés en reportant la fréquence de mesures (défini comme le nombre de mesures de taille dans un intervalle de classe donné sur le nombre total de mesures : $N/\sum N$) en fonction de la taille mesurée. L'ensemble des mesures est reporté dans les histogrammes (figures 4.15, 4.16, 4.18 et 4.19).

La comparaison entre les mesures réalisées sur les échantillons ayant subi un essai thermomécanique et les échantillons ayant subi un cyclage thermique ne peut pas toujours être réalisée sur la base de ces histogrammes et a été effectuée sur les valeurs moyennes calculées. En effet, comme l'évolution de la taille des précipités, pendant les essais thermomécaniques et les essais de cyclage thermique, résultent du mûrissement de chaque phase précipitée, l'évolution de la microstructure de précipitation se traduit par l'augmentation des valeurs moyennes des paramètres morphologiques des précipités.

Rayon β' et Q' (nm)		
Numéro d'essai	Valeur moyenne	Ecart-type
1	3,37	0,83
1	3,53	1,00
2	5,19	1,22
2	4,93	1,33
3	9,80	2,80
3	8,92	3,26

Longueur β' et Q' (nm)		
Numéro d'essai	Valeur moyenne	Ecart-type
1	134,27	76,21
1	131,44	84,09
2	144,77	73,72
2	146,24	80,75
3	245,75	110,38
3	250,62	131,65

Rayon (Si) (nm)		
Numéro d'essai	Valeur moyenne	Ecart-type
1	29,14	4,96
1	28,68	7,64
2	29,50	7,31
2	29,99	9,99
3	35,99	8,18
3	32,87	8,96

TABLE 4.5 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 - Valeurs moyennes des paramètres morphologiques (les résultats en rouge correspondent aux essais FMT et les résultats en bleue correspondent aux essais de cyclage thermique)

Ces valeurs moyennes et les écarts-types des mesures sont indiquées dans les tableaux 4.5 et 4.6. Les figures 4.13 et 4.14 permettent de comparer les valeurs moyennes des paramètres morphologiques des précipités des échantillons ayant subi l'essai thermomécanique et leurs équivalents ayant subi uniquement le cyclage thermique.

Les figures 4.15, 4.16, 4.17, sont respectivement les histogrammes du rayon de Q', de la largeur de θ' et/ou de la longueur de Q' et de l'épaisseur des plaquettes de θ' dans l'AlSi7Cu3,5Mg0,1. Les figures 4.18 et 4.19 sont respectivement les histogrammes du rayon de β' et/ou Q' et de la longueur de β' et/ou de Q' dans l'AlSi7Cu0,5Mg0,3. Les valeurs

Rayon Q' (nm)		
Numéro d'essai	Valeur moyenne	Ecart-type
1	3,38	0,54
1	3,65	0,84
2	4,29	1,10
2	4,68	1,06
3	9,31	3,25
3	9,51	2,07

Largeur θ' et longueur Q' (nm)		
Numéro d'essai	Valeur moyenne	Ecart-type
1	100,21	46,09
1	107,81	52,43
2	130,69	64,77
2	137,32	73,21
3	161,68	85,88
3	160,37	83,40

Epaisseur θ' (nm)		
Numéro d'essai	Valeur moyenne	Ecart-type
1	6,08	2,86
1	6,19	2,77
2	9,18	5,03
2	9,72	3,50
3	19,28	7,78
3	18,19	7,49

Rayon (Si) (nm)		
Numéro d'essai	Valeur moyenne	Ecart-type
1	27,19	9,30
1	29,83	7,89
2	31,49	8,29
2	33,79	12,03
3	42,53	13,85
3	40,42	14,54

TABLE 4.6 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 - Valeurs moyennes des paramètres morphologiques (les résultats en rouge correspondent aux essais FMT et les résultats en bleue correspondent aux essais de cyclage thermique)

correspondant aux essais thermomécaniques sont tracées en rouge et celles correspondant aux essais de cyclage thermique sont tracées en bleu.

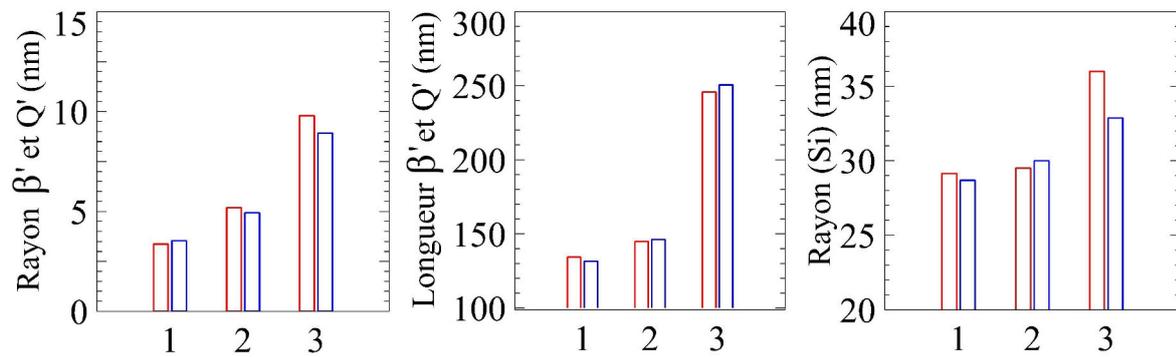


FIGURE 4.13 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 - Valeurs moyennes des paramètres morphologiques (les colonnes rouges correspondent aux essais FMT et les colonnes bleues correspondent aux essais de cyclage thermique)

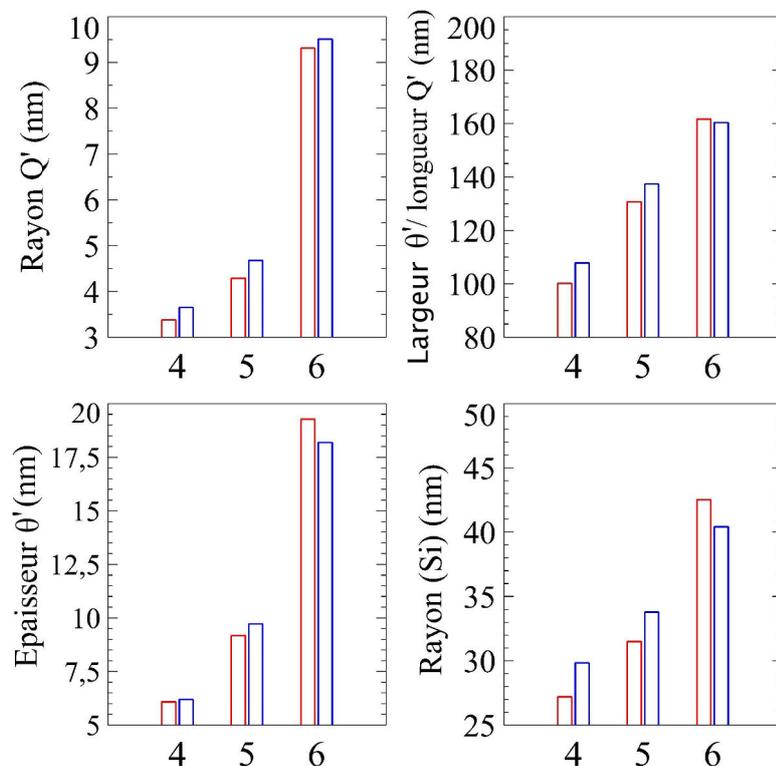


FIGURE 4.14 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 - Valeurs moyennes des paramètres morphologiques (les colonnes rouges correspondent aux essais FMT et les colonnes bleues correspondent aux essais de cyclage thermique)

Dans le cas de figure du rayon de β' et de Q' dans l'AlSi7Cu0,5Mg0,3, la distribution unimodale permet de confirmer qu'il n'est pas nécessaire de différencier les deux types de précipités selon ce paramètre. Il en est de même pour la largeur de θ' et la longueur de Q' dans l'AlSi7Cu3,5Mg0,1 et la longueur de β' et de Q' dans l'AlSi7Cu0,5Mg0,3.

Le déplacement de la valeur modale (valeur au pic), observé sur les histogrammes, confirment

l'accroissement des paramètres morphologiques de tous les précipités avec la durée des essais de fatigue thermomécanique et de cyclage thermique. Ce mûrissement des différents précipités est également visible figure 4.13 et figure 4.14 avec l'augmentation des valeurs moyennes des paramètres morphologiques.

Pour chaque condition d'essai, les valeurs moyennes, des différents paramètres morphologiques mesurés (tableaux 4.5 et 4.6), après un essai thermomécanique et après un essai de cyclage thermique, sont très proches.

En se basant sur le nombre important de paramètres morphologiques étudiés et sur la quantité notable de mesures de ces paramètres réalisées, il apparait que la déformation plastique dans les essais de fatigue thermomécanique n'influe pas sur le mûrissement des phases précipitées présentes dans les deux alliages.

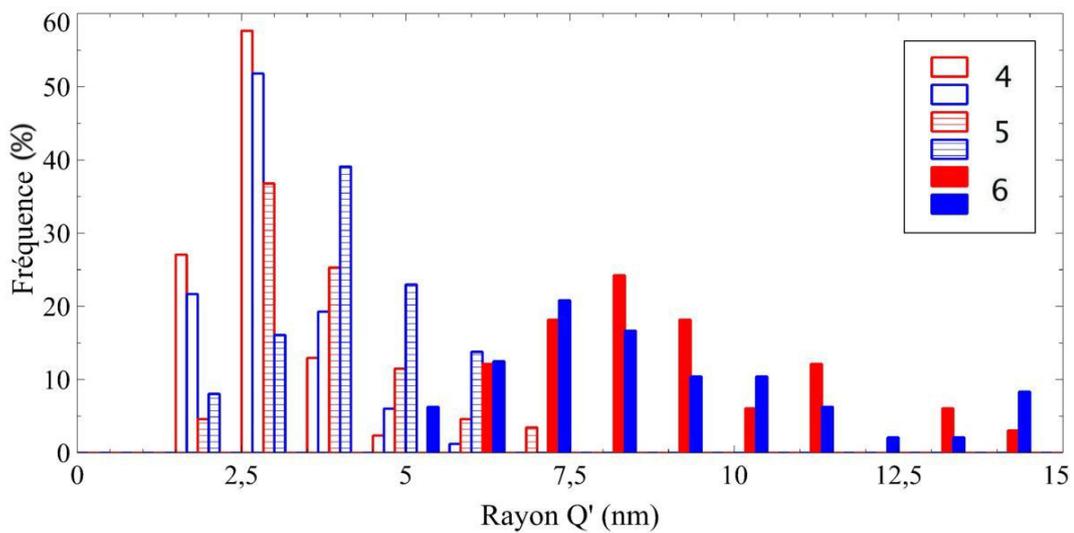


FIGURE 4.15 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 - Distribution des rayons de Q' (les colonnes rouges correspondent aux essais FMT et les colonnes bleues correspondent aux essais de cyclage thermique)

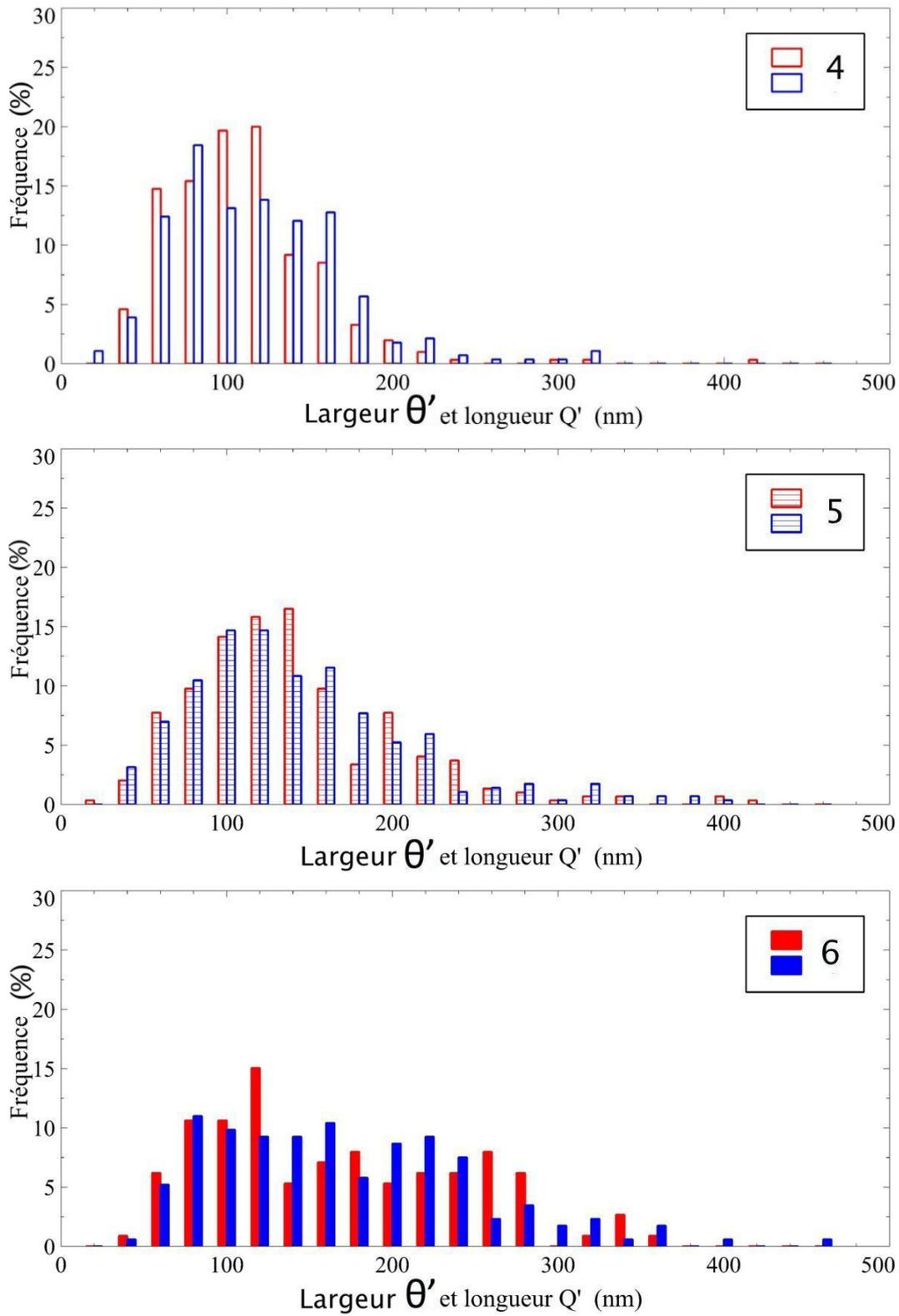


FIGURE 4.16 – AlSi7Cu3.5Mg0.1 - Distribution des largeurs de θ' et/ou des longueurs de Q' (les colonnes rouges correspondent aux essais FMT et les colonnes bleues correspondent aux essais de cyclage thermique)

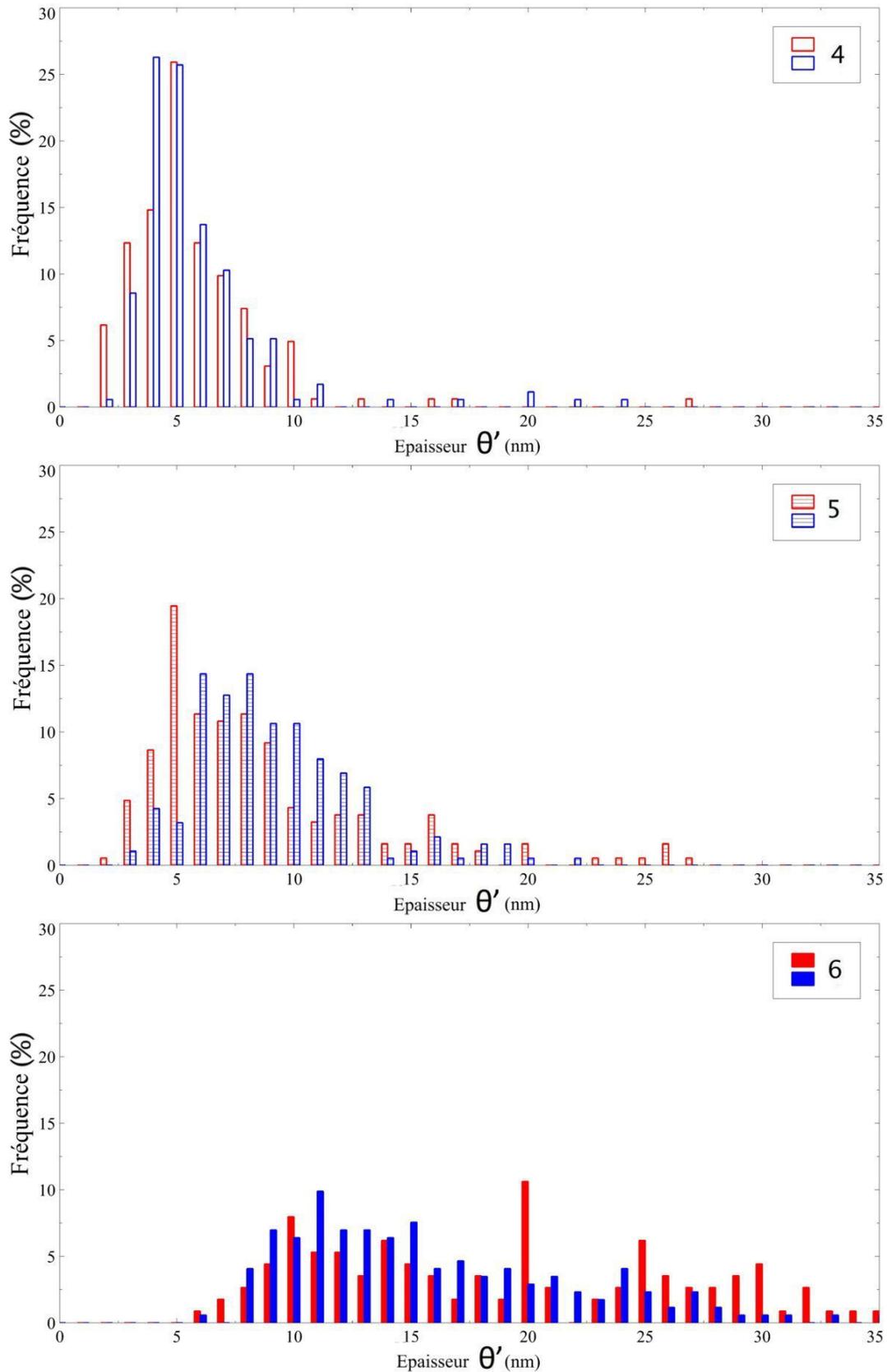


FIGURE 4.17 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 - Distribution des épaisseurs des plaquettes θ' (les colonnes rouges correspondent aux essais FMT et les colonnes bleues correspondent aux essais de cyclage thermique)

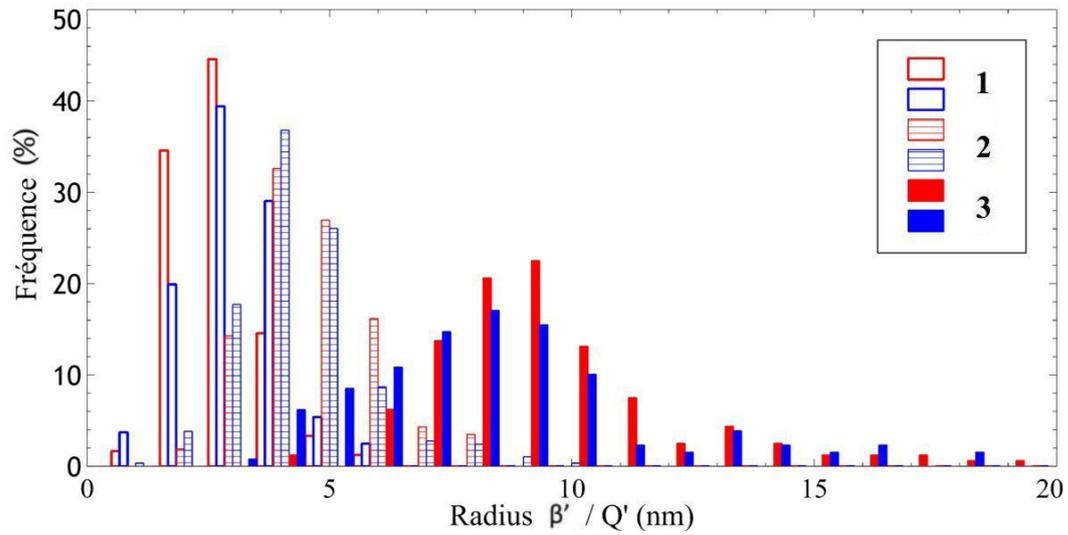


FIGURE 4.18 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 - Distribution des rayons de β' et/ou de Q' (les colonnes rouges correspondent aux essais FMT et les colonnes bleues correspondent aux essais de cyclage thermique)

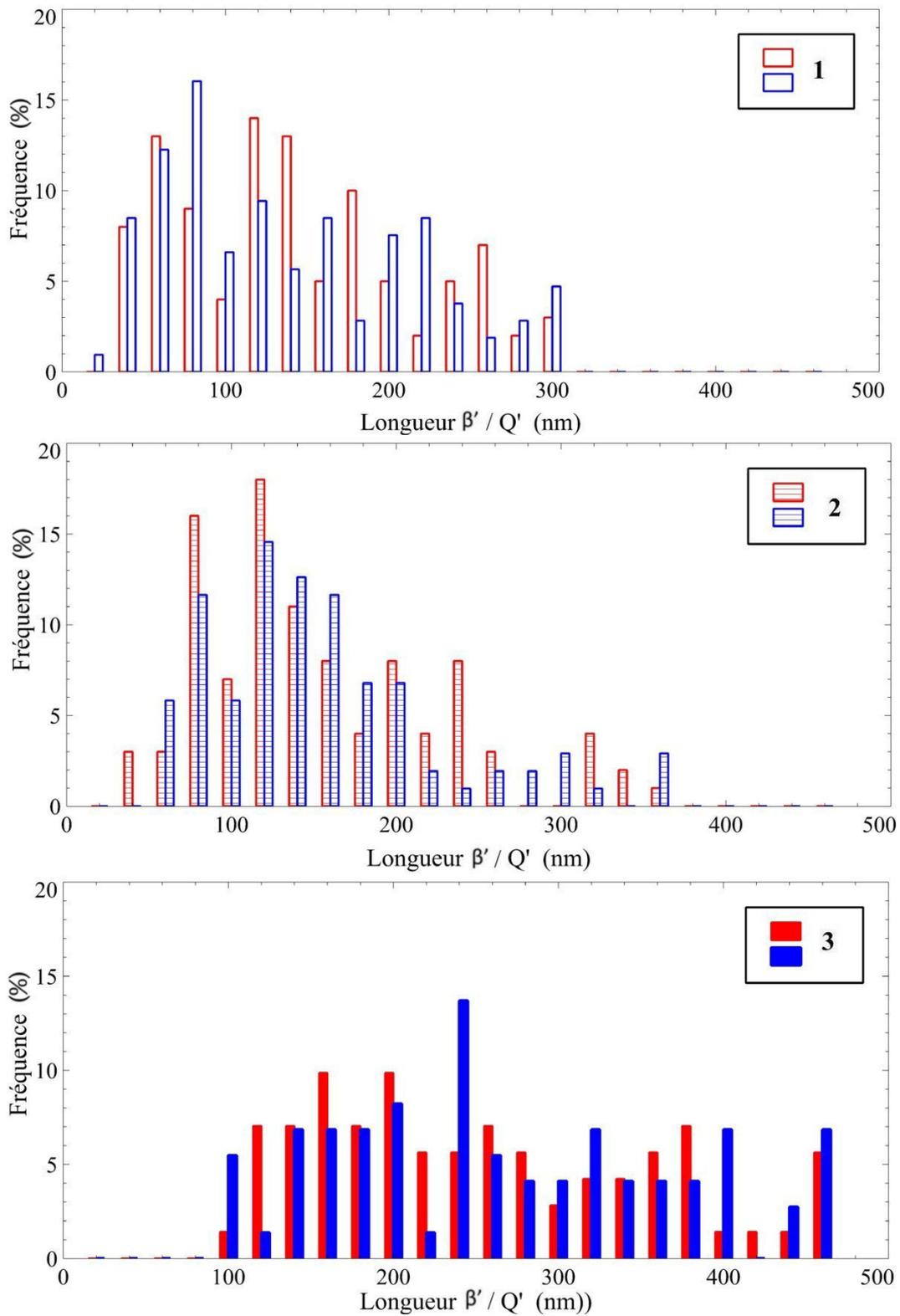


FIGURE 4.19 – AISi7Cu0,5Mg0,3 - Distribution des longueurs de β' et de Q' (les colonnes rouges correspondent aux essais FMT et les colonnes bleues correspondent aux essais de cyclage thermique)

4.4 Discussion

4.4.1 Effet de la déformation plastique

Les études qui ont porté sur l'effet de la déformation plastique sur la microstructure de précipitation dans les alliages à base d'Aluminium se sont intéressées à des alliages non vieillis ou sous vieillis [EMBURY et al., 2003], [DESCHAMPS et al., 2014], [DESCHAMPS et al., 2012] et [HAN et al., 2011]. Ces études traitent alors de l'effet de la déformation plastique sur la germination des précipités et sur la cinétique de leur croissance. Très peu d'études ont analysé l'interaction dynamique entre la déformation plastique et le mûrissement de la microstructure de précipitation et étudié son effet sur la cinétique de mûrissement [FRIBOURG et al., 2011].

L'effet de la déformation plastique sur la germination (nucléation de précipités d'une phase qui n'apparaît pas en l'absence de déformation plastique, augmentation du nombre de germes, augmentation de la vitesse de croissance ou de mûrissement) est toujours corrélé à l'augmentation de la vitesse de diffusion dans la matrice des solutés qui participent à la croissance des précipités.

Cette augmentation de la vitesse de diffusion a deux origines : d'une part la diffusion le long des cœurs de dislocation (pipe diffusion) est plus facile que dans la structure parfaite de la matrice, d'autre part l'interaction entre lignes de dislocation produit une augmentation de la concentration en lacunes qui facilite la diffusion en volume dans la matrice.

Dans le cas de alliages non vieillis ou sous-vieillis, l'augmentation de la vitesse de diffusion des solutés, résultant de la déformation plastique, provoque une accélération de la vitesse de germination et de la vitesse de croissance des précipités, dans la matrice sursaturée en éléments de solutés par rapport à ce que sont ces vitesses lorsque l'alliage n'est soumis qu'à un traitement thermique [DESCHAMPS et al., 2014], [DESCHAMPS et al., 2012]. Elle peut également entraîner la germination et la croissance de phases qui ne précipitent pas au cours de traitements thermiques [HAN et al., 2011].

Dans le cas d'alliages sur-vieillis, l'augmentation de la vitesse de diffusion des solutés provoquée par la déformation plastique se traduit par une accélération du mûrissement de la microstructure de précipitation [FRIBOURG et al., 2011].

Bien que les mesures de microdureté réalisées dans des échantillons ayant subi soit un cyclage thermomécanique soit le traitement thermique équivalent aient donné des résultats identiques,

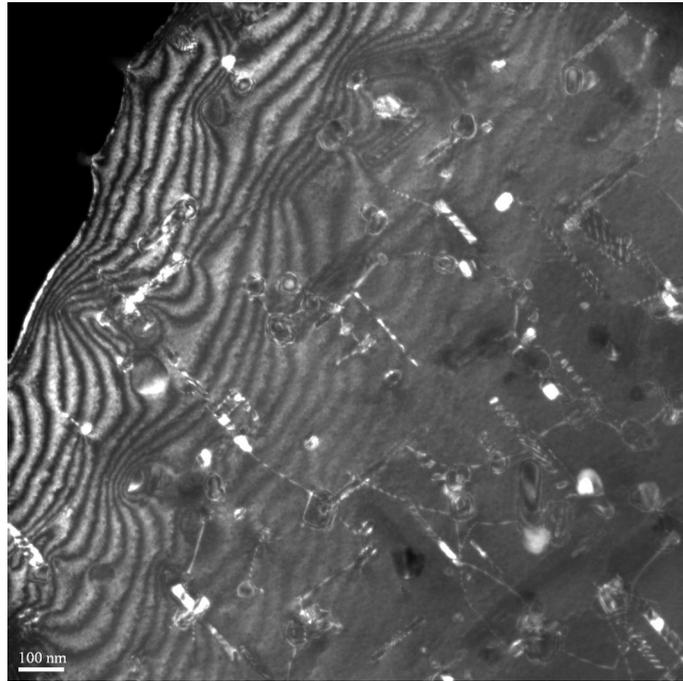


FIGURE 4.20 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 - Microstructure de dislocations obtenus en champ sombre en faisceau faible $(111)_{(Al)}$

l'existence des phénomènes de vieillissement dynamiques, rapporté par la littérature, nous a amenés à comparer la nature des phases précipitées et la cinétique de mûrissement des microstructures de précipitation des alliages étudiés. En effet, une hypothèse était que la déformation plastique résultant des essais de fatigue thermomécanique, aurait pu accélérer le vieillissement de la microstructure de précipitation mais également compenser l'augmentation de la distance entre précipités par la germination et la croissance d'une distribution de précipités qui n'apparaîtrait pas au cours d'un cyclage thermique sans déformation, et ainsi résulter dans une limite d'élasticité (et donc une dureté) plus basse qu'en absence de déformation plastique.

