

Protocole expérimental

Ce chapitre vise à décrire le matériau de notre étude ainsi que les différentes procédures expérimentales utilisées.

II.1 Présentation du matériau

II.1.1 Composition

L'alliage étudié est un AS7G03 qui contient un taux de silicium légèrement supérieur à la norme. En effet, cet alliage contient 8% de silicium comme nous pouvons le voir dans le tableau II.1 alors que la norme correspond à un taux compris entre 6,5 et 7,5%. Ce taux de silicium plus élevé permet une meilleure coulabilité et donc d'obtenir des pièces de formes plus complexes. Il contient aussi du magnésium qui permet un durcissement structural en formant des précipités Mg_2Si . Une attention particulière est portée sur la faible teneur en fer afin de limiter la formation d'intermétalliques fragiles qui diminuent la ductilité. Un affinant contenant du titane et du bore est aussi ajouté pour maîtriser la taille de grains ainsi qu'un modifiant, le strontium, pour affiner les eutectiques. Le cuivre est présent en faible quantité pour éviter d'éventuels problèmes de corrosion.

Elément	Si	Mg	Fe	Cu	Mn	Zn	Ti	B	Sr
% en masse	8,0	0,43	0,15	0,04	0,02	0,014	0,12	0,0006	0,009

Tabl. II.1 - Composition réelle de l'AS7G03 de l'étude

II.1.2 Les différentes étapes du procédé COBAPRESS™

Le matériau utilisé dans l'étude a été cobapressé, il a donc été coulé par gravité dans des coquilles en acier (coulée basculée). Les pièces sont ensuite enduites de graphite pour permettre une meilleure lubrification lors de l'étape de forge. Elles passent dans un four tunnel pour être chauffées puis sont frappées. Elles subissent enfin un traitement thermique T6 qui débute par une mise en solution assez longue pour globulariser les précipités de silicium dans les eutectiques. Cette forme permet de limiter le facteur d'intensité de contrainte aux bords de ces macroprecipités. Cette mise en solution est suivie d'une trempe à l'eau froide puis d'un revenu pour former les précipités de Mg_2Si et obtenir de bonnes propriétés mécaniques. Un schéma résumant toutes ces étapes se trouve en introduction sur la figure I.1.

II.1.3 Microstructure avant forge

Ce paragraphe présente la microstructure des pièces après coulée mais avant la forge. Les évolutions de microstructure durant cette étape sont présentées en détail dans le chapitre IV.

Après coulée, le matériau a une taille de grains intermédiaire de l'ordre de 500 μm comme nous pouvons le voir sur la figure II.1(a). La taille de grains a peu d'influence sur les propriétés mécaniques, elle doit cependant ne pas être trop grande pour éviter de couper l'alimentation en métal liquide lors de la solidification et limiter les retassures.

Le SDAS est quant à lui de l'ordre de 30 μm . La solidification dans des coquilles en acier ainsi que des systèmes de refroidissement à eau permettent d'avoir des vitesses de solidification suffisantes pour avoir un SDAS assez faible qui augmente la ductilité ainsi que la résistance mécanique. Nous pouvons aussi voir sur la figure II.1(b), l'effet bénéfique de la modification au strontium qui permet d'obtenir des particules de silicium sphériques, dispersées et de taille relativement faible. Aussi, très peu d'intermétalliques contenant du fer sont présents.

