

## Evolution microstructurales

Le chapitre précédent nous a renseignés sur l'histoire thermomécanique des pièces lors de l'étape de forge du procédé COBAPRESS<sup>TM</sup>. Nous allons maintenant observer l'impact de cette étape sur la microstructure. La microstructure générale avant forge correspond à une microstructure classique de fonderie avec un SDAS d'environ 30  $\mu\text{m}$  et des grains équiaxes d'environ 500  $\mu\text{m}$ . Des observations en lumière polarisée mais aussi par EBSD ont été effectuées pour observer la recristallisation mais surtout la sous-structuration du matériau lors de la forge et des traitements thermiques qui s'en suivent. Nous allons notamment nous intéresser à la microstructure caractéristique de la peau ainsi qu'à l'effet de la température, de la vitesse et du taux de déformation.

### IV.1 Influence de la température, de la vitesse et du taux de déformation

Nous avons vu dans le paragraphe I.4 que l'évolution de la microstructure dépendait des paramètres thermomécaniques qui sont la température ainsi que la vitesse et le niveau de déformation. Nous avons donc fait varier ces grandeurs et observer les différences de microstructure qui en résultaient.

#### IV.1.1 Influence du taux et de la vitesse de déformation

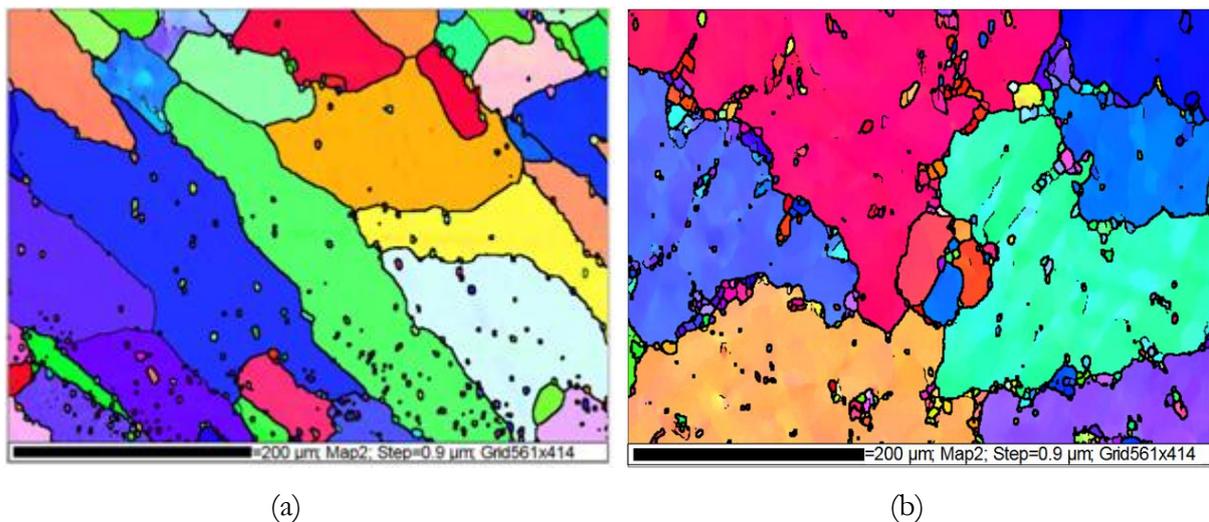
Différentes zones ont été observées dans les pièces. Les zones les plus déformées ont recristallisé tandis que les moins déformées ont été écrouies et enfin il existe un stade intermédiaire avec des zones sous-structurées. Un exemple d'une zone recristallisée et d'une zone peu déformée sont présentés figure IV.1. Les couleurs sur les cartographies EBSD représentent l'orientation de la maille cristalline au sein du matériau pour chaque point. La figure IV.2 est la légende qui relie les couleurs aux orientations. Cette légende sera la même pour toutes les cartographies EBSD de cette thèse. Nous n'avons pas d'orientation de déformation privilégiée dans notre cas et lors de la recristallisation la microstructure ne présente pas de texture marquée (figure IV.14). Les cartographies EBSD sont donc principalement utilisées pour différencier les différents types de microstructures rencontrées (écrouie, sous-structurée et recristallisée) ainsi que la taille caractéristique de ces structures (taille de grains). Pour bien lire ces cartographies, il faut comprendre que les particules de silicium ont une maille cristalline similaire au cristal d'aluminium (CFC) avec un paramètre de maille proche. Le logiciel d'acquisition n'arrive donc pas à les différencier. Ces particules de silicium prennent donc la forme de petites sphères de 1 à

5  $\mu\text{m}$  de diamètre. Elles sont donc assez faciles à différencier de l'aluminium du fait de leur petite taille par rapport à la taille de grains.

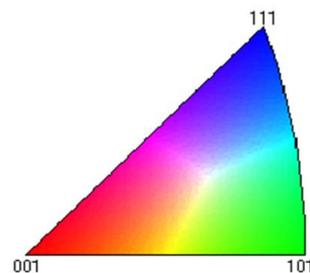
Sur la figure IV.1a, nous pouvons voir une zone très déformée proche de la bavure au sein d'un échantillon issu d'une pièce de type B8. La microstructure est recristallisée à 100%, la structure dendritique des eutectiques de silicium n'est plus observable du fait d'un cisaillement important. La pression de Zener (Zener pinning) qui est une force qui bloque l'avancée des joints de grains par les précipités ne semble pas prépondérante. En effet, si cette force avait un impact majeur, on trouverait un grand nombre de précipités aux joints de grains. Les précipités de silicium sont sûrement trop gros et trop éloignés les uns des autres pour que l'effet soit marqué.

D'autre part, la figure IV.1b représente une zone peu déformée du B8. Nous pouvons y voir les grains de fonderie qui ont une forme qui suit les dendrites et qui présente peu d'écroûissage et de sous-structuration.

Cette figure nous sert d'introduction pour montrer qu'au sein d'une même pièce nous pouvons rencontrer des microstructures différentes et qu'il faudra donc être attentif aux zones étudiées.



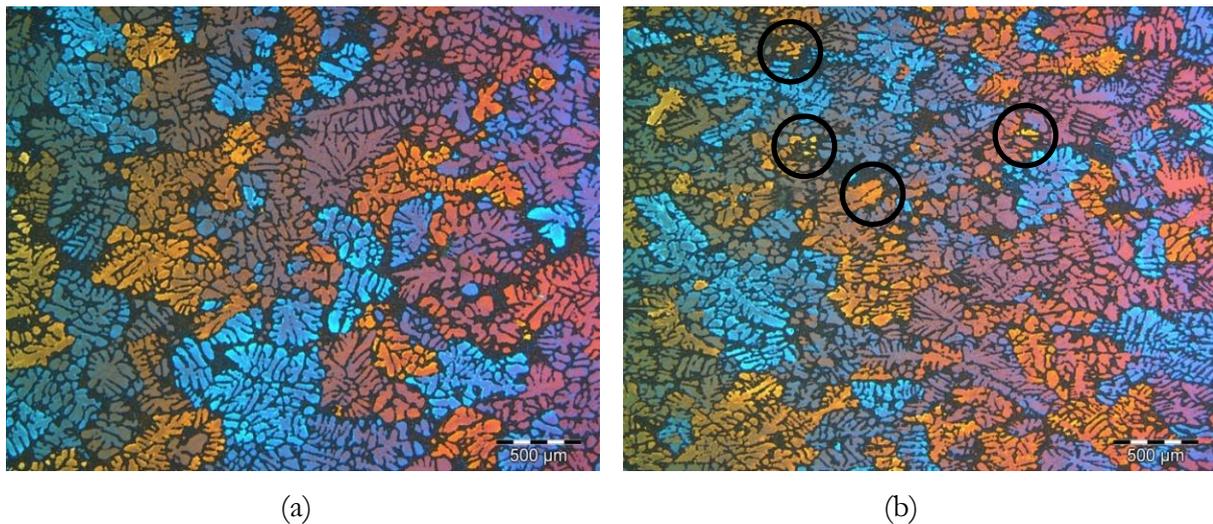
**Fig. IV.1** – Cartographies EBSD d'une section du B8 (a) dans une zone proche de la bavure, (b) dans une zone peu déformée



**Fig. IV.2** – Légende des orientations sur les cartographies EBSD en figure de pôle inverse

Comme nous l'avons vu dans le paragraphe I.4.1, il existe un niveau de déformation

critique au-delà duquel la recristallisation peut démarrer. De manière assez basique, nous avons pris comme hypothèse lors des essais de déformation à chaud en channel-die dont le protocole est présenté paragraphe II.2.2 que la vitesse de déformation au sein des pièces évoluait proportionnellement au niveau de déformation final. Nous avons ainsi pris une vitesse de déformation de  $2 \text{ s}^{-1}$  pour une déformation finale de 0,2 et de  $4 \text{ s}^{-1}$  pour une déformation de 0,4. Avec ces paramètres, nous avons mesuré que ce taux de déformation critique était d'environ 40% pour une température de  $530^\circ\text{C}$  et une vitesse de déformation de  $4 \text{ s}^{-1}$ . Cette déformation ne marque qu'un début de recristallisation avec quelques petits grains recristallisés comme on peut le voir sur la figure IV.3b. En effet, nous pouvons voir des petits grains recristallisés qui sont entourés en noirs d'une taille d'environ  $100 \mu\text{m}$  sur cette image alors que la figure IV.3a ne présente pas de recristallisation. Cet effet est difficile à observer à l'image et des exemples plus probants seront exposés par la suite. En regardant directement dans le microscope il est cependant plus aisé de faire la différence. Les contrastes et le grossissement apparent étant plus importants.



**Fig. IV.3** – Micrographie en lumière polarisée après oxydation anodique d'échantillon de channel die déformé à  $530^\circ\text{C}$  et après traitement thermique (a) pour  $\varepsilon = 0,21$  et  $\dot{\varepsilon} = 2 \text{ s}^{-1}$  et (b) pour  $\varepsilon = 0,42$  et  $\dot{\varepsilon} = 4 \text{ s}^{-1}$

#### IV.1.2 Influence de la température

Comme nous avons pu le voir dans le paragraphe I.4.2, un des moyens de faire varier le paramètre de Zener-Hollomon et donc la microstructure est de modifier la température de préforme. Des essais de frappes d'éprouvettes de fatigue à différentes températures ont donc été effectués. La plage de température étudiée était assez large allant de 350°C à 540°C. Nous avons fait des observations de la peau et surtout du cœur de ces éprouvettes par microscope optique et par EBSD. La zone d'observation dans les éprouvettes est indiquée figure IV.4 et les résultats les plus intéressants sont présentés figure IV.5.

Les cartographies EBSD du cœur de l'éprouvette illustrent bien l'influence de la température de préforme au moment de la frappe avec des microstructures très différentes. Pour rappel, les éprouvettes ont été forgées à la température indiquée, 350°C, 450°C, 540°C. Elles ont ensuite été refroidies à l'air puis ont subi un traitement thermique T6 avec mise en solution à 540°C pendant 5h20, trempe et revenu à 155°C pendant 6h20. La microstructure observée est par conséquent le résultat d'une succession de traitements thermomécaniques. Elle a d'abord été modifiée par la déformation à haute température puis a pu évoluer pendant le refroidissement à l'air et enfin des phénomènes de restauration, recristallisation ont eu lieu pendant la mise en solution à 540°C. Nous avons choisi d'étudier la microstructure finale car c'est celle qui importe pour la tenue mécanique des pièces. Il aurait été intéressant d'observer son évolution entre les différentes étapes mais nous avons pris la décision de ne pas nous attarder sur ce sujet qui pourrait faire l'objet de futures recherches. Des essais de mise en solution à 540°C avant la frappe afin d'éviter la recristallisation durant cette étape ont été effectués. La trempe qui se déroulait après l'étape de forge n'était pas suffisamment rapide pour être optimale et les propriétés mécaniques étaient par conséquent diminuées. Nous avons donc abandonné cette solution.