L'analyse des phases précipitées dans les échantillons déformés et dans ceux n'ayant subi que le cyclage thermique montre que, dans les deux cas, les phases précipitées sont identiques. Les mesures de paramètres morphologiques des précipités dans les échantillons déformés sont très proches de celles réalisées dans les échantillons équivalents n'ayant subi que le cyclage thermique. Ainsi il apparaît que le mûrissement de la microstructure de précipitation se produit de manière identique dans un échantillon déformé plastiquement en fatigue thermomécanique et l'échantillon qui a subi le même cyclage thermique sans déformation. Ces résultats d'analyses microstructurale sont évidemment cohérents avec l'équivalence entre les mesures de duretés réalisées dans l'ensemble des paires d'échantillons de fatigue

thermomécanique et de cyclage thermique. La déformation plastique produite dans les échantillons de fatigue thermomécanique ne semblerait donc pas avoir d'effet sur la vitesse de diffusion des atomes de solutés dans la matrice d'(Al).

Le fait que, dans la présente étude, la déformation plastique ne semble avoir aucun effet sur la cinétique de mûrissement de la microstructure de déformation alors qu'une accélération notable du mûrissement est rapporté par Fribourg et al. [FRIBOURG et al., 2011] peut être justifié par plusieurs arguments.

D'une part, dans la présente étude la déformation produite au cours du chargement thermomécanique est faible. La déformation totale cyclique maximale imposée à l'éprouvette au cours des essais de fatigue thermomécanique est de 0,6%, alors que Fribourg [FRIBOURG et al., 2011] applique des déformations en fluage comprises entre 0,8% et 1,5%. La densité de dislocations produite au cours des essais de fatigue thermomécanique de la présente étude est certainement beaucoup plus faible que dans le cas des essais mécaniques de l'étude de Fribourg [FRIBOURG et al., 2011]. La microstructure de dislocation examinée en MET s'avère d'ailleurs présenter une densité de dislocation effectivement faible (figure 4.20).

D'autre part les essais de fatigue thermomécanique et de cyclage thermique ont été réalisés selon un cycle de température qui atteint 250°C après que les alliages aient été soumis au revenu de 5 heures à 200°C inclus dans la gamme de traitement thermique T7. A ces températures, les vitesses de diffusion volumique des atomes de soluté dans la matrice sont déjà relativement rapides et l'accélération provoquée par les phénomènes de pipe diffusion et d'augmentation de la concentration en lacunes peut s'avérer négligeable. L'étude de Fribourg [FRIBOURG et al., 2011] portait sur des alliages revenus à 160°C pendant 10 heures et les essais de fluage étaient réalisés à des températures comprises entre 140°C et 180°C. A ces températures significativement plus faibles, les vitesses de diffusion volumique des atomes de solutés dans la matrice sont plus faibles et l'accélération produite par les phénomènes de pipe diffusion et d'augmentation de la concentration en lacunes deviennent notables.

4.4.2 Effet du cyclage anisotherme

Le cycle anisotherme utilisé au cours de ces essais comprend un maintien à 250°C qui dure la moitié du cycle anisotherme. Il est intéressant donc de comparer les mesures de microdureté des essais de fatigue thermomécanique et de cyclage thermique avec les mesures

de microdureté issus des vieillissements isothermes à 250°C. Ainsi, on trace en parallèle en fonction du temps de maintien cumulé à 250°C l'évolution de la microdureté des essais de fatigue thermomécanique, de cyclage thermique et de vieillissement isotherme (en utilisant les données présentées chapitre 1) (figure 4.21). On peut observer que ces évolutions apparaissent très proches même si pour l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1, le vieillissement au cours des essais de fatigue thermomécanique et de cyclage thermique semble un peu ralenti aux temps intermédiaires par rapport au vieillissement isotherme à 250°C. Il semblerait donc que le temps de maintien de 90s à 250°C efface tout l'historique thermique des cycles anisothermes et contrôle le vieillissement des alliages.

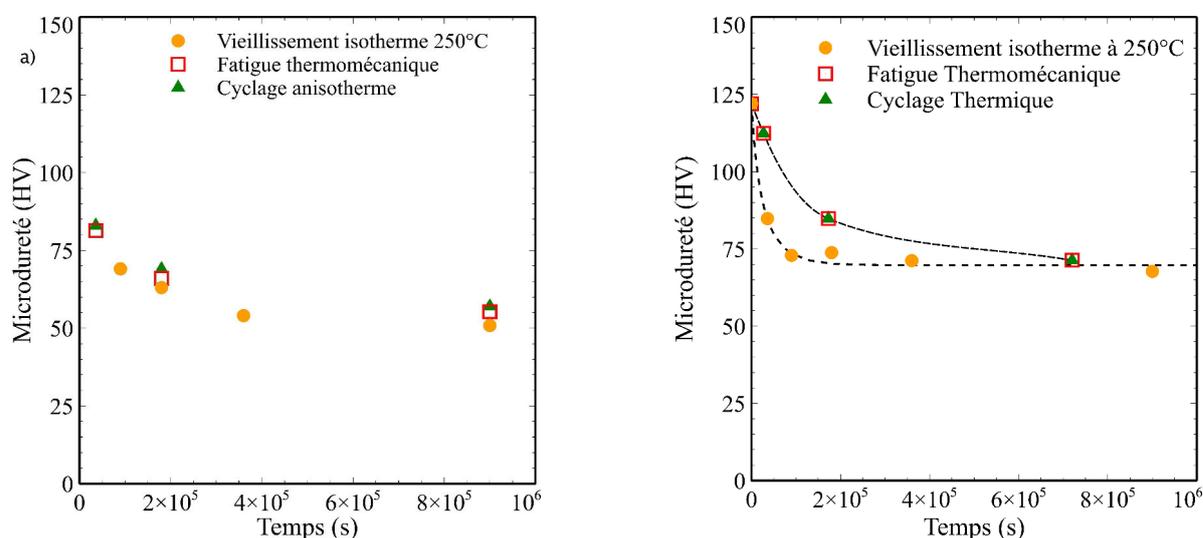


FIGURE 4.21 – Evolution de la microdureté des essais de fatigue thermomécanique, de cyclage thermique à l'évolution et de vieillissement isotherme en fonction du temps de maintien cumulé à 250°C pour a) l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3 et b) pour l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1

Afin de vérifier si le maintien de 90s à 250°C contrôle également la cinétique de croissance, on compare l'évolution des paramètres morphologiques en fonction du temps de maintien cumulé à 250°C pour les essais de fatigue thermomécanique, de cyclage thermique et de vieillissement isotherme (en utilisant les données présentées chapitre 2) (figure 4.22 et figure 4.23).

Concernant l'AlSi7Cu0,5Mg0,3, les rayons moyens des précipités β' et/ou Q' sont très proches pour les trois types d'essai ce qui laisse à penser que le maintien de 90s à 250°C contrôle la cinétique de croissance des rayons. Au contraire les valeurs de la longueur moyenne sont très différentes entre les essais anisothermes et les essais isothermes.

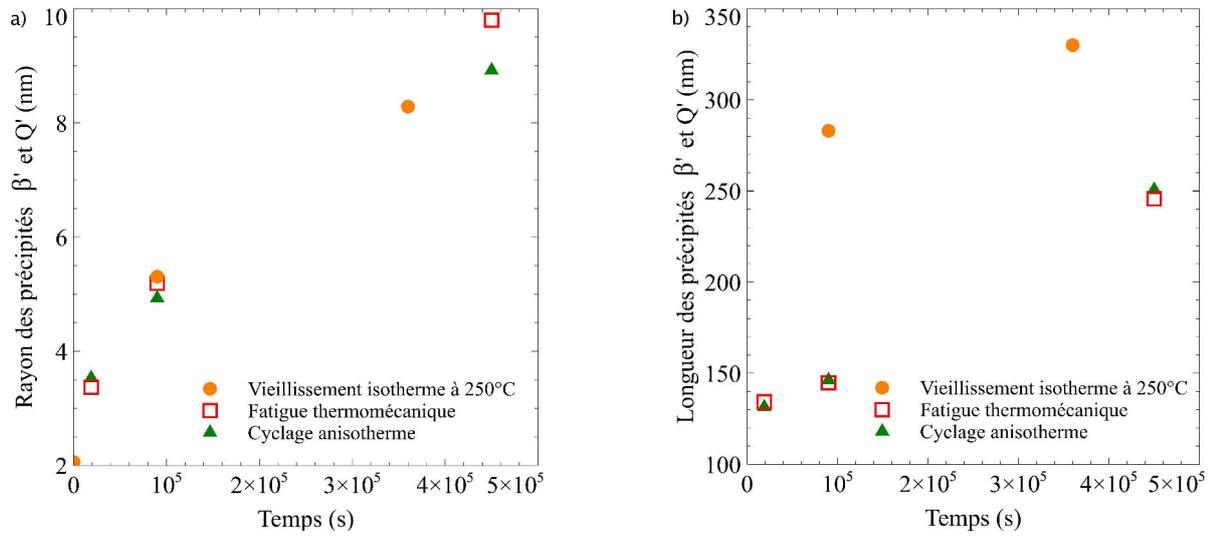


FIGURE 4.22 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 - Evolution a) du rayon moyen des précipités β' et/ou Q' et b) de la longueur moyenne des précipités β' et/ou Q' en fonction du temps de maintien cumulé à 250°C pour les essais de fatigue thermomécanique, de cyclage thermique et de vieillissement isotherme

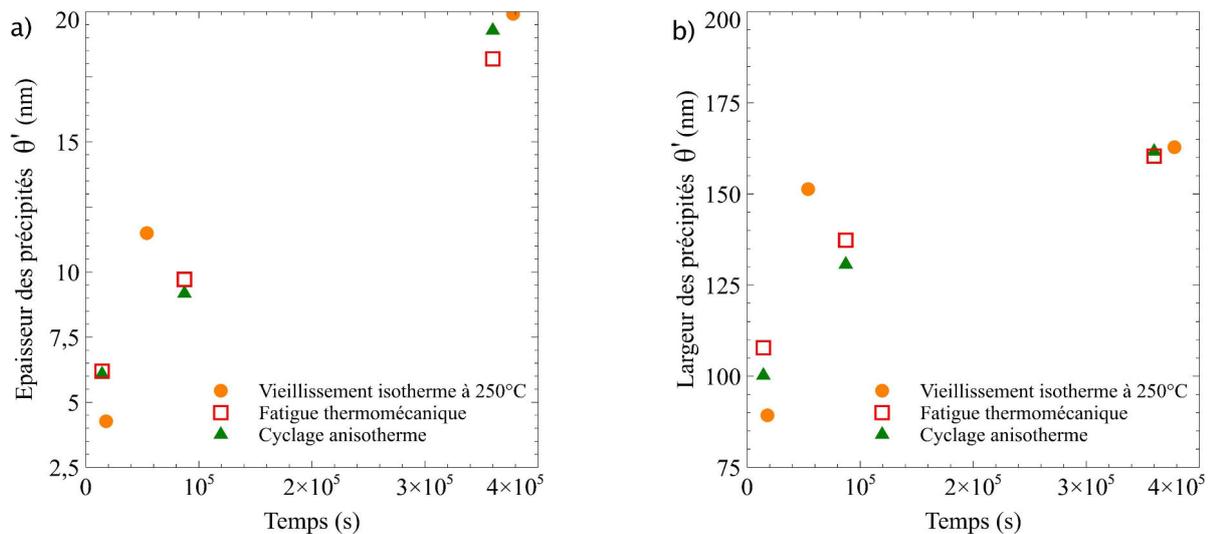


FIGURE 4.23 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 - Evolution a) de l'épaisseur moyenne des précipités θ' et b) de la largeur moyenne des précipités θ' en fonction du temps de maintien cumulé à 250°C pour les essais de fatigue thermomécanique, de cyclage thermique et de vieillissement isotherme

Concernant l'AlSi7Cu3,5Mg0,1, à la fois l'épaisseur et la longueur des précipités θ' sont proches pour les trois types d'essai ce qui laisse à penser que le maintien de 90s à 250°C contrôle, en grande partie, la cinétique de croissance des précipités θ' . Cependant, Un écart entre les mesures faites après des essais de fatigue thermomécanique et de cyclage thermique et les mesures faites après un vieillissement isotherme à 250°C existe aux temps intermédiaires.

4.5 Conclusion

La comparaison entre les mesures des paramètres morphologiques des phases précipitées dans les échantillons déformés et les échantillons non déformés, confirme qu'il n'y a pas d'effet de la déformation plastique sur la nature des phases précipitées et sur la cinétique de mûrissement de la précipitation pour les conditions expérimentales qui simulent les conditions en service de la culasse.

Au final, dans les conditions de service de la culasse, le mûrissement de la microstructure de précipitation et donc le vieillissement de l'alliage sont uniquement contrôlés par la thermique. Ainsi d'un point de vue ingénieur, la prise en compte du vieillissement dans le dimensionnement sera réalisée en tenant uniquement compte de la contribution du cyclage thermique

Simulation de l'évolution de la microdureté dans la culasse

Sommaire

5.1	Introduction	113
5.2	Méthodologie	115
5.3	Etude numérique des champs thermiques dans une culasse	115
5.3.1	Maillage	115
5.3.2	Conditions aux limites	116
5.3.3	Procédure de calcul	117
5.4	Modèle d'évolution de la microdureté	118
5.4.1	AlSi7Cu0,5Mg0,3	120
5.4.1.1	Hypohèses	120
5.4.1.2	Présentation du modèle	121
5.4.1.3	Identification des paramètres du modèle	122
5.4.2	AlSi7Cu3,5Mg0,1	125
5.4.2.1	Hypothèses	125
5.4.2.2	Présentation	125
5.4.2.3	Identification	126
5.5	Analyse de l'évolution de la microdureté dans le pontet-intersoupape d'une culasse Diesel	129
5.5.1	Analyse dans l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3	131
5.5.1.1	Pontet inter-soupape	131
5.5.1.2	Chemin dans le pontet	131
5.5.2	Analyse dans l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1	135
5.5.2.1	Pontet inter-soupape	135

5.5.2.2	Chemin dans le pontet	135
5.6	Analyse de l'évolution de la microdureté sur la face flamme d'une cu- lasse Diesel	139
5.6.1	Analyse dans l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3	139
5.6.2	Analyse dans l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1	142
5.6.3	Bilan	144
5.7	Conséquence sur le comportement mécanique et la durée de vie	145
5.8	Conclusion	150

5.1 Introduction

L'évolution de la microdureté lors de chargement isotherme est un bon indicateur du vieillissement des alliages. Les résultats du chapitre 3 ont montré que la microdureté est également un indicateur du comportement cyclique des alliages de l'étude.

Des mesures de microdureté réalisées sur les deux alliages ont été présentées dans le chapitre 1. Ces mesures permettent d'obtenir des informations sur l'évolution de la microdureté lors de vieillissements isothermes. Ces mesures de microdureté Vickers sont effectuées sous une charge de 25g à l'aide d'un microduromètre BUEHLER (figure 5.1). Les données (mesures d'empreinte et transformation en valeur de microdureté) sont obtenues avec l'aide du logiciel OMNIMET HMS.

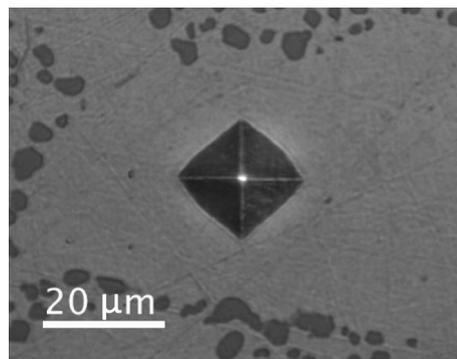


FIGURE 5.1 – Empreinte de microdureté dans l'AlSi7Cu0,5Mg0,3 sous une charge de 25g

Les figures 5.2 et 5.3 représentent respectivement les évolutions de la microdureté des alliages AlSi7Cu0,5Mg0,3 et AlSi7Cu3,5Mg0,1, déjà présentées dans le chapitre 1. Ces mesures, en plus de permettre de connaître l'évolution de la microdureté, caractérisent qualitativement le comportement cyclique lors de vieillissement isothermes.

Cependant, ces mesures ne concernent que des vieillissements isothermes or la démarche de dimensionnement de PSA est une démarche déterministe qui se base sur un chargement thermomécanique anisotherme considéré comme le plus sévère possible. Chez PSA, ce chargement est appelé "choc thermique infini 0". Cet essai dure 10000 cycles. A chaque cycle, le moteur est maintenu à puissance maximale avec une eau de refroidissement à 110°C. Puis, le moteur est arrêté et refroidi rapidement avec une eau à 80°C avec un débit plus important. Le cycle dure 220s avec une durée du chauffage de 150s et un refroidissement de 60s.

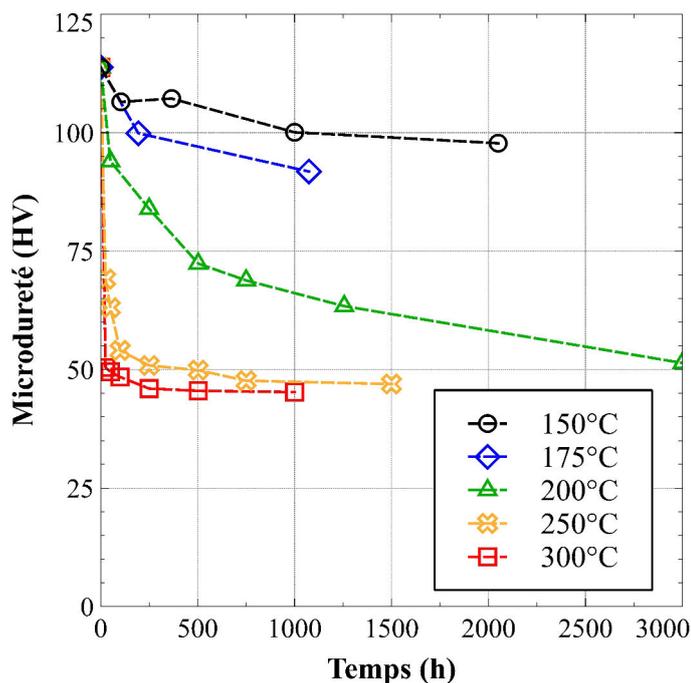


FIGURE 5.2 – Evolution de la microdureté dans l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3 lors de vieillissements isothermes

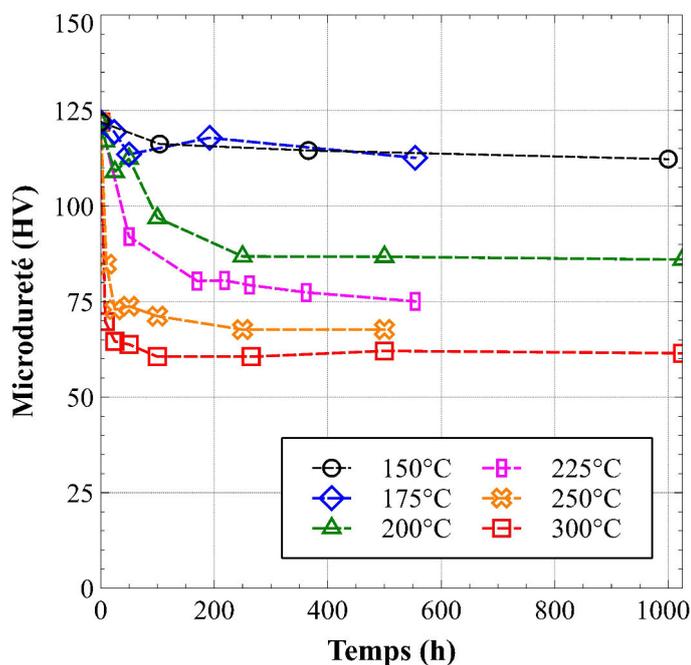


FIGURE 5.3 – Evolution de la microdureté dans l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 lors de vieillissements isothermes

La filière de dimensionnement numérique doit garantir l'intégrité des composants sous ce chargement. Actuellement, cette filière prend en compte le vieillissement en utilisant les résultats de l'étude de Verger [VERGER, 2002] présentée au chapitre 1. L'objectif de cette

partie est donc d'étudier le vieillissement dans la structure au cours de ce chargement au travers de la simulation de l'évolution de la microdureté dans la structure au cours d'un essai "choc thermique infini 0". Puis, l'évolution du gradient de microdureté dans la structure lorsque celle-ci est soumise à ce chargement sera analysée et comparée au gradient de microdureté prévus par la filière de dimensionnement actuellement utilisée.

5.2 Méthodologie

Plusieurs étapes sont nécessaires afin de pouvoir simuler la microdureté dans la culasse lors d'un essai de qualification.

La première étape consiste à récupérer les champs thermiques dans la culasse simulés lors de l'étude de Merhy [MERHY, 2011]. Ces champs thermiques correspondent aux champs de température de la culasse lors d'un essai de "choc thermique infini 0".

Puis, des modèles d'évolution de la microdureté sont développés en prenant en compte les spécificités des microstructures de précipitation de chaque alliage.

Enfin, afin de réaliser l'application sur structure, les champs thermiques, issus des calculs de Merhy [MERHY, 2011] sont injectés comme données d'entrée dans les modèles d'évolution de la microdureté.

5.3 Etude numérique des champs thermiques dans une culasse

Les résultats de cette partie sont issus des travaux de Merhy [MERHY, 2011].

5.3.1 Maillage

Le maillage est constitué d'éléments de type tétraédrique (T10) et obéit à des règles de maillages métiers garantissant une bonne fiabilité pour les calculs non linéaires avec le logiciel ABAQUS. Il est composé d'environ 340 000 éléments et le maillage est affiné dans le pontet inter-soupape (taille des éléments = 0,2 mm) (figure 5.4).

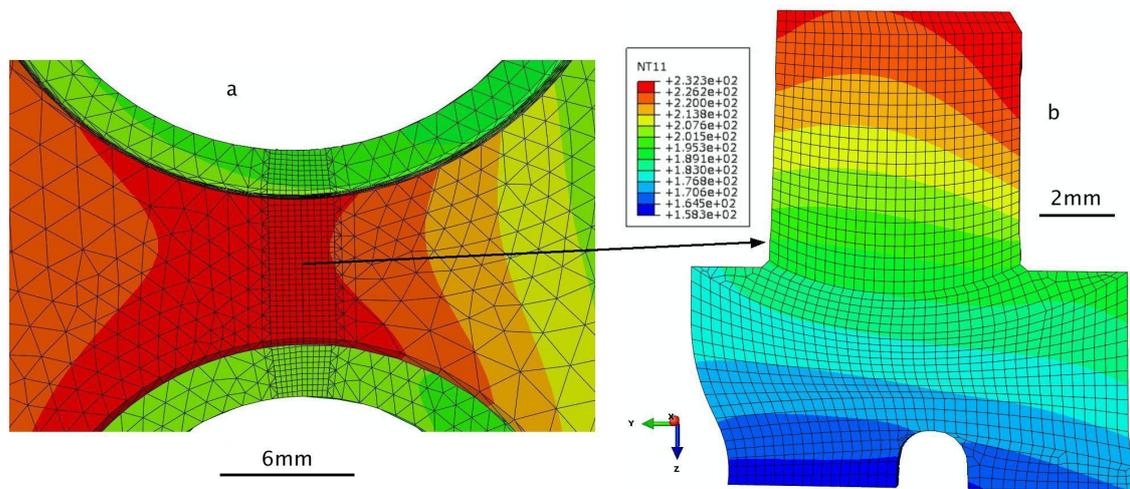


FIGURE 5.4 – Cartographie thermique dans le pontet à l’instant le plus chaud : a) vue de haut, b) coupe longitudinale [MERHY, 2011]

5.3.2 Conditions aux limites

Le calcul thermique a des conditions aux limites pour chaque surface d’échange thermique :

- **Surfaces d’échange internes avec la source de chaleur** : La chaleur provient de la convection entre les gaz de combustion et la face flamme de la culasse. Les conditions aux limites sont donc le flux de gaz appliqué sur la face flamme, les températures et les coefficients d’échanges à cette face.
- **Surfaces d’échange internes - gaz et eau** : Les conduits internes subissent également des convections forcées soit par les gaz d’échappement ou d’admission soit par l’eau qui refroidit la structure. Les conditions aux limites sont encore les coefficients d’échanges et les températures à appliquer sur les surface où l’eau circule.
- **Surface d’échange externes** : L’air ambiant provoque une convection naturelle. Par ailleurs, l’émissivité de l’aluminium étant faible [MERHY, 2011], le transfert thermique par rayonnement est négligé. La seule condition aux limites est donc le coefficient d’échange avec l’air.
- **Surfaces de contact** : La condition aux limites est donnée par la conduction thermique entre la culasse et les différentes pièces d’assemblage.

Par ailleurs, Merhy [MERHY, 2011] fait l'hypothèse que le calcul de combustion du gaz peut être découplé du calcul thermique de diffusion dans le solide en considérant que la température des parois n'influe donc pas sur le flux de gaz. De plus, il n'existe pas de couplage entre la mécanique et la thermique.

5.3.3 Procédure de calcul

Dans un premier temps, un calcul stationnaire est effectué afin de connaître le champ thermique stabilisé dans la culasse lors d'un maintien à régime moteur maximal de plusieurs minutes. Puis, afin de prendre en compte la variation du régime moteur lors d'un essai choc thermique, un calcul transitoire est réalisé. Celui-ci permet de déterminer la température dans la culasse au cours du cycle. Le régime transitoire est obtenu par la modulation des amplitudes du flux thermique s'appliquant en face flamme et au circuit de refroidissement eau.

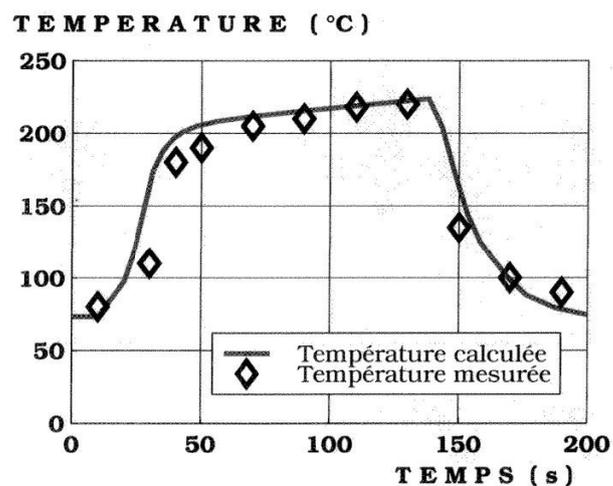


FIGURE 5.5 – Comparaison entre les calculs numériques et les mesures effectuées lors d'un essai sur banc [MERHY, 2011]

Le cycle moteur est divisé en cinq étapes (figure 5.6) :

1. Moteur au ralenti (pas de convection forcée à l'interface culasse – gaz)
2. Mise en charge (on applique les coefficients du calcul stationnaire avec une progression linéaire de la valeur basse à la valeur stabilisée)
3. Fonctionnement à pleine charge (la température et le débit de l'eau contrôlent l'échange

eau-conduits internes)

4. Arrêt moteur (flux de gaz nul provenant de la chambre de combustion et convection libre dans les conduits internes)
5. Refroidissement par circulation d'eau forcée (on retourne aux coefficient de calcul stationnaire avec encore une fois une progression linéaire)

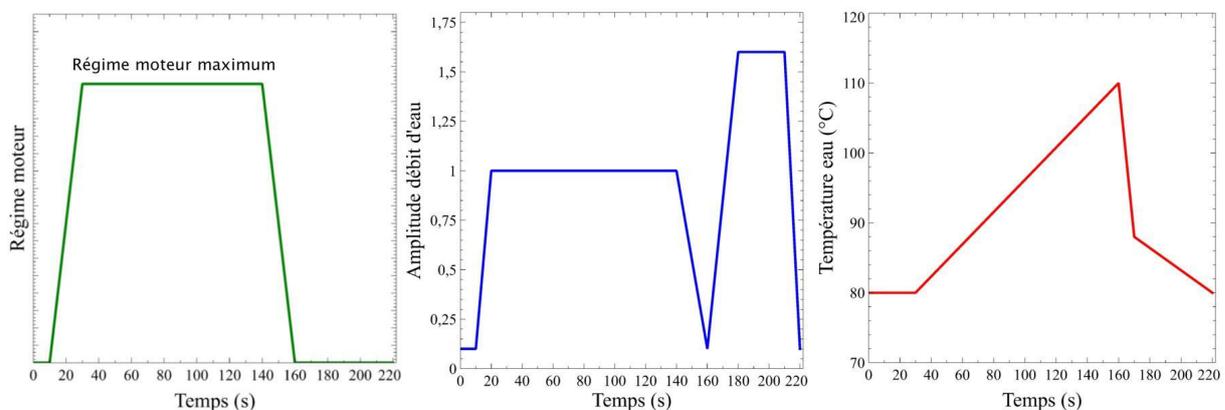


FIGURE 5.6 – Evolution du régime moteur, du débit d'eau et de la température d'eau durant un cycle d'essai « choc thermique » sur un banc moteur

Afin de vérifier le calcul numérique, les résultats ont été comparés à des mesures expérimentales obtenues sur des culasses prototypes, instrumentées avec des thermocouples (figure 5.5). Une bonne corrélation entre expérience et numérique est constatée permettant d'attester la robustesse de la démarche.

5.4 Modèle d'évolution de la microdureté

Les études précédentes, et en particulier [OSMOND, 2010], ont permis de caractériser les cinétiques de croissance des précipités présents dans les alliages de l'étude. De plus, les travaux du chapitre 4 ont permis de mettre en évidence, pour les conditions de service spécifiques aux chargements extrêmes l'effet négligeable de la déformation plastique sur la cinétique de précipitation et sur la nature des précipités. Ainsi le vieillissement peut être uniquement associé à l'aspect thermique du cyclage.

La microdureté s'impose comme un indicateur de l'évolution du comportement cyclique lors du vieillissement des alliages. Le développement de modèles de microdureté, adaptés aux spécificités des différents systèmes étudiés ici, constitue une étape clé pour assurer le passage de l'élément de volume à la structure dans le but de caractériser l'évolution des propriétés mécaniques en service. Ces développements sont proposés dans la suite de ce chapitre.

Afin de pouvoir identifier les paramètres des modèles, des mesures de microdureté ont été réalisées sur les alliages après des vieillissements isothermes. Les températures des vieillissements ont été choisies afin d'obtenir des mesures sur toute la gamme de température de fonctionnement de la culasse.