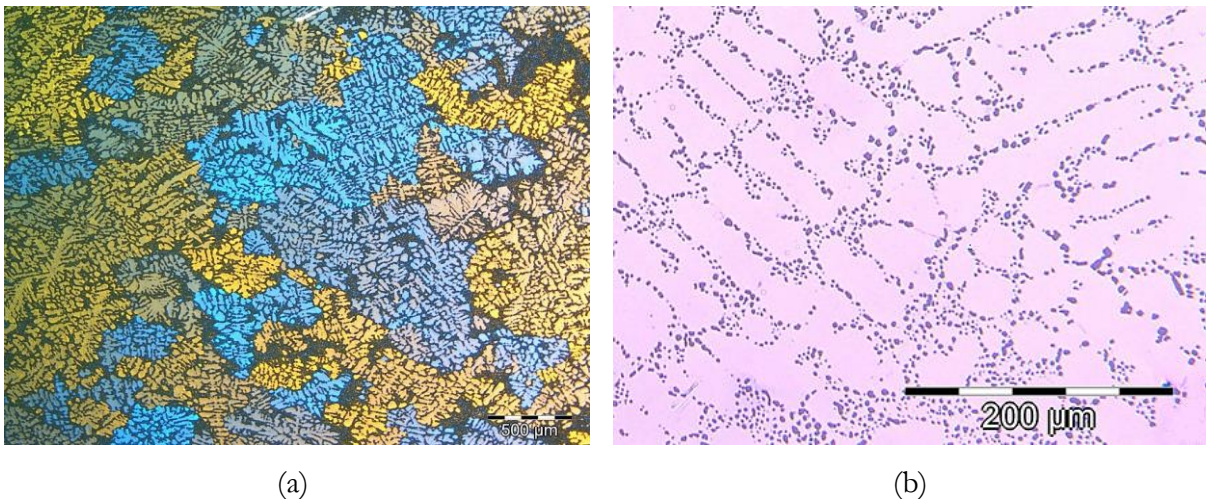


Fig. II.1 – (a) Taille de grain observée en lumière polarisée (b) SDAS

II.2 Essais de traction sur échantillons déformés à chaud en channel die

Afin d'étudier l'influence du niveau, de la vitesse et de la température de déformation, nous avons décidé de faire des essais de traction sur des éprouvettes usinées au sein d'échantillons préalablement déformés en compression plane encastrée. En effet, les essais de compression en channel die, proches du chemin de déformation dans la section d'une pièce cobapressée, sont les seuls qui permettent à la fois de maîtriser les différents paramètres de la déformation cités plus haut et d'avoir un échantillon après essai de taille suffisante pour pouvoir y usiner une éprouvette de traction.

II.2.1 Schéma des éprouvettes de traction

Pour le design de l'éprouvette, nous avons imaginé une taille et une forme d'éprouvette qui permettait d'avoir un essai de traction satisfaisant, c'est-à-dire un état de traction simple dans la partie utile de l'éprouvette mais qui répondait aussi aux contraintes du channel die. La largeur des échantillons après essai est de 7 mm et ils ne doivent pas être trop long (<30 mm) pour limiter les efforts de frottement. Nous sommes finalement arrivés à la forme présentée figure II.2(a). L'éprouvette a ensuite été montée sur des pinces et un extensomètre a été placé sur la partie utile de l'éprouvette pour mesurer la déformation, comme on peut le voir sur la figure II.2(b).

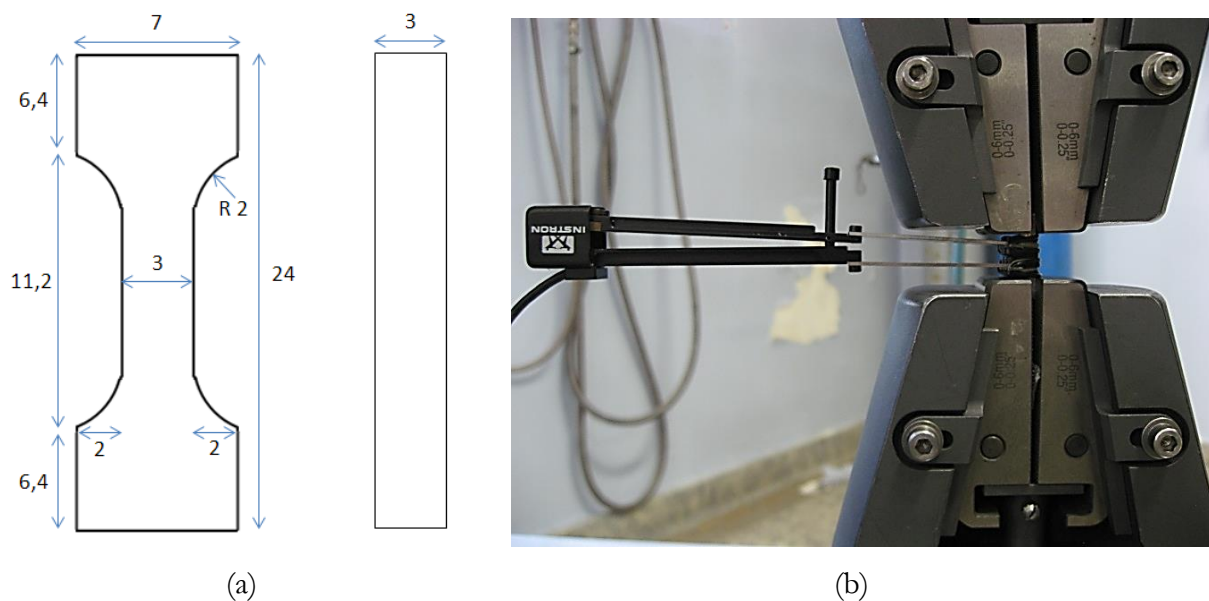


Fig. II.2 – (a) Schéma de l'éprouvette de traction (b) Montage de traction avec extensomètre

II.2.2 Essai de compression plane encastrée (channel die)

A) Dispositif expérimental

Le schéma de principe du dispositif est indiqué figure II.3. Le cœur du montage est constitué d'un couloir de compression et d'un poinçon réalisés dans un acier inoxydable réfractaire. Des résistances chauffantes et des thermocouples sont logés à l'intérieur de ces pièces au voisinage immédiat de l'échantillon. Le contrôle de la température se fait par régulation PID.