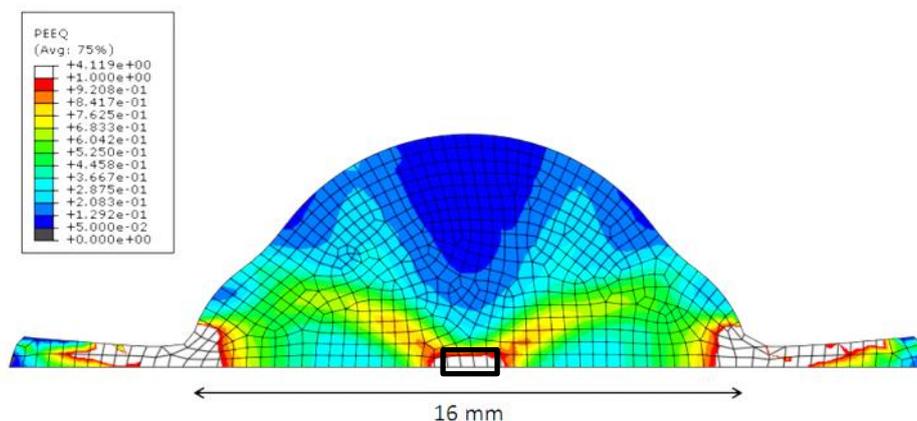
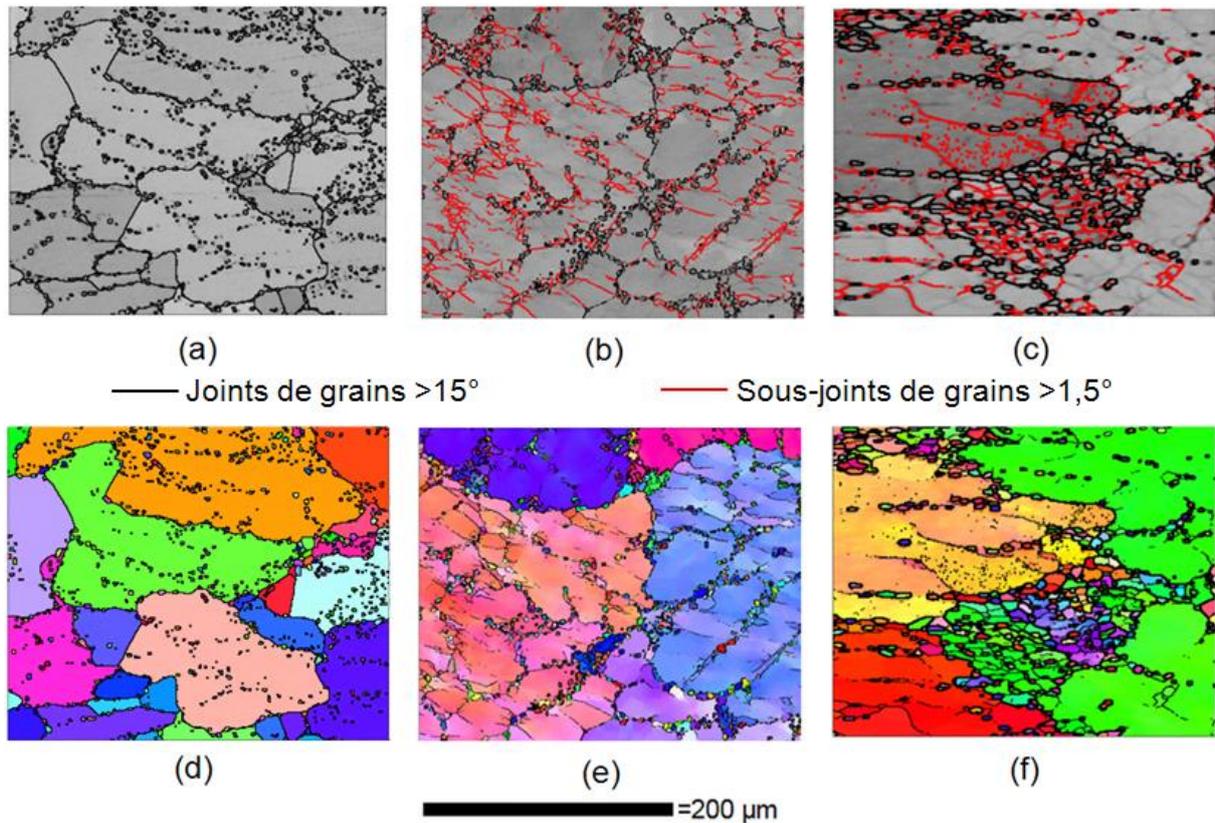


Fig. IV.4 – Zone d'observation pour les cartographies présentées figure IV.5



**Fig. IV.5** – Cartographies EBSD du cœur d’une section centrale de l’éprouvette de fatigue en contraste de bande (a) forgée à 350°C, (b) forgée à 450°C et (c) forgée à 540°C en figure de pôle inverse (d) forgée à 350°C, (e) forgée à 450°C et (f) forgée à 540°C

Nous pouvons voir comme sur les autres cartographies les petites particules sphériques de silicium. La microstructure des grains d’aluminium est cependant très différente selon les cas.

Pour une forge à 350°C, les grains d’aluminium ont totalement recristallisé, les grains de fonderie ne sont plus observables. Nous supposons pour ce cas que la faible température a permis un stockage important des dislocations qui ont eu moins d’énergie pour s’annihiler et créer des sous-grains. Lors de la mise en solution à 540°C, la recristallisation a été totale. La microstructure résultante comporte donc des grains d’assez faible taille, de l’ordre de 100 μm et une absence de sous-grains.

Pour une forge à 450°C, nous pouvons très nettement observer les grains de fonderie, ils ont cependant été sous-structurés avec la formation de sous-joints de grains qui sont tracés en rouge sur la figure IV.5b. Le réarrangement des dislocations à 450°C a été suffisant pour créer une sous-structure stable qui n’a pas recristallisé lors de la mise en solution.

Enfin, l’éprouvette forgée à 540°C montre une microstructure plus complexe, avec certains grains sous-structurés mais aussi des petits grains recristallisés. Leur formation semble majoritaire dans les zones riches en particules de silicium et elle peut être facilitée par un

phénomène de PSN (Particule Stimulated Nucleation). Ce phénomène bien décrit par (*Humphreys F.J., Hatherly M., 2004*) se produit en présence de particules assez grosses (quelques  $\mu\text{m}$  dans notre cas) qui sont plus dures que la matrice. Une déformation plus importante se localise autour de ces particules et la concentration de dislocations devient suffisante pour permettre la recristallisation et la formation de petits grains. La microstructure formée à  $540^\circ\text{C}$  doit être suffisamment stable pour ne plus évoluer lors de la mise en solution.

Le phénomène de recristallisation observé dans l'éprouvette forgée à  $350^\circ\text{C}$  a été observé dans d'autres cas. Ainsi, les figures IV.6 et IV.7 exposent la microstructure au cœur du B8 après traitement thermique pour des températures de préforme avant forge de  $450^\circ\text{C}$  et  $540^\circ\text{C}$ . Pour cette pièce, la recristallisation s'est produite pour une température de  $450^\circ\text{C}$  alors qu'elle est moins présente pour une température de  $540^\circ\text{C}$ . La vitesse de déformation au cœur du B8 doit donc être plus importante que dans l'éprouvette de fatigue car la microstructure du B8 forgé à  $450^\circ\text{C}$  ressemble à celle de l'éprouvette de fatigue frappé à  $350^\circ\text{C}$  le paramètre de Zener-Hollomon doit donc être similaire dans les deux cas. La figure IV.8 montre elle aussi une microstructure majoritairement recristallisée pour un échantillon déformé de 0,5 à une vitesse de  $5\text{ s}^{-1}$  pour une température de  $450^\circ\text{C}$  alors qu'à  $540^\circ\text{C}$  la recristallisation est beaucoup moins marquée. D'après les résultats de simulation présentés figure III.9 et III.10, nous pouvons estimer la vitesse de déformation au sein de l'éprouvette de fatigue et du B8 et calculer pour les différents cas le paramètre de Zener-Hollomon avec la formule suivante :

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right)$$

L'énergie d'activation apparente pour la restauration dynamique de l'aluminium vaut environ  $155\text{ kJ/mol}$  (*Montbeillet F., 2007*) et les résultats obtenus sont présentés dans le tableau IV.1.

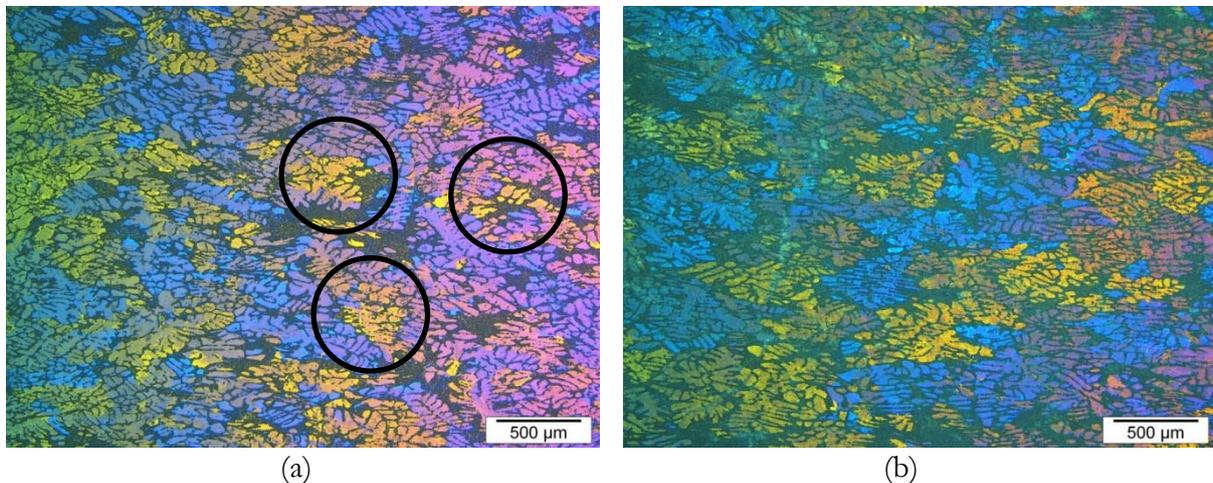
	Eprouv. fatigue	Lingot	B8	Channel die
$\epsilon_{\text{Simulation}}$	0.5	0.4	0.7	0.5
$\dot{\epsilon}_{\text{Simulation}} (\text{s}^{-1})$	7	4	12	5
Z (T = $540^\circ\text{C}$ )	6.2E+10	3.6E+10	1.1E+11	4.5E+10
Z (T = $450^\circ\text{C}$ )	1.1E+12		1.9E+12	7.7E+11
Z (T = $350^\circ\text{C}$ )	6.7E+13			

Faible recristallisation
Recristallisation marquée

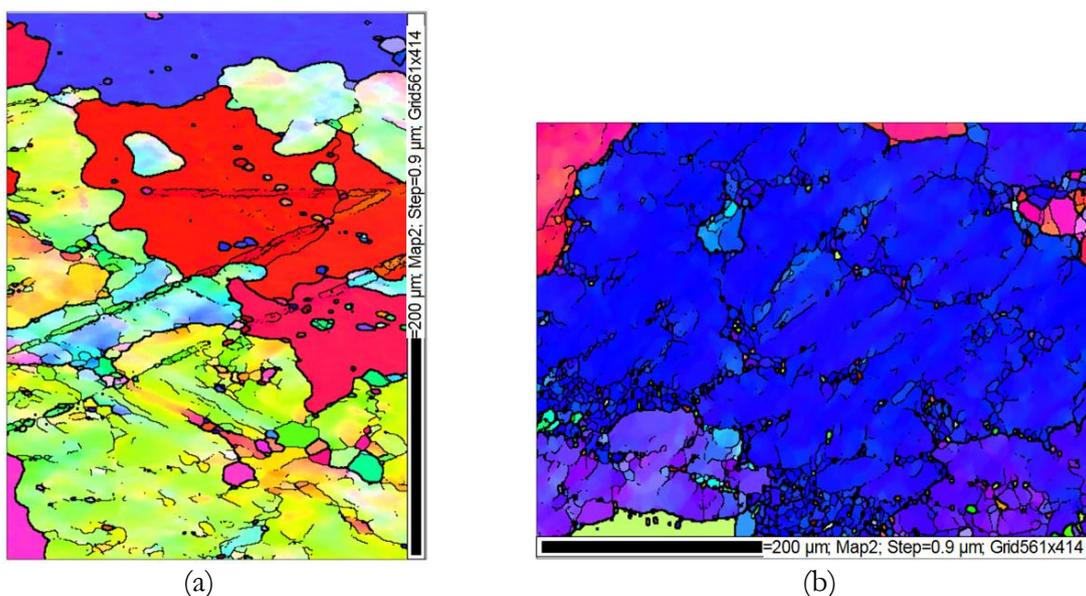
**Tabl. IV.1** – Paramètres de Zener-Hollomon en  $\text{s}^{-1}$  pour différents cas ainsi que la microstructure prédominante observée