PSA a développé un modèle d'évolution de microdureté [BOUSSAC and CALLAIS, 1998]. Ce modèle, purement phénoménologique, prend en compte l'évolution de la microdureté uniquement pour des vieillissements isothermes. Par ailleurs, il décrit l'évolution de la microdureté seulement lors de la phase de murissement de la microstructure de précipitation. Enfin, il fonctionne avec des matériaux qui ont une microdureté asymptotique indépendante de la température.

Un autre modèle, développé par Shercliff et Ashby [SHERCLIFF and ASHBY, 1990], permet d'analyser l'évolution de la microdureté au cours de traitement thermique ou de vieillissement. Ce modèle prend donc en compte toutes les étapes d'évolution de la microstructure de précipitation (germination, croissance, murissement). De plus, il est basé sur des paramètres microstructuraux ce qui permet de réduire le nombre de paramètres ajustables par rapport au modèle de PSA [BOUSSAC and CALLAIS, 1998]. Comme pour le modèle de PSA, il fonctionne avec des matériaux qui ont une microdureté asymptotique indépendante de la température.

Pour l'étude, le modèle utilisé devra pouvoir décrire l'évolution de la microdureté à partir d'un état T7 (murissement), et prendre en compte des cyclages thermiques. De plus, pour l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3, le modèle doit fonctionner avec des matériaux qui ont une microdureté asymptotique indépendante de la température tandis que pour l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1, le modèle doit fonctionner avec des matériaux qui ont une microdureté asymptotique dépendante de la température. Ainsi le modèle d'évolution de la microdureté ne sera pas le même pour les deux alliages.

5.4.1 AlSi7Cu0,5Mg0,3

5.4.1.1 Hypothèses

Le modèle doit décrire l'évolution de la microdureté à partir d'un état T7 pour des matériaux dont la microdureté asymptotique est indépendante du temps.

La modélisation présentée par Shercliff et Ashby [SHERCLIFF and ASHBY, 1990] couvre bien le domaine d'étude visé ici et est adapté au comportement de vieillissement observé.

Seul le régime de murissement sera considéré pour la modélisation. Plusieurs hypothèses, qui serviront de base au développement du modèle, ont été admises.

La première hypothèse est que la composition de la solution solide a atteint l'équilibre. Cette hypothèse est liée au traitement thermique T7 qui amène l'alliage dans un état survieilli : les précipités ont donc déjà utilisé tous les éléments d'ajout présents dans la solution solide. La composition de cette solution solide est donc considérée à l'équilibre.

La deuxième hypothèse concerne la croissance des rayons des précipités β' . A partir des résultats du chapitre 2, on connaît l'équation qui régit l'évolution des rayons équivalents moyens des précipités β' .

La troisième hypothèse considère que la fraction volumique globale f_v des précipités est constante au cours du temps. En effet, malgré la transformation des précipités β' en β au cours du vieillissement, la fraction volumique des précipités ($\beta' + \beta$) reste constante au cours du vieillissement.

La quatrième hypothèse est que la fraction volumique des précipités n'évolue pas avec la température de vieillissement. En effet, dans le domaine de température étudié (25°C - 300°C), l'évolution de f_v est faible.

La cinquième hypothèse est que les précipités sont contournés par les dislocations. La semi-cohérence ou l'incohérence des précipités avec la matrice explique que ces derniers ne sont pas cisailés par les dislocations.

La sixième hypothèse est que les précipités métastables β' / Q' sont définis comme des sphères de rayon r afin d'utiliser une relation simple entre la distance entre précipité et la fraction volumique de précipité et donc écarter les complexités induites par la modélisation

de la cinétique de murissement de précipités non sphériques.

La septième hypothèse est que la fraction volumique des précipités est faible [OSMOND, 2010].

De plus, les précipités de (Si) ne participent pas au durcissement de l'alliage pour des durées de vieillissement courtes (durée typique de nos vieillissements isothermes) car la distance interprécipités pour les précipités (Si) est plus grande que celle des précipités β' et β .

5.4.1.2 Présentation du modèle

Dans leur étude, Shercliff et Ashby [SHERCLIFF and ASHBY, 1990] lient la limite d'élasticité macroscopique du matériau aux paramètres microstructuraux. L'équation 5.1 définit les différentes composantes de la contrainte et la règle de sommation employée :

$$\sigma(t) = \sigma_i + \sigma_{ppt} + \sigma_{ss} \quad (5.1)$$

avec σ_i défini par [SHERCLIFF and ASHBY, 1990] comme la contrainte interne regroupant les contributions constantes avec le temps telles que les contributions des joints de grains et la matrice, σ_{ppt} la composante due à la précipitation et σ_{ss} la composante due à la solution solide.

En utilisant l'hypothèse 1, σ_{ss} est considéré comme une constante. Ainsi cette contribution va être incluse dans la contribution "interne". A partir de l'hypothèse 5, σ_{ppt} équivaut à $\sigma_{contournement}$.

Les hypothèses 6 et 7 permettent de relier la distance interprécipité au rayon des précipités (équation 5.3) et donc, en utilisant l'équation d'Orowan (équation 5.2), la composante de contrainte due au contournement des précipités peut être exprimée (équation 5.4).

$$\sigma_{cont} = \alpha_1 \frac{Gb}{\lambda} \quad (5.2)$$

[OROWAN, 1948]

$$\lambda = r(t) \sqrt{\frac{2\pi}{3f_v}} \quad (5.3)$$

[FRIEDEL, 1956]

$$\sigma_{cont} = \alpha_1 \frac{Gb}{r(t)} \sqrt{\frac{3f_v}{2\pi}} \quad (5.4)$$

On utilise l'hypothèse 2 pour exprimer l'évolution des rayons équivalents moyens (équation 5.5).

$$r^3(t) - r_0^3 = \frac{C_2 t}{T} e^{-\frac{Q_a}{RT}} \quad (5.5)$$

En remplaçant $r(t)$ par son expression dans l'équation 5.4, l'expression de la contrainte est obtenue en fonction du temps, de la température et de la fraction volumique. En utilisant la relation linéaire entre contrainte et microdureté, il est possible d'exprimer l'évolution de la microdureté avec le temps (équation 5.2).

$$HV(t) = HV_f + K_1 G b \sqrt{\frac{3f_v}{2\pi}} \left(r_0^3 + \frac{t}{T} e^{-\frac{Q_a}{RT}} \right)^{-\frac{1}{3}} \quad (5.6)$$

Avec r_0^3 le rayon moyen des précipités à $t=0$, Q_a l'énergie d'activation de diffusion, f_v la fraction volumique de précipités métastables, G le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers, R la constante des gaz parfaits, K_1 et HV_f des paramètres ajustables. Les valeurs suivantes de constantes sont utilisées pour l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3 (tableau 5.4).

Q_a	f_v	G	b	R
135 kJ [OSMOND, 2010]	$1,39 \cdot 10^{-2}$ [OSMOND, 2010]	24400 MPa	$2,86 \cdot 10^{-10} \text{ m}^{-1}$	8, 314

TABLE 5.1 – Paramètres matériaux

5.4.1.3 Identification des paramètres du modèle

L'identification des paramètres K_1 et HV_f est réalisée sur les vieillissements isothermes effectués à 150°C, 175°C, 200°C, 250°C et 300°C. On proposera ensuite de vérifier les capacités du modèle à décrire fidèlement l'évolution de la microdureté sous cyclage thermique. La réponse obtenue sera comparée aux mesures de microdureté réalisées sur les échantillons, étudiés au chapitre 4, et ayant subi des cyclages thermiques.

Le modèle, développé par Shercliff et Ashby, est basé sur l'hypothèse que le matériau n'a subi aucun vieillissement thermique à $t = 0$. Or l'alliage a subi un traitement thermique T7 au préalable. Afin de prendre en compte ce traitement thermique, un temps t_{T7} , défini comme représentatif du temps nécessaire pour atteindre la microdureté T7 pour chaque température de vieillissement, est calculé (figure 5.7). Ce temps t_{T7} est exprimé par :

$$t_{T7} = \frac{T}{e^{\frac{-Q_a}{RT}}} \left(\sqrt{\frac{2\pi}{3f_v}} \frac{1}{K_1 G b} (113,8 - HV_f) \right)^{-3} \quad (5.7)$$

Température (°C)	150	200	250	300
Temps équivalent (s)	6814113	135736	5775	429

TABLE 5.2 – Temps équivalent

HV_f	K_1
40	9959

TABLE 5.3 – Paramètres du modèle

La figure 5.8 présente la comparaison entre le modèle et les mesures isothermes et anisothermes (chapitre 4.1) réalisées. Le modèle permet une bonne représentation de l'évolution de la microdureté à la fois pour un chargement isotherme et anisotherme. Le tableau 5.3 regroupe les paramètres du modèle.

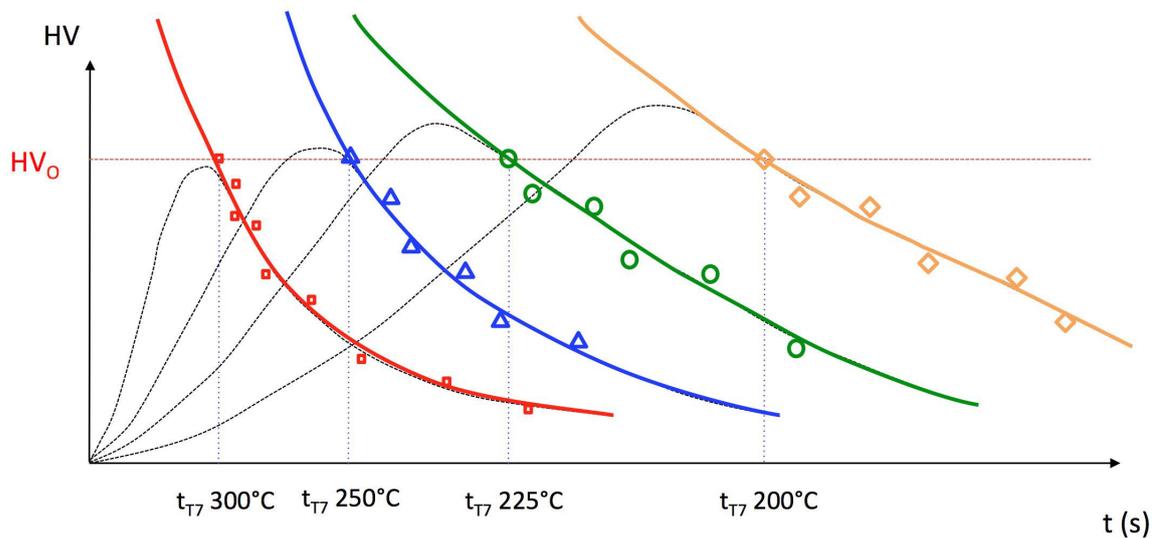


FIGURE 5.7 – Modèle de microdureté : temps nécessaire pour atteindre HV_0

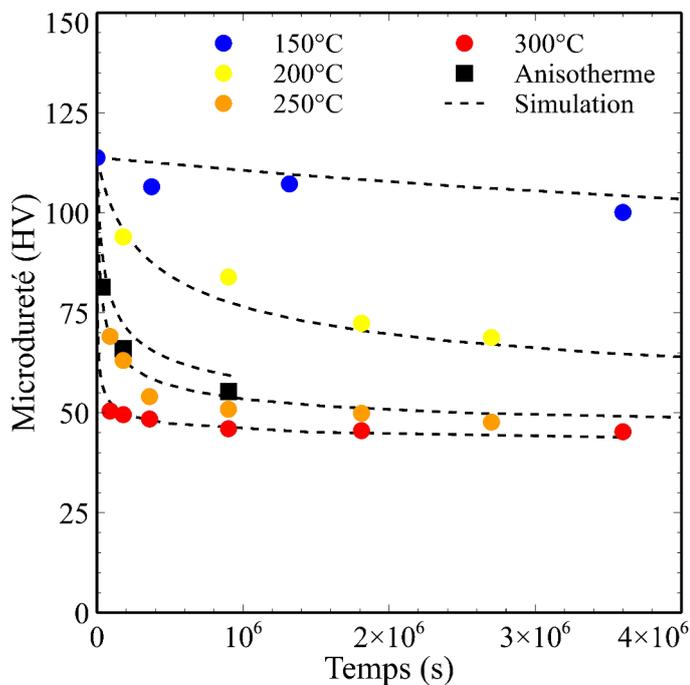


FIGURE 5.8 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 : Comparaison entre le modèle et les mesures

5.4.2 AlSi7Cu3,5Mg0,1

5.4.2.1 Hypothèses

Le modèle d'évolution de microdureté doit décrire l'évolution de la microdureté à partir d'un état T7 pour des matériaux dont la microdureté asymptotique est dépendante du temps.

Le modèle développé par Shercliff et Ashby [SHERCLIFF and ASHBY, 1990] ne couvre plus le domaine d'étude visé ici. Il faut donc développer un nouveau modèle d'évolution

5.4.2.2 Présentation

Aucun modèle permettant de prendre en compte la croissance spécifique des précipités θ' et la dépendance de la dureté asymptotique avec la température, n'a été trouvé dans la bibliographie.

PSA a donc développé en interne ([PSA, 2015]) un modèle spécifique à l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 qui est décrit dans l'annexe C.

On modélise la cinétique de précipitation des précipités θ' en considérant que l'interaction spatiale des champs de diffusion limite la croissance. Le modèle définit une distance bord à bord minimale qui est exprimée en fonction du rayon critique séparant la dissolution de la croissance du précipité. Ce rayon R_c est obtenue en minimisant l'énergie libre ΔG .

Le rapport de forme $A(T)$ est donné par l'équation suivante :

$$A(T) = A_{eq} + \left(\frac{B}{T}\right)^C \quad (5.8)$$

avec A_{eq} le rapport de forme à l'équilibre et B et C des paramètres ajustables.

En utilisant l'expression du rayon R_c et l'équation d'Orowan, la microdureté asymptotique est exprimée :

$$HV_{asympt}(T) = HV_{int} + D \frac{\mu b}{\lambda_{min}(T)} \quad (5.9)$$

avec $\lambda_{min} = f(A(T), \Delta G_v)$, D et HV_{int} des paramètres ajustables, μ le module de cisaillement (25400 Pa) et b le vecteur de Burgers ($2,86 \cdot 10^{-10}$ m).

La description des évolutions transitoires est permie en considérant une croissance exponentielle saturante de la distance interprécipité :

$$\lambda(T, t) = \lambda_{min}(1 - e^{-\frac{t}{\tau}})$$

et

$$\tau = TEe^{\frac{Q}{RT}}$$

avec Q l'énergie d'activation pour la diffusion (115 kJ), R la constante des gaz parfait et E un paramètre ajustable.

Ainsi l'évolution de la dureté peut être exprimé selon l'équation suivante :

$$HV(t, T) = HV_{int} + D \frac{\mu b}{\lambda(t, T)}$$

5.4.2.3 Identification

Le modèle de microdureté de l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 présente cinq paramètres ajustables : B, C, HV_{int} , D et E.

Les paramètres ajustables B et C sont identifiés à partir des mesures de rapport de forme (figure 5.45 dans l'annexe C).

λ_{min} est obtenu à partir des constantes issues de la bibliographie et des mesures de rapport de forme (figure 5.9)

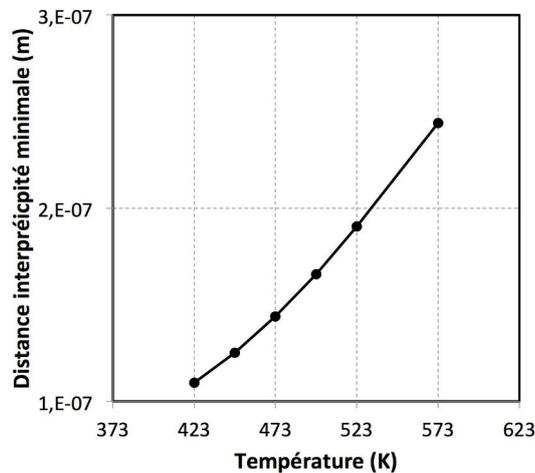


FIGURE 5.9 – Evolution de λ_{min} en fonction de la température [OSMOND, 2015]

En utilisant les données expérimentales issues des essais de vieillissement isothermes (figure 5.3) et en particulier l'évolution de la microdureté asymptotique avec la température, on est en mesure d'obtenir les paramètres ajustables HV_{int} et D. On peut remarquer qu'il y a une bonne adéquation entre la simulation et l'expérience (figure 5.10).

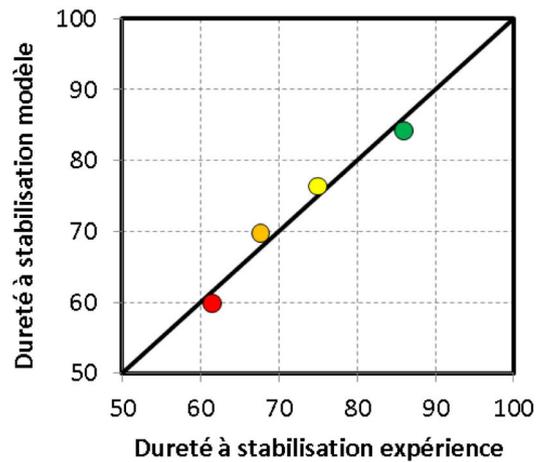


FIGURE 5.10 – Comparaison entre la simulation et l'expérience

Le paramètre ajustable E est identifié sur la base des mesures de microdureté réalisées sur les vieillissement isothermes (figure 5.3).

Le tableau 5.4 regroupe les valeurs des paramètres ajustables.

B	C	HV_{int}	D	E
646	8	24,8	1,18	$2,5 \cdot 10^{-10}$

TABLE 5.4 – Paramètres matériaux

Toutes les paramètres nécessaires pour le modèle d'évolution de la microdureté ont été identifiées. La figure 5.11 permet de voir l'adéquation entre le modèle de microdureté et les mesures isothermes (figure 5.3) et anisothermes (§ 4.3). Il est en de même pour les mesures anisothermes qui ont été présentées dans le chapitre 4.

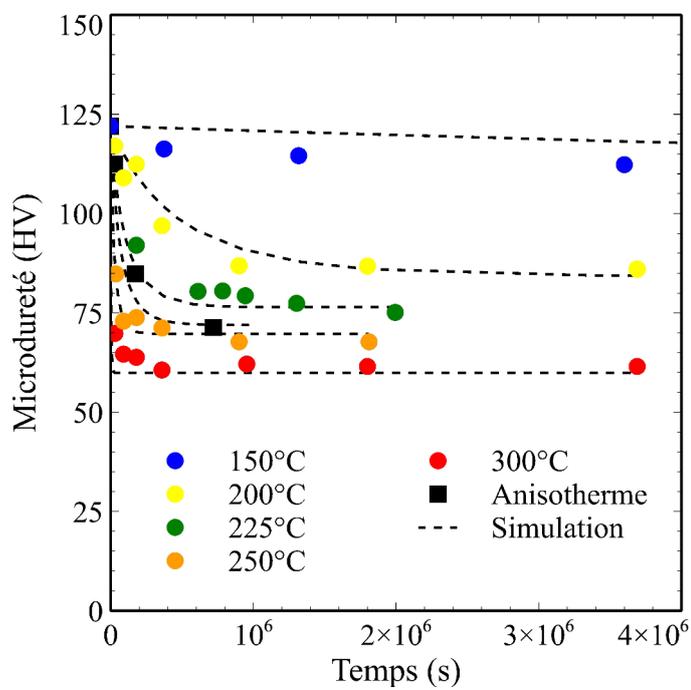


FIGURE 5.11 – AISi7Cu3,5Mg0,1 : Comparaison entre le modèle et les mesures

5.5 Analyse de l'évolution de la microdureté dans le pontet-intersoupape d'une culasse Diesel

L'analyse de l'évolution de la microdureté a été réalisée dans les deux alliages de l'étude. Le chargement thermique utilisé est issu des calculs de Merhy [MERHY, 2011] présenté §5.3.

Pour chaque alliage, une analyse de l'évolution de la microdureté dans le pontet en entier a été réalisée. Afin d'avoir des informations plus précises sur le gradient de microdureté dans le pontet, l'analyse a été effectuée également sur un chemin de noeuds (figure 5.12).

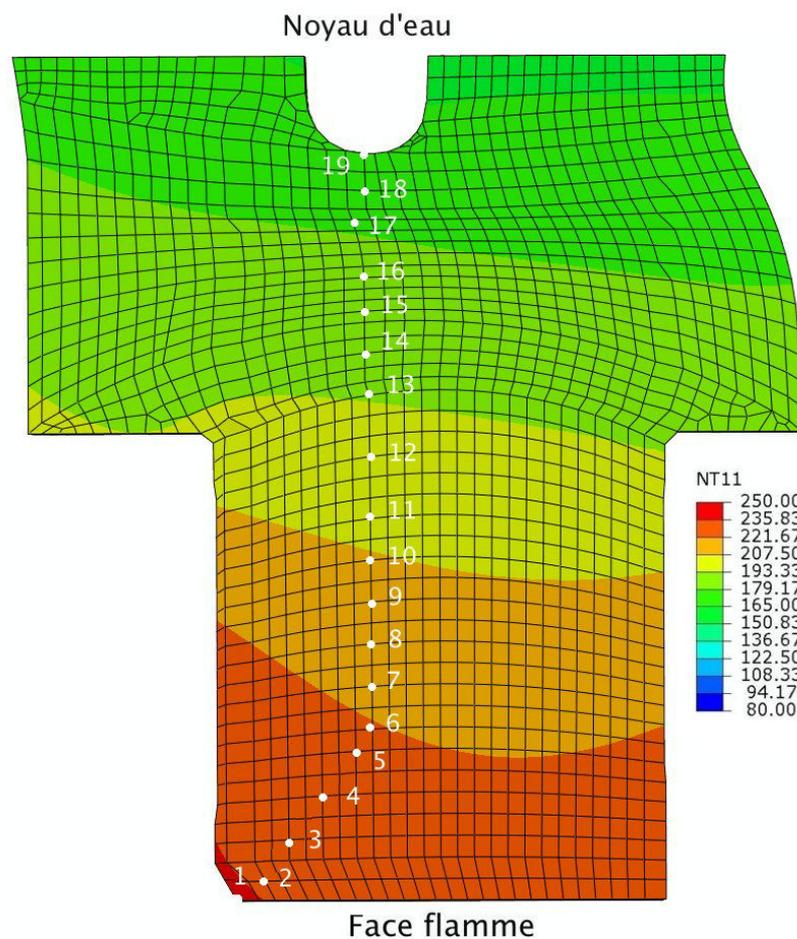


FIGURE 5.12 – Emplacement des noeuds

Pour faciliter la compréhension, le tableau 5.5 permet d'associer à chaque noeud sa distance à la face flamme qui est le point de référence. Dans la suite de l'étude, la distance à la face flamme sera nommée profondeur.

Numéro du noeud	Profondeur (mm)
1	0
2	0,30
3	0,61
4	0,97
5	1,30
6	1,64
7	2,31
8	2,96
9	3,62
10	4,27
11	4,91
12	5,56
13	6,83
14	7,46
15	9,24
16	9,75
17	10,30
18	10,94
19	11,50

TABLE 5.5 – Profondeur de chaque noeud du chemin dans le pontet inter-soupapes

Une étude similaire a été réalisée sur le pontet inter-soupape d'une culasse essence (annexe D).

5.5.1 Analyse dans l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3

5.5.1.1 Pontet inter-soupape

Le modèle de microdureté est utilisé pour simuler l'évolution de la microdureté sous un chargement thermique anisotherme issu des calculs de Merhy [MERHY, 2011].

Dans un premier temps, la microdureté va diminuer dans la zone proche du point le plus chaud (figure 5.13). Puis après 58h de simulation, les zones plus éloignées de la face flamme vont commencer à voir leur microdureté également diminuer. La microdureté des zones proches du noyau d'eau n'évolue toujours pas après 278h.

Par ailleurs, la température minimale dans le pontet est supérieure à 150°C (figure 5.12) donc la microdureté, simulée par le modèle, doit diminuer sur tout le pontet. Cette diminution est bien simulée par le modèle puisqu'au bout de 597h, soit l'équivalent des 10000 cycles de l'essai de banc moteur, la microdureté du pontet entier a diminué (figure 5.13).

La figure 5.13 permet également d'observer que même dans les zones les plus chaudes (i.e. les zones les plus proches de la face flamme), la microdureté, après les 10000 cycles d'essai de banc moteur simulés, est toujours supérieure aux 45 HV de microdureté asymptotique observée lors des vieillissements isothermes. Ainsi la microdureté dans le pontet n'est pas stabilisée après les 10000 cycles de banc culasse.

5.5.1.2 Chemin dans le pontet

La figure 5.4 avait permis d'observer l'absence de gradient thermique transverse dans le pontet. Ceci se traduit par l'absence de gradient de microdureté transverse dans le pontet (figure 5.13). Afin d'étudier plus précisément l'évolution de la microdureté dans le pontet, un chemin partant du point le plus chaud vers le noyau d'eau a été défini (figure 5.12).

La figure 5.14 présente l'évolution de la microdureté en fonction du temps pour chaque noeud du chemin. Cette figure permet d'observer que la microdureté du noeud le plus chaud est de 61 HV après les 597h de simulation d'essai de banc culasse. Par ailleurs, tous les noeuds du chemin ayant leur microdureté qui a diminué, tout le pontet a vieilli au cours des 10000 cycles.

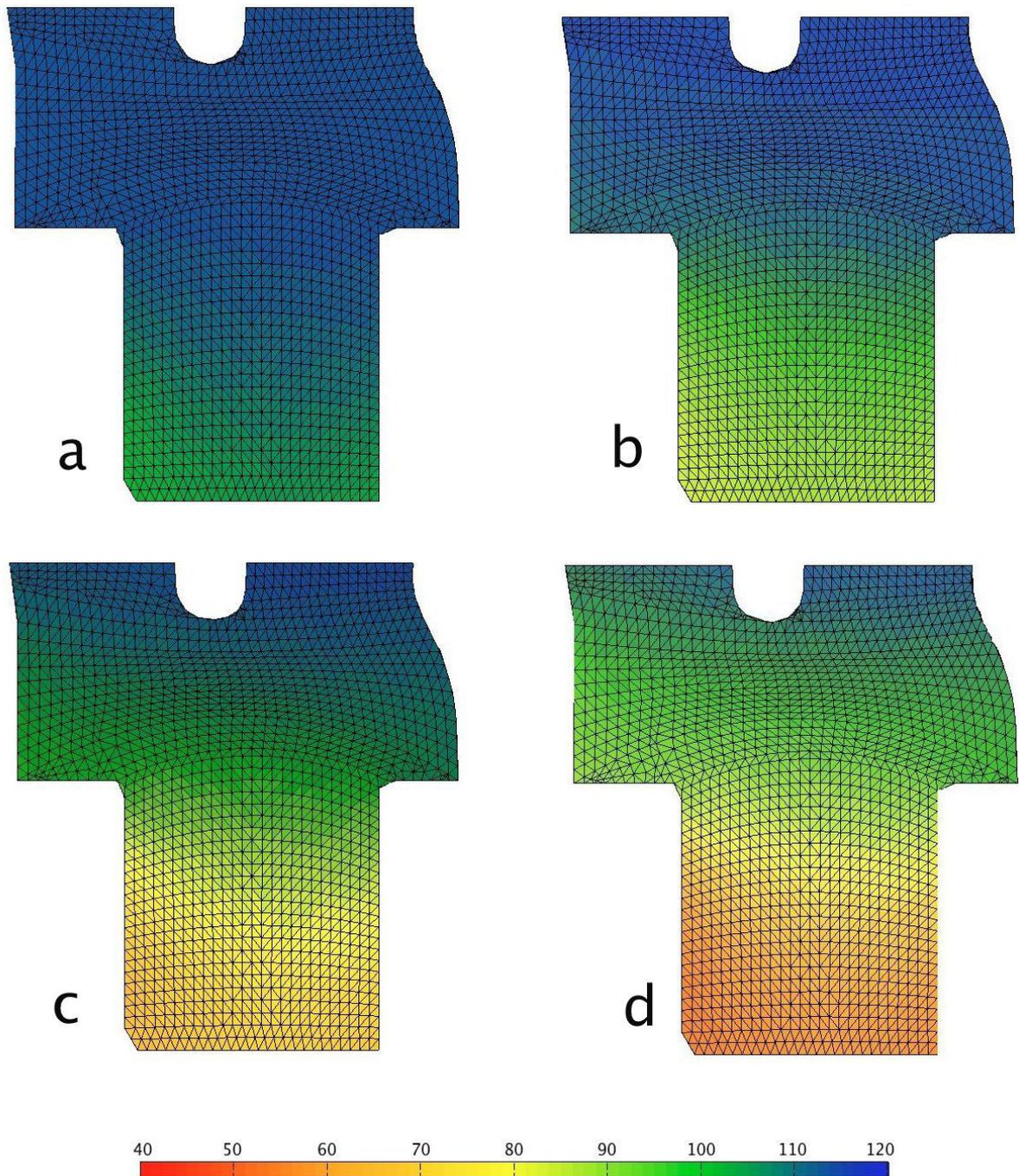


FIGURE 5.13 – AISi7Cu0,5Mg0,3 : Simulation de la microdureté dans le pontet après : a) 10h, b) 58h, c) 278h et d) 597h de banc moteur

La figure 5.15 permet de visualiser l'évolution de $HV - HV_o$ ¹ en fonction de la distance à la face flamme. Dans la première centaine d'heures, la valeur absolue de $HV - HV_o$ augmente