La caractéristique originale de ce système est la mobilité d'une des parois du couloir de compression. Durant l'essai, la paroi est fermée à l'aide d'un vérin hydraulique, ce dernier applique une force suffisante pour s'opposer aux contraintes engendrées par la déformation. A la fin de l'essai, la paroi mobile se retire et l'échantillon se refroidit à l'air mais reste dans le montage

pendant 10 minutes pour avoir une vitesse de refroidissement à l'air similaire aux pièces massives de production.

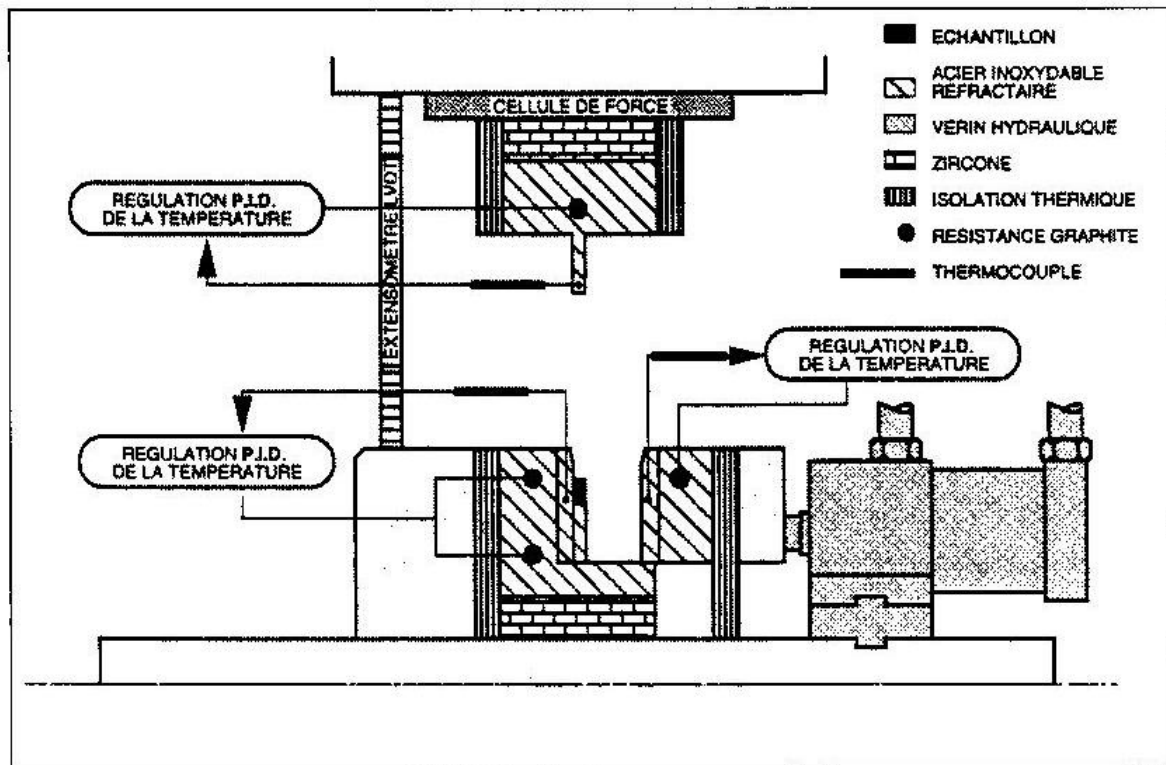


Fig. II.3 – Schéma de principe du dispositif de compression plane bi-encastée à chaud (Maurice, 1994)

Tout ce dispositif est installé sur une machine d'essai servo-hydraulique Schenk d'une capacité de 100 kN et pouvant atteindre des vitesses de déformation de 10 s^{-1} . Le déplacement du vérin est piloté par un ordinateur afin d'obtenir une vitesse de déformation constante. Le suivi de la consigne de déplacement est assuré tout au long de l'essai par une régulation avec demande adaptable (Montbeillet F., Desrayaud C., 2009).