La figure IV.3 nous a donné une déformation critique nécessaire pour initier la

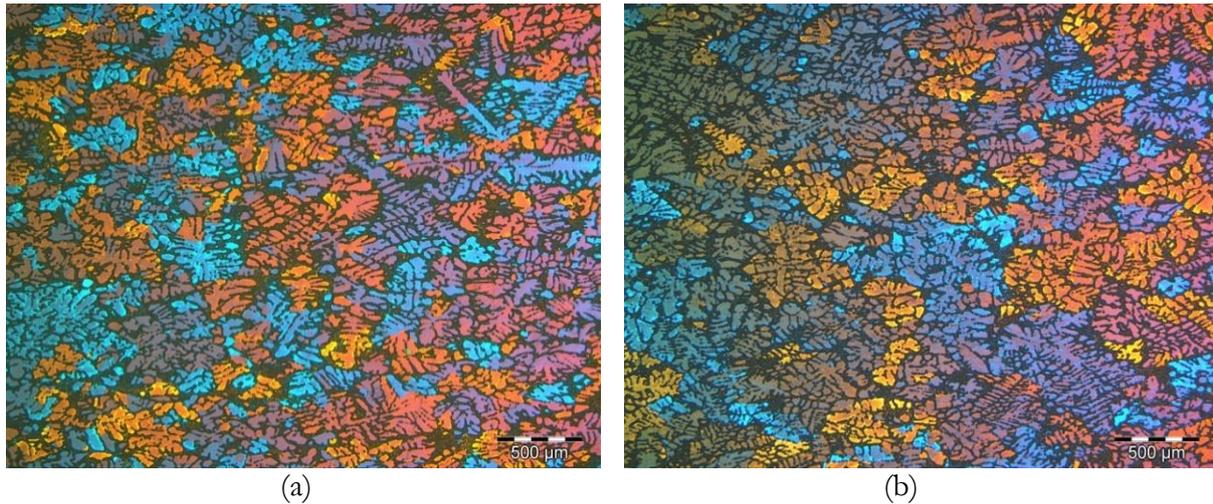
recristallisation de 0,4. Le tableau IV.1 nous montre quant à lui que pour le traitement thermique utilisé à Saint-Jean Industries le paramètre Z de Zener-Hollomon critique est d'environ  $10^{12}$ . En effet, dans les différentes pièces, éprouvette de fatigue, lingot et B8, peu de zones étaient recristallisées pour un Z inférieur à  $10^{12}$ . La recristallisation s'est manifestée pour des valeurs de Z supérieure avec par exemple  $2.10^{12}$  pour le B8 et  $7.10^{13}$  pour l'éprouvette de fatigue. L'échantillon de channel die a recristallisé pour un Z légèrement inférieur de  $8.10^{11}$ , ce qui est proche du Z critique de  $10^{12}$ . La différence peut résider dans le fait que l'échantillon étant de petite taille, son refroidissement après déformation a été plus rapide que celui des pièces massives, et ceci malgré les précautions prises, l'échantillon est resté 10 min dans le channel die ouvert pour avoir un refroidissement lent. Le refroidissement rapide après forge a un effet majeur sur la recristallisation comme nous allons le voir dans le paragraphe IV.3.



**Fig. IV.6** – Micrographie en lumière polarisée du cœur du B8 après traitement thermique (a) forgé à 450°C et (b) forgé à 540°C



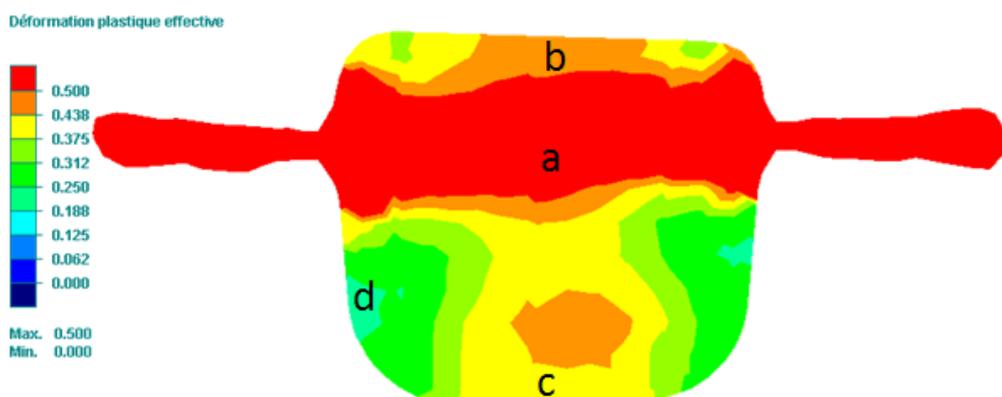
**Fig. IV.7** – Cartographies EBSD en figure de pôle inverse du cœur du B8 après traitement thermique (a) forgé à 450°C et (b) forgé à 540°C



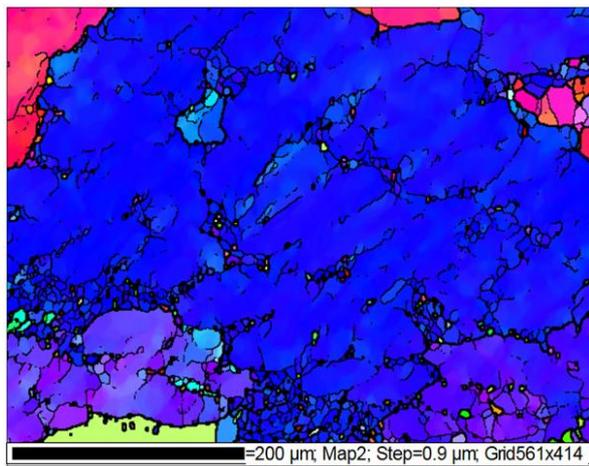
**Fig. IV.8** – Micrographie en lumière polarisée d'éprouvettes de channel die issues du cœur du lingot pour  $\epsilon = 0,5$  et  $\dot{\epsilon} = 5 \text{ s}^{-1}$  après traitement thermique (a) déformée à 450°C et (b) déformée à 540°C

#### IV.2 Différences de microstructure entre la peau et le cœur des pièces cobapressées

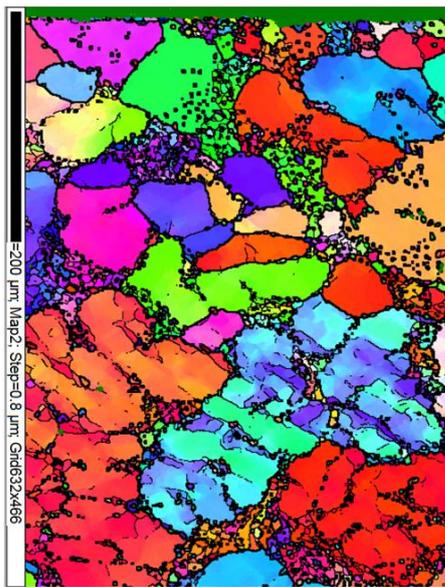
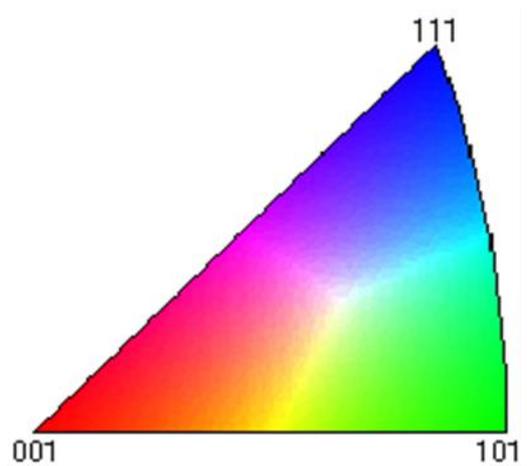
Nous avons vu dans le chapitre précédent que la peau avait une histoire thermomécanique particulière. Nous avons donc observé les différences entre cette peau et les autres zones de la pièce. Les observations en lumière polarisée après oxydation anodique n'ont pas été très satisfaisantes. En effet, les principales évolutions de microstructure sont des restaurations avec formation de sous-grains qui sont difficiles à observer avec cette technique. Nous avons donc choisi d'utiliser l'EBSD. La figure IV.9 montre la section de B8 étudiée en simulation avec les différentes zones observées. La figure IV.10 montre les cartographies obtenues par EBSD.



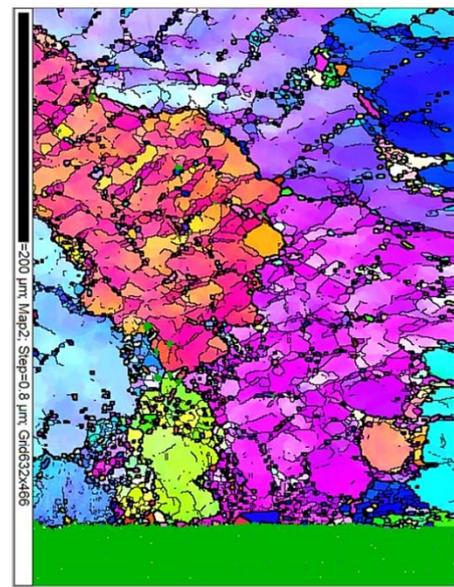
**Fig. IV.9** – Section représentant les différentes zones observées dans le B8



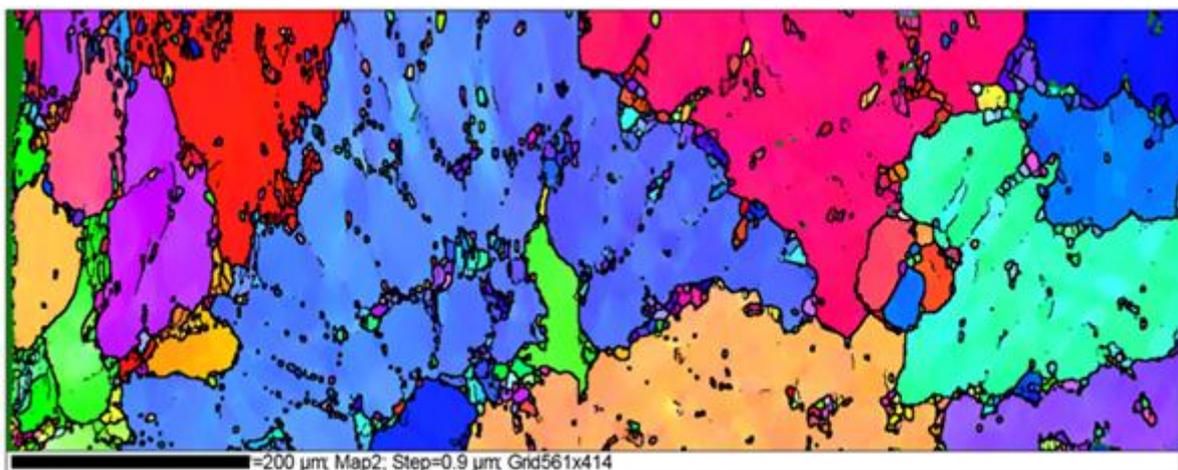
(a)



(b)



(c)



(d)

**Fig. IV.10** – Cartographies EBSD en figure de pôle inverse réalisées dans une section du col du B8 (a) au cœur, (b) en peau supérieure, (c) en peau inférieure et (d) en peau latérale

Nous pouvons voir sur la figure IV.10 que chaque zone a une microstructure particulière. Nous pouvons ainsi vérifier la corrélation entre la déformation prédite par la simulation et la microstructure engendrée.

Le cœur, figure IV.10a, montre une sous-structuration marquée avec quelques grains recristallisés.

La peau supérieure, figure IV.10b, présente une zone recristallisée à grains fins (de l'ordre de 50  $\mu\text{m}$ ) sur environ 250  $\mu\text{m}$  de profondeur, 200  $\mu\text{m}$  supplémentaires sont affectés avec une sous-structure marquée. Pour une profondeur supérieure à 450  $\mu\text{m}$  la matière semble moins affectée. Cette observation corrobore bien la thèse de la déformation locale engendrée par la rugosité de surface et le frottement que nous avons modélisé dans le chapitre précédent. La figure III.16 montre en effet que la déformation en peau est assez importante sur les 500 premiers microns et qu'elle diminue fortement pour des profondeurs plus importantes.

La peau inférieure, figure IV.10c, est quant à elle uniquement sous-structurée sur une profondeur d'environ 400  $\mu\text{m}$  aussi. Nous pouvons voir sur la figure IV.9 que cette zone a un taux de déformation légèrement inférieur à la peau supérieure. La déformation critique qui permet la recristallisation ne doit donc pas être atteinte.