1. HV_o est la microdureté de l'alliage avant vieillissement

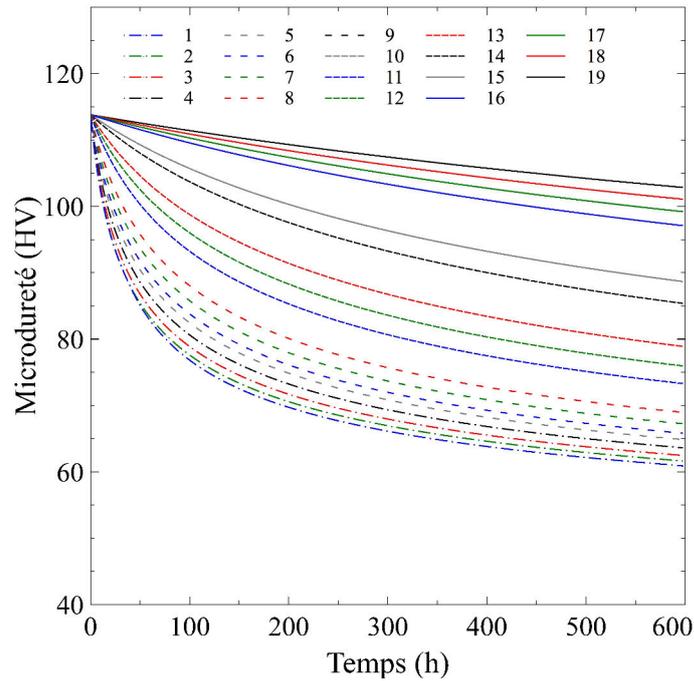


FIGURE 5.14 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 : Évolution de la microdureté pour chaque noeud du chemin au cours de la simulation

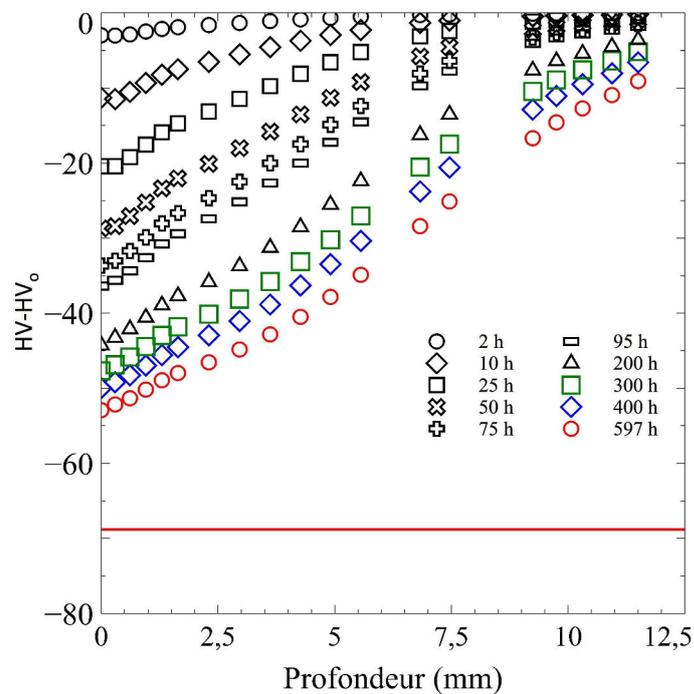


FIGURE 5.15 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 : Évolution de $HV - HV_0$ au cours de l'essai banc culasse. La ligne rouge représente $HV - HV_0$ pour une microdureté de 45 HV

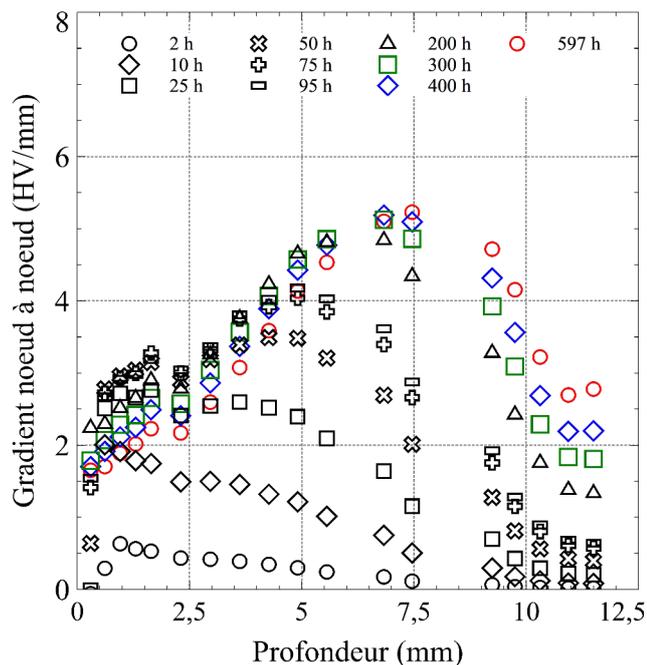


FIGURE 5.16 – AISi7Cu0,5Mg0,3 : Gradient de microdureté dans le pontet inter-soupape

pour tous les noeuds. Au bout de 200h, la valeur absolue de $HV - HV_o$ continue à augmenter mais moins rapidement puisque la microdureté des noeuds diminuent plus lentement (figure 5.2) .

Afin d'obtenir une information plus locale, le gradient de microdureté entre deux noeuds du chemin a été calculé (figure 5.16). Cette figure permet donc d'observer une zone à fort gradient qui se déplace de la face flamme vers le circuit d'eau au fur et à mesure de l'essai. Au bout de 200h, le gradient atteint son maximum et continue à se déplacer dans le pontet mais à une vitesse plus lente.

Enfin, sachant que la température est supérieure à 150°C en tout point du pontet, en utilisant la méthode de dimensionnement de Verger [VERGER, 2002], la microdureté finale devrait être de 45 HV. La ligne rouge sur la figure 5.15 représente $HV - HV_o$ pour une microdureté de 45HV. On peut donc observer que la microdureté de tous les noeuds et donc du pontet après la simulation des 597h d'essai banc culasse reste largement supérieure à celle prévue par le dimensionnement de Verger.

5.5.2 Analyse dans l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1

5.5.2.1 Pontet inter-soupape

De la même manière que pour l'AlSi7Cu0,5Mg0,3, l'évolution de la microdureté lors de l'essai banc culasse a été simulée en utilisant le modèle développé par PSA (annexe C).

Une stabilisation de la microdureté dans les zones très proches de la face flamme est observée au bout de 278h. Ainsi, de la même manière que pour le chargement isotherme (figure 5.3), la microdureté diminue rapidement vers sa valeur asymptotique pour les températures élevées.

Comme pour l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3, le pontet ne présente pas de gradient de microdureté transversal

Au bout de 597h, les zones chaudes ont atteintes leur microdureté asymptotique et sont complètement vieilles. Pour les autres zones la microdureté n'a toujours pas atteint la valeur asymptotique prévue par le comportement isotherme de l'AlSi7Cu3,5Mg0,1.

5.5.2.2 Chemin dans le pontet

La figure 5.18 présente l'évolution de la microdureté en fonction du temps pour chaque noeud du chemin. Les noeuds situés dans les zones les plus chaudes (noeuds 2, 3, 4, 5, 6, 7) ont une microdureté stabilisée au bout de 300h, confirmant les conclusions obtenues lors de l'étude du pontet (figure 5.17). Au contraire, les noeuds, dans les zones plus froides, ont leur microdureté qui continue à baisser à 597h.

Cette différence de comportement s'explique facilement à partir de l'analyse de l'évolution de la microdureté en vieillissement isotherme (figure 5.3). En effet, pour toutes les températures au dessus de 175°C, le temps nécessaire à la microdureté pour atteindre sa valeur asymptotique est court (maximum 200h à 200°C). Ainsi, il apparait assez logique qu'au bout de 597h de chargement anisotherme, les zones les plus chaudes (proche de 240°C) aient déjà atteint leur microdureté asymptotique. Au contraire les zones plus froides vont mettre plus de temps à vieillir.

De plus, contrairement à l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3, les zones comprises entre 150°C et 175°C n'ont pas leur microdureté qui diminue de façon significative sur les durées de temps qui nous concernent. Sur la figure 5.18, les noeuds 17, 18 et 19, qui sont situés dans une zone où la température maximale du cycle est inférieure à 175°C (figure 5.12), ont une microdureté

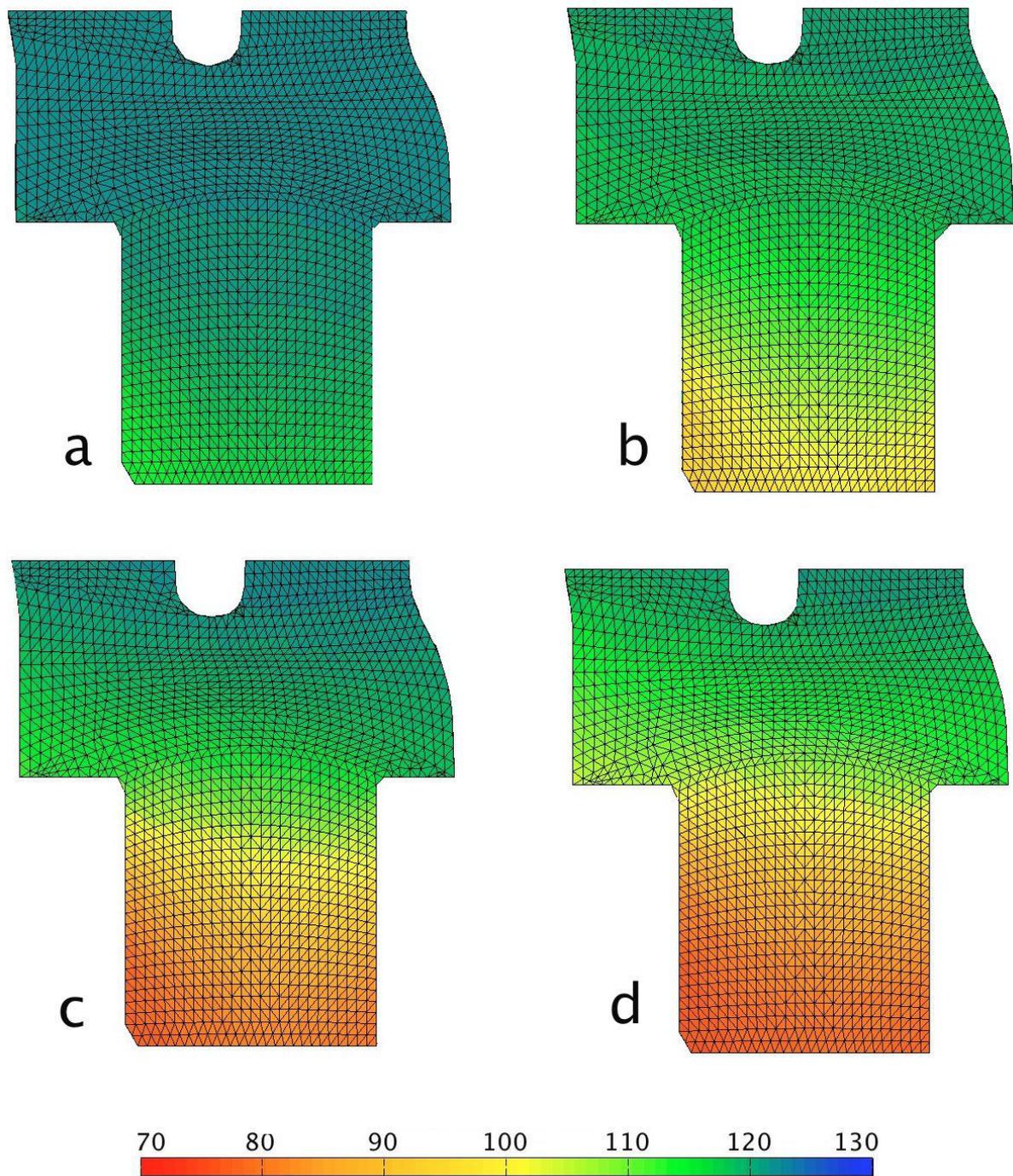


FIGURE 5.17 – AISi7Cu3,5Mg0,1 : Simulation de la microdureté dans le pontet après : a) 10h, b) 58h, c) 278h et d) 597h de banc moteur

qui diminue très peu au cours des 597h ce qui est logique avec les observations faites lors des essais isothermes (figure 5.3).

La figure 5.19 permet de visualiser la diminution de la microdureté en fonction de la distance

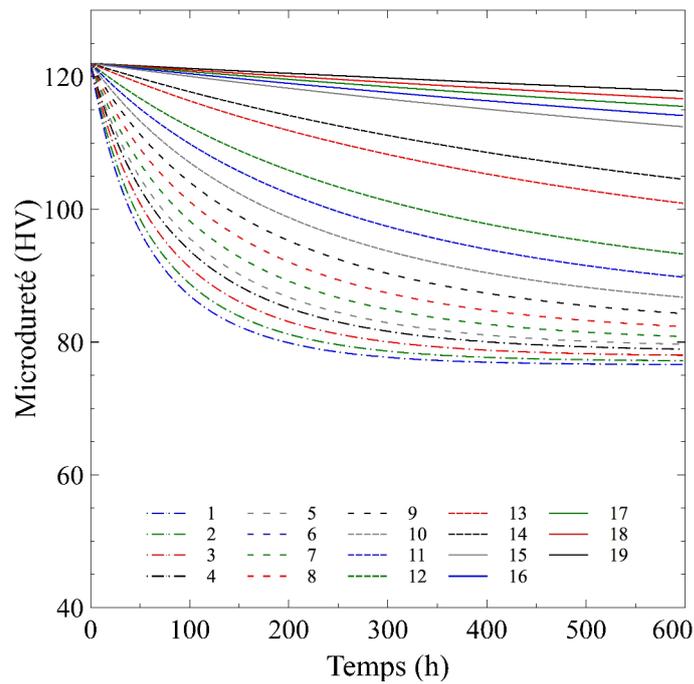


FIGURE 5.18 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 : Evolution de la microdureté pour chaque noeud du chemin au cours de la simulation

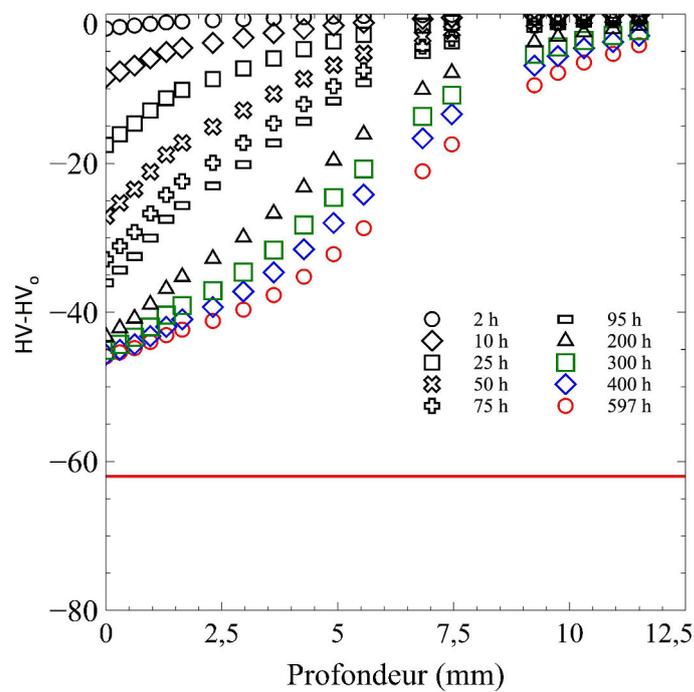


FIGURE 5.19 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 : Evolution de $HV - HV_0$ au cours de l'essai de banc culasse. La ligne rouge représente $HV - HV_0$ pour une microdureté de 45 HV

à la face flamme. Dans la première centaine d'heure, la valeur absolue de $HV - HV_o$ croit pour une majorité de noeuds. La figure 5.19 permet également d'observer qu'au bout de 597h les noeuds les plus chauds (1 à 5) ont atteint leur microdureté asymptotique puisque la différence $HV - HV_o$ est stable.

Afin d'obtenir une information plus locale du gradient, le gradient de microdureté a été calculé entre deux noeuds du chemin et son évolution a été tracée en fonction de la distance par rapport au noeud 1 (figure 5.20). Le gradient se déplace dans le pontet au fur et à mesure de la simulation mais atteint son maximum au bout de 300h.

Enfin, sachant qu'en tout point du pontet la température est supérieure à $150^{\circ}C$, en utilisant la méthode de dimensionnement de Verger, la microdureté de tous les noeuds et du pontet devrait être de 45 HV (la ligne rouge sur la figure 5.19 représente la différence $HV - HV_o$ équivalent à une microdureté de 45 HV). La microdureté de n'importe quel noeud du pontet est donc largement supérieure à celle prévue par le dimensionnement de Verger.

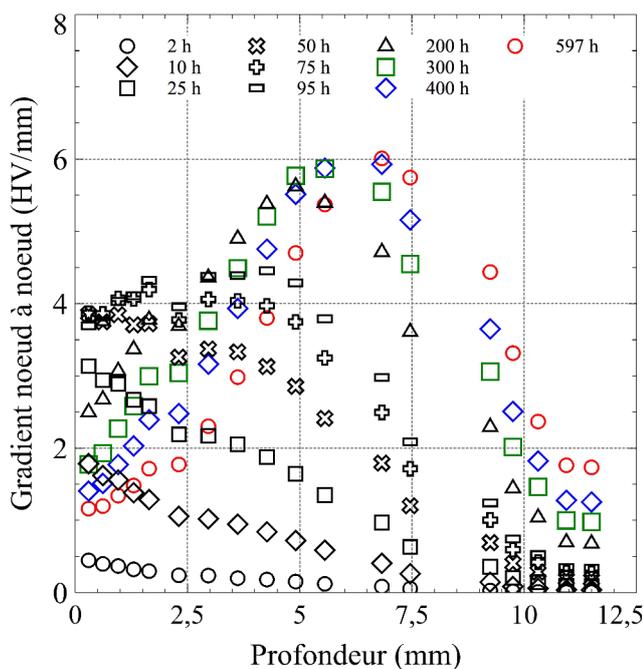


FIGURE 5.20 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 : Gradient de microdureté dans le pontet inter-soupape

5.6 Analyse de l'évolution de la microdureté sur la face flamme d'une culasse Diesel

Le pontet inter-soupape (admission-échappement) étant la zone critique de la culasse pour la fatigue thermomécanique, l'évolution de la microdureté dans cette zone a été étudiée pour les deux alliages de cette étude.

Cependant afin d'avoir une vision plus globale de l'évolution de la microdureté de la culasse, l'analyse a été étendue à la face flamme (figure 5.21).

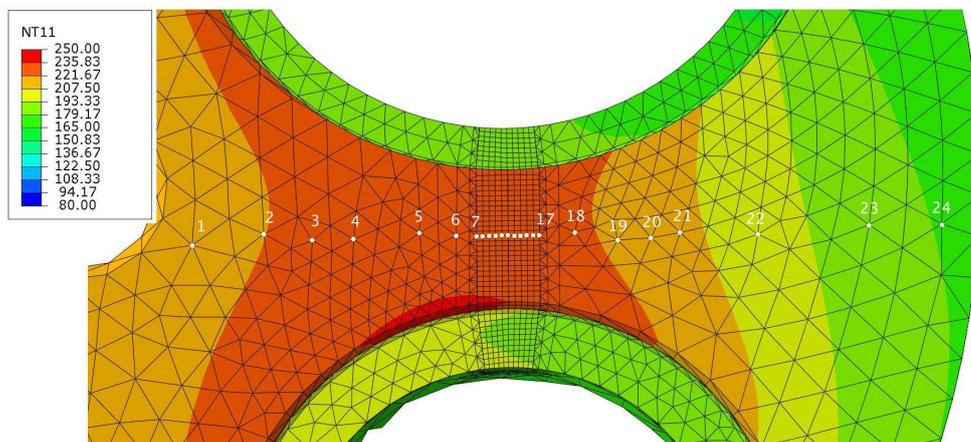


FIGURE 5.21 – Champ thermique maximal sur la face flamme d'une culasse Diesel à proximité du pontet inter-soupape

Comme pour l'étude précédente, le chargement thermique utilisé est celui obtenu lors de l'étude de Merhy [MERHY, 2011].

La référence choisie comme point fixe est l'injecteur (figure 5.21). L'analyse de la microdureté a été réalisée sur une ligne perpendiculaire au chemin choisi pour l'étude du pontet inter-soupape. Le tableau 5.6 indique pour chaque noeud du chemin sa distance à l'injecteur.

5.6.1 Analyse dans l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3

L'évolution de la microdureté le long du chemin d'analyse a été tracé figure 5.22. Au cours des premières centaines d'heures, HV-HV₀ diminue rapidement pour tous les noeuds. Cette diminution, équivalent à une diminution de la dureté, traduit le vieillissement de la structure.

Numéro du noeud	Distance à l'injecteur (mm)
1	1,54
2	4,88
3	7,99
4	10,26
5	12,27
6	14,03
7	14,99
8	15,29
9	15,59
10	15,88
11	16,18
12	16,48
13	16,78
14	17,08
15	17,37
16	17,67
17	17,97
18	19,63
19	21,67
20	23,25
21	24,60
22	28,27
23	31,75
24	35,16

TABLE 5.6 – Distance à l'injecteur pour tous les noeuds du chemin sur la face flamme

Au bout de 100h, cette diminution continue mais à un rythme plus lent.

Il est intéressant de noter que le noeud, où la dureté est la plus faible ou autrement dit où la température est la plus élevée, est situé entre l'injecteur et le pontet et non pas dans la zone du pontet inter-soupape.

La figure 5.22 permet également de faire deux conclusions :

1. Une majeure partie de la face flamme vieillit au cours de l'utilisation de la culasse
2. La dureté minimale observée sur la face flamme après 10000 cycles de banc culasse est de 63 Hv

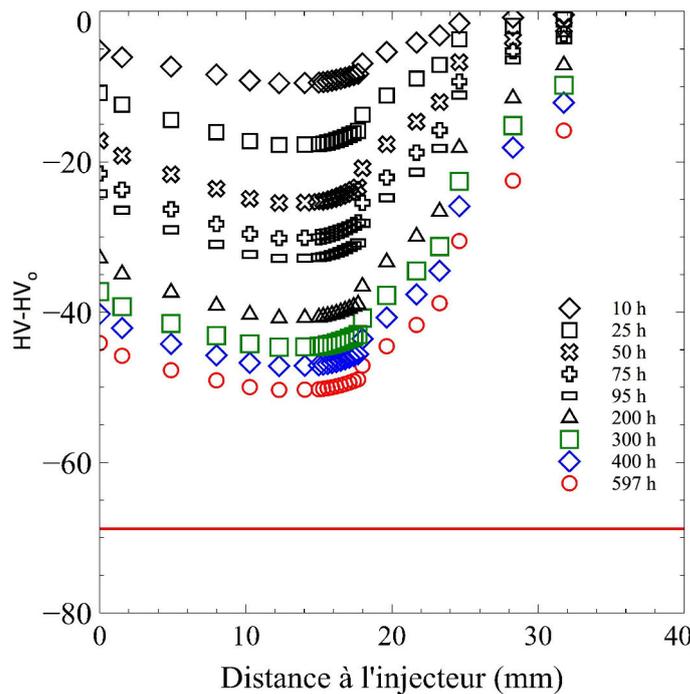


FIGURE 5.22 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 - Evolution de HV - HV₀ au cours de l'essai banc culasse. La ligne rouge représente HV - HV₀ pour une microdureté de 45 HV

Ainsi sachant que toute la zone a une température supérieure à 150°C, en suivant l'étude de Verger [VERGER, 2002], la pièce devrait être considérée comme vieillie avec une microdureté de 45HV. Le modèle de dimensionnement de Verger prévoit donc une microdureté 25% inférieure à la microdureté minimale simulé.

La figure 5.23 permet d'observer le gradient de microdureté entre chaque noeud. Le gradient se situe à gauche et à droite du point le plus chaud. Ainsi il existe deux fronts de vieillissement partant chacun du point le plus chaud pour se diriger vers les zones les plus froides.

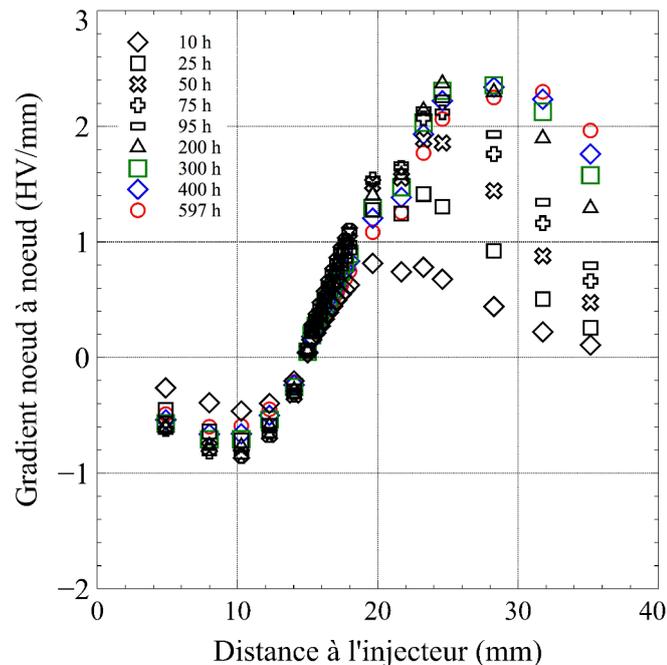


FIGURE 5.23 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 - Gradient de microdureté le long de la face flamme

Au bout des 10000 cycles, le gradient de microdureté est important dans une majeure partie de la zone étudiée. Ainsi le matériau n'a pas encore atteint la dureté asymptotique prévue par le modèle de Verger [VERGER, 2002].

5.6.2 Analyse dans l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1

L'évolution de la microdureté le long du chemin d'analyse a été tracée figure 5.24. La structure vieillit rapidement au cours des cent premières heures. Puis au bout de 200h, l'évolution de $HV-HV_0$ est plus lente.

Ainsi, $HV-HV_0$, autour du point le plus chaud, n'évolue quasiment plus entre 300h et 597h. En utilisant les données issues des vieillissements isothermes 5.3, la microdureté des zones proches du noeud est considérée comme stable puisqu'elles ont déjà atteint leurs valeurs asymptotiques.

Au contraire, les zones plus éloignées du noeud le plus chaud continuent à vieillir et la valeur absolue de $HV-HV_0$ continue donc à augmenter.

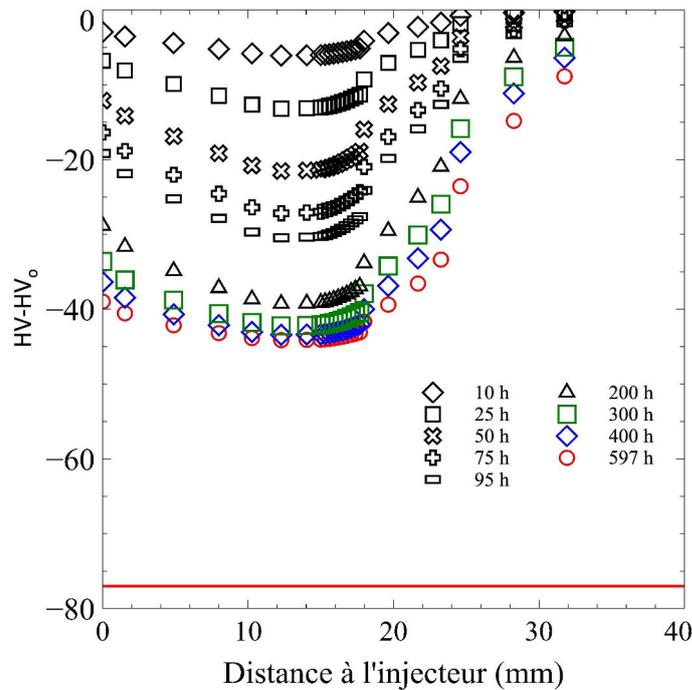


FIGURE 5.24 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 - Evolution de $HV-HV_0$ au cours de l'essai banc culasse. La ligne rouge représente $HV - HV_0$ pour une microdureté de 45 HV

Ces résultats permettent de conclure que toute la zone étudiée a subi un vieillissement au cours de l'essai banc culasse. La microdureté minimale atteinte après l'essai est de 78 Hv. Sachant que toute la zone a une température supérieure à 150°C, d'après le modèle de Verger [VERGER, 2002], la zone devrait être considérée vieillie avec une microdureté de 45HV.

Ainsi de la même manière que pour l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3, la modèle de Verger sous-estime la microdureté de la zone. En effet, la microdureté la plus faible de cette zone est de 78HV soit 42% supérieure à celle prévue par le modèle.

L'évolution du gradient de microdureté a été tracée (figure 5.25). Une augmentation rapide du gradient de microdureté est observée au cours des cent premières heures d'essai. Comme pour l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3, le gradient de microdureté se situe à droite et à gauche du point le plus chaud.

Cependant, comme les zones proches du point chaud atteignent leur dureté asymptotique à la

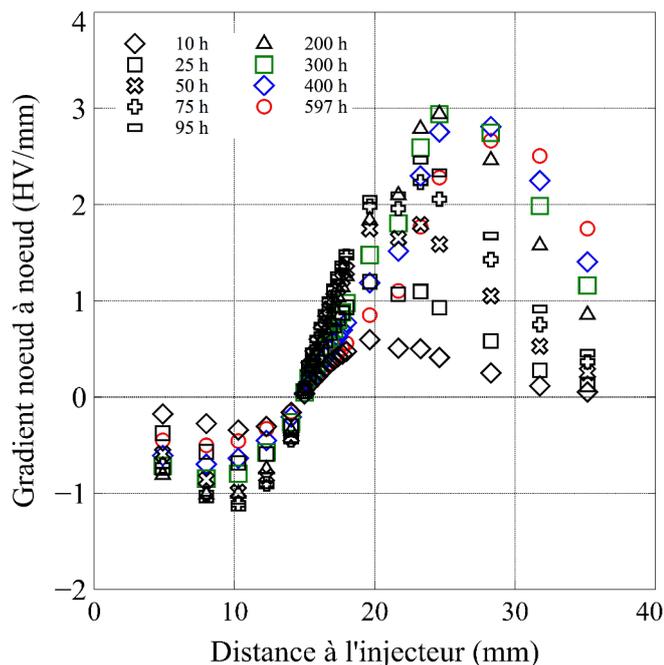


FIGURE 5.25 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 - Gradient de microdureté le long de la face flamme

fin de l'essai, le gradient dans ces zones diminue. Au contraire, dans les zones plus froides, le gradient de microdureté reste important et se déplace dans la structure.