B) Eprouvettes de compression

Les éprouvettes de compression sont des parallélépipèdes qui mesurent 7 mm de large pour pouvoir entrer dans le canal. Elles ont toutes le même volume mais leur hauteur et longueur sont calculées en fonction du taux de déformation pour obtenir des échantillons après déformation qui ont une taille d'environ 4 x 7 x 28 mm afin de pouvoir usiner les éprouvettes de traction en leur sein.

C) Lubrification

Lors des essais de compression plane encastrée, la grande surface de contact entre l'éprouvette, le couloir et le poinçon entraîne un frottement élevé. Cela se traduit par une forte hétérogénéité de déformation entre la surface et le cœur de l'échantillon et à des efforts importants. Il est donc important d'utiliser une lubrification afin de minimiser ces effets.

Nous avons utilisé comme lubrifiant du graphite ainsi que du Téflon sous forme de ruban (polytétrafluoroéthylène). L'éprouvette était enduite de graphite à l'aide d'un spray. Après un séchage d'environ 10 minutes, l'échantillon était recouvert de trois couches de Téflon successivement appliquées parallèlement aux directions d'allongement, transverse et normale.

Afin de s'affranchir des inhomogénéités de déformation dues au frottement, la peau des échantillons était retirée après l'essai lors de l'usinage des éprouvettes de traction.

D) Déroulement de l'essai

Dans le cas de la déformation à chaud, le couloir de compression ainsi que le poinçon sont initialement chauffés à vide (sans l'échantillon) jusqu'à la température désirée. Lorsque la température est stabilisée, la paroi mobile du couloir de compression est écartée et l'éprouvette est placée au centre du couloir. Après fermeture de la paroi, une légère précharge (0,8 kN) de l'échantillon permet un bon échange thermique et sa montée en température est très rapide (de l'ordre de 20 secondes, *(Morere, 1999)*). Nous déclenchons l'essai de compression environ 2 minutes après la fermeture du couloir afin de s'assurer que la température est homogène et que le Téflon n'a pas eu le temps de se dégrader.

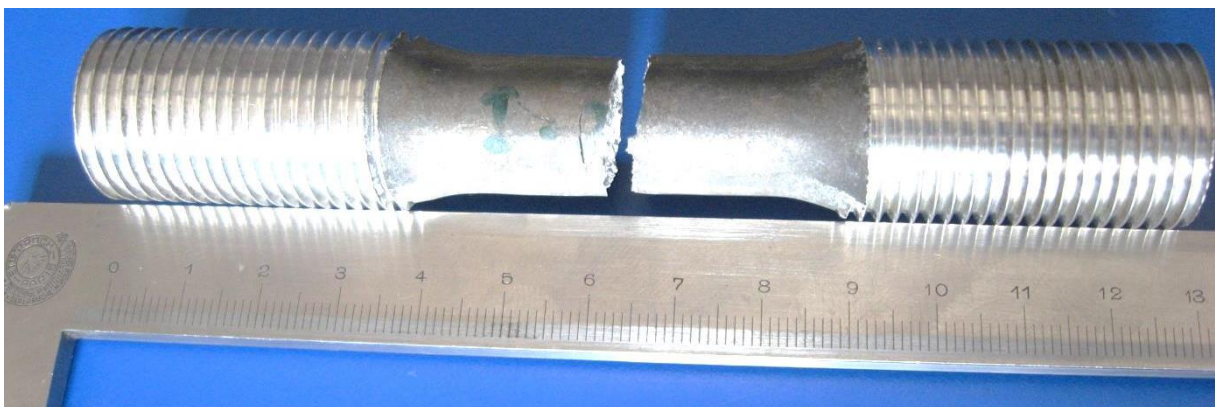
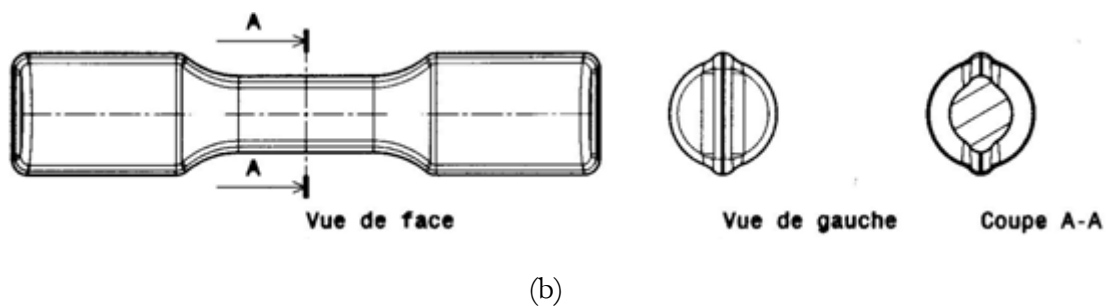
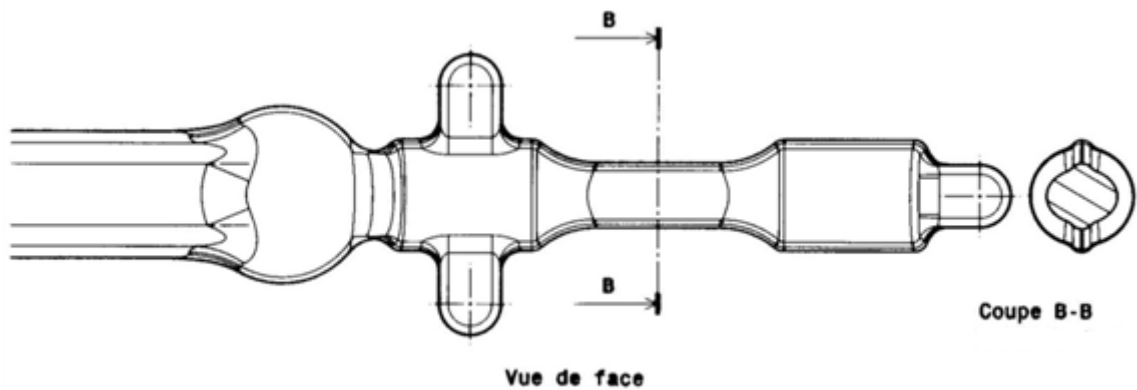
L'échantillon est ensuite laissé pendant 10 minutes dans le montage ouvert sans chauffage pour simuler le refroidissement lent d'une pièce de production. La vitesse de refroidissement était relativement proche des mesures réalisées sur pièces massives avec des valeurs de l'ordre de 0,5 à 1°C par seconde.