Enfin, la peau latérale, figure IV.10d, montre une zone recristallisée d'assez faible épaisseur (environ 150  $\mu\text{m}$ ) qui doit être due aussi à la rugosité et au frottement. Plus en profondeur, le matériau est beaucoup moins déformé, ce qui correspond aux résultats de simulation, figure IV.9.

En résumé, les observations reflètent bien la microstructure attendue suite aux résultats de modélisation. Nous avons cependant pu mettre en évidence que la peau n'avait pas toujours exactement la même microstructure, recristallisée à grains fins ou sous-structurée. Ces types de structures doivent cependant être tous les deux bénéfiques aux propriétés mécaniques.

### IV.3 Influence de la trempe après forge

Après forge, une bavure entoure la pièce et il est nécessaire de la retirer. Pour ce faire plusieurs systèmes de découpe sont en place à Saint-Jean Industries. Cette découpe s'effectue juste après la forge. Il existe un système de découpe à chaud et un système de découpe à froid. Pour utiliser le système de découpe à froid, il est nécessaire de tremper la pièce après la frappe pour que le temps de cycle ne soit pas trop long. Une dispersion dans les propriétés mécaniques des pièces nous a amené à penser que cette trempe pouvait avoir un effet sur la microstructure. Des observations par EBSD de la peau et du cœur des pièces ont par conséquent été effectuées.

Nous nous sommes intéressés au B8. Les traitements thermiques des deux cas étudiés sont les suivants :

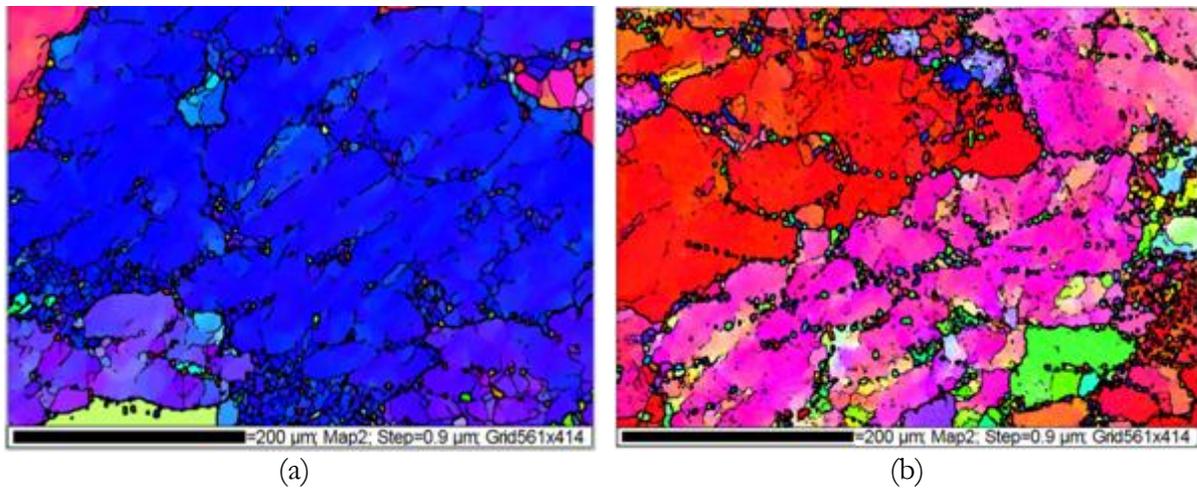
1<sup>er</sup> cas

- Forge à 540°C
- Trempe à l'eau après 5 à 10s
- Mise en solution 5h20 à 540°C
- Trempe à l'eau
- Revenu de 6h20 à 155°C

2<sup>ème</sup> cas

- Forge à 540°C
- Refroidissement à l'air
- Mise en solution 5h20 à 540°C
- Trempe à l'eau
- Revenu de 6h20 à 155°C

Les observations du cœur du B8 sont présentées figure IV.11 et celle de la peau figure IV.12.



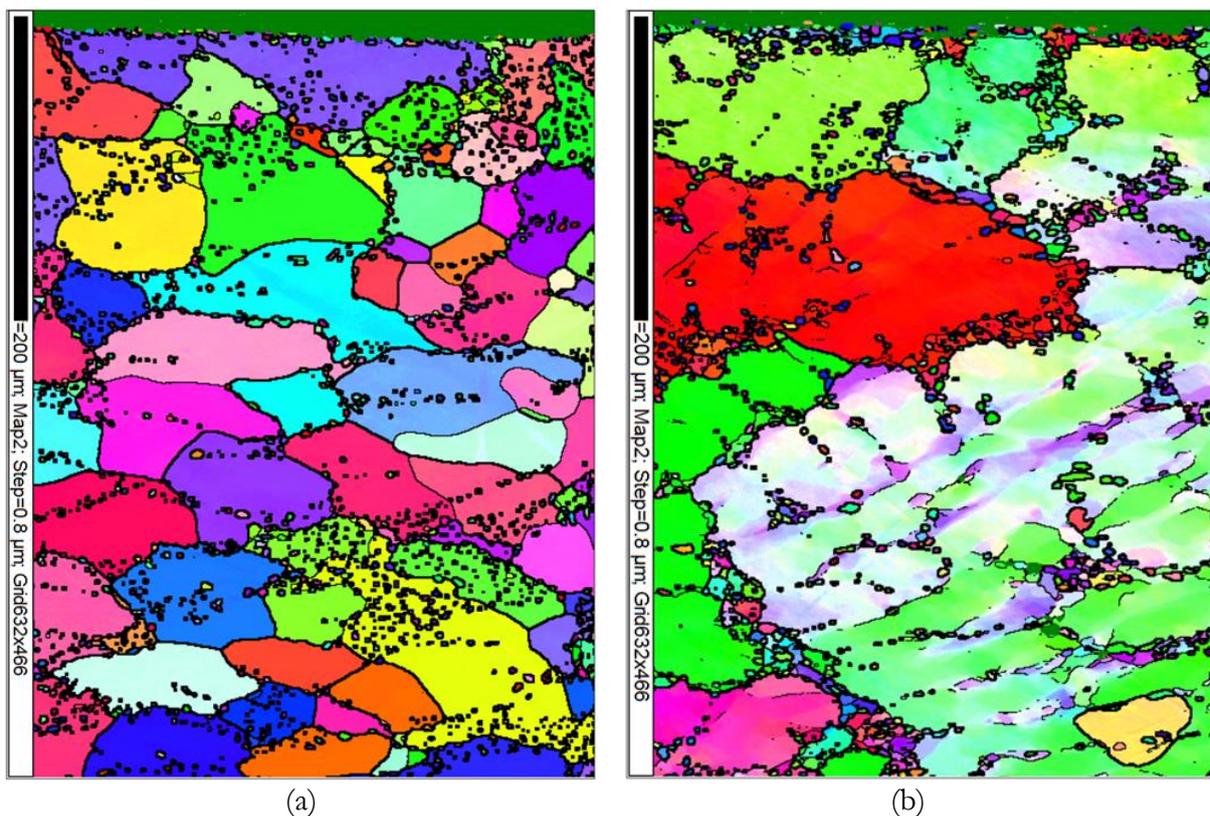
**Fig. IV.11** – Cartographies EBSD du cœur du col du B8 (a) avec trempe après forge (b) refroidi à l'air après forge

L'effet de la trempe après forge n'est pas très important à cœur, les deux micrographies de la figure IV.11 montre une microstructure similaire, assez sous-structurée avec de petites zones recristallisées.

La différence est cependant beaucoup plus marquée en peau comme nous pouvons le constater sur la figure IV.12. Le B8 qui a subi une trempe après forge présente une recristallisation totale en peau supérieure. Des petits grains d'environ 100 μm sont présents sur une profondeur d'environ 500 μm. La profondeur affectée est plus importante que dans le cas précédent. Cette différence doit être due au changement de lubrifiant. En effet, les cartographies de la figure IV.12 correspondent à une peau supérieure de B8 forgé avec un nouveau lubrifiant plus efficace que celui utilisé jusqu'à maintenant à Saint-Jean Industries. Cette meilleure lubrification permet un dégagement de bavure plus facile et semble affecter la matière de sous-surface plus en profondeur par rapport aux cartographies présentées figure IV.10.

Le B8 refroidi à l'air après forge (figure IV.12b) ne présente quant à lui pas de recristallisation. L'alliage comporte des zones écrouies et des zones sous-structurées. L'écroissage peut être assez important et la figure IV.13 montre la désorientation au sein d'un grain de surface. Cette désorientation atteint  $13^\circ$  sur une distance de  $70\ \mu\text{m}$ . Ce résultat montre que dans ce cas précis nous pouvons atteindre des taux de déformation avec des désorientations très importantes sans pour autant entraîner de recristallisation.

La différence de microstructure en peau entre une pièce trempée directement après trempe et une pièce qui refroidit lentement à l'air est donc importante. Elle peut s'expliquer par une attente à haute température plus longue qui permet une importante restauration avec formation de sous-grains et annihilation de dislocations pour la pièce refroidie progressivement. La quantité de défauts (dislocations) stockée dans le matériau n'est donc plus suffisante pour faire germer et croître de nouveaux grains.



**Fig. IV.12** – Cartographies EBSD en peau du col du B8 (a) avec trempe après forge (b) refroidi à l'air après forge

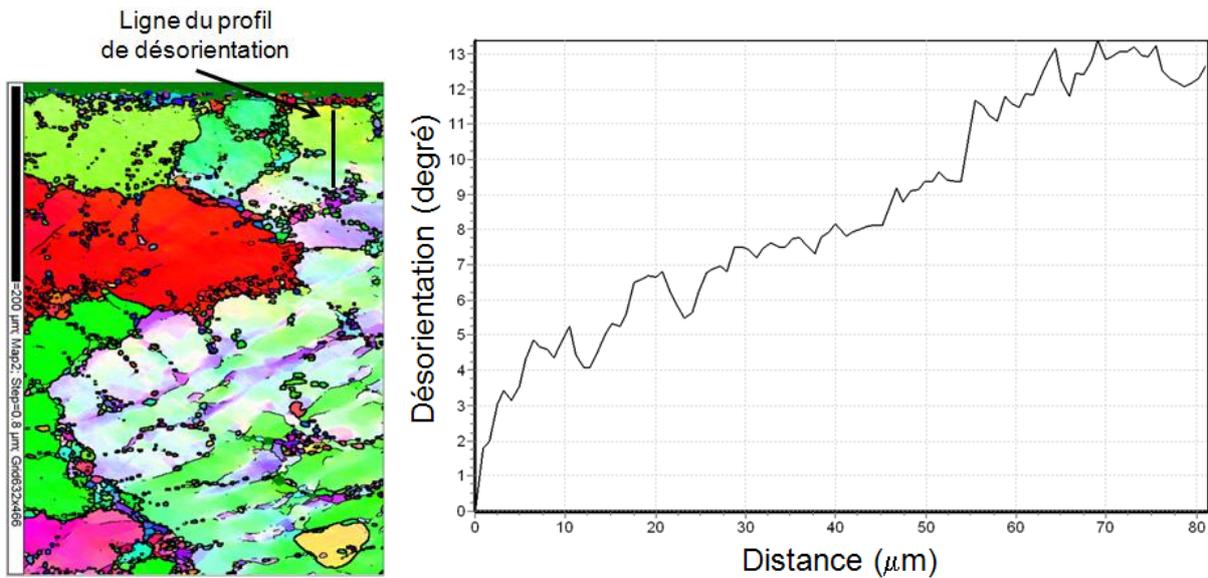


Fig. IV.13 – Profil de désorientation au sein d'un grain déformé en surface

La figure IV.14 montre à nouveau la peau supérieure d'un B8 recristallisée ainsi que sa figure de pôle inverse associée. Cette image montre que l'orientation des nouveaux grains formés lors de la recristallisation ne présente pas de texture particulière. Les propriétés mécaniques des pièces doivent donc être isotropes.