5.6.3 Bilan

L'étude de l'évolution de la microdureté sur la face flamme n'a pas donné de résultats supplémentaires à celle réalisée dans le pontet inter-souape. Nous observons les mêmes conclusions :

1. La dureté minimale obtenue pour les deux alliages est fortement supérieure à celle prévue par le modèle de Verger [VERGER, 2002].
2. Concernant l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1, les zones les plus chaudes atteignent leur dureté asymptotique au bout des 10000 cycles de banc culasse.

5.7 Conséquence sur le comportement mécanique et la durée de vie

La simulation de l'évolution de la microdureté lors d'un essai représentatif des conditions de service de culasse nous a permis d'observer que la microdureté du pontet, à la fin de l'essai de qualification, est largement supérieure à celle prévue par le modèle de dimensionnement développé par Verger [VERGER, 2002]. Il est intéressant de savoir en quoi cette différence de dureté modifie le comportement mécanique des alliages.

Afin de continuer à comparer les résultats obtenus à ceux prévus par les modèles utilisés actuellement par PSA, la loi de comportement élastoviscoplastique développée par Verger [VERGER, 2002] a été choisie pour simuler le comportement des alliages pour deux états de vieillissement. Le premier est l'état V prévu par le dimensionnement de Verger (45HV). Les essais réalisés dans le chapitre 3.3 nous permettent d'avoir tous les paramètres afin de simuler la réponse mécanique des deux alliages pour cet état.

Pour le deuxième état, nous devons utiliser un état à la fois représentatif des résultats obtenus après la simulation et dont nous pouvons obtenir les paramètres mécaniques. Cet état sera nommé état A pour l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3 et état B pour l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 . Pour ce faire, nous allons utiliser un des résultats obtenus dans le chapitre 3.3 : A une dureté donnée correspond un comportement mécanique unique quelque soit le vieillissement thermique subi par l'échantillon.

Pour l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3 , l'état de vieillissement A est l'état vieilli 25h à 250°C qui correspond à une dureté de 69 HV. Cette dureté bien que supérieure à la dureté la plus faible obtenue lors de la simulation reste inférieure à une majorité des noeuds du pontet (figure 5.26). De plus, le comportement mécanique de l'état vieilli 25h à 250°C a été analysé dans le chapitre 3.3 ce qui nous permet d'identifier les paramètres nécessaires à la loi de comportement.

Pour l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 , l'état de vieillissement B est l'état vieilli 10h à 250°C qui correspond à une dureté de 85 HV. Cette dureté bien que supérieure à la dureté plus faible obtenue lors de la simulation reste inférieure à une majorité des noeuds du pontet (figure 5.27). Par ailleurs, le comportement mécanique de l'état vieilli 10h à 250°C a été analysé dans le chapitre 3.3 ce qui nous permet d'identifier les paramètres nécessaires à la loi de comportement.

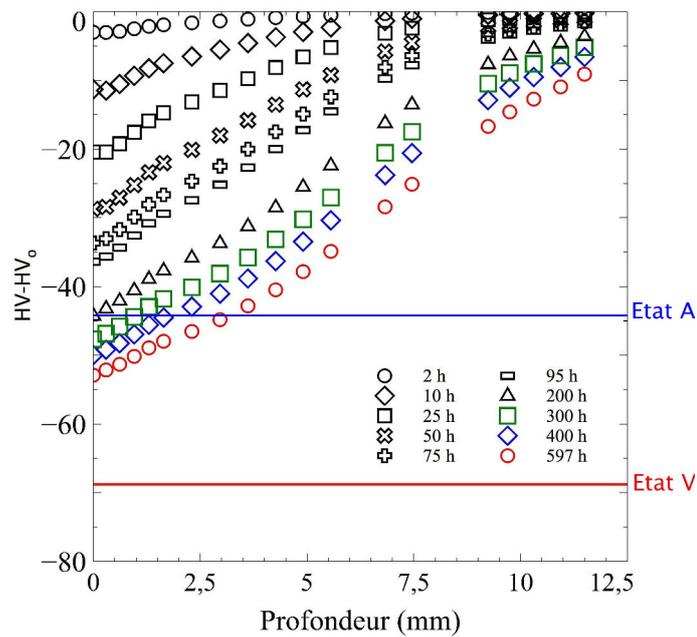


FIGURE 5.26 – AISi7Cu0,5Mg0,3 - Etats de vieillissement choisis pour l'étude comparative

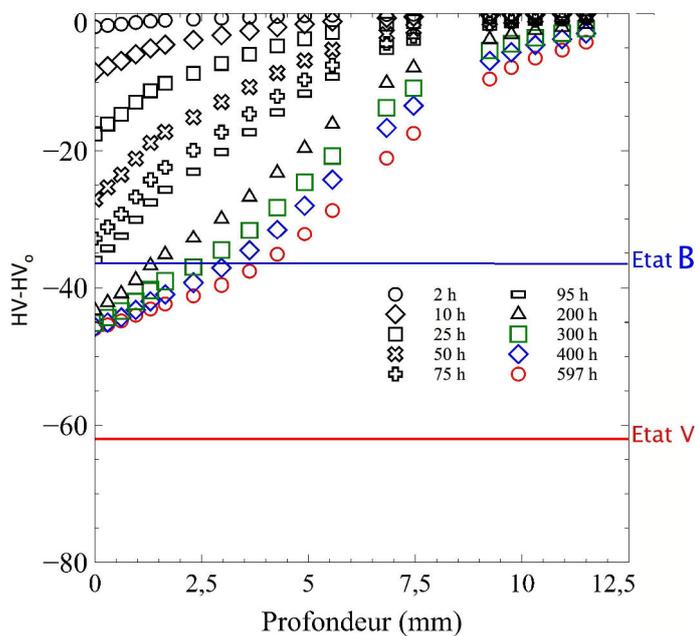


FIGURE 5.27 – AISi7Cu3,5Mg0,1 - Etats de vieillissement choisis pour l'étude comparative

L'essai mécanique utilisé pour la comparaison est un chargement TMF identique à celui utilisé lors de l'étude de l'influence de la plasticité sur la microstructure (figure 5.28). Il s'agit d'utiliser un chargement représentatif des conditions d'utilisation de la culasse.

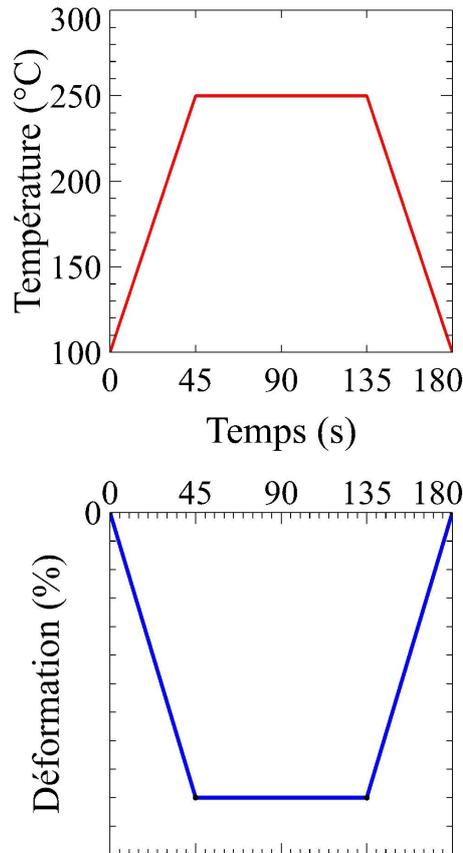


FIGURE 5.28 – Chargement thermomécanique

La loi de comportement elastoviscoplastique proposée dans l'étude de Verger [VERGER, 2002] combine un écrouissage cinématique non linéaire et un potentiel visqueux de Norton. Les paramètres de cette loi sont identifiés à partir des essais d'écrouissage cycliques réalisés au cours du chapitre 3. On mesure l'énergie viscoplastique au cycle stabilisé qui permet, à partir du modèle de Verger, d'obtenir la durée de vie à rupture.

Pour l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3 , la figure 5.29 représente respectivement le cycle stabilisé pour l'état V et l'état A. Pour l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 , la figure 5.30 représente respectivement le cycle stabilisé pour l'état V et l'état B.

Le tableau 5.7 regroupe les valeurs de l'énergie viscoplastique du cycle stabilisé et les durées de vie correspondantes pour les deux alliages.

Concernant l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3 , l'état A présente, à la fin de la simulation, une dureté de 69HV qui est supérieure à la dureté d'une majeure partie du pontet mais reste supérieure

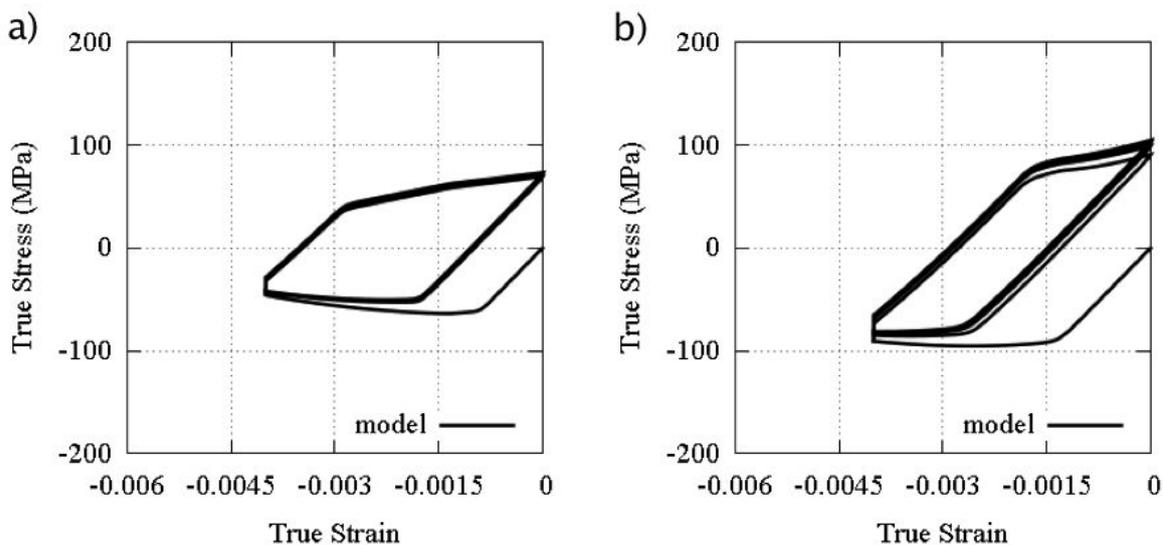


FIGURE 5.29 – AISi7Cu0,5Mg0,3 : Cycle stabilisé pour a) l'état de vieillissement V, b) l'état de vieillissement A

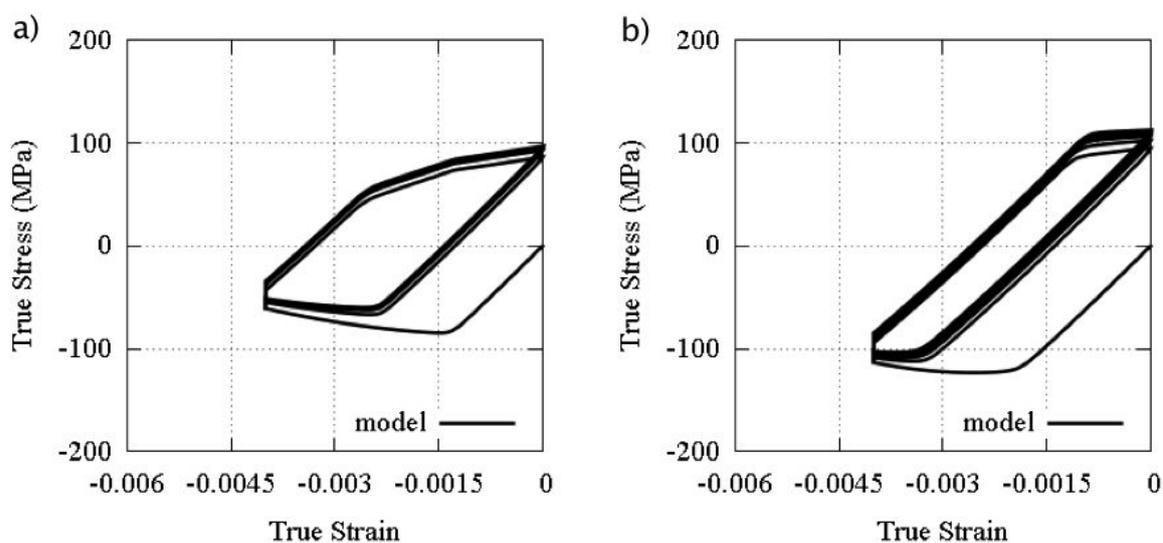


FIGURE 5.30 – AISi7Cu3,5Mg0,1 : Cycle stabilisé pour a) l'état de vieillissement V, b) l'état de vieillissement B

à la dureté des points les plus chauds (figure 5.26). Sachant que la température maximale du pontet est supérieur à 150°C en tout point, la méthode de dimensionnement actuelle prévoit que le pontet en entier est dans un état V. Ainsi en comparant la durée de vie de l'état A et de l'état V, la méthode de dimensionnement de Verger sous-estime au minimum de 28% la durée de vie ce qui peut être considéré comme peu significatif.

AlSi7Cu0,5Mg0,3		
Etat de vieillissement	Energie viscoplastique (J.mm ⁻³)	Durée de vie (nombre de cycle)
250h / 300°C : V	2,66 10 ⁻¹	15609
25h / 250°C : A	2,42 10 ⁻¹	20058
AlSi7Cu3,5Mg0,1		
Etat de vieillissement	Energie viscoplastique (J.mm ⁻³)	Durée de vie (nombre de cycle)
250h / 300°C : V	2,76 10 ⁻¹	10669
10h / 250°C : B	1.96 10 ⁻¹	26578

TABLE 5.7 – Energie viscoplastique du cycle stabilisée et les durées de vie correspondantes en fonction de l'état de vieillissement

Concernant l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1, l'état B présente, à la fin de la simulation, une dureté de 85 HV qui est supérieure à la dureté d'une majeure partie du reste du pontet mais reste supérieure à la dureté des points les plus chauds (figure 5.27). Encore une fois, sachant que la température maximale du pontet est supérieur à 150°C en tout point, la méthode de dimensionnement actuelle prévoit que le pontet en entier est dans un état V. Ainsi en comparant la durée de vie de l'état B et de l'état V, la méthode de dimensionnement de Verger sous-estime d'un facteur 2,5 la durée de vie.

Quel que soit l'alliage, la méthode de dimensionnement actuellement utilisée sous-estime la durée de vie de la structure. Cependant, cette sous-estimation est nettement plus significative dans le cas de l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 ce qui s'explique par une meilleure stabilisation thermique de la microstructure de précipitation par rapport à celle de l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3.

5.8 Conclusion

L'objectif de ce chapitre était d'analyser l'évolution de la microdureté dans la structure lors d'un essai de qualification pour étudier le vieillissement dans la culasse.

La simulation de la réponse thermique d'une culasse, lors de l'essai de qualification "choc thermique infini-0", réalisée par Merhy [MERHY, 2011] a été utilisée comme paramètre d'entrée de modèles permettant de simuler l'évolution de la microdureté pour les deux alliages.

Le simulation de la réponse thermique permet de savoir que tout le pontet intersoupapes a une température maximale supérieure à 150°C lors de l'essai de qualification. Ainsi en utilisant la méthode de dimensionnement de Verger [VERGER, 2002], le pontet intersoupapes serait considéré comme vieilli avec une microdureté de 45 HV.

Or, pour les deux alliages, la simulation de l'évolution de la microdureté a permis d'observer que la microdureté du point le plus chaud du pontet (celui situé sur la face flamme) a une microdureté à la fin de l'essai largement supérieure à 45 HV. La même conclusion peut être faite concernant la face flamme de la culasse. Ainsi en utilisant la méthode de dimensionnement de Verger, la microdureté du pontet serait largement sous-estimée par rapport à ce qui est prévu par la simulation.

La comparaison de la réponse mécanique, lors d'un essai thermomécanique simulant les conditions en service, d'un état avec une microdureté de 45 HV avec celle d'un état avec une microdureté proche de la microdureté simulée des noeuds les plus chauds permet de conclure que la sous-estimation de la microdureté par la méthode de dimensionnement de Verger provoque pour les deux alliages une surestimation de l'énergie viscoplastique du cycle stabilisé. Cependant cette surestimation de l'énergie dissipée est faible dans le cas de l'alliage $AlSi7Cu0,5Mg0,3$ ce qui se traduit par une faible sous-estimation de la durée de vie de la structure. Au contraire, dans le cas de l'alliage $AlSi7Cu3,5Mg0,1$, la surestimation de l'énergie dissipée est nettement plus significative ce qui se traduit pas une sous-estimation importante de la durée de vie.

Conclusions et Perspectives

L'objectif de l'étude était de mieux prendre en compte le vieillissement dans le dimensionnement d'une structure culasse en fatigue thermomécanique et en particulier pour des conditions proches de celles en service. Cette étude nécessitait à la fois une compréhension de l'évolution de la microstructure de précipitation des alliages d'aluminium AlSi7Cu0,5Mg0,3 et AlSi7Cu3,5Mg0,1 et de leur comportement mécanique pour différents états de vieillissement. Nous avons décidé, au cours de cette étude, d'utiliser la microdureté comme variable permettant de quantifier le vieillissement. Ceci nous permet à la fois de nous appuyer sur les résultats d'autres études [VERGER, 2002], [OSMOND, 2010] et de connaître facilement l'état de vieillissement des échantillons des deux alliages.

Dans un premier temps, l'effet du vieillissement isotherme a été étudié à partir d'études antérieures ([OSMOND, 2010]) complétées par de nouvelles analyses. Les études antérieures ont permis de connaître l'effet du vieillissement sur la nature des phases précipitées des alliages AlSi7Cu0,5Mg0,3 et AlSi7Cu3,5Mg0,1 . Ces études ont permis d'obtenir des informations sur la cinétique de croissance des phases précipitées des deux alliages. Les nouvelles analyses ont concerné uniquement l' AlSi7Cu3,5Mg0,1 en s'intéressant à la vérification des caractéristiques de la microstructure de précipitation de l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 dans deux états de vieillissement (100 heures à 200°C et 10 heures à 250°C). Cette vérification était justifiée par le fait que les échantillons qui ont été utilisés dans cette étude, ont été extraits de pièces coulées provenant d'un lot de matière différent de celui utilisé dans les études antérieures. Cette vérification a montré que les résultats étaient identiques pour les deux coulées.

A la suite de l'étude microstructurale isotherme, de nombreux essais mécaniques isothermes ont été effectués pour différents états de vieillissement afin d'analyser l'effet du vieillissement sur le comportement cyclique. L'étude de plusieurs états de vieillissements a permis de conclure que pour deux échantillons ayant deux états de vieillissements différents, mais ayant la même microdureté, le comportement cyclique de ces deux échantillons sera le même.

Cette observation peut être faite pour les deux alliages de l'étude lorsque la température est inférieure à 250 °C. D'une manière plus générale, ces essais ont permis de montrer que le vieillissement provoquait une diminution importante de la limite d'élasticité mais n'influencait pas, de façon notable, le comportement viscoplastique des alliages.

Par ailleurs, sachant que le chargement en service subi par la culasse est un chargement thermomécanique anisotherme, nous avons cherché à savoir si la déformation plastique modifiait la microstructure de précipitation tant au niveau de la nature des précipités qu'au niveau de leur cinétique de croissance. Pour ce faire, des essais de fatigue thermomécanique anisotherme et des essais de cyclage anisotherme ont été réalisés en parallèle avec le même cyclage thermique. L'étude de la microstructure en microscopie électronique en transmission des différents échantillons, a permis d'observer que la déformation plastique, présente dans la culasse pour les conditions en service, n'influe ni sur la nature ni sur la cinétique de croissance des précipités. L'évolution de la microstructure de précipitation de ces alliages résulte donc uniquement du cyclage thermique conduisant au vieillissement thermique des alliages. Ainsi, lors de la prise en compte du vieillissement dans le dimensionnement seule la partie thermique est à considérer. Cette analyse a également permis d'obtenir des mesures des paramètres morphologiques des précipités des deux alliages après un vieillissement anisotherme.

L'étude mécanique et microstructurale a permis de collecter des informations sur le vieillissement des deux alliages de l'étude. Comme la microdureté est un bon indicateur de l'état de vieillissement et du comportement mécanique des alliages. . L'étude microstructurale a confirmé que les cinétiques de croissance des précipités métastables étaient différentes dans l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3 et dans l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 . Deux modèles d'évolution de microdureté ont été développés afin de prendre en compte les spécificités de chaque microstructure de précipitation.

Ces modèles d'évolution de microdureté ont permis d'analyser le vieillissement de la culasse, et en particulier du pontet inter-soupapes, lors de chargements thermomécaniques anisothermes représentatifs des conditions utilisées par PSA pour qualifier ces pièces. Sachant que seul le cyclage thermique influe sur le vieillissement, nous avons utilisé les calculs par la méthode des éléments finis réalisés sous ABAQUS par Merhy [MERHY, 2011] afin de connaître le champ thermique dans le pontet-intersoupapes lors des cycles de ces essais de qualification. Par la suite, ce champ thermique a été utilisé comme variable d'entrée dans les modèles d'évolution de microdureté afin de simuler la microdureté du pontet pour différentes durées d'essais.

Ces résultats donnent une meilleure compréhension de l'évolution de la microdureté lors du fonctionnement de la culasse et donc du vieillissement des alliages. De plus, nous sommes en mesure de comparer les microduretés simulées par les modèles à celles prévues par la méthode de dimensionnement utilisée actuellement par PSA [VERGER, 2002]. A partir des champs thermiques pour chacun des alliages obtenus avec les calculs de Merhy [MERHY, 2011], le modèle de dimensionnement actuel de PSA prévoit une microdureté unique sur tout le pontet de 45 HV. Cette microdureté unique est supérieure à celles prévus par les modèles, développés au cours de cette étude, à la fois pour l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3 et l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 .

Afin d'estimer l'effet d'une telle différence de microdureté sur les propriétés mécaniques, nous avons utilisé une loi de comportement elastoviscoplastique identifiée à partir des travaux de Verger [VERGER, 2002] et actuellement utilisée par PSA, pour simuler l'énergie viscoplastique. Un cycle TMF très proche de celui réalisé lors de l'étude de l'influence de la plasticité sur la microstructure de précipitation a été choisi comme cycle test. L'énergie viscoplastique du cycle stabilisé a été mesurée pour un état de vieillissement conduisant à la dureté prévue par le modèle de dimensionnement de Verger [VERGER, 2002] et pour un autre état de vieillissement dont la dureté est proche de la dureté la plus faible obtenue lors de la simulation. La sous-estimation de la microdureté par la méthode de dimensionnement de Verger provoque pour les deux alliages une surestimation de l'énergie viscoplastique du cycle stabilisé. Cette surestimation est significative dans le cas de l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 ce qui provoque une sous-estimation importante de la durée de vie de la structure pour cet alliage. Au contraire, dans le cas de l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3 , la différence d'énergie viscoplastique étant nettement plus faible, la différence de durée de vie est peu significative.

Pour l'alliage AlSi7Cu3,5Mg0,1 , la définition de plusieurs zones de dureté dans un pontet permettrait une meilleure prise en compte du vieillissement. En effet, nous savons depuis les mesures après vieillissement isotherme que la microdureté asymptotique dépend de la température de l'essai et les mesures de microdureté ont montré que la microdureté asymptotique était atteinte rapidement dans cet alliage (< 300 h), ce qui peut rendre la période de transition négligeable. Dans ce cas pour toute température supérieure à 175°C , il faudrait définir des zones multiples comprises entre T_1 et T_2 ($T_2 > T_1$) et dont la microdureté correspondrait à la microdureté asymptotique obtenue après un vieillissement isotherme à la température T_2 . Chaque zone aurait donc un comportement mécanique correspondant à sa microdureté asymptotique. Si cette méthode conduira toujours à sous-estimer la microdureté, l'erreur sera néanmoins fortement réduite par rapport à la méthode de Verger. Un plus grand

nombre de zone contribuera à réduire cette erreur. Cependant, le problème de discontinuité entre deux zones sera toujours présent.

Pour l'alliage AlSi7Cu0,5Mg0,3 , nous ne pouvons pas appliquer la même solution puisque la microdureté asymptotique est identique pour toute température supérieure à 150°C et le temps nécessaire pour atteindre la dureté asymptotique est assez important ce qui implique que la période de transition n'est pas négligeable. De plus, cette solution provoquerait le même problème de continuité présent dans la méthode de Verger [VERGER, 2002].

Cependant, les simulations de l'évolution de la microdureté au cours de l'essai de banc moteur ont montré que dans le pontet inter-soupapes, le gradient de microdureté se stabilise au bout de 300h d'essai. L'essai choisi lors de la simulation étant celui utilisé par PSA afin de qualifier les culasses avant la production, nous considérons donc que le gradient stabilisé de microdureté présent dans le pontet au cours de la simulation sera également présent dans le pontet au cours de son utilisation. Ainsi, une autre option pour mieux prendre en compte le vieillissement serait de considérer l'alliage comme un matériau à gradient (functionally grade material) de microdureté en utilisant les résultats obtenus par la simulation. Comme une microdureté donnée correspond à un comportement cyclique, l'alliage peut être considéré comme un matériau à gradient de comportement mécanique. L'avantage d'une telle méthode est qu'elle permet de mieux prendre en compte le vieillissement et supprime le problème de la perte de continuité aux interfaces.

Références

- [[RE, 2003] (2003). *Comprehensive Structural Integrity*. Elsevier Amsterdam.
- [AARONSON et al., 1970] AARONSON, H. I., KINSMAN, K., and RUSSELL, K. (1970). The volume free energy change associated with precipitate nucleation. *Scripta Metallurgica*, 4 :101–106.
- [ARTZ, 1991] ARTZ, E. (1991). Creep of dispersion strengthened materials : A Critical Assessment. *Res Mechanica*, 31 :399–453.
- [BOUSSAC and CALLAIS, 1998] BOUSSAC, O. and CALLAIS, T. (1998). Influence du vieillissement thermique sur les caractéristiques mécaniques à températures ambiantes de l'AS7G30 Y39. Technical report, PSA Peugeot Citroën.
- [BYRNE et al., 1961] BYRNE, J. G., FINE, M. E., and KELLY, A. (1961). Precipitate hardening in an aluminium-copper alloy. *Philosophical Magazine*, 6 :1119–1145.
- [CAYRON and BUFFAT, 2000] CAYRON, C. and BUFFAT, P. A. (2000). Transmission electron microscopy study of the β' phase (Al-Mg-Si alloys) and QC phase (Al-Cu-Mg-Si alloys) : Ordering mechanism and crystallographic structure. *Acta Materialia*, 48 :2639–2653.
- [CHAKRABARTI and LAUGHLIN, 2004] CHAKRABARTI, D. J. and LAUGHLIN, D. (2004). Phase relations and precipitation in Al-Mg-Si alloys with Cu additions. *Progress in Materials Science*, 49 :389–410.

- [CHARKALUK, 1999] CHARKALUK, E. (1999). *Dimensionnement de structures à la fatigue thermomécanique*. PhD thesis, Ecole Polytechnique.
- [COLE and SHERMAN, 1995] COLE, G. S. and SHERMAN, A. M. (1995). Light weight materials for automotive applications. *Materials Characterization*, 35 :3–9.
- [COMMISSION-EUROPEENNE, 2010] COMMISSION-EUROPEENNE (2010). Règlement du parlement européen et du conseil en ce qui concerne les émissions des véhicules particuliers et utilitaires légers (Euro 6).
- [da COSTA TEIXEIRA et al., 2008] da COSTA TEIXEIRA, J., GRAM, D. G., BOURGEOIS, L., BASTOW, T. J., HILL, A. J., and HUTCHINSON, C. R. (2008). On the strengthening response of Al alloys containing shear resistant plate-shaped precipitates. *Acta Materialia*, 56 :6109–6122.
- [DESCHAMPS et al., 2012] DESCHAMPS, A., FRIBOURG, G., BRECHET, Y., CHEMIN, J. L., and HUTCHINSON, C. R. (2012). In situ evaluation of dynamic precipitation during plastic straining of an Al-Zn-Mg-Cu alloy. *Acta Materialia*, 60 :1905–1916.
- [DESCHAMPS et al., 2014] DESCHAMPS, A., GEUSER, F. D., HUTCHINSON, C. R., LEE, S., and HORITA, Z. (2014). Dynamic interactions between precipitation and plastic deformation in aluminium alloys. *Materials Science Forum*, 794-796 :1133–1140.
- [DEVELAY, 1986] DEVELAY, R. (1986). *Traitements thermiques des alliages d'Aluminium*, volume M1290. Techniques de l'Ingénieur.
- [DUTTA and ALLEN, 1991] DUTTA, I. and ALLEN, S. M. (1991). A calorimetric study of precipitation in commercial aluminium alloy 6061. *Journal of Materials Science Letters*, 10 :323–326.
- [EDWARDS et al., 1998] EDWARDS, G., STILLER, K., DUNLOP, G., and COUPER, M. (1998). The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys. *Acta Metallurgica*, 46 :3893–3904.