II.3 Essais de fatigue

Les essais de fatigue ont été réalisés à l'aide d'une machine d'essai servo-hydraulique TemaConcept avec une fréquence de 5 Hz. Les essais étaient pilotés en efforts et la cellule de force a été contrôlée par comparaison à l'aide d'une cellule de référence calibrée par le Laboratoire A+ métrologie (Lyon, France), avec une précision de 0,2% sur toute la plage de mesure du capteur.

II.3.1 Essais de fatigue en traction

Les essais de fatigue en traction ont été effectués avec un rapport d'amplitude $R=0,1$ ou $R=-1$ suivant les cas. La géométrie des éprouvettes coulées et cobapressées est présentée sur la figure II.4. Les têtes étaient filetées avec un pas de vis M22 pour pouvoir être vissées dans le montage. Des contre-écrous étaient alors serrés lorsque l'éprouvette était en traction à sa charge maximale pour assurer une fixation efficace et limiter la fatigue du filetage. La peau de la partie utile de l'éprouvette est laissée brute, sans usinage, afin de tester la tenue en fatigue des pièces réelles avec la peau caractéristique du procédé COBAPRESS™.



(c)

Fig. II.4 – (a) Géométrie des éprouvettes coulées, (b) Géométrie des éprouvettes cobapressées, (c) Photo d'une éprouvette cobapressée après rupture

II.3.1 Essais de fatigue en flexion 4 points

Les essais de fatigue en flexion 4 points ont été effectués sur la même machine avec un montage de flexion. Nous pouvons voir un schéma du montage et une photo le montrant en fonctionnement sur la figure II.5 et II.6. On trouvera un plan du montage en annexe. Les rouleaux qui sont en contact avec l'échantillon, ont un diamètre de 10mm. Ils sont posés et uniquement maintenus avec des élastiques d'extensomètre, ce qui rend libre leur rotation. Un système de fourchettes amovibles et réglables permet de prévenir le déplacement ou la rotation de l'éprouvette au cours de l'essai.