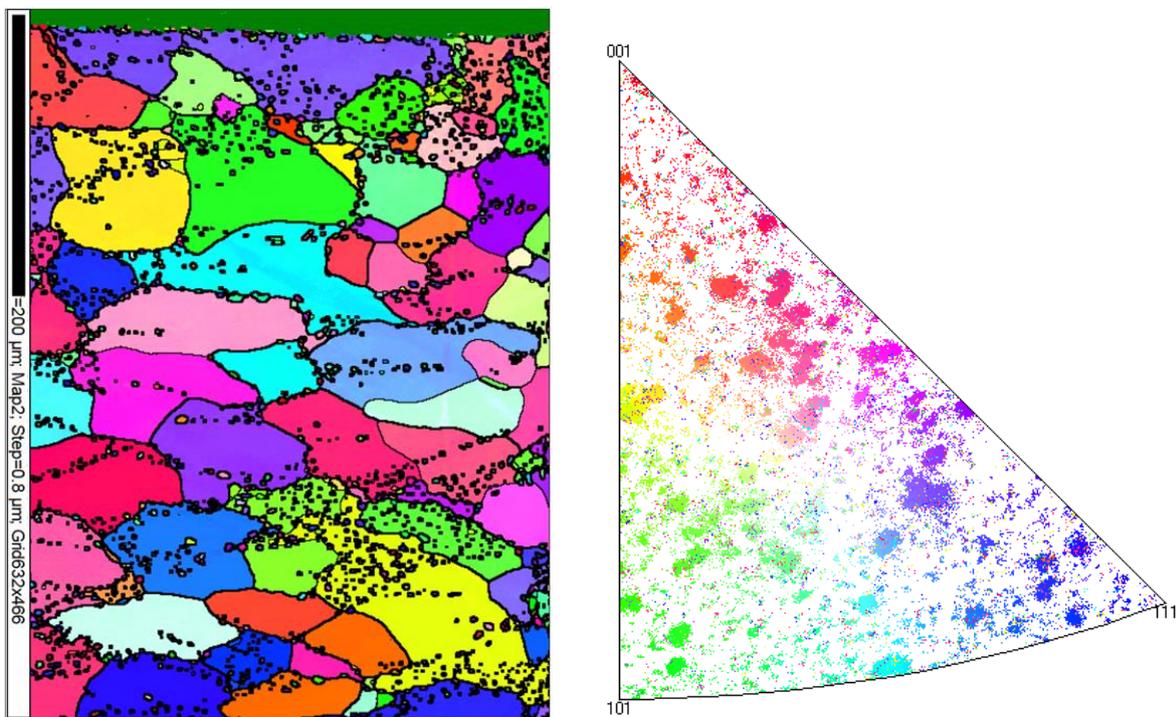
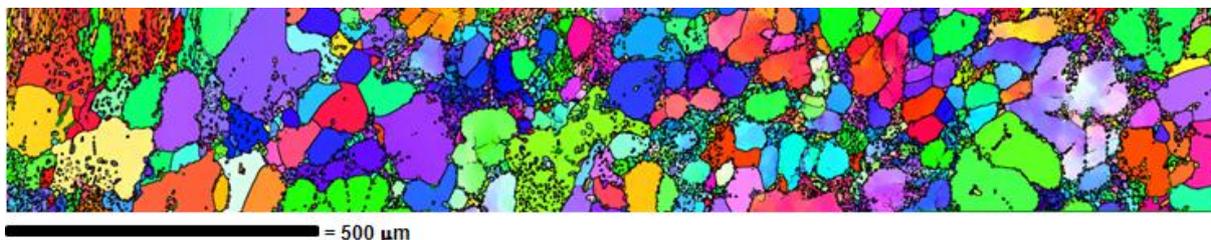


Fig. IV.14 – Cartographie d'une zone de peau entièrement recristallisée ainsi que sa figure de pôle inverse

La figure IV.15 est une observation parallèle à la surface à une profondeur d'environ 50  $\mu\text{m}$  sur une zone assez plate de la peau supérieure du B8. Nous pouvons voir que la recristallisation est assez généralisée avec de nombreux petits grains sur la majorité de la surface observée.



**Fig. IV.15** – Cartographie d'une zone de peau supérieure du B8 majoritairement recristallisée (coupe parallèle à la surface à environ 50  $\mu\text{m}$  en sous-surface)

#### IV.4 Conclusion

Ce chapitre nous a permis d'étudier l'influence des traitements thermomécaniques sur la microstructure.

Cette microstructure n'est pas homogène dans toute la pièce mais la simulation des déformations par éléments finis nous permet de prédire de façon assez correcte l'évolution des différentes zones. La peau qui a une importance majeure pour les pièces de liaisons au sol notamment pour la tenue à la fatigue montre une microstructure avec de petits grains ou sous-structurée, ce qui doit être très bénéfique.

Le niveau de déformation doit être suffisant pour permettre une bonne sous-structuration mais les paramètres de température, de déformation et vitesse de déformation doivent être optimisés pour obtenir la bonne microstructure.

Les préconisations pour la conception des pièces sont donc un niveau de déformation assez important (de l'ordre de 50%) et assez homogène. Les zones très peu déformées et donc peu sous-structurées sont à éviter ainsi que celles trop déformées qui vont être le siège d'une recristallisation trop importante.

Une température de préforme avant forge de 540°C semble optimale car elle diminue les efforts de frappe et elle permet d'éviter d'avoir une recristallisation prédominante que l'on peut observer à 450°C par exemple dans le B8.

La trempe des pièces directement après la forge est à proscrire pour laisser le temps à la matière de se réorganiser et éviter d'avoir un taux de dislocations stockées trop important qui engendre une recristallisation marquée.

## V Evolution des propriétés mécaniques statiques et cycliques

Le chapitre précédent relate des évolutions de microstructure au cours de la déformation à chaud. Nous allons maintenant étudier l'impact de cette évolution sur les propriétés mécaniques des pièces.

### V.1 Evolution des propriétés statiques

#### V.1.1 Comportement en peau et à cœur et ses différences

Les pièces de liaisons au sol ne sont jamais sollicitées en traction pure, une composante de flexion est toujours présente d'où la nécessité de connaître et d'optimiser les propriétés mécaniques de la peau des pièces.

Des essais préliminaires de flexion 3 points sur des plaques issues du lingot ont été effectués. Ils ont montré une plus grande ductilité des échantillons situés en peau par rapport à ceux situés à cœur. Ces essais étant difficiles à exploiter, nous avons préféré effectuer des essais de traction dont l'interprétation est plus aisée. Il était cependant nécessaire d'avoir des échantillons suffisamment petits pour qu'ils aient une microstructure homogène à une profondeur précise par rapport à la peau. Nous avons donc choisi d'utiliser la microéprouvette de traction dont la géométrie est présentée figure II.2.

Pour ces essais, nous nous sommes intéressés au col du B8 qui a une section suffisante pour que l'on puisse extraire des éprouvettes à différentes profondeurs. Les zones d'extraction des différents échantillons sont présentées figure V.1.

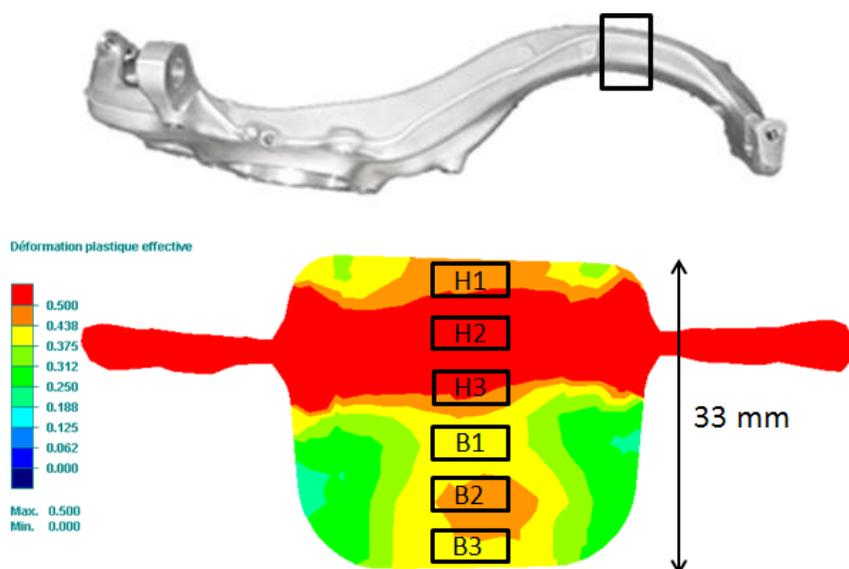


Fig. V.1 – Zones de prélèvements des éprouvettes de traction

Cas	Rp0,2 (MPa)	Rm (MPa)	A%	IQ
H1	240	329	9.5	476
H2	240	308	6.5	430
H3	230	308	7	435
B1	230	295	4.3	390
B2	240	311	5.8	426
B3	250	330	7.3	459

**Tabl. V.1** – Résultats des essais de traction sur microéprouvettes tirées d’une section du B8

Les résultats de ces essais sont présentés dans le tableau V.1. On peut y voir la Rp0,2, la Rm, l’allongement à rupture ainsi que l’IQ des différents échantillons. L’IQ (indice de qualité) est très intéressant pour ce type d’alliage car il permet de déterminer la santé matière. Sa formule est la suivante :

$$IQ = Rm \text{ (MPa)} + 150 \log(A\%)$$

Contrairement à la limite d’élasticité qui dépend principalement du taux de Mg et du traitement thermique, l’IQ ne dépend que de la qualité métallurgique (finesse dendritique, microporosité, inclusions, teneur en fer...). Cet indice est donc très utile pour comparer nos matériaux car on s’affranchit de l’influence du traitement thermique. En effet, on peut modifier le traitement thermique pour augmenter la Rm au prix d’une chute de ductilité et vice-versa par contre l’IQ reste assez constant.

Les résultats montrent de bien meilleures propriétés mécaniques pour les éprouvettes en peau par rapport à celle de cœur. Toutes les propriétés sont affectées. La meilleure Rp0,2 peut s’expliquer par une trempe plus efficace en peau qui empêche la précipitation de s’initier pendant le refroidissement et permet un durcissement optimal lors du revenu. La meilleure sous-structuration a aussi certainement un impact.

Les autres grandeurs, la Rm, l’allongement et l’IQ sont quant à elles augmentées par un SDAS plus fin ainsi qu’une meilleure sous-structuration. En effet, on peut voir que l’éprouvette qui a les moins bonnes caractéristiques, l’échantillon B1, se trouve non seulement à cœur mais observe aussi la déformation la plus faible lors de la forge. Les porosités ne sont plus présentes après forge mais le cœur des pièces est une zone privilégiée pour trouver des inclusions telles que les oxydes ou des microségrégations (forte présence d’eutectiques de silicium) qui vont diminuer l’allongement à rupture ainsi que les autres propriétés.

Ces résultats permettent donc d’affirmer que les propriétés mécaniques statiques de la peau des pièces cobapressées sont bien meilleures que celles du cœur. Les éprouvettes de traction pour caractériser les pièces par les constructeurs automobile sont malheureusement prises à cœur

ce qui ne permet pas de prendre en compte cette caractéristique. Un autre exemple de ces bonnes propriétés de peau est la figure V.2 qui montre un bras de suspension après flambage ainsi que la simulation numérique correspondante. La bonne ductilité de la peau permet d'éviter la rupture du bras, ce qui est un avantage majeur pour des pièces de sécurité.