- [EMBURY et al., 2003] EMBURY, J., DESCHAMPS, A., and BRECHET, Y. (2003). The interaction of plasticity and diffusion controlled precipitation reactions. *Scripta Materialia*, 49 :927–932.
- [ESIN et al., 2014] ESIN, V., BENAND, B., BIHAN, Q. L., DEHMAS, M., TEIXEIRA, J., GEANDIER, G., DENIS, S., SOURMAIL, T., and AEBY-GAUTIER, E. (2014). In situ synchrotron X-ray diffraction and dilatometric study of austenite formation in a multi component steel : Influence of initial microstructure and heating rate. *Acta Materialia*, 80 :118–131.
- [FOUQUET et al., 1979] FOUQUET, F., MERLE, P., KOHEN, M., MERLIN, J., and GOBIN, P. F. (1979). Variation du module d'Young associée à la précipitation de la phase θ' dans un alliage Al-Cu 4%. *Acta Metallurgica*, 27 :315–326.
- [FRIBOURG, 2009] FRIBOURG, G. (2009). *Couplages entre précipitation et plasticité dans un alliage 7xxx : application à des traitements thermomécaniques de réduction des distortions dans des composants aéronautiques*. PhD thesis, Institut Polytechnique de Grenoble.
- [FRIBOURG et al., 2011] FRIBOURG, G., BRECHET, Y., DESCHAMPS, A., and SIMAR, A. (2011). Microstructure-based modelling of isotropic and kinematic strain hardening in a precipitation-hardened aluminium alloy. *Acta Materialia*, 59.
- [FRIEDEL, 1956] FRIEDEL, J. (1956). *Les Dislocations*. Gauthier-Villars.
- [FRIEDEL, 1957] FRIEDEL, J. (1957). *Dislocations and mechanical properties of crystals*, pages 330–332. J. Wiley.
- [HAN et al., 2011] HAN, W. Z., CHEN, Y., VINOGRADOV, A., and HUTCHINSON, C. (2011). Dynamic precipitation during cyclic deformation of an underaged Al-Cu alloy. *Materials Science and Engineering*.
- [HIRSCH, 1997] HIRSCH, J. (1997). Aluminium alloys for automotive application. *Materials Science Forum*, 242 :33–50.
- [HORNBOGEN, 2001] HORNBOGEN, E. (2001). Hundred years of precipitation hardening. *Journal of Light Metals*, 1 :127–132.

- [HUTCHINSON et al., 2009] HUTCHINSON, C., LOO, P., BASTOW, T., HILL, A., and da COSTA TEIXEIRA, J. (2009). Quantifying the strain-induced dissolution of precipitates in Al alloy microstructures using nuclear magnetic resonance. *Acta Materialia*, 87 :5645–5653.
- [JORDON et al., 2007] JORDON, J., HORSTEMEYER, M., SOLANKI, K., and XUE, Y. (2007). Damage and stress state influence on the Bauschinger effect in aluminium alloys. *Mechanics of materials*, 39 :920–931.
- [KAHLWEIT, 1975] KAHLWEIT, M. (1975). Ostwald ripening of precipitates. *Advances in Colloid and Interface Science*, 5.
- [KELLY and NICHOLSON, 1963] KELLY, A. and NICHOLSON, R. B. (1963). Precipitation hardening. *Progress in Materials Science*, 10 :149–391.
- [LAGNEBORG and BERGMAN, 1976] LAGNEBORG, R. and BERGMAN, B. (1976). The stress/creep rate behaviour of precipitation-hardened alloys. *Metal Science*, 10 :20–28.
- [LIFSHITZ and SLYOSOV, 1959] LIFSHITZ, I. M. and SLYOSOV, V. V. (1959). Kinetics of diffusive decomposition of supersaturated solid solutions. *Soviet Phys. JETP*, 8 :331–339.
- [MARIOARA et al., 2007] MARIOARA, C. D., ANDERSEN, S. J., STENE, T. N., HASING, H., WALMSLEY, J., HELVOORT, A. T. J. V., and HOLMELSTAD, R. (2007). The effect of Cu on precipitation in Al-Mg-Si alloys. *Philosophical Magazine*, 87 :3385–3413.
- [MARIOARA et al., 2006] MARIOARA, C. D., NORDMARK, H., ANDERSEN, S. J., and HOLMESTAD, R. (2006). Post - β'' phases and their influence on microstructure and hardness in 6xxx Al-Mg-Si alloys. *J. Mater Science*, 41 :471–478.
- [MARTIN, 1980] MARTIN, J. W. (1980). *Micromechanisms in particle hardened alloys*. Cambridge Univ Press.
- [MATSUDA et al., 2001] MATSUDA, K., UETANI, Y., SATO, T., and IKENO, S. (2001). Metastable phases in an Al-Mg-Si alloy containing copper. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 32A :1293–1299.

- [MERHY, 2011] MERHY, E. (2011). *Propagation de fissure sous chargement thermomécanique cyclique anisotherme*. PhD thesis, Ecole Polytechnique.
- [MERLE and FOUQUET, 1981] MERLE, P. and FOUQUET, F. (1981). Coarsening of θ' plates in Al-Cu alloys - I. Experimental determination of mechanisms. *Acta Metallurgica*, 29 :1919–1927.
- [MERLE et al., 1981] MERLE, P., FOUQUET, F., and MERLIN, J. (1981). Experimental and theoretical determinations of the Yield stress of an alloy containing plate-like precipitates : θ' phase in a Al-4wt%Cu alloy. *Material and Science and Engineering*, 50 :215–220.
- [MIAO and LAUGHLIN, 1999] MIAO, W. and LAUGHLIN, D. (1999). Precipitation hardening in aluminium alloy 6022. *Scripta Materialia*, 40(7) :873–878.
- [MIAO and LAUGHLIN, 2000] MIAO, W. and LAUGHLIN, D. (2000). Effect of Cu content and preaging on precipitation characteristics in aluminium alloy 6022. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 31A :361–371.
- [NICHOLSON et al., 1958] NICHOLSON, R. B., THOMAS, G., and NUTTING, J. (1958). A technique for obtaining thin foils of aluminium and aluminium alloys for transmission electron metallography. *British Journal of applied physics*, 9 :25–27.
- [NIE, 2003] NIE, J. F. (2003). Effect of precipitate shape and orientation on dispersion strengthening in magnesium alloys. *Scripta Materialia*, 48 :1009–1015.
- [OROWAN, 1948] OROWAN, E. (1948). *Internal stress in metals and alloys*. The Institute of Metals.
- [OSMOND, 2010] OSMOND, P. (2010). *Etude du vieillissement des alliages d'aluminium pour culasses Diesel et prise en compte dans le dimensionnement*. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris.
- [OSMOND, 2011] OSMOND, P. (2011). Rapport de post-doctorat : Implémentation numérique d'un modèle de comportement élastoviscoplasique dans un code élément fini commercial. Technical report, Armines.

- [OSMOND, 2015] OSMOND, P. (2015). Modèle de microdureté pour alliage d'aluminium. Technical report, PSA Peugeot Citroën.
- [POIRIER, 1976] POIRIER, J. P. (1976). *Plasticité à haute température des solides cristallins*. Editions Eyrolles.
- [POLMEAR, 2004] POLMEAR, I. (2004). Aluminium alloys - A century of age hardening. *Materials Forum*, 28 :14 p.
- [PRICE and KELLY, 1964] PRICE, R. and KELLY, A. (1964). Deformation of age-hardened aluminium alloy crystals - I. Plastic flow. *Acta Metallurgica*, 12 :159–169.
- [PSA, 2015] PSA (2015). Modèle de microdureté pour alliage d'aluminium. Technical report, PSA Peugeot Citroën.
- [RAVI and WOLVERTON, 2004] RAVI, C. and WOLVERTON, C. (2004). First principles study of crystal structure and stability of Al-Mg-Si-(Cu) precipitates. *Acta Materialia*, 52 :4213–4227.
- [RÖSLER and ARZT, 1990] RÖSLER, J. and ARZT, E. (1990). A new model-based creep equation for dispersion strengthened materials. *Acta Metallurgica and Mater.*, 38 :671–683.
- [RÖSLER et al., 1992] RÖSLER, J., JOOS, R., and ARZT, E. (1992). Microstructure and creep properties of dispersion strengthened Aluminium alloys. *Metallurgical Transactions A*, 23 :1521–1539.
- [SANKARAN and LAIRD, 1974] SANKARAN, R. and LAIRD, C. (1974). Kinetics of growth of platelike precipitates. *Acta Metallurgica*, 22 :957–969.
- [SASAKI and TAKAHASHI, 2005] SASAKI, K. and TAKAHASHI, T. (2005). Low cycle thermal fatigue and microstructural change of AC2B-T6 aluminium alloy. *International Journal of Fatigue*, 28 :203–210.
- [SEHITOGLU et al., 2005] SEHITOGLU, H., FOGLESONG, T., and MAIER, H. J. (2005). Precipitate effects on the mechanical behavior of Aluminium Copper alloys : Part 1. Experiments. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 36A :749–761.

- [SEHITOGLU et al., 2000] SEHITOGLU, H., QING, X., SMITH, T., MAIER, H. J., and ALLISON, J. A. (2000). Stress-Strain response of a cast 319-T6 Aluminum under thermomechanical loading. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 31 :139–151.
- [SHERCLIFF and ASHBY, 1990] SHERCLIFF, H. and ASHBY, M. (1990). A process model for age hardening of Aluminium alloys - I The model. *Acta Metallurgica and Mater.*, 38(10) :1789–1802.
- [SON et al., 2004] SON, S., TAKEDA, M., MITOME, M., BANDO, Y., and ENDO, T. (2004). Precipitation behavior of an Al-Cu alloy during isothermal aging at low temperature. *Materials Letters*, 59 :629–632.
- [STOCKER and ASHBY, 1973] STOCKER, R. L. and ASHBY, M. (1973). On the empirical constants in the Dorn equation. *Scripta Metallurgica*, 7 :115–120.
- [VAITHYANATHAN et al., 2004] VAITHYANATHAN, V., WOLVERTON, C., and CHEN, L. Q. (2004). Multiscale modeling of θ' precipitation in Al-Cu binary alloys. *Acta Materiala*, 52 :2973–2987.
- [VERGER, 2002] VERGER, L. (2002). *Sur la fatigue thermomécanique d'un alliage d'aluminium*. PhD thesis, Ecole Polytechnique.
- [WAGNER, 1961] WAGNER, C. (1961). Theorie der alterung von niederschlägen durch umlösen (Ostwald-reifung). *Zeitschrift fur Elektrochemie*, 65 :581–591.
- [WEERTMAN, 1960] WEERTMAN, J. (1960). Creep of Indium, Lead, and some of their alloys with various metals. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, 218 :207–218.
- [WOLVERTON, 2001] WOLVERTON, C. (2001). Crystal structure and stability of complex precipitate phases in Al-Cu-Mg-(Si) and Al-Zn-Mg alloys. *Acta Materiala*, 49 :3129–3142.
- [ZENER, 1946] ZENER, C. (1946). Kinetics of the decomposition of austenite. *Transactions of the AIME*, 167 :550–595.

Annexe A : Calibration Thermique

Les essais mécaniques présentés dans les chapitres 3 et 4 ont été réalisés à haute température. Avant de réaliser de tels essais, nous avons calibré thermiquement le dispositif expérimental montage + éprouvette afin de s'assurer que les gradients thermiques radial et longitudinal étaient acceptables. Pour cela, une éprouvette de géométrie rectangulaire, utilisée dans le chapitre 3.3, et une autre cylindrique, utilisée dans le chapitre 4.1, ont été instrumentées avec des thermocouples de type K afin de connaître la température en différents points de l'éprouvette (figure 5.31 et figure 5.32)).

Sept thermocouples ont été utilisés : 5 placé à la surface des éprouvettes de calibration

- **thermocouple pilote** placé au centre de la zone utile

- **thermocouple 1** situé en haut de la zone utile

- **thermocouple 2** situé en bas de la zone utile

- **thermocouple 3** et **thermocouple 4** situés dans les congés

Et deux au coeur de l'éprouvette :

- **thermocouple 5** situé en milieu de zone utile
- **thermocouple 6** situé en haut de la zone utile

Au début de la calibration, le thermocouple pilote est de type co-axial gainé tandis que les autres thermocouples sont composés de fils de chromel et d'alumel, de diamètre 0,3 mm, soudés à leur extrémité et protégés par une gaine en soie de verre.

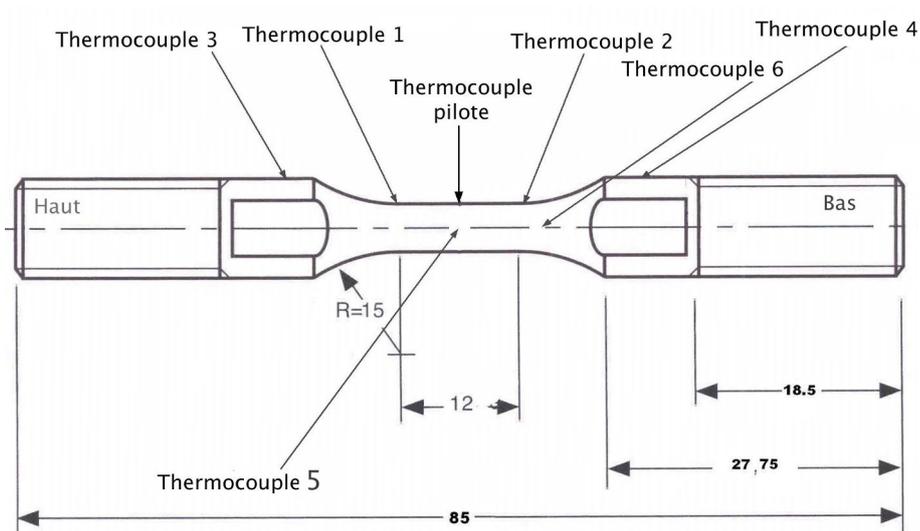


FIGURE 5.31 – Emplacement des thermocouples pour l'éprouvette de géométrie cylindrique

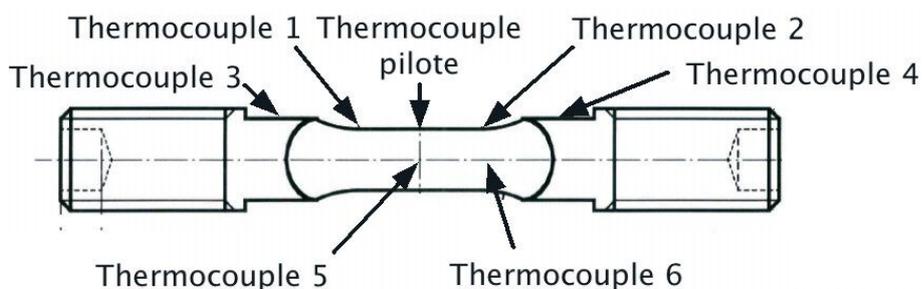


FIGURE 5.32 – Emplacement des thermocouples pour l'éprouvette de géométrie rectangulaire

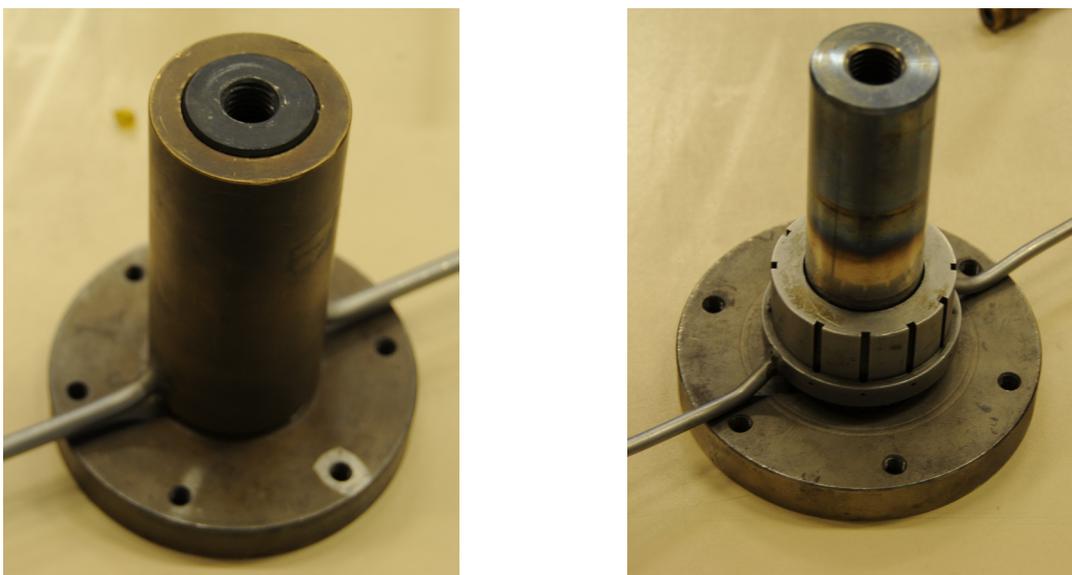


FIGURE 5.33 – Ligne de refroidissement de type "long" à gauche et de type "court" à droite

Le thermocouple en surface situé au milieu de la zone utile est celui qui sert à l'asservissement en température lors des essais qui est de ce fait relié à la régulation de température Eurotherm 2024. Le cycle anisotherme appliqué pour la calibration thermique est identique à celui des essais FMT (chapitre 4.1)

Géométrie Cylindrique

Chargement Isotherme

Le chargement isotherme consiste en une montée à la température de 250°C à la vitesse de 30°C.s⁻¹ et en un maintien pendant 35 min à cette température. Dans un premier temps, nous avons calibré le dispositif en utilisant des lignes de refroidissement de type "long".

Thermocouple	pilote	1	2	3	4	5	6
Température (°C)	251,2	176,3	152,7	162,8	139,8	113,3	110,9

TABLE 5.8 – Température stabilisé dans le cas du chargement isotherme avec refroidisseur "long"

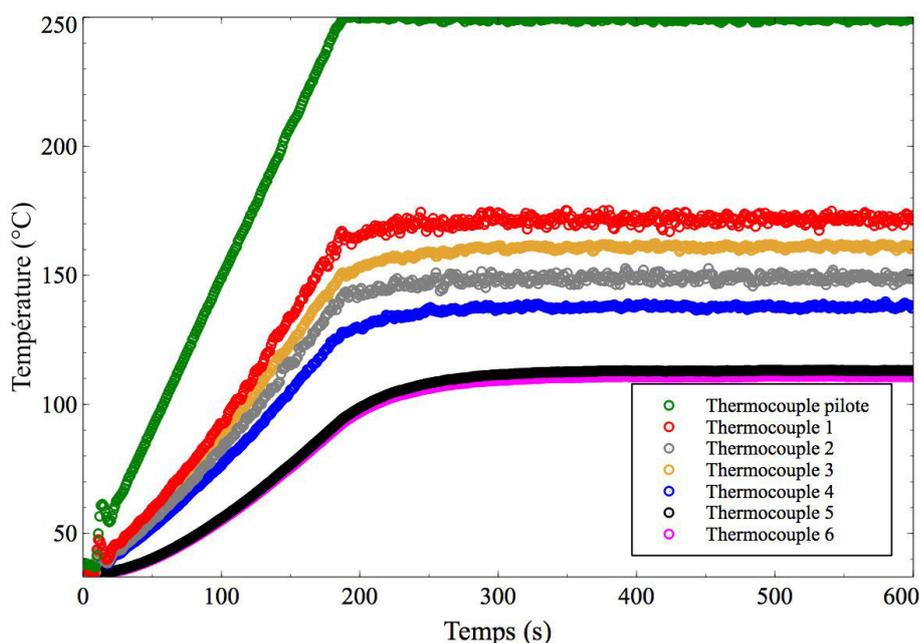


FIGURE 5.34 – Evolution des températures pour une éprouvette de géométrie cylindrique avec des lignes de refroidissement de type "long" lors d'un chargement isotherme

Cette configuration conduit à la fois à un gradient thermique important à coeur (140°C par rapport au thermocouple de pilotage) et à un gradient longitudinal important (figure 5.34 et tableau 5.8). Elle n'est donc pas adaptée pour les essais mécaniques que nous voulons réaliser.

Afin de réduire le gradient thermique, nous avons décidé de remplacer les lignes de refroidissement de type "long" par les lignes de refroidissement de type "court". Les résultats de cette calibration thermique, en utilisant toujours un thermocouple coaxial comme thermocouple de pilotage, sont reportés dans le tableau 5.9 et sur la figure 5.35.

Thermocouple	pilote	1	2	3	4	5	6
Température ($^{\circ}\text{C}$)	250	236,4	234,2	231,1	233	233	233,5

TABLE 5.9 – Température stabilisé dans le cas du chargement isotherme avec une ligne de refroidissement de type "court"

Nous constatons cette fois que l'éprouvette ne présente plus de gradient thermique longitudinal ni de gradient thermique radial. Cependant, tous les thermocouples de mesure indiquent

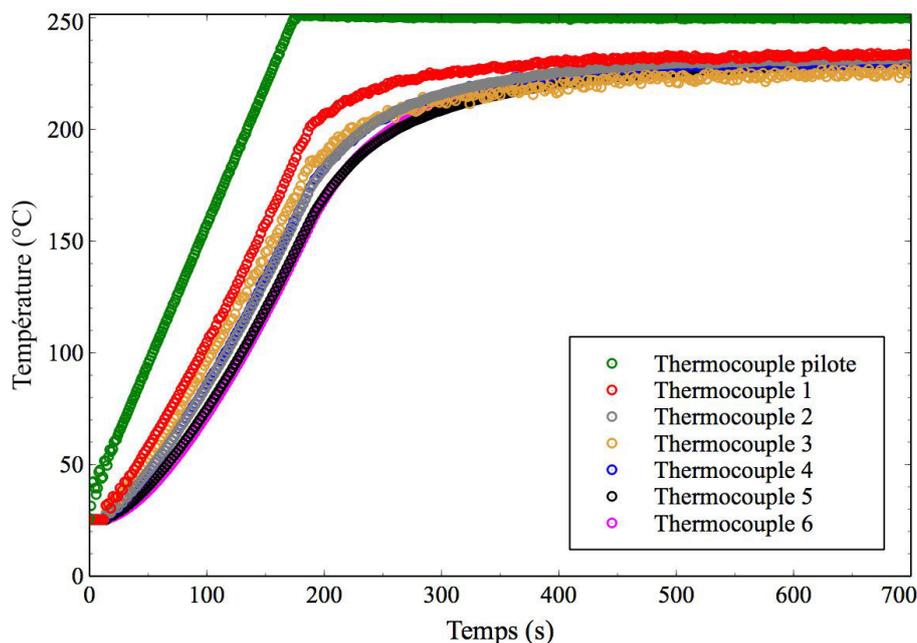


FIGURE 5.35 – Evolution des températures pour une éprouvette de géométrie cylindrique avec des lignes de refroidissement de type "court" lors d'un chargement isotherme

une température inférieure de 16°C au thermocouple pilote. Comme nous utilisons un four à lampe, il est probable que l'émissivité des matériaux influe sur les mesures de température à la surface de l'éprouvette.

Ainsi cette différence de température résulte de la différence d'émissivité entre l'aluminium et le thermocouple pilote. Pour nous en affranchir, nous avons remplacé le thermocouple central par un thermocouple gainé par fibre de soie.

En réalisant une nouvelle calibration thermique, la différence initial de 16°C disparaît et nous n'enregistrons aucune différence de température qui soit supérieure à 5°C .

La configuration retenue pour un chargement isotherme sur une éprouvette cylindrique est donc : **refroidisseur court, thermocouple gainé avec fibre de soie.**

Chargement Anisotherme

Sachant que le montage avec refroidisseur long n'a pas été retenu pour les essais isothermes, seul le montage avec un refroidisseur court a été considéré pour cette calibration. Nous avons donc mesuré le champ thermique pour le montage qui a été validé dans la calibration pour le chargement isotherme.

Le chargement thermique est le chargement thermique utilisé dans les essais FMT du chapitre 4.1.

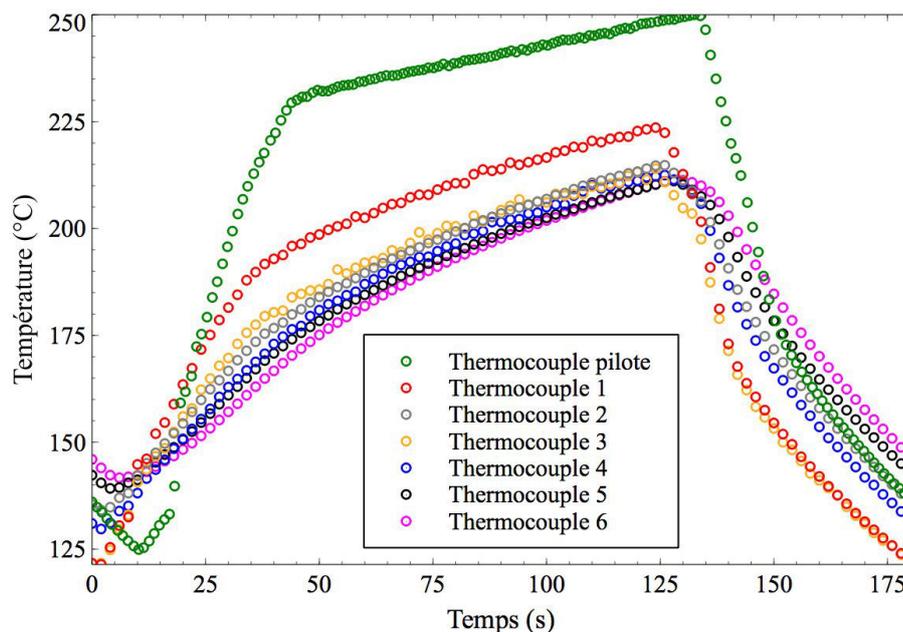


FIGURE 5.36 – Evolution des températures pour une éprouvette de géométrie cylindrique avec des lignes de refroidissement de type "court" lors d'un chargement anisotherme

Sur un cycle thermique stabilisé présenté sur la figure 5.36 il apparaît très clairement des gradients importants dans l'éprouvette (radiaux et longitudinaux). En considérant le caractère dynamique du chargement thermique et les artéfacts liés au chauffage par rayonnement, nous avons été amenés à peindre notre éprouvette en noir mat de manière à homogénéiser l'absorption du rayonnement lumineux.

Cette nouvelle configuration permet de supprimer le gradient longitudinal à la surface, conséquence directe de l'homogénéisation de l'absorption, et de réduire le gradient radial (figure 5.37).

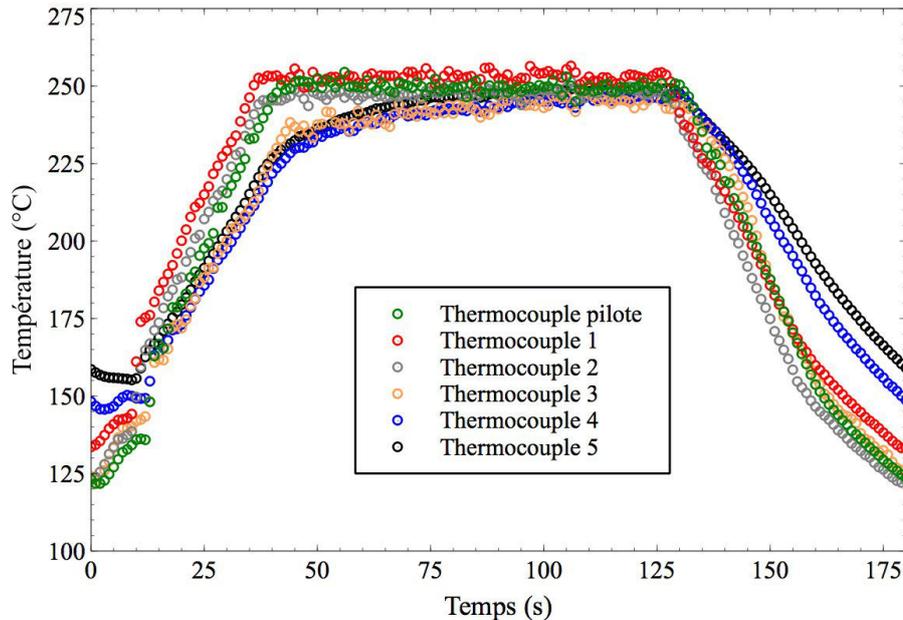


FIGURE 5.37 – Evolution des températures pour une éprouvette peinte en noir mat de géométrie cylindrique avec des lignes de refroidissement de type "court" lors d'un chargement anisotherme

La température minimale du cycle (100°C) ne peut malheureusement toujours pas être atteinte dans cette configuration. En effet, l'inertie thermique des lignes d'amarrage réduit le refroidissement de l'éprouvette malgré la bonne conductivité thermique de l'aluminium et nous empêche d'atteindre des températures plus basses. Cependant le vieillissement de la microstructure étant un phénomène physique qui n'a lieu qu'à haute température, ce problème n'a aucune conséquence sur l'interprétation physique des résultats.

Thermocouple	pilote	1	2	3	4	5
Température ($^{\circ}\text{C}$)	[121-250]	[133-252]	[122-252]	[121-250]	[145-246]	[155-249]

TABLE 5.10 – Température stabilisé dans le cas du chargement anisotherme avec l'éprouvette peinte en noir mat

La figure 5.37 permet d'observer que le gradient thermique radial évolue avec le temps. Les thermocouples 3 et 4 présentent des différences de température avec le thermocouple de pilotage mais ils ne sont pas dans la zone utile de l'éprouvette. Ce gradient n'a donc pas d'influence sur les résultats des essais FMT.

Un gradient radial, dans la zone utile, est également observé. Cependant, ce gradient ayant été mesuré, les essais de FMT seront exploités en tenant compte de ce gradient qui est extrêmement compliqué de réduire. Une des solutions que nous avons envisagé était d'utiliser des éprouvettes tubulaires. Cependant, des phénomènes de flambages de l'éprouvette apparaissait à chaque test, rendant cette géométrie d'éprouvette inutilisable pour nos essais.

La configuration retenue pour un chargement anisotherme sur une éprouvette cylindrique est donc : **refroidisseur court, thermocouple gainé avec fibre de soie, éprouvette revêtue de peinture noire matte.**

Géométrie Rectangulaire

Chargement Isotherme

Le chargement isotherme consiste à nouveau en une montée à la température de 250°C à la vitesse de 30°C.s⁻¹ et en un maintien pendant 35 min à cette température. La première configuration a être calibrée est un montage avec des refroidisseurs longs.