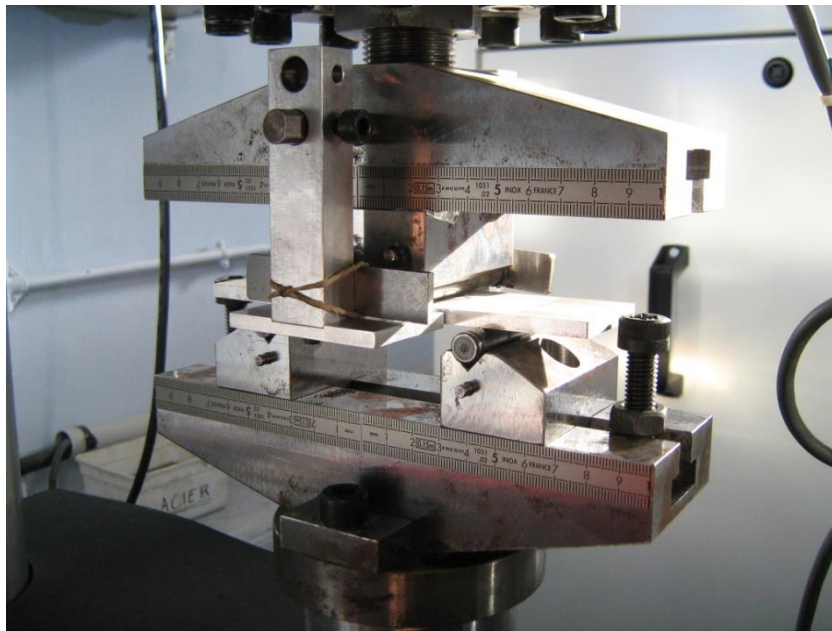


Fig. II.5 – Photo du montage de flexion 4 points

Les éprouvettes étaient des plaques de section rectangulaire avec pour dimensions (120 x 40 x 5 mm). Les essais étaient pilotés en efforts et le rapport de contrainte utilisé était $R=0,1$. La partie testée est la peau inférieure entre les deux rouleaux intérieurs de l'éprouvette car c'est elle qui subit les contraintes de traction les plus importantes. Pour déterminer cette contrainte, nous nous sommes servis de la norme utilisée par Jaguar et Land Rover et nous avons utilisé la formule suivante pour déterminer la contrainte maximale équivalente.

$$\sigma = \frac{3w(l - a)}{bd^2}$$

Où (voir aussi figure II.6)

σ est la contrainte en peau inférieure, w la charge appliquée, l est la distance entre le rouleau extérieur et le centre de l'échantillon, a la distance entre le rouleau intérieur et le centre de l'échantillon, b la largeur de l'échantillon et d son épaisseur.

Dans notre cas, nous avons : $l = 40 \text{ mm}$, $a = 15 \text{ mm}$, $b = 40 \text{ mm}$ et $d = 5 \text{ mm}$.

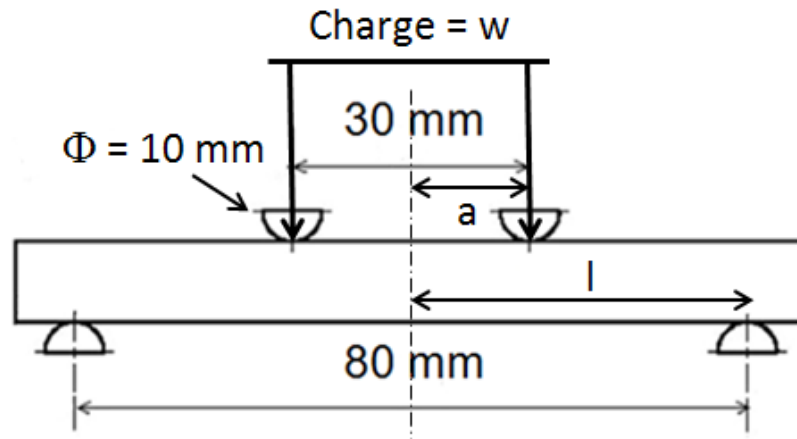


Fig. II.6 – Schéma du montage de flexion 4 points

Les éprouvettes ont été usinées par électroérosion pour ne pas avoir l'écrouissage superficiel qui serait présent avec un usinage mécanique. Les plaques sont tirées de lingots dont la géométrie est présentée figure II.7. Les dimensions de la préforme sont de $162 \times 50 \times 50 \text{ mm}$ et celles du lingot après forge de $162 \times 58 \times 40 \text{ mm}$. Le surplus de matière se retrouve dans la bavure. Nous avons fait des essais pour 4 cas différents : coulé cœur, coulé peau, cobapressé cœur et cobapressé peau. Les échantillons cobapressés sont tirés du lingot après forge et les échantillons coulés sont tirés d'un lingot coulé qui a la même géométrie que le lingot après forge. De cette façon, nous nous assurons que le SDAS ainsi que les possibles ségrégations sont les mêmes dans le cas coulé et cobapressé. L'unique différence entre les deux types d'éprouvettes est la déformation. Nous pourrions donc étudier les effets de la déformation et de l'état de surface sur la tenue en fatigue des pièces sans l'influence des autres paramètres.