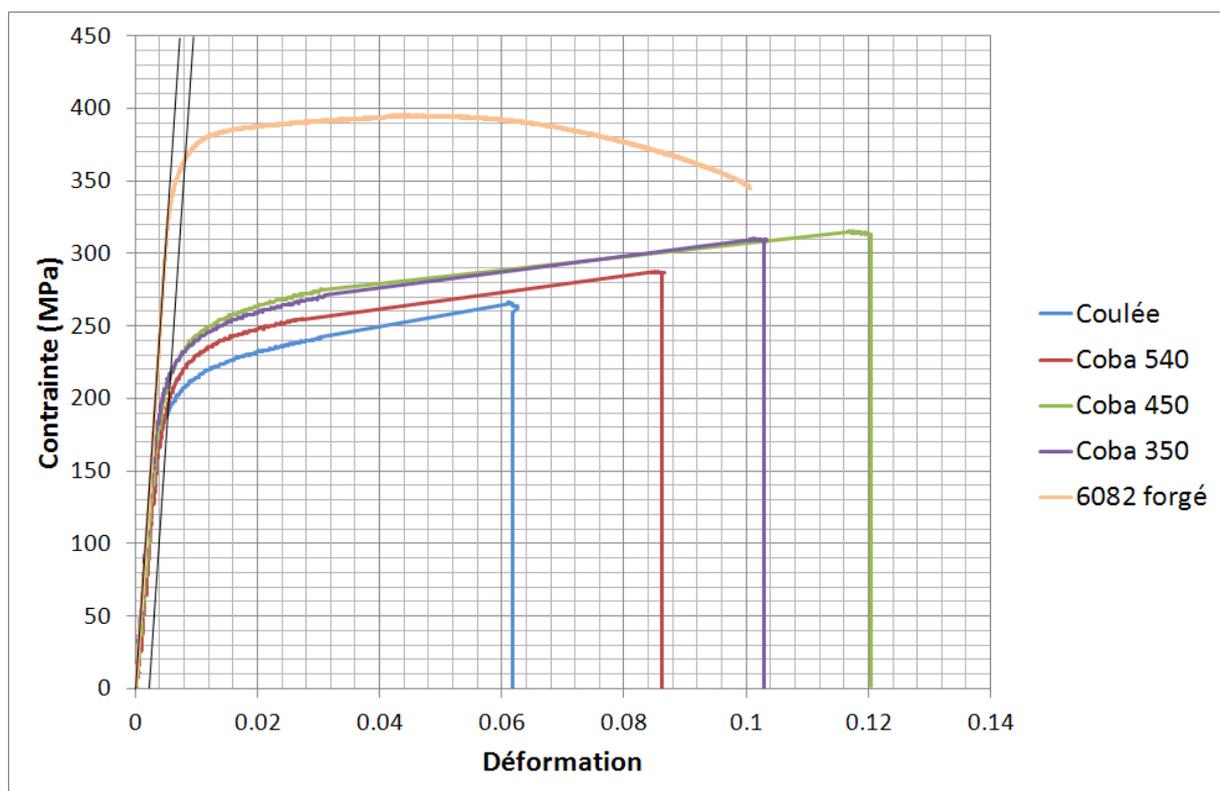
**Fig. V.2** – Simulation du flambage d'un bras de suspension corrélée avec la réalité

### V.1.2 Influence de la température de préforme en forge

Nous avons vu dans le chapitre précédent que la température de préforme lors de la frappe avait un impact majeur sur la microstructure obtenue. La figure IV.5 montre en effet de grande différence avec une recristallisation totale à grains fins pour une température de 350°C, une sous-structuration marquée pour une température de 450°C et une microstructure plus complexe à 540°C dans l'éprouvette de fatigue. Nous avons voulu voir si ces différentes nuances entraînaient une modification des propriétés mécaniques. Nous avons donc effectué des essais de traction sur les éprouvettes de fatigue dont nous avons fileté les têtes mais dont les autres zones n'ont pas subi d'usinage. Nous rappelons que la composition chimique et le traitement thermique de toutes les éprouvettes sont identiques. Elles ont aussi toutes été coulées le même jour avec les mêmes paramètres de fonderie. Les courbes sont exposées sur la figure V.3 et les propriétés mécaniques qui en découlent sont rappelées dans le tableau V.2. Un essai sur une éprouvette de 6082 forgée a aussi été entrepris pour voir les différences de comportement entre ces deux alliages.

Comme nous nous y attendions, les éprouvettes ayant subi une déformation à chaud montrent de meilleures caractéristiques avec une augmentation de toutes les propriétés mécaniques par rapport à la fonderie. La microstructure à grains fins montre un bon comportement mais c'est la microstructure sous-structurée qui se trouve être la meilleure. Le fait que la sous-structuration améliore la limite d'élasticité est un phénomène connu, cependant, ceci se fait au détriment de la ductilité dans la majorité des cas. Pour les pièces cobapressées, les sous-

joints de grains semblent non seulement augmenter la limite d'élasticité mais la ductilité est elle aussi améliorée. Même s'il est difficile d'expliquer ce phénomène, des hypothèses ont été imaginées. Nous savons que le fait de diminuer le SDAS ou de modifier au strontium l'AS7G03 permet d'améliorer les propriétés mécaniques, notamment l'allongement à rupture. Cette amélioration est permise par une réduction de l'endommagement lors de la déformation. En effet, comme nous l'avons vu dans le paragraphe 1.8, la littérature explique ce meilleur comportement par un blocage des dislocations moins efficace par les particules de silicium et donc une concentration de la déformation moins importante. En présence d'une microstructure sous-structurée ou de grains très fins, des obstacles aux dislocations qui sont les joints et sous-joints de grains sont ajoutés aux particules de silicium. Lors de la déformation les dislocations vont donc s'accumuler sur un plus grand nombre de sites, la concentration de déformation sera donc plus dispersée et l'endommagement local moins important. Ce qui peut par conséquent améliorer la ductilité ainsi que les autres propriétés comme la Rm et l'IQ.



**Fig. V.3** – Courbes de traction d'éprouvettes de fatigue en AS7G03 coulée, cobapressée à 540°C, 450°C, 350°C et d'un alliage AS1 forgé pour comparaison

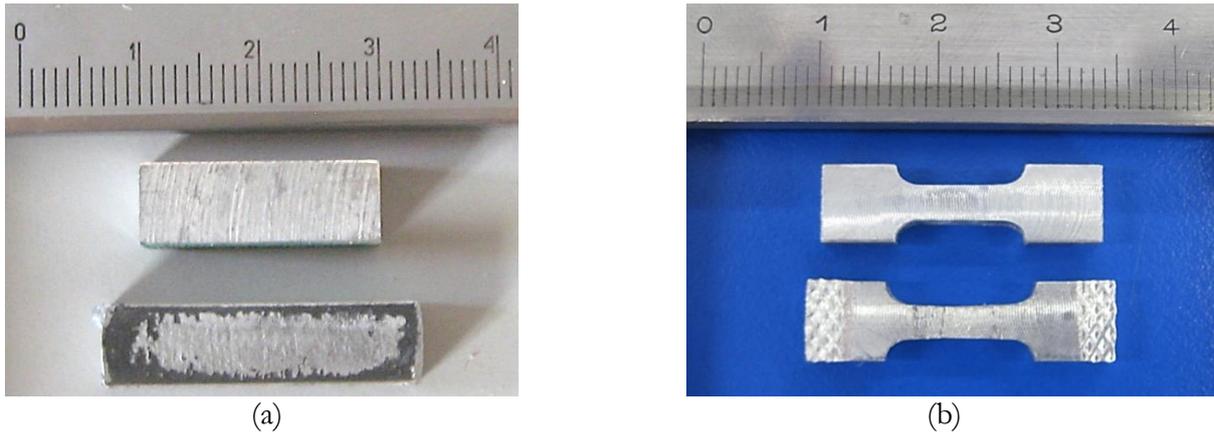
Cas	Rp0,2 (MPa)	Rm (MPa)	A%	IQ
6082 forgé	360	395	10.1	546
Coulée	200	266	6.1	384
Coba 540	210	288	8.5	427
Coba 450	220	314	12	476
Coba 350	220	310	10.2	461

**Tabl. V.2** – Résultats des essais de traction sur éprouvettes de fatigue en AS7G03 coulée, cobapressée à 540°C, 450°C, 350°C et d’un alliage AS1 forgé pour comparaison

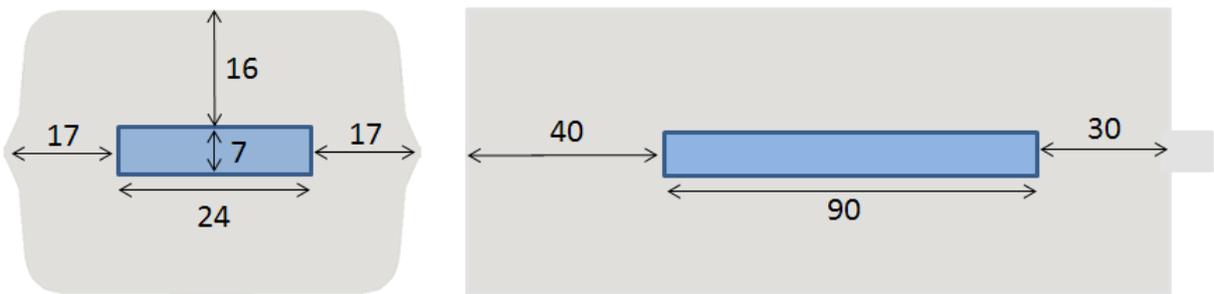
L’AS1 forgé montre quant à lui de meilleures propriétés mécaniques avec une Rp0,2 et une Rm très supérieures et un allongement à rupture comparable, à l’AS7G03 cobapressé. Les pièces en 6082 forgé sont donc plus résistantes. Cependant, l’écrouissage de l’AS1 semble beaucoup moins efficace, la contrainte augmentant très faiblement avec la déformation. Ce meilleur écrouissage est un avantage de l’AS7G03 qui permet de fortement limiter la striction ou les localisations d’endommagement lors de la déformation. Cet atout est à rappeler pour des pièces de liaisons au sol qui doivent résister à un flambage important sans rupture.

### V.1.3 Influence du taux et de la vitesse de déformation

Nous avons vu dans le chapitre précédent que le niveau et la vitesse de déformation sont déterminants pour l’évolution de microstructure. Nous avons donc fait varier ces paramètres lors des essais effectués en channel-die dont le protocole est détaillé dans le paragraphe II.2 pour étudier leurs effets sur les propriétés mécaniques. La température des échantillons au cours de la déformation a été choisie à 530°C car c’est celle qui permet d’avoir une microstructure qui varie peu avec la vitesse et le niveau de déformation. Nous avons utilisé une vitesse de déformation proportionnelle au niveau de déformation et les éprouvettes ont subi un traitement thermique T6 après déformation avant d’être usinées. Un exemple des échantillons avant et après déformation dans le channel die est exposé figure V.4a tandis que la figure V.4b montre les microéprouvettes de traction avant et après rupture. Pour ne pas être perturbé par les autres paramètres qui influent sur les propriétés mécaniques, comme le SDAS ou la composition, tous les échantillons de channel die sont tirés du même lingot dans la zone indiquée sur la figure V.5. Cette zone a été choisie car elle est assez éloignée de la masselotte pour ne pas comporter de retassures et que le SDAS y est homogène. Nous nous sommes intéressés à une plage de déformation allant de 0 à 0,6, représentative des pièces réelles et les résultats sont présentés dans le tableau V.3.



**Fig. V.4** – (a) Exemples d'éprouvettes de channel-die avant et après déformation, (b) exemples de microéprouvettes avant et après traction à rupture



**Fig. V.5** – Zones de prélèvement des éprouvettes de channel-die au sein du lingot

Cas	$\varepsilon$	$\dot{\varepsilon}$ ( $s^{-1}$ )	Rp0,2 (MPa)	Rm (MPa)	A%	IQ
1	0	0	210	245	2.4	302
2	0	0	225	297	10.9	453
3	0.1	1	230	299	10	449
4	0.1	1	235	301	8.5	440
5	0.21	2	240	308	9.5	455
6	0.18	2	240	309	9.4	455
7	0.45	4	240	303	11.4	462
8	0.42	4	260	316	12.2	479
9	0.52	5	245	321	13.1	489
10	0.59	6	230	314	12.9	481

**Tabl. V.3** – Résultats des essais de traction sur microéprouvettes issues des échantillons de channel-die après déformation à chaud

L'éprouvette n°1 a montré des caractéristiques médiocres du fait de la présence d'une microporosité qui a un effet marqué sur les échantillons de cette taille. Les autres cas n'ont pas montré ce genre de problème. L'influence des porosités ou des inclusions peut donc être négligée pour ces cas. Nous pouvons voir qu'une légère déformation, de 0,1, améliore la Rp0,2 et la Rm,

cet effet augmente avec la déformation. L'augmentation de ductilité se met elle en place pour des déformations supérieures à 0,4. Cette valeur correspond à la valeur critique à partir de laquelle les premiers petits grains recristallisés apparaissent. Le phénomène observé peut s'expliquer par une augmentation de la sous-structuration des dendrites avec la déformation jusqu'à une valeur de 0,4 qui améliore progressivement la  $R_{p0,2}$  et la  $R_m$ . Pour des valeurs supérieures à 0,4, nous avons atteint un régime stationnaire et la taille de la sous-structure ne doit plus évoluer, la désorientation entre sous-grains peut cependant continuer à croître (Glez J.C., Driver J.H., 2003), (Furu T. et al., 1996). Nous observons même un début de recristallisation avec un paramètre de Zener-Hollomon qui augmente. En effet, nous avons choisi une vitesse proportionnelle à la déformation.

En résumé, la meilleure  $R_{p0,2}$  a été obtenue pour une déformation de 0,42 à 260 MPa. Nous n'avons jamais observé de valeurs supérieures pour cet alliage. Le meilleur IQ semble être obtenu pour une déformation légèrement supérieure, 0,52, à une valeur de 489. Une déformation supérieure ne semble pas avoir d'impact supplémentaire, un régime stationnaire doit être atteint et il n'est pas possible d'obtenir une sous-structure plus fine stable à haute température.