Avec cette configuration, L'éprouvette présente de forts gradients radiaux et longitudinaux (tableau 5.11 et figure 5.38) ce qui rend cette configuration inutilisable.

Afin de réduire les gradients, une deuxième configuration avec des refroidisseurs courts a été testée. Cette fois-ci et après 30 minutes de stabilisation, l'éprouvette ne présente qu'un gradient radial de 7 à 8°C et pas de gradient longitudinal (voir tableau 5.12 et figure 5.39).

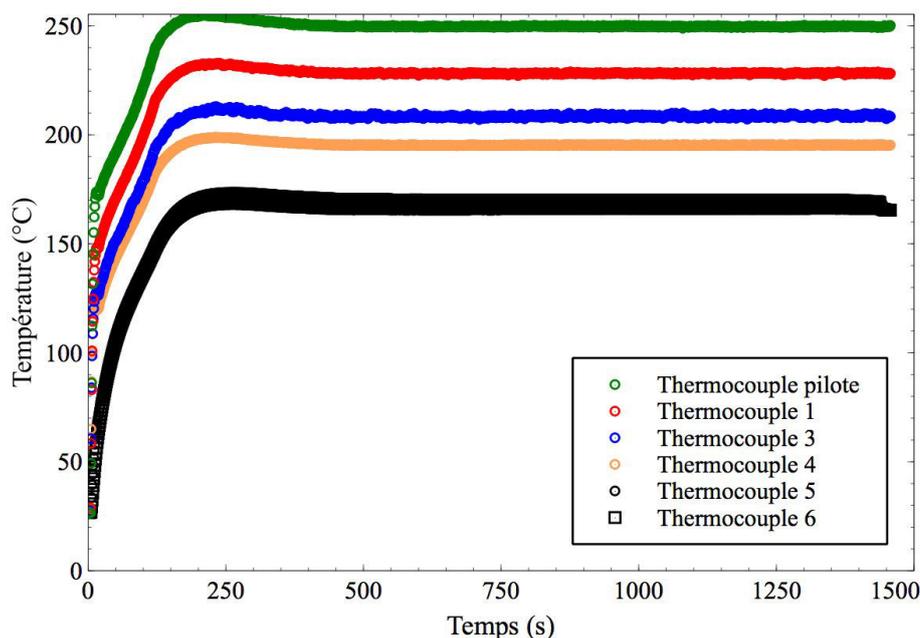


FIGURE 5.38 – Evolution des températures pour une éprouvette de géométrie rectangulaire avec des lignes de refroidissement de type "long" lors d'un chargement isotherme

Thermocouple	pilote	1	3	4	5	6
Température (°C)	250	230	199	213	168	173

TABLE 5.11 – Température stabilisé dans le cas du chargement isotherme pour la géométrie rectangulaire munis de ligne de refroidissement de type "long"

Cependant dans cette configuration, nous pouvons observer un dépassement important de la consigne sur le thermocouple 2. Nous avons donc optimisé les paramètres de PID du contrôleur de température Eurotherm afin de supprimer ce dépassement.

La configuration optimisée pour les essais isothermes de comportement sur une éprouvette rectangulaire est donc : **refroidisseur court, thermocouple gainé avec fibre de soie.**

Thermocouple	pilote	1	3	4	5	6
Température (°C)	250	257	253	250	243	242

TABLE 5.12 – Température stabilisé dans le cas du chargement isotherme pour la géométrie rectangulaire munis de ligne de refroidissement de type "court"

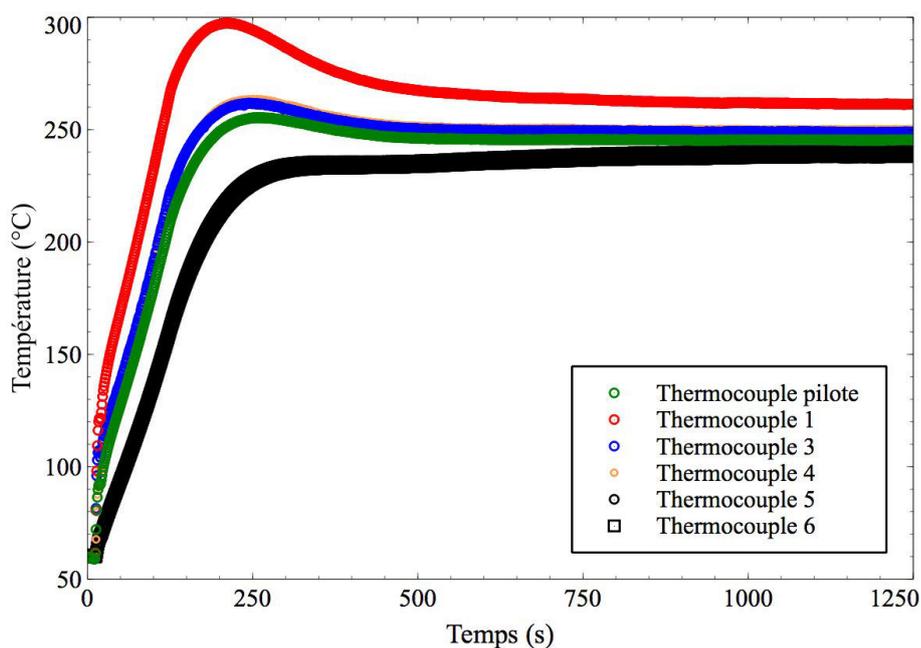


FIGURE 5.39 – Evolution des températures pour une éprouvette de géométrie rectangulaire avec des lignes de refroidissement de type "court" lors d'un chargement isotherme

Bilan

Pour le chargement anisotherme utilisé dans le chapitre 4, la configuration utilisée est : des lignes de refroidissement de type "court", un thermocouple gainé en fibre de soie tressée et l'éprouvette peinte en noir mat. Le gradient longitudinal dans la zone utile est quasiment nul mais cette configuration présente un gradient radial dans la zone utile. Cependant, cette configuration étant utilisée pour des essais comparatifs, ce gradient, qui a été mesuré, n'est pas problématique.

Pour le chargement isotherme utilisé dans le chapitre 3, la configuration retenue est : des lignes de refroidissement de type "court" et un thermocouple gainé en fibre de soie tressée. Aucun gradient radial n'est mesuré après une période de maintien de 30 min. Un gradient longitudinal de 5-7°C est mesuré mais est considéré comme négligeable.

Annexe B : Figures du chapitre 3.3

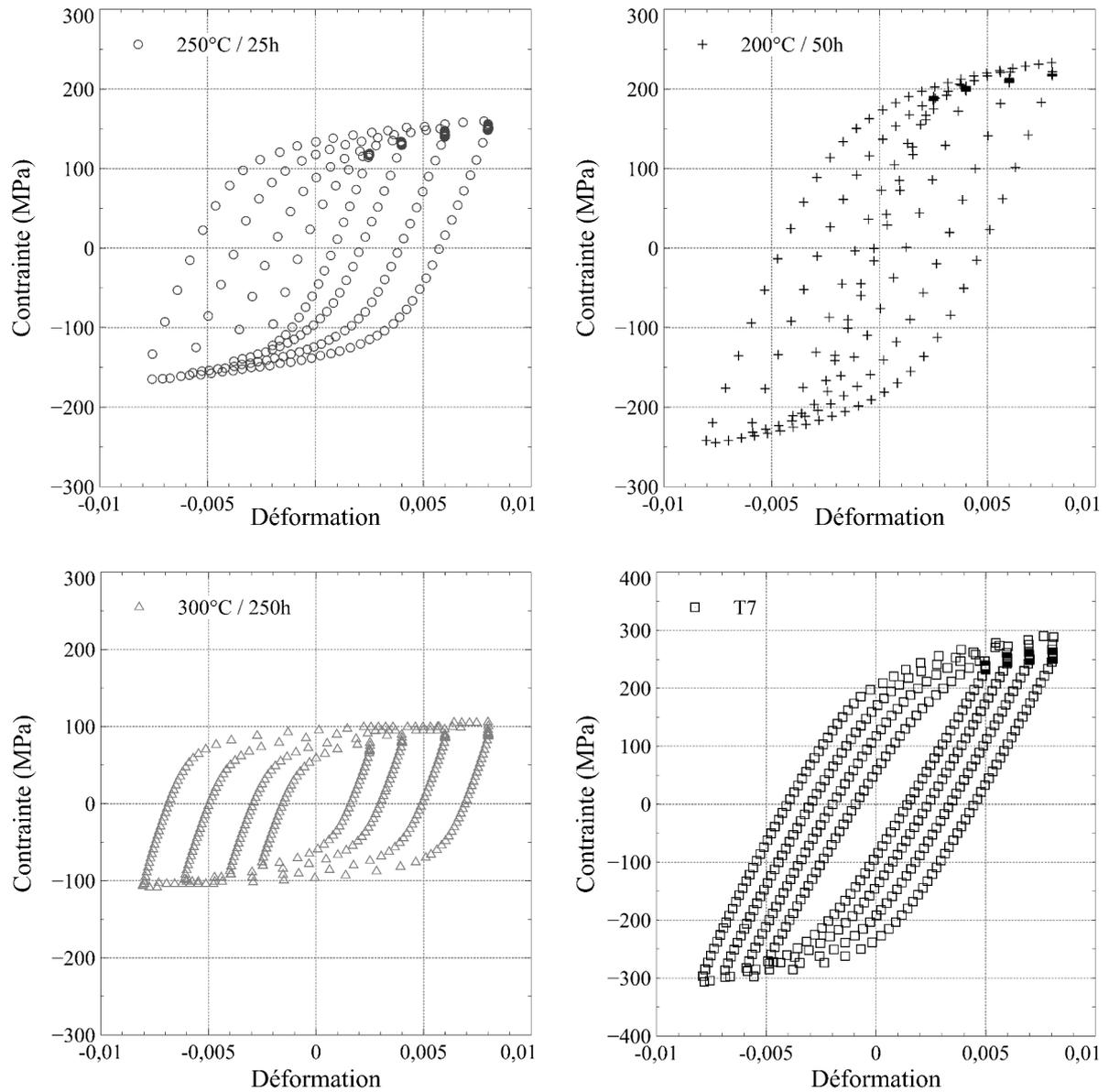


FIGURE 5.40 – AISi7Cu05Mg03 : Cycles stabilisés à température ambiante

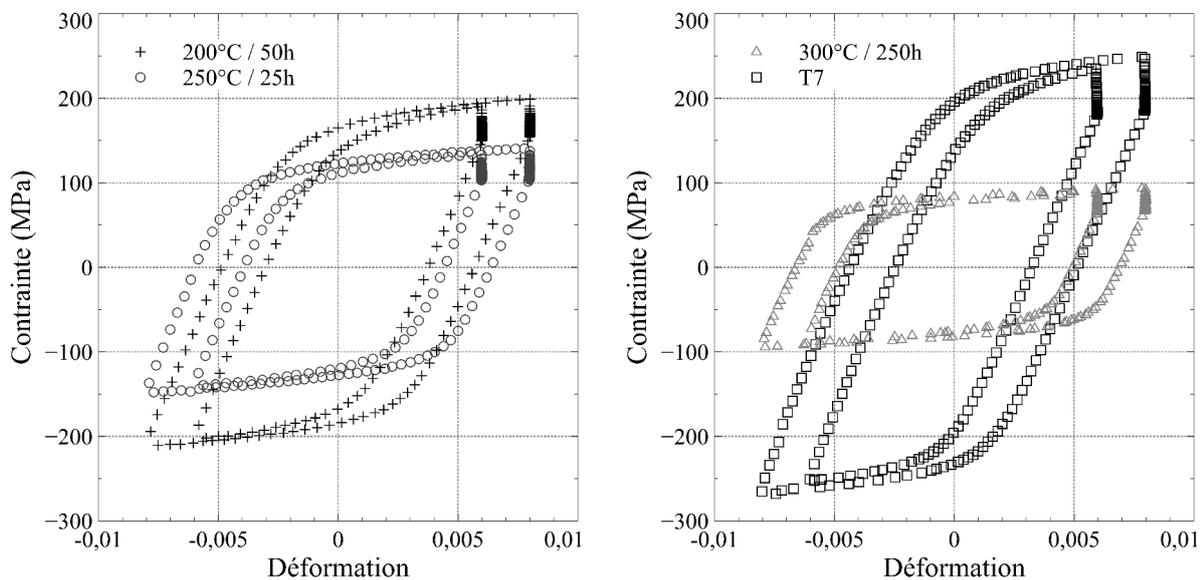


FIGURE 5.41 – AlSi7Cu05Mg03 : Cycle stabilisé à 150 °C

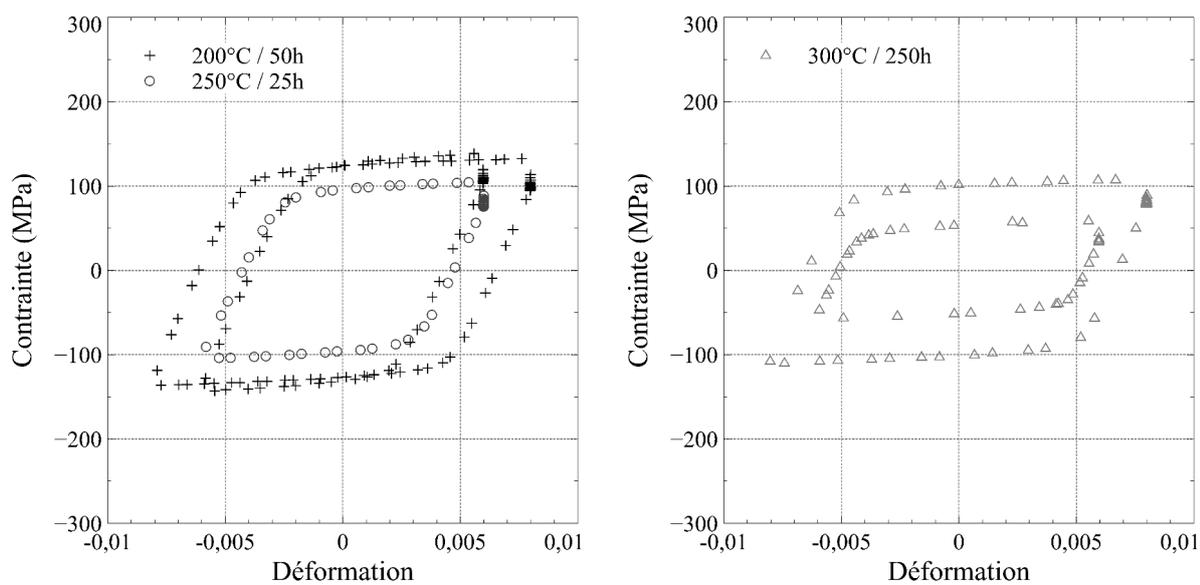


FIGURE 5.42 – AlSi7Cu05Mg03 : Cycles stabilisés à 250 °C (pour l'état V 200°C / 50h, le cycle présenté est le dernier cycle)

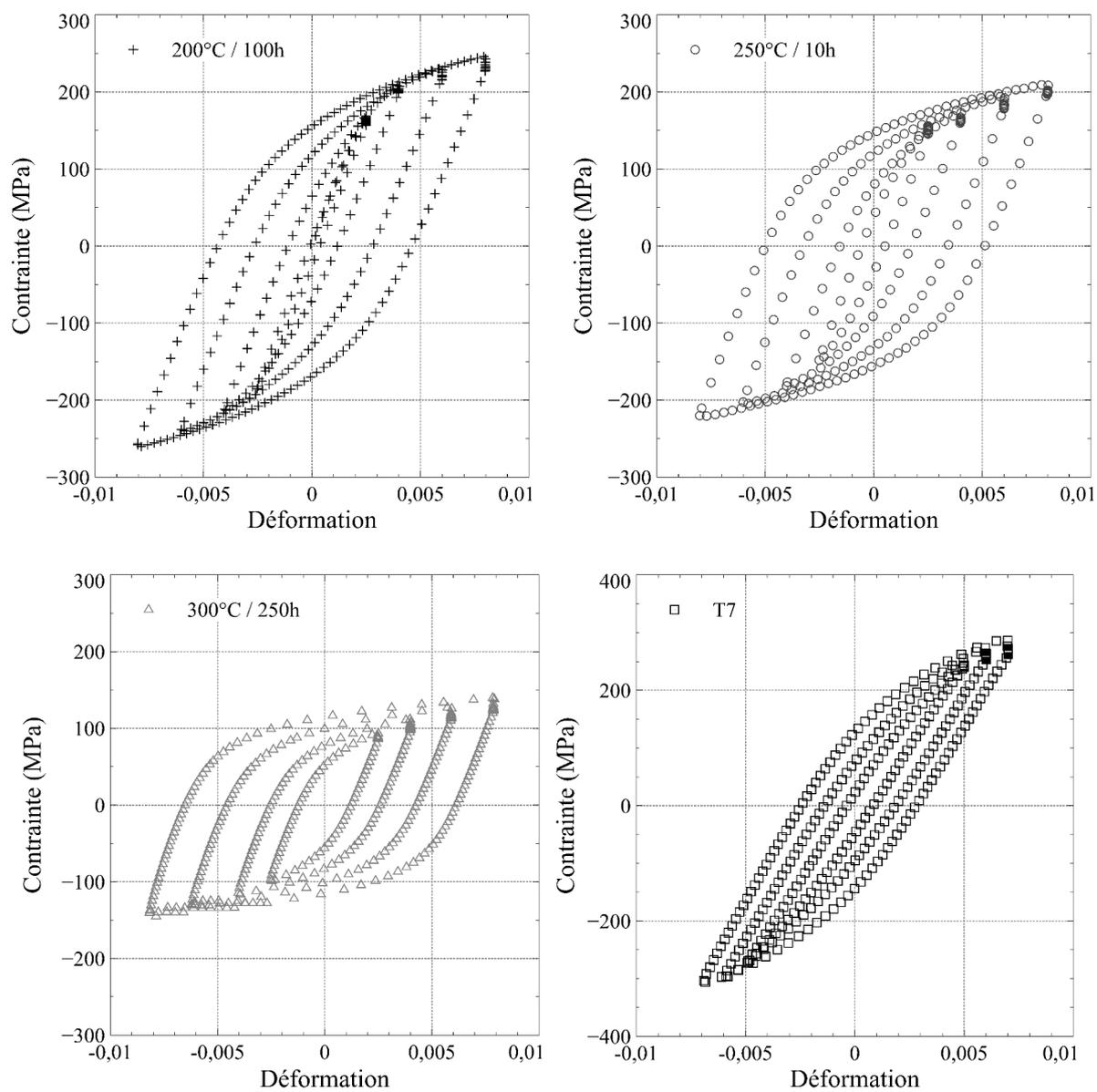


FIGURE 5.43 – AlSi7Cu3.5Mg01 : Cycles stabilisés à température ambiante

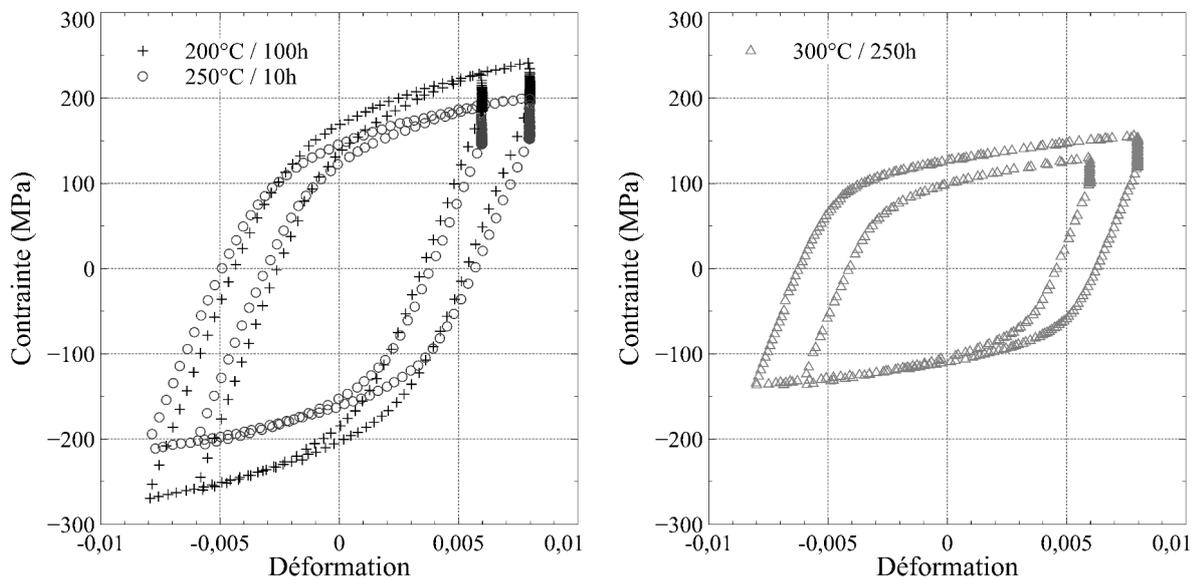


FIGURE 5.44 – AISi7Cu3.5Mg01 : Cycles stabilisés à 150 °C

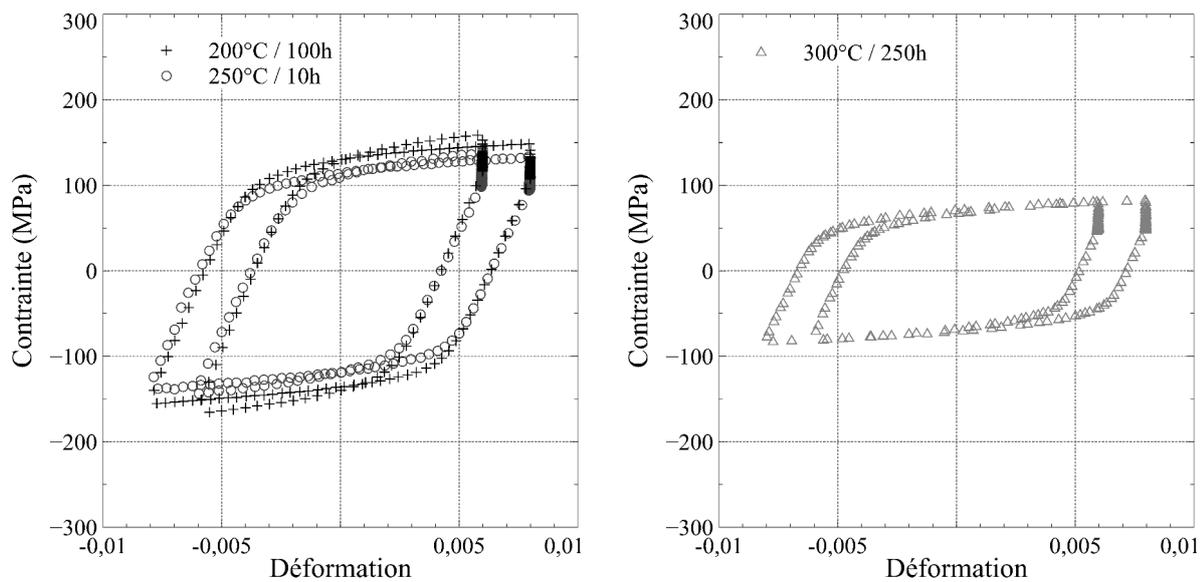


FIGURE 5.45 – AISi7Cu3.5Mg01 : Cycle stabilisé à 250 °C

Annexe C : Modèle d'évolution de la microdureté de l'alliage AlSi7Cu3.5Mg01

A partir des résultats du chapitre 2, on sait que l'évolution des paramètres morphologiques des précipités θ' diffère de celle des précipités β' . En effet, la longueur et l'épaisseur des plaquettes de θ' se stabilisent au bout d'un certain temps dépendant de la température de vieillissement. Cette cinétique de croissance s'explique par l'interaction spatiale des champs de diffusion des plaquettes [da COSTA TEIXEIRA et al., 2008]. Cela constitue une difficulté, car la description des cinétiques de croissance sous ces conditions peut se révéler délicate.

On trouve un certain nombre d'études portant sur le durcissement provoqué par la présence de précipités θ' : [MERLE et al., 1981], Nie [NIE, 2003] et Teixeira et al. [da COSTA TEIXEIRA et al., 2008]. Il est généralement noté que la distance bord à bord constitue la distance interne caractéristique pour évaluer le durcissement généré par des familles de θ' .

La modélisation de la cinétique de précipitation permet de décrire l'évolution avec le temps des paramètres géométriques de la population. La distance bord à bord est alors calculée à partir de ces paramètres : fraction volumique, longueur et épaisseur des précipités.

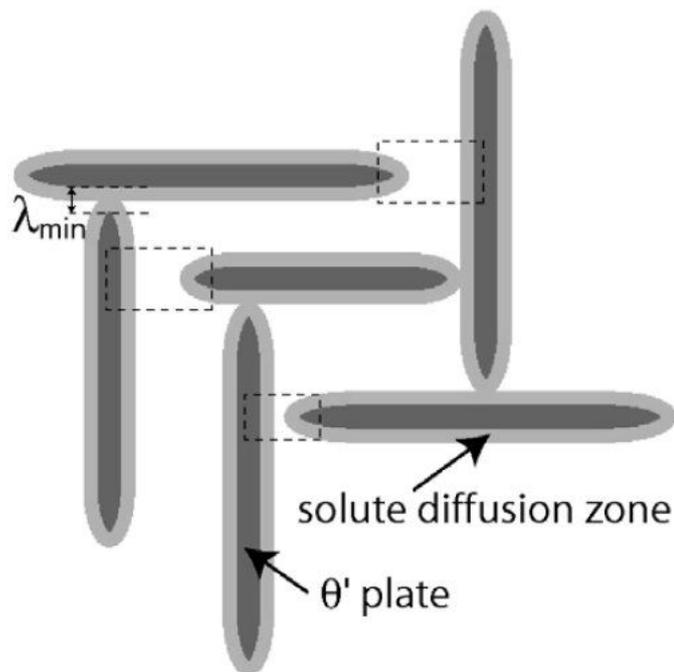


FIGURE 5.46 – Distance bord à bord λ_{min} pour deux précipités θ' [da COSTA TEIXEIRA et al., 2008]

On peut, en considérant l'interaction spatiale des champs de diffusion comme le mécanisme limitant la croissance, accéder directement aux valeurs limites de la distance bord à bord. Cela implique la connaissance de la taille de la zone de diffusion en bord de plaquettes.

Cette dimension est difficilement accessible expérimentalement, néanmoins certains auteurs ont proposé, sous certaines hypothèses, des expressions théorique : on notera la proposition de Zener [ZENER, 1946], déjà utilisé par Teixeira et al. [da COSTA TEIXEIRA et al., 2008], selon laquelle :

$$R_{dz} = 2R_p \quad (5.10)$$

et

$$R_p = 2R_c \quad (5.10)$$

avec R_p le rayon du bord de la plaquette, R_c le rayon critique séparant la dissolution de la

croissance du précipité.

En considérant la distance bord à bord minimale égale à deux fois la taille de la zone de diffusion, on obtient :

$$\lambda_{min} = 8R_c$$

La population de précipités θ' présente une distribution de taille dispersée. En conséquence, la distance rayon bord à bord est mise en relation avec la distance λ_{min} via une constante.

Par définition, le rayon critique est équivalent au rayon critique de énucléation. Son calcul se fait par considération de l'énergie libre de nucléation et nécessite une hypothèse supplémentaire sur la forme des précipités. On considère ici la précipitation θ' comme des disques de rayon R_p et d'épaisseur $2R_T$.

L'énergie libre ΔG nécessaire à la nucléation du précipité est composée d'un terme volumique (ΔG_V) et d'un terme surfacique (ΔG_S). La précipitation étant semi-cohérente voire incohérente aux états de vieillissement étudiés, le terme de distorsion élastique est négligé :

$$\Delta G = \Delta G_V + \Delta G_S$$

$$\Delta G = -\Delta G_v(2\pi R_D^2 R_t) + (2\pi R_D^2 \gamma_d + 4\pi R_D R_t \gamma_t) \quad (5.10)$$

avec γ_t l'énergie surface sur la face longue du précipité (figure 5.47), γ_d l'énergie surfacique en bout de précipité, R_D le rayon du disque et R_t l'épaisseur de ce disque (figure 5.47).

Le précipité est considéré comme ayant atteint sa forme d'équilibre, ce qui permet d'exprimer R_D comme le produit de R_t et du rapport de forme A du précipité et également d'obtenir l'équation 5.8 :

T

$$\Delta G = 2\pi AR_t^2[(A\gamma_d + 2\gamma_t) - (\Delta G_v AR_t)] \quad (5.10)$$

En dérivant ΔG en fonction de R_t , on obtient facilement R_c , rayon associé à la variation maximale d'énergie libre.

$$R_c = \frac{4\gamma_t + 2A\gamma_d}{3A\Delta G_v} \quad (5.10)$$

avec

$$\Delta G_v = \frac{k_b T}{v_{at}} \ln\left(\frac{c_m}{c_{eq}}\right) \quad (5.10)$$

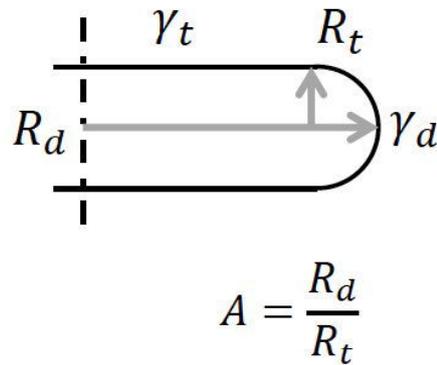
[AARONSON et al., 1970]

avec γ_t l'énergie surface sur la face longue du précipité (figure 5.47), γ_d l'énergie surfacique en bout de précipité (figure 5.47), c_{eq} la concentration à l'équilibre, c_m la concentration légèrement sursaturé et A le rapport de forme.