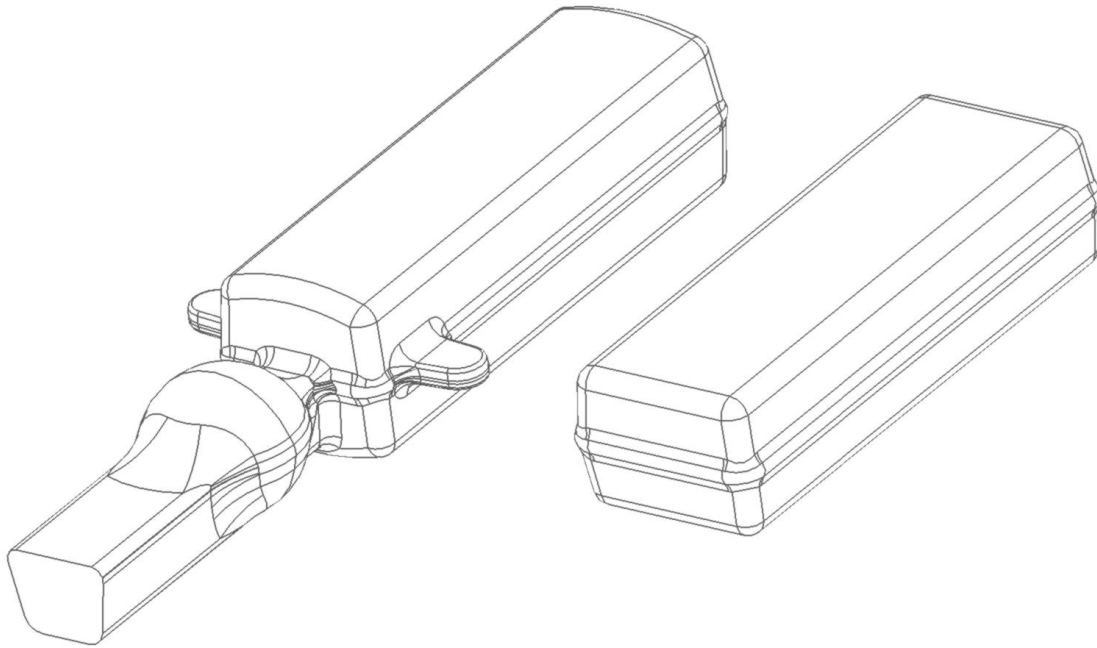


Fig. II.7 – Géométrie de la préforme avant forge (gauche) et du lingot après forge (droite)

II.4 Techniques d'investigation microstructurales

II.4.1 La microscopie optique

Pour pouvoir observer notre matériau en microscopie optique, un traitement de surface est nécessaire. Les échantillons ont donc subi un polissage pour étudier le SDAS et une étape supplémentaire d'oxydation anodique a été nécessaire pour révéler les grains.

A) Polissage

La procédure de polissage utilisée est classique pour les alliages d'aluminium : papiers SiC 600, 1200, 2500 suivis d'un polissage par solution diamantée $3\mu\text{m}$ et $1\mu\text{m}$. Une étape de finition est réalisée avec une solution de silice colloïdale.

B) Oxydation anodique

Pour l'observation des grains, la microstructure est révélée par oxydation anodique. Cette technique utilise une solution de 1,18% HBF_4 diluée dans l'eau. L'échantillon est placé à l'anode et l'oxydation est réalisée sous une tension de 30V pendant 4 minutes avec une température de solution de 6 à 10°C . La croissance en épitaxie d'une couche d'alumine biréfringente, plus ou moins épaisse selon l'orientation des grains permet de révéler la microstructure par une observation en lumière polarisée. Une lame d'onde est placée dans le microscope pour obtenir des couleurs différentes en fonction de l'orientation des différents grains.