Ce niveau de déformation coïncide avec celui qui permet de refermer les porosités de taille intermédiaire. En effet, (Chang F.C. et al., 2004) ont montré qu'une déformation de 30% permet de refermer des pores d'une taille 0,4 mm dans une section de 5 mm, une déformation de 41% referme des pores de 0,7 mm dans une section de 10 mm tandis qu'une déformation de 52% permet la soudure de pores de 1,4 mm dans une section de 15 mm pour un alliage d'aluminium 7075.

En termes de propriétés mécaniques statiques pour une température de préforme de 530°C et un traitement thermique T6, la déformation optimale semble donc être de l'ordre de 0,5 pour une vitesse de déformation de 5 s<sup>-1</sup>.

## V.2 Evolution des propriétés cycliques

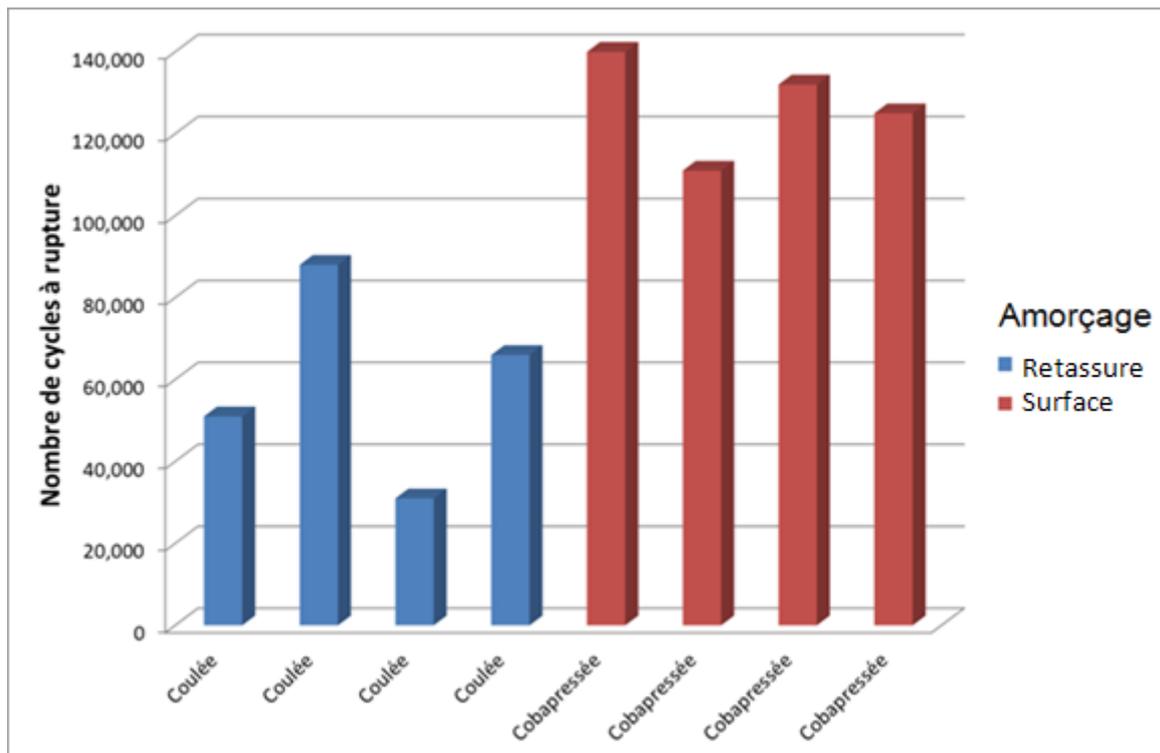
Les pièces de liaisons au sol dans l'automobile sont majoritairement sollicitées en fatigue. Ce point fait donc partie du cahier des charges et la tenue à la fatigue est un critère important dans le dimensionnement des pièces. Cette partie expose donc les résultats des essais qui montrent l'apport de la frappe à chaud sur les propriétés mécaniques cycliques des pièces de fonderie.

### V.2.1 Influence de la porosité

Tout d'abord, nous avons vu que la déformation à chaud permettait la soudure des retassures de fonderie lorsqu'elles sont présentes dans le matériau. Cependant, nous avons voulu vérifier si la soudure de ces défauts avait une tenue mécanique satisfaisante. Nous avons donc coulé des éprouvettes de fatigue, dont la géométrie est présentée figure II.4, qui contenaient des retassures internes. Ces éprouvettes ont ensuite été forgées. Nous avons par la suite testé en fatigue les deux lots d'éprouvettes. Le premier étant issu de la fonderie, le deuxième cobapressé, c'est-à-dire qu'il a subi une étape de forge en plus. Les deux lots ont reçu le même traitement thermique et les résultats sur le nombre de cycles à rupture et les sites d'amorçage sont présentés figure V.6 et V.7.

Nous pouvons voir que le coup de presse a permis de refermer les retassures qui peuvent être importante. En effet, celle que l'on peut voir figure V.7 mesure environ 2 mm. Cette soudure résiste bien mécaniquement car les sites d'amorçage sont situés en surface dans tous les cas de figure pour les éprouvettes cobapressées alors que la fissure s'est initiée sur une porosité interne pour toutes les éprouvettes du lot n'ayant pas vu de déformation à chaud. L'étape de forge permet en outre de doubler le nombre de cycles à rupture et de diviser par deux la dispersion pour la même sollicitation en fatigue.

D'après les simulations numériques, la déformation au cours de la frappe est de l'ordre de 0,4 dans la zone où se trouve la cavité. Cette déformation ne paraît pas très importante pour refermer un défaut millimétrique mais la pression liée au remplissage de l'empreinte et à la formation de la bavure en fin de frappe joue certainement un rôle bénéfique dans le mécanisme de fermeture.



	Coulée	Cobapressée
Moyenne	59 000	127 000
Ecart-Type	24 069	12 024

**Fig. V.6** – Nombre de cycles à rupture et étude de l’amorçage entre des éprouvettes de fatigue coulées et cobapressées

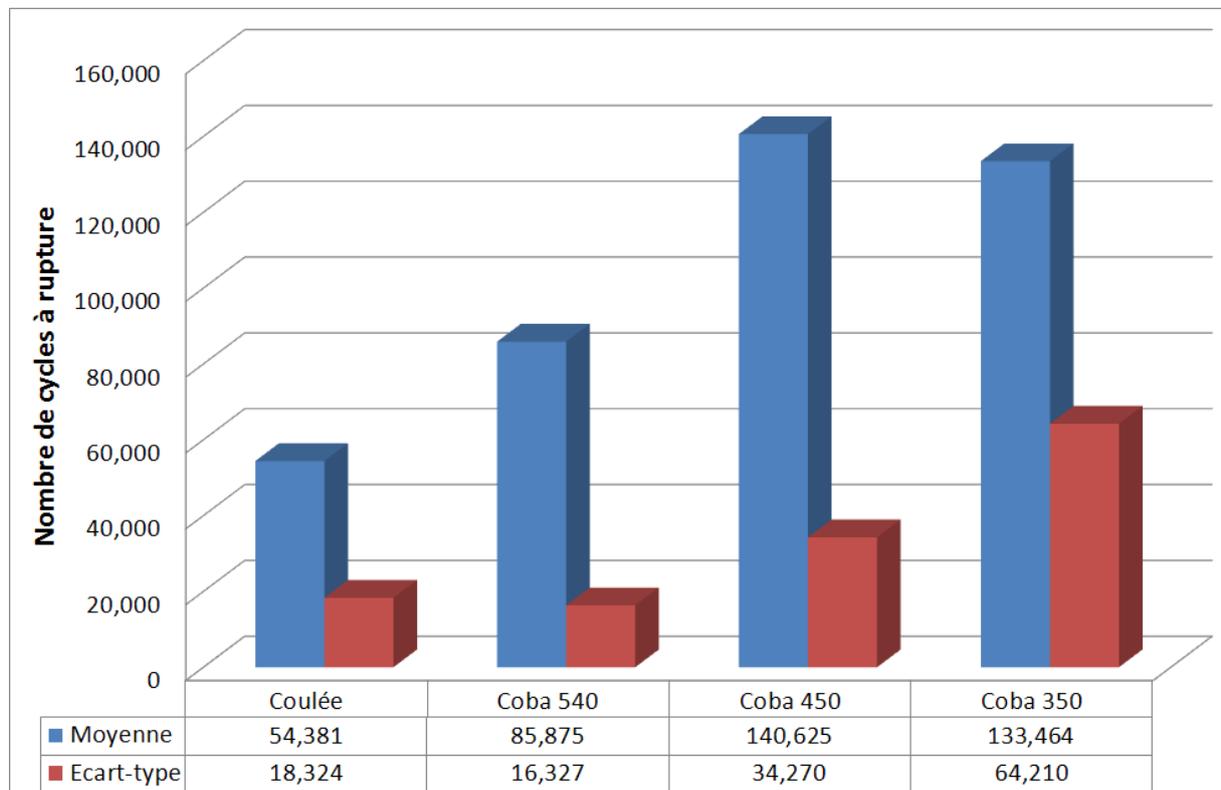


**Fig. V.7** – Faciès de rupture d’une éprouvette de coulée avec amorce sur une retassure de cœur

### V.2.2 Influence de la déformation à chaud sur la fatigue en traction

Nous savons maintenant que la température des préformes de fonderie au cours de la forge a un impact majeur sur la microstructure engendrée ainsi que sur les propriétés mécaniques statiques. Nous avons choisi de vérifier si ces différences influent sur la durée de vie en fatigue du matériau. Des essais de fatigue en traction simple,  $R = 0,1$ , pour une contrainte maximale de 220

MPa ont été entrepris sur les différents lots d'éprouvettes. Cinq échantillons par lots ont été testés. Les statistiques sur les résultats obtenus sont présentés figure V.8. Une différence majeure réside néanmoins dans cette campagne d'essai. Les paramètres de fonderie et le moule ont été modifiés pour obtenir des éprouvettes de fonderie exemptes de cavités. L'impact mesuré est donc uniquement lié à la microstructure.

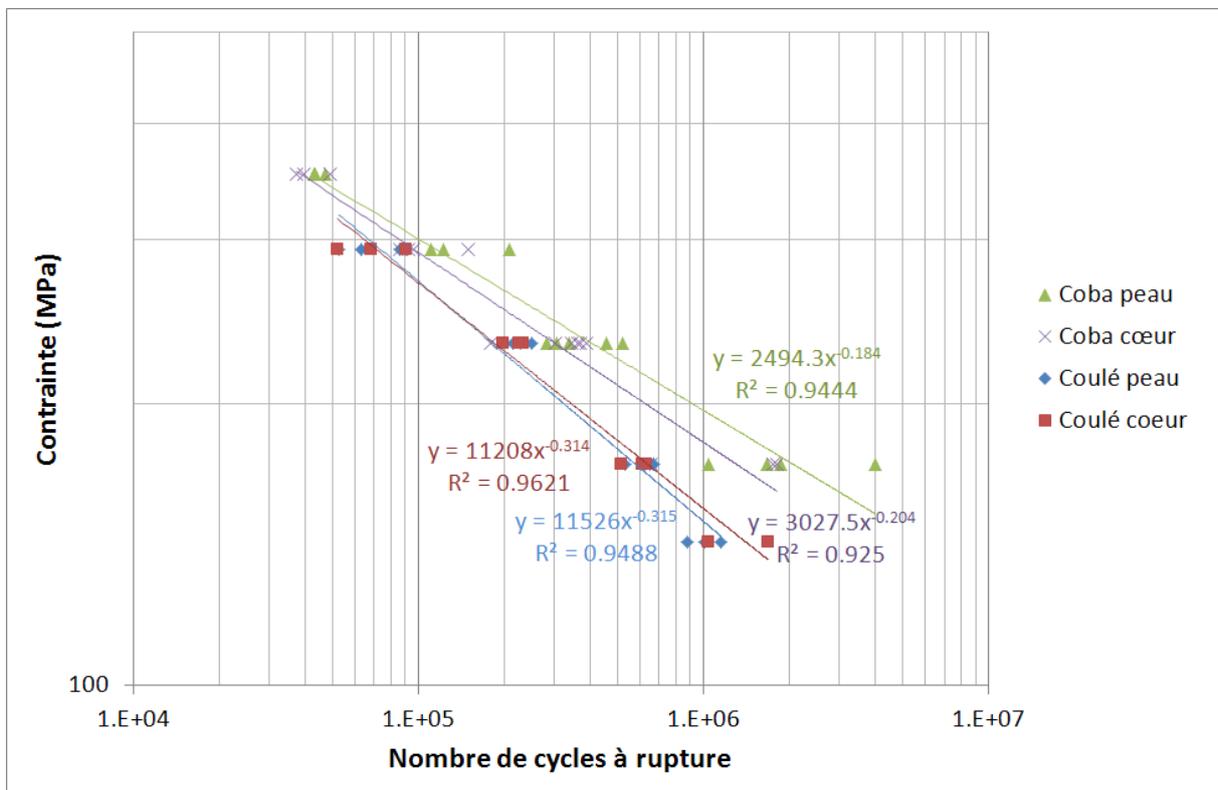


**Fig. V.8** – Statistiques sur le nombre de cycles à rupture en fatigue en traction pour  $R = 0,1$  et  $\sigma = 220$  MPa