Les valeurs de γ_t (190 mJ.m^{-2}) et de γ_d (600 mJ.m^{-2}) sont issues de l'étude de Wolverton et al. [VAITHYANATHAN et al., 2004] tandis que c_{eq} est obtenu à l'aide du logiciel Jmat Pro. c_m est fixé comme étant égal à $c_{eq} + 10^{-4}$. On notera que le choix d'une autre concentration en solution solide ne change pas la réponse du modèle, aux paramètres ajustables D et HV_{int} près.

Les rapports de forme sur la précipitation stabilisée ont été mesurés au cours de l'étude d'Osmond [OSMOND, 2010]. $A(T)$ peut être exprimé en fonction de rapport de forme stabilisé (figure 5.48) :

$$A(T) = A_{eq} + \left(\frac{B}{T}\right)^C \quad (5.10)$$

FIGURE 5.47 – Schéma d'une extrémité d'une plaquette de θ' [OSMOND, 2015]

avec A_{eq} le rapport de forme à l'équilibre ($\gamma_t \gamma_d$) et B et C des paramètres ajustables.

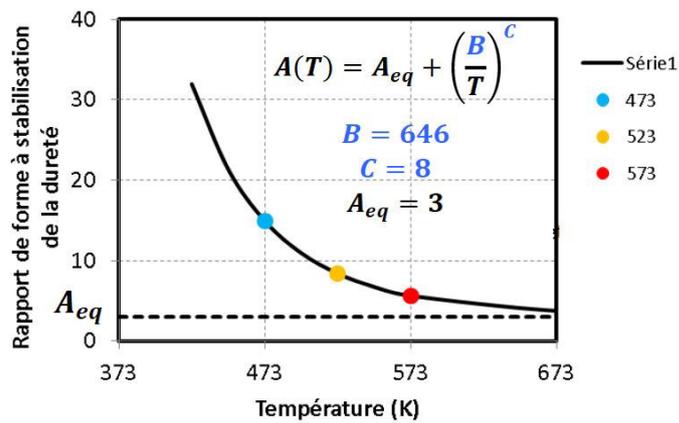


FIGURE 5.48 – Evolution du rapport de forme en fonction de la température [OSMOND, 2015]

En utilisant les équations 5.8, ?? et l'équation d'Orowan, la microdureté asymptotique peut être exprimée :

$$HV_{asympt}(T) = HV_{int} + D \frac{\mu b}{\lambda_{min}(T)} \quad (5.10)$$

avec

$$\lambda_{min}(T) = 8R_c(A(T), \Delta G_v) \quad (5.10)$$

avec D et HV_{int} des paramètres ajustables, μ le module de cisaillement (25400 Pa) et b le vecteur de Burgers ($2,86 \cdot 10^{-10}$ m).

La description des évolutions transitoires est permis en considérant une croissance exponentielle saturante de la distance interprécipité :

$$\lambda(T, t) = \lambda_{min}(1 - e^{-\frac{t}{\tau}})$$

et

$$\tau = TEe^{\frac{Q}{RT}}$$

avec Q l'énergie d'activation pour la diffusion (115 kJ), R la constante des gaz parfait et E un paramètre ajustable.

Ainsi l'évolution de la dureté peut être exprimé selon l'équation suivante :

$$HV(t, T) = HV_{int} + D \frac{\mu b}{\lambda(t, T)}$$

Annexe D : Analyse de l'évolution de la microdureté dans le pontet inter-soupape d'une culasse essence

Contexte

L'évolution de la microdureté est analysée pour un chargement CTSE (choc thermique structure essence) qui est équivalent au chargement utilisé pour la culasse Diesel dans le chapitre 5.

Comme pour une culasse Diesel, la zone critique en fatigue thermomécanique est le pontet entre la soupape d'admission et celle d'échappement.

Les modèles de microdureté utilisés lors de cette étude sont les mêmes que ceux utilisés pour l'analyse de la microdureté de la culasse Diesel (chapitre 5).

Il faut noter que les températures atteintes dans le pontet inter-soupape sont supérieures à celles obtenues dans la culasse Diesel (la température à proximité du noyau d'eau est de l'ordre de 170°C)

Cette étude se concentrera uniquement sur le pontet inter-soupapes (figure 5.49). Le point de référence sera encore le point le plus chaud soit le point en contact avec la face flamme.

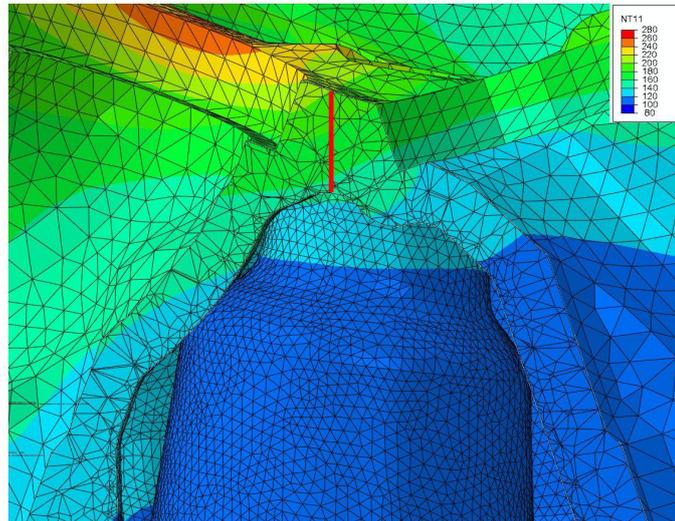


FIGURE 5.49 – Chemin des noeuds dans le pontet intersoupapes

Nous avons utilisé la même méthode que pour la culasse essence :

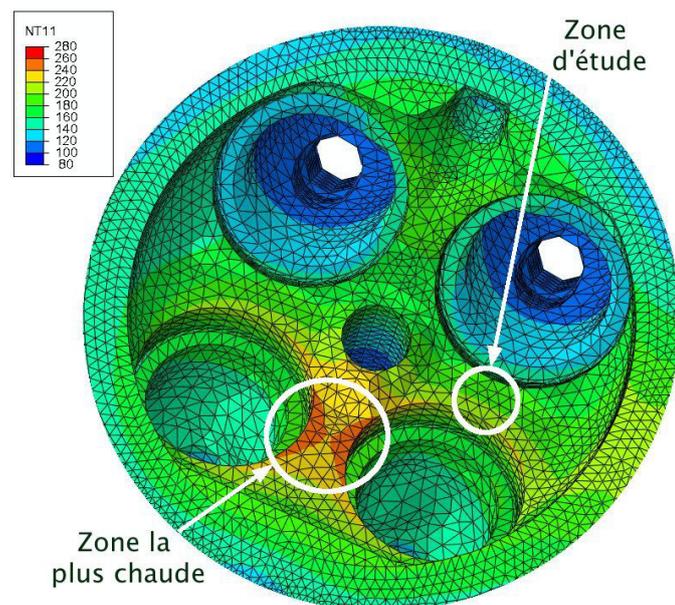


FIGURE 5.50 – Champ thermique maximale sur la face flamme d'une culasse essence

1. Nous avons simulé le champ thermique transitoire du pontet inter-soupape lors d'un essai sous chargement CTSE à l'aide du logiciel Abaqus (figure 5.50)
2. Nous avons utilisé ce champs thermique comme variable d'entrée dans le modèle de microdureté
3. Nous avons simulé les 10000 cycles de chargement CTSE avec le modèle de microdureté

Ceci nous permet donc d'obtenir l'évolution de la microdureté au cours de ces 10000 cycles pour chaque noeud de chaque chemin.

AlSi7Cu0,5Mg0,3

La figure 5.51 présente l'évolution de la microdureté au cours de l'essai CTSE pour tous les noeuds du chemin. Nous pouvons observer que la microdureté diminue au cours de l'essai traduisant le vieillissement du matériau. La microdureté finale la plus faible est de 63 HV.

Or nous savons que la température maximale vue par le pontet inter-soupape est supérieur à 150°C en tout point du pontet. Ce qui signifie qu'en utilisant le modèle de Verger [VERGER, 2002], le matériau serait complètement vieilli et aurait une microdureté de 45 HV. Ainsi comme pour la culasse de Diesel, le modèle de dimensionnement de Verger sous-estime fortement la microdureté du matériau.

La figure 5.52 présente l'évolution de $HV-HV_o$ au cours de l'essai. $HV-HV_o$ augmente rapidement au cours des cents premières heures de l'essai traduisant le vieillissement de la structure. A la fin de l'essai, $HV-HV_o$ pour les noeuds proches du noyau d'eau est toujours faible, traduisant le faible vieillissement de la structure pour ces zones. Pour les autres noeuds, une relation linéaire entre $HV-HV_o$ et la distance au noyau d'eau apparaît : plus le

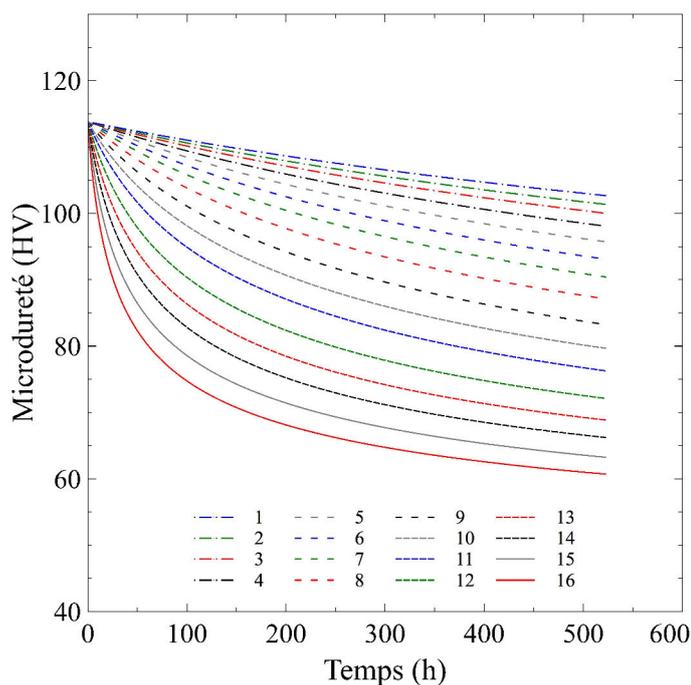


FIGURE 5.51 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 - Evolution de la microdureté

noeud est éloigné du noyau d'eau, plus $HV-HV_o$ est faible.

La figure 5.53 est le gradient de microdureté noeud à noeud présent dans le pontet au cours de l'essai. Le gradient de microdureté évolue de la même manière que ceux présent dans le pontet des culasses Diesel : le gradient maximal se trouve d'abord dans les zones chaudes avant de se déplacer dans la profondeur du pontet au fur et à mesure que le pontet commence à vieillir (figure 5.53). Le gradient se stabilise au bout de quelques centaines d'heures comme pour la culasse Diesel.

AlSi7Cu3,5Mg0,1

La figure 5.54 présente l'évolution de la microdureté au cours de l'essai CTSE. En prenant en compte les résultats des essais de vieillissement isothermes (figure 5.3), nous pouvons observer que les noeuds aux températures les plus chaudes ont atteints leur microdureté

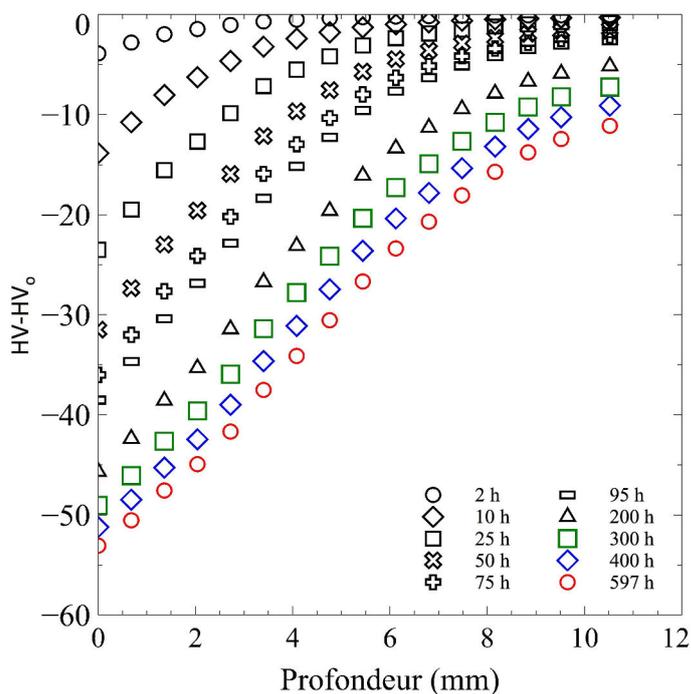


FIGURE 5.52 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 - Evolution de HV-HV₀ au cours de l'essai CTSE. La ligne rouge représente HV - HV₀ pour une microdureté de 45 HV

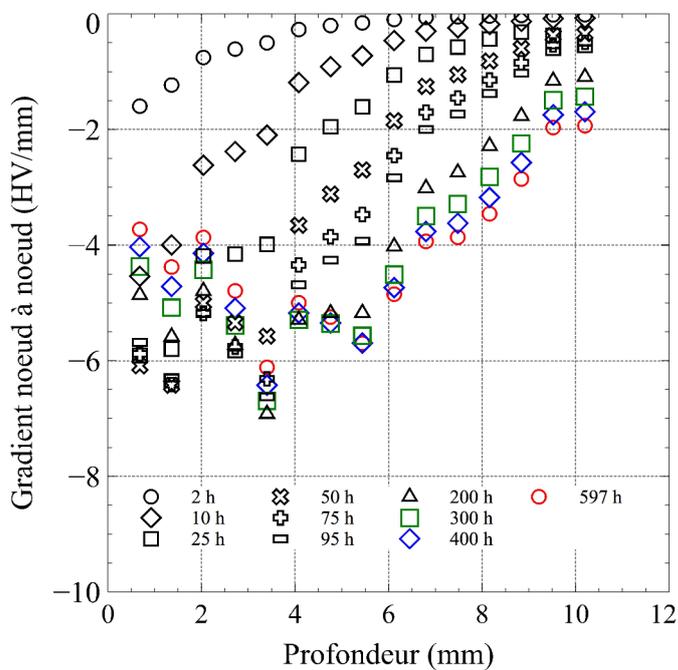


FIGURE 5.53 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 - Evolution du gradient de microdureté au cours de l'essai CTSE

asymptotique au cours de l'essai. La microdureté finale la plus faible est de 78 HV.

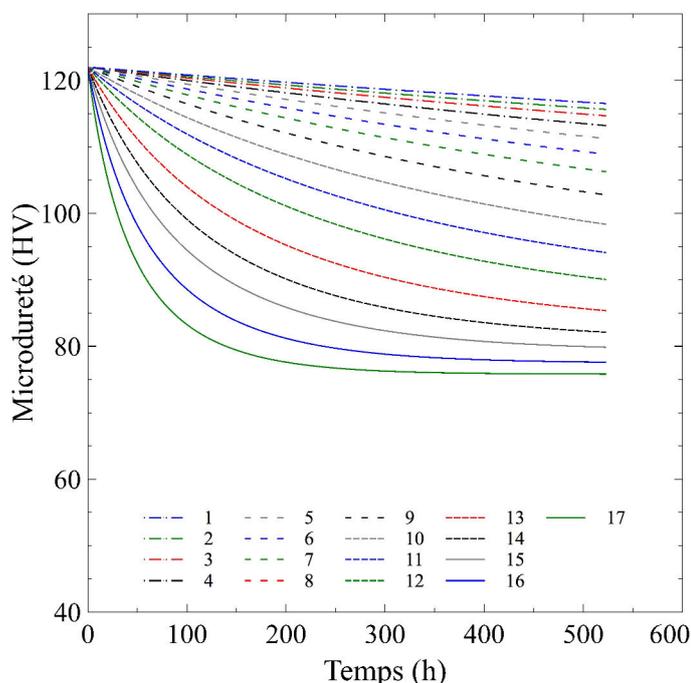


FIGURE 5.54 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 - Evolution de la microdureté

De nouveau si nous utilisons la méthode de dimensionnement de Verger [VERGER, 2002], le matériau serait complètement vieilli et sa microdureté égal à 45 HV. Soit une sous-estimation de 42% par rapport à la microdureté la plus faible obtenue lors de la simulation. Et une sous-estimation de 62% par rapport à la microdureté la plus élevée obtenue.

La figure 5.55 présente l'évolution de $HV - HV_o$ au cours de l'essai. $HV - HV_o$ augmente rapidement au cours des cents premières heures de l'essai traduisant le vieillissement de la structure. A la fin de l'essai, $HV - HV_o$ pour les noeuds proches du noyau d'eau est toujours faible, traduisant le faible vieillissement de la structure pour ces zones. Il en est de même pour les noeuds proches de la face flamme puisqu'ils ont atteint leur microdureté asymptotiques et n'évoluent donc plus. Pour les autres noeuds, une relation linéaire entre $HV - HV_o$ et la distance au noyau d'eau apparaît : plus le noeud est éloigné du noyau d'eau, plus $HV - HV_o$ est faible.

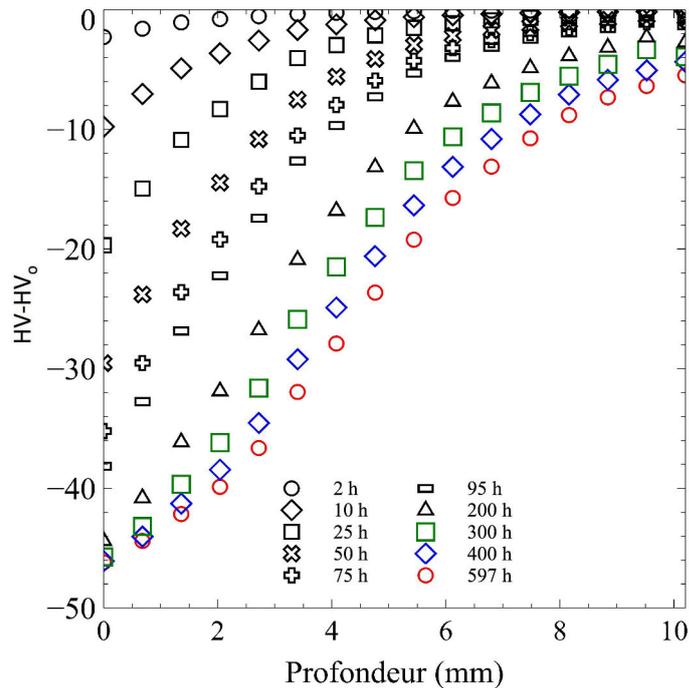


FIGURE 5.55 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 - Evolution de HV-HV₀ au cours de l'essai CTSE. La ligne rouge représente HV - HV₀ pour une microdureté de 45 HV

La figure 5.56 présente l'évolution au cours de l'essai du gradient de microdureté le long du chemin. Comme pour l'AlSi7Cu0,5Mg0,3, le gradient maximal se trouve d'abord dans les zones chaudes avant de se déplacer dans la profondeur du pontet au fur et à mesure que le pontet commence à vieillir. Il commence à se stabiliser vers 200h de simulation avant de diminuer et de continuer à se déplacer traduisant la stabilisation de la microdureté dans les zones les plus chaudes.

Bilan

De la même manière que pour la culasse Diesel, la microdureté simulée dans le pontet inter-soupape, après l'essai de choc thermique structure essence, reste largement supérieure à celle prévue par le dimensionnement de Verger [VERGER, 2002].

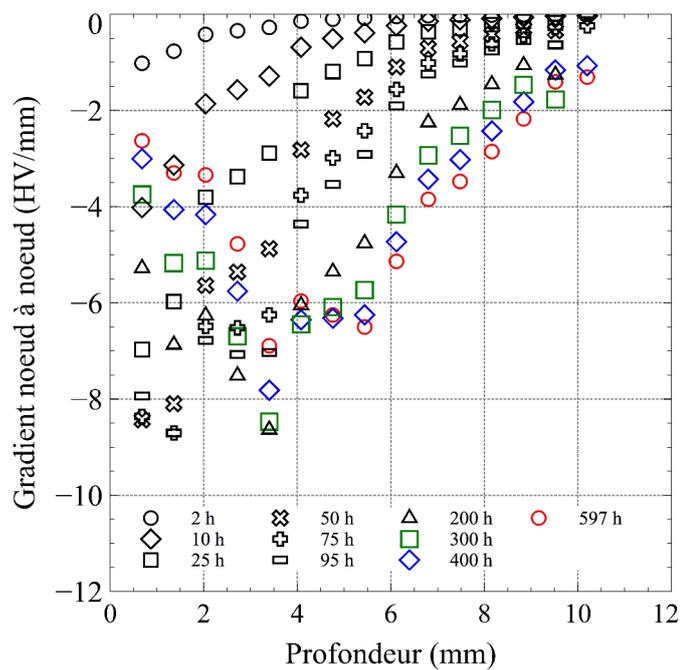


FIGURE 5.56 – AISi7Cu3,5Mg0,1 - Evolution du gradient de microdureté au cours de l'essai CTSE

La seule différence observé par rapport à la culasse Diesel est la température globalement plus élevée dans le pontet et donc une microdureté finale légèrement plus faible en particulier dans les zones proches du noyau d'eau.

Annexe E : Essai de Traction

Des essais de traction a température ambiante ont été effectués sur les deux nuances pour différentes conditions de vieillissement :

AlSi7Cu0,5Mg0,3

1. V 250°C / 25h
2. V 200°C / 50h

AlSi7Cu3,5Mg0,1

1. V 250°C / 10h
2. V 200°C / 100h

La géométrie d'éprouvette utilisée pour ces essais est présenté en figure 5.57 et les résultats des essais sur les figures 5.58 et 5.59.

La limite d'élasticité $\sigma_{0,2\%}$ à T_{amb} des alliages, mesurée sur des essais de traction présentés en annexe A, est donnée dans les tableaux 5.10 et 5.11. Les mesures de $\sigma_{0,2\%}$ pour les états V 300°C / 250h et T7 sont extraites des essais réalisés par Osmond [OSMOND, 2010]. $\sigma_{0,2\%}$ varie fortement en fonction de l'état de vieillissement. Ainsi pour l'AlSi7Cu05Mg03 entre la condition T7 et V 300°C/250h, $\sigma_{0,2\%}$ chute de 72%. Sachant la dépendance de $\sigma_{0,2\%}$ à la microstructure de précipitation [FRIBOURG, 2009], cette diminution de la limite d'élasticité était attendue au vu de l'évolution de la microstructure de précipitation lors du vieillissement

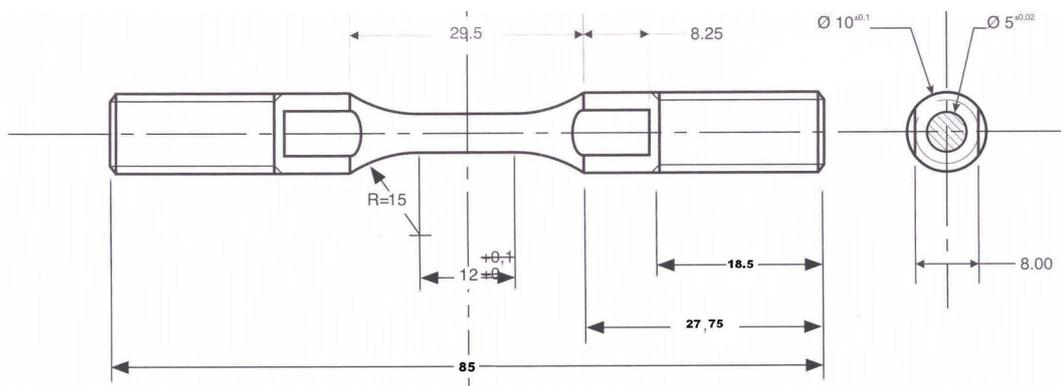
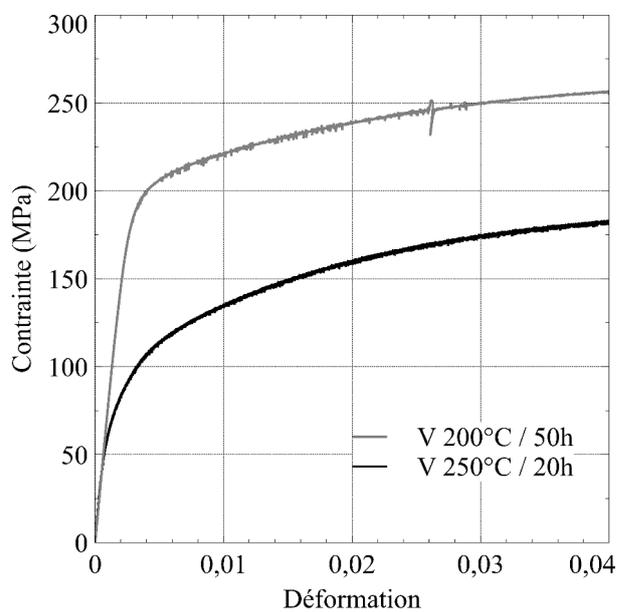
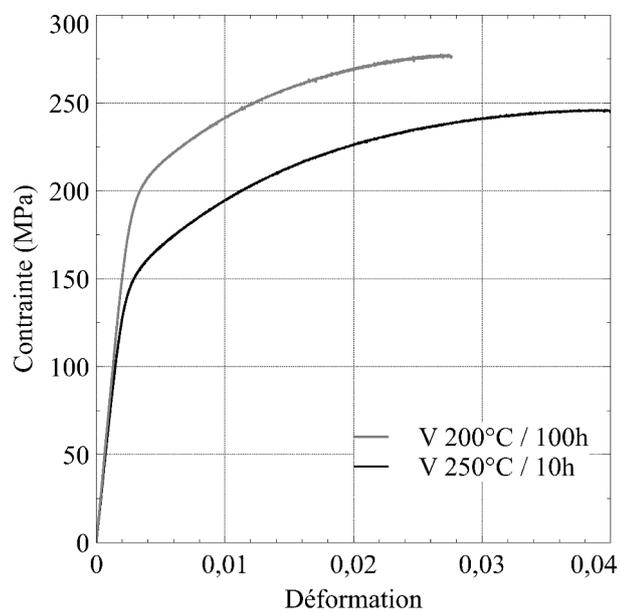


FIGURE 5.57 – Géométrie d'éprouvette pour les essais de traction

FIGURE 5.58 – AlSi7Cu0,5Mg0,3 : Essai de traction à T_{amb} FIGURE 5.59 – AlSi7Cu3,5Mg0,1 : Essai de traction à T_{amb}

thermique (partie 2.5.1)

AlSi7Cu05Mg03	
Etats	$\sigma_{0,2\%}$ (Mpa)
T7	250
V 200°C / 50h	243
V 250°C / 25h	163
V 300°C / 250h	70

TABLE 5.13 – Limite d'élasticité à T_{amb}

AlSi7Cu3.5Mg01	
Etats	$\sigma_{0,2\%}$ (Mpa)
T7	280
V 200°C / 100h	273
V 250°C / 10h	233
V 300°C / 250h	65

TABLE 5.14 – Limite d'élasticité à T_{amb}

Résumé

Les culasses de moteur diesel PSA sont réalisées en alliages d'aluminium de fonderie durcis par précipitation. La culasse atteint une température stable lors de l'utilisation du véhicule mais la succession de démarrages et d'arrêts engendre un phénomène de fatigue thermique au niveau du pontet intersoupapes. L'exposition à des températures élevées modifie la microstructure de précipitation provoquant une diminution des propriétés mécaniques et donc un vieillissement de l'alliage. Il est donc nécessaire de prendre en compte le vieillissement thermique dans le dimensionnement.

Pour y parvenir, nous avons d'abord analysé la microstructure de précipitation (nature des phases précipitées, morphologie et taille) en Microscopie Électronique en Transmission (MET) et le comportement cyclique viscoplastique pour différents vieillissements isothermes

Des essais thermomécaniques anisothermes, simulant le chargement en service, ont été réalisés afin d'analyser les relations entre la déformation plastique et la précipitation. Les paramètres géométriques de la précipitation ont été déterminés en MET pour différents nombres de cycles thermomécaniques et ont été comparés à ceux de la précipitation résultant de l'exposition de l'alliage au seul cyclage thermique pendant le même nombre de cycles.

La microdureté étant un bon indicateur du vieillissement des alliages d'aluminium durcis par précipitation, des modèles d'évolution de microdureté ont été développés afin de simuler sa décroissance dans la structure lors d'un essai représentatif des conditions en service. Ces simulations permettent d'améliorer l'estimation du vieillissement de ces alliages lors de l'utilisation de la culasse.

Mots Clés

Alliages d'aluminium, Microstructure, Vieillissement

Abstract

Cylinder heads of automotive engines are produced by casting of precipitation strengthened Al-Si alloys. The cylinder head quickly reaches a steady state temperature but the succession of starts and stops generates thermomechanical fatigue in the area between the valve seats. At service temperature, the precipitation microstructures evolve from their state after precipitation hardening heat treatment to an aged state, which results in the reduction of their mechanical properties. The increase of thermomechanical stresses in new engines requires taking thermal aging into account for sizing.

To that end, the precipitation microstructures (precipitates crystal structures, composition, morphology, and distribution) have been analyzed by Transmission Electron Microscopy (TEM) for various aging conditions and the corresponding cyclic elasto-viscoplastic behavior has been determined.

The effect of plastic deformation on the kinetics of precipitate growth has been studied throughout loadings representative of engine operation. The morphological characteristics of the precipitation microstructure resulting from the thermo-mechanical aging were determined by TEM for different numbers of cycles and compared with those resulting from the mere thermal aging in order to assess the effect of plastic deformation on the kinetics of precipitate growth.

As microhardness is a good indicator of the aging of precipitation strengthened aluminum alloys, microhardness evolution models have been developed to calculate its decrease in the cylinder head during a test simulating in service conditions. These simulations give us a better understanding of the in-service aging of these alloys.

Keywords

Aluminum alloys, Microstructure, In-service aging