II.4.2 Observation des grains et sous grains par EBSD (Electron Back-Scattered Diffraction)

Cette technique utilise le faisceau d'électrons d'un microscope électronique à balayage pour l'analyse des orientations cristallines des grains. Le faisceau stationnaire d'électrons du microscope électronique à balayage (MEB) est projeté sur la surface de l'échantillon sous une faible incidence afin d'augmenter l'intensité des électrons rétrodiffusés (angle de tilt = 70°). Ces derniers vont diffracter sur les plans cristallographiques en position de Bragg et être collectés sur un écran de phosphore (figure II.8 (a)). Ce type de projection est appelé diagramme de diffraction de Kikuchi (figure II.8 (b)). Ce diagramme est alors indexé par un logiciel spécialisé qui permet de déterminer la nature de la maille cristalline ainsi que l'orientation local du cristal. Grâce à un pilotage automatique du faisceau incident, il est possible de faire une cartographie des orientations sur toute une plage de l'échantillon. Dans notre cas le pas de déplacement utilisé était toujours de $0,8\mu\text{m}$ et les plages étudiées mesuraient typiquement $250\mu\text{m} \times 480\mu\text{m}$.

La résolution spatiale de la technique est de l'ordre du micron. La précision sur la mesure des orientations est d'environ 1° . Les mesures ont été réalisées avec un MEB FEG JEOL 6500 équipé d'un système EBSD hkl Technology et du logiciel de dépouillement Channel.

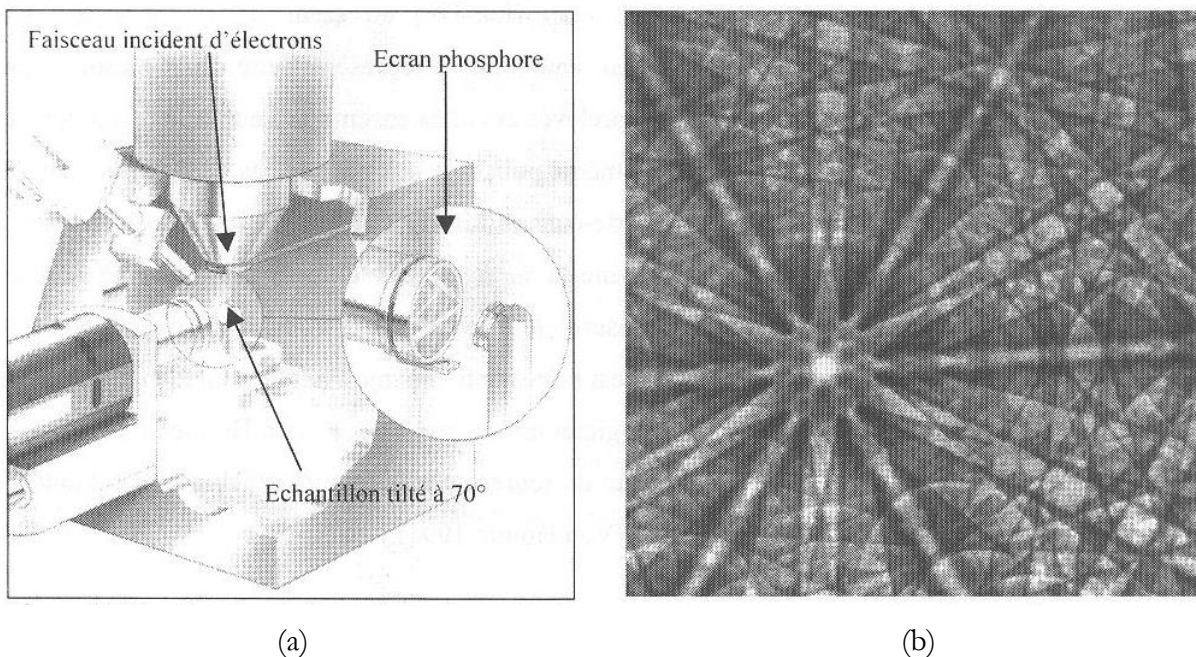


Fig. II.8 – (a) Représentation schématique de la technique EBSD au sein d'un MEB, (b) Exemple d'un diagramme de Kikuchi

Procédure expérimentale

La technique EBSD requiert des échantillons dont les surfaces sont parfaitement polies et sans écrouissage superficiel. Pour cela, les échantillons ont subi un polissage identique à celui utilisé pour l'observation de la microstructure par microscopie optique (cf. II.4.1A) suivi d'une nuit sur un plateau vibratoire Buehler VibroMet immergé dans une solution de silice colloïdale. Cette dernière étape nous a permis d'obtenir une surface très lisse et sans écrouissage superficiel malgré la présence des particules de silicium dans les eutectiques. En effet, les essais de polissage électrolytique réalisés sur cet alliage entraînaient une dissolution plus importante de la matrice et la surface n'était plus suffisamment plane pour permettre une bonne détection des diagrammes de diffraction.