Nous pouvons voir sur ce graphe que le nombre de cycles à rupture est fortement dépendant des propriétés mécaniques statiques. En effet, le lot d'éprouvettes qui se comporte le mieux en fatigue a aussi les caractéristiques mécaniques les meilleures. Ce résultat semble assez trivial mais de nombreux paramètres ont un impact sur la durée de vie en fatigue, il était donc nécessaire de faire ces essais pour étudier cet effet et pour quantifier le gain réalisé. En effet, nous pouvons voir que le COBAPRESS<sup>TM</sup> améliore notablement la durée de vie en fatigue par rapport à la fonderie classique mais la température et donc la microstructure joue un rôle majeur. Le gain pour la frappe à 540°C est de 60% alors qu'il atteint 160% pour la frappe à 450°C. Ici aussi les éprouvettes forgées à 350°C montrent un comportement intermédiaire. La sous-structure joue, comme lors des essais de traction, son rôle de blocage des dislocations et réduit l'amorçage et la propagation de fissure.

### V.2.3 Influence de la déformation à chaud sur la fatigue en flexion 4 points

Afin d'étudier les caractéristiques spécifiques de la peau en fatigue, les essais de flexion 4 points sont les mieux indiqués. En effet, le moment étant constant entre les deux rouleaux centraux, nous avons une contrainte constante dans toute cette zone qui est maximale en peau. Pour ce faire nous avons fait des essais de fatigue sur des plaques usinées par électroérosion pour quatre différents cas qui sont : échantillons coulés présentant la peau du matériau, coulé / cœur, cobapressé / peau et cobapressé / cœur. Le protocole expérimental de cet essai est présenté dans le paragraphe II.3.2 et les résultats sur la figure V.9. Nous rappelons que le traitement thermique et le SDAS sont similaires pour les lingots coulés et cobapressés.



**Fig. V.9** – Courbes de fatigue en flexion 4 points pour un rapport R = 0,1 de plaques usinées par électroérosion en peau et à cœur de lingots coulés et cobapressés

Les résultats apportent plusieurs informations. Tout d'abord, les éprouvettes cobapressées montrent une plus longue durée de vie par rapport à celles coulées comme dans le cas de la fatigue en traction. Cependant, cet essai permet de différencier les caractéristiques de peau et de cœur et la sollicitation est plus proche des contraintes réelles de la pièce. Ainsi, on peut voir un meilleur comportement des éprouvettes de peau pour le cas des lingots cobapressés. Pour mieux quantifier le gain obtenu, un paramètre intéressant pour les pièces automobile est la

contrainte que peut supporter le matériau pour une durée de vie d'un million de cycles. Ainsi, on peut voir que cette contrainte vaut environ 195 MPa pour les éprouvettes de peau cobapressées contre une valeur d'environ 180 MPa pour une éprouvette de cœur, on a donc une augmentation de la contrainte à un million de cycles de 8%. Pour les éprouvettes coulées cette valeur n'est que de 150 MPa, on a donc un gain de 30 % sur cette contrainte entre une éprouvette de peau cobapressée et une éprouvette de peau ou de cœur issue de la fonderie. Ce phénomène peut s'expliquer par la sous-structuration marquée, spécialement en peau, des éprouvettes ayant été forgées. L'état de surface des éprouvettes de peau cobapressées permet aussi d'améliorer les propriétés cycliques. Les mesures moyennes de rugosité de surface des différents lots d'échantillons sont exposées dans le tableau V.4. Les formules permettant de les calculer sont les suivantes :

$$R_a = \frac{1}{l} \int_0^l |z(x)| dx$$

$$R_t = |z_{\max} - z_{\min}|$$

$$R_z = \frac{1}{5} \left[ \sum_{i=1}^5 (z_i)_{\max} + \sum_{j=1}^5 |(z_j)_{\min}| \right]$$

	Coba peau	Coba cœur	Coulée peau	Coulée cœur
$R_a$ ( $\mu\text{m}$ )	0.51	2.74	3.14	2.74
$R_z$ ( $\mu\text{m}$ )	2.91	14.08	16.66	14.08
$R_t$ ( $\mu\text{m}$ )	4.45	18.59	22.82	18.59

**Tabl. V.4** – Rugosité de surface des différentes éprouvettes de fatigue en flexion 4 points

Les éprouvettes de cœur ont toutes été usinées de la même façon par électroérosion, elles montrent toutes le même état de surface avec une rugosité intermédiaire. La rugosité des lingots coulés en peau est la plus importante avec une valeur proche de l'usinage tandis que celle des lingots cobapressés est de loin la meilleure. Le fait de forger les pièces dans des matrices polies permet de diviser d'un facteur 4 à 5 la rugosité de surface, ce qui est très bénéfique.

Les éprouvettes coulées ont quant à elle des propriétés inférieures mais les caractéristiques de peau et de cœur sont similaires. A cœur, le SDAS est légèrement supérieur à la peau mais ceci ne semble pas affecter la tenue à la fatigue. Les rugosités de surface sont proches et en l'absence de sous-structure en peau le comportement semble être le même pour les différentes zones du lingot.

Les résultats de fatigue des éprouvettes issues du lingot cobapressé montrent cependant

une certaine dispersion. Pour mieux comprendre le phénomène nous avons choisi d'extraire des microéprouvettes de traction au sein d'échantillons ayant des durées de vie différentes. L'épaisseur des plaques étant de 5 mm et les parties se trouvant à l'extérieur des rouleaux ne voyant aucune contrainte, nous avons pu procéder à l'opération après rupture par fatigue des éprouvettes. Deux microéprouvettes de traction ont été tirées par échantillons et les résultats sont répertoriés dans le tableau V.5.

Cas	Rp0,2 (MPa)	Rm (MPa)	A%	IQ	N <sub>cycles</sub> à 170 MPa
9C1	240	283	2.7	348	1 800 000
9C2	230	298	7	425	1 800 000
9P1	235	307	11.3	465	2 000 000
9P2	230	303	10.1	454	2 000 000
10C1	220	298	8.8	440	656 000
10C2	220	295	8.3	433	656 000
10P1	230	304	11.3	462	1 042 000
10P2	225	306	11	462	1 042 000

**Tabl. V.5** – Propriétés mécaniques en traction de différentes éprouvettes de fatigue ainsi que leur nombre de cycles à rupture pour une contrainte de 170 MPa

La principale conclusion que nous pouvons déduire du tableau V.5 est un lien fort entre le nombre de cycle à rupture et la Rp0,2. En effet, les éprouvettes qui effectuent le plus grand nombre de cycles sont celles qui obtiennent la meilleure Rp0,2. La ductilité joue peut être un rôle mineur qui est certainement plus important pour de la fatigue à une contrainte plus grande lorsqu'un début de plasticité peut s'observer. Ce résultat semble assez normal vu qu'une contrainte de 170 MPa représente une fraction de la limite d'élasticité plus importante lorsque la Rp0,2 est plus faible.

#### V.2.4 Observation d'une fissure en peau sur éprouvette cobapressée

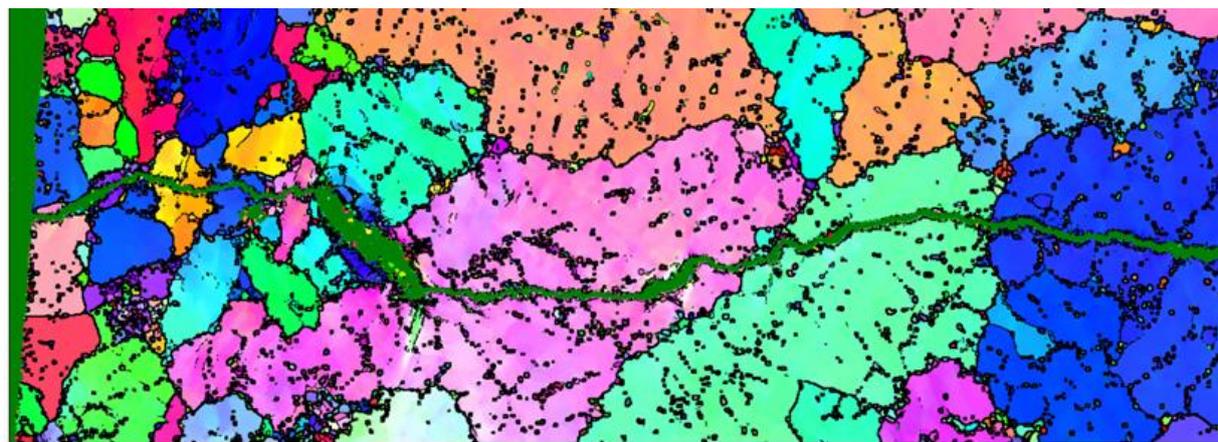
Pour comprendre les phénomènes qui entrent en jeu lors des essais de fatigue, il est très intéressant d'étudier le phénomène d'amorçage et de propagation de fissures. En ce qui concerne l'amorçage, nous savons qu'il faut éviter les inclusions telles qu'oxydes ou intermétalliques riches en fer ainsi que les retassures et porosités. Le fait d'avoir une faible rugosité de surface limite aussi les concentrations de contraintes. Le rôle de la microstructure dans l'amorçage et la propagation de fissure est plus difficile à étudier. Nous avons cependant effectué des essais de fatigue que nous arrêtons périodiquement pour détecter la présence de fissure par ressuage. Une des éprouvettes issues de ces essais stoppés avant rupture a été découpée et une observation à

l'EBSD nous a permis d'observer le trajet de la fissure. L'image obtenue ainsi qu'un zoom sur la peau sont exposées figure V.10.

Nous pouvons voir que pour le cas observé, la peau montre une recristallisation à grains fins. La fissure ne semble pas suivre les joints de grains mais elle est plus tortueuse dans cette zone de peau. La faible taille des grains doit aussi limiter la plasticité en fond de fissure et donc limiter l'amorçage et la propagation. Une fois la zone de peau traversée, la fissure semble se propager de façon assez rectiligne et elle suit les particules de silicium comme décrit dans la littérature. Dans ce cas précis, la déformation n'est pas très importante en profondeur, c'est donc principalement la zone de peau qui a joué son rôle de limitation de la propagation.



(a)



(b)

**Fig. V.10** – Cartographie EBSD d'une zone de peau traversée par une fissure (a) vue d'ensemble, (b) zoom sur la peau

### V.3 Conclusion

Ce chapitre montre en détails les évolutions des propriétés mécaniques liées au coup de presse du procédé COBAPRESS™. En outre, nous avons pu établir une relation entre la microstructure et les propriétés mécaniques statiques et cycliques. Nous avons vu que la forge permet de refermer les retassures avec une tenue mécanique satisfaisante, il augmente aussi la  $R_{p0,2}$ , l'allongement, l'IQ ainsi que la durée de vie en fatigue par différents mécanismes, sous-structuration, meilleure santé matière et meilleur état de surface. Les paramètres thermomécaniques doivent néanmoins être dans une certaine gamme afin d'optimiser cette valeur ajoutée. Nous avons vu que la déformation doit être aux alentours de 0,5 pour une vitesse de  $5 \text{ s}^{-1}$  en restant la plus homogène possible pour permettre la soudure des défauts et une microstructure optimale, c'est-à-dire sous-structurée sans présence de gros grains recristallisés. Pour diminuer l'effort de presse et éviter une recristallisation anormale avec des gros grains une température de préforme de  $530^\circ\text{C}$  est aussi préconisée. Il est vrai qu'une température plus faible a permis d'améliorer les propriétés de l'éprouvette de fatigue mais pour la majorité des pièces, leur forme plus complexe nécessite une déformation plus importante et par conséquent une température plus haute est bénéfique.